

N° d'ordre : 4861

THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITÉ BORDEAUX I

ÉCOLE DOCTORALE DE SCIENCES PHYSIQUES ET DE L'INGÉNIEUR

par **Etienne LEMAIRE**

POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR

SPÉCIALITÉ : ÉLECTRONIQUE

Contribution au développement de microcapteurs intégrés de viscoélasticité de fluides

Soutenue le : 1 octobre 2013

Après avis des rapporteurs :

M. Danick BRIAND	Enseignant-chercheur à l'EPFL	Rapporteur
M. Bernard LEGRAND	Directeur de recherche à l'IEMN	Rapporteur

Devant la commission d'examen composée de :

M. Yacine AMAROUCHENE	Chargé de recherche au LOMA/CNRS	Examineur
M. Danick BRIAND	Enseignant-chercheur à l'EPFL	Rapporteur
M. Benjamin CAILLARD	Enseignant-chercheur à l'Université Bordeaux 1	Codirecteur de thèse
Mme Isabelle DUFOUR	Professeur à l'Université Bordeaux 1	Directeur de thèse
Mme Elisabeth DUFOUR-GERGAM	Professeur à l'Université Paris-Sud	Président
M. Stephen HEINRICH	Professeur à Marquette University	Examineur
M. Bernard LEGRAND	Directeur de recherche à l'IEMN	Rapporteur

Remerciements

Ce manuscrit est la synthèse de trois ans de travail, je tiens à remercier toutes les personnes qui de près ou de loin y ont contribué.

Je tiens tout d'abord à remercier particulièrement mes directeurs de thèse, Isabelle Dufour, et Benjamin Caillard, pour avoir accepté de diriger ces travaux avec beaucoup de disponibilité, d'attention et d'efficacité. Être leur doctorant durant ces trois années a été une expérience très positive et très riche, autant sur le plan scientifique que sur le plan humain.

J'exprime mes sincères remerciements à Danick Briand et Bernard Legrand pour avoir accepté d'être les rapporteurs de ces travaux de thèse.

Je remercie également Elisabeth Dufour-Gergam, Stephen Heinrich et Yacine Amarouchene pour leur participation au jury de thèse. J'associe à ces remerciements toute l'équipe PRIMS (microsystèmes imprimés) ainsi que l'ensemble des doctorants du laboratoire IMS.

Je remercie Claude Fermon pour m'avoir donné ma première chance dans le monde de la recherche et pour avoir suscité la passion qui m'anime aujourd'hui.

Pour leur soutien, je remercie ma famille et mes proches, en particulier Mélanie qui m'a épaulé jusqu'à la fin de la thèse.

Cette thèse n'aurait pas été possible sans le financement accordé par la Région Aquitaine, l'Université Bordeaux 1 et l'Agence Nationale de la Recherche, auxquels je tiens à exprimer ma gratitude.

Enfin merci au lecteur qui lit ce manuscrit.

En vous souhaitant une bonne lecture...

Table des Matières

<u>TABLE DES MATIERES</u>	3
<u>INTRODUCTION</u>	6
<u>CHAPITRE 1 : ETAT DE L'ART</u>	9
1 NOTIONS DE RHEOLOGIE	9
1.1 VISCOSITE ET CISAILLEMENT	9
1.2 RHEOLOGIE OSCILLATOIRE	19
1.3 MICRORHEOLOGIE	23
2 MEMS EN RHEOLOGIE	28
2.1 PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT SIMPLIFIE	28
2.2 METHODES D'ACTIONNEMENT ET DE DETECTION DU MOUVEMENT DE MEMS	33
2.3 MEMS POUR LA MESURE DE VISCOSITE – LES APPLICATIONS	42
3 MODELISATION DU DEPLACEMENT HORS-PLAN D'UNE MICROPOUTRE EN MILIEU LIQUIDE	45
3.1 EQUATION D'EULER-BERNOULLI	45
3.2 MODELE INVERSE SIMPLIFIE UTILISANT L'AMORTISSEMENT ET LA FREQUENCE PROPRE	51
3.3 METHODE D'EXTRACTION DE LA FREQUENCE PROPRE ET DU FACTEUR DE QUALITE	54
4 CONCLUSION	57
<u>CHAPITRE 2 : MICRORHEOMETRE SUR SILICIUM : AMELIORATIONS ET RESULTATS</u>	63
1 MISE EN ŒUVRE DES MESURES	63
1.1 MICROPOUTRES EN SILICIUM UTILISEES	63

Table des Matières

1.2	CARACTERISATIONS	65
2	PROBLEME INVERSE	72
2.1	METHODE NUMERIQUE : MONTE-CARLO	72
2.2	METHODE ANALYTIQUE : AMELIORATION DE LA FONCTION DE DEPLACEMENT INVERSE	75
2.3	AVANTAGES ET PRECISION THEORIQUE DE LA METHODE ANALYTIQUE	82
3	ENJEUX ET RESULTATS	86
3.1	INFLUENCE DES PARAMETRES PHYSIQUES	86
3.2	MODELISATION FINE DES MICROPOUTRES	88
3.3	DETERMINATION ET OPTIMISATION DES PARAMETRES DU MODELE	90
3.4	RHEOGRAMMES OBTENUS	95
4	CONCLUSION	102

	CHAPITRE 3 : MICROSTRUCTURES ALTERNATIVES : FABRICATIONS, CARACTERISATIONS ET APPLICATIONS	104
1	INTERET DES STRUCTURES EN “U”	104
1.1	CARACTERISATION D’UNE STRUCTURE EN SILICIUM	105
1.2	AVANTAGES DE L’UTILISATION DES STRUCTURES EN “U”	109
2	PROCEDES DE FABRICATION	111
2.1	STRUCTURES DECOUPEES A TRES BAS COUT	111
2.2	STRUCTURES A BASE DE FIL EN « U »	119
3	CARACTERISATION DES STRUCTURES FABRIQUEES	121
3.1	ACTIONNEMENT ET DETECTION DES STRUCTURES DECOUPEES	121
3.2	ACTIONNEMENT ET DETECTION DE FILS EN “U”	127
4	APPLICATION : MESURES RHEOLOGIQUES	132

Table des Matières

4.1	MESURE DE VISCOSITE AVEC LES STRUCTURES DECOUPEES	132
4.2	MESURE DE VISCOELASTICITE AVEC LES FILS EN "U"	135
5	CONCLUSION	143
<u>CHAPITRE 4 : ELEMENTS DE JUSTIFICATIONS, DE COMPARAISONS ET DE SYNTHESES DES CONTRIBUTIONS DEVELOPPEES</u>		147
1	MESURE ELECTRIQUE INTEGREE : MICROPOUTRES EN SILICIUM ET FILS EN "U"	148
1.1	CIRCUITS EQUIVALENTS	148
1.2	CHARACTERISATIONS ET SIMULATIONS DES DEUX CIRCUITS	150
2	COMPARAISONS GENERALES	157
2.1	COMPARAISON DES CAPTEURS UTILISES	157
2.2	COMPARAISON DES MODELES UTILISES	159
3	SYNTHESE : "MICRORHEOMETRE HETEROGENE"	165
3.1	CONDITIONS EXPERIMENTALES ET METHODOLOGIE	165
3.2	RHEOGRAMME OBTENU	168
4	CONCLUSION	169
<u>CONCLUSION ET PERSPECTIVES</u>		171
<u>LISTE DES PUBLICATIONS</u>		176

Introduction générale

La mesure de la viscoélasticité de fluides est un enjeu scientifique, technologique, et industriel qui trouve son application au quotidien.

Du point de vue applicatif, plus d'une dizaine de produits utilisés ou consommés quotidiennement ont connu pour leur fabrication ou dans une phase de leur développement une ou plusieurs mesures de viscoélasticité. En effet, (1) des produits alimentaires consommés quotidiennement comme le yaourt, la confiture, la compote, (2) des produits cosmétiques ou médicaux comme le gel douche, le dentifrice, la crème solaire ou (3) des produits utilisés dans le bâtiment comme la peinture, le plâtre, l'enduit ont une viscoélasticité calibrée dans la phase de développement du produit, puis pour certains contrôlée en phase de production. Un grand nombre de secteurs industriels, tels que l'industrie automobile, ou pharmaceutique utilise également la mesure de viscoélasticité. En effet tout procédé nécessitant la connaissance ou la reproductibilité de la « tenue », du « temps d'écoulement », de la « compacité », du caractère « épais » ou encore de « l'onctuosité » ou de la « texture en bouche » nécessite en réalité la mesure de la viscoélasticité du fluide.

Du point de vue scientifique, les propriétés de viscosité et d'élasticité sont en corrélation avec la structure de la matière à l'échelle micro voire nanométrique, notamment l'agencement et les interactions des molécules entre elles. Or, l'étude de cette structure devient complexe pour certaines mixtures (gels, mousses, certains polymères). La réponse du matériau à une sollicitation dépendra entre autre de la fréquence de la sollicitation. Pouvoir mesurer l'évolution de la viscoélasticité en fonction de la fréquence permet alors aux rhéologues et microrhéologues de formuler et de vérifier des hypothèses sur la structure de la « matière molle ».

L'objectif de ces travaux de thèse est de proposer une solution fiable de capteur intégré de viscoélasticité de fluides.

Plus spécifiquement, les enjeux des présents travaux sont liés à la miniaturisation de l'instrument de mesure de la viscoélasticité et à une modélisation adaptée qui ouvrent la possibilité de sonder les propriétés de viscoélasticité de petites quantités de fluides, sur des gammes de fréquences peu

explorées (1-100 kHz) et pour des fluides au comportement complexe. La réduction des dimensions du capteur et de la quantité de fluide utilisé constituent les principaux intérêts applicatifs de l'étude. L'accès à des propriétés à la fois de viscosité et d'élasticité sur une gamme de fréquence peu explorée représente l'intérêt scientifique des travaux menés.

La démarche utilisée s'appuie initialement sur les travaux de la littérature et en particulier sur la thèse de Naser Belmiloud soutenue à l'Université Bordeaux 1 en octobre 2008. Ainsi dans les travaux présentés dans ce manuscrit des micropoutres en silicium ont été les premiers capteurs utilisés. L'immersion de ces microstructures en vibration dans le liquide à caractériser a permis de calculer les propriétés viscoélastiques du liquide en mesurant le spectre de la résonance de la structure.

Les travaux de Naser Belmiloud ont clairement montré l'intérêt de l'approche par des premiers résultats très encourageants et ont ouvert les pistes à explorer pour les généraliser et les optimiser. Cela nous a amené d'une part à concevoir des nouveaux capteurs et d'autre part à remettre en question la méthode de traitement. Cette dernière a subi une série d'améliorations afin d'étendre fortement le domaine de validité et la fiabilité des résultats obtenus. De plus plusieurs solutions alternatives de capteurs ont été développées afin de pouvoir mesurer la viscoélasticité de tous types de fluides y compris en milieu opaque.

La démarche utilisée est exposée dans ce manuscrit en quatre chapitres :

1. Le premier chapitre détaille l'état de l'art de la mesure de viscoélasticité tout en donnant quelques clés théoriques nécessaires à l'appréhension de l'interdisciplinarité de cette thèse d'électronique. Ainsi des notions de rhéologie, de microrhéologie, et de microstructures électromécaniques accompagnées de quelques aspects de modélisation sont illustrées d'exemples issus de la littérature.
2. Le second chapitre détaille les améliorations analytiques apportées à la méthode de calcul des propriétés viscoélastiques de fluides. Pour cette mesure, un nouveau design de micropoutre a été utilisé. Quelques résultats expérimentaux obtenus avec le nouveau design et la nouvelle méthode de traitement y sont présentés.
3. Le troisième chapitre illustre la fabrication rapide et l'utilisation originale de deux nouveaux types de capteurs alternatifs aux micropoutres en silicium. L'un correspond à

une quasi-micropoutre en forme de « U » découpée dans différents empilement de matériaux. L'autre utilise simplement un microfil métallique en forme de « U » brasé sur un support aux deux extrémités. L'utilisation en tant que capteur intégré de ces deux dispositifs est démontrée dans ce chapitre.

4. Le dernier chapitre fait la synthèse des dispositifs et des méthodes développés au cours des chapitres précédents. La comparaison du capteur de type « micropoutre en silicium » et du « fil en U » y est notamment faite. Une caractérisation de fluide utilisant tous les capteurs conclut ce dernier chapitre.

Chapitre 1

ÉTAT DE L'ART

Dans ce chapitre, les concepts principaux de rhéologie classique sont présentés. Les méthodes de microrhéologie généralement utilisées et alternatives à l'utilisation de MEMS (Micro-Electro-Mechanical-System) sont détaillées. Ensuite dans une seconde partie, la spécificité propre aux MEMS pour la rhéologie est abordée, illustrée de récentes réalisations de mesures rhéologiques intégrées permises grâce à ces microsystèmes. Enfin, la modélisation analytique d'une micropoutre en milieu liquide est établie. Ces équations constituent la base de la méthode de mesure des propriétés rhéologiques, générale et sans calibration, proposée il y a quelques années au laboratoire IMS [BEL-08] et améliorée dans cette thèse.

1 NOTIONS DE RHEOLOGIE

1.1 VISCOSITÉ ET CISAILLEMENT

1.1.1 Définition et principe de mesure

La rhéologie est l'étude de la déformation et de l'écoulement de la matière. Elle se consacre à l'étude des matériaux viscoélastiques qui comportent à la fois des propriétés relatives aux liquides et aux solides ; on parle de matière molle. Ainsi la rhéologie met en œuvre l'étude de l'écoulement du verre des vitraux des cathédrales à l'échelle des siècles, tout comme l'écoulement de la mayonnaise ou encore d'un shampoing sur des échelles de temps différentes.

La viscosité est caractéristique de l'écoulement du matériau. Pour la mesurer, le modèle dit « à deux plaques » est utilisé. Il permet de définir l'espace dans lequel une contrainte mécanique va être appliquée au fluide. Dans ce modèle, la matière molle est prise au piège entre deux surfaces ; l'une est fixe, l'autre est mobile et se déplace à vitesse constante. On applique alors un mouvement de cisaillement sur la matière afin d'étudier sa capacité à s'écouler (Figure 1).

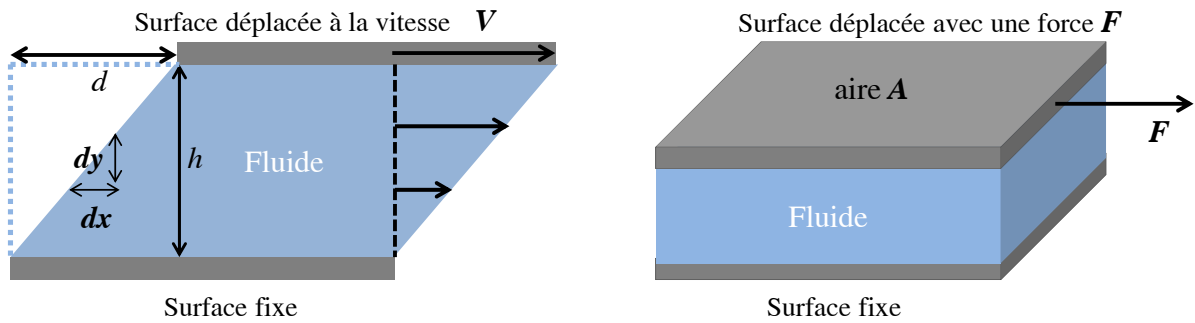


Figure 1 - Cisaillement dans le cas du modèle à deux plaques.

On définit la déformation de cisaillement macroscopique subie par le fluide comme étant le déplacement horizontal de la surface supérieure, d , divisé par la distance inter-plaques, h . On définit alors la déformation de cisaillement locale, γ , (« shear strain ») par l'équation Eq.1-1. La déformation de cisaillement est dite constante si en tout point γ est égal à la déformation macroscopique. Cette définition est utilisée très fréquemment en rhéologie, notamment lors de l'utilisation de la géométrie à deux plaques [MEZ-06].

$$\gamma = \frac{dx}{dy} [\text{sans unité}] \quad (\text{Eq.1-1})$$

L'équation Eq.2-1 définit le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ (« shear rate »), que l'on appelle également par abus de langage 'cisaillement' ; il s'agit de la dérivée par rapport au temps de la déformation. En pratique il est souvent défini comme le quotient de la vitesse de la surface supérieure divisée par l'épaisseur de l'échantillon de fluide (gradient de vitesse).

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} = \frac{V}{h} [\text{s}^{-1}] \quad (\text{Eq.2-1})$$

Entre les deux surfaces solides, on peut considérer la matière comme un empilement de couches susceptibles de glisser les unes par rapport aux autres sous l'action du cisaillement, faisant apparaître des contraintes entre chaque couche. On parle de contrainte de cisaillement τ (« shear stress » Eq.3-1), quotient de la force F appliquée à la plaque supérieure et de l'aire sous la plaque A (cf. Figure 1).

$$\tau = \frac{F}{A} [\text{Pa}] \quad (\text{Eq.3-1})$$

Chapitre 1 : Etat de l'art

Un certain nombre de conditions sont nécessaires à l'utilisation du modèle à deux plaques :

- Pas de glissement aux interfaces fluide/solide (le fluide adhère aux deux plaques)
- Ecoulement laminaire (pas de turbulences)
- Taux de cisaillement constant (c'est la supposition de mesure faite lors de l'utilisation de rhéomètres)

La notion de cisaillement est en pratique associée à beaucoup de gestes ou de procédés de notre vie courante (application d'une colle à papier peint, application du dentifrice sur la brosse à dents ou encore le tartinage de beurre ou de confiture). Dans la Table 1 les ordres de grandeur de gradients de cisaillement appliqués pour différents procédés sont listés.

Procédé	Taux de cisaillement typique [s ⁻¹]
Sédimentation	10 ⁻⁶ – 10 ⁻⁴
Étalement	10 ⁻² – 10 ⁻¹
Égouttage	10 ⁻² – 10
Trempage (dip coating)	1 – 10 ²
Pompage, remplissage	1 – 10 ⁴
Pinceau, rouleau, enrobage	10 ² – 10 ⁴
Pulvérisation (spray coating)	10 ³ – 10 ⁴
Injection	10 ³ - 10 ⁷
Presse rotative	> 10 ⁵

Table 1 - Gradients de cisaillement typiques [WEB-1].

Isaac Newton définit la viscosité de cisaillement, η , également appelée viscosité dynamique, comme étant le quotient de la contrainte sur le taux de cisaillement :

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} [\text{Pa.s}] \quad (\text{Eq.4-1})$$

Une autre unité courante pour la viscosité est le Poise ou le centiPoise (cP) ; 1cP = 10⁻³ Pa.s.

On parle de fluide *newtonien* quand la viscosité est constante quelle que soit la contrainte ou le taux de cisaillement. On peut alors définir dans ce cas une viscosité cinématique, mesurée par beaucoup de viscosimètres. La viscosité cinématique, ν , est en fait mesurée lorsque la force de gravité est le seul moteur de l'écoulement. La masse volumique, ρ [kg.m⁻³], du fluide est alors une donnée importante. La viscosité cinématique est définie comme suit :

Chapitre 1 : Etat de l'art

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} \left[\text{m}^2/\text{s} \right] \quad (\text{Eq.5-1})$$

Une autre unité courante pour la viscosité cinématique est le Stokes (St) ou le centiStokese (cSt), $1\text{cSt} = 10^{-6} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$. Les viscosités dynamiques et cinématiques sont très dépendantes de la température, généralement suivant une loi d'Arrhenius [MEZ-06]. A titre d'illustration, différentes mesures de viscosité dynamique à différentes températures sont compilées dans la Table 2 pour différents fluides.

Liquide	0°C	10°C	20°C	30°C	40°C	50°C	60°C	70°C	100°C	Unité
Acétone	0,397	0,358	0,324	0,295	0,272	0,251	-	-	-	centiPoise (cP)
Acide sulfurique	56	49	27	20	14,5	11	8,2	6,2	-	
Benzène	-	0,757	0,647	0,56	0,491	0,435	0,389	0,35	-	
Dioxyde de carbone	0,099	0,085	0,071	0,053	-	-	-	-	-	
Ethanol	1,767	1,447	1,197	1	0,83	0,7	0,594	0,502	-	
Huile d'olive	-	138	84	52	36	24,5	17	12,4	-	
Mercure	1,681	1,661	1,552	1,499	1,45	1,407	1,367	1,327	1,232	
Méthanol	0,814	0,668	0,594	0,518	0,456	0,402	0,356	-	-	
Toluène	0,771	0,668	0,585	0,519	0,464	0,418	0,379	0,345	0,268	

Table 2 - Viscosité de différents fluides à différentes températures [WEB-2].

Divers appareils de mesure permettent de déterminer la viscosité. Il s'agit soit de viscosimètres cinématiques, soit de rhéomètres.

1.1.2 Viscosimètres

Les viscosimètres cinématiques (ou à gravité) sont nombreux et sont toujours très utilisés aujourd'hui. Un récapitulatif de différents instruments est présenté Figure 2 .

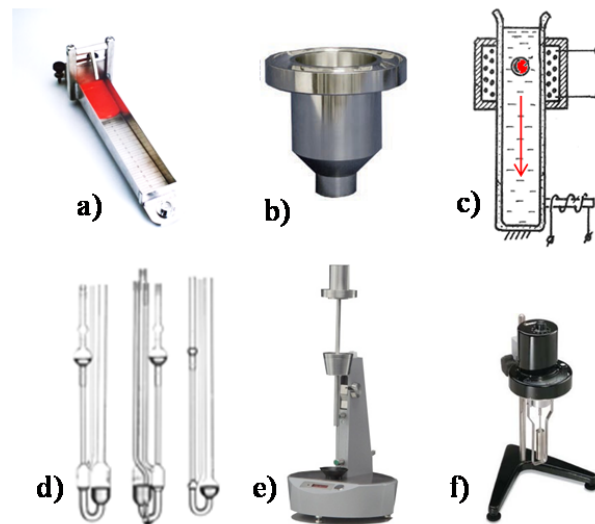


Figure 2 – a) Consistomètre de Bostwick [WEB-3], b) Coupe d'écoulement [WEB-4], c) Viscosimètre à chute de bille [WEB-5], d) Viscosimètres capillaires [WEB-6], e) Viscosimètre de Laray (à tige tombante) [WEB-7], f) Viscosimètre rotatif (Brookfield) [WEB-8].

Le consistomètre de Bostwick (Figure 2-a) mesure la distance parcourue par le liquide en un temps limité. Ce dispositif est utile pour des mélanges comportant de gros morceaux (sauces alimentaires, mélanges solides-liquides, ...). La coupe d'écoulement (Figure 2-b), utilisée dans l'antiquité pour mesurer le temps, mesure aujourd'hui la viscosité d'huiles ou de peintures en particulier dans l'industrie automobile. Le viscosimètre à chute de bille (Figure 2-c) utilise le fait que le temps de chute de la bille est fonction de la viscosité du liquide. Un contrôle en température est souvent disponible sur ces appareils. Les viscosimètres capillaires (Figure 2-d), de géométries variées, sont basés sur le principe suivant : le temps d'écoulement d'un liquide de faible viscosité dans un capillaire est fonction de sa viscosité. Le viscosimètre à tige tombante (de Laray, Figure 2-e) est utilisé pour des fluides ayant des viscosités très importantes ; dans son fonctionnement un axe central descend sous l'influence d'un poids forçant alors le liquide à s'écouler.

Le viscosimètre rotatif de type Brookfield (Figure 2-f), toujours très utilisé en industrie, ne mesure ni une viscosité cinématique ni une viscosité dynamique mais une viscosité relative ; en effet le taux de cisaillement appliqué au fluide n'est pas connu, le fluide n'étant pas confiné dans une géométrie connue.

Il est fréquent que la viscosité soit étudiée de manière relative, notamment dans l'industrie, où parfois seule la reproductibilité compte. C'est pour cela que l'on retrouve toujours aujourd'hui des consistomètres chez des fabricants de confiture ou des coupes d'écoulement dans l'industrie automobile. Pourtant pour obtenir une mesure reproductible, indépendante d'un facteur humain comme l'altitude de la coupe d'écoulement, le gradient (de cisaillement, de contrainte ou de déformation) appliqué au fluide doit être connu. Pour cela, on utilise un rhéomètre.

1.1.3 Rhéomètre

Le rhéomètre est un appareil rotatif reproduisant au mieux la géométrie des deux plaques définie dans la partie précédente. L'appareil est constitué d'un moteur piloté en couple ou en vitesse, l'angle de déviation de l'axe du moteur par rapport à la commande étant généralement mesuré optiquement. Au bout de l'axe du moteur différentes têtes, correspondant à différentes géométries, peuvent être montées sur l'appareil (Figure 3).

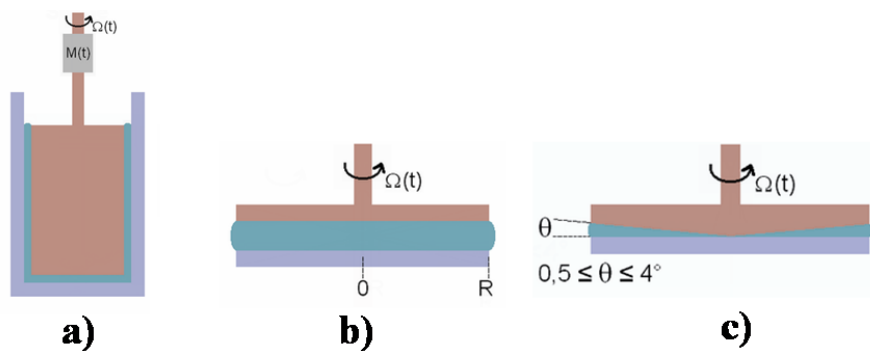


Figure 3 – Géométries de rhéomètres : a) Couette, b) plan-plan, c) cône-plan. [WEB-9]

La géométrie cylindrique (Couette ou Searle selon la partie rotative) est adaptée aux faibles viscosités ou dans certains cas aux mélanges comportant de gros grains (Figure 3-a). Elle n'est pas recommandée pour les pâtes très visqueuses à cause de la formation possible de bulles d'air. La géométrie plan-plan (Figure 3-b) convient pour la caractérisation de pâtes ou de gels. Elle permet un entrefer élevé nécessaire pour les matériaux comportant par exemple de grosses particules. La géométrie cône-plan (Figure 3-c) est la seule géométrie respectant le critère du taux de cisaillement constant. Elle permet la caractérisation de matériaux homogènes comportant des particules de taille inférieure à 5 μm .

Chapitre 1 : Etat de l'art

De nos jours les rhéomètres sont des machines onéreuses et complexes, à la pointe de la technologie. Par exemple la mesure optique de la rotation de l'axe du moteur s'effectue avec une résolution de l'ordre de la dizaine de nanoradians. Autre exemple : sur certains appareils, lors d'une rampe en température appliquée par le système durant laquelle les matériaux sont soumis à la dilatation thermique, un capteur électromagnétique mesure en permanence l'espace entre les deux surfaces solides et le réajuste au cours de la mesure [TRU-GAP]. Le rhéomètre mesure également des données du moteur telles que le couple [N.m], la vitesse [rad.s⁻¹], ou l'angle de déviation [rad] et les convertit au moyen d'une calibration en valeurs physiques ou rhéologiques (Table 3). Les rhéomètres actuels ont une résolution de mesure du couple de l'ordre de quelques nNm.


Données moteur		Données physiques
Couple [Nm]	 Calibration	Contrainte [Pa] τ
Vitesse [rad.s ⁻¹]		Cisaillement [s ⁻¹] $\dot{\gamma}$
Angle de déviation [rad]		Déformation [-] γ

Table 3 - Table de correspondance du rhéomètre.

Les rhéomètres peuvent être pilotés en couple ou en contrainte ; on peut également les faire osciller autour d'une position initiale. D'un point de vue physique on peut donc appliquer différentes contraintes, différents cisaillements ou encore différentes déformations. Ce sont les trois types de mesures possibles lorsque l'on étudie l'écoulement d'un fluide ou d'un matériau viscoélastique. On peut aussi fonctionner à amplitude fixe (de contrainte, de vitesse ou de déformation) et osciller à une fréquence donnée autour d'une position d'équilibre. Ce type de mesure est utilisé pour étudier la structure du matériau en faisant une analyse oscillatoire (paragraphe 1.2).

Ces appareils connaissent néanmoins un certain nombre de limitations. Par exemple l'adhésion entre les surfaces solides et le matériau étudié n'est pas toujours parfaite notamment à haut taux de cisaillement ou à haute fréquence d'oscillation. C'est le phénomène de glissement. Il limite alors la gamme de taux de cisaillement ou de fréquence. La matière viscoélastique elle-même peut également être un facteur limitant. En effet le mouvement de rotation qu'elle subit peut lui

permettre de s'échapper de la géométrie sous l'effet de la force centrifuge. L'inertie accumulée fausse alors la mesure.

Pour pallier le problème du glissement on peut utiliser une géométrie dite sablée : cela revient à augmenter la rugosité et donc l'adhérence des plateaux du rhéomètre pour éviter le glissement [HOF-98]. Cependant, l'augmentation de la rugosité rend non linéaire le profil du taux de cisaillement [MEE-04], limitant la précision de la mesure. Il faut au minimum recalculer les constantes de calibration du rhéomètre afin d'obtenir un résultat approché (car le taux de cisaillement reste supposé constant pour le rhéomètre). Le problème d'inertie peut être en partie compensé en utilisant une géométrie cylindrique. Néanmoins l'élasticité peut permettre au matériau de s'échapper par le haut, et l'inertie sera dans ce cas le facteur limitant.

A cause de ces limitations, glissement et inertie, les rhéomètres n'étudient les propriétés viscoélastiques que sur des gammes limitées de gradients de cisaillement et de fréquences d'oscillation (bien que s'étalant sur plusieurs décades, elles sont bornées par une fréquence maximale assez faible). De manière standard un rhéomètre a une fréquence angulaire maximum de 628 rad.s^{-1} correspondant à 100 Hz [PAA-13]. Certains rhéomètres spécifiques mesurent néanmoins jusqu'à 2 kHz pour étudier à certaines échelles certains types de fluides [KIR-02].

1.1.4 Mesures à l'équilibre : étude de l'écoulement

L'objectif de la rhéologie est non seulement d'étudier les propriétés viscoélastiques de fluides mais aussi de modéliser et de classer certaines familles de matériaux entre elles. La manière dont s'écoule le matériau permet de tracer différentes courbes caractéristiques du matériau. Ainsi le rhéomètre réalise des rampes discrètes de contraintes et mesure la vitesse de cisaillement ou bien applique des vitesses de cisaillement et mesure la contrainte de cisaillement résultante. Dans les deux cas la mesure permet de mesurer la viscosité à différents gradients de cisaillement ou à différentes contraintes.

Différentes mesures permettent d'identifier le comportement du matériau [COU-01]. Elles sont présentées sur la Figure 4.

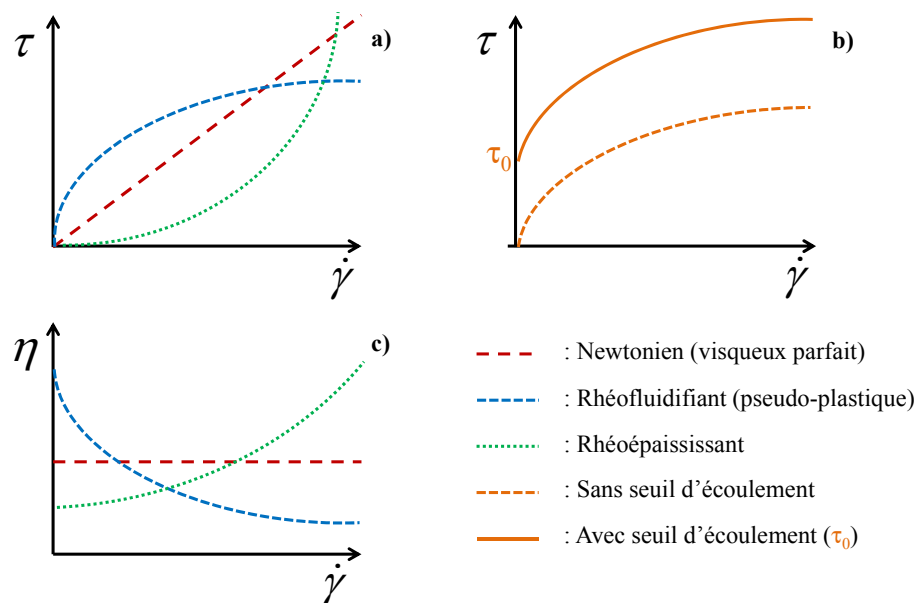


Figure 4 – Courbes d'écoulement théoriques (échelle linéaire) – comportements rhéologiques de référence [COU-01].

Les courbes a) et b) de la Figure 4 représentent la contrainte en fonction de la vitesse de cisaillement. La courbe c) montre la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement calculée à partir de la courbe a).

Par définition, un fluide newtonien a une viscosité dynamique indépendante de la vitesse de cisaillement (courbe « Newtonien (visqueux parfait)» sur la Figure 4-c) [COU-01]. Dans ce cas, le viscosimètre seul suffit, donnant directement une valeur de viscosité valable quelles que soient les conditions de cisaillement.

Au contraire, la viscosité d'un fluide non-newtonien varie avec la vitesse de cisaillement car la contrainte de cisaillement n'est pas linéaire avec la vitesse de cisaillement (courbes « Rhéofluifiant » et « Rhéoépaississant » sur la Figure 4-c). La Figure 4 donne donc trois comportements différents. Le comportement rhéofluifiant est le plus commun, il correspond à une diminution de la viscosité lors de l'application d'un taux de cisaillement croissant. On le retrouve par exemple en mélangeant son yaourt. Celui-ci d'aspect compact au départ va se

liquéfier lorsqu'on le mélange avec une cuillère. Le comportement rhéoépaississant correspond à un fluide comportant des espèces compactées au repos. Lors de l'application d'un cisaillement, le fluide « se dilate » et devient plus visqueux, soit à cause de frottements à l'échelle moléculaire, soit à cause de l'espace entre les particules du fluide qui augmente [COU-01]. C'est par exemple le cas du sable mouillé (qui s'épaissit sous la contrainte [SCH-75]). Enfin le comportement à seuil de contrainte (ou plastique) est celui d'un matériau qui ne s'écoule qu'à partir d'une contrainte de cisaillement critique (τ_0). C'est par exemple le cas du beurre.

Certains fluides sont newtoniens seulement sur une gamme de vitesse de cisaillement. Le fluide connaît donc plusieurs régimes. Un exemple de ce type de comportement est présenté Figure 5.

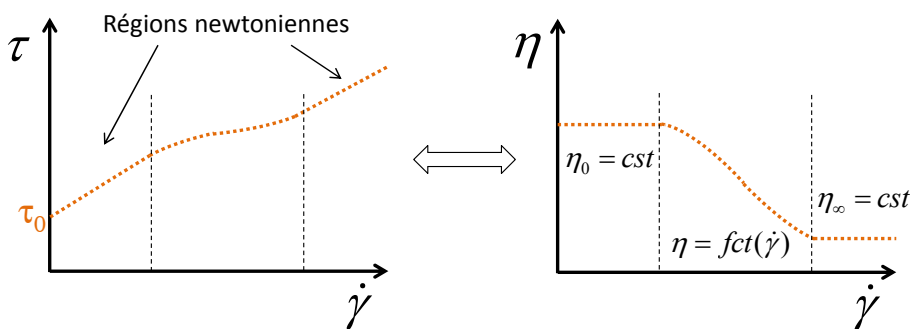


Figure 5 – Fluide rhéofluidifiant avec plateau de viscosité (i.e. polymère en solution).

Certains fluides rhéofluidifiants, comme les polymères en solution [MEZ-06], présentent à la fois un seuil de cisaillement (τ_0), un premier plateau de viscosité constante (noté η_0 sur la Figure 5), puis une région non linéaire suivie d'un deuxième plateau de viscosité constante (η_∞). La valeur de viscosité η_0 des polymères en solution augmente avec la concentration et la masse molaire de la chaîne de polymère. La viscosité η_0 correspond à l'état du fluide au repos. A partir d'une vitesse de cisaillement suffisante, il n'y a plus proportionnalité entre vitesse de cisaillement appliquée et la contrainte mesurée. Dans ce cas il peut y avoir une nouvelle orientation des macromolécules (un désentrelacement des chaînes). C'est ce phénomène qui produit la première diminution de la viscosité. Le second plateau de viscosité correspond à une nouvelle conformation spatiale des macromolécules stable avec le cisaillement, donnant alors une autre viscosité apparente (η_∞).

Lorsque l'on stoppe le cisaillement, le fluide tend à reprendre son état initial ; on parle de reprise de structure [MEZ-06]. Ce temps de relaxation est un paramètre rhéologique important notamment dans beaucoup de procédé industriel. Les peintures ou les plâtres ont par exemple un temps de reprise de structure calibré afin de permettre d'obtenir un rendu uniforme en un court instant après application. D'autres mesures d'écoulement peuvent être faites pour caractériser la reprise de structure de fluides viscoélastiques, telle que l'étude en fluage ou en température. Elles ne seront pas détaillées ici [MEZ-06].

Afin d'étudier plus en détail la structure des fluides viscoélastiques, il est nécessaire de faire des mesures oscillatoires ; on parle alors de mesures dynamiques ou de rhéologie oscillatoire.

1.2 RHÉOLOGIE OSCILLATOIRE

Lorsque l'on applique un cisaillement à un fluide, on peut modifier la conformation spatiale des molécules composant le fluide. Ce changement d'agencement, ou de l'espace occupé par celles-ci peut ne pas être instantané. Ainsi pour certains fluides, lorsque l'on applique un cisaillement puis qu'on le stoppe net, le fluide peut continuer à réagir : il a emmagasiné de l'énergie mécanique qu'il constitue à restituer durant un certain temps ; il s'agit d'un comportement *élastique*. Il va donc exister un déphasage entre la contrainte et la réponse à cette contrainte. L'analyse oscillatoire est l'outil principalement utilisé pour mesurer ce déphasage [COU-01].

L'analyse oscillatoire consiste à appliquer un mouvement rotatif sinusoïdal de très faible amplitude. La pulsation du système renseigne sur le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ appliquée au fluide ; la mesure du déphasage entre la contrainte τ et la déformation de cisaillement γ qui va permettre la caractérisation du fluide sur toute une gamme de pulsations (ou de fréquences).

Ce déphasage entre contrainte et déformation est noté δ .

On définit également le module de cisaillement G^* en utilisant la loi de Hooke généralisée [MEZ-06] ou en utilisant la viscosité complexe η^* :

$$G^* = \frac{\tau}{\gamma} = j\omega\eta^* [\text{Pa}] \quad (\text{Eq.6-1})$$

Chapitre 1 : Etat de l'art

Les deux grandeurs principales alors étudiées en analyse oscillatoire correspondent respectivement à la partie réelle, G' (le module de conservation) et la partie imaginaire, G'' (le module de perte) du module de cisaillement G^* :

$$G' = G^* \cos \delta \quad (\text{Eq.7-1})$$

$$G'' = G^* \sin \delta \quad (\text{Eq.8-1})$$

Les modules de stockage et de perte (G' et G''), sont aussi respectivement appelés module élastique et module visqueux. Si $G' > G''$ le matériau étudié est appelé « gel » ou solide viscoélastique ; à l'inverse si $G'' > G'$, on parle de liquide viscoélastique.

Avant de pouvoir tenter une analyse oscillatoire sur un fluide il faut d'abord s'assurer que l'on travaille bien dans le régime linéaire de viscoélasticité [COU-01], noté DLV, c'est-à-dire qu'il y a bien conservation de la proportionnalité entre la contrainte et la vitesse de cisaillement et que le matériau étudié n'est pas déstructuré. Le DLV, peut donc être soit défini en fonction de la contrainte soit en fonction du cisaillement. Cela correspond à travailler dans la zone où G' ou G'' et δ ont des comportements invariants par exemple en fonction de l'amplitude de déformation appliquée. Il faut donc imposer de petits déplacements inférieurs à γ_L , comme illustré sur la Figure 6.

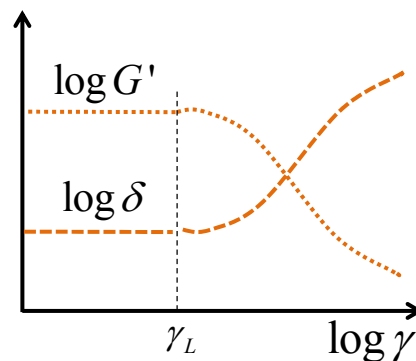


Figure 6 - Détermination des régimes linéaires et non-linéaires de viscoélasticité.

La Figure 7 schématise l'application oscillatoire d'une rampe en contrainte de cisaillement à une faible fréquence (typiquement 0,5Hz), pour deux types de comportements typiques.

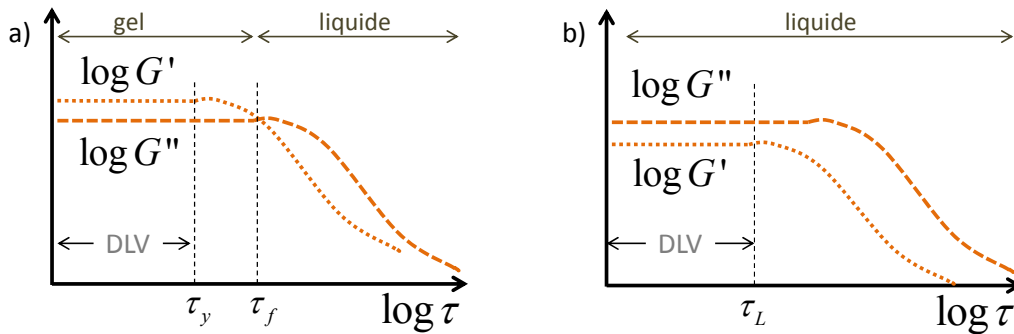


Figure 7 – Tests en amplitude de contrainte à une fréquence donnée (typiquement 0,5Hz).

Dans le premier cas (a), il s'agit d'un matériau à seuil de contrainte. En observant l'évolution de G' et de G'' on peut déterminer la contrainte seuil (τ_y) correspondant également à la fin du régime ou domaine linéaire de viscoélasticité (DLV), puis un deuxième seuil, appelé point d'écoulement (τ_f), contrainte de cisaillement à partir de laquelle le fluide s'écoule réellement. Le deuxième graphique (b) comporte un G'' toujours supérieur à G' . Il s'agit donc d'un liquide viscoélastique et la contrainte (τ_L) correspond dans ce cas uniquement à la limite du domaine linéaire de viscoélasticité (DLV, pouvant être soit défini en fonction de la contrainte soit du cisaillement).

Une fois que l'on s'est assuré que les cisaillements ou les contraintes appliquées allaient permettre de travailler dans le régime linéaire, une analyse oscillatoire sur le matériau peut être faite. L'étude sera faite cette fois-ci à contrainte de cisaillement, ou taux de cisaillement constant et à fréquence d'oscillation variable.

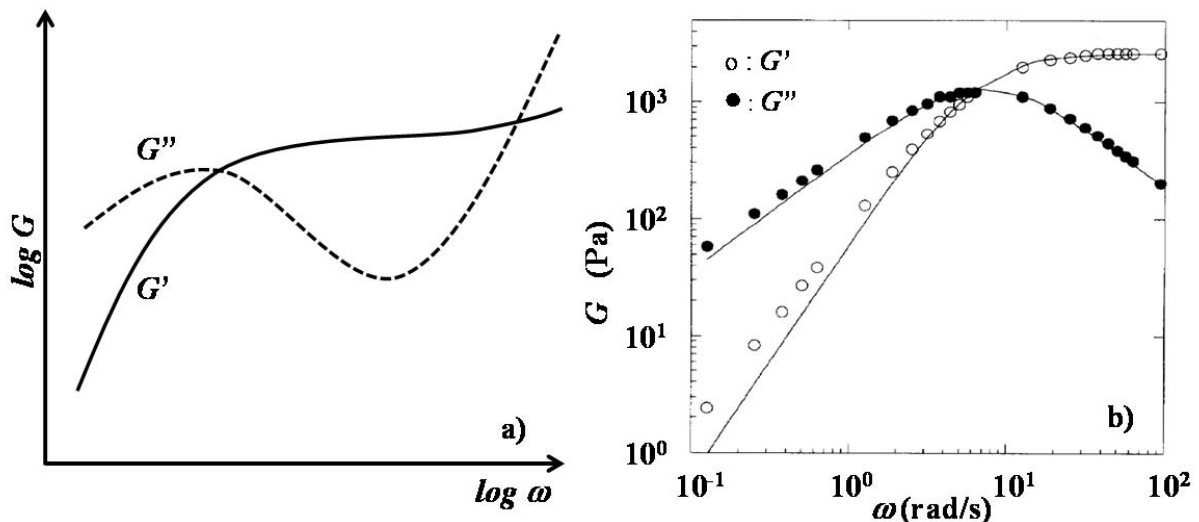


Figure 8 – Partie réelle G' et imaginaire G'' dans le cas a) du comportement général des polymères en solution. b) d'une mesure au rhéomètre pour une solution de polyéthylène glycol (PEG) [ANN-93].

Chapitre 1 : Etat de l'art

En fonction de la fréquence ou de la pulsation du mouvement de rotation appliquée, les propriétés viscoélastiques du matériau étudié sont changeantes (Figure 8).

Les points de croisements entre G' et G'' traduisent des temps de relaxation du matériau étudié. Ainsi le temps de relaxation de la solution de polyéthylène glycol (PEG) dont la caractérisation est reportée sur la Figure 8-b, correspond à l'inverse de la fréquence du point de croisement soit environ 1 seconde dans ce cas [ANN-93]. Cette donnée, mesurée précisément, est caractéristique de la structure du matériau car ce temps de relaxation est fonction de la masse molaire de la chaîne de la macromolécule. Cette mesure peut être directement utilisée pour vérifier la masse molaire de polymères linéaires synthétisés au préalable.

L'analyse oscillatoire donne également une information sur l'état viscoélastique du matériau en fonction de la sollicitation en fréquence. Soit le comportement visqueux domine ($G'' > G'$, c'est le cas à basse fréquence avant le premier croisement $G'-G''$ sur la Figure 8), soit le fluide est plus élastique que visqueux (après le premier croisement $G'-G''$). On peut ainsi identifier des transitions qui peuvent correspondre par exemple à des changements de conformation moléculaire.

G' et G'' ne sont pas les seuls paramètres observables sur la gamme de pulsation imposée au système. On peut également observer le module de la viscosité complexe $|\eta^*|$.

L'étude oscillatoire de faible amplitude permet d'étudier d'une part la masse molaire, fonction de la longueur des chaînes, et d'autre part le caractère élastique ou visqueux dominant. On parle de *structure du fluide*. Un comportement élastique dominant peut dans certains cas correspondre à une structure de macromolécules compactées alors qu'une prédominance visqueuse peut correspondre à une structure désentrelacée où les interactions entre les chaînes ne sont pas ou plus dominantes face à l'écoulement [MEZ-06].

Afin d'étudier certains états transitoires de la matière molle, l'analyse oscillatoire peut être faite en variant brutalement l'amplitude d'oscillation puis en revenant un court instant après à l'amplitude d'oscillation initiale. Cela permet d'étudier la reprise de structure en oscillation. L'étude peut également être faite en ne se limitant pas au domaine linéaire de viscoélasticité. Cependant, ces méthodes dites de rhéologie non-linéaire ne seront pas détaillées ici [MEZ-06].

Toutes les notions de rhéologie classique présentées ne correspondent pas à une étude exhaustive de tout ce qui peut être étudié et mesuré avec des outils rhéologiques. Le propos a été orienté vers quelques notions principales nécessaires à appréhender le fonctionnement d'un rhéomètre et

d'avoir une certaine compréhension de la rhéologie classique. Les mesures faites avec un rhéomètre serviront de références et seront comparées ou combinées à celles obtenues avec les microrhéomètres fabriqués dans le cadre de cette thèse.

1.3 MICRORHÉOLOGIE

La microrhéologie est l'étude à l'échelle micrométrique de la matière molle. L'aspect « micro » implique de sonder la matière à des échelles plus petites et de mesurer des temps caractéristiques plus courts et donc des fréquences plus élevées. Il s'agit par exemple d'utiliser des particules sondes dispersées dans la matière pour mesurer la relation entre contrainte et déformation dans les matériaux. Par analogie à la rhéométrie classique, les particules sondes appliquent une contrainte au sein même du matériau. La déformation qui en résulte est déduite en mesurant en continu la position de la sonde. Les propriétés rhéologiques du milieu peuvent ensuite être déduites [MAC-99].

La première expérience de microrhéologie date de 1922, lorsque Freundlich et Seifriz utilisèrent des particules magnétiques pour caractériser l'élasticité des gels de gélatine [FRE-22]. Au cours des deux dernières décennies, la microrhéologie a connu un réel développement [MAC-99, BRE-03]. Aujourd'hui, il faut distinguer deux familles dans ce domaine : la microrhéologie passive et la microrhéologie active.

La microrhéologie passive consiste à quantifier le déplacement quadratique moyen de microparticules ajoutées ou directement présentes dans le fluide cible. Les mouvements de ces particules sont supposés du type Brownien. La Figure 9 résume la méthode d'obtention des propriétés viscoélastiques communément utilisée dans ce cas. La relation de Stokes-Einstein permet de lier le déplacement quadratique moyen d'une sonde aux propriétés viscoélastiques du fluide environnant [SCH-97, MAS-00] (Figure 9).

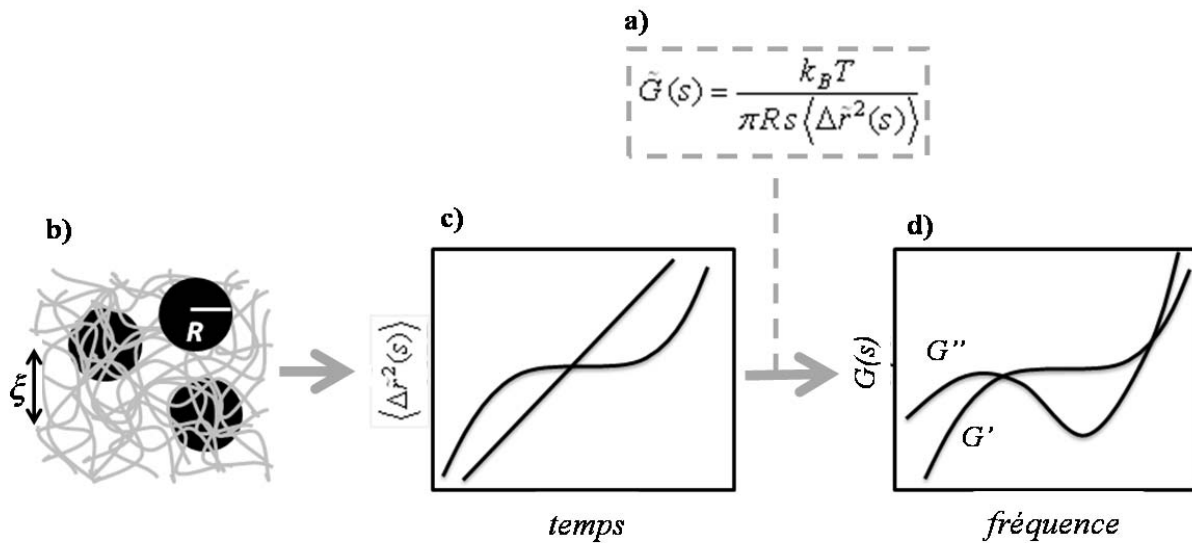


Figure 9 – Méthode du déplacement quadratique moyen pour l'estimation des propriétés viscoélastiques (modules élastiques et visqueux) d'un fluide. a) relation de Stokes-Einstein, b) sondes de diamètre R noyées dans un réseau colloïdal de taille caractéristique ξ . c) déplacement quadratique moyen de la sonde en fonction du temps. d) module de cisaillement en fonction de la fréquence.

Différentes techniques permettent d'effectuer la mesure du déplacement quadratique moyen, telles que le suivi de particule par analyse d'image (Video Particule Tracking, VTP), le suivi de particule utilisant un laser de faible intensité (Laser Particule Tracking, LTP) ou encore des méthodes utilisant la diffusion de la lumière à travers l'échantillon (Diffusion Wave Spectroscopy, DWS). Ces techniques ont été largement utilisées pour étudier les propriétés mécaniques de différents fluides complexes dont des émulsions [HEB-00], des polymères synthétiques [TAS-10] et de nombreux biopolymères [STR-01] ou encore des solutions, des gels et des solutions de tensioactifs comportant des micelles géantes [CAR-02]. Les résultats comparés d'une mesure à l'aide d'un rhéomètre et d'une mesure microrhéologique d'une solution de micelles géantes sont présentés sur la Figure 10. Ce type de mixture suit le comportement théorique des polymères en solution.

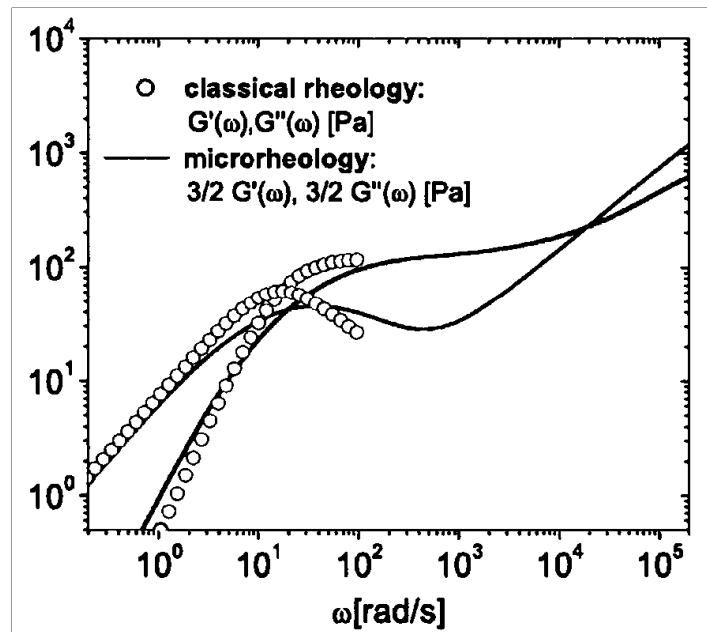


Figure 10 - Rhéologie classique (o) et microrhéologie optique (-) de solutions de micelles géantes à $T = 28^{\circ}\text{C}$. Les résultats sont basés sur les données microrhéologiques traitées à partir du déplacement quadratique moyen moyenné pour deux tailles de sondes différentes [CAR-02].

La microrhéologie active utilise des micro-objets actionnés par une force extérieure contrôlée. A l'instar du rhéomètre, l'application d'une force connue et la mesure précise du déplacement de particule(s) permet le calcul des propriétés rhéologiques du fluide cible. L'utilisation de pinces optiques ou magnétiques s'inspire des techniques voisines de la microrhéologie passive en fonctionnant cette fois dans une autre gamme d'énergie ou de force appliquée à la sonde [CIC-07].

La pince magnétique est la plus ancienne technique de microrhéologie. L'actionnement de particules magnétiques incorporées est effectué au moyen d'un aimant puissant ; dans le même temps le déplacement quadratique moyen est enregistré au microscope [ZIE-94]. Cette technique a été utilisée pour étudier les dynamiques locales dans les systèmes biologiques qui ne sont pas facilement mesurables avec des rhéomètres classiques [SCH-96].

La pince optique est aujourd'hui l'outil le plus fréquent en microrhéologie. La technique utilise des faisceaux laser hautement focalisés pour forcer les particules à se déplacer afin d'appliquer une contrainte locale sur la matière environnante. Les propriétés rhéologiques in-situ peuvent ensuite être déduites [ASH-92]. La réponse d'une particule sonde est obtenue en mesurant l'oscillation du piège optique [VAL-96]. Les pinces optiques ont été utilisées pour étudier la

Chapitre 1 : Etat de l'art

rhéologie linéaire et non linéaire de suspensions colloïdales faiblement et moyennement concentrées [MEY-06], de matériaux biologiques [BRA-07] ou encore de solutions de biopolymères [PES-09].

D'autres techniques, n'utilisant plus des particules mais des microsystèmes permettent d'atteindre les propriétés microrhéologiques de certaines mixtures : les microrhéomètres en silicium [GOR-10], les microrhéomètres capillaires mesurant la compression d'un flux [CHE-11] et enfin les micropoutres utilisées initialement uniquement avec un microscope à force atomique (AFM) [YAN-09]. Des mesures à l'aide d'un levier AFM au bout duquel est collée une microsphère ont permis de caractériser des fluides complexes en fort confinement [DAR-12]. Dans ce cas, l'auteur a pu identifier en plus des caractéristiques viscoélastiques, des phénomènes rhéologiques à l'interface solide-liquide démontrant ainsi les spécificités d'un fluide complexe fortement confiné.

Toutes les techniques de microrhéologie présentées sont comparées en termes de plage de fréquence et de gamme de module de cisaillement sur la Figure 11. La technique de microrhéologie utilisant des particules magnétiques couvre à la fois une large plage de fréquence et une large gamme de module de cisaillement. La technique de diffusion d'onde par spectroscopie (DWS) atteint les fréquences les plus élevées. Enfin les mesures AFM s'affichent comme un bon compromis permettant d'atteindre des fréquences de l'ordre du kilohertz dans une gamme de module de cisaillement allant de 10^{-1} à 10^4 Pa [WAI-05].

Chapitre 1 : Etat de l'art

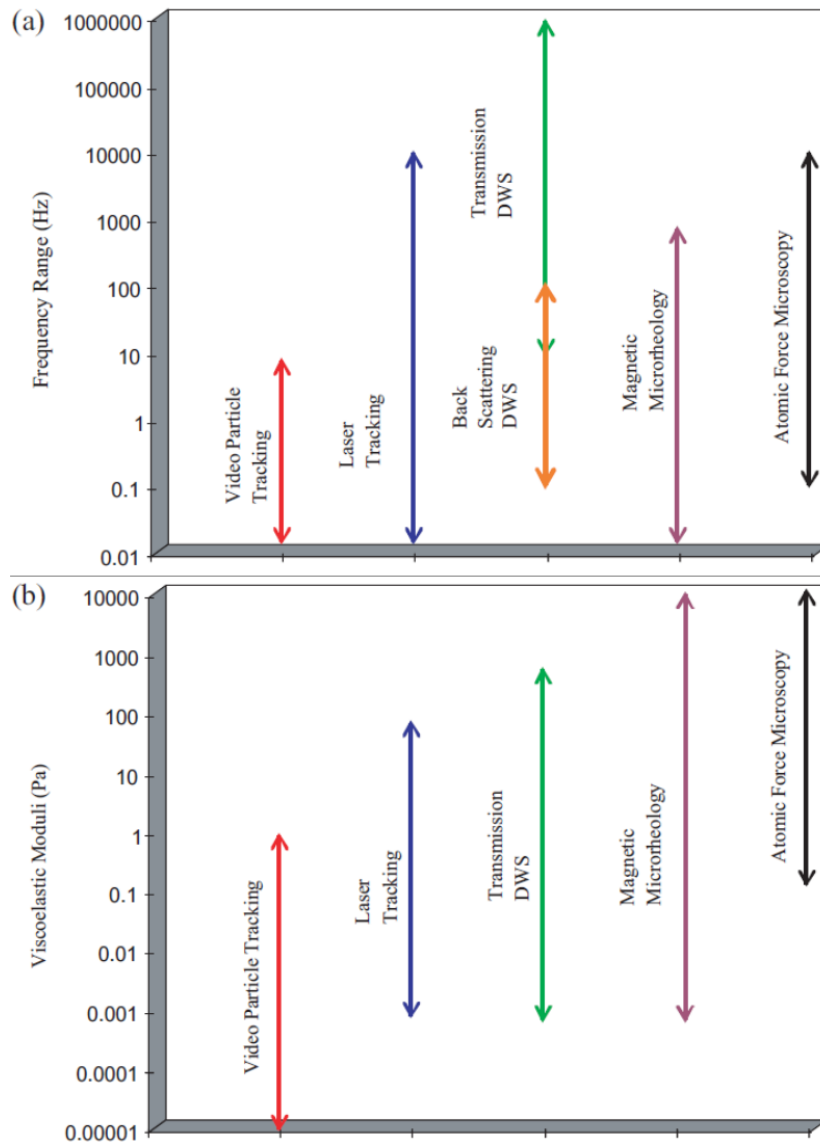


Figure 11 - Gammes typiques de fréquence (a) et de module de cisaillement (b) ; obtenues avec les différentes techniques de microrhéologie lors de la mesure de la viscoélasticité linéaire de fluides complexes [WAI-05].

Les micropoutres utilisées hors du système AFM pour des mesures de microrhéologie ne sont pas présentes dans la Figure 11. Elles sont néanmoins assimilable à un levier AFM tant au niveau des propriétés intrinsèques (celles du silicium), que des possibilités d'analyses en microrhéologie démontrées par la suite dans ce manuscrit. L'étude des MEMS utilisés en rhéologie, actionnés et détectés de différentes manières, et pour diverses applications, constitue la suite de ce chapitre.

2 MEMS EN RHÉOLOGIE

2.1 PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT SIMPLIFIÉ

L'efficacité de l'actionnement, c'est-à-dire de la mise en mouvement d'un système mécanique dépend du milieu dans lequel il est actionné. L'étude de la réponse d'un système mécanique soumis à un actionnement permanent dans un milieu donné revient à le considérer comme un résonateur mécanique. Ainsi une micropoutre, comme de nombreux MEMS, actionnée dans un fluide, peut de manière simplifiée être modélisée par un système masse (m), ressort (de raideur k) et amortisseur (de coefficient d'amortissement c) comme montré sur la Figure 12 [BEL-08].

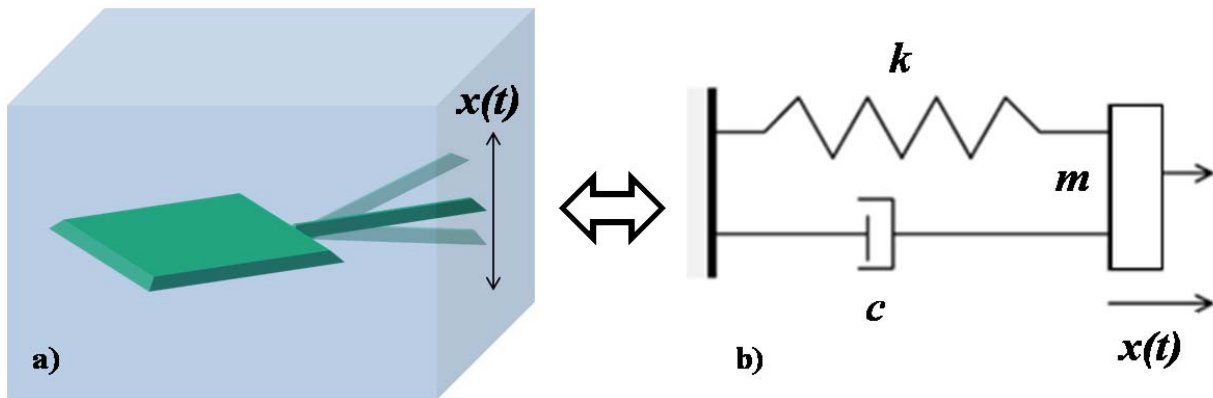


Figure 12 – a) micropoutre actionnée et immergée dans un fluide ; b) système masse, ressort, amortisseur.

Dans ce cas, la masse m dépend de la masse de la poutre et en partie de la masse de la couche de liquide déplacée par la poutre, la raideur k correspond à la raideur équivalente de la poutre et le coefficient d'amortissement c correspond essentiellement à la résistance opposée par le fluide à la vitesse de déplacement de la poutre.

La fréquence propre d'un tel système est simplement donnée par :

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m}} \quad (\text{Eq.9-1})$$

Le taux d'amortissement d'un système masse-ressort-amortisseur est :

$$\xi = \frac{c}{2\sqrt{km}} \quad (\text{Eq.10-1})$$

Le comportement dynamique d'un tel système est donné par une fonction de transfert du second ordre, que l'on peut normaliser :

$$H(f) = \frac{1}{1 - \left(\frac{f}{f_0}\right)^2 + 2j\xi \frac{f}{f_0}} \quad (\text{Eq.11-1})$$

Les propriétés du fluide dans lequel est immergée la micropoutre vont influencer le comportement dynamique de celle-ci. En effet, le facteur d'amortissement comme la fréquence propre dépendent en réalité tous les deux de la viscosité et de la masse volumique du fluide environnant. Ainsi, de manière simplifiée, plus le fluide sera visqueux plus il opposera une résistance au déplacement de la poutre, plus l'amortisseur mécanique équivalent sera grand, augmentant ainsi le facteur d'amortissement du système immergé. De la même manière, plus le liquide aura une masse volumique élevée, plus la masse équivalente m sera importante. Ces premières approches sont simulées dans la Figure 13.

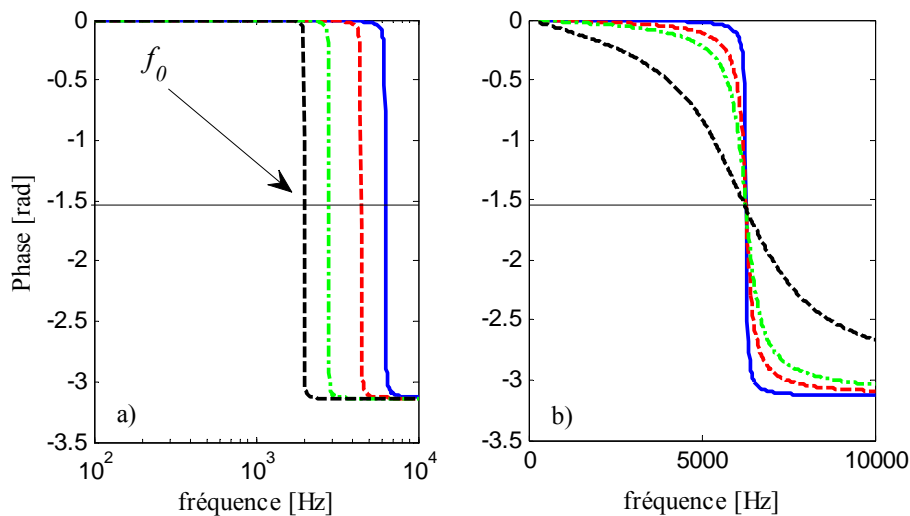


Figure 13 – Spectres de la phase d'un système masse, ressort, amortisseur - Simulations a) de l'influence de la masse ajoutée par un fluide, b) de l'influence de coefficients d'amortissement croissants, représentant en première approche a) des masses volumiques croissantes et b) des viscosités croissantes.

Chapitre 1 : Etat de l'art

Ces simulations nous confirment en première approche que la fréquence propre d'une micropoutre immergée sera majoritairement fonction de la masse ajoutée à la poutre donc de la masse volumique du fluide (cf. Figure 13-a), alors que le taux d'amortissement variera avec le coefficient d'amortissement soit préférentiellement avec la viscosité du fluide (cf. Figure 13-b). En réalité, la fréquence propre et le facteur de qualité sont liées l'un et l'autre à la fois à la masse volumique et à la viscosité du fluide ; cela est démontré par la suite.

Il existe différentes méthodes pour mesurer la fréquence propre et le taux d'amortissement (appelé « amortissement » par abus de langage) du système : les méthodes d'analyse temporelles et les méthodes d'analyse fréquentielles.

Les méthodes d'analyse temporelle étudient la réponse du système mécanique à une excitation de type Dirac ou Heaviside afin d'observer par la suite le régime transitoire. Ce régime connaît une durée d'oscillation fonction de l'amortissement et une pseudo-période d'oscillation fonction de la fréquence propre. Dans les travaux d'où est issue la Figure 14, les auteurs définissent une constante de temps fonction du taux d'amortissement et de la fréquence propre d'un système micropoutre partiellement immergé dans un fluide. Cette constante de temps varie avec la viscosité du fluide étudié [HOS-13]. Une calibration de ce facteur pourrait permettre la mesure simplifiée de cette viscosité.

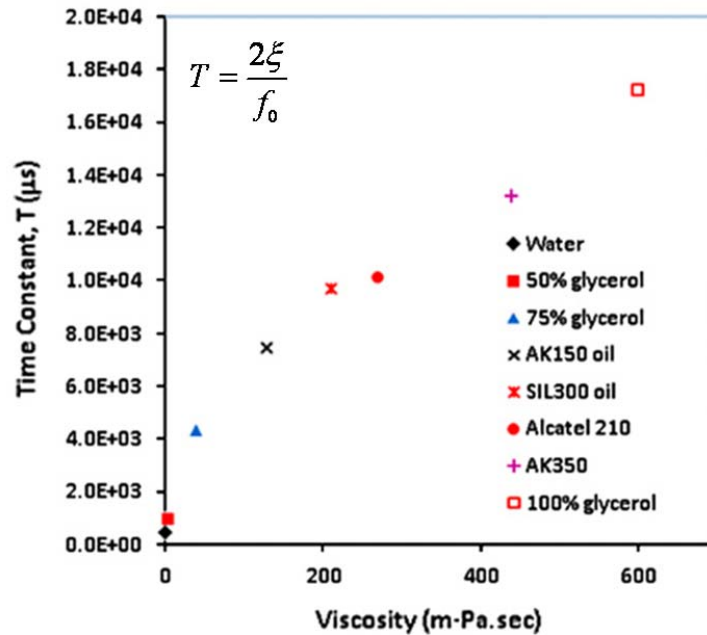


Figure 14 – Constante de temps définie par une analyse temporelle en fonction de f_0 et ξ pour différents fluides de différentes viscosités mesurées avec une micropoutre partiellement immergée [HOS-13].

Les méthodes d'analyse fréquentielle d'un résonateur mécanique mesurent en général la fréquence de résonance f_r et le facteur de qualité Q à la place de la fréquence propre f_0 et de l'amortissement ξ . En effet f_r et Q peuvent être obtenus directement à partir du module du spectre de vibration d'un système mécanique.

La fréquence de résonance est généralement mesurée dans un régime d'excitation permanent ; c'est la fréquence à laquelle l'amplitude du système est la plus grande pour une amplitude d'excitation donnée. Pour un système faiblement amorti ($\xi \ll 1$) on considère en général que $f_r = f_0$, mais de manière générale, du fait de l'amortissement, la fréquence propre est en fait différente de la fréquence de résonance :

$$f_r = f_0 \sqrt{1 - 2\xi^2} \quad (\text{Eq.12-1})$$

Le facteur de qualité Q a différentes définitions. Sa définition physique correspond à un taux d'énergie stockée par rapport à l'énergie perdue dans le résonateur durant un cycle :

Chapitre 1 : Etat de l'art

$$Q = 2\pi \frac{\text{Energie Stockée}}{\text{Energie Dissipée par Cycle}} = 2\pi f_r \frac{\text{Energie Stockée}}{\text{Puissance de Perte}} \quad (\text{Eq.13-1})$$

La définition du facteur de qualité la plus courante, car la plus simple à mesurer, est celle définie à partir de la largeur de la bande passante à -3 dB, Δf_{-3dB} (déflexion égale à la déflexion maximale divisée par $\sqrt{2}$). Celle-ci est donnée par Eq. 14-1 et elle est équivalente à la définition précédente dans le cas de systèmes faiblement amortis ($Q \gg 1$).

$$Q = \frac{f_r}{\Delta f_{-3dB}} \quad (\text{Eq.14-1})$$

Connaissant Q et f_r , qui sont mesurables par exemple avec le spectre de l'amplitude de la déflexion, on peut en déduire f_0 et ξ :

$$f_0 = \frac{f_r}{\sqrt{1 - \frac{1}{2Q^2}}} \quad (\text{Eq.15-1})$$

$$\xi = \frac{1}{2Q} \quad (\text{Eq.16-1})$$

Etant données ces relations, le facteur de qualité et la fréquence de résonance varient donc eux aussi en fonction des propriétés du fluide dans lequel est plongé le microsystème résonant. Dans la littérature de nombreuses études [CHO-00, VAN-08, YAU-11] mesurent la viscosité à fréquence fixe en utilisant ce principe. L'extrapolation du facteur de qualité en fonction de la viscosité peut alors avoir différentes expressions. Elle suit notamment une loi de puissance de la forme :

$$Q = \left(\frac{\eta_{fluid}}{C_1} \right)^{-C_2} \quad (\text{Eq.17-1})$$

Les constantes C_1 et C_2 dépendent de la géométrie de la poutre [ETC-08]. Cette dépendance du facteur de qualité est illustrée sur la Figure 15-a.

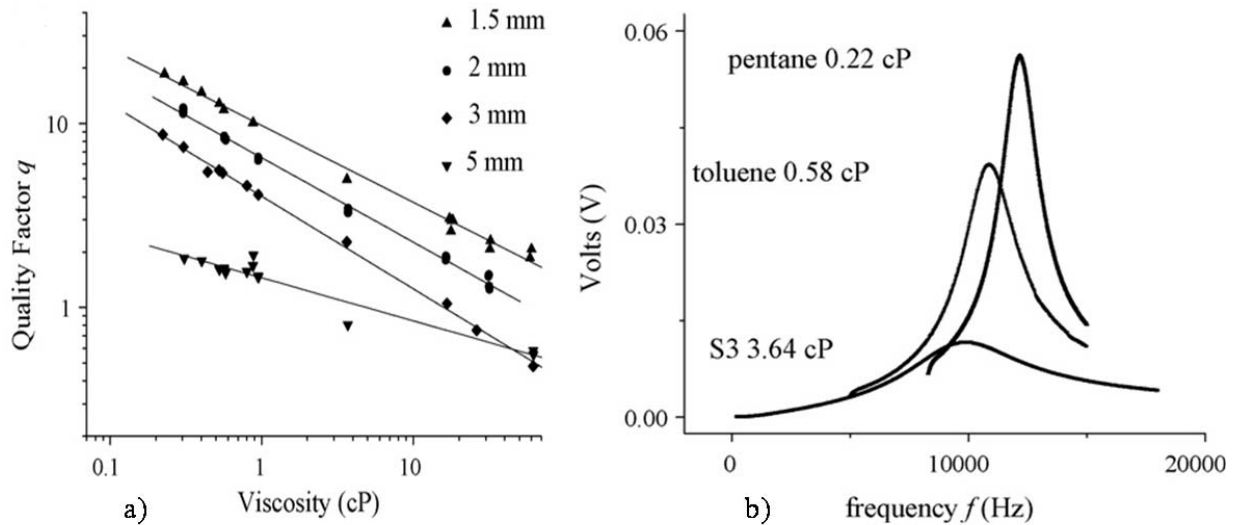


Figure 15 – a) Evolution du facteur de qualité en fonction de différentes viscosités, pour différentes longueurs de poutres, b) Exemple de différents spectres d'amplitude d'une poutre dans des fluides de viscosité différentes [ETC-08]

La Figure 15-b, nous montre expérimentalement que la fréquence de résonance est elle aussi affectée par un changement de viscosité, puisqu'elle est fonction de ξ et de f_0 (cf. Eq.12-1). Plus généralement, on constate que tout le spectre mécanique est affecté par le milieu dans lequel le système est plongé. Ce constat est à l'origine de notre volonté de déduire de manière approchée la viscosité de fluides newtoniens sur une gamme de fréquence (comme on le verra dans la partie 3.1 du présent chapitre).

Auparavant, nous allons voir les différentes méthodes permettant d'une part d'actionner le microsystème, mais aussi de mesurer sa déflexion dans un fluide (transparent, opaque, liquide viscoélastique, gel viscoélastique, ...).

2.2 METHODES D'ACTIONNEMENT ET DE DETECTION DU MOUVEMENT DE MEMS

2.2.1 Actionnement électromagnétique

Un actionnement mécanique possible de MEMS est l'actionnement électromagnétique. Il a été très utilisé dans cette thèse pour la mesure de la viscoélasticité de fluide in-situ. Il s'agit d'utiliser la force de Laplace.

Chapitre 1 : Etat de l'art

La force élémentaire de Laplace s'écrit $d\vec{F} = I d\vec{l} \wedge \vec{B}$ dans laquelle I est le courant circulant dans un segment de fil dl et B est l'induction magnétique, souvent appelé champ magnétique par abus de langage (dans la suite de ce manuscrit nous ferons cet abus de langage et le champ magnétique désignera ' B ' et non ' H '). Concrètement, pour une micropoutre avec une piste métallique dans lequel circule un courant alternatif sur sa face supérieure plongée dans un champ magnétique permanent comme cela est représenté sur la Figure 16, la force de Laplace totale résultante s'applique au bout de la poutre et la fait osciller *hors-plan*, c'est-à-dire dans la direction de son épaisseur.

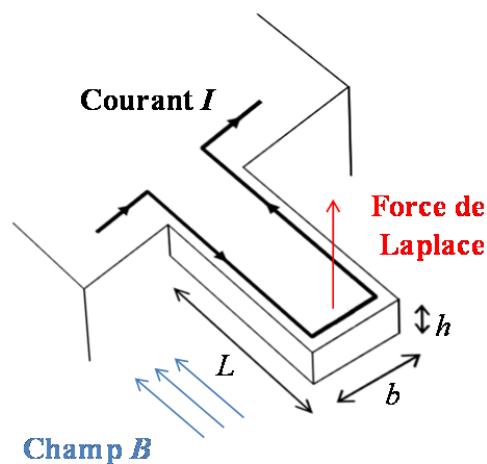


Figure 16 - Actionnement électromagnétique hors-plan d'un levier par la force de Laplace.

Un exemple d'utilisation de cet actionnement concerne des micropoutres résonantes destinées à la détection en milieux gazeux ou liquides [VAN-08]. Dans les travaux dont est issue la Figure 17 les auteurs ont caractérisé la vibration d'une micropoutre en silicium actionnée électromagnétiquement (grâce à l'utilisation de jauges de contrainte piézorésistives détaillées à la suite des méthodes d'actionnement). Les déplacements hors-plan obtenus ont une amplitude maximale de l'ordre de la dizaine de picomètres (pour cette structure) et le facteur de qualité du résonateur micropoutre est de 900 dans l'air et de 17 dans le glycérol.

L'actionnement par la force de Laplace est donc adapté à l'utilisation de micropoutres en mode résonant notamment en milieu liquide, pour peu que la piste conductrice soit correctement isolée.

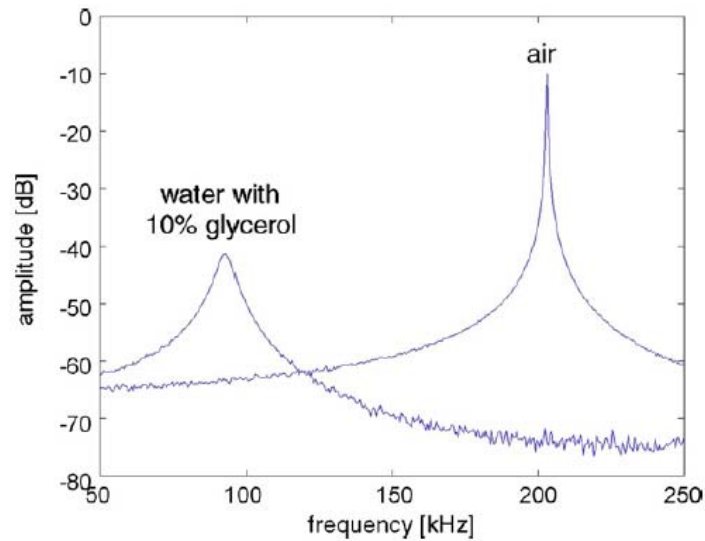


Figure 17 – Spectre mécanique d'un microlevier ($200 \times 140 \times 8,2 \mu\text{m}^3$) actionné par force de Laplace, résonnant dans l'air puis dans le glycérol. [VAN-08]

2.2.2 Actionnement électrothermique

L'actionnement électrothermique est également possible en milieu liquide. Toutes les techniques afférentes reposent sur le même effet physique : la dilatation thermique. Cet effet intervient par exemple dans la structure bilame. Deux matériaux ayant des coefficients de dilatation thermique différents sont plaqués l'un contre l'autre (Figure 18(a)). Lors du passage d'un courant électrique chauffant la structure bicouche, le matériau se déformant le plus va provoquer la déflexion de la micropoutre, grâce à la contrainte que l'autre matériau lui impose (Figure 18(b)).

L'actionnement électrothermique, de manière générale, permet des déflexions plus importantes de micropoutres que l'actionnement électromagnétique. Grâce à l'exploitation de l'effet bilame, la dilatation thermique permet d'ailleurs des déflexions des structures très importantes comparées aux autres forces d'actionnement (force de Laplace, déformation piézoélectrique,...) [BEE-04].

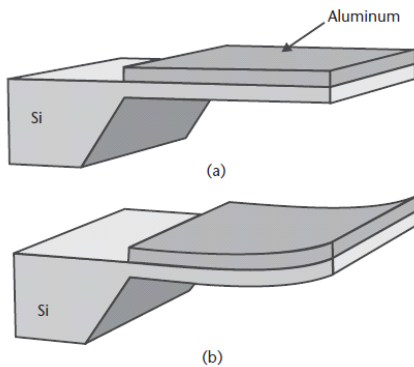


Figure 18 – Exemple de microlevier à bilame [BEE-04].

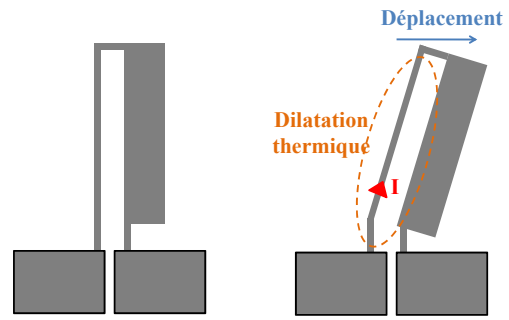


Figure 19 – Un type d'actionneur à dilatation thermique.

La dilatation thermique peut aussi actionner des structures dissymétriques. Un bras fin chauffe au passage d'un courant et se dilate, alors qu'un deuxième bras solidaire mais plus épais se dilate beaucoup moins, produisant un effet similaire au bilame. Comme illustré sur la Figure 19, le mouvement issu de la dilatation se fait dans ce cas *dans le plan* de la structure. Ce dernier type d'actionnement a inspiré plusieurs autres conceptions permettant un mouvement latéral et dans le plan de la micropoutre [GRI-04, BEA-10]. La Figure 20 [BEA-10] montre une micropoutre actionnée électrothermiquement dans le plan. Ce type d'actionnement dans le plan permet des facteurs de qualité importants en milieu liquide (Figure 20-c), car le mouvement dans le plan minimise les pertes dues aux frottements du fluide sur la poutre [BEA-10].

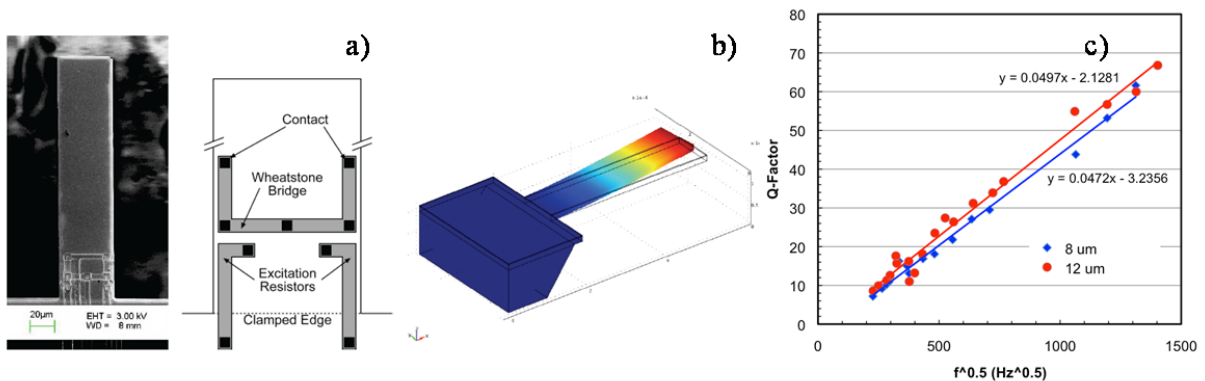


Figure 20 – a) Micropoutre actionnée latéralement dans le plan, au moyen de résistances thermiques intégrées, b) Simulation du mouvement latéral de la poutre, c) Facteur de qualité de poutres de 8 et 12 μm d'épaisseur, dans l'eau, en fonction de la racine carré de leur fréquence de résonance [BEA-10].

D'autres types d'actionnement peuvent également être utilisés pour des applications de microrhéomètre MEMS. Il s'agit des actionnements piézoélectrique, magnétostrictif, ou encore optique [BEE-04]. Ces types d'actionnements ne seront pas décrits dans ce manuscrit.

La détection, c'est-à-dire la mesure du mouvement d'un microsysteme, peut être faite de manière distante ou intégrée ; différents effets physiques sont alors utilisés. Quelques moyens de détection utilisés dans le cadre de cette thèse sont détaillés ci-après.

2.2.3 Détection optique

Il existe plusieurs techniques de mesure optique de la vibration d'une micropoutre immergée dans un liquide transparent. On peut citer notamment : la modulation d'intensité, de phase, de fréquence, de polarisation, ou encore les techniques d'interférométrie [BEE-04].

L'outil utilisé dans cette thèse pour étudier précisément les vibrations d'une microstructure est le vibromètre laser [WEB-10]. Le principe de mesure est le suivant : il s'agit de faire interférer deux faisceaux laser provenant d'une même source, l'un étant celui de référence, l'autre s'étant réfléchi sur la structure vibrante et subissant par conséquent l'effet Doppler décrit dans la Figure 21, qui module en fréquence l'onde lumineuse par la fréquence de vibration de la microstructure actionnée.

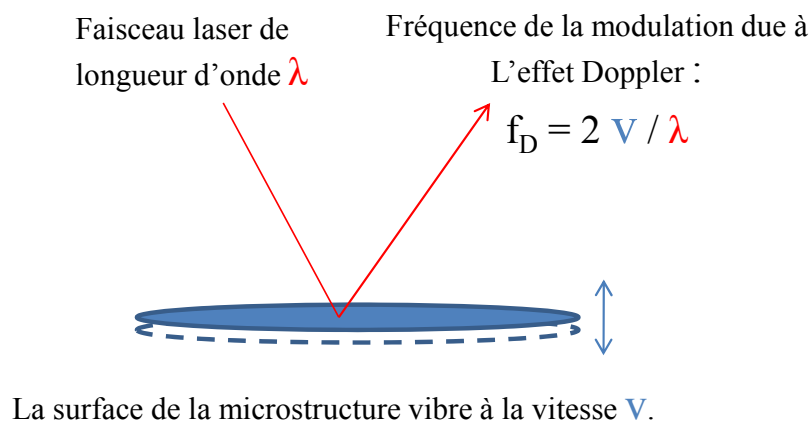


Figure 21 - Effet Doppler Laser.

Comparé au faisceau laser de référence, le faisceau qui a sondé la surface vibrante a subi un léger déphasage proportionnel à la vitesse de vibration de la surface réfléchissante. Ce léger déphasage

va se traduire, via un interféromètre de Mach-Zehnder, en interférences et donc en une modulation de fréquence dans le faisceau résultant. Cette modulation contient l'information résultant de l'effet Doppler et permet donc de caractériser la vitesse de vibration de la structure. La Figure 22 illustre le principe général du vibromètre laser. Le jeu de miroir en carré correspond à l'interféromètre de Mach-Zehnder. Un modulateur optique (« Bragg Cell ») est aussi placé sur le chemin optique du faisceau sonde.

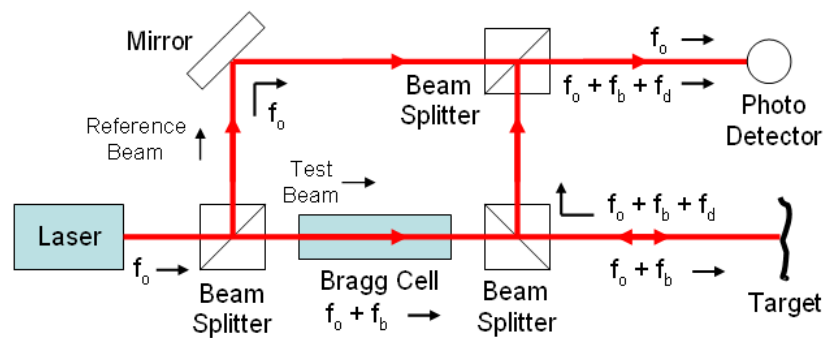


Figure 22 – Schéma général du vibromètre laser [WEB-10].

Finalement au moins trois phénomènes physiques sont utilisés pour le fonctionnement du vibromètre laser : l'effet Doppler, l'interférométrie de Mach-Zehnder, une modulation de fréquence traduite électriquement par une photodiode. Le vibromètre laser permet de caractériser la vibration de surface de liquides, de MEMS, ou de toute structure réfléchissante capable de vibrer. Il est utilisé dans de nombreux domaines comme l'acoustique, pour calibrer des haut-parleurs, la médecine, pour caractériser la vibration du tympan, ou encore dans le secteur aéronautique ou automobile pour inspecter sans contact des composants susceptibles de vibrer ou d'entrer en résonance [WEB-10]. Dans cette thèse il a été utilisé pour caractériser la vibration de micropoutres dans l'air et dans différents liquides *transparents* comme l'eau. Cet appareil de mesure a le défaut d'être encombrant, onéreux et de ne pas pouvoir caractériser une microstructure vibrant en milieu opaque. Pour cela, on peut utiliser une détection *intégrée* comme la mesure de piézorésistances intégrées sur la micropoutre.

2.2.4 Détection piézorésistive

La résistance électrique d'un volume de métal peut varier en fonction de sa conformation géométrique suivant la relation :

$$R = \rho \frac{l}{A} \quad (\text{Eq.18-1})$$

où R est la résistance électrique globale du volume, l et A respectivement, la longueur et l'aire de la section et ρ la résistivité électrique du matériau.

D'autre part les semi-conducteurs ont la propriété de voir leur résistivité baisser lors de l'application d'une contrainte sur le matériau (la contrainte change la conformation atomique du matériau réduisant la hauteur du gap entre bande de valence et bande de conduction rendant le matériau plus conducteur) [BEE-04]. Le coefficient piézorésistif d'un matériau est défini ainsi :

$$\rho_{\sigma} = \frac{\partial \rho}{\rho} / \varepsilon \quad (\text{Eq.19-1})$$

où $(\frac{\partial \rho}{\rho})$ correspond à la variation relative de résistivité et ε correspond à la déformation subie par le matériau [BEE-04].

Un semi-conducteur combine à la fois les propriétés d'un métal (qui voit sa résistance varier avec la géométrie) et les propriétés piézorésistives. La variation de résistance totale d'un barreau semi-conducteur soumis à une déformation dépendra donc à la fois de ses paramètres géométriques et à de ses propriétés piézorésistives intrinsèques.

Pour qualifier une piézorésistance, on définit le facteur de jauge GF comme suit :

$$GF = \frac{dR / R}{\varepsilon} \quad (\text{Eq.20-1})$$

Afin d'être moins sensible aux grandeurs d'influence comme la température on réalise souvent une mesure différentielle à l'aide d'une piézorésistance de référence qui permet de les soustraire. Pour cela le montage le plus souvent utilisé est le pont de Wheatstone décrit sur la Figure 23. Il permet d'augmenter la sensibilité de la mesure de la variation effective de la (piézo)résistance de mesure.

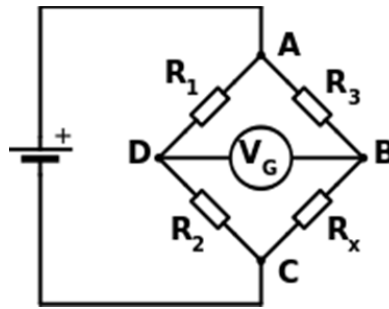


Figure 23 - Pont de Wheatstone [WEB-11].

Le pont est alimenté en tension (V_{AC}) entre les points A et C. Admettons que R_x soit la piézorésistance, et que l'on ait, au repos: $R_x = R_1 = R_2 = R_3 = R$. C'est une condition simple d'équilibrage du pont¹. R_x est susceptible de varier d'une quantité dR . La mesure de la piézorésistance se fait alors en mesurant V_G :

$$V_G = \frac{V_{AC}dR}{4R} \quad (\text{Eq.21-1})$$

On peut donc mesurer la variation de résistance dR pour la relier ensuite, conformément à l'Eq.19-1 et 20-1 à une déformation ε de la structure, qui peut par exemple être liée à un déplacement.

Les piézorésistances permettent une mesure électrique facilement intégrable. Elles sont utilisées comme jauges de contrainte pour mesurer, entre autre, la déflexion statique ou la vibration dynamique d'un microlevier ou d'un microsystème, en plaçant les jauges à l'encastrement des structures libérées [VOI-05]. C'est l'option qui a été retenue sur les micropoutres silicium étudiées dans cette thèse.

D'autres moyens de détection intégrée existent. L'un d'entre eux, utilisé dans ces travaux de thèse, s'appuie sur une détection électromagnétique.

2.2.5 Détection électromagnétique

Plusieurs configurations peuvent être envisagées pour lier une variation de champ magnétique à la déflexion d'une micropoutre. Il est notamment possible de détecter une variation de champ

¹ Condition d'équilibrage du pont de Wheastone : $V_G = 0 \Rightarrow R_1.R_3 - R_2.R_x = 0$

magnétique de microstructures ferromagnétiques [WOO-00] ou d'utiliser directement dans le MEMS des matériaux magnétostrictif [SUI-09]. Il existe cependant une méthode intégrée encore plus simple, utilisant le phénomène d'induction électromagnétique : si une piste métallique de détection est mobile dans un champ magnétique constant, alors la variation de flux magnétique Φ qui résulte de ce mouvement crée une tension induite ($e = -d\phi/dt$). Donc dans l'environnement d'un fort aimant fixe, aux bornes de la piste métallique d'une micropoutre en vibration, apparaît une petite tension alternative à la fréquence de vibration de la structure. Toute la difficulté est d'être capable de la mesurer. En effet les mesures magnétiques sont délicates en raison du bruit électromagnétique ambiant et au bruit généré par le courant d'actionnement dans la même piste s'il existe. En général la petite tension induite noyée dans le bruit est négligée. Pourtant dans un fil de tungstène de 100 μm d'épaisseur on peut à la fois faire circuler un courant pour l'actionner sur ses modes propres à la manière d'une corde de guitare et mesurer la tension électrique induite dépendant de la fréquence, comme montré par les auteurs des travaux de la Figure 24 [HEI-12].

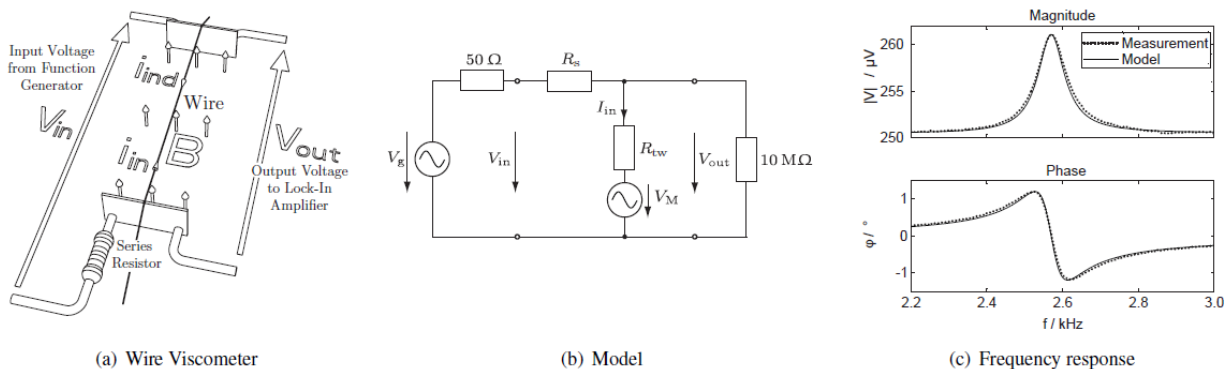


Figure 24 - (a) Schéma de principe du fil résonant (b) Circuit électrique équivalent du fil (R_s : résistance en série pour limiter le courant d'excitation, R_{TW} : résistance du fil de tungstène) c) Mesure du spectre de la tension induite en fonction de la fréquence [HEI-12].

Cette présentation de différents types d'actionnement et de détection n'est pas exhaustive. Les microstructures, avec parmi elles les micropoutres, peuvent être actionnées et leur mouvement mesuré de diverses façons. Par exemple un actionnement et/ou une détection piézoélectrique ou électrostatique peuvent être mis en œuvre. Les méthodes abordées ici se cantonnent à celles qui concernent ces travaux de thèse, permettant qu'une micropoutre actionnée et mesurée en milieu

liquide soit un véritable capteur de viscosité in-situ. Quelles sont les applications existantes d'un tel capteur ?

2.3 MEMS POUR LA MESURE DE VISCOSITE – LES APPLICATIONS

La mesure de la viscosité in-situ a de nombreuses applications. Les MEMS de par leur petite taille permettent de mesurer la viscosité dans de petits volumes, pouvant être ainsi de bons candidats pour un contrôle continu de la viscosité pour des applications industrielles ou pour un contrôle instantané pour des applications embarquées.

Les fluides visqueux du quotidien sont fabriqués et contrôlés par les fabricants. Ainsi le liquide vaisselle, le shampoing, le yaourt, la confiture, ou encore certains médicaments nous paraissent chaque jour identiques, avec la même consistance, c'est-à-dire la même viscosité. Celle-ci est calibrée lors de la formulation chimique du produit, puis contrôlée ensuite durant les phases de production. Par exemple, les huiles de moteur ont la même viscosité de -40°C à 100°C . Des microstructures résonantes telles des diapasons ou des poutres piézoélectriques peuvent être utilisées pour cela [TOL-13]. Aussi des systèmes de plus petites tailles telles que des micropoutres en silicium en forme de « U » peuvent être utilisés pour mesurer la viscosité d'huiles industrielles de manière intégrée [AGO-05]. Ces travaux sont présentés sur la Figure 25.

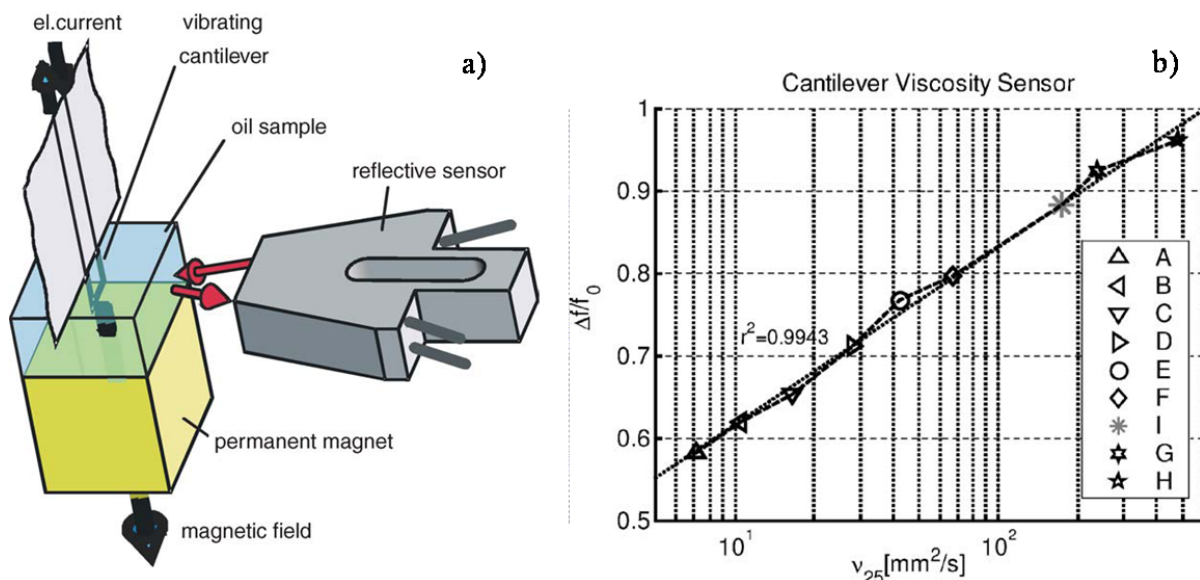


Figure 25 - a) Schéma de principe du capteur, b) Changement de fréquence relative de la poutre fonction de la viscosité mesurée par un viscosimètre rotationnel Stabinger à 25 °C [AGO-05].

Chapitre 1 : Etat de l'art

Les auteurs ont réalisé des mesures dans différentes huiles, nommée de 'A' à 'H' de viscosité croissantes. Le décalage de fréquence de résonance fait état du changement de viscosité. La mesure en valeur absolue de la viscosité d'huile est assurée par une calibration portant sur la fréquence de résonance.

Des microviscosimètres peuvent aussi être utiles aux applications médicales, en particulier pour la mesure de la viscosité du sang. Pour cette application, un appareil de mesure utilisant des micropoutres en plastique est déjà commercialisé par la société Microvisk [WEB-12] ; des images du microsysteme et du boitier de mesure sont montrées Figure 26.

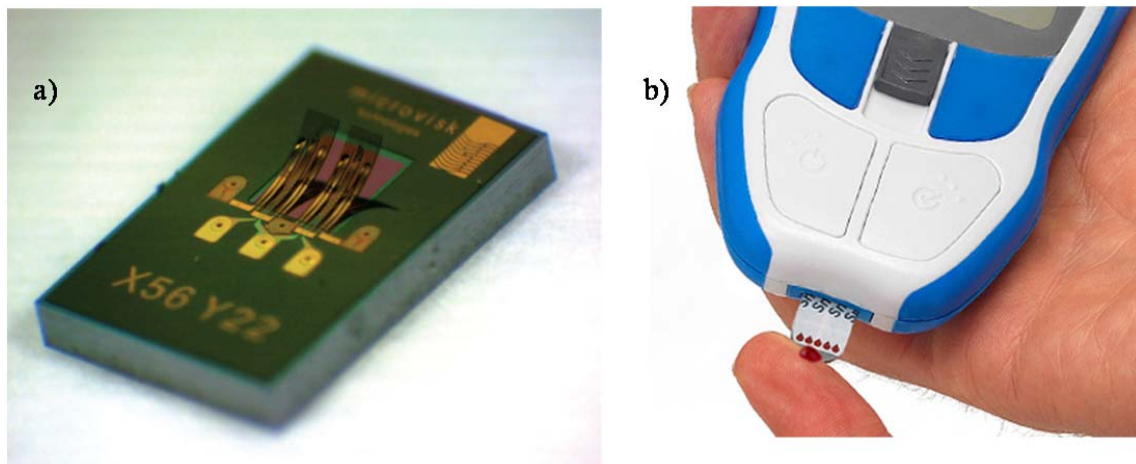


Figure 26 – a) Image d'une paire de micropoutres plastiques utilisée pour la mesure de la viscosité du sang, b) Système commercial de mesure du capteur présenté sur l'image a) [MIC-10].

Le taux de sucre dans le sang est un paramètre utile à mesurer fréquemment pour un diabétique. Un MEMS implanté sur un rat a pu mesurer la glycémie de l'animal en continu [HUA-13]. Aussi Yongjun Zhao *et al.* ont conçu un microsysteme ingénieux qui sépare le sang du sucre par une membrane puis qui dose le taux de sucre dans une mixture connue, en mesurant en permanence la viscosité du mélange au moyen d'une micropoutre [YON-07]. Le dispositif est présenté Figure 27. La mesure de la viscosité en fonction de la concentration de glucose, mesurée par la micropoutre, est également présentée Figure 27.

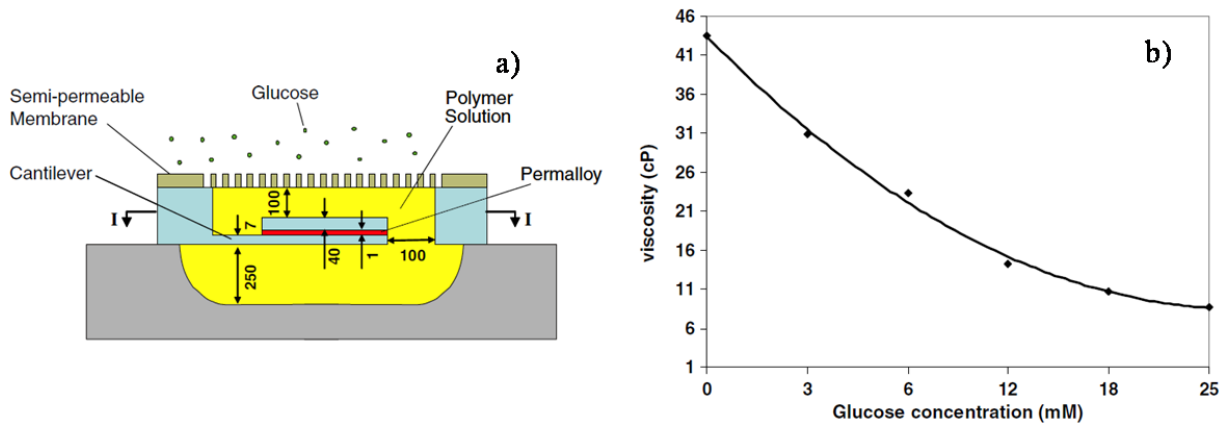


Figure 27 – a) Microsystème de captation du glucose, contenant un microlevier dans la cavité pour doser la concentration de glucose en mesurant la viscosité, b) Mesure de la viscosité en fonction de la concentration de glucose [YON-07].

La présence de particules dans un liquide peut être détectée au travers de la variation de la fréquence de résonance d'une micropoutre comportant un microcanal dans lequel coule ce liquide [LEE-11]. Ces travaux ont débuté sur silicium dans l'équipe de S.R. Manalis. Cela a permis de mesurer la masse d'une particule ou d'une cellule en milieu liquide passant à travers le microcanal avec une résolution de l'ordre du picogramme [WEN-11]. Un dispositif similaire a été fabriqué en polymère par M.F. Khan *et al.*, où le microcanal suspendu permettant dans ce cas de mesurer la masse volumique et la viscosité du liquide passant dans le canal [KHA-13]. Des images du dispositif ainsi qu'une mesure du facteur de qualité en fonction de la concentration d'éthanol sont montrés sur la Figure 28. L'évolution du facteur de qualité suit celle de la viscosité attendue pour le mélange éthanol-eau, en fonction de la concentration d'éthanol.

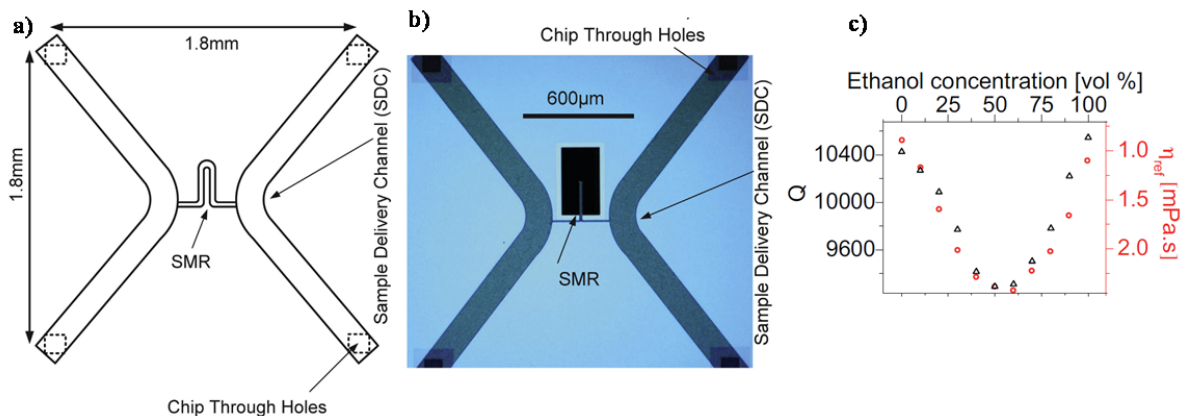


Figure 28 – a) Schéma du microcanal suspendu ; b) image d'un microcanal fabriqué ; c) facteur de qualité (triangles), mesuré pour différentes viscosités (cercles) fonction de la concentration en éthanol (en pourcentage volumique) [KHA-13] (« SMR » : « suspended micro-resonator »).

Ces réalisations à base de micropoutres assurent fort bien le suivi de viscosité in situ dans des conditions bien spécifiques – *lorsque le type de fluide est déjà connu*. D'autres travaux pourraient être mentionnés, par exemple en confinant le fluide avec ou dans le microsysteme. C'est le principe d'une microcavité à flux de compression [CHE-11] ou d'un microrhéomètre silicium en cisaillement [CHR-10], ou encore d'un système de sphère au bout d'une micropoutre pinçant le fluide près d'une surface [DAR-12].

Dans ce manuscrit, une mesure générale des fluides complexes est visée dans un premier temps. Pour cela, le simple suivi avec calibration préalable d'un paramètre comme le facteur de qualité ou la fréquence de résonance ne suffit plus. De même, les mesures en confinement (se référant plus généralement à la microfluidique) compliquent les conditions aux limites et ne sont donc pas recommandées : la mesure à l'aide de micropoutres sera toujours faite dans un volume de fluide suffisamment grand pour satisfaire les conditions aux limites d'un volume infini de fluide autour d'une micropoutre vibrante. Ainsi des liquides viscoélastiques pourront être caractérisés. Il s'agira alors d'être capable de mesurer à la fois la partie réelle et imaginaire de la viscosité, ce qui se traduira en pratique par la mesure du module de cisaillement complexe G^* .

La modélisation de la dynamique d'une micropoutre immergée dans un fluide complexe et permettant de le caractériser est l'objet de la partie suivante.

3 MODELISATION DU DEPLACEMENT HORS-PLAN D'UNE MICROPOUTRE EN MILIEU LIQUIDE

3.1 EQUATION D'EULER-BERNOULLI

La modélisation du déplacement hors-plan w d'une micropoutre s'appuie sur l'équation différentielle d'Euler-Bernoulli [CAR-13]. Dans notre cas, elle concerne une poutre homogène, idéalement encastrée à une extrémité ($w(x=0) = 0$ et $\frac{dw(x=0)}{dx} = 0$) et libérée à l'autre, de longueur L , de largeur b et d'épaisseur h comme montré sur la Figure 29. Les suppositions associées à ce modèle sont :

Chapitre 1 : Etat de l'art

- la section rectangulaire de la poutre suivant la direction x doit être uniforme en termes de matériau et de dimensions (b et h constant).
- $b \ll L$; la largeur de la poutre, b , doit être très petite devant la longueur L afin que puisse être considéré un module d'Young E équivalent indépendant des dimensions de la poutre.
- $h \ll b$; l'épaisseur de la poutre doit être très petite devant la largeur de celle-ci, car dans le cas d'une poutre épaisse, on doit prendre en compte le cisaillement du matériau constituant la poutre lors de la flexion de celle-ci.
- $\frac{dw}{dx} \ll 1$; la dérivée du déplacement w par rapport à la position x doit être très petite devant 1. Ceci implique de très petits déplacements de la poutre par rapport à son épaisseur h , sinon l'approximation dans l'équation d'Euler-Bernoulli faite sur la courbure de la poutre devient fausse.
- **Donc : $w \ll h \ll b \ll L$; cette hypothèse regroupe les trois critères géométriques précédents.**

Ces hypothèses sont généralement regroupées dans les appellations « poutre unidimensionnelle » ou « ruban infini ». Si ces hypothèses ne sont pas satisfaites, on peut utiliser le modèle de Timoshenko et Mindlin [CAR-13]. Dans ce cas le modèle est plus complexe mais il permet de s'affranchir des limitations géométriques du ruban infini et de prendre en compte le cisaillement du matériau dans une poutre épaisse. Dans certains cas, il arrive aussi qu'aucune théorie dite « des poutres » ne soit valide [HEY-13].

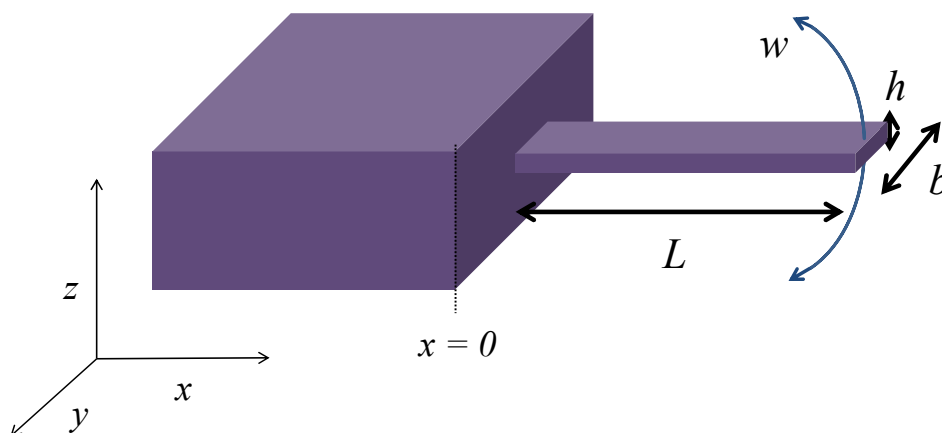


Figure 29 – Géométrie de la poutre idéale et notations associées.

Chapitre 1 : Etat de l'art

Les micropoutres actionnées en milieu liquide sont fortement influencées par les propriétés du fluide dans lequel elles sont immergées [HAN-96]. L'équation différentielle d'Euler-Bernoulli (Eq. 22-1) est utilisée pour modéliser la vibration hors-plan w d'une telle micropoutre immergée dans un fluide (plus spécifiquement un liquide) de volume infini, ce qui nous permettra de lier le déplacement hors-plan de la microstructure aux propriétés rhéologiques du liquide environnant [BEL-08b] :

$$EI \frac{\partial^4 w(x, \omega)}{\partial x^4} - m_L \omega^2 w(x, \omega) = F_{exc}(x, \omega) + F_{hydr}(x, \omega) \quad (\text{Eq.22-1})$$

E est le module de Young, I est le moment d'inertie de la section rectangulaire, $w(x, \omega)$ est l'amplitude de vibration en fonction de la position de l'axe x dans la longueur de la poutre et de la pulsation ω , m_L est la masse par unité de longueur, $F_{exc}(x, \omega)$ est la force par unité de longueur appliquée à la poutre pour la faire vibrer et $F_{hydr}(x, \omega)$ est la force hydrodynamique exercée par le fluide sur la poutre par unité de longueur. Dans le cas d'une force ponctuelle en bout de poutre, où $F_{exc}(x < L, \omega) = 0$ et $F_{exc}(L, \omega) = F_0 \cdot \delta(x-L)$ (en N.m^{-1}), où F_0 est la force appliquée à la poutre et δ , la fonction dirac, L est la longueur de la micropoutre. La force hydrodynamique s'exprime :

$$F_{hydr} = \omega^2 g_2(\omega) w(x, \omega) - j \omega g_1(\omega) w(x, \omega) \quad (\text{Eq.23-1})$$

C'est à travers les deux termes g_1 et g_2 qu'interviennent les propriétés rhéologiques du fluide environnant. En effet, deux composantes sont identifiables dans la force F_{hydr} : une composante de pertes (visqueuses) proportionnelle à la vitesse dans laquelle g_1 est un paramètre variable ; une composante inertielle proportionnelle à l'accélération dans laquelle g_2 est un paramètre variable. Ces deux paramètres identifiés g_1 et g_2 ne dépendent que des propriétés du fluide, de la géométrie de la poutre, de la fréquence et éventuellement de x . En supposant en première et très bonne approximation que g_1 et g_2 sont indépendants de x [SAD-98], notamment pour les petites vibrations, une solution analytique de l'équation Eq.22-1 existe pour la déflexion en bout de poutre, $w(L, \omega)$:

$$w(L, \omega) = \frac{3F_0}{k_0 A^3 L^3} \frac{\sinh(AL) \cos(AL) - \cosh(AL) \sin(AL)}{1 + \cosh(AL) \cos(AL)} \quad (\text{Eq.24-1})$$

Avec²:

$$A^4 = \frac{\omega^2}{EI} (m_L + g_2(\omega) - jg_1(\omega) / \omega) \quad (\text{Eq.25-1})$$

où la raideur de la poutre, $k_0 = 3 \frac{EI}{L^3}$ et $I = \frac{bh^3}{12}$

Au niveau du formalisme, la fonction hydrodynamique Γ a été introduite, reliée à la force hydrodynamique par la relation :

$$F_{hydr} = \frac{\pi b^2 \rho_{fluide} \omega^2}{4} \Gamma(\omega) w \quad (\text{Eq.26-1})$$

Dans ce formalisme, ρ_{fluide} est masse volumique du fluide, la fonction hydrodynamique est une fonction complexe avec $\Gamma = \Gamma_r - j\Gamma_i$, où Γ_r et Γ_i sont des réels [SAD-98], et elle est fonction du

terme δ qui est la longueur de perturbation hydrodynamique $\delta = \sqrt{\frac{2\eta}{\rho_{fluide} \omega}} = \frac{b}{\sqrt{2R_e}}$ et où

$R_e = \frac{\rho_{fluide} \omega b^2}{4\eta}$ est le nombre de Reynolds [MAA-05] avec η la viscosité du fluide. g_1 et g_2

peuvent alors être exprimés en fonction de la partie réelle, Γ_r , et de l'opposé de la partie imaginaire, Γ_i , de la fonction hydrodynamique :

$$\begin{aligned} g_1 &= \frac{\pi \rho_{fluide} b^2}{4} \omega \Gamma_i(\delta) \\ g_2 &= \frac{\pi \rho_{fluide} b^2}{4} \Gamma_r(\delta) \end{aligned} \quad (\text{Eq.27-1})$$

L'intérêt de ce formalisme est que, une fois le terme δ introduit, la fonction hydrodynamique ne va dépendre que de la géométrie de la poutre et de l'ordre de grandeur du nombre de Reynolds.

² Le terme A peut également être défini en fonction de la fonction hydrodynamique Γ , [BEL-08a] dans ce cas :

$$A^4 = \frac{m_L \omega^2 \left(1 + \frac{\pi \rho_{fluide} b^2 \Gamma}{4m_L} \right)}{EI}$$

Chapitre 1 : Etat de l'art

La fonction hydrodynamique a été établie originellement pour une poutre simplement encastree de section cylindrique [ROS-89], permettant de calculer une fonction Γ_{circ} .

Pour une poutre avec les hypothèses géométriques considérées, rectangulaire et de type ruban, la fonction Γ_{circ} a dû être corrigée [SAD-98] en introduisant une fonction de correction $\Omega(\delta)$ pour obtenir une fonction Γ_{rect} tel que :

$$\Gamma_{rect}(\delta) = \Omega(\delta)\Gamma_{circ}(\delta) \quad (\text{Eq.28-1})$$

Seules les forces hydrodynamiques subies dans la direction z vont affecter la réponse de la poutre pour une vibration hors-plan. Ces forces correspondent à une pression sur les grandes faces de la poutre (les deux faces d'aire Lb). Elles correspondent à des forces de cisaillement sur les petites faces de la poutre (les deux faces d'aire Lh , et la face libérée d'aire bh). En s'appuyant sur l'hypothèse que la poutre est suffisamment fine, ces forces de cisaillement ne sont pas prises en compte.

Cette fonction de correction correspond à une expression analytique complexe incluant un jeu de paramètres obtenu par une résolution numérique et valable pour des nombre de Reynold allant de 10^{-6} à 10^4 [SAD-98]. La fonction obtenue est trop délicate à manipuler (on ne peut pas séparer les parties réelles et imaginaires) une approximation polynomiale a donc été fait par Maali et al. [MAA-05] afin d'obtenir une fonction hydrodynamique simplifiée :

$$\begin{aligned} \Gamma_r &= a_1 + a_2 \frac{\delta}{b} \\ \Gamma_i &= b_1 \frac{\delta}{b} + b_2 \left(\frac{\delta}{b} \right)^2 \end{aligned} \quad (\text{Eq.29-1})$$

Ces expressions ont l'avantage d'exprimer séparément les parties réelles et imaginaires de la fonction hydrodynamique, grâce à quatre coefficients réels et constants de linéarisation (a_1, a_2, b_1, b_2).

Dans une résolution mécanique classique, l'équation différentielle suppose que la viscosité η contenue dans l'épaisseur de pénétration δ est un nombre réel. Or la caractérisation viscoélastique de fluide, ici faite par une micropoutre, est basée sur l'hypothèse que la viscosité du fluide peut

avoir à la fois une partie réelle et une partie imaginaire. Par conséquent, le terme réel η correspondant à la viscosité est dans ce cas remplacé par un nombre complexe η^* dépendant également de la fréquence, modélisant ainsi le comportement visqueux et élastique de fluides complexes (c'est une supposition faite fréquemment en rhéologique [GIT-97, LEV-01]). Comme nous l'avons vu précédemment, cette notation est équivalente à envisager un module de cisaillement complexe G^* alors fonction de la viscosité complexe (Eq. 6-1).

En utilisant l'expression simplifiée de la fonction hydrodynamique (Eq.29-1), et en remplaçant δ par son expression fonction d'une viscosité complexe, on peut exprimer la partie réelle et la partie imaginaire de la fonction hydrodynamique en fonction de G' et de G'' dans le cas général d'un fluide complexe.

$$\Gamma_r = 1 + b_2 \frac{2G'}{\rho_{\text{fluide}} \omega^2 b^2} + b_1 \frac{2\sqrt{\sqrt{G'^2 + G''^2} + G'}}{b \omega \sqrt{2\rho_{\text{fluide}}}} \quad (\text{Eq.30-1})$$

$$\Gamma_i = b_2 \frac{2G''}{\rho_{\text{fluide}} \omega^2 b^2} + b_1 \frac{2\sqrt{\sqrt{G'^2 + G''^2} - G'}}{b \omega \sqrt{2\rho_{\text{fluide}}}} \quad (\text{Eq.31-1})$$

Les équations analytiques de g_1 et g_2 en fonction du module de cisaillement complexe en découlent. Ces expressions sont présentées dans les équations Eq.32-1, Eq.33-1 et Eq.34-1. Le détail du calcul est présent dans la thèse de Naser Belmiloud [BEL-08].

$$g_1 = DG'' + B\sqrt{\sqrt{G'^2 + G''^2} - G'} \quad (\text{Eq.32-1})$$

$$g_2 = \frac{C + DG' + B\sqrt{\sqrt{G'^2 + G''^2} + G'}}{\omega} \quad (\text{Eq.33-1})$$

Avec

$$B = \frac{\pi b_1}{2\sqrt{2}} b \sqrt{\rho_{\text{fluide}}} \quad C = \frac{\pi}{4} \rho_{\text{fluide}} b^2 \omega \quad D = \frac{\pi b_2}{2\omega} \quad (\text{Eq.34-1})$$

En utilisant ces équations et connaissant a priori les propriétés physiques d'un fluide (masse volumique, viscosité complexe) autant que celle d'une micropoutre (dimensions, masse volumique et rigidité), il est possible de calculer pour chaque fréquence, le déplacement hors plan en bout de poutre et de la comparer avec des mesures expérimentales. Il est donc possible de simuler des données proches des mesures expérimentales (Eq.24-1 avec Eq.32.1, Eq.33.1 et Eq.34-1) comme montré sur la Figure 30.

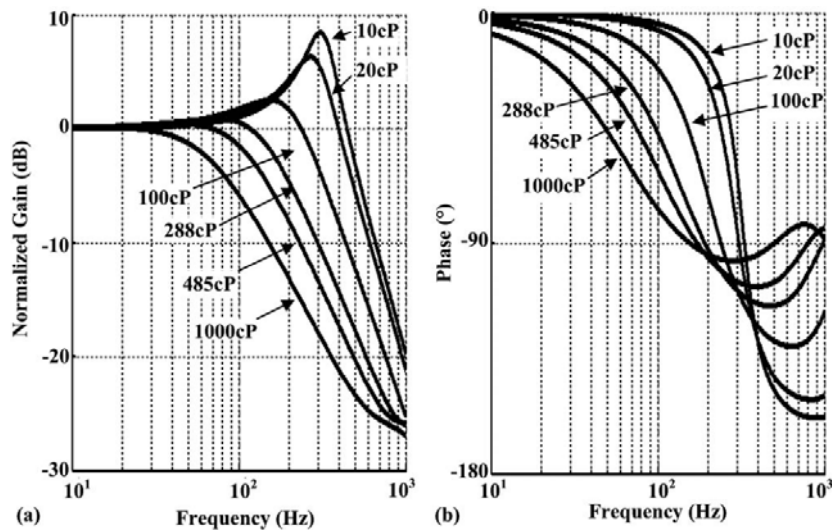


Figure 30 - Simulation utilisant le modèle analytique décrit, montrant l'évolution de (a) l'amplitude et de (b) la phase au cours du premier mode de résonance pour une poutre en silicium de géométrie $18\mu\text{m} \times 600\mu\text{m} \times 4000\mu\text{m}$ immergée dans des fluides de masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$ et de viscosités différentes [BEL-08b].

De manière plus générale on peut observer sur la Figure 30 que l'ensemble du spectre de la micropoutre est influencé par le changement de viscosité du milieu. Il doit donc être possible de lier le gain et la phase mesuré à chaque fréquence à la viscosité qui comme cela a été vu précédemment peut dépendre de la fréquence. Cette problématique est l'objet du chapitre 2.

Plus simplement on peut observer que l'amortissement augmente en fonction de la viscosité des fluides testés, alors que la fréquence propre diminue également. Il doit être possible de lier les pertes visqueuses modélisées par g_1 et l'inertie élastique modélisée par g_2 à la fréquence propre et au taux d'amortissement. Ceci permettrait d'avoir une mesure de viscoélasticité à une fréquence donnée (la fréquence propre f_0) en calculant $G'(f_0)$ et $G''(f_0)$. Une méthode analytique proposant une solution à cela est détaillée dans la partie suivante.

3.2 MODELE INVERSE SIMPLIFIE UTILISANT L'AMORTISSEMENT ET LA FREQUENCE PROPRE

A partir de la mesure du déplacement hors-plan de la micropoutre il est possible d'inverser le problème et de calculer les propriétés rhéologiques du fluide dans lequel la micropoutre est immergée. Ceci a été montré dans la thèse de Naser Belmiloud [BEL-08a]. La fonction du

déplacement hors-plan de la poutre en milieu liquide (Eq.24-1) vue dans la partie 3.1 est simplifiée. On la considère comme équivalente à une fonction de transfert du second ordre (Eq.35-1), où w_0 est la déflexion statique de la poutre, f_0 est la fréquence propre du résonateur et ζ son taux d'amortissement.

$$w(L, f) \approx \frac{w_0}{1 - \left(\frac{f}{f_0}\right)^2 + 2\zeta \frac{f}{f_0} j} \quad (\text{Eq.35-1})$$

Cela revient, dans l'équation différentielle d'Euler-Bernoulli (Eq.22-1), à se placer en $x = L$ et à faire l'approximation que $EI \frac{\partial^4 w(L, \omega)}{\partial x^4} \approx kw(L, \omega)$ puisqu'alors on retrouve l'équation différentielle d'un système masse-ressort amorti dont le taux d'amortissement ζ et la fréquence propre f_0 ont été définis³ dans la partie 2.1. Par identification on peut alors exprimer ζ en fonction des termes de perte hydrodynamique g_1 et de conservation g_2 (cf. Eq.36-1) définis dans la partie 3.1. La fréquence propre f_0 est définie en fonction du facteur de inertiel g_2 (cf. Eq.37-1). Les deux termes ζ et f_0 sont aussi fonction de la masse linéique m_L , du produit EI et de la fréquence propre de la micropoutre dans le vide⁴ $f_{0,vide}$.

$$\zeta = \frac{g_1(f_0)}{4\pi f_{0,vide} m_L \sqrt{1 + \frac{g_2(f_0)}{m_L}}} \quad (\text{Eq.36-1})$$

$$f_0 = \frac{f_{0,vide}}{\sqrt{1 + \frac{g_2(f_0)}{m_L}}} \quad (\text{Eq.37-1})$$

La mesure de f_0 et ζ permet de calculer avec précision g_1 et g_2 , mais uniquement à la fréquence propre de la poutre. Il faut ensuite calculer à partir de ces deux composantes les valeurs rhéologiques intéressantes telles que la viscosité et la masse volumique, ou encore le module complexe de cisaillement.

³ Pour que ζ et f_0 soient constant cela implique que $g_1(f)$ et $g_2(f)$ sont à peu près constant autour de la fréquence de résonance.

⁴ Fréquence propre de la micropoutre dans le vide : $f_{0,vide} = \frac{h}{2\pi} \left(\frac{1,875}{L} \right)^2 \sqrt{\frac{E}{12 \frac{m_L}{bh}}}$

Chapitre 1 : Etat de l'art

Le calcul de la viscosité et de la masse volumique d'un fluide newtonien à partir de g_1 et g_2 a été fait [YOU-11]. Il ne sera pas détaillé ici, nous nous intéresserons directement au cas d'un fluide complexe, donc à la détermination du module complexe de cisaillement G^* .

La résolution du système d'équations Eq.32-1 et Eq.33-1 permettant le calcul du module élastique G' et visqueux G'' en fonction de g_1 et g_2 a été obtenue dans la thèse de Naser Belmiloud [BEL-08a], puis a été recalculée et simplifiée dans cette thèse afin d'éliminer une des deux racines pour permettre une réécriture compacte correspondant uniquement à une solution physique. Le résultat du calcul est présenté ici :

$$G'' = \frac{g_1}{D} - \frac{B}{D\sqrt{2D}} \sqrt{\left(\left(\frac{B^2}{D} + 2(\omega g_2 - C) \right)^2 + 4g_1^2 - \frac{B^2}{D} - 2(\omega g_2 - C) \right)} \quad (\text{Eq.38-1})$$

$$G' = \frac{1}{D} \left(\omega g_2 - C - \frac{B^2 G''}{g_1 - D G''} \right) \quad (\text{Eq.39-1})$$

Ce calcul suppose de connaître la masse volumique du fluide ρ_{fluide} paramètre des termes B , C , D définis dans la partie précédente 3.1 (Eq.34-1). A titre indicatif, cette méthode a été utilisée par Melissa Mather pour comparer la viscosité d'une solution de polyacrylamide mesurée avec une micropoutre piézoélectrique et un rhéomètre [MAT-12]. Les résultats obtenus sont montrés dans la Figure 31. Les résultats obtenus approchent avec une relative précision les valeurs théoriques attendues pour la solution caractérisée. Les développements effectués dans les chapitres 2 et 3 tenteront d'être encore plus précis dans la détermination de G' et G'' .

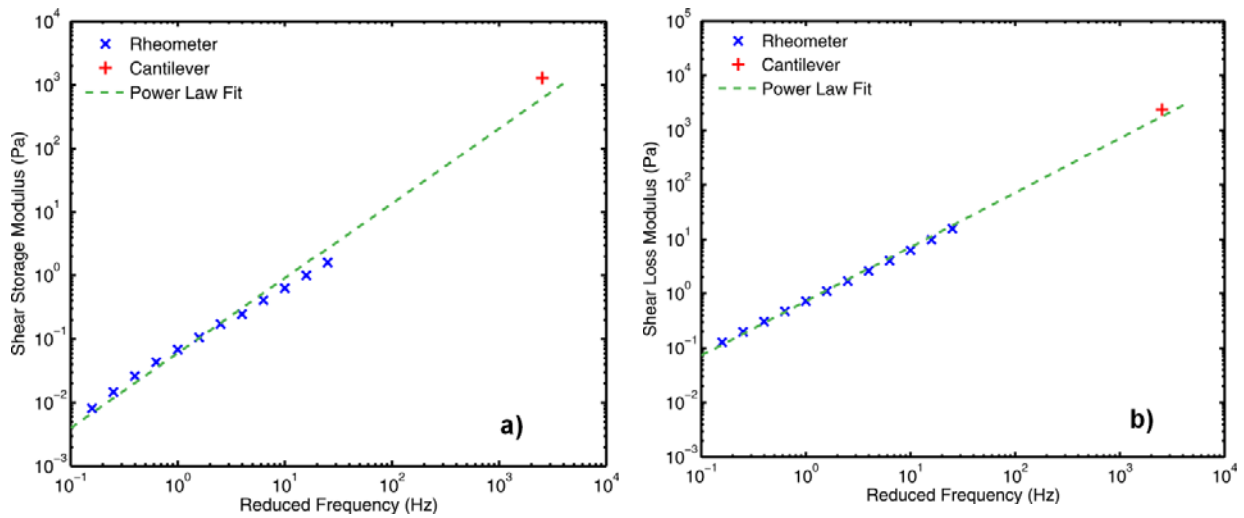


Figure 31 - Module complexe de cisaillement d'une solution de polyacrylamide. Respectivement : a) module élastique G' en fonction de la fréquence, b) module visqueux G'' en fonction de la fréquence ; déterminée à partir d'un rhéomètre à cisaillement constant (X) et d'une micropoutre piézoélectrique (+) [MAT-12].

Finalement, il est possible, en utilisant la méthode détaillée dans cette partie, d'obtenir avec une micropoutre, sans calibration ni correction, une mesure assez précise du module complexe de cisaillement à la fréquence propre, prolongeant ainsi les résultats obtenus par un rhéomètre classique. Cette méthode sera utilisée dans les chapitres 3 et 4. Pour donner de bons résultats de calcul de G' et G'' il faut une méthode précise d'extraction de la fréquence propre et du facteur de qualité.

3.3 METHODE D'EXTRACTION DE LA FREQUENCE PROPRE ET DU FACTEUR DE QUALITE

La méthode d'extraction de la fréquence propre et du facteur de qualité des modes de résonance d'une micropoutre utilisée dans ces travaux, est celle développée par Nierdermayer *et al.* [NIE-12]. C'est une méthode générale qui supprime le couplage et le bruit sur le spectre expérimental d'un mode de résonance modélisé par un filtre passe-bande du second ordre. La méthode ne requiert pas nécessairement de mesure de calibration ou de référence. Elle identifie le couplage à partir de la mesure elle-même, pourvu qu'elle soit faite dans une bande de fréquence centrée autour du pic de résonance et au minimum 10 fois plus large que la bande passante à -3 dB. Pour cela la mesure doit être de type impédance complexe, ou gain/phase (c'est le cas utilisé dans les

travaux de cette thèse). De plus le nombre de points sur l'intervalle de fréquence doit excéder 800 points. En respectant ces critères, la méthode est capable de calculer la fréquence propre et le facteur de qualité de la résonance de manière fiable et quasi-instantanée.

Comment fonctionne cette méthode ? Afin d'expliquer simplement la méthode décrite de manière exhaustive dans [NIE-12], un schéma explicatif est présenté dans la Figure 32. Il illustre graphiquement les équations principales simplifiées utilisées dans la méthode.

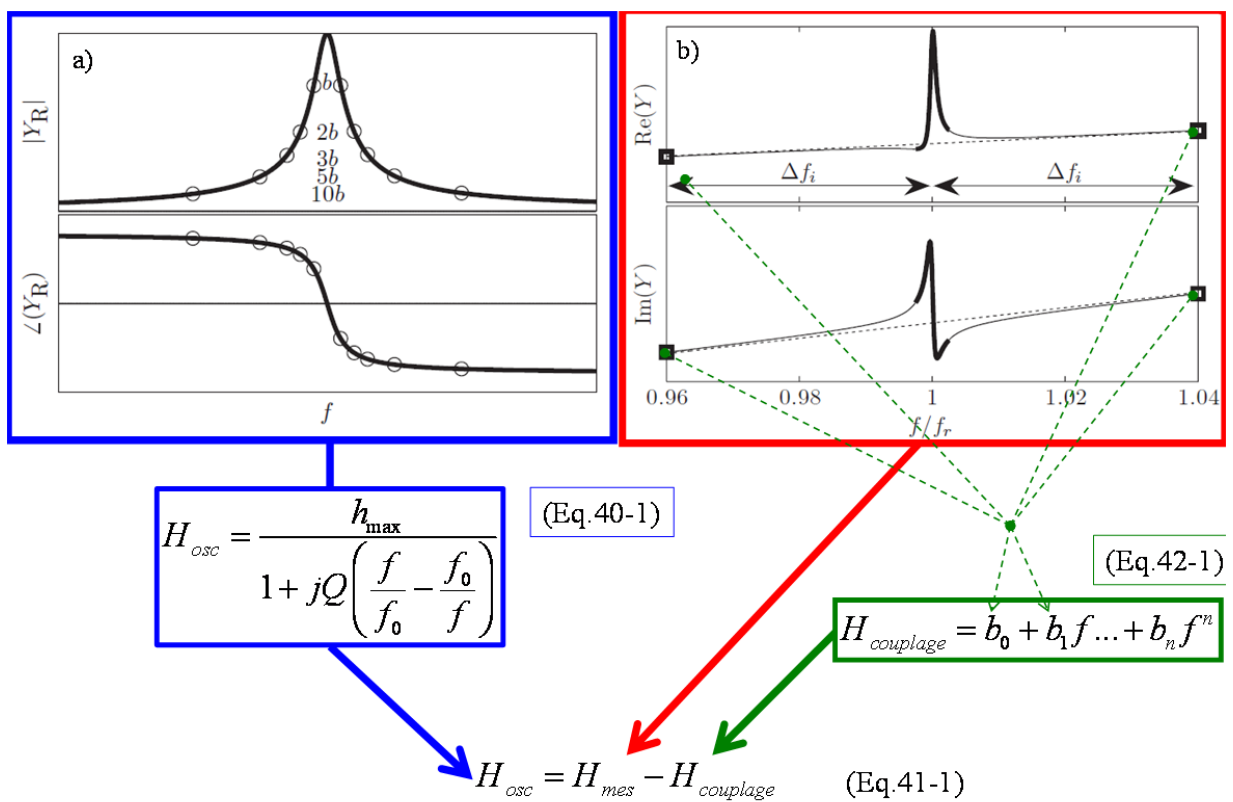


Figure 32 – Schéma explicatif de la méthode de Nierdermayer *et al.* a) gain et phase attendus d'un résonateur du second ordre ; b) partie réelle et imaginaire du résonateur en présence de couplage – source des graphiques : [NIE-12]

La Figure 32-a montre le gain et la phase d'un pic de résonance modélisé par l'équation d'un filtre passe bande H_{osc} décrit par :

$$H_{osc} = \frac{h_{max}}{1 + jQ \left(\frac{f}{f_0} - \frac{f_0}{f} \right)} \quad (\text{Eq.40-1})$$

Dans cette équation, h_{max} est l'amplitude du pic et les paramètres recherchés sont la fréquence propre f_0 ainsi que le facteur de qualité Q . Afin de les déterminer on utilise l'Eq.41-1 :

$$H_{osc} = H_{mes} - H_{couplage} \quad (\text{Eq.41-1})$$

Cette approche justifiée dans [NIE-12,] suppose que si l'on soustrait le couplage $H_{couplage}$ à la mesure effectuée H_{mes} , on obtient le système résonant du second ordre H_{osc} . Un exemple de mesure comportant un couplage est illustré sur la Figure 32-b. La mesure étant connue, il reste à identifier le couplage. Pour cela, la stratégie n'est pas ici d'identifier la nature de celui-ci (couplage capacitif, inductance mutuelle ou autre). Au contraire, on cherche à déterminer le couplage comme une fonction mathématique de la fréquence s'ajoutant à la partie réelle et imaginaire du spectre. Ensuite on veut soustraire cette fonction à la mesure. On peut simplifier cette fonction en un polynôme d'ordre n :

$$H_{couplage} = b_0 + b_1 f \dots + b_n f^n \quad (\text{Eq.42-1}).$$

Dans le cas où $n=1$, les coefficients du fit peuvent alors être obtenus grâce à deux points, par exemple les point de début et de fin de la plage de fréquence mesuré (comme illustré sur la Figure 32-b). La fonction du couplage peut alors être soustraite à la partie réelle et imaginaire de la mesure effectuée en fonction de la fréquence. Il reste alors à extraire les paramètres f_0 et Q à l'aide d'un fit utilisant l'Eq.40-1.

Niedermayer *et al.* détaillent dans [NIE-12], une méthode plus générale utilisant une fonction de couplage complexe et identifiable de manière instantanée ou itérative. Un plus grand nombre de paramètres sont alors utilisés pour identifier le couplage. La version avancée de l'algorithme de compensation est alors plus complexe et itérative que la version illustrée ici. Néanmoins la méthode générale reste la même et se résume à l'Eq.41-1. Elle a permis dans les travaux de cette thèse d'extraire de manière précise la fréquence propre et le facteur de qualité des micropoutres mise en résonance dans l'air ou en milieu liquide.

4 CONCLUSION

Dans ce premier chapitre des notions de rhéologie et plus spécifiquement de microrhéologie ont été abordées. Ensuite, l'utilisation de micropoutres pour la rhéologie a été étudiée en termes de principe simplifié de fonctionnement, d'actionnement et de détection en milieu liquide, puis quelques applications ont été présentées. Les exemples ont mis en avant l'utilisation de micropoutres notamment pour étudier les propriétés du sang. Dans une troisième partie, la micropoutre, principal capteur utilisé dans les travaux de cette thèse, a fait l'objet du détail des modélisations analytiques d'abord générales, puis spécifiques en tant que capteur microrhéologique.

La vibration hors plan d'une poutre est liée de manière modélisable analytiquement aux propriétés rhéologiques du fluide dans lequel elle est immergée. Plus spécifiquement dans la partie 3 de ce chapitre le calcul de $G'(f_0)$ et $G''(f_0)$ est proposé. Cette méthode complète de calcul des propriétés rhéologique à fréquence unique est synthétisée sur la Figure 33.

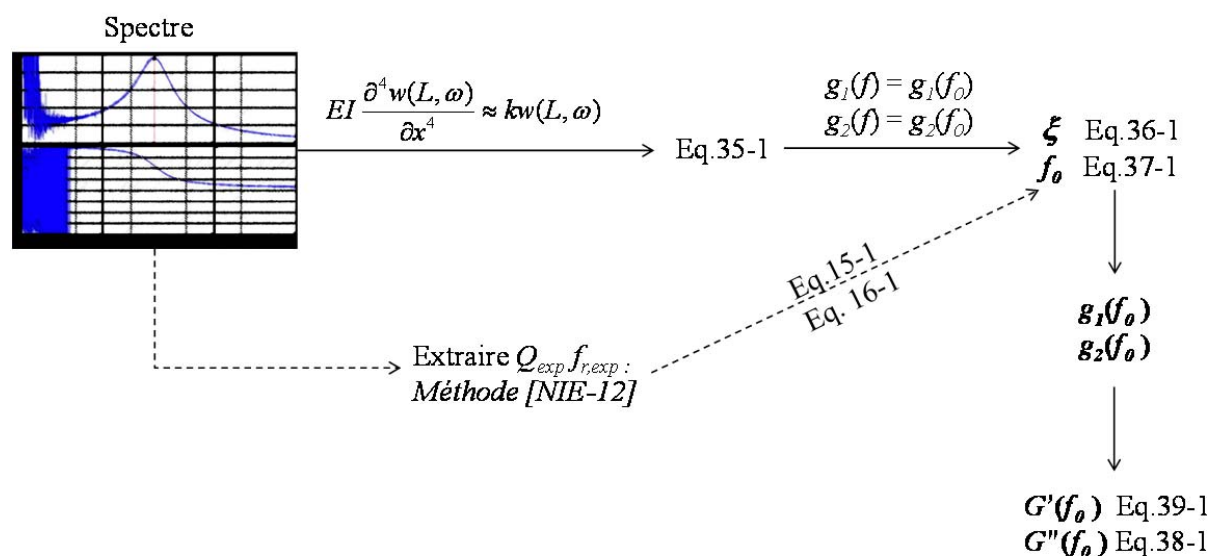


Figure 33 – Résumé de la méthode de calcul de G^* présenté dans la partie 3 de ce chapitre.

La méthode décrite dans ce chapitre se limite au calcul de G' et G'' seulement à la fréquence propre de la micropoutre dans le milieu à caractériser. Le chapitre suivant s'attache à proposer ce calcul sur une plage de fréquence autour de la résonance de la micropoutre.

Références du Chapitre 1

- AGO-05 A. Agoston, F. Keplinger, B. Jakoby, Evaluation of a vibrating micromachined cantilever sensor for measuring the viscosity of complex organic liquids, 2005, *Sensors and Actuators A* 123–124, 82-86
- ANN-93 T. Annable, R. Buscall, R. Ettelaie, D. Whittlestone, The rheology of solutions of associating polymers: Comparison of experimental behavior with transient network theory, 1993, *Journal of Rheology*, 37, 695
- ASH-92 A. Ashkin. Forces of a single-beam gradient laser trap on a dielectric sphere in the ray optics regime, 1992, *Biophys. J.*, 61, 569-582
- BEA-10 L. A. Beardslee, A. M. Addous, S. Heinrich, F. Josse, I. Dufour, O. Brand, Thermal Excitation and Piezoresistive Detection of Cantilever In-Plane Resonance Modes for Sensing Applications, 2010, *Journal of Microelectromechanical systems*, Vol. 19, No. 4, 1015
- BEE-04 S. Beeby, G. Ensell, M. Kraft, N. White, *MEMS Mechanical Sensors*, 2004, Artech House
- BEL-08a N. Belmiloud, *Microrhéomètre sur silicium pour chimie haut-débit*, 2008, Thèse de l'Université Bordeaux 1
- BEL-08b N. Belmiloud, I. Dufour, A. Colin, L. Nicu, Rheological behavior probed by vibrating microcantilevers, 2008, *Applied Physics Letters*, 92, 041907
- BRA-07 R.R. Brau, J.M. Ferrer, H. Lee, C.E. Castro, B.K. Tam, P.B. Tarsa, P. Matsudaira, M.C. Boyce, R.D. Kamm, M.J. Lang. Passive and active microrheology with optical tweezers, 2007, *Journal of Optics A: Pure and Applied Optics*, 9, S103–S112
- BRE-03 V. Breedveld, D.J. Pine. Microrheology as a tool for high-throughput screening. 2003, *Journal of Materials Science*, 38, 4461–4470
- CAR-02 F. Cardinaux, L. Cipelletti, F. Scheffold, P. Schurtenberger. Microrheology of giant-micelle solutions, 2002, *Europhysics Letters*, 57, 738-744
- CAR-13 E. Carerra, G. Guinta, M. Petrolo, *Beam structures: classical and advanced theories*, 2013, Lavoisier S.A.S
- CHE-11 D. Cheneler, J. Bowen, M. Ward, M.C. Adams, Micro squeeze flow rheometer for high frequency analysis of nano-litre volumes of viscoelastic fluid, 2011, *Microelectronic Engineering*, 88(8), 1726–1729.
- CHO-00 James W. M. Chon, Paul Mulvaney, John E. Sader, Experimental validation of theoretical models for the frequency response of atomic force microscope cantilever beams immersed in fluids, 2000, *Journal of Applied Physics*, Vol. 87, No. 8
- CHR-10 G.F. Christopher, J. M. Yoo, N. Dagalakis, S.D. Hudson, K. B. Migler, Development of a MEMS based dynamic rheometer, 2010, *Lab on a Chip*, 10(20):2749-57

Chapitre 1 : Etat de l'art

- CIC-07 P. Cicuta, A. M. Donald, *Microrheology: a review of the method and applications*, 2007, *Soft Matter*, 3, 1449–1455
- COU-01 P. Coussot, J-L. Grossiord, *Comprendre la Rhéologie, de la circulation du sang à la prise du béton*, 2001, EDP Sciences
- DAR-12 A. Darwiche, *Microrhéomètre sur puce pour l'étude de l'écoulement d'un liquide proche d'une surface solide*, 2012, Thèse de l'Université Bordeaux 1
- ETC-08 I. Etchart, H. Chen, P. Dryden, J. Jundt, C. Harrison, K. Hsu, F. Marty, B. Mercier, *MEMS sensors for density–viscosity sensing in a low-flow microfluidic environment*, 2008, *Sensors and Actuators A* 141, 266–275
- FRE-22 H. Freundlich, W. Seifriz, *Ueber die elastizität von solen und gelen*. *Zeitschrift für Physikalische Chemie* 1922, 104, 233.
- GIT-97 F. Gittes, B. Schnurr, P.D. Olmsted, F.C. MacKintosh, C.F.Schmidt, *Microscopic viscoelasticity: Shear moduli of soft materials determined from thermal fluctuations*, 1997, *Physical Review Letters*, 79, 3286-3289.
- GOR-10 G. F. Christopher, *Development of a MEMS based dynamic rheometer*, 2010, *Lab on a Chip*, 10, 2749–2757
- GRI-04 A.V. Grigorov, Z.J. Davis, P. Rasmussen, A. Boisen, *A longitudinal thermal actuation principle for mass detection using a resonant micro-cantilever in a fluid medium*, 2004, *Microelectronic Engineering*, 73–74, 881–886
- HAN-96 W. Han, S. M. Lindsay, T. Jing, *A magnetically driven oscillating probe microscope for operation in liquids*, 1996, *Applied Physics Letters*, Vol. 69, No. 26. pp. 4111-4113
- HEB-00 P. Hébraud, F. Lequeux, J.-F. Paliarne. *Role of permeation in the linear viscoelastic response of concentrated emulsions*, 2000, *Langmuir*, 16, 8296-8299.
- HEI-12 M. Heinisch, E.K. Reichel, I. Dufour, B. Jakoby, *Tunable resonators in the low kHz range for viscosity sensing*, 2012, *Sensors and Actuators A*, Vol. 186, 111–117
- HEY-13 P.R. Heyliger, *When beam theories fail*, 2013, *Journal of Mechanics of Materials and Structures*, Vol. 8, No. 1
- HOF-98 B. Hoffner, C. Gerhards, M. Peleg, *Method to assess the ability of rough surface to eliminate slip in food viscometry*, 1998, *Journal of Texture Studies*, Volume 29, Issue 5, 527–536,
- HOS-13 A. Hossain, A. Mishty, A. Mian, *Numerical analysis for design optimization of microcantilever beams for measuring rheological properties of viscous fluid*, 2013, *Finite Elements in Analysis and Design*, 68, 1–9
- HUA-13 X. Huang, S. Li, E. Davis, C. Leduc, Y. Ravussin, H. Cai, B. Song, D. Li, D. Accili, R. Leibel, Q. Wang, Q. Lin, *A MEMS differential viscometric sensor for affinity glucose detection in continuous glucose monitoring*, 2013, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 23, 055020

Chapitre 1 : Etat de l'art

- KHA-13 M.F. Khan, S. Schmid, P.E. Larsen, Z.J. Davis, W. Yan, E.H. Stenby, A. Boisen, Online measurement of mass density and viscosity of pL fluid samples with suspended microchannel resonator, 2013, *Sensors and Actuators B* 185, 456–461
- KIR-02 L. Kirschenmann, W. Pechhold, Piezoelectric Rotary Vibrator (PRV) – a new oscillating rheometer for linear viscoelasticity, 2002, *Rheologica Acta*, Volume 41, Issue 4, pp 362-368
- LEE-11 J. Lee, R. Chunara, W. Shen, K. Payer, K. Babcock, T. P. Burgg, S. R. Manalis, Suspended microchannel resonators with piezoresistive sensors, 2011, *Lab on a Chip*, 11, 645
- LEV-01 A.J. Levine, T.C. Lubensky, Response function of a sphere in a viscoelastic two-fluid medium, 2001, *Physical Review E*, 63, n°4.
- MAA-05 A. Maali, C. Hurth, R. Boisgard, C. Jai, T. Cohen-Bouhacina, J.-P. Aimé, Hydrodynamic of oscillating atomic force microscopy cantilevers in viscous fluid, 2005, *Journal of Applied Physics*, 97, 074907-12.
- MAC-99 F.C. MacKintosh, and C.F. Schmidt. *Microrheology*. *Curr. Opin.* 1999, *Journal of Colloid and Interface Science*, 4, 300-307
- MAS-00 T.G. Mason. Estimating the viscoelastic moduli of complex fluids using the generalized Stokes–Einstein equation, 2000, *Rheologica Acta*, 39, 371-378
- MAT-12 M. L. Mather, Liquid viscoelasticity probed by a mesoscale piezoelectric bimorph cantilever, 2012, *Journal of Rheology*, 56(1), 99-112
- MEE-04 G. H. Meeten, Effects of plate roughness in squeeze-flow rheometry, 2004, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, Volume 124, Issues 1–3, 15, 51–60
- MEY-06 A. Meyer, A. Marshall, B.G. Bush, E.M. Furst. Laser tweezer microrheology of a colloidal suspension, 2006, *Journal of Rheology*, 50, 77-92
- MEZ-06 T. G. Mezger, *The Rheology Handbook*, 2nd Edition, 2006, Vincentz Network,
- NIE-12 A. O. Niedermayer, T. Voglhuber-Brunnmaier, J. Sell, B. Jakoby, Methods for the robust measurement of the resonant frequency and quality factor of significantly damped resonating devices, 2012, *Measurement Science and Technology*, 23 085107
- PAA-13 Anton Paar, MCR Rheometer Series, specification, datasheet, 2013
- PES-09 G. Pesce, A.C. De Luca, G. Rusciano, P.A. Netti, S. Fusco, A. Sasso. Microrheology of complex fluids using optical tweezers: a comparison with macrorheological measurements, 2009, *Journal of Optics A: Pure and Applied Optics*, 11, 034016-26
- ROS-89 L. Rosenhead, *Laminar Boundary Layers*, Dover Publications Inc., 1989, ISBN 978-0486656465
- SAD-98 J. E. Sader, Frequency response of cantilever beams immersed in viscous fluids with applications to the atomic force microscope, 1998, *Journal of Applied Physics*, 84, 64-76.
- SCH-75 J. Schwedes, Shearing behaviour of slightly compressed cohesive granular materials, 1975,

Chapitre 1 : Etat de l'art

Powder Technology, Volume 11, Issue 1, 59–67

- SCH-96 F.G. Schmidt, F. Ziemann, E. Sackmann. Shear field mapping in actin networks by using magnetic tweezers, 1996, European Biophysics Journal, 24, 348-353
- SCH-97 B. Schnurr, F. Gittes, F.C. MacKintosh, C.F. Schmidt. Determining microscopic viscoelasticity in flexible and semiflexible polymer networks from thermal fluctuations, 1997, Macromolecules, 30, 7781-7792
- STR-01 A. Stradner, S. Romer, C. Urban, P. Schurtenberger. Aggregation and gel formation in biopolymer solutions, 2001, Progress in Colloid and Polymer Science, 118, 136-140.
- SUI-09 S.Li, L. Fu, J.M. Barbaree, Z.-Y. Cheng, Resonance behavior of magnetostrictive micro/milli-cantilever and its application as a biosensor, 2009, Sensors and Actuators B, 137, 692–699
- TAS-10 M. Tassieri, G.M. Gibson, R.M.L. Evans, A.M. Yao, R. Warren, M.J. Padgett, J.M. Cooper. Measuring storage and loss moduli using optical tweezers: Broadband microrheology, 2010, Physical Review E, 81, 026308-12.
- TOL-13 J. Toledo, T. Manzanque, J. Hernando-García, J. Vazquez, A. Ababneh, H. Seidel, M. Lapuerta, J. L. Sánchez-Rojas., Comparison of quartz tuning forks and AlN-based extensional microresonators for viscosity measurements in oil/fuel mixtures, 2013, Proc. SPIE 8763, Smart Sensors, Actuators, and MEMS VI, 87630L
- TRU-GAP Patent : TruGap™ system, Anton Paar : www.anton-paar.com
- VAL-96 M.T. Valentine, L.E. Dewalt, H.D. Ou-Yang. Forces on a colloidal particle in a polymer solution: a study using optical tweezers, 1996, Journal of Physics: Condensed Matter, 8, 9477–9482
- VAN-08 C. Vancura, I. Dufour, S.M. Heinrich, F. Josse, A. Hierlemann, Analysis of resonating microleviers operating in a viscous liquid environment, 2008, Sensors and Actuators A, 141, 43–51
- VOI-05 I. Voiculescu, Electrostatically Actuated Resonant Microlevier Beam in CMOS Technology for the Detection of Chemical Weapons, IEEE Sensors Journal, 2005, Vol. 5, No. 4
- WAI-05 T A Waigh, Microrheology of complex fluids, 2005, Reports on Progress in Physics, 68, 685–742
- WEB-1 fr.wikipedia.org/wiki/Taux_de_cisaillement
- WEB-2 www.ens.uqac.ca/chimie/Chimie_physique/Chapitres/chap_4.htm
- WEB-3 www.directindustry.fr
- WEB-4 www.gardco.com
- WEB-5 zone.ni.com/devzone/cda/ph/p/id/85,

Chapitre 1 : Etat de l'art

- WEB-6 www.hellopro.fr
- WEB-7 www.igt.com.sg/products/details/laray-viscometer,
- WEB-8 www.labomat.eu
- WEB-9 fr.wikipedia.org/wiki/Rhéomètre
- WEB-10 http://en.wikipedia.org/wiki/Laser_Doppler_vibrometer
- WEB-11 http://fr.wikipedia.org/wiki/Pont_de_Wheatstone
- WEB-12 <http://www.microvisk.com/>
- WEN-11 Y. Weng, F. F. Delgado, S. Son, T. P. Burg, S. C. Wasserman, S.R. Manalis, Mass sensors with mechanical traps for weighing single cells in different fluids, 2011, Lab on a Chip, 11, 4174
- WOO-00 J.W. Choi, C. H. Ahn, S. Bhansali, H.T. Henderson, A new magnetic bead-based, filterless bio-separator with planar electromagnet surfaces for integrated bio-detection systems, 2000, Sensors and Actuators B, Vol. 68, Issues 1–3, 25 34–39
- YAN-09 N. Yang, K.K. Ho Wong, J.R. de Bruyn, J.L. Hutter. Frequency-dependent viscoelasticity measurement by atomic force microscopy, 2009, Measurement Science and Technology, 20, 025703-11
- YAU-11 Po-Yau Ju, Chien-Hsiung Tsai, Lung-Ming Fu and Che-Hsin Lin, Microfluidic flow meter and viscometer utilizing flow-induced vibration on an optic fiber cantilever, 2011, Transducers'11, Beijing, China
- YON-07 Y. Zhao, S. Li, A. Davidson, B. Yang, Q.Wang, Q. Lin, A MEMS viscometric sensor for continuous glucose monitoring, 2007, Journal of Micromechanics and Microengineering, 17, 2528–2537
- YOU-11 M. Youssry, N. Belmiloud, B. Caillard, C. Ayela, C. Pellet, I. Dufour, A straightforward determination of fluid viscosity and density using microcantilevers: From experimental data to analytical expressions, 2011, Sensors and Actuators A, 172 40– 46
- ZIE-94 F. Ziemann, J. Rädler, E. Sackmann, Local measurements of viscoelastic moduli of entangled actin networks using an oscillating magnetic bead micro-rheometer, 1994, Biophysical Journal, 66, 2210-2216

Chapitre 2

MICRORHÉOMÈTRE SUR SILICIUM : AMÉLIORATIONS ET RÉSULTATS

Dans ce chapitre, dont le titre fait écho à celui de la thèse de Naser Belmiloud [BEL-08] puisqu'il s'inscrit dans sa continuité, l'environnement des mesures de microrhéométrie effectuées à l'aide de micropoutres est détaillé. Les micropoutres testées sont présentées. Ensuite le problème inverse qui consiste à exprimer les propriétés rhéologiques voulues en fonction du spectre de vibration d'une micropoutre est explicité. L'objectif est d'utiliser l'intégralité du spectre mécanique pour calculer, à chaque fréquence, le module de cisaillement complexe (G^*). Ainsi un spectre de rhéologie oscillatoire à haute-fréquence est obtenu. La méthode déjà existante [BEL-08] a été améliorée en termes de précision et de validité des résultats produits. L'influence de paramètres physiques du modèle a été étudiée ainsi que la robustesse et les avantages de la méthode. Bien que la méthode mette en jeu une calibration qui peut paraître compliquée, les résultats obtenus démontrent la faisabilité de la caractérisation de fluides complexes à l'aide de micropoutres en utilisant une méthode de calcul rapide.

1 MISE EN ŒUVRE DES MESURES

1.1 MICROPOUTRES EN SILICIUM UTILISÉES

Les micropoutres utilisées ont été conçues en collaboration avec le LAAS à Toulouse [WEB-1] dans le cadre d'un projet financé par l'agence nationale de la recherche (ANR) intitulé MicRhéo. L'optimisation de la géométrie des structures a été faite en simulation par Yang Qu durant son stage de master recherche [QU-09]. Les géométries choisies tentent de s'approcher au maximum des hypothèses théoriques du ruban infini définies au chapitre 1. Ainsi pour chaque géométrie, l'épaisseur h est au moins 5 fois plus petite que la largeur b , elle-même au moins 5 fois plus petite que la longueur L . De plus le choix des dimensions s'attache à couvrir une large gamme de fréquence de 1 à 100 kHz. Ainsi la poutre de géométrie notée « A », a été dimensionnée pour couvrir une large plage de viscosité et de fréquence ; la poutre « LH » a une géométrie permettant la caractérisation à basses fréquences de viscosités importantes ; la poutre « LL » doit caractériser

à faibles fréquences de faibles viscosités. A partir des critères géométriques choisis, le dessin des masques a été fait par Cédric Ayéla. La fabrication des structures assurée par Daysuke Saya a été faite au sein de la salle blanche du LAAS (procédé à 7 niveaux de masques). Elle combine une gravure DRIE (Deep Reactive Ion Etchnig) en face avant, et une autre gravure DRIE en face arrière pour libérer les structures. Une couche d'arrêt, la silice, permet de contrôler l'épaisseur des micropoutres fabriquées. Pour cela le procédé de fabrication utilise des wafers SOI. L'épaisseur de la couche de silicium superficielle, au-dessus de la couche de silice enterrée est fixée à $20\mu\text{m}$ ($\pm 0,5 \mu\text{m}$), ce qui fixe l'épaisseur des poutres. Les autres dimensions de la poutre diffèrent selon les trois géométries utilisées (A, LH, LH). Les géométries sont détaillées dans la Table 1.

Nom des géométries :	A	LL	LH
Longueur (μm)	500,0	2810	1440
Largeur (μm)	100,0	100,0	285,0
Epaisseur (μm)	20,00	20,00	20,00
Résonance dans l'air (kHz)	110,0	3,500	12,50

Table 1 - Dimensions des trois géométries de poutres fabriquées au LAAS à Toulouse.

Le procédé de fabrication complet n'est pas détaillé ici. Celui-ci n'a pas concerné les travaux de cette thèse. Cependant les microstructures conçues dans le cadre du projet ANR MicRhéo ont été caractérisées durant la thèse. Des photographies des structures sont présentées sur la Figure 1. Pour actionner ces micropoutres nous utilisons la piste d'actionnement représentée en rouge sur le schéma de la Figure 1-d. C'est un actionnement électromagnétique utilisant la force de Laplace apparaissant dans la piste qui fait le contour de la poutre, en présence d'un champ magnétique créé par un aimant permanent. La micropoutre est alors susceptible de se déplacer dans la direction hors-plan. Seule la section de la piste, en bout de poutre, perpendiculaire au champ B actionne la micropoutre hors-plan.

Le circuit représenté en bleu permet la mesure de piézorésistances (représentées en vert) positionnées à l'encastrement des poutres : les variations des résistances sont proportionnelles à l'amplitude des déplacements. Le circuit permet l'actionnement et la mesure d'une paire de micropoutres. En effet une poutre est libérée alors que l'autre de ne l'est pas (comme montré sur la Figure 1-a). Cette configuration permet une mesure différentielle par l'intermédiaire d'un

demi-pont de Wheatstone (aux bornes des trois plots bleus connectés) et permet de réduire le signal parasite dû à l'environnement de mesure (variation de température, couplage).

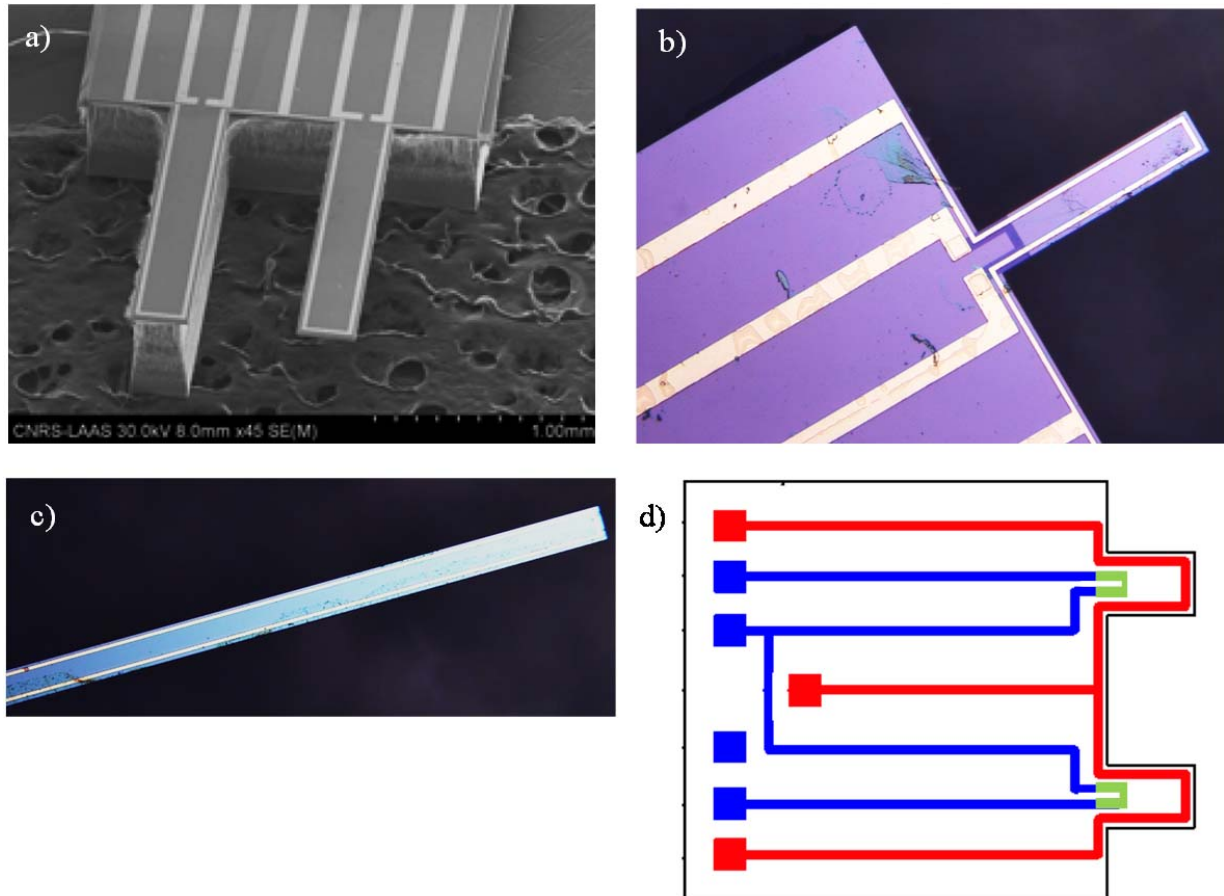


Figure 1 – a) Image de microscopie électronique à balayage d’une micropoutre de géométrie LH, b) Image de microscopie optique d’une micropoutre de géométrie A, c) Partie d’une poutre de géométrie LL, d) Schéma des micropuces comportant 2 poutres (1 libérée et l’autre non).

Avec cette configuration, les micropoutres fabriquées permettent deux types de caractérisation : une caractérisation optique possible sur toute structure vibrante suffisamment réfléchissante ; une caractérisation électronique intégrée grâce à la mesure du pont de jauges de contraintes piézorésistives. Ces caractérisations sont présentées dans la partie suivante.

1.2 CARACTERISATIONS

Différentes micropoutres (dont les géométries sont présentées Table 1) ont été immergées dans différents fluides pour caractérisation, toujours à une température ambiante contrôlée de 19 °C (plus ou moins 1°C). Des fluides newtoniens tels que l’eau déionisée et des huiles silicone de

différentes viscosités calibrées ont été caractérisées. Des fluides complexes ont également été utilisés. Il s'agit du bromure de cétyltriméthylammonium (CTAB) et du chlorure de cétypyridinium monohydraté (CPyCl). Ces deux fluides sont transparents, permettant des caractérisations optiques, et il est possible de faire varier leur concentration permettant une modulation de leurs propriétés viscoélastiques. Les différentes concentrations utilisées permettent également de reproduire des résultats de mesures obtenus par certains auteurs dans des études de microrhéologie. Les concentrations utilisées pour les fluides complexes ainsi que les résultats issus de la littérature (utilisés comme référence dans la section 3.4 de ce chapitre), sont détaillés dans la Table 2.

Appellation	Préparation	Caractérisation de référence
CTAB	100 mM de CTAB à 99% pur + 40 mM de NaSal	[GAL-08]
CPyCl	112 mM de CPyCl + 58 mM de NaSal + 0,5 mM de NaCl	[BUC-05]

Table 2 – Préparation/Concentration des différents fluides complexes utilisés dans ce chapitre.

Les modes de vibration des micropoutres ont été caractérisés en milieu liquide ou gazeux. La partie suivante détaille la caractérisation optique, plébiscitée dans ce chapitre.

1.2.1 *Caractérisations optiques*

La caractérisation optique des modes de vibration de micropoutres dans différents milieux a été réalisée avec un vibromètre laser. Il s'agit du Micro-System Analyzer MSA-500 de Polytec. Cet appareil est capable de mesurer l'amplitude et la phase d'un déplacement dynamique hors plan avec une résolution de l'ordre du picomètre sur une gamme de fréquence de 1 Hz à 2 MHz. Nous l'avons utilisé jusqu'à la centaine de kiloHertz. L'environnement de la mesure permettant l'obtention d'un spectre mécanique est illustré sur la Figure 2.

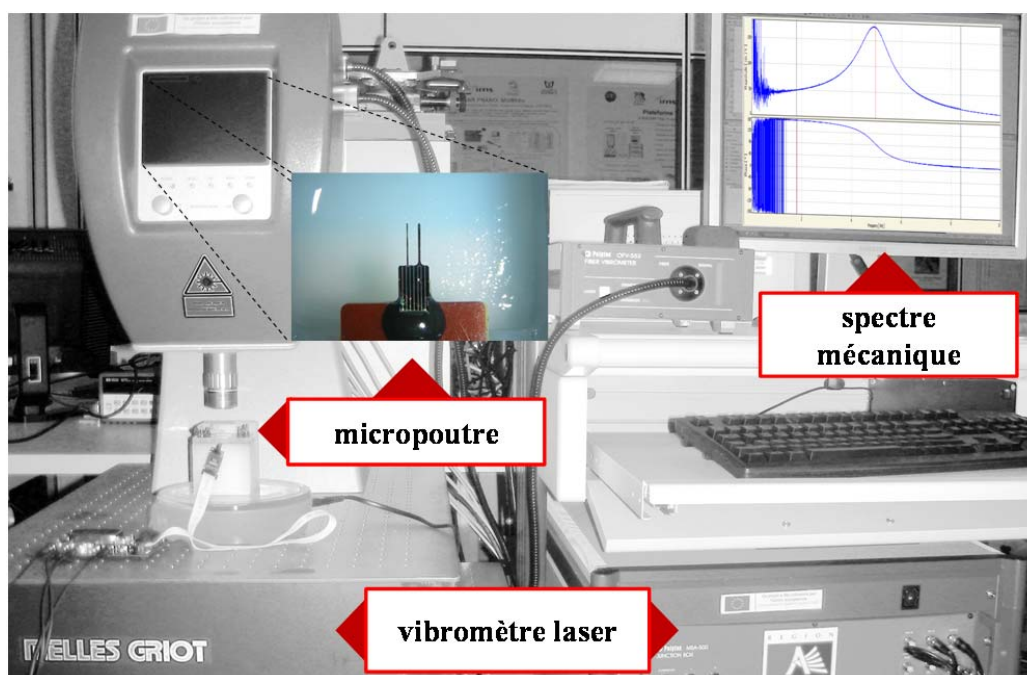


Figure 2 – Environnement de la mesure d’une micropoutre sous le vibromètre laser Polytec.

Les spectres mesurés au vibromètre, dans l’air puis dans l’eau et dans du Polyacrylamide (PAM)¹, avec les trois géométries de poutre sont présentés dans la Figure 3. Pour ces mesures les poutres ont été alimentées avec une tension de 0,1 V en utilisant un signal non sinusoïdal riche en fréquence (« Periodic Chirp », voir notice du MSA-500 [WEB-2]). La tension efficace appliquée à chaque fréquence est donc bien plus faible, de l’ordre de 100 μ V. L’énergie dissipée durant l’intervalle de temps de la mesure est donc très faible et nous permet en utilisant ce mode de signal de négliger la dissipation thermique susceptible de modifier la température du milieu sondé².

Une cellule de mesure³ a été spécialement conçue au cours de la thèse pour les mesures avec les micropoutres en milieu liquide. Un circuit magnétique de fer doux associé à des aimants permanents en néodyme assure un champ maximal et uniforme de 20 mT à l’emplacement de la micropoutre.

¹ Solution de PAM préparée comme suit : 100 mM de PAM + 10 mM de NaCl

² L’effet de l’échauffement du liquide dû à l’actionnement de la micropoutre a été caractérisé dans l’eau. Le résultat est présenté en annexe : Figure 1, page 176. Sans courant dans les piézorésistances et avec la tension d’actionnement choisie (0,1V), l’échauffement du liquide dû à l’actionnement peut être négligé sur une période de temps courte (plusieurs minutes).

³ La cellule de mesure correspondant à la description faite ici est montrée en annexe : Figure 2, page 177.

En utilisant cette configuration de mesure, de très faibles amplitudes de vibration doivent être appliquées par la micropoutre sur le fluide de façon à ne pas déstructurer le fluide étudié lorsqu'il est viscoélastique. En effet pour effectuer une caractérisation oscillatoire, on doit s'assurer que les amplitudes appliquées sont suffisamment petites pour rester dans le domaine linéaire de viscoélasticité (cf. chapitre 1, partie 1.2). Ceci a été vérifié au cours de la thèse [YOU-12] : les amplitudes appliquées sont trop faibles pour déstructurer les fluides complexes caractérisés dans ces travaux.

Sur la Figure 3, on observe que le passage du milieu gazeux au milieu liquide provoque un décalage significatif de la fréquence de résonance. En passant d'un liquide à l'autre ce décalage est nettement moindre ; en revanche une forte différence de facteur de qualité peut être constatée. Ce mode de caractérisation a l'avantage de mesurer directement la réponse mécanique de la micropoutre immergée à chaque fréquence. Les spectres obtenus en milieu liquide pourraient donc directement être utilisés pour calculer les propriétés rhéologiques à chaque fréquence de mesure. Néanmoins, la plage de fréquence exploitable serait de toute manière limitée par les conditions expérimentales : en effet un bruit important à basse fréquence empêche l'exploitation des résultats sur le premier dixième de bande de fréquence caractérisée (0.5-5 kHz pour LL, 2-20 kHz pour LH, 10-100 kHz pour A). La limite haute des bandes de fréquences exploitables sera discutée dans la partie 3 de ce chapitre.

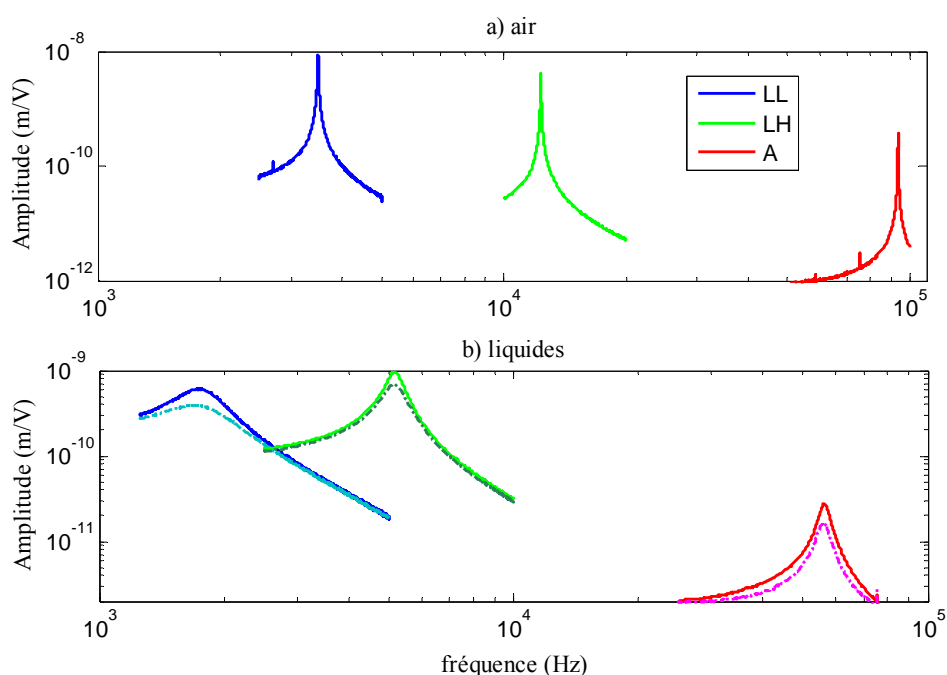


Figure 3 – a) Mesure du 1^{er} mode de vibration hors-plan pour des micropoutres de géométrie LL, LH et A dans l’air ; b) Mesure des mêmes 1^{ers} modes de vibration de ces géométries respectivement dans l’eau déionisée (ligne pleine) et dans le PAM 1000 ppm (ligne tiret-pointillé).

1.2.2 Caractérisations électriques

La caractérisation électrique est réalisée en utilisant les piézorésistances intégrées à l’encastrement des micropoutres fabriquées. L’utilisation des jauges de contraintes piézorésistives permet (voir chapitre 1, section 2.2.4) de caractériser la contrainte proportionnelle au déplacement hors-plan des micropoutres. Une carte électronique dédiée est utilisée pour la mesure électrique du demi-pont de piézorésistances positionné à l’encastrement des micropoutres. Le schéma récapitulatif de la mesure électronique est détaillé dans la Figure 4. La carte d’amplification conçue et fabriquée au LAAS [WEB-1], par Fabrice Mathieu, utilise un miroir de courant configurable pour l’alimentation des piézorésistances et permet l’amplification électrique du signal des piézorésistances. La caractérisation d’un spectre électrique du système se fait grâce à une détection synchrone⁴ qui permet d’obtenir expérimentalement le diagramme de Bode d’un système de type fonction de transfert, mesuré entre le signal de mesure (en bleu sur la Figure 4) et le signal d’actionnement (en rouge sur la Figure 4). La tension de sortie envoyée par

⁴ Pour plus de détails sur le fonctionnement de la détection synchrone, voir [BUR-05]

la détection synchrone est directement connectée à la piste d'actionnement, le signal de mesure est connecté à la carte électronique amplifiant la réponse du demi-pont de piézorésistances.

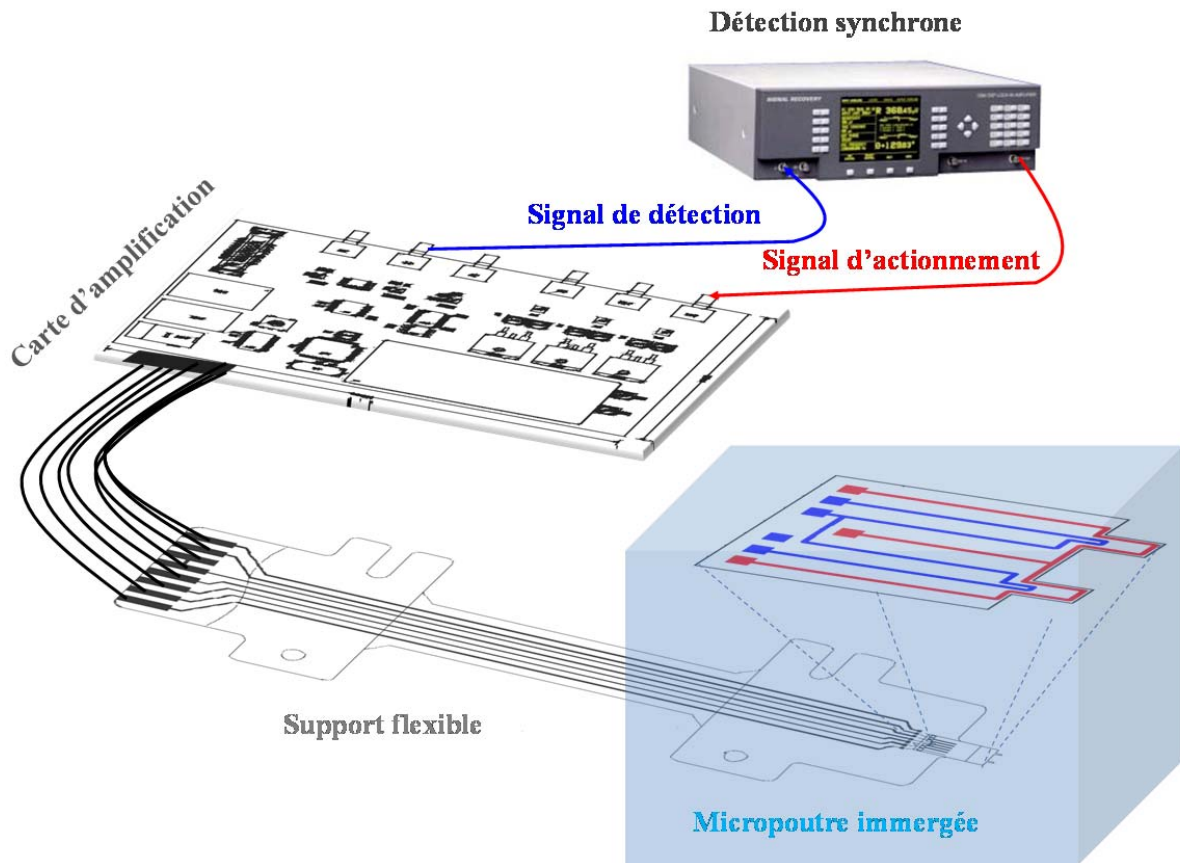


Figure 4 – Système électronique d'actionnement électromagnétique et de mesure des vibrations des micropoutres par piézorésistances.

Ce type de mesures intégrées que nous appellerons simplement mesures électriques (par opposition aux mesures optiques) peut être fait sans aucun visuel sur la micropoutre. C'est le principal avantage de cette mesure pouvant théoriquement s'appliquer à tout types de fluides transparents ou opaques. Des mesures ont été faites notamment dans l'air et dans l'eau avec une micropoutre de géométrie LH. L'amplitude du signal électrique mesuré à chaque fréquence dans l'air puis dans l'eau est présentée sur la Figure 5. La tension d'actionnement a été fixée à 0,5 V à chaque fréquence. La puissance d'actionnement de la micropoutre est donc bien supérieure à

celle utilisée pour la détection au vibromètre⁵. Le courant de détection passant dans chaque piézorésistance est de 700 μ A.

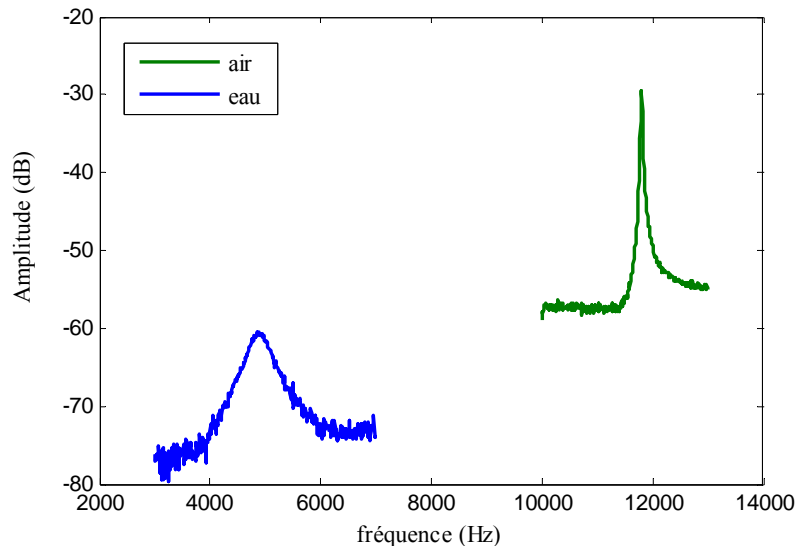


Figure 5 – Mesures électriques en dB⁶ d'une micropoutre de géométrie LH dans l'air et dans l'eau déionisée à l'aide d'une détection synchrone.

Les spectres obtenus dans l'air comme dans l'eau présentent (1) un fort bruit, (2) une distorsion par rapport au spectre mécanique des micropoutres, (3) une ligne de base incohérente comparativement aux spectres mécaniques des poutres mesurés au vibromètre (Figure 3). En fait l'existence d'un fort couplage électrique a pour conséquence que le spectre mesuré électriquement n'est pas une image parfaite du système mécanique. Le signal électrique mesuré ne dépend pas uniquement de la variation de contrainte mécanique due à la vibration de la micropoutre. Une inductance et une capacité de couplage qui varient avec le milieu caractérisé s'ajoutent au signal de mesure. Tout le spectre obtenu est ainsi dépendant aussi bien d'un couplage électrique, variable de surcroît, que des propriétés mécaniques de la micropoutre. L'étude du couplage, les solutions éventuelles d'exploitation des résultats, ainsi que d'autres alternatives seront évaluées au chapitre 4. Cependant pour l'application qui concerne ce chapitre, le couplage électrique vient perturber à chaque fréquence la caractérisation mécanique qui doit

⁵ Pour la caractérisation de fluides complexes, la tension appliquée de 0,5V à chaque fréquence peut poser problème pour le respect du domaine linéaire de viscoélasticité, voir [YOU-12]

⁶ La mesure en dB est fonction du rapport de la tension mesuré [V] sur une tension de référence [V]. Cette tension de référence vaut 1V pour toute les mesures présentées en dB dans ce manuscrit.

être faite. La prise en compte de ce couplage (qui contient en partie des informations sur le fluide étudié) complexifierait de manière substantielle le problème à résoudre : à partir du déplacement hors-plan de la micropoutre à chaque fréquence on veut calculer le module de cisaillement complexe, également à chaque fréquence. L'utilisation du vibromètre laser a été retenue pour ce problème supposant ainsi que la mesure faite caractérise, à chaque fréquence et sans artefact, le système mécanique micropoutre-fluide (à l'exception du bruit important à basse fréquence mentionné dans la partie 1.2.1 de ce chapitre).

La résolution de ce problème, dit « inverse » est d'ailleurs l'objet de la partie suivante.

2 PROBLÈME INVERSE

La solution (Eq.24-1) de l'équation différentielle de la poutre (Euler-Bernoulli, Eq.22-1) fournit une expression exacte du déplacement w en fonction de A . Cette expression est mathématiquement irréversible : le terme A (Eq.25-1), contenant les propriétés rhéologiques du fluide, ne peut être exprimé analytiquement sans approximations en fonction du déplacement w .

Il est tout de même possible de passer outre cette irréversibilité analytique : on parle de résolution de problème inverse [AST-12]. Pour cela, les mathématiciens utilisent différentes méthodes, qui ne seront pas détaillées de manière exhaustive.

Dans cette partie, nous allons présenter deux méthodes essayées dans le cadre de nos travaux.

2.1 MÉTHODE NUMÉRIQUE : MONTE-CARLO

Dans un premier temps, une méthode simple conceptuellement, utilisant massivement et de manière peu optimisée le calcul numérique, a été envisagée. Cette méthode repose sur le fait que l'équation Eq.24-1 permet de simuler un spectre mécanique de micropoutre pour des propriétés du système poutre-fluide fixées, c'est-à-dire en considérant comme connus des paramètres tels que la masse linéique, le module d'Young et les dimensions de la micropoutre ainsi que les paramètres g_1 et g_2 ou G' et G'' du fluide.

La méthode proposée est schématisée sur la Figure 6. La supposition des propriétés viscoélastiques (G' et G'') peut être faite de manière aléatoire dans un intervalle de confiance

précis ; on parle alors de méthode de Monte-Carlo [MET-49, HAM-64]. Une fois G' et G'' tirés au sort (on associera ce tirage à un « scénario » de simulation), on peut calculer le déplacement complexe de la poutre w (comme décrit sur la Figure 6). On compare alors ce déplacement complexe calculé (le « spectre simulé ») au spectre expérimental en soustrayant les gains et/ou les phases (en pratique on utilise la méthode des moindres carrés). On obtient alors une « distance » entre le scénario simulé et la mesure. Ensuite on réitère tout le processus jusqu'à obtenir une distance suffisamment faible (à notre appréciation) entre simulation et expérience. Lorsque cette condition est réalisée, on considère que la résolution du problème dit « inverse » est obtenue. Les propriétés viscoélastiques (G' et G'') du liquide mesuré sont celles correspondant au dernier jeu de paramètres (G' et G'') tirés au sort ayant satisfait la condition d'arrêt.

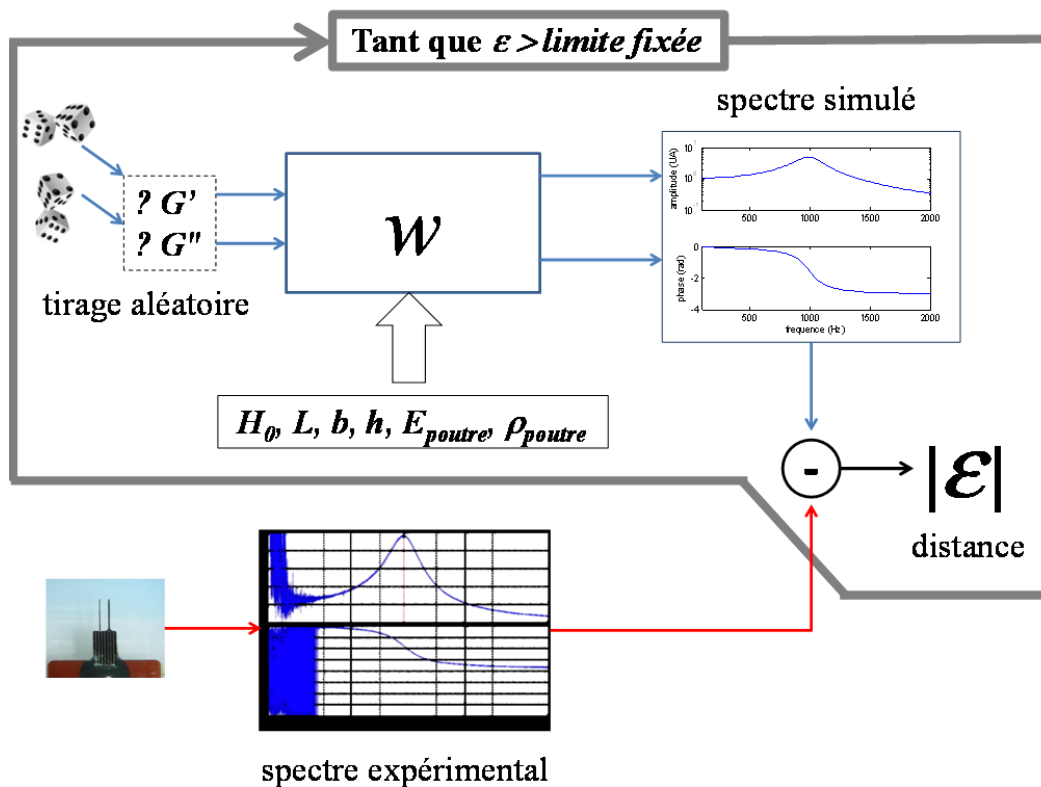


Figure 6 – Méthode itérative de type Monte-Carlo proposée pour la résolution du problème inverse.

Cette méthode a été appliquée pour chercher la viscosité d'un fluide newtonien. Le spectre expérimental de vibration d'une micropoutre de géométrie LH a été mesuré dans de l'huile silicone de viscosité 10 cP connue (cette huile a été mesurée par ailleurs au rhéomètre et a une viscosité de 10,2 cP à 19°C). Les spectres simulés ont été obtenus en fixant les propriétés de la

poutre aux valeurs nominales⁷, en fixant G' à 0 (fluide newtonien) et en faisant des tirages au sort uniquement sur la viscosité η (dans ce cas la masse volumique est fixée), dans un intervalle de confiance de 4 à 25 cP (sachant que $G''=\eta\omega$), correspondant à une évaluation visuelle de la viscosité. Une série de tirages au sort s'arrête lorsque la distance entre le spectre expérimental et le spectre simulé tiré au sort est inférieure à une distance limite e_0 que l'on s'est fixée. Le résultat d'une des meilleures simulations est décrit sur la Figure 7. La valeur trouvée par l'algorithme en moins de 140 tirages (correspondant à environ 140 secondes avec le logiciel utilisé) est de 9,48 cP soit une erreur de 7% par rapport à la viscosité connue (10,2 cP). On constate également que l'algorithme a écarté certains tirages au sort donnant une valeur correcte.

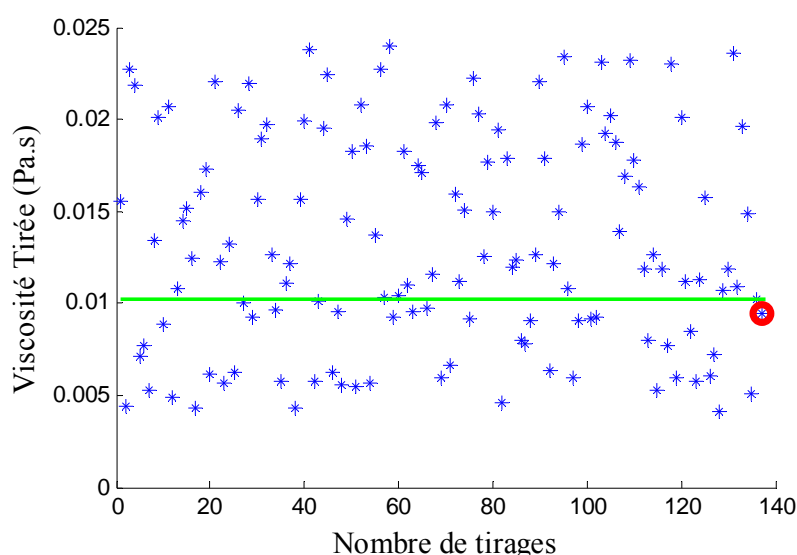


Figure 7 – (*) Tirages aléatoires de différentes valeurs de viscosité dans l'intervalle de confiance 4-25 cP ; (-) Valeur de viscosité recherchée : 10,2 cP ; (o) Valeur finale trouvée après avoir satisfait le critère de distance : 9,48 cP

En fait, quelles que soient le scénario et la distance limite choisie, cette méthode ne permet pas de descendre en-dessous de 7% d'erreur environ, que le résultat soit obtenu en 60 ou 2000 tirages. Certains paramètres du modèle ou des hypothèses simplificatrices sont nécessairement à l'origine de cet écart. Nous reviendrons notamment dans la partie 3.1 de ce chapitre sur l'influence très marquée des paramètres mécanique concernant les micropoutres.

⁷ Les valeurs nominales des paramètres physiques de la micropoutre sont soit issu de la littérature (propriétés physiques du silicium pour E_{poutre} et ρ_{poutre}), soit fixé par nous (dimensions L , b , h ou gain statique H_0).

Quoiqu'il en soit, le calcul prend plus d'une minute, pour un seul paramètre indépendant de la fréquence. Or la problématique concerne aussi les fluides non-newtoniens, ayant une viscosité variable avec la fréquence. Pour limiter le nombre de paramètre une possibilité serait d'estimer linéairement G' et G'' autour de la fréquence de résonance de la poutre immergée (Eq.1-2).

$$\begin{aligned} G' &= \alpha' f + \beta' \\ G'' &= \alpha'' f + \beta'' \end{aligned} \quad (\text{Eq.1-2})$$

Les quatre paramètres α' , β' , α'' , β'' sont constants. Cependant comme on suppose que l'on ne connaît pas le fluide *a priori*, les intervalles de recherche seront grands, la détermination de quatre paramètres aléatoires dans ces intervalles posera alors un problème de temps de calcul (typiquement de l'ordre de 60 milliard de tirages pour une faible résolution sur α' , β' , α'' , β''). De plus le problème de l'incertitude sur les paramètres mécaniques des poutres n'est pas résolu. Donc une résolution numérique pure du problème inverse ne peut être envisagée que pour des cas simples. La nécessité de l'utilisation d'optimisations analytiques s'impose. De ce fait, la partie suivante propose une méthode analytique de calcul inverse à chaque fréquence pour le temps de calcul d'un seul tirage (soit une seconde) !

2.2 **MÉTHODE ANALYTIQUE : AMÉLIORATION DE LA FONCTION DE DÉPLACEMENT INVERSE**

Au chapitre 1, dans la partie 3.1, la possibilité de déterminer à fréquence unique, les propriétés rhéologiques d'un fluide (c'est-à-dire G' et G'') à partir du spectre de déplacement $w(\omega)$ d'une micropoutre a été démontrée (via g_1 et g_2 , via le terme A contenu dans Eq.24-1). Dans la partie 2.1 du présent chapitre, une méthode de détermination a été présentée dans le cas des fluides newtoniens ($G'=0$ et viscosité constante) par des simulations Monte-Carlo.

Dans la présente partie, une autre méthode est présentée pour obtenir G' et G'' sur une gamme de fréquence. Il s'agit de poursuivre le travail de simplification analytique entamé dans la partie 3.2 du chapitre 1 dans lequel (ainsi que dans [BEL-08]), la solution analytique (Eq.24-1) de l'équation différentielle (Eq.22-1) a été approchée par une fonction de transfert du second ordre.

Ici nous allons considérer cette approximation comme un développement en série de Taylor, qu'il suffira de déterminer à un ordre plus élevé :

$$H(f) = \frac{w}{F_0} \approx \frac{H_0}{1 - \left(1 + \frac{g_2(f)}{m_L}\right) \left(\frac{f}{f_{0,vide}}\right)^2 + j \frac{g_1(f)f}{m_L f_{0,vide}^2}} \quad \text{et} \quad H(f) = \frac{w}{F_0} \approx H_0 \frac{\sum_0^{n_{\max}} r_n Z^n}{\sum_0^{m_{\max}} q_m Z^m} \quad (\text{Eq.2-2})$$

La partie gauche de l'Eq.2-2 est écrite comme une approximation par un filtre passe-bas du second-ordre. La partie droite de l'Eq.2-2 revient à la considérer comme un développement en série de Taylor en fonction du terme sans dimension $Z=(AL)^4$ autour de 0, dans lequel le numérateur est développé à l'ordre n et le dénominateur à l'ordre m . Les coefficients des polynômes du quotient sont notés respectivement r_n pour le numérateur et q_m pour le dénominateur.

L'approximation par un filtre passe-bas du second-ordre ne donnant de résultats approchés qu'à la fréquence de résonance, nous avons cherché à augmenter l'ordre des développements de Taylor. Des exemples de modules de développements de Taylor d'ordres croissants de la fonction de déplacement w en fonction de Z sont montrés sur la Figure 8. Ils illustrent l'amélioration de précision recherchée par l'utilisation d'ordres supérieurs aussi bien sur une large gamme de fréquence (Figure 8-a) que proche de la fréquence de résonance (Figure 8-b).

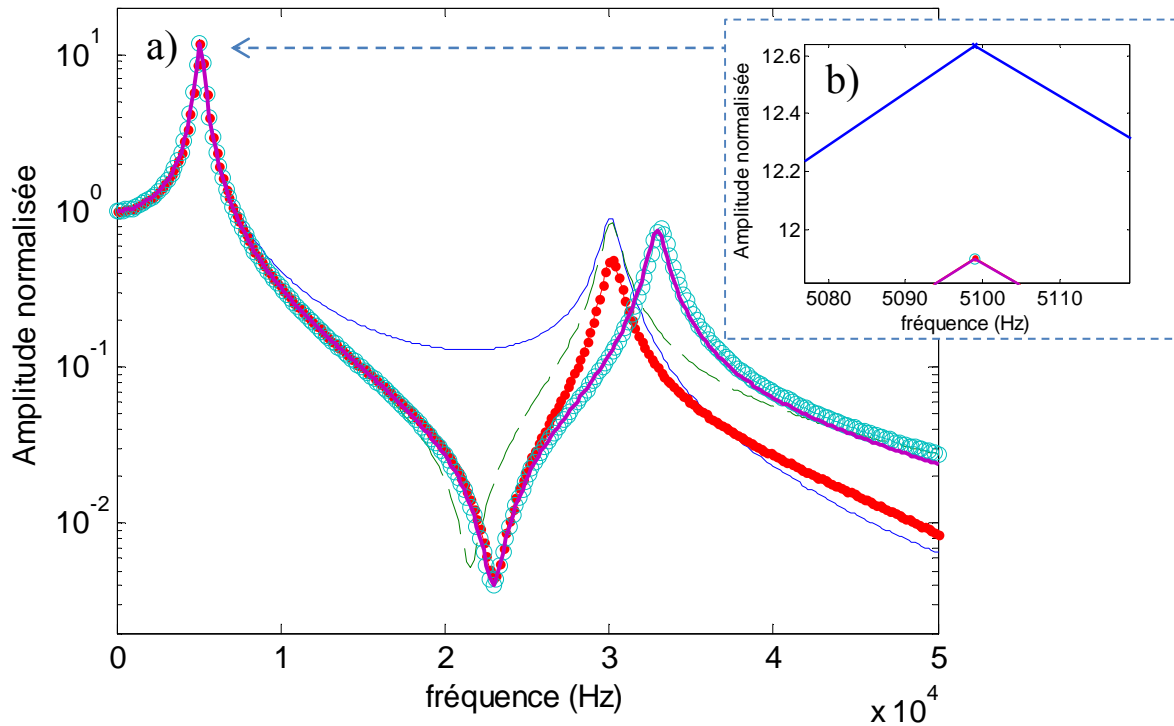


Figure 8 – a) Approximations et b) zoom autour du premier mode ; de l'amplitude de la fonction de transfert (Eq.22-1) pour une poutre LH avec un ordre du numérateur et du dénominateur respectivement égal à 0 et 2 (bleu), 1 et 2 (en pointillés verts), 2 et 2 (points rouges), 3 et 3 (points bleu clair), qui correspondent à des développements de Taylor d'ordre croissants. La courbe de référence correspondant au déplacement de la poutre w (Eq.22-1) est représentée en violet. On y voit les deux premiers modes de résonance et le premier mode d'anti-résonance.

Un développement d'ordre optimum a été recherché de manière à conserver à la fois une possibilité d'inverser le problème, de telle sorte que Z (ou A , ou g_1 et g_2 , ou G' et G'') puisse être exprimé analytiquement en fonction de H , et d'obtenir une grande précision sur cette inversion. Pour satisfaire ce compromis, l'ordre du développement de Taylor a été fixé à trois, aussi bien pour le dénominateur que pour le numérateur. La nouvelle équation approchée du déplacement de la poutre est donc une fonction de transfert ayant un numérateur et un dénominateur d'ordre égal à 3.

$$\frac{H}{H_0} = \frac{k_0 w(L, \omega)}{F_{exc}} = \frac{k_0}{A^3 EI} \frac{\sinh(AL) \cos(AL) - \cosh(AL) \sin(AL)}{1 + \cosh(AL) \cos(AL)} \approx \frac{\frac{Z^3}{2554051500} - \frac{Z^2}{311850} + \frac{2Z}{315} - \frac{4}{3}}{-\frac{Z^3}{37424200} + \frac{Z^2}{1260} - \frac{Z}{3} + 4} \quad (\text{Eq.3-2})$$

Cette équation est un polynôme du troisième ordre en Z avec H/H_0 comme paramètre (H_0 est la valeur statique de H). Ce quotient polynomial a l'avantage d'être réversible. Trois solutions (Z_1 , Z_2 , Z_3) de l'équation (Eq.3-2) sont obtenues en utilisant un solveur mathématique commercial. Ces solutions non triviales sont présentées dans les équations Eq.4-2 à Eq.13-2.

$$\frac{H}{H_0} - \frac{\frac{Z^3}{2554051500} - \frac{Z^2}{311850} + \frac{2Z}{315} - \frac{4}{3}}{-\frac{Z^3}{37424200} + \frac{Z^2}{1260} - \frac{Z}{3} + 4} = 0 \quad (\text{Eq.4-2})$$

$$Z_1 = V_1 - \frac{\frac{U_2}{3U_1} - \frac{T_2^2}{9U_1^2}}{V_1} + \frac{T_2}{3U_1} \quad (\text{Eq.5-2})$$

$$Z_2 = \frac{\frac{U_2}{3U_1} - \frac{T_2^2}{9U_1^2}}{2V_1} - \frac{1}{2}V_1 + \frac{T_2}{3U_1} + \frac{\sqrt{3}}{2}i \left(\frac{\frac{U_2}{3U_1} - \frac{T_2^2}{9U_1^2}}{V_1} + V_1 \right) \quad (\text{Eq.6-2})$$

$$Z_3 = \frac{\frac{U_2}{3U_1} - \frac{T_2^2}{9U_1^2}}{2V_1} - \frac{1}{2}V_1 + \frac{T_2}{3U_1} - \frac{\sqrt{3}}{2}i \left(\frac{\frac{U_2}{3U_1} - \frac{T_2^2}{9U_1^2}}{V_1} + V_1 \right) \quad (\text{Eq.7-2})$$

Avec les termes :

$$T_1 = 4 \frac{H}{H_0} + \frac{4}{3} \quad (\text{Eq.8-2})$$

$$T_2 = \frac{H}{H_0} \frac{1}{n_3} + \frac{1}{n_4} \quad (\text{Eq.9-2})$$

$$U_1 = \frac{H}{H_0} \frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2} \quad (\text{Eq.10-2})$$

$$U_2 = \frac{H}{H_0} \frac{1}{3} + \frac{2}{n_5} \quad (\text{Eq.11-2})$$

$$V_1 = \left(\frac{T_1}{2U_1} + \frac{T_2^3}{27U_1^3} + \left(\left(\frac{T_1}{2U_1} + \frac{T_2^3}{27U_1^3} - \frac{U_2 T_2}{6U_1^2} \right)^2 + \left(\frac{U_2}{3U_1} - \frac{T_2^2}{9U_1^2} \right)^3 \right)^{\frac{1}{2}} - \frac{U_2 T_2}{6U_1^2} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (\text{Eq.12-2})$$

Où les paramètres n_i ont pour valeurs :

$$n_1 = 3\,742\,200 ; n_2 = 2\,554\,051\,500 ; n_3 = 1260 ; n_4 = 311\,850 ; n_5 = 315 \quad (\text{Eq.13-2})$$

Chacune des trois solutions correspond à une solution physique sur différentes gammes de fréquences. A titre d'illustration, la Figure 9 montre g_1 et g_2 obtenus avec chacune des solutions Z_1 , Z_2 et Z_3 . Ces résultats sont obtenus après avoir généré des données *de simulation* à l'aide du modèle décrit dans la partie 3.1 du chapitre 1, en supposant un comportement de fluide complexe et un levier spécifique simulé dont les fréquences de résonance du premier et du second mode sont égales à f_0 et f_1 .

Pour les résultats montrés sur la Figure 9, on peut observer que la solution Z_3 est valable sur toute la plage de fréquence allant de quelques Hertz jusqu'à 10 kHz. Ensuite, entre f_0 et f_1 les solutions sont valides par parties suivant la gamme de fréquence considérée. En combinant toutes les solutions le comportement hydrodynamique peut être calculé ici jusqu'à 30 kHz avec ces données *de simulation*, c'est-à-dire jusqu'au deuxième mode de résonance f_1 .

L'augmentation de l'ordre du numérateur et du dénominateur du développement de Taylor permet d'améliorer le calcul des propriétés hydrodynamiques g_1 et g_2 sur une très large plage de fréquence, jusqu'au deuxième mode de vibration hors-plan de la micropoutre. Ces comparaisons en termes d'amélioration de la précision par rapport au calcul inverse initial provenant de la fonction de transfert du second ordre (cf. Eq.2-2) seront présentées dans la partie suivante.

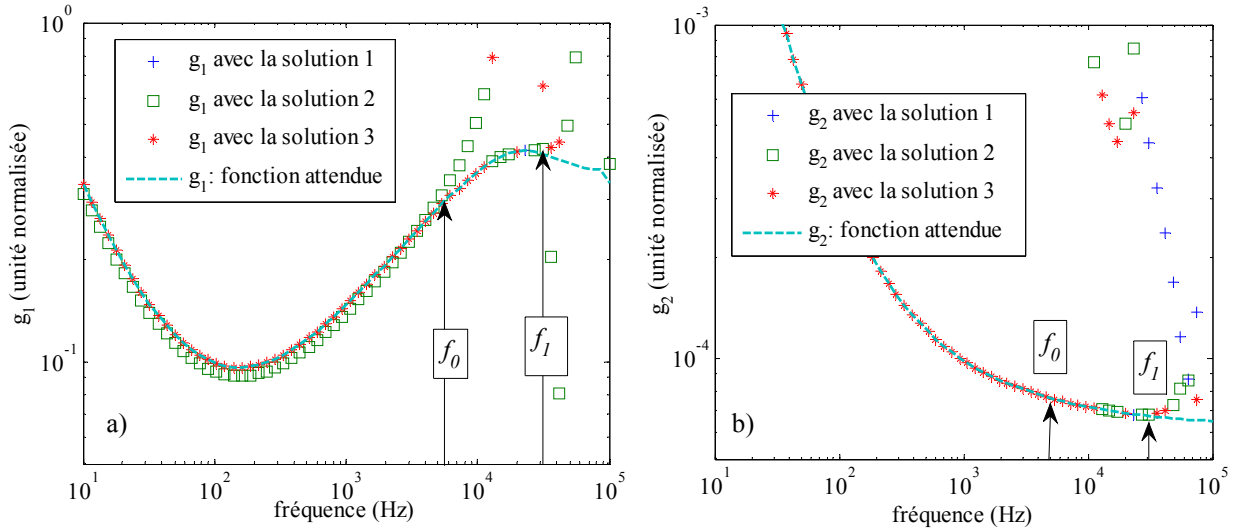


Figure 9 – a) Partie dissipative g_1 et b) inertielle g_2 , de la fonction hydrodynamique, respectivement calculées à partir des trois solutions inverses (Z_1 : +, Z_2 : □, Z_3 : *) ; la fonction attendue utilisée pour générer les données de simulation est tracée en tiret bleu clair.

Une autre astuce mathématique (uniquement valide pour les développements en série) permet d'améliorer la précision du calcul inverse de g_1 et g_2 . Elle repose sur le fait que l'Eq. 2-2 peut s'écrire, pour des développements d'ordre infinis :

$$\sum_{p=0}^{\infty} (r_n - q_n H_{norm}) Z^p = 0 \quad (\text{Eq.15-2})$$

Dans cette équation (Eq.15-2) on appelle H_{norm} le déplacement normalisé égal à H/H_0 . En considérant que $\alpha_n = (r_n - q_n H_{norm})$, l'équation (Eq.15-2) devient, pour $p_{max}=3$:

$$\alpha_0 + \alpha_1 Z_{1|2|3} + \alpha_2 Z_{1|2|3}^2 + \alpha_3 Z_{1|2|3}^3 = 0 \quad (\text{Eq.16-2})$$

Ici $Z_{1|2|3}$ correspond à la solution Z_1 ou Z_2 ou Z_3 calculée dans les équations Eq.5-2 à Eq.13-2. En revanche, ces trois solutions n'annulent pas l'Eq.15-2 pour $p_{max} > 3$. Dans ce cas, une erreur associée à chaque solution apparaît. Cette erreur, notée Δ , peut être incluse dans l'expression de l'équation (Eq.15-2) afin d'obtenir une équation strictement équivalente :

$$\alpha_0 + \alpha_1 (Z_{1|2|3} + \Delta) + \alpha_2 (Z_{1|2|3} + \Delta)^2 + \alpha_3 (Z_{1|2|3} + \Delta)^3 + \dots + \alpha_{p_{max}} (Z_{1|2|3} + \Delta)^{p_{max}} = 0 \quad (\text{Eq.17-2})$$

$Z_{1|2|3}$ et α_i sont connus pour tout p_{\max} : ils ne dépendent que des résultats de mesures et des développements en série de Taylor des numérateurs et dénominateurs de Eq.24-1. La soustraction des équations (Eq.17-2) et (Eq.16-2) est donc un polynôme d'ordre p_{\max} en Δ . On fait alors les trois constatations suivantes issues des propriétés des développements de Taylor : (i) les termes $\alpha_k(Z_{1|2|3} + \Delta)^k$ sont, à une fréquence donnée, d'importance décroissante lorsque k augmente ; (ii) pour p_{\max} tendant vers l'infini, Δ est l'erreur entre la solution exacte et la solution approximée par Z ; (iii) Δ est une fonction croissante de la fréquence, qui tend vers 0 lorsque la fréquence tend vers 0. De (i) et (ii), on déduit qu'à partir d'une certaine valeur de p_{\max} , Δ devient une très bonne approximation de l'erreur ; de (i) et (iii), on tire qu'en-deçà d'une certaine fréquence les termes d'ordre supérieur du polynôme sont négligeables.

L'astuce présentée ici repose sur la constatation que si l'on arrête l'ordre de l'équation (Eq.17-2) à $p_{\max} = 5$, et que l'on ne garde que les termes du polynôme d'ordre inférieur ou égal à 2, la soustraction de (Eq.17-2) et (Eq.16-2) s'écrit alors :

$$\alpha_5 Z_{1|2|3}^5 + \alpha_4 Z_{1|2|3}^4 + \Delta \left(\sum_{k=0}^4 (k+1) \alpha_{k+1} Z_{1|2|3}^k \right) + \Delta^2 (\alpha_2 + 3\alpha_3 Z_{1|2|3}^1 + 6\alpha_4 Z_{1|2|3}^2 + 10\alpha_5 Z_{1|2|3}^3) = 0 \quad (\text{Eq.18-2})$$

Cela permet de déterminer analytiquement et simplement un Δ qui, ajouté à la solution $Z_{1|2|3}$, améliore la précision de la résolution de Eq. 15-2 en élargissant la gamme de fréquence de validité de cette solution. En effet, l'Eq.18-2 un polynôme du second degré qui possède deux solutions pour la variable Δ . Nous appellerons ces solutions $\Delta_{2,1}$ et $\Delta_{2,2}$ (en ne gardant que les termes du polynôme d'ordre strictement inférieur à 2, on peut également obtenir une solution Δ_1 , qui s'avère physiquement pertinente).

Le test de l'utilisation de $Z_{1|2|3}$ a été fait (comme montré sur la Figure 9). Ces solutions apportent un gain de précision y compris autour du premier mode de résonance. L'utilisation du terme Δ apporte une précision supplémentaire. Nous allons désormais évaluer les avantages de l'introduction de l'ordre 3 dans le développement de Taylor par rapport à [BEL-08] et l'intérêt de l'introduction du terme Δ .

2.3 AVANTAGES ET PRÉCISION THÉORIQUE DE LA MÉTHODE ANALYTIQUE

Le principe de la méthode permettant d'effectuer cette vérification est résumé dans la Figure 10. Tout d'abord on invente un liquide ayant des propriétés rhéologiques de notre choix (c'est-à-dire qu'on lui suppose une masse volumique ainsi que des fonctions $G'(f)$ et $G''(f)$) ; ensuite en rajoutant les paramètres de la poutre on crée par simulation un spectre de mesures ; enfin on recalcule G' et G'' à partir du spectre simulé en utilisant (1) les solutions inverses initialement développées par Naser Belmiloud [BEL-08], utilisant la fonction de transfert du second ordre (Eq.2-2) ; (2) les solutions Z_2 ou Z_3 calculée dans la partie précédente ; (3) l'addition des termes d'erreur $\Delta_{v,k}$ correspondant aux différentes solutions.

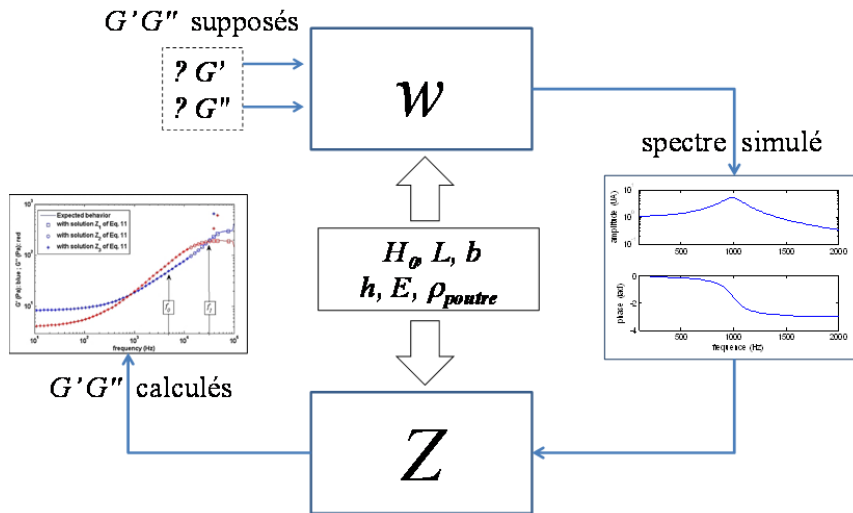


Figure 10 – Principe de la méthode de vérification du calcul inverse de G' et G'' à partir du module et de la phase du déplacement hors-plan simulés d'une micropoutre dans un milieu liquide.

Les résultats de cette vérification sont présentés ici pour la poutre LH ($1440 \times 285 \times 20 \mu m^3$) et pour deux fluides fictifs. Le premier ressemble à l'eau, fluide newtonien ayant une viscosité de 1cP, l'autre ressemble à un fluide complexe de type « polymère en solution ». Ce dernier correspond à des données extraites de la littérature, mesurées par Buchanan *et al.* pour une solution de CTAB (concentration : 4% massique) [BUC-05].

Les résultats des G'' calculés dans les différents cas (1), (2) et (3) sont montrés sur la Figure 11-a pour le fluide newtonien et 11-b pour le fluide complexe.

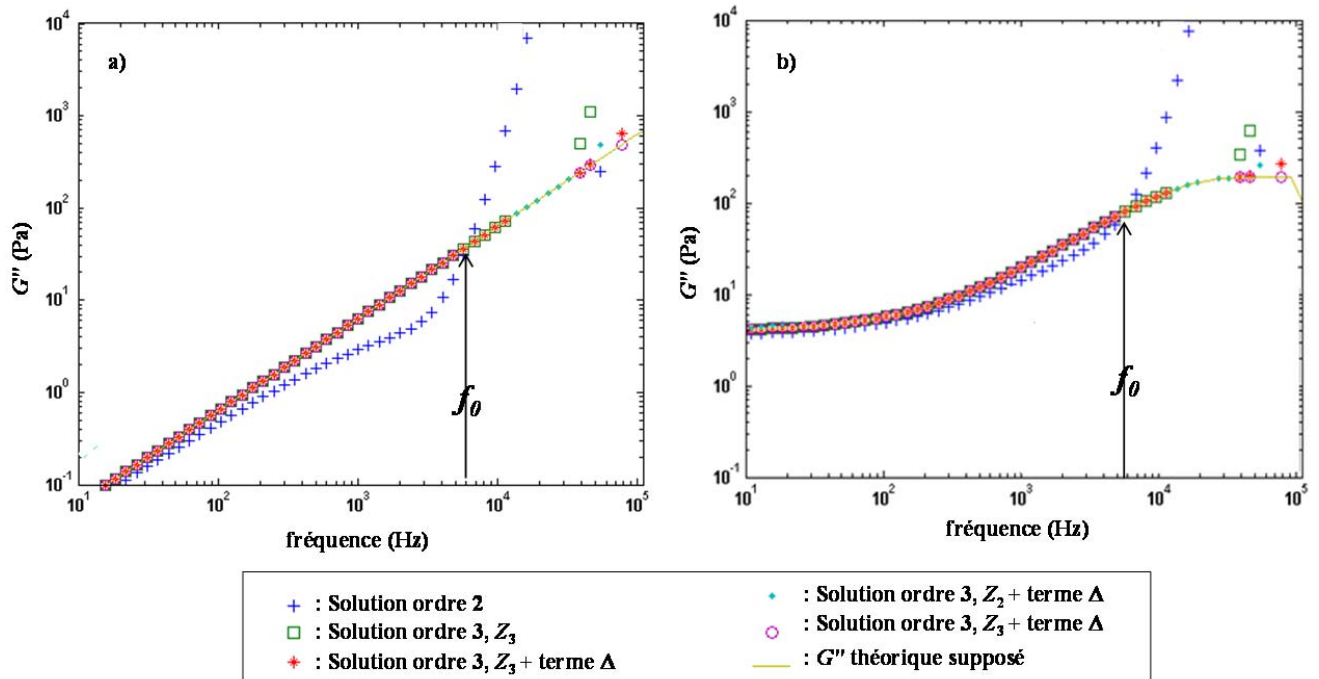


Figure 11 – G'' calculé dans le cas (1) (+) ; dans le cas (2) pour la solution Z_3 (□) ; dans le cas (3) pour la solution Z_3 et Δ (*) ; dans le cas (3) pour la solution Z_2 et Δ (•) ; dans le cas (3) pour la solution Z_3 et Δ (○) ; G'' théorique ayant servi à générer des données de simulation (-) ; a) dans le cas d'un fluide newtonien ; b) dans le cas d'un fluide complexe.

Sur la Figure 11, le module visqueux (G'') calculé dans le cas (1) ne suit ni la tendance linéaire du fluide newtonien (Figure 11-a), ni la tendance du module de cisaillement simulé (Figure 11-b). Par contre à la fréquence propre f_0 la valeur recalculée est très proche du G'' fictif aussi bien pour le cas newtonien que complexe, avec une erreur relative de l'ordre de 1%.

Dans les cas (2) et (3), au contraire, les tendances sont parfaitement respectées sur une large gamme de fréquence allant jusqu'à 10 kHz environ, au-delà de la fréquence propre, et même jusqu'à 30 kHz en utilisant certaines solutions et certains termes d'erreur Δ . On constate que l'erreur relative sur G'' autour de la fréquence propre est de l'ordre de 10 ppm. Ces observations démontrent que :

- le modèle [BEL-08] est suffisant pour déterminer G'' à la fréquence propre, mais est incorrect aux autres fréquences, que le fluide soit newtonien ou complexe ;

- la résolution avec développements de Taylor d'ordre 3 est correcte non seulement à la fréquence propre mais également sur une gamme de fréquence allant bien au-delà de la fréquence propre ;
- l'ajout d'un terme correctif Δ adéquat permet même d'étendre la gamme jusqu'à la fréquence de résonance du 2^{ème} mode.

Les résultats des G' calculés en même temps que G'' dans les différents cas (1), (2) et (3) ne sont pas montrés pour le fluide complexe : en effet les tendances et les enseignements sont en tous points les mêmes que pour G'' . En revanche ils sont montrés sur la Figure 12 pour le fluide newtonien dont l'élasticité est nulle ($G'=0$). Etrangement c'est ce cas qui va poser le plus de problème. Tout d'abord dans le cas (1), G' est trouvé négatif avant la fréquence f_0 (ce qui est impossible) et fortement positif après : cela est totalement incorrect.

Dans les cas (2) et (3) la valeur nulle de G' est estimée par presque toutes les solutions à la valeur 10^{-10} Pa (cela correspond à une valeur suffisamment faible) jusqu'à la fréquence propre f_0 . Aucune solution n'est exploitable au-delà de $2f_0$, les valeurs de G' étant trop importantes, trop proches de celles de G'' pour considérer le fluide comme non élastique, c'est-à-dire newtonien. Entre f_0 et $2f_0$, seules certaines solutions du cas (3) maintiennent une cohérence physique en donnant un comportement clairement moins élastique que visqueux avec $G' \ll G''$, mais même dans le meilleur cas la tendance est de laisser apparaître un comportement élastique.

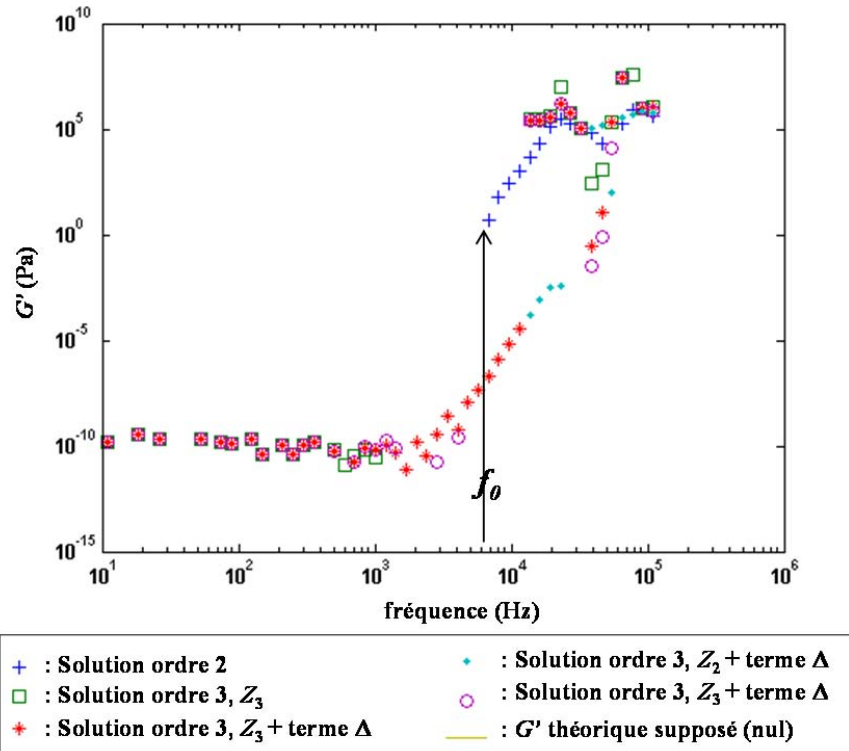


Figure 12 – G' calculé dans le cas (1) (+) ; dans le cas (2) pour la solution Z_3 (□) ; dans le cas (3) pour la solution Z_3 et Δ (*) ; dans le cas (3) pour la solution Z_2 et Δ (•) ; dans le cas (3) pour la solution Z_3 et Δ (○) ; G'' théorique ayant servi à générer des données de simulation (-) ; dans le cas d'un fluide newtonien ($G' = 0$)

Ces observations démontrent que le modèle [BEL-08] est inapplicable en fonction de la fréquence pour les fluides newtoniens et que l'introduction du développement de Taylor d'ordre 3 et de la fonction d'erreur Δ permet d'obtenir G' sur une gamme de fréquence allant jusqu'à $2f_0$. Pour les fluides ayant un comportement clairement élastique, l'erreur obtenue sera très faible ; pour les fluides newtoniens ou peu élastiques, l'erreur sera plus importante.

La plage exploitable pour le cas général du problème inverse est donc réduite à $2f_0$ pour des raisons analytiques ; cette limite en fréquence a été utilisée précédemment et sera utilisée par la suite pour les caractérisations expérimentales. Le calcul de G' et G'' , obtenus à partir de mesures expérimentales de micropoutres faites au vibromètre dans différents fluides, est l'objet de la partie suivante. La nécessité d'une forme de calibration d'un certain nombre de paramètres sera démontrée.

3 ENJEUX ET RESULTATS

La partie précédente a permis de valider le calcul inverse des propriétés rhéologiques telles que G' et G'' de manière purement théorique en utilisant des données simulées. Le modèle, validé dans un certain contexte théorique, doit être confronté au traitement de mesures expérimentales, afin de caractériser de manière fiable G' et G'' sur une gamme de fréquence.

3.1 INFLUENCE DES PARAMETRES PHYSIQUES

Dans cette partie nous tentons d'étudier l'influence de certains paramètres physiques propres à la micropoutre et utilisés dans l'équation différentielle d'Euler-Bernoulli. La liste des paramètres étudiés est présentée dans la Table 3. Une étude théorique en simulation (comme dans la partie 2.3) a été faite.

Paramètres de modélisation de la poutre	
H_0 [m.N ⁻¹]	Paramètre de normalisation
L [m]	Longueur de la poutre
b [m]	Largeur de la poutre
h [m]	Epaisseur de la poutre
ρ [kg.m ⁻³]	Masse volumique de la poutre
E [Pa]	Module de Young de la poutre

Table 3 – Liste des paramètres étudiés pour leur influence sur le calcul du module de cisaillement G^*

Dans un premier temps, l'étude de l'influence de l'erreur sur l'estimation d'un ou plusieurs paramètres de modélisation peut être faite en simulation. Pour cela la méthode décrite dans la Figure 10 de la partie précédente est utilisée. En effet en fixant G' , G'' et un jeu de paramètre (H_0 , L , b , h , ρ , E) pour le calcul du déplacement de la poutre w , puis en introduisant une légère différence dans le jeu de paramètre du calcul inverse de G' et G'' , on peut étudier l'influence d'une erreur sur tel ou tel paramètre. Cette simulation a été faite dans un intervalle d'erreur relatif de [-3%,3%] pour chacun des paramètres. Les résultats pour les trois paramètres H_0 , L , E sont montrés ici dans la Figure 13. Ils concernent le calcul de G' à partir d'un G' supposé correspondant à un comportement général de fluide complexe⁸.

⁸ Données extraites de la littérature, mesurées par Buchanan *et al.* pour une solution de CTAB (concentration : 4% massique) [BUC-05]

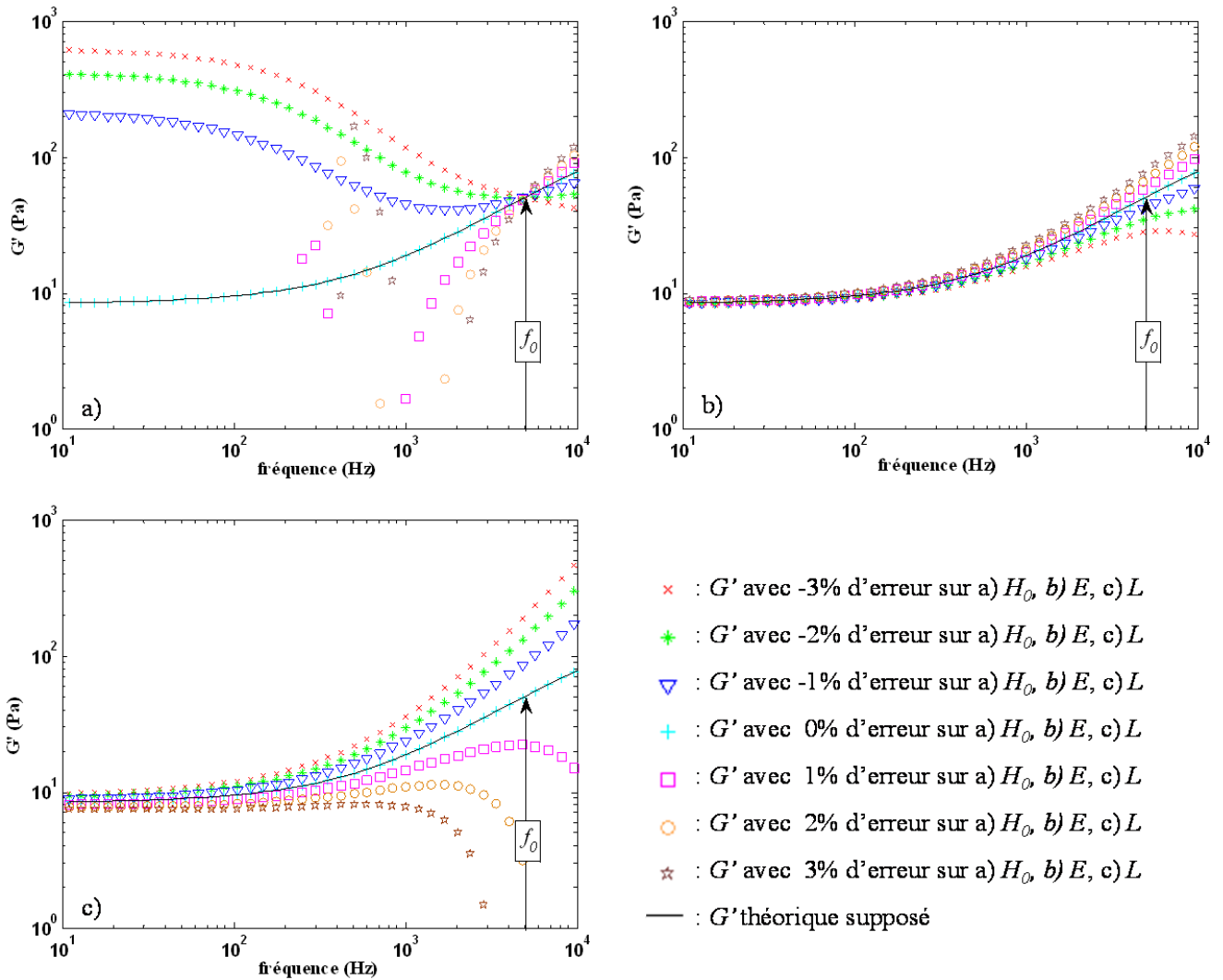


Figure 13 – Influence de l'erreur comprise entre -3% et 3% sur la valeur de a) H_0 , b) E , c) L sur le calcul inverse de G' , calculé à partir de données de simulation dont le G' théorique est supposé connu (-).

On peut observer dans la Figure 13 que chaque erreur de paramètre induit une forte erreur de résultat. Une incertitude de l'ordre du pourcent sur tous les paramètres est dramatique. En effet chaque paramètre induit un comportement d'erreur propre en fonction de la fréquence, avec plus ou moins d'impact sur les résultats calculés.

Ainsi H_0 est le paramètre ayant la plus grande influence, l'erreur qu'il induit (Figure 13-a) modifiant fortement la pente du G' calculé. Or, bien que l'erreur relative par rapport à la courbe de référence est faible autour du premier mode de résonance, cette pente est essentielle pour

déduire un comportement rhéologique. On ne pourra donc tolérer une erreur supérieure à 1% sur H_0 , 0,1 % étant l'objectif à atteindre.

L'influence du module d'Young E (Figure 13-b), est moins importante sur la pente de la courbe calculée ; par contre l'erreur relative autour de f_0 est conséquente. Ainsi pour une valeur de 30 Pa pour $G'(f_0)$, la valeur calculée avec 2% d'erreur sur E sera environ 2 fois plus grande. L'effet est loin d'être négligeable, l'erreur sur ce paramètre⁹ devra être aussi très inférieure à 1%.

Enfin, l'influence de la longueur de la poutre L est également importante, tant du point de vue du comportement général que de l'erreur relative autour de f_0 . Dans le modèle ce paramètre est à connaître avec une erreur très inférieure à 1%, l'objectif étant fixé à 0,1%.

Des figures similaires peuvent être produites pour la largeur, l'épaisseur et la masse volumique de la poutre. Cela a des conséquences dramatiques pour deux raisons.

D'une part, la modélisation de la poutre en début de travail de thèse est celle d'une poutre homogène rectangulaire parfaitement encastree, ce qui est une excellente première approximation. Néanmoins, cela a une influence sur les résultats de simulation équivalente à celle d'une erreur de paramètre de l'ordre du pourcent : il faut modéliser plus finement la poutre.

D'autre part, une détermination aussi parfaite de ces paramètres est problématique dans la réalité.

3.2 **MODELISATION FINE DE LA POUTRE**

3.2.1. *Prise en compte de la section réelle de la poutre*

Les poutres utilisées ne sont pas constituées d'un bloc homogène et rectangulaire de silicium : les matériaux constituant la section des poutres utilisées et leurs dimensions sont détaillés dans la Figure 14. Cette géométrie implique qu'il ne suffit pas de prendre la masse volumique du silicium pour calculer la masse linéique de la poutre, m_L , paramètre omniprésent dans les différentes équations utilisées.

⁹ Différentes conversations, notamment avec des rhéologues comme M. Youssry qui a collaboré à cette thèse, nous ont amené à estimer que nous ne pourrions pas avoir de résultats rhéologiquement significatifs avec des erreurs absolues supérieures à 0,1%

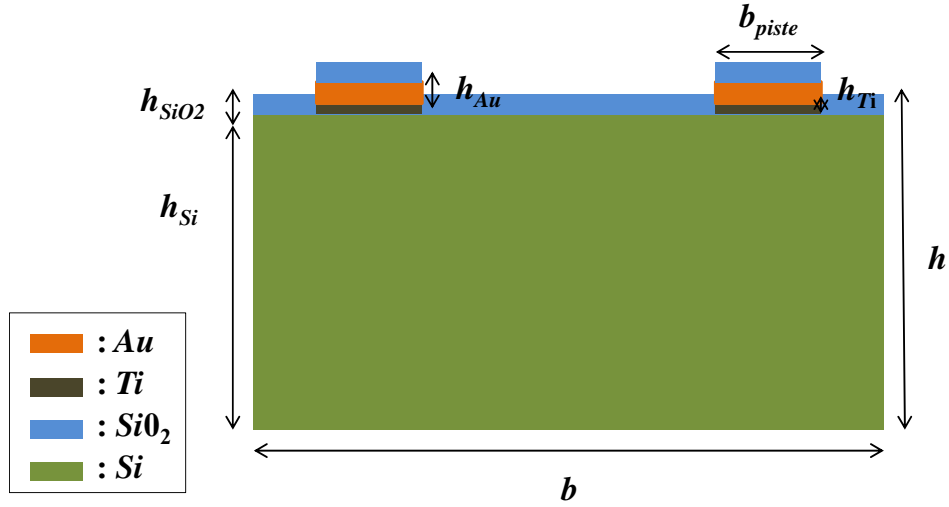


Figure 14 – Sections, matériaux et dimensions des micropoutres utilisées.

Le calcul de la masse linéique se déduit directement des propriétés des matériaux constituant la section de la poutre. La largeur b est fonction des géométries A, LH ou LL, les autres largeurs ou épaisseurs sont définies à la fabrication : $h_{Si} = 20 \mu\text{m}$, $h_{SiO_2} = 600 \text{ nm}$, $h_{Ti} = 100 \text{ nm}$, $h_{Au} = 700 \mu\text{m}$, $b_{piste} = 10 \mu\text{m}$. ρ_{mat} étant la masse volumique du matériau 'mat' concerné, la masse linéique de la micropoutre peut se calculer comme suit :

$$m_L = h_{Si} b \rho_{Si} + 2h_{Ti} b_{piste} \rho_{Ti} + 2h_{Au} b_{piste} \rho_{Au} + h_{SiO_2} b \rho_{SiO_2} \quad (\text{Eq.18-2})$$

Typiquement la masse linéique considéré dans ce calcul (Eq.18-2) pour une micropoutre de type LH diffère d'environ 8% par rapport à celle d'une micropoutre supposée constituée uniquement de silicium.

3.2.2. *Prise en compte de l'encastrement non idéal*

Le modèle de la poutre 1-D suppose un encastrement parfait de la poutre. En réalité ce n'est pas le cas, notamment à cause d'une surgravure à l'encastrement des micropoutres [FAD-11]. Les effets constatés et modélisés d'un encastrement non idéal de la micropoutre dans l'air se traduisent par un décalage de la fréquence de résonance vers les basses fréquences de 5 à 15% pour différentes surgravures caractérisées [FAD-11]. Une manière simple de prendre en compte ce défaut de fabrication irrémédiable tout en conservant le modèle de la poutre 1-D, est d'estimer une longueur équivalente L de 1 à 5% plus longue [FAD-11] que celle choisie par le concepteur.

Cependant cette estimation valable pour faire coïncider modèle et mesure, notamment la valeur de la fréquence de résonance dans l'air, peut s'avérer grossière en milieu liquide. De plus cette surgravure à l'encastrement peut aussi être vue comme une diminution de la rigidité équivalente de la poutre. Néanmoins cet encastrement non-idéal doit être pris en compte.

Pour réaliser cela de manière simple, le compromis suivant a été utilisé :

- La longueur équivalente est fixée à la valeur géométrique définie auparavant (une marge d'erreur strictement positive interviendra sur ce paramètre dans la suite du manuscrit).
- C'est sur le module de Young effectif de la poutre que va reposer la prise en compte de cet effet : au lieu de rentrer une valeur de module de Young issue de la littérature et de la composition et de l'empilement des couches constituant la poutre, celui-ci sera calculé à partir de m_L et de la fréquence de résonance dans l'air approximée comme équivalente à la fréquence propre dans le vide, $f_{0,vide}$ en utilisant la définition mathématique de celle-ci.

$$E = \frac{4\pi^2 f_{0,vide}^2 L^4 m_L}{\lambda_0^4 I} \quad (\text{Eq.19-2})$$

Où λ_0 est le premier coefficient d'une résolution modale issu des conditions aux limites pour une poutre libre-encastree $\lambda_0 = 1,875$ et I est le moment d'inertie de la section de la poutre défini comme suit :

$$I = \frac{bh^3}{12} \quad (\text{Eq.20-2})$$

Une fois la poutre modélisée de manière affinée, certains paramètres du modèle peuvent être déterminés plus précisément. Cependant l'estimation de certains d'entre eux demeure grossière, alors qu'ils devraient être estimés très précisément.

3.3 DÉTERMINATION ET OPTIMISATION DES PARAMÈTRES DU MODÈLE

3.3.1. Détermination

Avec la modélisation choisie, les paramètres L , b , h utilisés dans le modèle sont ceux fixés par les concepteurs des poutres, I , E et m_L sont calculés à partir de ces valeurs et de la fréquence de résonance de la poutre dans l'air en utilisant les équations 18-2 à 20-2.

Le dernier paramètre qui doit être connu de manière précise est H_0 . Ce paramètre de normalisation est le gain statique de la poutre dans le fluide considéré. Il doit être connu avec si possible 0,1% d'erreur. Or, le spectre d'une poutre mesuré au vibromètre a nécessairement un bruit à basse fréquence important rendant impossible la lecture directe du gain statique. Une méthode de calcul et de calibration a donc été mise en place pour ce paramètre très critique.

La première étape consiste en une approximation issue de la mécanique classique. H_0 est équivalent à l'inverse de la raideur k_0 ($H_0=1/k_0$) d'un système masse-ressort (cf. Chapitre 1, partie 2). On utilise alors la relation qui lie le coefficient d'amortissement ξ , la fréquence propre f_0 et H_0 :

$$H_0 = 2\xi |H(f_0)| \quad (\text{Eq.21-2})$$

Cette équation provient directement de l'approximation d'un système du second ordre en f_0 (Eq.2-2). Mais comme vu précédemment, cette expression contient une forte hypothèse simplificatrice. Une fois ce premier calcul fait, nous avons réalisé que la valeur H_0 calculée n'était toujours pas assez précise. De ce fait la méthode Monte-Carlo décrite dans la partie 2.1 de ce chapitre est utilisée. Elle porte non pas sur la détermination d'une viscosité, mais sur celle de H_0 . Afin que la viscosité n'ait pas à être connue, le déplacement de la poutre w est simplifié à un système du second ordre fonction de f_0 et ξ (Eq-35-1) extrait sur le spectre expérimental duquel on cherche à extraire « le gain statique » H_0 à basse fréquence (dans la gamme de fréquence où le déplacement de la poutre w et l'équation simplifiée du second ordre convergent). Le critère de distance entre spectre expérimental et simulé s'applique donc uniquement à basse fréquence¹⁰. De ce fait la détermination itérative de H_0 (ou w_0/F_0) est rapide (moins de 1s) et ne nécessite aucune connaissance préalable sur le fluide.

3.3.2. Premiers résultats

A titre d'illustration un rhéogramme de G' et G'' en fonction de la fréquence a été calculé avec le jeu de paramètre initial calculé à partir des équations et procédures précédentes. Les résultats

¹⁰ Le fit s'applique typiquement dans l'intervalle $[f_0/10 ; f_0/3]$, à très basse fréquence ($f < f_0/10$) le bruit est trop important.

présentés sur la Figure 15 comparent les résultats théoriques et mesurés par une micropoutre de géométrie A dans l'eau déionisée.

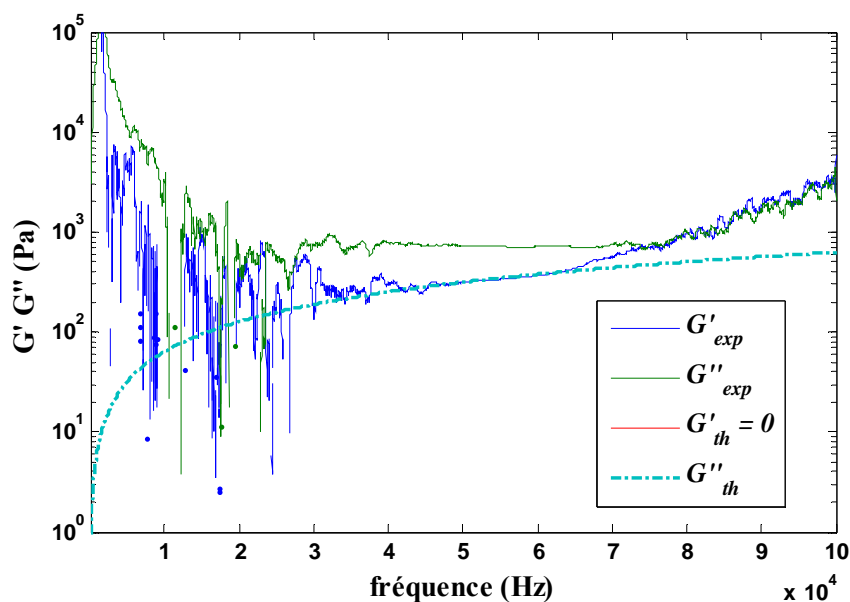


Figure 15 – Exemple de détermination expérimentale de G' (ligne bleu) et G'' (ligne verte) pour une mesure faite en utilisant une poutre A dans l'eau déionisée, avec un jeu de paramètre initial, le G'' théorique de l'eau déionisée étant représenté en tiret pointillé.

En utilisant le jeu de paramètre initial calculé, le fluide caractérisé ne correspond pas du tout à de l'eau déionisée : l'élasticité est non négligeable (elle doit être nulle pour un fluide newtonien), et le module de viscosité (G'') est presque un ordre de grandeur au-dessus de sa valeur théorique. Les incertitudes résiduelles cumulées de l'ordre du pourcent sur chacun des paramètres rendent impossible le calcul de G' et G'' à chaque fréquence de manière fiable et physiquement juste.

Les méthodes d'estimation ou de calculs des paramètres H_0 , L , b , h , m_L et E présentées ne peuvent être considérées comme satisfaisantes en l'état. En effet l'incertitude résiduelle sur chaque paramètre rend impossible une mesure précise du module de cisaillement. La détermination des paramètres doit être optimisée.

3.3.3. Optimisations

Pour pallier ce problème une procédure de calibration, dans un fluide newtonien connu, l'eau déionisée, a été mise en place. Il s'agit encore une fois d'utiliser la méthode de Monte-Carlo,

décrite dans la partie 2.1 de ce chapitre, afin d'extraire les paramètres physiques. Cette fois la viscosité du liquide newtonien étant parfaitement connue, l'itération porte sur le tirage aléatoire du jeu de paramètres (H_0 , L , b , h , m_L et E) dans une gamme de pourcentage d'erreur propre à chaque paramètre autour de sa valeur initiale. Afin d'optimiser le temps de calcul, les tirages sont effectués par étapes successives avec des pas très grossiers au départ pour limiter le nombre de combinaisons, puis s'affinant au fur et à mesure des scénarios sélectionnés. Le jeu de paramètres qui sera retenu *in fine* sera celui qui aura permis de minimiser la somme (sur toute une gamme de fréquence autour de la fréquence de résonance) de la différence au carré à chaque fréquence entre les modules des spectres expérimentaux et simulés. Ce long travail (environ 1 jour d'itération par poutre) a été fait entre autre pour un jeu de trois poutres dans de l'eau déionisée.

Les résultats en pourcentage de modification sur la valeur des paramètres initiaux sont détaillés dans la Table 4, pour 3 poutres de géométrie A, LL et LH. Les modules et phases des spectres expérimentaux bruts et simulés avec ces paramètres optimisés sont comparés sur la figure 16.

	H_0 (%)	L (%)	b (%)	h (%)	m_L (%)	E (%)
LL	-1,9	6,0	0	3,0	0	0
LH	-1,5	0,05	0	1,4	0	-0,2
A	2,5	0,5	0	0,7	0	-3,6

Table 4 – Jeu de paramètre (H_0 , L , b , h , m_L , E : exprimés en pourcentage de la valeur initiale) obtenu pour trois poutres de géométries LL, LH et A mesurées dans l'eau déionisée, à l'issue d'une recherche de paramètres par la méthode Monte-Carlo.

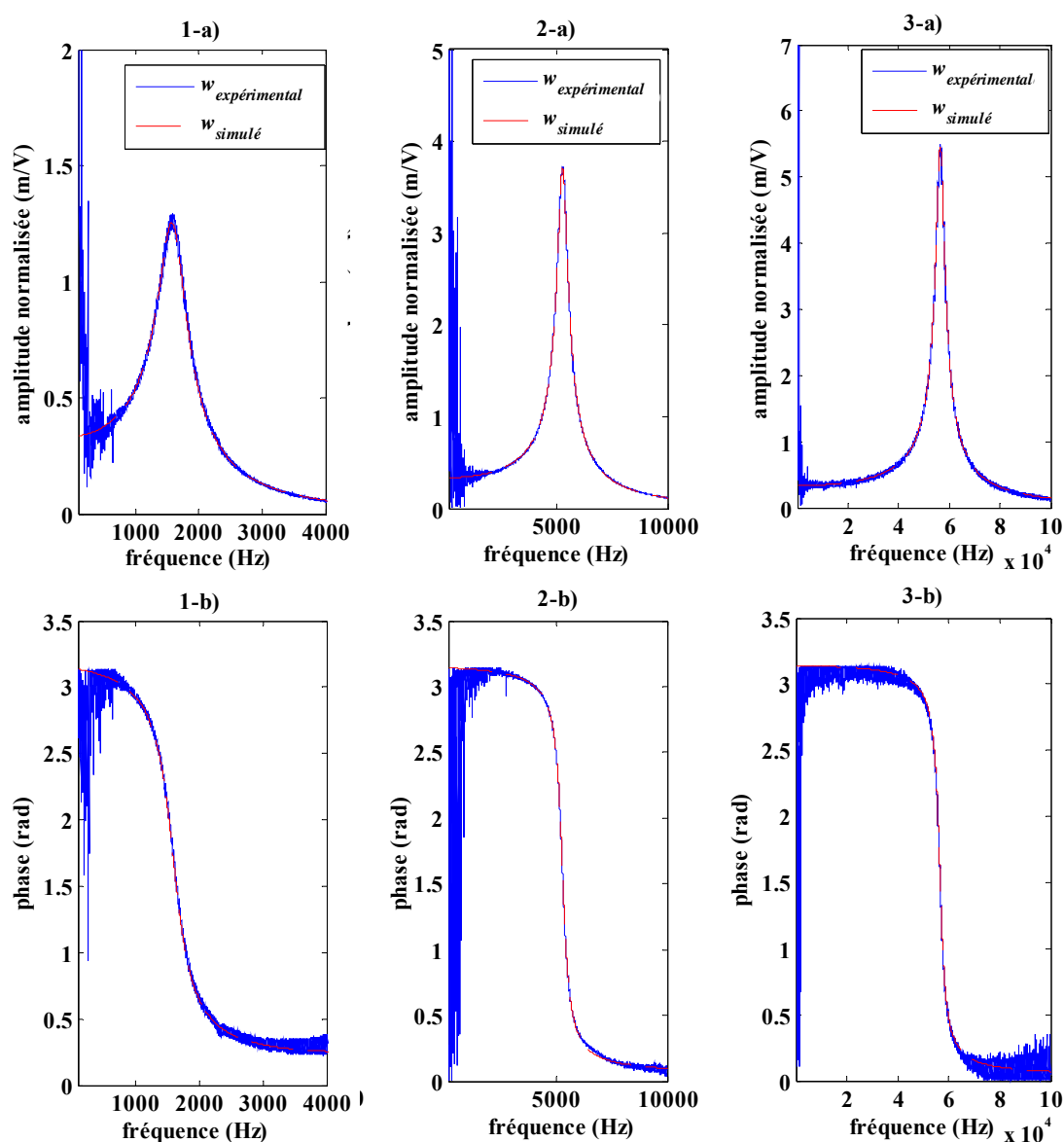


Figure 16 – Module a) et phase b) expérimentaux et simulés du déplacement w des micropoutres LL (1), LH (2) et A(3) obtenus avec les paramètres de calibration de la Table 4, mesurés dans l'eau déionisée (viscosité 1cP, masse volumique : 998,4 kg.m⁻³ à 19°C).

Sur la Table 4, certains paramètres sont indiqués avec zéro pourcent de variation. En effet durant l'implantation du programme de test nous avons remarqué qu'ils variaient de moins de 0,1% de leur valeur initiale. Pour gagner du temps de calcul, ces paramètres n'ont plus été testés.

Sur la Figure 16 les acquisitions brutes du déplacement pour chaque poutre en milieu aqueux montre un important bruit basse-fréquence peut ainsi être constaté. Pour les trois géométries, une concordance parfaite entre amplitude et phase expérimentales et simulées est obtenue grâce à

l'optimisation itérative des paramètres. Cette concordance est valide sur l'essentiel des gammes de fréquence centrées autour du premier mode de chaque poutre. La méthode d'optimisation semble donc fonctionner¹¹.

De plus, comme supposé au départ, on pourra remarquer que l'erreur sur H_0 est forte pour les trois géométries. L'erreur sur L est très importante pour la longue poutre LL, modérée pour les autres géométries¹². L'erreur sur E est uniquement significative pour la géométrie A¹³. Enfin l'épaisseur h subit une correction qui paraît être fonction de la longueur de la poutre. Il faut peut-être y voir l'influence des pistes en or à la surface de la poutre dont la masse ajoutée peut modifier significativement les propriétés mécaniques de celle-ci si la poutre est suffisamment longue. Ces tendances sont néanmoins à interpréter avec précaution car d'autres scénarios de convergence de l'algorithme Monte-Carlo peuvent donner des résultats distincts. L'objectif de compréhension des extractions de paramètres avec ce modèle simplifié serait à atteindre sur la base de centaines d'extractions, nécessitant un temps de calcul et des optimisations informatiques que ces travaux de thèse n'ont pas abordés.

Cette méthode de calibration a permis de calculer les paramètres utiles pour vérifier la validité des rhéogrammes newtoniens obtenus et caractériser ensuite des fluides non-newtoniens. Ainsi les résultats de microrhéologie obtenus à l'aide des micropoutres dans l'intervalle de fréquence 0,8-100 kHz sont présentés dans la partie suivante.

3.4 RHÉOGRAMMES OBTENUS

Des rhéogrammes obtenus pour 4 fluides, à température constante (19°C) et dans le domaine linéaire de viscoélasticité, sont présentés ici. Le premier concerne le rhéogramme obtenu pour le liquide de calibration, et tient lieu de validation de notre procédure d'optimisation des paramètres. Les autres rhéogrammes sont obtenus avec ces paramètres optimisés pour des liquides newtoniens et complexes. Dans tous les cas, des comparaisons avec des résultats issus de la bibliographie sont effectuées. Une discussion est alors entamée.

¹¹ Pour information, cette méthode a été implémenté sous Matlab® et n'a pas été optimisé en temps d'exécution et de calcul (langage compilé, optimisation du code).

¹² Le problème de l'encastrement non-idéal [FAD-11] peut expliquer ces 6% de longueur en plus pour la poutre LL : la surgravure des microstructures à l'encastrement peut être modélisée par une structure plus longue.

¹³ Un module d'Young plus faible peut également prendre en compte un problème d'encastrement non-idéal [FAD-11].

3.4.1. Rhéogramme du liquide de calibration

Le calcul à chaque fréquence de G' et G'' , pour trois poutres de géométries, LL, LH et A immergées dans de l'eau déionisée est présenté dans la Figure 17. Il est obtenu à l'issue de la calibration décrite dans la partie précédente.

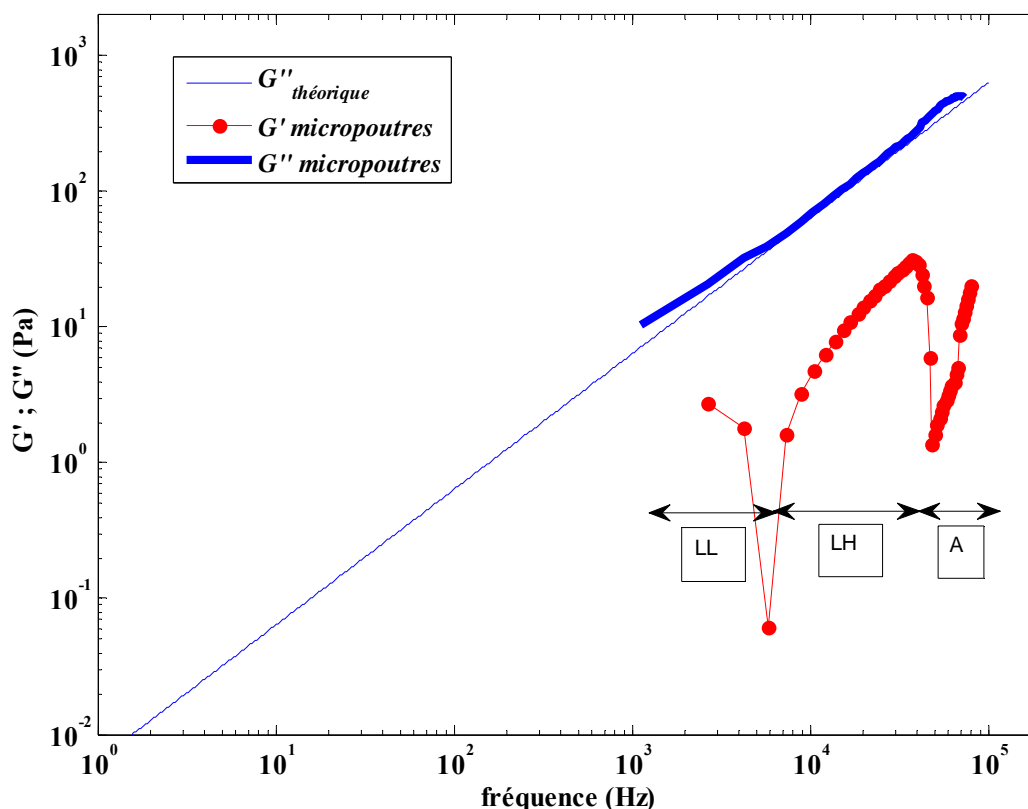


Figure 17 – G' et G'' calculés après calibration dans les trois plages de fréquences des micropoutres de type LL, LH et A immergées dans de l'eau déionisée.

Le rhéogramme présenté sur la Figure 17 présente un module visqueux G'' ayant une pente presque continue et proche du comportement attendu pour l'eau. Le module élastique G' est non nul mais présente des valeurs une décade plus faible que les valeurs de G'' calculées. Ceci permet de conclure que le fluide est bien newtonien.

La limite basse de mesure du module de cisaillement avec une micropoutre est estimée autour de 1 Pa [WAI-05]. Ici les valeurs de G' mesurées, comprises entre 1 et 20 Pa, correspondent donc à une limite effective en dessous de laquelle la mesure semble imprécise. Cette constatation peut être confirmée sur le rhéogramme d'un autre fluide newtonien.

3.4.2. Rhéogramme d'un fluide newtonien

Le rhéogramme d'un autre fluide newtonien, une huile silicone de viscosité 20 cP (20 fois plus visqueuse que l'eau), a également été obtenu. Ce liquide a par ailleurs été caractérisé par nos soins à l'aide d'un rhéomètre classique en rhéologie oscillatoire, à basse fréquence. Le rhéogramme combinant les mesures de rhéologie classique et celles obtenues avec les micropoutres est présenté dans la Figure 18.

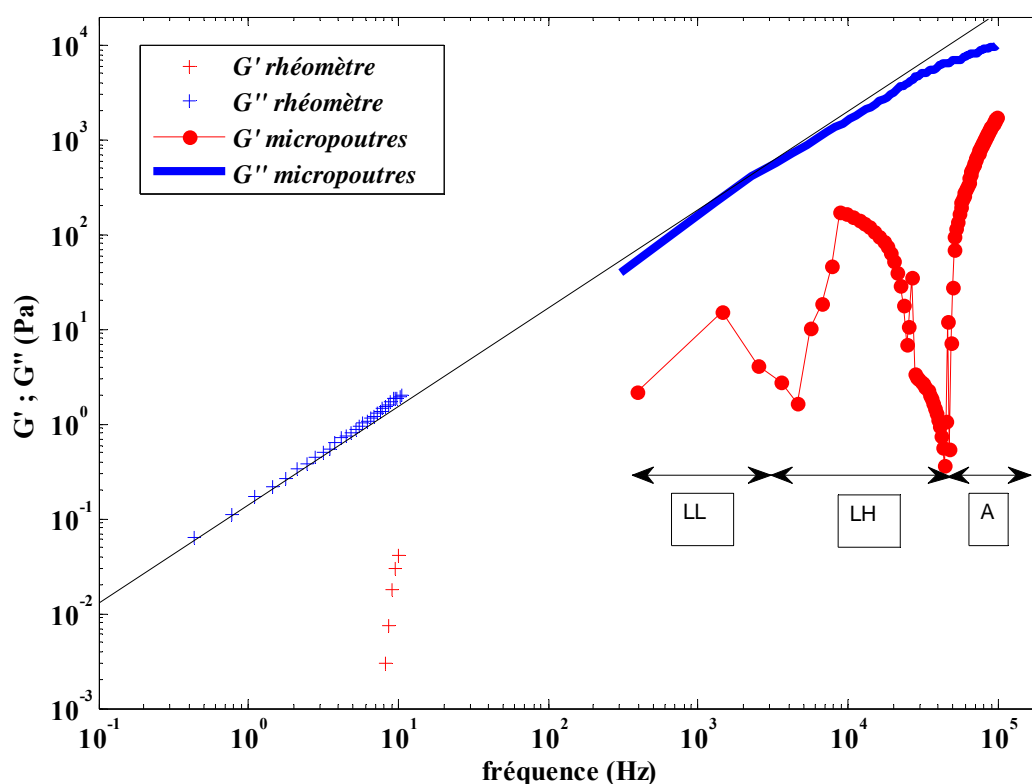


Figure 18 - G' et G'' mesurés au rhéomètre (+) puis calculés après calibration dans les trois plages de fréquences des micropoutres de type LL, LH et A (- et o) immergées dans de l'huile silicone de viscosité 20 cP.

Un comportement du module visqueux G'' linéaire avec la fréquence, donc newtonien est observé. Encore une fois, les valeurs de G' calculées par les micropoutres sont discontinues et environ une décade inférieures aux valeurs des G'' jusqu'à 10^4 Hz. Cependant dans l'intervalle de fréquence de la poutre de type A, les valeurs de G' deviennent plus importantes. Une supposition expliquant ce phénomène est faite dans la discussion (cf. partie 3.4.4). De manière générale, la mesure des propriétés de l'huile faite au rhéomètre est correctement prolongée en fréquence par

les mesures faites avec les micropoutres. Cela est satisfaisant pour qualifier la méthode de mesure.

3.4.3. Rhéogrammes de fluides complexes

Après la caractérisation de fluides newtoniens, la caractérisation de fluides complexes a été réalisée. Une solution de CTAB (micelles géantes) préparé comme indiquée dans la Table 2, a été mesurée en rhéologie oscillatoire au rhéomètre puis mesurée à l'aide de trois micropoutres de géométrie LL, LH et A, le tout par nos soins et à 19°C. Les résultats obtenus sont comparés sur la Figure 19 avec ceux obtenus, par Galvan-Miyoshi *et al.*, en spectroscopie par diffusion de lumière [GAL-08] pour la même préparation de CTAB (obtenus à 22°C).

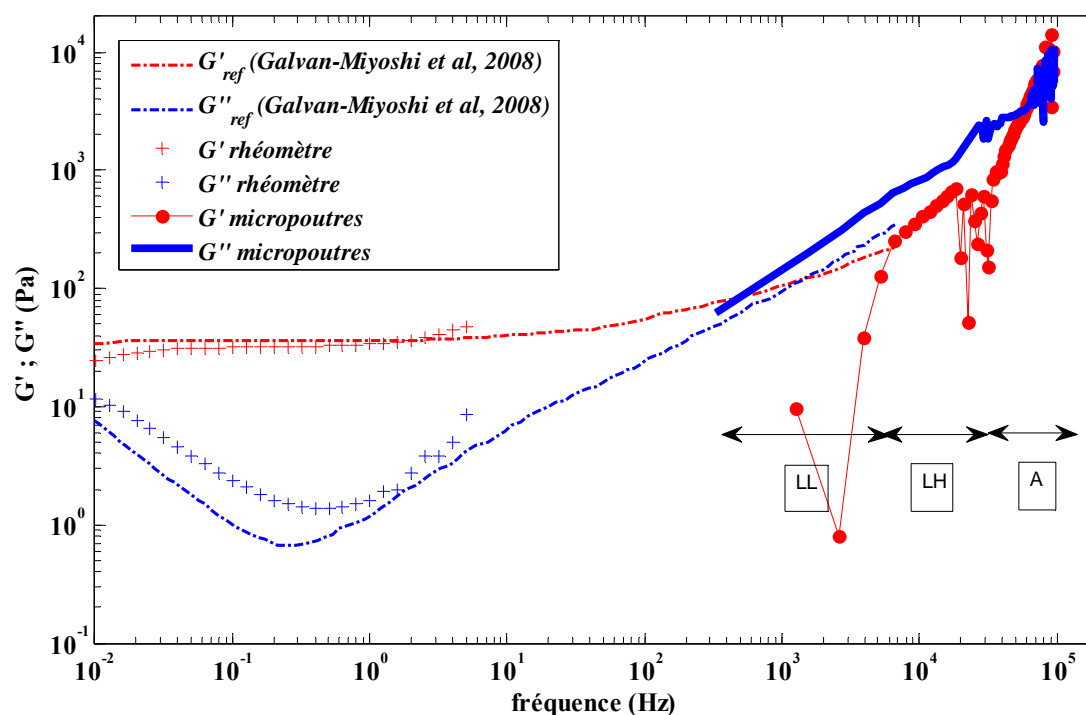


Figure 19 - G' et G'' mesurés au rhéomètre (+) puis calculés après calibration dans les trois plages de fréquence des micropoutres de type LL, LH et A (- et o), comparés avec les résultats obtenus par Galvan-Miyoshi *et al.* (•-) pour une mixture de CTAB identique.

Sur la Figure 19, l'ensemble des mesures réalisées par les trois méthodes présente une cohérence globale au niveau qualitatif, mais ne se valident pas mutuellement au niveau quantitatif. Les mesures basses fréquences faites au rhéomètre coïncident avec les mesures de Galvan-Miyoshi *et al.* Néanmoins G'' est légèrement surestimé par la mesure 'rhéomètre', cet écart se reportant aussi

sur les mesures ‘micropoutres’. La différence de température entre les données de Galvan-Miyoshi et les travaux présentés ici suffit *a priori* à expliquer cet écart. Concernant G' , les valeurs calculées avec la poutre LH semblent prolonger ceux obtenus par Galvan-Miyoshi *et al.* En fait seules les faibles valeurs de G' calculées par les micropoutres (notamment LL) apparaissent comme très fluctuantes (cela est amplifié par l’artefact d’affichage log-log). Ici les résultats obtenus par microrhéologie passive et ceux des micropoutres peuvent être considérés comme complémentaires.

Une autre mesure comparative a été faite avec une mixture de CPyCl (Table 2), montrée dans la Figure 20. Cette fois, la comparaison avec des résultats de Buchanan *et al.* [BUC-05] est présentée. Celui-ci utilise des microbilles de silice (diamètre de 20 μm) mises en vibration par un système de pince optique (voir chapitre 1, section 1.3). La mixture est caractérisée à température ambiante entre 21,5 et 22 °C selon l’auteur.

En première approche des similitudes sont obtenues : présence de croisements $G'-G''$, présence de plateau, pentes similaires. Les résultats quantitatifs, eux, sont sensiblement différents des résultats combinant les mesures faites au rhéomètre et celles faites avec les micropoutres. Cela s’explique par une différence de recette¹⁴ entre la mixture effectivement utilisée dans [BUC-05] ainsi que la différence de 3°C qui diffère assez pour donner des résultats distincts.

¹⁴ Dans [BUC-05] la concentration de NaCl est de 0.5 M contre 0.5 mM dans ces travaux. Or la salinité d’une solution de surfactant a un impact important sur le comportement rhéologique. Cette erreur a été identifiée tardivement et la mesure n’a pas été répétée avec une mixture de concentration équivalente à celle utilisée dans [BUC-05].

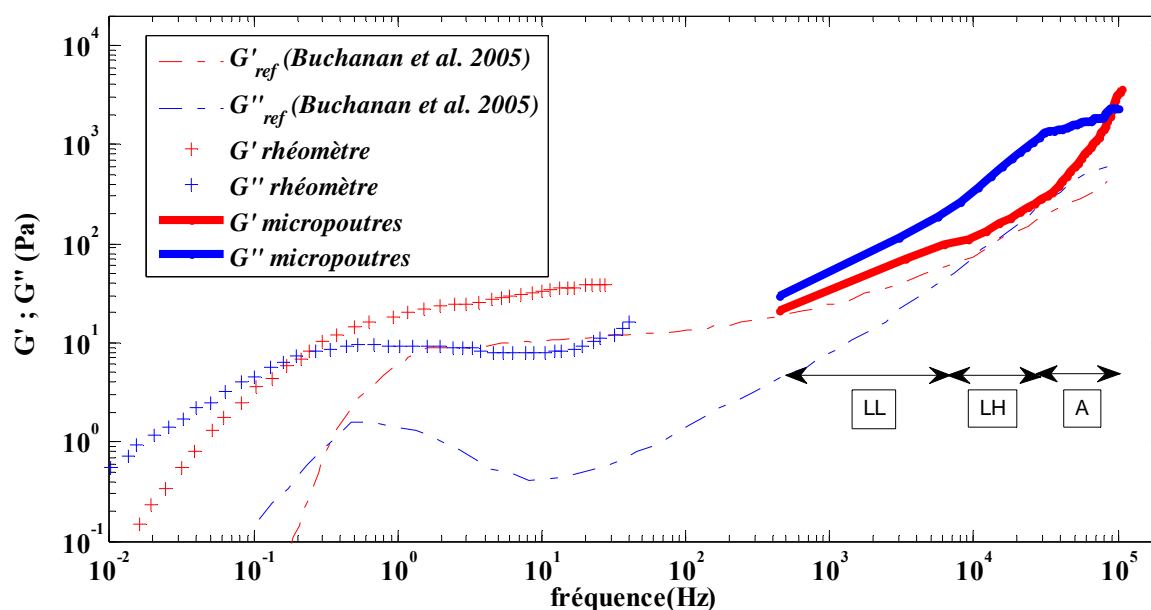


Figure 20 - G' et G'' mesurés au rhéomètre (+) puis calculés après calibration dans les trois plages de fréquence des micropoutres de type LL, LH et A (-), comparés avec les résultats obtenus par Buchanan *et al.* (-.-) pour une mixture de CPyCl identique.

Malgré la différence de préparation et de température, le comportement général de ces solutions est supposé être le même. De plus le même nombre de croisement $G'-G''$ doit être observé. Par exemple pour ce genre de mixtures (contenant des micelles géantes), il est connu par les rhéologues que la fréquence à laquelle intervient le premier croisement $G'-G''$ est étroitement liée à la concentration. Or, on distingue clairement sur la mesure de Buchanan *et al.*, qu'un troisième croisement $G'-G''$ devrait intervenir autour de 100 kHz, caractérisé par les micropoutres autour de 70 kHz. Cependant avec la mesure des micropoutres il n'y a pas de deuxième croisement $G'-G''$, alors qu'il est mesuré par Buchanan *et al.* autour de 10 kHz (il devrait être mesuré autour de 8 kHz avec les micropoutres). La mesure faite avec les micropoutres souffre donc d'imprécision. Elle est valide pour donner des tendances de viscoélasticité mais ne permet pas une caractérisation tout à fait fiable du fluide à chaque fréquence.

3.4.4. Discussion

D'après les caractérisations de fluides newtoniens, la méthode de détermination des propriétés viscoélastiques semble souffrir d'une limite de sensibilité sur G' . De plus cette « erreur de mesure » semble être fonction de la fréquence d'oscillation.

D'autres types d'appareils souffrent de ce type de limitations. Par exemple, il arrive fréquemment qu'un rhéomètre mesure artificiellement des valeurs non nulles, positives ou négatives, de G' pour un fluide newtonien ; ceci est d'ailleurs observable sur la Figure 18.

Une partie de cette erreur de mesure peut être expliquée par certaines limites de la modélisation. De fortes incertitudes résiduelles sur certaines hypothèses ou certains paramètres du modèle ont pour conséquence une erreur sur les G' - G'' calculés (comme montré dans la partie 3.3). Certaines hypothèses de modélisations sont fortes comparées à la relative complexité des micropoutres silicium utilisées. Par exemple, la masse de la poutre doit être uniformément répartie. En pratique ce n'est pas le cas : la section parallélépipédique en silicium (de 20 μm d'épaisseur et de 10 μm de largeur) supportant la piste en bout de poutre a une masse d'environ 37 ng, contre 10 ng pour la piste d'or. La piste d'or seulement 3 fois moins massique que la section de silicium la supportant correspond donc à une masse ajoutée non négligeable en bout de poutre. Pourtant cela n'est pas pris en compte avec le modèle utilisé. En effet prendre en compte une masse additionnelle en bout de poutre complexifierait l'expression du déplacement de la poutre et entraverait fortement la réversibilité du problème.

Sur la Figure 18, nous avons observé des valeurs de G' importante après 50 kHz. L'huile silicone semble avoir un début de comportement non-newtonien. Nous suspectons que ce ne soit pas une erreur car le caractère newtonien d'un fluide de type huile silicone n'est pas démontré sur toute la gamme de fréquence. Il est donc envisageable que le fluide caractérisé ait un caractère viscoélastique après 100 kHz au vue des courbes.

Les caractérisations de fluides complexes faites sur les Figure 19 et 20 montrent que les mesures obtenues avec des micropoutres peuvent donner des tendances sur le comportement viscoélastique d'un fluide en fonction de la fréquence. Les mixtures de CTAB et de CPyCl sont identifiées comme viscoélastiques mais la présence de croisements G' - G'' , par exemple, n'est pas

déterminée de manière suffisamment fiable. En effet la mesure à chaque fréquence de G' et G'' n'est pas entièrement satisfaisante en termes d'incertitudes de mesure dans le cas général de fluides complexes. Cette incertitude de mesure est due entre autre aux nombreux paramètres mis en jeu. Finalement la validité des rhéogrammes obtenus n'est que partielle.

4 CONCLUSION

Dans ce chapitre, une réponse à un problème inverse particulier a été donnée. Une tentative de résolution numérique a été proposée. Puis une propriété de viscoélasticité telle que le module de cisaillement complexe G^* a pu être exprimée analytiquement à chaque fréquence en fonction de la fonction de déplacement w hors-plan de la poutre. Le modèle inverse a ensuite été étudié en termes de validité et de précision. Ensuite l'influence de paramètres physiques modélisant la poutre a été démontrée. Des méthodes d'estimation précises de ces paramètres ont été établies. Enfin l'application expérimentale de la méthode proposée a été testée aussi bien sur des fluides newtoniens que complexes. La méthode de calcul, résumée sur la Figure 21, s'est avérée trop peu précise pour une application métrologique, en particulier à cause du trop grand nombre de paramètres physiques dont elle dépend. Une méthode fiable utilisant moins de paramètres pourra être envisagée pour répondre au défi de la mesure microrhéologique in-situ notamment en milieu opaque.

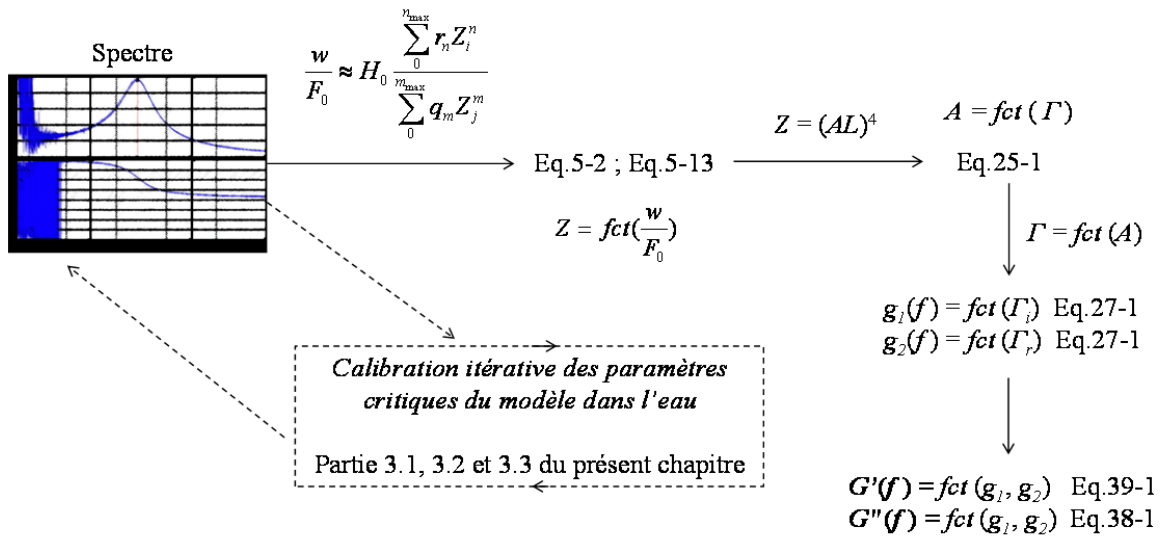


Figure 21 – Synthèse de la méthode de calcul de G' et G'' présentée dans ce chapitre.

Références du Chapitre 2

- AST-12 R. Aster, B. Borchers, C. Thurber, Parameter Estimation and Inverse Problems, 2012, Elsevier, Second Edition
- BEL-08 N. Belmiloud, Microrhéomètre sur silicium pour chimie haut débit, Thèse Université Bordeaux 1, 2008
- BUC-05 M. Buchanan, M. Atakhorrami, J. F. Palierne, F. C. MacKintosh et C. F. Schmidt, High-frequency microrheology of wormlike micelles, 2005, Physical Review E 72, 011504
- BUR-05 R. Burdett, Amplitude Modulated Signals - The Lock-in Amplifier, Handbook of Measuring System Design, 2005, Wiley
- FAD-11 L. Fadel-Taris, C. Ayela, F. Josse, S. Heinrich, O. Brand, D. Saya, I. Dufour, Influence of non-ideal clamping in microcantilever resonant frequency estimation, 2011, IEEE International Frequency Control Symposium
- GAL-08 J. Galvan-Miyoshi, J. Delgado, R. Castillo, Diffusing wave spectroscopy in Maxwellian fluids, 2008, The European Physical Journal, E 26, 369–377
- HAM-64 J. M. Hammersley, D. C. Handscomb, Monte Carlo Methods, 1964, Chapman and Hall, London & New York
- MET-49 N. Metropolis, S. Ulam, The Monte Carlo Method, 1949, Journal of the American Statistical Association, vol. 44, no 247p. 335-341
- QU-09 Y. Qu, Modélisation de micropoutres en vue d'optimisation géométrique, Rapport de stage, 2009, Université Pierre et Marie Curie
- WAI-05 T A Waigh, Microrheology of complex fluids, Reports on Progress in Physics, 2005, 68, 685–742
- WEB-1 www.laas.fr
- WEB-2 Manuel du MSA-500, Micro System Analyzer, Polytec, www.polytec.com
- YOU-12 M. Youssry, E. Lemaire, B. Caillard, A. Colin, I. Dufour, On chip characterization of the viscoelasticity of complex fluids using microcantilevers, 2012, Measurement and Science Technology 23 125306 10 pages

Chapitre 3

MICROSTRUCTURES ALTERNATIVES : FABRICATIONS, CARACTERISATIONS ET APPLICATIONS

Les limitations de la méthode démontrées au chapitre précédent sont : (1) la nécessité d'une mesure optique (pas de fluide opaque) ; (2) une calibration complexe ; (3) des microstructures en silicium coûteuses à fabriquer en petite série, donc peu adaptées au prototypage.

Pour tenter d'outrepasser ces limitations, la fabrication, la caractérisation et l'utilisation de structures résonantes non conventionnelles ont été tentées. Ces trois étapes sont présentées dans ce chapitre de manière synthétique. Ainsi dans une première partie d'introduction, l'intérêt d'utiliser une structure en « U » est présenté. Par structure en « U » nous entendons une poutre, telle que définie auparavant, comportant un trou couvrant la majeure partie de la surface de la poutre, formant alors un « U ». Une deuxième partie décrit un nouveau procédé permettant de fabriquer des microstructures organiques et/ou métalliques. Différentes réalisations et caractérisations de micropoutres en « U » y sont détaillées. Une troisième partie décrit l'utilisation d'un fil métallique en forme de « U ». Enfin à la fin de ce chapitre les résultats de caractérisations viscoélastiques obtenus à l'aide de ces nouvelles structures sont présentés.

1 INTERET DES STRUCTURES EN “U”

Dans cette partie, une structure en « U » en silicium de dimensions comparables à celles des micropoutres en silicium utilisées dans le chapitre précédent est caractérisée. Cette caractérisation permet d'abord d'introduire des modes de résonance qui n'existent pas avec les micropoutres puis d'envisager les avantages à l'utilisation de géométries dites en « U ».

1.1 CARACTERISATION D'UNE STRUCTURE EN SILICIUM

Description

Jusqu'alors, les micropoutres utilisées dans cette thèse étaient constituées d'un monobloc parallélépipédique encastré à une extrémité et libéré à l'autre. Dans cette configuration la surface entière de chaque face de la poutre est en interaction avec le fluide. Ainsi les pertes imposées par les forces hydrodynamiques sont importantes, notamment quand la structure est déplacée dans la direction normale aux grandes surfaces qui se voient alors opposer une grande résistance. Dans un fluide de forte viscosité, la vibration de la micropoutre peut être très fortement amortie. Or, si le taux d'amortissement est trop fort (donc si le facteur de qualité est trop faible) aucun pic de résonance n'est alors observable. Afin d'augmenter la gamme de viscosité mesurable à l'aide de microsystèmes, une idée parmi d'autres¹ est de réduire la surface d'interaction avec le fluide. L'option choisie utilise un grand trou au cœur du parallélépipède, formant ainsi une sorte de « U » encastré à ses deux extrémités ; une photo d'une telle structure est visible sur la Figure 1.

Afin de vérifier cette idée initiale et d'observer précisément le comportement d'une structure en forme de « U », des structures en silicium ont été utilisées. Celles-ci, fabriquées à l'université de Vienne (Autriche) dans l'équipe de Franz Keplinger, nous ont été prêtées par l'équipe de Bernhard Jakoby de l'université Johannes Kepler de Linz, Autriche. Ces structures ont fait l'objet de diverses publications [KEP-03, KEP-04, KEP-05], notamment dans le domaine de l'étude de la viscosité de liquides [JAK-10, HER-09].

Une des structures prêtées est montrée dans l'environnement logiciel du vibromètre laser (MSA-500 de Polytec [WEB-1]), sur la Figure 1. C'est une structure en forme de « U » en silicium de 12 μm d'épaisseur, sur laquelle une piste d'or de 500 nm d'épaisseur a été déposée. Les autres dimensions comme la longueur du « U » (L), la grande largeur de celui-ci (b_g), ou la petite largeur (celle des segments du « U », b_p) sont indiquées et quantifiées sur la Figure 1.

¹ Une autre option est de déplacer la poutre dans le plan de la poutre, permettant de minimiser les pertes visqueuses et de cisailer le fluide. Deux modes d'actionnements sont possibles, l'actionnement longitudinal dans la longueur de la poutre [CAS-10] ou bien l'actionnement latéral dans la direction parallèle à l'encastrement [HEI-10]. Ces modes d'actionnement sont de manière générale moins sensibles à la viscosité [DUF-12] mais de ce fait couvrent une gamme de viscosité plus grande.

Actionnement

Deux micropointes sont observables sur la Figure 1, nécessaires pour prendre les contacts sur la structure ; elles permettent le passage d'un courant d'actionnement. De plus la structure est plongée dans un champ magnétique majoritairement dans la direction de la longueur du « U ». La structure peut donc être actionnée hors-plan comme vu précédemment par la force de Laplace. Le comportement mécanique de la structure peut ensuite être caractérisé dans son ensemble sur une large gamme de fréquence.

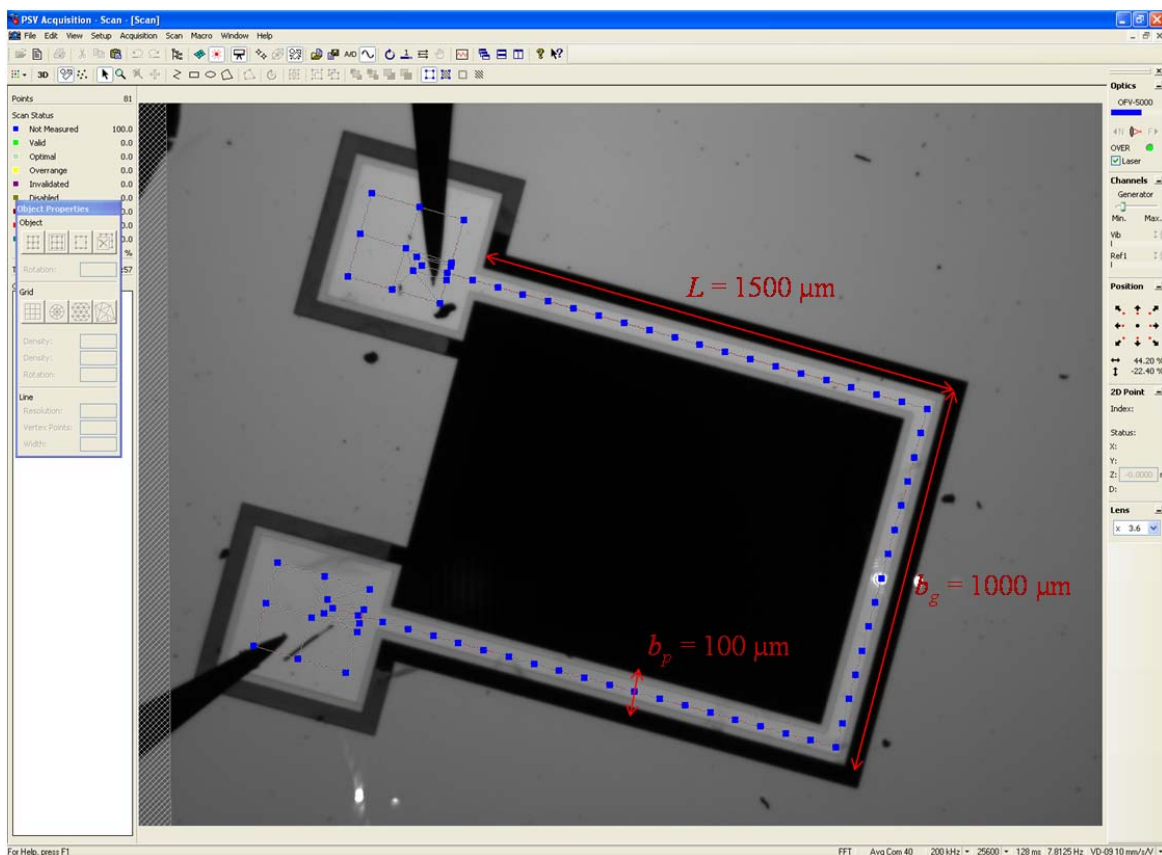


Figure 1 – Image au microscope d’une structure silicium en forme de “U”, dans l’environnement logiciel du MSA-500. Un maillage de mesure de la structure est visible sur la structure (■) ; les dimensions de la structure ont été ajoutées en rouge.

Détection

Le vibromètre laser utilisé permet de réaliser un maillage du « U » permettant de mesurer le déplacement hors-plan en fonction de la fréquence en chaque point du maillage (■ sur la Figure 1). Chaque mesure ponctuelle est effectuée de manière très précise grâce à deux mesures

simultanées. Un laser de référence mesure les vibrations parasites ambiantes loin de la structure (point lumineux en bas à gauche sur la Figure 1). Puis un autre laser (le point lumineux sur le « U » sur la Figure 1), mesure les vibrations au point de mesure. La soustraction entre la mesure de référence contenant le bruit ambiant et la mesure sur la structure en vibration permet de caractériser la vibration mécanique locale au point de mesure. Cette caractérisation différentielle qui peut faire l'objet d'une moyenne (sur au maximum une centaine de mesures) est répétée à chaque point du maillage. La méthode de caractérisation suppose des conditions expérimentales fixes durant toute l'expérience (celle-ci pouvant durer plusieurs minutes).

Dans un second temps, un logiciel intégré au vibromètre calcule la moyenne de l'amplitude de tous les déplacements mesurés en fonction de la fréquence. Cela permet d'obtenir le spectre de résonance moyen de la structure. Ce spectre est montré sur la Figure 2.

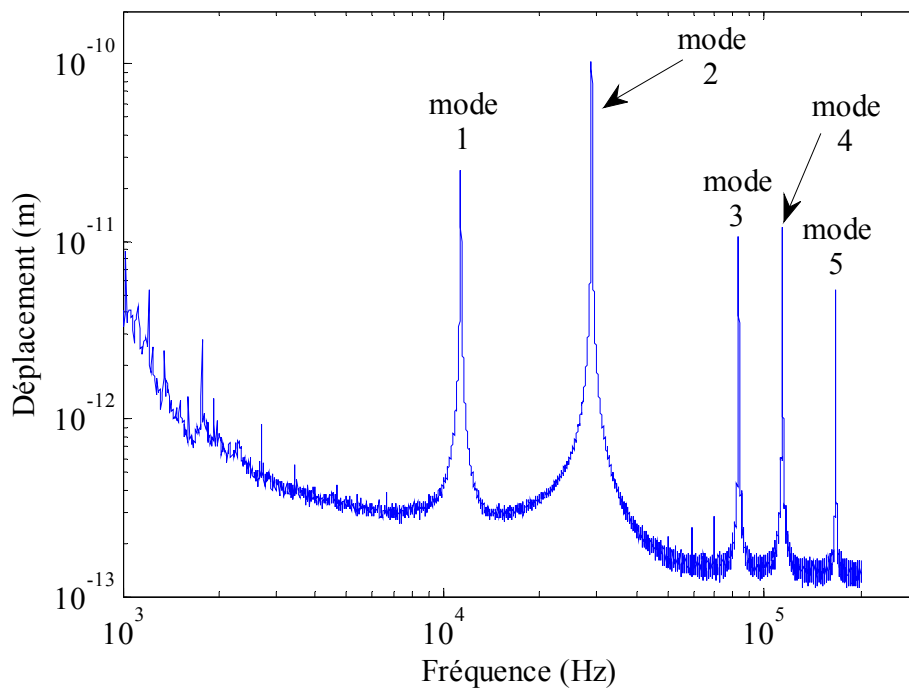


Figure 2 – Moyenne du module du déplacement sur toute la structure en « U » en fonction de la fréquence.

La structure en « U », sur la plage de fréquence 1-200 kHz, possède cinq modes de résonance numérotés de 1 à 5 sur la Figure 2. Alors que pour une poutre classique, il y a une amplitude décroissante des modes de vibration en fonction de la fréquence [PAO-09], ici on observe que les

modes 2 et 4 ont une amplitude plus importante que leurs voisins respectifs (modes les plus proches en fréquence du mode considéré).

Analyse modale

Un autre logiciel intégré au vibromètre permet d’effectuer une analyse modale : à partir des mesures effectuées en chaque point du maillage, on peut visualiser les différents modes de vibration mécanique de la structure. La reconstitution de chaque mode de la structure en « U » est montrée dans la Figure 3.

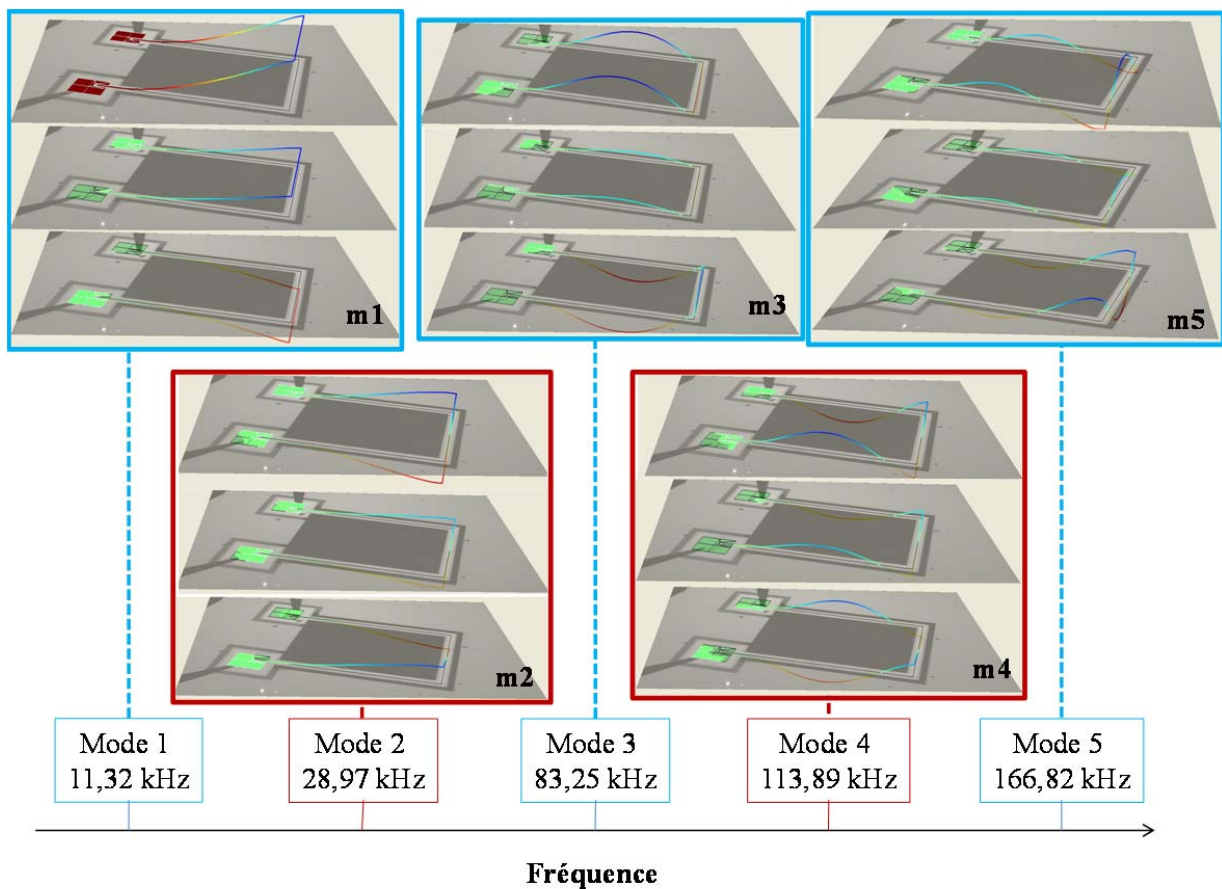


Figure 3 – Représentation spatiale des modes de la structure en « U » à partir des mesures faites en chaque point du maillage.

La Figure 3 illustre spatialement le déplacement et la déformation de la structure en « U » subies pour chaque pic de résonance observé sur la Figure 2. Les modes impairs, encadrés de bleu sur la Figure 3 et placés en haut de la figure, correspondent aux modes où les deux segments parallèles du U se déplacent en phase. Ces modes ressemblent à des modes hors-plan classiques d’une

poutre pleine (c'est-à-dire non évidée en son centre comme c'est le cas de la structure en « U »). Par contre les modes pairs, ici 2 et 4 (encadrés de rouge sur la Figure 3 et placés en bas de la figure), correspondent à des modes où les deux segments parallèles du « U » sont en opposition de phase. Ces observations confirment celles de travaux antérieurs [KEP-05]. Elles permettent également de mettre en évidence un phénomène non décrit dans [KEP-05] pour le mode 5. En effet, alors que pour les modes 1 à 4 le segment terminal du « U » (le segment parallèle à l'encastrement) ne subit pas de déformation, il n'en est pas de même pour le mode 5 dans lequel ce segment subit une déformation de type « mode 1 » de vibration d'un pont encastré aux deux extrémités. Ici la longueur de ce segment et la longueur du « U » ont un grand multiple commun. En changeant la longueur de ce segment on pourra abaisser ou au contraire augmenter en fréquence l'apparition de ce type de modes. Pour notre application cette famille de modes n'est pas désirés.

L'analyse modale permet également de caractériser la vitesse moyenne de la structure. Cette caractérisation est présentée et comparée aux micropoutres dans la partie suivante pour mettre en avant des avantages potentiels de la géométrie dite en « U ».

1.2 AVANTAGES DE L'UTILISATION DES STRUCTURES EN “U”

Jusqu'ici, l'intérêt des structures en « U » par rapport aux micropoutres classiques n'apparaît pas. La cartographie réalisée précédemment n'apporte rien dans un contexte de caractérisation optique du déplacement des structures. En effet, elle constitue une perte de temps importante en comparaison d'une mesure unique réalisée en un seul point de la structure. De plus le logiciel réalise la moyenne des modules du déplacement mesurés (et non du déplacement complexe) sur toute la structure, donc l'information de phase est perdue. En fait, les enseignements que l'on peut tirer de cette cartographie sont utiles pour une éventuelle détection électrique.

La mesure de la tension induite aux bornes du « U » en vibration dans un champ magnétique constant est envisagée. Cette tension est proportionnelle à la variation du flux du champ magnétique et donc à la vitesse de vibration de la structure ($u = -\frac{\partial \phi}{\partial t}$, u étant la tension induite, t le temps et ϕ le flux du champ magnétique). Si la vitesse moyenne de déplacement des modes

antisymétriques de la structure en « U » est supérieure à celle mesurée dans le cas des modes symétriques, alors l'amplitude de la tension induite mesurée aux bornes du « U » sera plus importante pour les modes antisymétriques.

Un exemple de spectre sur la Figure 4, montrant la vitesse moyennée sur toute la structure en fonction de la fréquence, permet de visualiser la différence de vitesse entre les modes de résonance d'une structure en « U » (Figure 4-a) et d'une micropoutre de type LH (Figure 4- b).

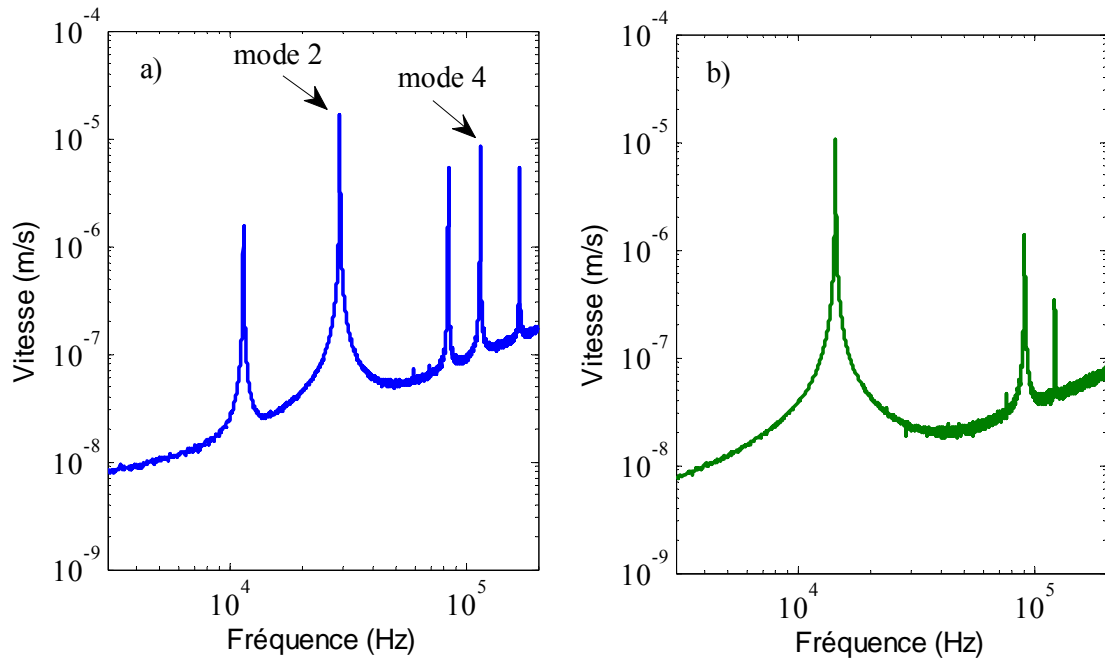


Figure 4 - Vitesse moyenne a) de la structure en « U », b) d'une micropoutre de type LH, en fonction de la fréquence.

Keplinger *et al.* ont mesuré et validé par simulation sur la même structure que l'amplitude du premier mode antisymétrique était plus importante que celle du premier mode symétrique [KEP-05]. Ces résultats sont confirmés sur la Figure 4. Le deuxième mode (antisymétrique) est près d'un ordre de grandeur plus rapide que le premier mode de résonance de la structure en « U » (Figure 4-a). De plus l'amplitude du mode 2 de la structure en « U » est équivalente au premier d'une micropoutre de type LH (Figure 4-a et b) pourtant $8 \mu\text{m}$ plus épaisse. Enfin les modes d'ordres supérieurs de la structure en « U » ont une amplitude plus élevée que ceux de la micropoutre de type LH pour une longueur de structure similaire ($1440 \mu\text{m}$ pour LH contre $1500 \mu\text{m}$ pour la structure en « U »). Ces constatations confirment l'intérêt porté aux modes

antisymétriques en vue d'une mesure de la réponse induite. Ce type de mesure sera abordé dans la section 3.2 de ce chapitre.

Les avantages attendus des structures en « U » sont donc : (1) une diminution de la surface d'interaction fluide-poutre afin d'élargir la gamme de viscosité mesurable (2) ; une plus grande abondance de modes de résonance (les micropoutres n'ont pas de modes antisymétriques) ; (3) des modes de résonance antisymétriques qui pourraient permettre une *détection électrique intégrée* facilitée pour certaines géométries de structures en « U ». Pour toutes ces raisons la fabrication de microstructure en « U » a été sérieusement envisagée : d'une part avec des techniques de fabrication rapides et alternatives dans cette thèse mais aussi sur silicium dans le cadre d'une thèse commencée cette année [BOU-13]. La partie suivante détaille un procédé de fabrication innovant utilisé pour fabriquer des microstructures en « U ».

2 PROCÉDÉS DE FABRICATION

2.1 STRUCTURES DECOUPÉES À TRÈS BAS COUT

Un procédé de fabrication mis en œuvre pour la fabrication de structures en « U » en matériaux métalliques ou organiques a été développé au cours de la thèse. Il s'appuie sur l'utilisation d'une machine de découpe au cutter. D'autres travaux, notamment en microfluidique, utilisent ce type de machine dans un procédé de fabrication non conventionnel [YUE-10]. Cette machine, montrée sur la Figure 5, a une résolution de découpe de 10 μm et peut couper certaines feuilles de plastique, de papier ou d'autres matériaux jusqu'à 250 μm d'épaisseur (d'après les données fournies par GRAPHTEC [WEB-2]). Un logiciel fourni par le constructeur permet de dessiner un motif à l'échelle pour le découper ensuite. Il permet aussi de contrôler la machine lors de la découpe.



Figure 5 – Graphtec Craft Robo Pro : Machine de découpe cutter.

Découpe et gravure

La vitesse, l'accélération et la force appliquée par la lame lors de la découpe sont des paramètres ajustables à chaque découpe. L'ajustement de ces paramètres permet de couper totalement ou partiellement la structure (dans ce dernier cas, le résultat est semblable à une gravure) et de s'adapter à différents matériaux (papier, plastiques, métaux en fine épaisseur...). En combinant découpe et pseudo-gravure, la fabrication de structures complexes peut être envisagée. Cette idée est récapitulée dans la Figure 6-a.

De plus, le matériau découpé peut ne pas être homogène. Ainsi une structure multicouche peut être envisagée, certaines couches assurant la conduction de courant électrique et d'autres les propriétés mécaniques de la structure (par exemple). La découpe partielle ou totale permet ensuite d'isoler une partie d'une autre puis finalement de découper la structure voulue. En théorie, la méthode proposée est donc extrêmement modulaire et permet la fabrication complète d'un (milli ou micro) système complexe à partir d'un matériau découppable structuré au préalable.

Le support des couches structurantes peut être lui-même structurant ou non. Ainsi si le matériau support est structurant il sera découpé avec l'empilement de couches déposées par la suite. Dans ce cas un support adhésif est utilisé lors de l'étape de découpe (cf. Figure 6-b en haut). Sinon une couche sacrificielle est déposée pleine plaque sur le matériau support avant le dépôt des couches structurantes. Celle-ci sera retirée une fois la découpe effectuée (cf. Figure 6-b en bas).

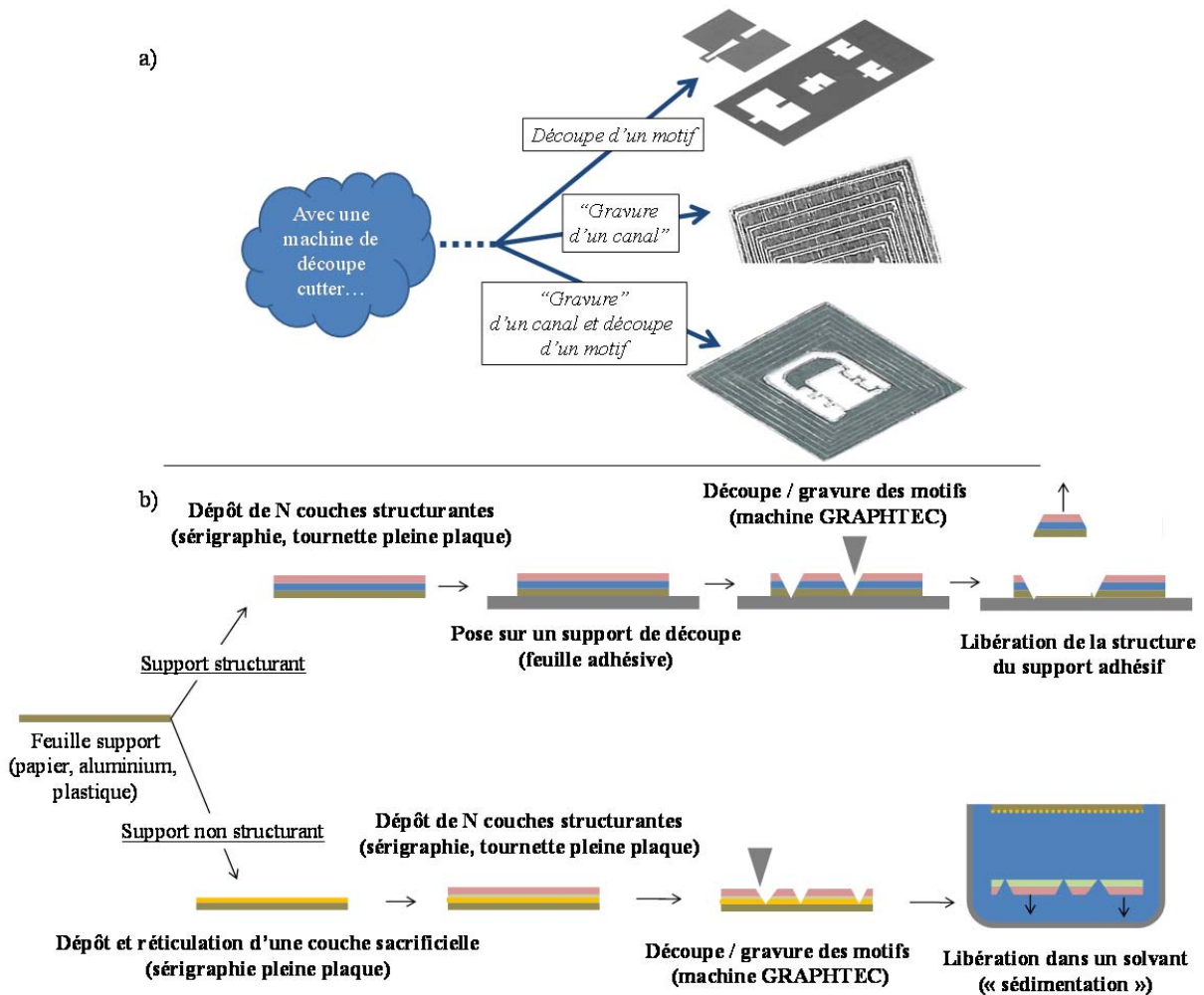


Figure 6 – a) Possibilités de la découpe au cutter, photos de structures réalisées avec la machine de découpe cutter ; b) Résumé général des procédés de fabrication envisagés

Structuration

De manière générale, la feuille qui est découpée peut être recouverte au préalable de plusieurs types de matériaux. Les couches déposées peuvent constituer les couches fonctionnelles ou structurantes du dispositif découpé. En pratique dans ce procédé, elles sont déposées une à une sur un matériau support. Trois matériaux support des différentes couches ont été testés. Il s'agit de feuilles de papier, de feuilles d'aluminium, puis de feuilles en plastique transparent (acétate de cellulose, utilisé pour la rétroprojection).

Sur support en aluminium

Afin de contrôler l'épaisseur des dépôts effectués et de fabriquer des structures fines, un procédé de dépôt détaillé sur la Figure 7 a été utilisé (cette étape s'inscrit dans le procédé de fabrication au niveau de l'étape de dépôt décrite sur la Figure 6-b). Il utilise comme support de dépôt un wafer de silicium sur lequel est fixée manuellement une feuille d'aluminium. Ensuite le dépôt à la tournette (spin-coating) [SUK-85, MID-93] de SU8-3050² (procédé 1) ou d'époxy CV59³ (procédé 2) est effectué (à 1000 tours par minute durant 60 secondes), puis un recuit sur plaque chauffante a lieu durant 1 minute et demi à 95 °C pour la SU8 et à 110°C durant 5 minutes pour la CV59. Une encre d'époxy chargée au graphite est ensuite déposée sur la couche réticulée de CV59 à 2000 tours par minute durant 60 secondes. L'épaisseur de SU8 réticulée à la fin du procédé n°1 est d'environ 90 µm, à la fin du procédé n°2 l'épaisseur totale atteint environ 70 µm.

Ces procédés de dépôt ont fait l'objet de différentes optimisations. Dans le procédé n°1, la SU8 n'est pas réticulée à l'UV avant la découpe car la rigidité de la SU8 réticulée produit la cassure du matériau durant la découpe. La réticulation de la SU8 a donc lieu une fois les structures libérées. Ensuite un post-recuit intervient pour finaliser la réticulation. Dans le procédé n°2, l'époxy est utilisé car la réticulation est modulable en fonction de la température du recuit. Dans ce cas la découpe est possible avec un matériau presque totalement réticulé. Le fait de ne pas avoir à effectuer un recuit une fois la structure découpée est un avantage. En effet un tel recuit crée des contraintes dans la structure multicouche, la déformant.

² SU8 série 3050, www.microchem.com

³ Epoxy, CV59, www.epotek.com

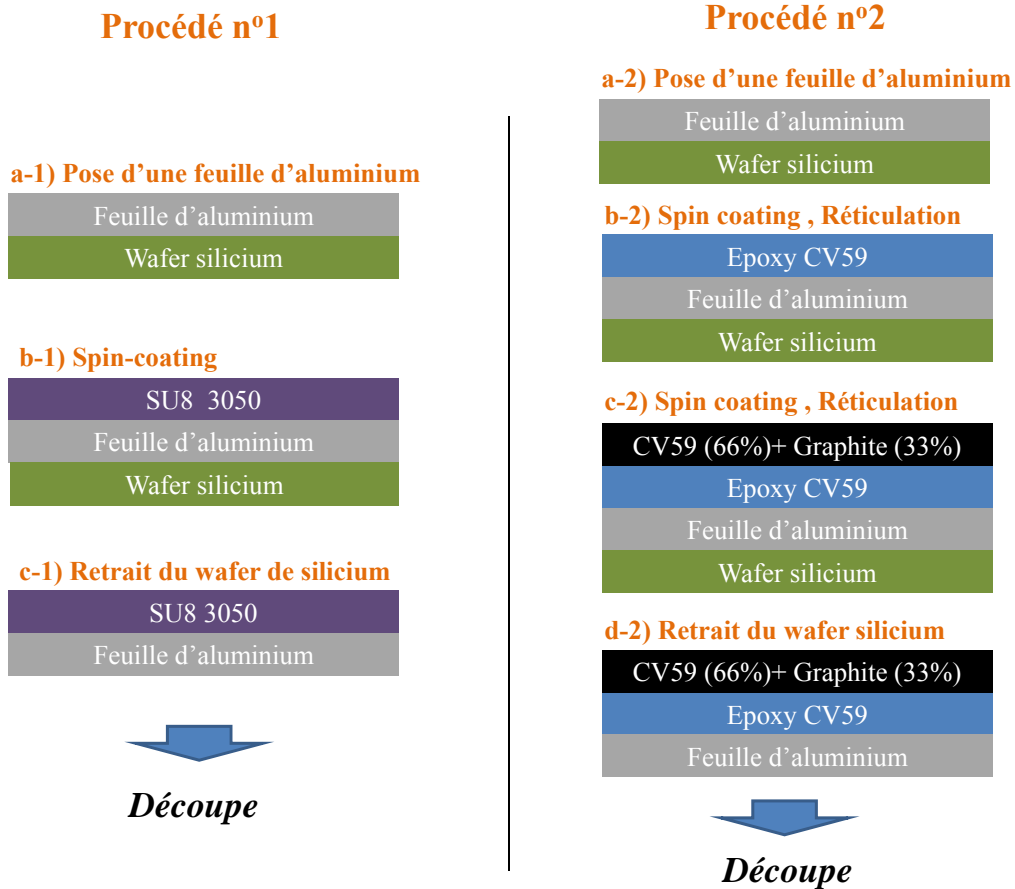


Figure 7 – Procédés de dépôt par spin-coating de matériaux à découper.

Sur support en papier

La technique de dépôt sur support en papier est la sérigraphie [BID-71, GAR-88]. Deux encres ont pu être sérigraphiées de manière uniforme sur toute la surface d'une feuille d'épaisseur 150 μm . La première est une encre commerciale⁴ d'époxy chargée à l'argent qui permet d'obtenir une couche conductrice à la surface du papier après un recuit à 130 °C durant 30 minutes dans une étuve. La seconde encre a été préparée par nos soins au laboratoire IMS : elle est constituée d'époxy CV59 et de poudre de graphite dans un ratio 66%-33% en masse. Le même recuit que précédemment permet d'obtenir une couche semi-conductrice à la surface de la feuille de papier. L'épaisseur totale de la feuille « papier + encre » après dépôt et cuisson est environ de 200 μm .

⁴ Polymer silver conductor 1901-S, ESL Electroscience Company, UK, www.electroscience.com

Aluminium sur support en plastique

Un autre procédé de dépôt a également été utilisé. La technique met en œuvre un dépôt d'aluminium sur une feuille de plastique transparent par *Electron beam physical vapor deposition* (EBPVD) [HAR-06, GEO-92]. L'épaisseur du dépôt d'aluminium est de 700 nm. La technique n'implique presque aucune élévation de température du support du dépôt, permettant ainsi l'utilisation de support en plastique. Cet empilement d'une fine couche d'aluminium sur plastique a permis d'obtenir la découpe la plus précise et de fabriquer les microstructures les plus petites comparées aux autres techniques.

Libération des structures

Dans le procédé de fabrication standard suggéré par les fabricants de la machine, le point faible réside dans la libération des structures. Comme décrit sur la Figure 6-b, le matériau à découper est initialement collé sur un support autocollant fourni. Une fois découpée, la structure doit être décollée de ce support. Or lors de la séparation du support autocollant et de la structure, celle-ci peut se casser ou se fragiliser lorsqu'elle est trop petite ou trop fine, et cela quel que soit le matériau de la structure (papier, aluminium, polymère, etc.).

Dans le cas particulier de structures métalliques, un procédé de couche sacrificielle très simple a été mis en place et utilisé. Le matériau à découper est collé avec une quantité contrôlée de colle à papier liquide⁵ sur une feuille cartonnée (nouveau support de découpe). Quand la réticulation de cette colle liquide est suffisante, la découpe peut être faite. Ensuite la feuille cartonnée et la structure découpée sont plongées dans l'eau. Comme la colle est soluble dans l'eau, la structure découpée se détache naturellement du support. Cette technique additionnelle a été utilisée pour des structures micrométriques fragiles. Elle a permis notamment de fabriquer des microstructures tout en métal, découpées dans une feuille d'aluminium commercial de 12 μm d'épaisseur.

Réalisations

Différentes structures en « U » ont été fabriquées, de dimensions millimétriques jusqu'à des dimensions micrométriques. Quelques exemples sont présentés sur la Figure 8.

⁵ Colle commerciale UHU liquide soluble dans l'eau

Les structures S5 et S6 sont des structures en papier respectivement sérigraphiées avec une époxy chargée au carbone et une autre chargée à l'argent. Ces structures, une fois fabriquées, ont l'avantage d'être bien planes et homogènes. Cependant à cause de la déchirure du papier à l'échelle micrométrique lors de la découpe, les bords de la structure ne sont pas très bien définis.

Les structures S3 et S4 sont constituées d'une feuille d'aluminium sur laquelle est réticulée une couche de SU8. Ces structures sont bien définies mais subissent des contraintes à cause du dernier recuit qui déforme la structure. Ces effets sont observables sur la Figure 8.

La structure S2 est une structure faite avec un empilement de feuille d'aluminium, d'époxy, puis d'époxy chargé au carbone. Ces structures sont très bien définies quand elles sont bien découpées. Le matériau réticulé a tendance à se fracturer à l'échelle micrométrique de la même manière que la SU8 réticulée à l'échelle macroscopique.

Enfin la structure S1 est obtenue en découpant la feuille de plastique transparent sur laquelle est déposée de l'aluminium par EBPVD. La découpe de cet empilement permet d'aller aux limites de la machine de découpe. Cependant à cause de la force appliquée lors de la découpe, et de l'épaisseur de la feuille, la couche d'aluminium se détache par endroit à proximité de la zone de découpe. Cela est observable sur la vue zoomée de la structure S1.

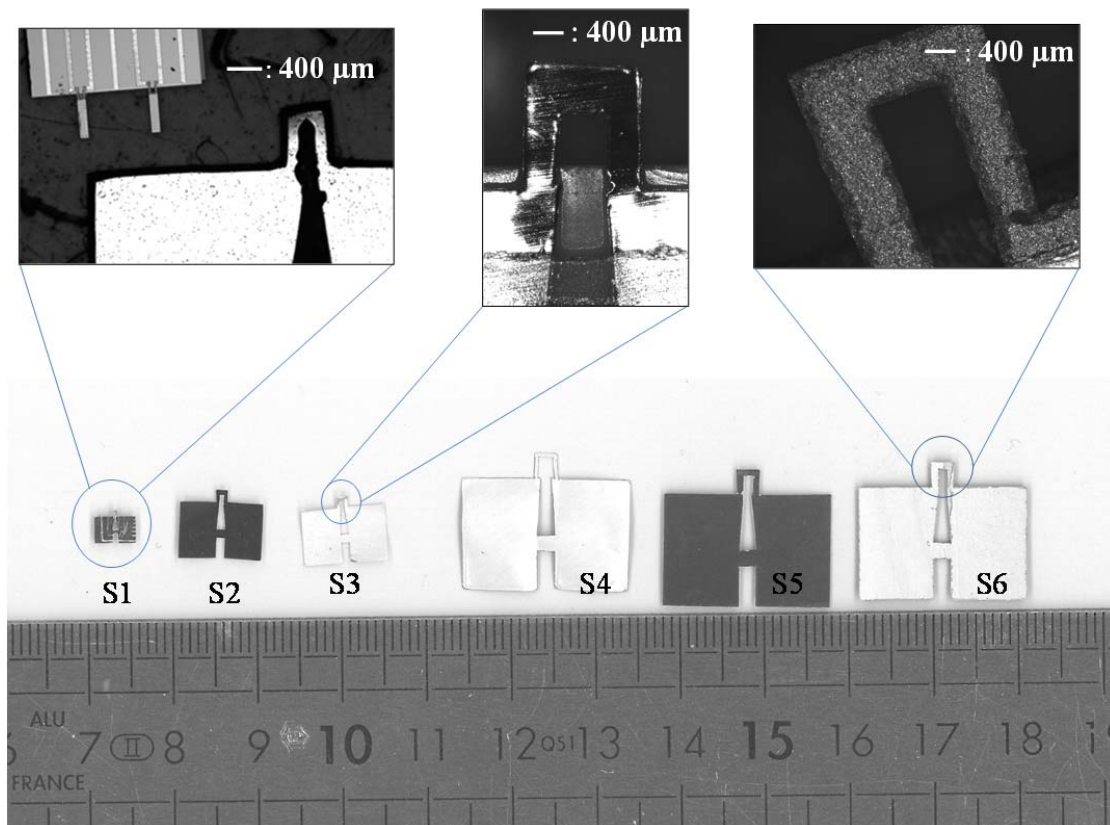


Figure 8 – Vues de différentes structures en « U » découpées. Des zooms au microscope sont présentés pour les structures S1, S3 et S6.

Applications et optimisations

Ces procédés de fabrication offrent en l'état de nombreuses possibilités. La production de dizaines de structures différentes peut ne durer qu'une demi-journée, du dépôt des couches jusqu'à la découpe des structures. En effet les différentes techniques de dépôts présentées ne requièrent ni masquage ni révélation. Cette étape prend donc au maximum 2 heures. Ensuite la découpe des structures est très rapide. La découpe d'une seule structure en « U » nécessite moins de 10 secondes ! Ce procédé est donc parfaitement adapté au prototypage, notamment celui de microstructures. Il sera probablement utilisé au sein de l'équipe pour le test de microstructures polymères comportant des propriétés électrostrictives dans le cadre du projet ELENA, projet financé par l'Agence Nationale de la recherche (ANR) pour la récupération d'énergie [ELE-16]. Le procédé est actuellement utilisé pour découper des structures de test constituées de polymère composite piézorésistif dans le cadre du projet ANR intitulé SoftPiezoRes [SPR-13].

Cette famille de procédés de fabrication pourrait être optimisée. D'une part la résolution de la découpe peut être améliorée. Pour cela il faudrait utiliser des procédés de dépôts de couches fines (comme l'EBPVD) sur des films plus fins, d'une dizaine de microns d'épaisseur par exemple⁶. Cela n'a pas été fait dans cette thèse. D'autre part, les couches polymères utilisées ici (SU8, epoxy) pour démontrer la faisabilité du procédé peuvent être remplacées par bon nombre de couches fonctionnelles (par exemple du Polyétheruréthane (PEUT), pour la détection en milieu gazeux [LOC-07], ou bien des polymères à empreintes moléculaires pour la détection spécifique en milieu liquide [DUB-12]). Finalement, la technique de microdécoupe, associée à différents procédés de dépôt, et notamment de couches sacrificielles, ouvre les portes d'un prototypage rapide de microcomposants efficace et novateur, qui devrait pouvoir être amélioré et se développer d'avantage à l'avenir.

Dans la partie suivante, d'autres types de structures en « U » sont fabriqués spécifiquement pour la mesure de viscoélasticité avec un procédé de fabrication extrêmement simple qui s'avérera très efficace en termes de performances.

2.2 STRUCTURES A BASE DE FIL EN « U »

Les cordes vibrantes de dimension micro ou millimétrique sont de très bons candidats pour la mesure de viscoélasticité [CIO-10]. Néanmoins une corde tendue entre deux extrémités est soumise à une tension mécanique. Cette tension peut d'ailleurs être utilisée pour changer la fréquence de résonance de la corde vibrante [HEI-11]. La corde peut être actionnée électromagnétiquement par le passage d'un courant. Cependant la stabilité expérimentale de ce dispositif s'est avérée limitée. En effet une mesure correcte de la viscosité implique une stabilité parfaite du système vibrant entre différents milieux à caractériser. D'un milieu à l'autre, des paramètres comme la dissipation thermique dans le milieu changent, provoquant de légers changements dans les propriétés des matériaux et dans la tension mécanique appliquée à la corde. Or si la réponse en fréquence de la corde varie avec d'autres paramètres que la viscosité et la masse volumique du milieu à caractériser, il devient compliqué d'en faire un capteur fiable.

⁶ Diminuer l'épaisseur du matériau à découper permet à matériau égal de diminuer la force de la découpe, ainsi que de faire moins pénétrer la lame dans le support. Les contours de la structure découpée sont alors mieux définis.

Depuis longtemps des (macro)viscosimètres à tige vibrante s'affranchissent du problème de tension mécanique et mesurent la viscosité de manière fiable [RET-87, STE-96].

Afin de négliger la tension mécanique et d'obtenir un résonateur stable, en utilisant toujours une corde, on donne à la corde une forme de « U ». Dans ce cas il y a une grande liberté sur les dimensions du « U » formé en termes de longueur totale (L) et de largeur de la structure (b_g). Les seules restrictions concernent le diamètre de la section de la corde (b_p) qui doit rester beaucoup plus petit que les autres dimensions. On peut même miniaturiser aisément le dispositif du « U » vibrant. C'est ce qui a été fait ici.

Un fil d'acier non magnétique de $79 \mu\text{m}$ de diamètre a été utilisé dans la majorité des travaux présentés. Comme montré sur la Figure 9, une petite boucle faite à la main est fixée par un système d'encastrement magnétique (c'est-à-dire en coinçant le « U » entre deux matériaux magnétiques qui s'attirent mutuellement et le maintiennent ainsi en étau). L'encastrement de ce système étant amovible, ce système a permis d'actionner différentes géométries de fil en « U » en modulant la longueur ou la largeur du « U », et en donnant des formes arrondies et non rectangulaires .

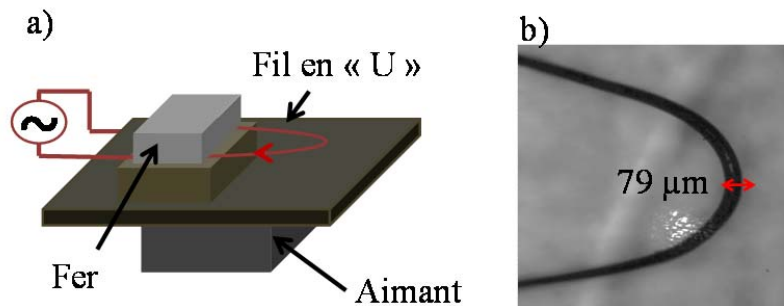


Figure 9 – a) Schéma de l'encastrement et de l'actionnement d'un fil en « U » b) Image au microscope d'une portion de fil en « U ».

Des variantes ont également été réalisées. L'une concerne un autre type d'encastrement : afin de fabriquer des structures plus stables dans le temps, de petites boucles en « U » du même fil, ont été brasées à l'étain sur un PCB aux deux extrémités du « U ».

L'autre concerne le type de fils : notamment, des fils de tungstène de 100 et 200 μm de diamètre ont été utilisés, avec les deux types d'encastrement (encastrement magnétique et brasure).

Ce procédé de fabrication extrêmement simple a permis de fabriquer différentes structures de fil en « U ». En raison du côté artisanal de la technique et de l'utilisation de fils déformables (par nature), la reproductibilité de fabrication n'est pas du tout assurée en utilisant cette technique. Pourtant la caractérisation de ces structures vibrantes, objet de la partie suivante, a permis de démontrer de très bonnes performances en vue d'une utilisation pour la mesure de viscoélasticité, s'affranchissant du manque de reproductibilité.

3 CARACTÉRISATION DES STRUCTURES FABRIQUÉES

3.1 ACTIONNEMENT ET DÉTECTION DES STRUCTURES DÉCOUPÉES

Actionnement

L'actionnement mis en œuvre est un actionnement électromagnétique utilisant la force de Laplace. Il permet d'actionner les structures en « U » de la même manière que les micropoutres actionnées précédemment en milieu gazeux ou liquide.

Détection optique

Dans un premier temps la caractérisation de l'actionnement de ces structures a été faite optiquement en utilisant le vibromètre laser. Les structures S1, S3 et S4 sont actionnées dans l'air et dans l'eau et leur spectre de résonance est mesuré. Le premier mode de résonance de ces trois structures est observable sur la Figure 10. Les facteurs de qualité des différentes structures Q sont indiqués pour chaque mesure (dans la couleur de celle-ci). Comparés à ceux de structures en silicium les facteurs de qualité sont très faibles dans l'air (Q est de l'ordre de 10^3 pour les structures en silicium A, LH et LL alors que pour les structures S1, S3 et S4 il est inférieur à 15) ; à liquide équivalent, les facteurs de qualité sont ici environ deux fois inférieurs à ceux obtenus avec les mêmes poutres en silicium.

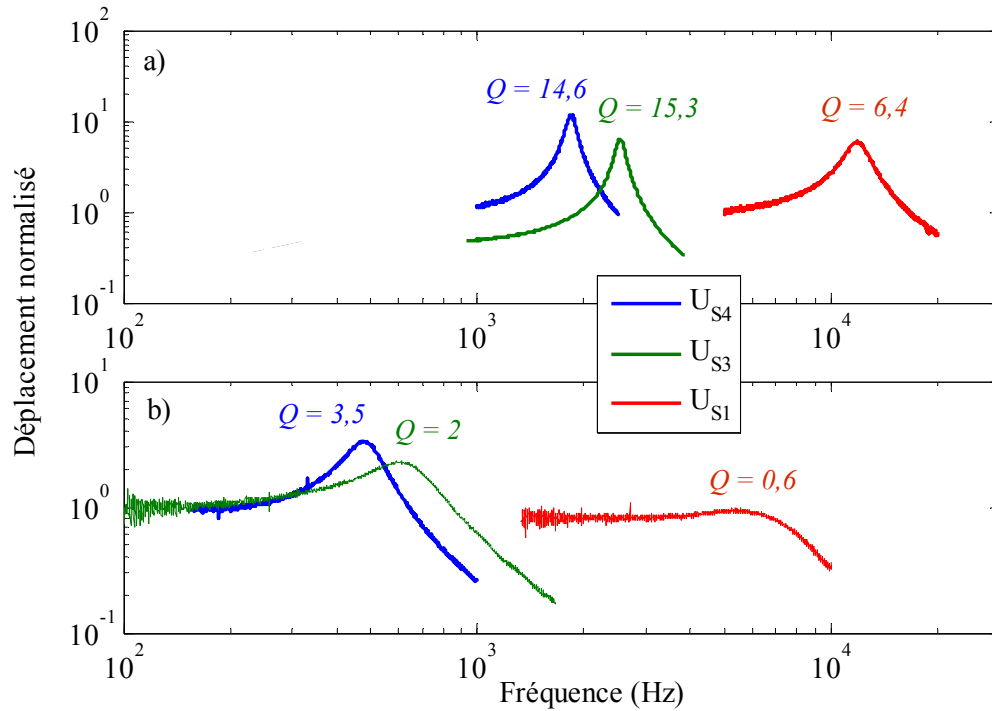


Figure 10 – Spectres de résonance des structures S1, S2 et S3, respectivement a) dans l’air et b) dans l’eau déionisée. Les facteurs de qualité associés à chaque mesure sont également indiqués.

Les performances des structures fabriquées sont donc très inférieures à celles du silicium en milieu gazeux et légèrement inférieures en milieu liquide. Cela est dû à trois facteurs principaux : (1) les dimensions des structures, (2) les pertes internes dans les matériaux liées à la nature viscoélastique des polymères utilisés, (3) les pertes à l’encastrement. Pour préciser l’influence de ces trois facteurs, il nous faut rappeler que le facteur de qualité total de la structure prend en compte l’ensemble des pertes subies par la structure, il s’écrit :

$$\frac{1}{Q_{total}} = \frac{1}{Q_{E^*}} + \frac{1}{Q_{fluide}} + \frac{1}{Q_{encastrement}} + \dots \quad (\text{Eq.2-3})$$

Où Q_{E^*} représente les pertes internes, Q_{fluide} les pertes visqueuses dues au fluide et $Q_{encastrement}$ les pertes à l’encastrement.

- (1) Les structures en « U » caractérisées sont notablement plus grandes que les structures en silicium. Il en résulte des fréquences de résonance plus petites. Ainsi, indépendamment des valeurs de Q_{E^*} et $Q_{encastrement}$, on s’attend à mesurer un facteur de qualité total plus faible que dans le cas du silicium.

- (2) Tout solide viscoélastique présente un module d'Young complexe $E^* = E' + jE''$ où E' représente une partie réelle d'élasticité et E'' une partie imaginaire qui quantifie les pertes visqueuses. Le facteur de qualité lié aux pertes internes viscoélastiques dans une structure mono-matériau s'écrit alors $Q_{E^*} = E'/E''$ [YAS-00]. Le silicium est un matériau essentiellement élastique pour lequel $E' \gg E''$ et donc pour lequel Q_{E^*} est très grand. Les structures S1, S3 et S4 sont constituées d'aluminium et de polymère (plastique ou SU8), dont le comportement au niveau des pertes internes est assimilable à une structure mono-matériau en polymère. Or ces polymères sont des solides viscoélastiques pour lesquels la condition $E' \gg E''$ n'est pas satisfaite. Par conséquent Q_{E^*} est ici faible.
- (3) Quand la micropoutre se déplace, des forces à son encastrement sont appliquées. Ces forces exercées au niveau de la section encastree de la poutre (en $x = 0$), sont décomposable en deux termes : une force de cisaillement dans la direction de l'axe z , et un moment s'exerçant autour de l'axe y . Dans un cas réel, l'encastrement n'est pas parfaitement rigide, la force et ce moment exercés par la poutre déplacent la section de la poutre encastree. Cela entraîne ainsi un travail mécanique. Celui-ci dissipe une partie de l'énergie fournie par la poutre [LOC-07]. Dans le cas des structures découpées, l'encastrement est en plastique. Les pertes à l'encastrement du «U» sont donc importantes de par la nature des matériaux composant l'encastrement de ces structures. Cela induit des facteurs de qualité faibles.

Dans le cas de ces structures en plastique, les pertes internes viscoélastiques dominant dans l'air. En comparaison l'air induit des pertes négligeables sur la structure. Le faible facteur de qualité mesuré dans l'air correspond donc dans ce cas à l'ensemble des pertes propres à la structure. (Le facteur de qualité associé est $Q_{structure}$, et on supposera que $Q_{air} \approx Q_{structure}$).

Le problème d'encastrement a été étudié plus en détail sur la structure S1 dont la fréquence de résonance est comparable à celles des structures en silicium (pour s'affranchir du facteur (1)). Un maillage de mesure a été fait au vibromètre, comme dans la partie 1.1. Les déplacements de la structure et de l'encastrement ont pu ainsi être reconstitués et représentés sur la Figure 11.

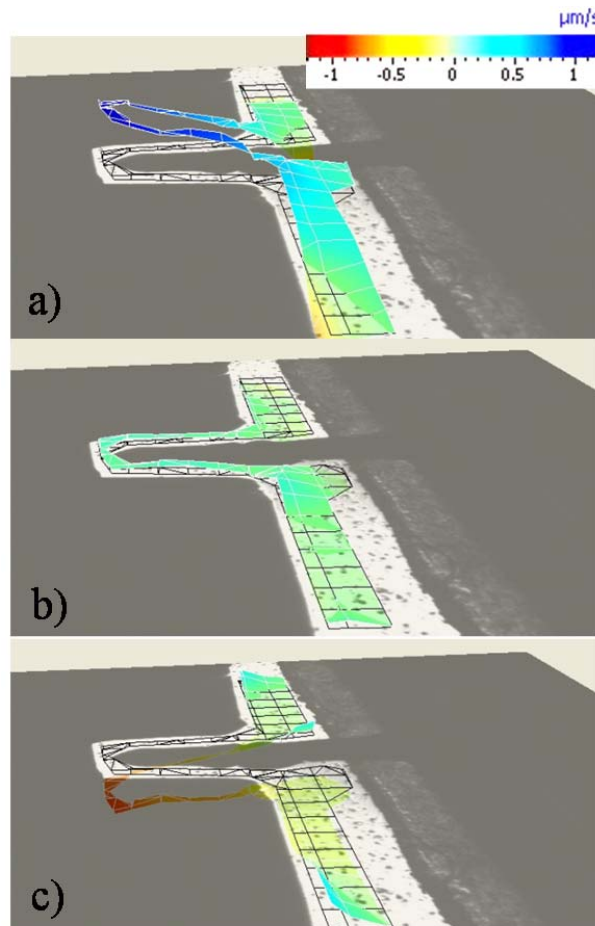


Figure 11 - Représentation spatiale des modes de vibration de la structure S1 à partir des mesures faites en chaque point d'un maillage de la structure incluant l'encastrement.

Sur la Figure 11, on peut voir que l'encastrement vibre lorsque la structure en « U » est en vibration. Cela crée donc d'importantes pertes dans la structure en plastique qui expliquent le faible facteur de qualité mesuré dans l'air ($Q = 6,4$). Pour pallier ce problème il faudrait pouvoir solidariser tout l'encastrement à une structure épaisse et rigide. Cela n'a pas été fait sur cette petite structure mais sur des structures plus grandes un simple collage a pu améliorer l'encastrement. Ce point a donc été amélioré partiellement en vue de la mesure de viscoélasticité de liquides.

Détection électrique

Les structures découpées sont utilisables en tant que prototypes mais la détection intégrée de la vibration n'a pas pu être optimisée durant la thèse par manque de temps. Néanmoins, deux types de caractérisations électriques intégrées de ces structures ont été tentés.

La première tentative utilise la couche semiconductrice présente sur une face des structures en époxy ou en papier (structures S2 et S5 sur la Figure 8). Cette couche n'est pas présente uniformément sur toute l'épaisseur des structures en « U ». Dans le cas du premier mode hors-plan, la couche subit donc une compression lorsque la poutre se déplace du côté de la face résistive ou une elongation dans l'autre sens. On peut donc la considérer comme une jauge de contrainte piézorésistive sensible aux contraintes subies par la structure lors de son actionnement. Cependant la couche s'étend sur toute la surface de la structure, elle n'est pas localisée là où la contrainte mécanique est maximale (généralement à l'encastrement). La variation de résistivité due à une contrainte étant moyennée sur toute la surface de la poutre, la sensibilité d'une telle jauge de contrainte est nécessairement faible. De plus, le graphite, constituant en partie la couche piézorésistive, est un matériau piézorésistif aux qualités moyennes. Pour ces raisons, la mesure par piézorésistance de la déflexion de « U » n'a pas abouti pour ces structures. Elle nécessite des optimisations (dans la géométrie et le placement des piézorésistances).

La seconde méthode de mesure intégrée consiste à mesurer dans l'air la tension induite en fonction de la fréquence aux bornes du « U » (face métallique conductrice). Une mesure comparant la réponse induite due à la vibration d'une structure en « U » avec le déplacement mesuré en un point au vibromètre a été faite. La Figure 12 présente les résultats obtenus pour une structure en aluminium en forme de « U » de géométrie identique à la structure S4.

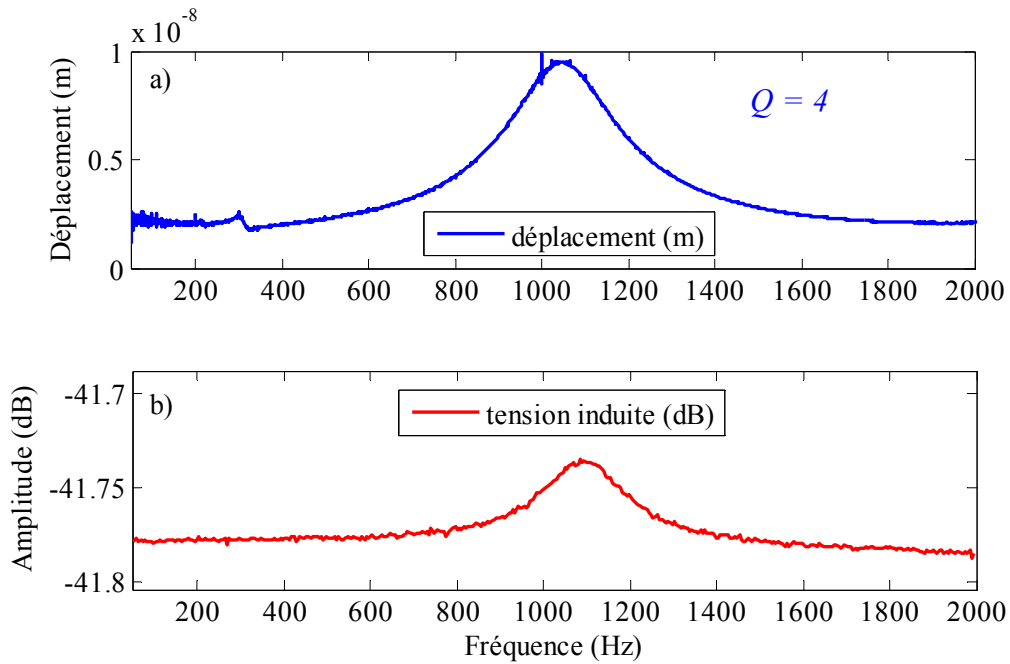


Figure 12 – a) Déplacement de la structure en « U » mesurée dans l’air en un point au vibromètre, b) Mesure de la réponse induite aux bornes du « U » à l’aide d’une détection synchrone.

La réponse induite de la structure a pu être obtenue malgré un facteur de qualité égal à 4. Cela est dû à une grande variation du flux coupé par le « U » grâce à la grande surface sans conducteurs au milieu du « U » et aux déplacements importants de la structure. On peut remarquer que la dynamique verticale du pic de résonance n’excède pas 0,1 dB (cf. Figure 12-b). Une forte tension sinusoïdale (une sorte « d’offset ») nécessaire à actionner la structure limite la dynamique de l’amplitude du pic de résonance. En effet la tension d’actionnement est plusieurs ordres de grandeur plus importante que la tension induite mesurée dans le même temps aux bornes du fil en « U ». Cela explique la faible amplitude du pic de résonance (0,2 dB) et le fort « offset » mesuré (-41,78 dB) dû à la tension d’actionnement. De plus le pic de résonance mesuré optiquement diffère de 41 Hz du pic de résonance mesuré électriquement. Trois facteurs peuvent expliquer cette différence : (1) un couplage parasite peut décaler le pic de résonance mesuré électriquement [NIE-12] ; (2) la mesure faite au vibromètre présente une tension d’actionnement 10 fois inférieure à celle de la mesure électrique ; (3) les deux mesures n’ayant pas été faites de manière synchrone, les conditions expérimentales (et en particulier d’encastrement de la structure) ont pu être légèrement modifiées.

Finalement les structures fabriquées peuvent être actionnées électromagnétiquement par la force de Laplace puis leur vibration peut être mesurée soit optiquement grâce au vibromètre, soit électriquement en mesurant la réponse induite aux bornes du « U ». Au moins un type de détection électrique intégrée a donc été démontré sur ces structures.

Afin de gagner en sensibilité sur la mesure, une structure métallique, rigide et ayant un bon encastrement doit être développée. Les structures à base de fil en « U », initialement inspirées des cordes vibrantes sont de bons candidats. La caractérisation de fils en « U » concerne la partie suivante.

3.2 ACTIONNEMENT ET DETECTION DE FIL EN “U”

Les structures à base de fils en « U » ont été actionnées électromagnétiquement de la même manière que les structures découpées. La vibration de la structure a été mesurée optiquement à l'aide du vibromètre et électriquement par la lecture de la tension induite à l'aide d'une détection synchrone.

A l'inverse des structures découpées, les structures à base de fil en « U » ne présentent pas de surfaces planes réfléchissantes. Ainsi pour ces dispositifs, la mesure optique de la vibration du « U » est plus difficile que la mesure de la tension induite du fil en « U », plongé dans un fort champ magnétique.

Par ailleurs, la structure est entièrement métallique. Le module d'Young est donc majoritairement réel et les pertes internes dans le matériau négligeables. De plus le fil peut être encastré de manière quasi-parfaite limitant là aussi les pertes.

La mesure de la tension induite est faite à l'aide d'une détection synchrone de la manière indiquée sur la Figure 13. La tension sinusoïdale appliquée (V_{app}) par la détection synchrone est connectée au fil en « U » en série avec une résistance de 50 ohms. La tension induite est mesurée directement aux bornes du fil en « U » (V_{mes}).

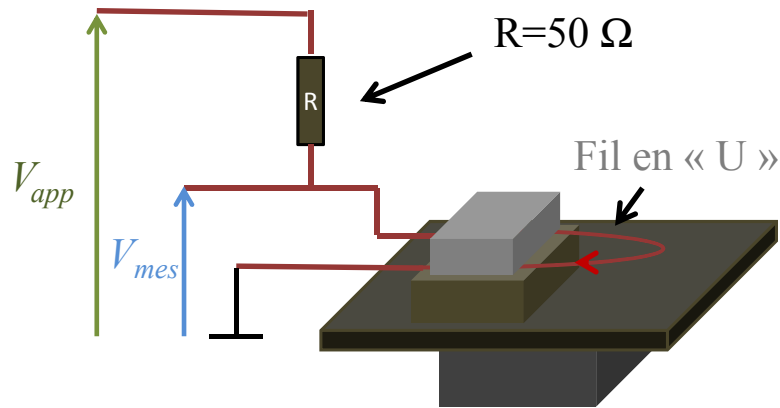


Figure 13 – Tension appliquée V_{app} et mesurée V_{mes} aux bornes du fil en « U » à l'aide d'une détection synchrone.

Une structure en « U » implique beaucoup de degrés de liberté dans la forme de celui-ci. Comparé au « U » planaire présenté sur la figure 1, il y a des variations de planéité, les angles ne sont pas droits, les segments ne sont pas rectilignes. Tous ces facteurs sont trop imbriqués pour être étudiés séparément sans une analyse poussée, mais comme on le verra par la suite, nous avons réussi à passer outre à des fins de caractérisation rhéologique.

En revanche, nous étudions ici l'influence du rapport longueur/largeur (en considérant en première approximation que les autres facteurs ont une influence négligeable) car cela permet de quantifier l'importance des modes de résonance antisymétriques.

Le système de mesure à encastrement ajustable a permis cette étude, validant sous conditions les hypothèses faites dans la partie 1.1 de ce chapitre sur la mesure électrique de modes antisymétriques. Pour cela deux cas extrêmes sont ici montrés et caractérisés aussi bien électriquement qu'optiquement.

Tout d'abord un fil en « U » dont la largeur dépasse la longueur du « U » est caractérisé. Les mesures optique et électrique ainsi qu'une image au microscope de la structure sont montrées dans la Figure 14. Optiquement, sur Figure 14-a, la structure a une première résonance à 10,03 kHz et un facteur de qualité de 41,8 pour ce mode principal. Le deuxième mode montré sur la figure correspond à un mode antisymétrique (cela a été vérifié au moyen d'un scan fait avec le vibromètre sur le pourtour du fil en « U »). Ce second pic de résonance est dans ce cas inférieur en amplitude au premier mode et non mesurable électriquement (c'est pourquoi on ne l'a pas

montré sur la Figure 14-c) contrairement à ce qui avait été mesuré et déduit dans la première partie de ce chapitre. Les modes antisymétriques ne sont donc pas plus efficaces *dans tous les cas* et la réponse induite de ces modes n'est pas toujours mesurable.

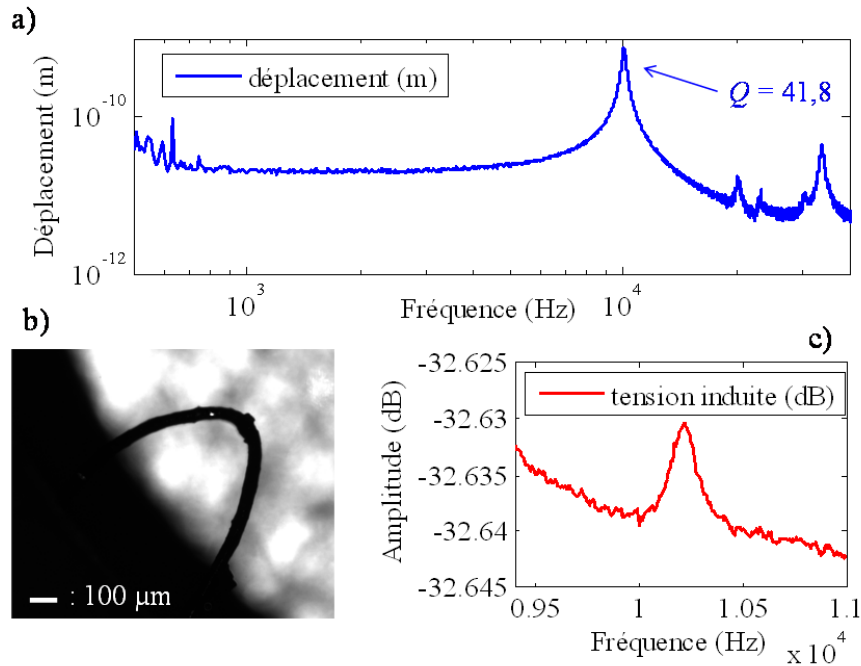


Figure 14 – a) Spectre de vibration moyenné, mesuré au vibromètre, de la structure en « U » montrée en b ; b) Image de la structure au microscope; c) réponse induite mesurée aux bornes du « U » autour du premier mode de résonance.

Une autre structure en « U » a été réalisée avec le même fil : le « U » a été rallongé en décalant l'encastrement manuellement (à l'aide du système à encastrement magnétique ajustable). Le « U » formé est ainsi 5 fois plus long que large. Les mesures optique et électrique de la vibration ont été faites (cette fois-ci un scan complet de la structure n'a pu être enregistré), la mesure optique est donc faite au milieu d'un des bras du « U ».

La structure a plusieurs modes de résonance observables sur la Figure 15. Le mode présentant la plus grande amplitude a une fréquence de résonance de 1,56 kHz et un facteur de qualité de 243,9, ce qui en fait un bon résonateur mécanique. Ce mode de vibration correspond au premier mode de vibration anti-symétrique, cela a été vérifié à l'aide du vibromètre (en mesurant l'amplitude du déplacement en différent point de la structure où le signal était suffisant). La

mesure de la tension induite (Figure 15-c) nous montre la dominance de ce mode par rapport aux autres modes à peine mesurables.

Pour ce « U », les modes antisymétriques sont donc dominants comme cela avait été observé dans la première partie de ce chapitre. De plus ils sont plus faciles à mesurer électriquement, la tension induite étant plus élevée que pour les modes symétriques de la même structure (ici 1,5 dB d'amplitude).

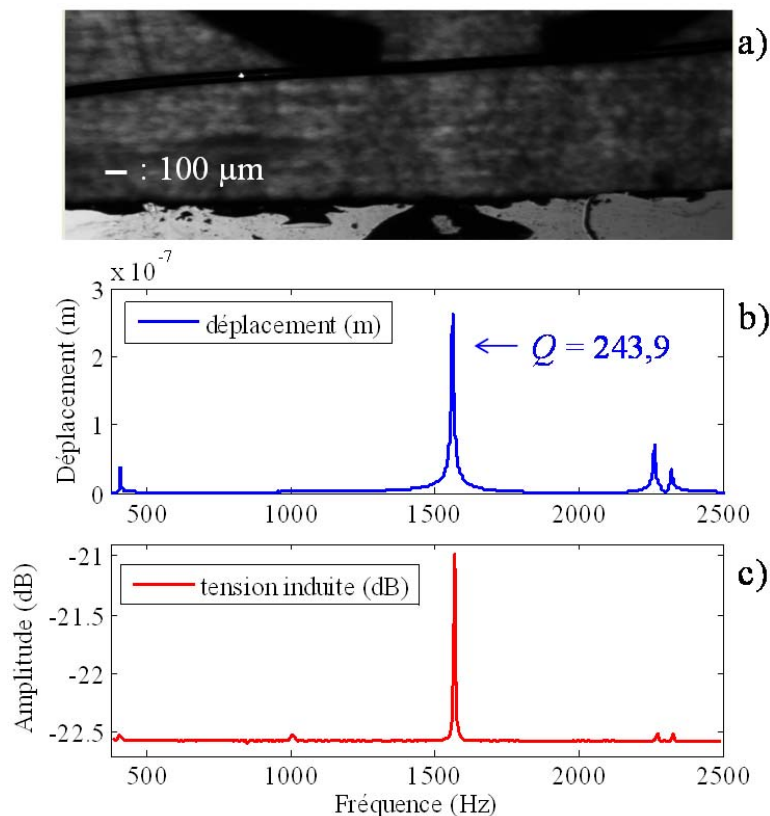


Figure 15 – a) Image au microscope d’un des bras du « U » ; b) spectre de déplacement ponctuel mesuré au milieu d’un des bras du « U » ; c) mesure de la tension induite aux bornes du « U ».

Les structures en « U » peuvent donc avoir des modes antisymétriques dominants ou non en fonction des dimensions du « U ». Si le « U » est plus long que large, les vibrations de la structure sont facilement mesurables électriquement. Ce type de mesure a donc été utilisé en milieu liquide, pour la mesure de viscoélasticité.

Un « U long » a été utilisé pour effectuer des mesures en milieux liquides. La Figure 16 montre la mesure de la réponse induite de ce « U » pour deux modes de résonance. Le mode

antisymétrique (mode 2) présente bien une amplitude plus importante que le premier pic de résonance (mode 1). Ces deux modes de résonance sont respectivement mesurés dans l'air, dans l'eau déionisée, dans le polyacrylamide (PAM) 500 ppm, puis 1000 ppm. Cette série de liquides présente une viscosité croissante ; on observe donc un élargissement des pics d'une mesure à l'autre et un décalage vers les basses fréquences des fréquences de résonance.

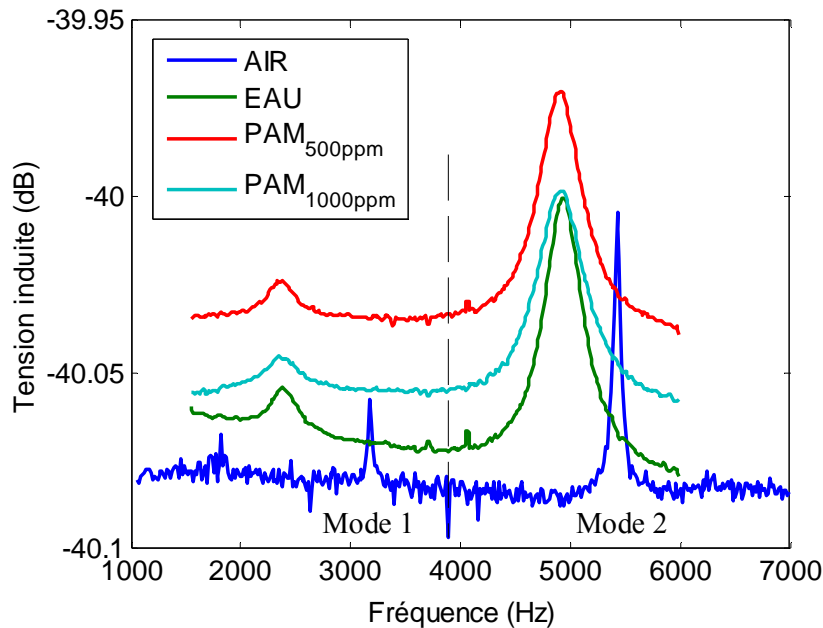


Figure 16 – Mesure de la réponse induite aux bornes d'un « U » long dans la plage de fréquence 1-7 kHz, dans l'air, l'eau déionisée, le polyacrylamide 500 ppm puis 1000 ppm. Un trait discontinu sépare artificiellement la région du mode 1 et du mode 2.

Ces fils en forme de « U long » permettent une caractérisation électrique aisée. Ceci permettra de caractériser des fluides opaques par la mesure de tension induite en utilisant le 1^{er} mode antisymétrique. Cette mesure de tension induite est moins aisée pour les « U » courts, pour les modes symétriques comme pour les modes antisymétriques. Elle est impossible avec des micropoutres en silicium, en raison d'un flux coupé trop faible. Aucune autre tentative de caractérisation électrique avec les micropoutres (en utilisant les jauges piézorésistives) n'a été concluante en milieu liquide (plus de détails sur ce point est donnée dans la section 1 du chapitre 4). Les résultats montrés ici sont donc importants en vue de la mesure en milieu opaque.

La mesure en milieu translucide puis opaque, pour la caractérisation de la viscoélasticité, est illustrée pour les structures découpées comme pour les fils en « U » dans la partie suivante.

4 APPLICATION : MESURES RHEOLOGIQUES

4.1 MESURE DE VISCOSITE AVEC LES STRUCTURES DECOUPEES

Les structures fabriquées avec le procédé de découpe n'ont pas, à la date d'écriture du manuscrit, subi assez d'optimisations en termes de dimensions et de qualité d'encastrement pour permettre une lecture électrique intégrée de la résonance des structures fiable et performante en milieu liquide comme c'est le cas des fils en « U ». La mesure de la résonance des structures se fait donc de manière optique en utilisant le vibromètre. La Figure 17 présente la mesure du premier mode d'une structure en « U » (de type S2) mesurée dans l'air puis immergée dans différentes huiles silicone de viscosité calibrée (5, 50 et 100 cP). Ces liquides sont des fluides newtoniens de masse volumique comprise entre 916 et 965 kg.m^{-3} selon la viscosité.

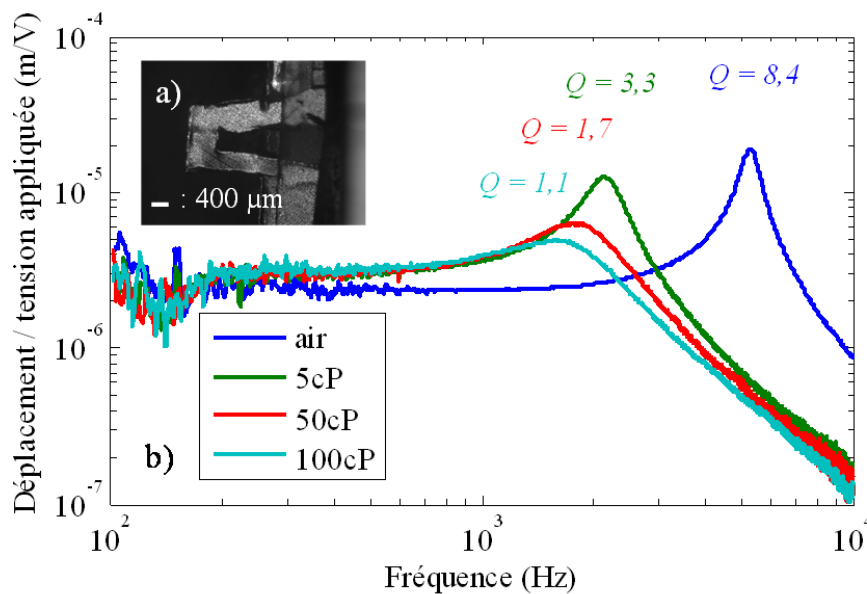


Figure 17 – a) Image de la structure en « U » utilisée ; b) spectres de résonance de la structure mesurés au vibromètre respectivement dans l'air, et dans les huiles silicone de viscosité 5 cP, 50 cP, 100 cP. Les facteurs de qualité respectifs sont indiqués dans la couleur de la mesure.

La structure utilisée est photographiée sur la Figure 17-a. Les différents spectres amortis de manière croissante en fonction de la viscosité croissante des fluides testés sont observables sur la Figure 17-b. Le facteur de qualité dans l'air étant faible ($Q = 8,4$, signe que les pertes internes ainsi que celles dues à l'encastrement sont grandes), les pertes visqueuses en milieu liquide imposent à la structure un facteur de qualité faible de 3,3 pour une viscosité de seulement 5 cP.

La structure n'est donc pas très sensible aux variations de viscosité et ne fonctionne que sur une gamme limitée de viscosité. En effet au-delà de 100 cP, le facteur de qualité sera inférieur à 1. Il sera donc difficilement mesurable et exploitable par notre méthode de calcul.

La méthode calculant la viscosité complexe à partir de la fréquence propre f_0 et du taux d'amortissement ξ a été décrite dans la partie 3 du chapitre 1. En effet, les calculs sont les mêmes qu'il s'agisse d'une micropoutre ou d'une structure en « U » [BEL-08]. Elle permet le calcul de G' et G'' à la fréquence propre du résonateur dans le milieu. Cette méthode permet également, pour un fluide newtonien, le calcul de la viscosité réelle (η) et de la masse volumique (ρ_{fluide}) du liquide [BEL-08]. Dans ce cas deux expressions détaillées à la suite (Eq.3-3, 4-3) sont utilisées pour le calcul de ces deux paramètres η et ρ_{fluide} fonction de g_1 et g_2 . Ici g_1 et g_2 sont alors calculés en fonction de f_0 et ξ selon les équations détaillés dans la partie 3 du chapitre 1.

$$\rho_{\text{fluide}} = \frac{2\pi f_0 g_2 (2a_1 b_2 - a_2 b_1) + a_2 \left(g_1 a_2 - \sqrt{(2\pi f_0 g_2 b_1 - a_2 g_1)^2 + 8\pi f_0 g_2 g_1 a_1 b_2} \right)}{\pi^2 b^2 f_0 a_1 (2a_1 b_2 - a_2 b_1)} \quad (\text{Eq.3-3})$$

$$\eta = \frac{a_1 \left(2\pi f_0 g_2 b_1 + g_1 a_2 - \sqrt{(2\pi f_0 g_2 b_1 - a_2 g_1)^2 + 8\pi f_0 g_2 g_1 a_1 b_2} \right)^2}{\pi (a_1 b_2 - a_2 b_1) \left(2\pi f_0 g_2 (2a_1 b_2 - a_2 b_1) + a_2 \left(g_1 a_2 - \sqrt{(2\pi f_0 g_2 b_1 - a_2 g_1)^2 + 8\pi f_0 g_2 g_1 a_1 b_2} \right) \right)} \quad (\text{Eq.4-3})$$

Le calcul nécessite quelques paramètres physiques de la structure en « U » découpé tel que la largeur b , ou encore l'épaisseur h , la masse volumique ρ et la fréquence propre, f_{vide} , du « U » dans le vide (paramètres nécessaire pour le calcul de g_1 et g_2). De plus, comme vu précédemment, les pertes internes et les pertes à l'encastrement sont non négligeables pour ces structures. Elles ont donc été soustraites et le facteur de qualité appliqué à la méthode, corrigé de la manière suivante :

$$\frac{1}{Q_{\text{fluide}}} = \frac{1}{Q_{\text{mes}}} - \frac{1}{Q_{\text{air}}} \quad (\text{Eq.5-3})$$

Ainsi afin de calculer les propriétés viscoélastiques d'un fluide, la méthode de calcul utilise dans ce cas la fréquence propre mesurée dans le fluide, f_{mes} , et le facteur de qualité corrigé correspondant aux pertes dues au fluide Q_{fluide} . Les paramètres physiques mesurés nécessaires au calcul ainsi que les résultats calculés sont détaillés dans la Figure 18.

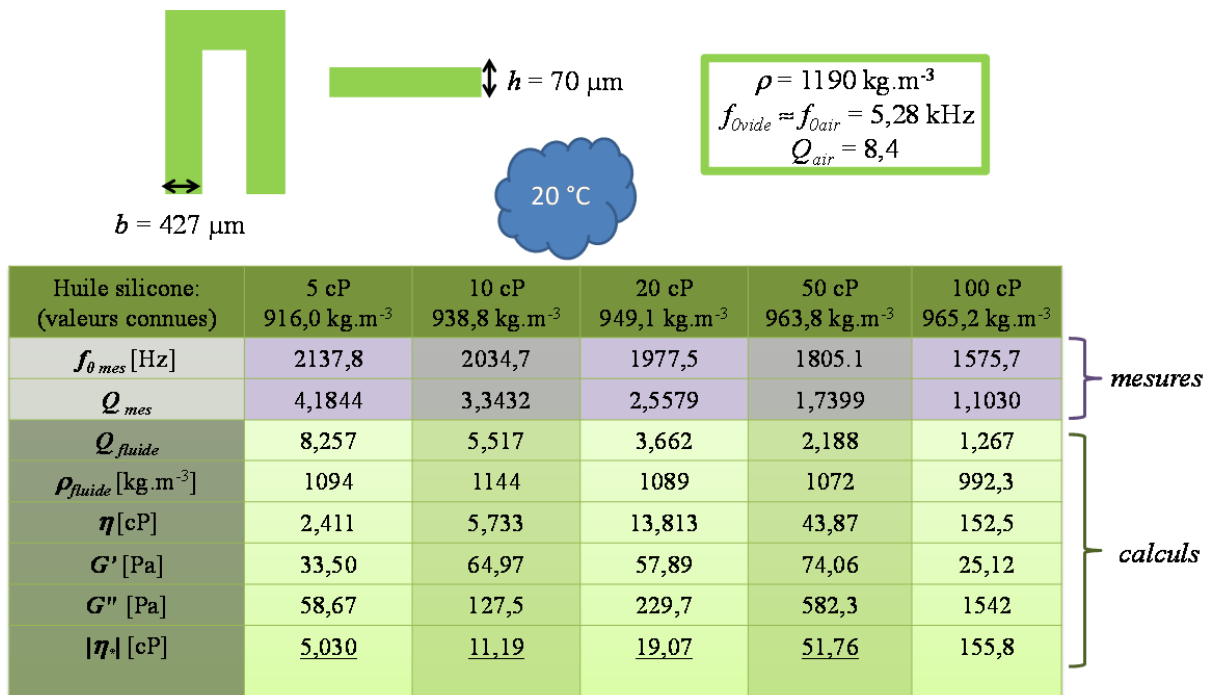


Figure 18 – Données de modélisation, paramètres physiques mesurés, et calcul des propriétés de masse volumique et de viscoélasticité des fluides.

La structure en « U » présentée Figure 17.a et les mesures correspondantes présentées Figure 17.b ont été utilisées. La largeur d'un seul bras du « U » est considérée⁷, elle vaut $b = 427 \mu\text{m}$. L'épaisseur de la structure utilisée a été mesurée, $h = 70 \mu\text{m}$. La masse volumique de la structure, difficile à mesurer précisément a été estimée égale à celle de la SU8, constituant majoritaire de la structure ($\rho = 1190 \text{ kg.m}^{-3}$). La température de référence de toutes les mesures faites est $20 \text{ }^\circ\text{C}$. Ainsi les masses volumiques des huiles silicone calibrées en viscosité ont été mesurées à cette température avec une microbalance. Les mesures de la fréquence propre, $f_{0\text{ mes}}$, et du facteur de qualité mesuré, $Q_{\text{ mes}}$, ont été extraites des mesures faites au vibromètre dans ces huiles. Ensuite pour chaque huile, les valeurs de viscosité newtonienne et de masse volumique ont pu être calculées ainsi que G' et G'' en utilisant le modèle décrit dans la partie 3 du chapitre 1. A partir de G' et G'' le module de la viscosité complexe est calculé.

⁷ Une structure en « U » rectangulaire, présentant une largeur de bras suffisamment petite devant la largeur totale de la structure, peut être assimilable pour le premier mode symétrique à une poutre de même longueur et de même épaisseur que le « U » mais de largeur équivalente à celle d'un bras. Ceci a été vérifié en simulation.

La viscosité newtonienne et la masse volumique calculées (en utilisant les équations 3.3 et 3.4 obtenues par notre équipe et présentés dans [YOU-11]) n'approchent que grossièrement les valeurs physiques connues des huiles. Par contre le module de la viscosité complexe est beaucoup plus précis. La viscosité des quatre premières huiles est mesurée avec une erreur inférieure à 10% dans le pire des cas. Une forte erreur d'estimation de la viscosité apparaît pour l'huile de 100 cP (on calcule 155 cP), c'est-à-dire pour un facteur de qualité mesuré très proche de 1. Or dans ce cas, la mesure exacte de Q devient peu précise alors que justement, pour ces viscosités, la variation de facteur de qualité en fonction de la viscosité est beaucoup plus faible. Par conséquent, l'incertitude sur ce paramètre mesuré conduit à une erreur plus grande sur les différents paramètres calculés par la suite. En résumé, la méthode de calcul de la viscosité utilisée est peu fiable pour des facteurs de qualité proche ou inférieurs à 1.

Les valeurs calculées pour G' et G'' peuvent paraître surprenantes. En effet le fluide étant newtonien, G' est supposé être nul. Cependant comme vu au chapitre précédent, c'est rarement le cas lors d'une mesure expérimentale. La limite de sensibilité du capteur, ajoutée dans ce cas à l'imprécision du modèle (ici approximation du déplacement de la structure avec une fonction de transfert du second ordre, cf. Chap.2, section 2.3) donne presque toujours une mesure d'élasticité faible mais non nulle. De ce fait, pour les faibles viscosités, l'écart entre G' et G'' est de l'ordre d'un facteur 2, alors qu'il atteint un facteur 60 pour l'huile de viscosité 100 cP. Si G' ne dépasse pas quelques dizaines de Pascals et que G'' est suffisamment grand, le fluide est donc newtonien. Le niveau de bruit sur G' en utilisant cette méthode est donc de l'ordre de 20 Pa.

La méthode de calcul de la viscoélasticité utilisant G' et G'' montre ici de bons résultats pour estimer la viscosité à travers le module de la viscosité complexe. Cette méthode a donc été utilisée, dans la partie suivante. Un fil en «U» y est utilisé pour caractériser un fluide viscoélastique en cours de formation : la mesure en continu de la viscoélasticité est faite durant la fermentation du yaourt.

4.2 MESURE DE VISCOELASTICITE AVEC LES FILS EN «U»

Dans cette partie, le fil utilisé est un fil d'acier de 79 μm de diamètre. La méthode de calcul des propriétés viscoélastiques est celle présentée dans la partie 3 du chapitre 1. Elle nécessite la

fréquence propre dans le vide du résonateur, ainsi que la fréquence propre et le facteur d'amortissement de ce même résonateur immergé dans le milieu à caractériser. A partir de ces paramètres, la méthode permet le calcul de G' et G'' à la fréquence propre du résonateur dans le milieu. Dans le cas du fil en « U », la géométrie supposée dans la modélisation de la force hydrodynamique est celle, résolue depuis longtemps [ROS-89], du cylindre plein de section circulaire de très petit diamètre devant la longueur du cylindre (cf. Chapitre 1. Section 3.1). Ici pour ne pas changer la modélisation de la force hydrodynamique, les coefficients de linéarisation ont été déterminés en effectuant un développement de Taylor du cas cylindrique. Ainsi pour une section circulaire : $a_1=1, a_2=4, b_1=4, b_2=4$.

En pratique, dans le cas d'une mesure non-optique de la résonance du fil en « U », un algorithme de correction est utilisé. Celui-ci a été développé par Alexander Niedermeyer *et al.* [NIE-12] et a été détaillé dans la partie 3.3 du chapitre 1. Cette méthode performante a permis d'améliorer grandement la précision des résultats obtenus (comparé notamment aux résultats antérieurs utilisant la même méthode analytique sans cette correction [YOU-11]). Le diagramme résumant la méthode de traitement et l'obtention des valeurs de viscoélasticité est présenté dans la Figure 19.

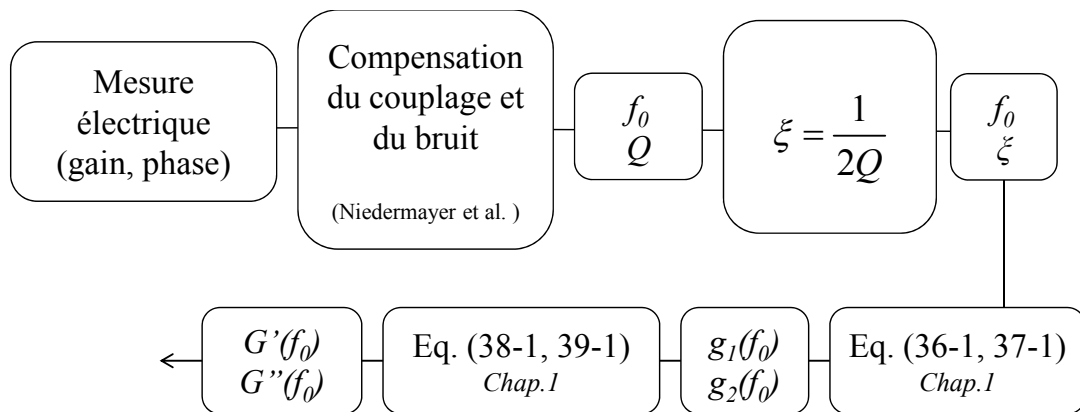


Figure 19 – Résumé de la méthode de calcul de G' et G'' .

Cette méthode de traitement s'est avérée très robuste et efficace durant un test de contrôle de la viscoélasticité réalisé afin de valider complètement la méthode proposée. Le suivi de la viscoélasticité durant la fermentation du yaourt a été choisi comme preuve de concept de la méthode proposée. Ce suivi est intéressant car la mixture étudiée a d'abord un comportement plutôt newtonien avant de s'épaissir et de devenir fortement viscoélastique. De plus la

fermentation du yaourt est un procédé bien connu, durant lequel l'évolution de la viscoélasticité est classiquement mesurée à partir du changement de pH de la mixture [SOU-07].

Des images de l'installation de la mesure, qui a été reproduite avec succès trois fois, sont présentées dans la Figure 20. Les mesures ont été effectuées à l'aide d'une structure en forme de « U » (Figure 20-a). Ce « U » est encastré dans « une piscine » en plastique, puis connecté à un connecteur BNC. Un aimant puissant de 1 Tesla placé derrière la piscine assure un fort champ magnétique, d'environ 40 mT, à l'emplacement du « U » (Figure 20-b). Le capteur a été immergé avec des thermocouples (pour le contrôle de la température) dans le mélange préparé à base de lait (Figure 20-c). Le yaourt obtenu en fin de procédé a été pris en photo (Figure 20-d). On peut ainsi se rendre compte du caractère compact et visqueux du fluide obtenu. Enfin avant et après le procédé de fermentation, la masse volumique de la mixture a été mesurée avec une configuration spécifique de microbalance (Figure 20-e). Elle permet la mesure de la masse volumique à partir du principe de la poussée d'Archimède⁸. Ce dispositif permet de mesurer très précisément (à 0,1% près) la masse volumique de la mixture avant et après la fermentation.

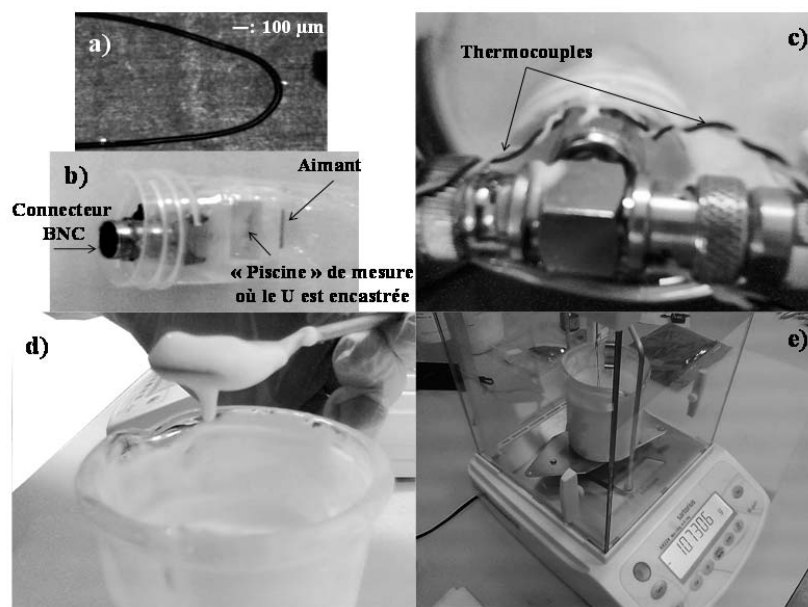


Figure 20 – a) Image au microscope d'une partie du « U », b) image du capteur intégrant récipient de mesure, connecteur et fil en « U », c) capteur immergé avec deux thermocouples, d) yaourt obtenu en fin de procédé, e) système de mesure de la masse volumique.

⁸ Un volume calibré, de masse connue est suspendu dans l'air et sa masse est mesurée en permanence par la balance. Une fois le volume immergé dans le liquide, celle-ci « pèse moins lourd » à cause de la poussée d'Archimède. Ce déficit de masse est fonction de la masse volumique du fluide.

Au départ, un volume de 168 ml de lait entier est mélangé avec 32 ml de yaourt. Ensuite, une première mesure de la masse volumique est réalisée avec le dispositif spécifique, à 9 ° C ; elle est de 1035 kg.m⁻³. La masse volumique est mesurée 15 heures plus tard, à 19,2 ° C, après que le lait se soit transformé en yaourt. La masse volumique est de 1051 kg.m⁻³ (cette dernière mesure est plus complexe en raison des propriétés viscoélastiques spécifiques du yaourt : la mesure doit être stabilisée pendant 2 heures pour obtenir une valeur constante). Entre ces deux mesures, le mélange est chauffé par une plaque chauffante à une température proche de 37 ° C pendant 8 heures, et la température est mesurée une fois par minute à l'aide des thermocouples. Le processus de fermentation se produit pendant cette période. Le spectre de résonance de la structure en « U » utilisée pour cette expérience a été mesuré dans l'air au préalable. On peut voir sur la Figure 21-a que deux modes sont initialement mesurables dans l'air. En pratique c'est le second mode, ayant une amplitude beaucoup plus importante qui est utilisé. Ce deuxième mode est un premier mode antisymétrique comme ceux étudiés puis caractérisés dans les parties précédentes de ce chapitre sur différentes structures en « U ». L'intérêt de ce type de mode est donc une fois de plus confirmé.

L'amplitude et la phase de la tension induite aux bornes du « U », autour du pic de résonance, sont continuellement acquises par la détection synchrone. La fréquence de résonance et le facteur de qualité sont calculés en temps réel après chaque acquisition de spectre à l'aide de la correction de Niedermayer *et al.* [NIE-12]. Sur les figures 21-b et 21-c, la minute 200 correspond à l'allumage de la plaque chauffante et à l'élévation de la température de la mixture à 37 °C. Une fois que la température du mélange est proche de 37 ° C, le processus de fermentation démarre de façon efficace. Au bout de 100 minutes, le facteur de qualité commence à diminuer (Figure 21-b). Le mélange devient plus visqueux. Une fois que le yaourt est formé, la fréquence de résonance commence à diminuer fortement (Figure 21-c).

Ces données brutes mesurées durant l'expérience ont permis de calculer durant toute la fermentation du yaourt l'évolution de la viscoélasticité en calculant la partie élastique $G'(f_0)$ et visqueuse $G''(f_0)$ du module de cisaillement pour chaque couple de fréquence de résonance et de facteur de qualité mesuré. Le module de la viscosité complexe peut être ensuite calculé à partir de

ces deux valeurs comme cela a été vu au premier chapitre (section 1.1.2 et section 1.3). La masse volumique mesurée au début de l'expérience est utilisée dans le calcul⁹.

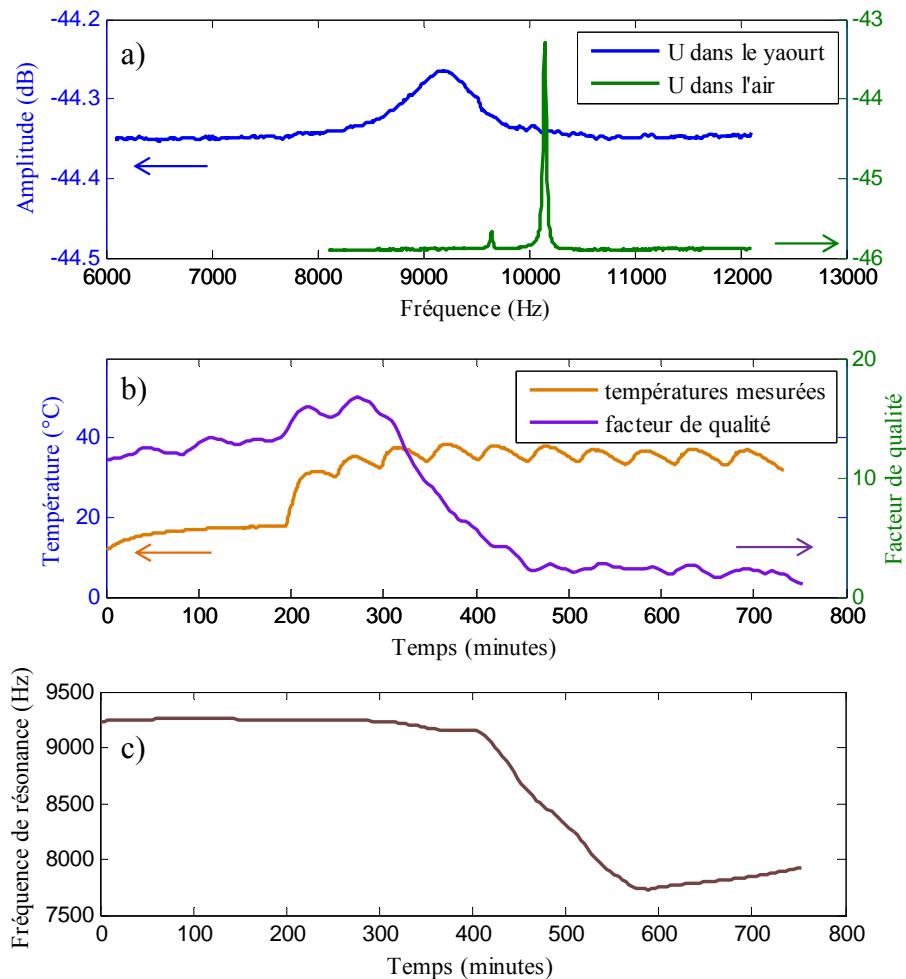


Figure 21 – a) Module de la tension induite respectivement mesurée dans d'air puis dans la mixture de yaourt, b) température et facteur de qualité mesurés durant l'expérience, c) fréquence de résonance mesurée durant l'expérience.

Les résultats de ce suivi sont présentés sur la Figure 22.

Dans la littérature, la méthode la plus largement utilisée pour le suivi de la viscosité lors de la formation du yaourt est effectuée en mesurant l'acidité du mélange. Ensuite un modèle permet le

⁹ Pour un calcul parfaitement correct, la masse volumique aurait dû être corrigée en fonction de la température. En pratique c'est plus difficile de la connaître durant le processus à cause de l'évaporation, de l'épaississement, etc... L'influence des quelques pourcents d'erreur sur la masse volumique, est du même ordre de grandeur sur le calcul de G' et G'' (ceci a été vérifié en simulation). C'est une influence faible qui a été négligée.

calcul de la viscosité par rapport à la valeur du pH mesuré [SOU-07]. Les courbes de viscosité en fonction du temps obtenues sont comparables à celle présentée dans la Figure 22-a. De plus dans les travaux cités [SOU-07], les auteurs ont un plateau initial de viscosité autour de 10 mPa.s et un plateau final d'environ 200 mPa.s. Ici, sur la Figure 22-a, le plateau de départ est d'environ 4 mPa.s et le plateau final d'environ 190 mPa.s. Sur la période transitoire entre les deux plateaux de viscosité, les résultats diffèrent légèrement. Cela peut facilement s'expliquer par des dynamiques de fermentation différentes, en raison de différents profils de température utilisés (jusqu'à 80 ° C pour Soukoulis *et al.* [SOU-07]). En outre l'utilisation de différents types de ferments rend difficile la comparaison et limite la reproductibilité de ces résultats. Ainsi, en prenant cela en compte, les valeurs de viscosité mesurées dans cette expérience sont tout à fait cohérentes et valides. La viscosité du mélange a bien été mesurée de manière fiable tout au long du processus de fermentation et les résultats sont cohérents avec ceux d'autres auteurs [HAS-03, LEE-10].

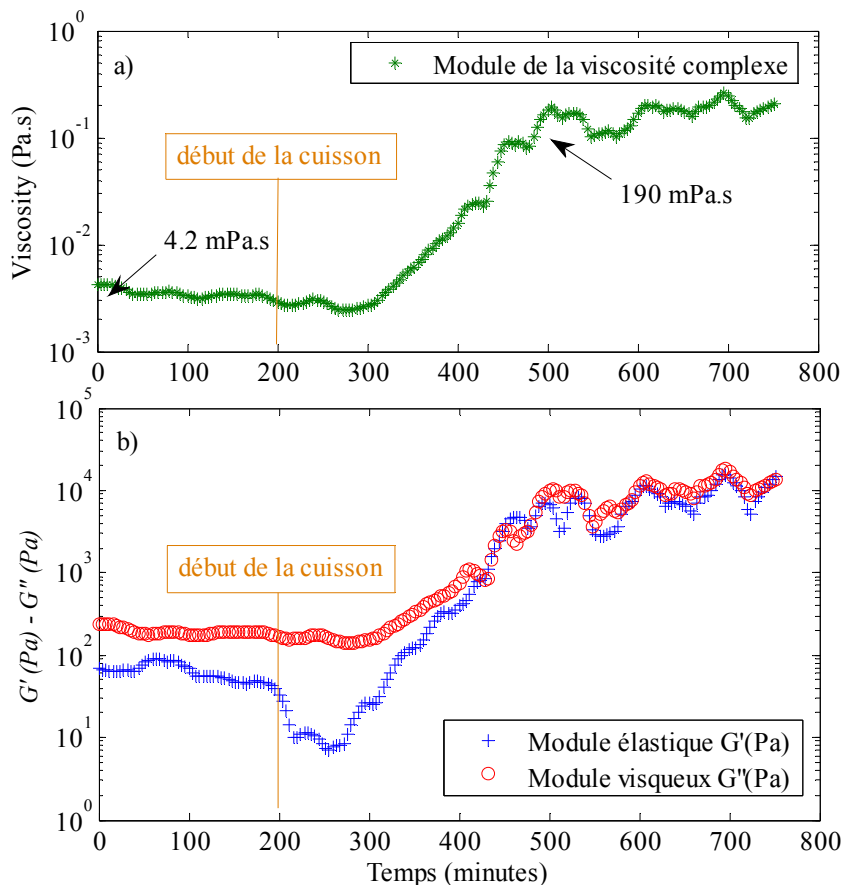


Figure 22 – a) Module de viscosité complexe, b) G' et G'' mesurés en fonction du temps dans la mixture de yaourt durant la fermentation.

Sur la Figure 22-b, les valeurs de G'' sont plus de 100 Pa supérieures aux valeurs de G' entre les minutes zéro et 200, confirmant le caractère plutôt newtonien du mélange (la mixture contient déjà un peu de yaourt ce qui pourrait suffire à expliquer un caractère élastique mesurable). Entre les minutes 200 et 500 le procédé de fermentation a lieu. Après la minute 500, G' et G'' ont le même ordre de grandeur, ce qui veut dire que le caractère viscoélastique du yaourt est obtenu. Le yaourt final obtenu est presque un solide viscoélastique alors que la mixture de départ était un liquide visqueux.

Les mesures présentées dans la Figure 22-b sont comparables à des données de référence de la littérature, obtenues avec un rhéomètre en mode oscillatoire à 1 Hz ayant un contrôle en température [LEE-10]. La Figure 23 présente ainsi l'évolution de G' décrite dans [LEE-10].

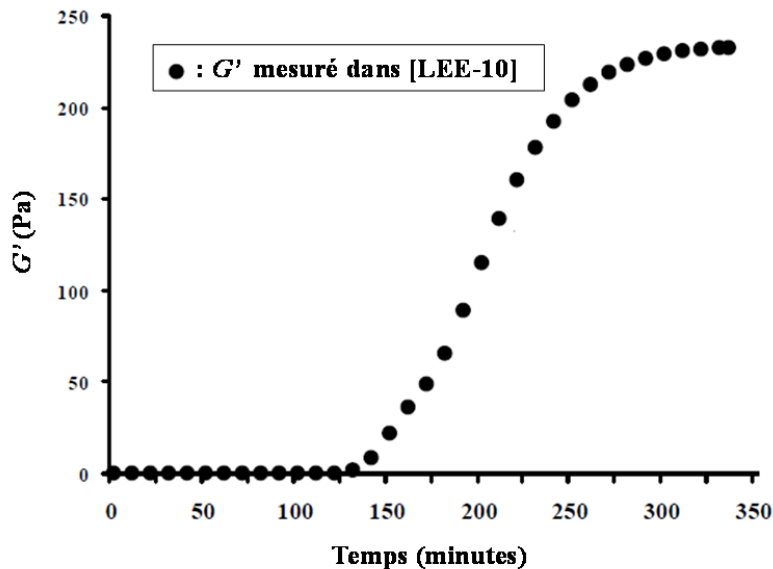


Figure 23 – G' mesuré à l'aide d'un rhéomètre à 1 Hz dans une mixture de yaourt en cours de fermentation incubé à 40°C.

Une comparaison quantitative entre ces résultats n'est pas directement possible en raison des différences de fréquences utilisées (de 1 à 200 Hz en utilisant les rhéomètres et autour de 9,2 kHz en utilisant ce capteur).

Cependant, les tendances sont remarquablement comparables et, dans les deux cas, le quotient de la valeur de G' (après fermentation) sur la valeur de G' (avant fermentation) sont similaires. La valeur de ce quotient est autour de 200 en considérant que G' est non nul et de l'ordre de l'unité

entre les minutes 0 et 100 de la Figure 23 (c'est une supposition raisonnable au vu de la courbe car le mélange initial à base de lait n'est pas purement newtonien). Des observations de validité similaire sont obtenues concernant le module visqueux G'' . Ces comparaisons qualitatives permettent de confirmer que le rhéogramme présenté est valide en termes de gamme de variation des valeurs obtenues. Ces données, jamais obtenues à cette fréquence d'oscillation dans le domaine du kilohertz sont donc uniques et conformes au comportement attendu.

Cette expérience de suivi de la viscoélasticité du yaourt durant la fermentation est donc concluante. Elle valide à la fois le capteur et la méthode analytique utilisée. Les fils en « U » sont bien des résonateurs mécaniques simples, efficaces, et utiles. La méthode de traitement n'utilisant que f_0 et Q pour calculer la viscoélasticité peut être appliquée à de nombreux types de résonateurs mécaniques. Elle démontre ici sa robustesse et son applicabilité dans un cadre très général de mesure de la viscoélasticité. De plus, l'utilisation de plusieurs structures en « U » en parallèle, fabriquées de diverses manières, et respectant certaines règles de dimensionnement leur assurant une complémentarité tant au niveau de la gamme de viscosité mesurable que de la gamme de fréquence devrait pouvoir permettre de développer un véritable microrhéomètre, fiable et utilisable pour un grand nombre de fluides et d'applications. Cette perspective majeure du point de vue rhéologique, directement applicable du point de vue de la faisabilité, n'a malheureusement pas pu être développée dans cette thèse par manque de temps.

5 CONCLUSION

Dans ce chapitre, l'intérêt puis l'utilisation de structures en « U » pour des applications de rhéologie sont démontrés et mis en œuvre. La démonstration de l'intérêt de ces structures est tout d'abord établie à l'aide d'une structure en silicium caractérisable facilement de manière optique. Les procédés de fabrication d'autres types de structures en « U » sont alors décrits. Les structures découpées ont nécessité la mise en place d'un procédé de fabrication innovant n'ayant pas encore démontré toutes ses potentialités. La fabrication de structures en « U » découpées, utilisables en tant que capteur de viscoélasticité en milieu opaque, devrait être un résultat obtenu prochainement. Par contre, la fabrication artisanale de fil en « U » a déjà permis de fabriquer des structures métalliques vibrantes avec de bonnes propriétés mécaniques et une possibilité fiable de

mesure intégrée. C'est la mesure de la tension induite en fonction de la fréquence, autour des modes de résonance de la structure mécanique qui a permis cette mesure intégrée. Cette mesure a donc pu être utilisée en milieu liquide opaque. Ainsi, le suivi de la viscoélasticité durant le procédé de fermentation du yaourt a pu être fait. Par cette démonstration de principe, cette expérience ouvre de réelles perspectives quant à la mesure de la viscoélasticité in-situ pour une grande gamme de fluides viscoélastiques, et pour différentes applications et procédés agro-alimentaires, technologiques, pharmaceutiques, ou autre.

Finalement les limitations de la méthode démontrées au chapitre précédent (pas de fluide opaque, une calibration complexe, des microstructures onéreuses) ont pu être surmontées grâce à l'utilisation de structures alternatives combinées avec une méthode de traitement optimisée et remise à jour.

Cependant, la limitation de la reproductibilité géométrique des fils en « U », n'a pu être compensée par la découpe de structure métallique en « U ». En effet celles-ci ont montré des performances mécaniques moins intéressantes. Un travail d'optimisation de la reproductibilité de structures métalliques en forme de « U » doit donc être poursuivi.

Le chapitre suivant, au travers de détails supplémentaires, de comparaisons, et de synthèses, éclairera sur les différences entre les différentes solutions étudiées dans cette thèse.

Références du Chapitre 3

- BEL-08 N. Belmiloud, Microrhéomètre sur silicium pour chimie haut-débit, Thèse de l'Université Bordeaux 1, 2008
- BID-71 B. Bidault, Manuel pratique de sérigraphie: pour l'initiation à l'impression sur tous supports, 1971, Société R. Leprince.
- BOU-13 M. T. Boudjiet, Microsystème durable de mesures de concentration d'hydrogène utilisant des micropoutres sans couche sensible, Thèse débutée le 1/10/2012, Université Bordeaux 1
- CAS-10 C. Castille, I. Dufour, C. Lucat, Longitudinal vibration mode of piezoelectric thick-film cantilever-based sensors in liquid media, 2010, Applied Physics Letters, 96, 154102
- CIO-10 F. Ciotta, J. P. Trusler, Improved Understanding of Vibrating-Wire Viscometer-Densimeters, 2010, Journal of Chemical & Engineering Data, 55 (6), pp 2195–2201
- DUB-12 G. Dubourg, Fabrication, caractérisation et application capteur de MEMS organiques à base de microleviers, 2012, Thèse de l'Université Bordeaux 1.
- DUF-12 I. Dufour, A. Maali, Y. Amarouchene, C. Ayela, B. Caillard, A. Darwiche, M. Guirardel, H. Kellay, E. Lemaire, F. Mathieu, C. Pellet, D. Saya, M. Youssry, L. Nicu, A. Colin, The Microcantilever: A Versatile Tool for Measuring the Rheological Properties of Complex Fluids, 2012, Journal of Sensors, 719898, 9 pages
- GAR-88 F. J. Garcia, A. Ortíz-Conde A. Sa-Neto, CdS/p-Si solar cells made by serigraphy, 1988, Applied Physics Letters, 52(15), 1261-1263.
- GEO-92 J. George, Preparation of thin films, 1992, Marcel Dekker, Inc., New York, p.13
- ELE-16
- HAR-06 K.S.S Harsha, Principles of Physical Vapor Deposition of Thin Films, 2006, Elsevier, Great Britain, p.400
- HAS-03 A. N. Hassan, R. Ipsen, T. Janzen, K. B. Qvist, Microstructure and Rheology of Yogurt Made with Cultures Differing Only in Their Ability to Produce Exopolysaccharides, 2003, Journal of Dairy Science, (86), 1632–1638
- HEI-10 Stephen Heinrich, Rabin Maharjan, Isabelle Dufour, Fabien Josse, Luke Beardslee, Oliver Brand, An Analytical Model of a Thermally Excited Microcantilever Vibrating Laterally in a Viscous Fluid, 2010, IEEE Sensors 2010 Conference, Hawaii, USA
- HEI-11 M. Heinisch, EK. Reichel, I. Dufour, B. Jakoby, Tunable resonators in the low kHz range for viscosity sensing, 2011, Sensors and Actuators A, 186, 111-117
- HER-09 A. L. Herrera-May, L. A. Aguilera-Cortés, P. J. García-Ramírez, E. Manjarrez, Resonant Magnetic Field Sensors Based On MEMS Technology (Review), Sensors 2009, 9, 7785-7813
- JAK-10 B. Jakoby, R. Beigelbeck, F. Keplinger, F. Lucklum, A. Niedermayer, E. Reichel, C. Riesch, T. Voglhuber-Brunnmaier, B. Weiss, Miniaturized sensors for the viscosity and

- density of liquids--performance and issues, 2010, IEEE Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, (1):111-20.
- KEP-03 F. Keplinger, S. Kvasnica, H. Hauser, R. Grössinger, Optical readouts of cantilever bending designed for high magnetic field application, 2003, IEEE Transactions on Magnetics, 39, 3304-3306.
- KEP-04 F. Keplinger, S. Kvasnica, A. Jachimowicz, F. Kohl, J. Steurer, H. Hauser, Lorentz force based magnetic field sensor with optical readout, 2004, Sensors and Actuators A, 110, 12-118.
- KEP-05 F. Keplinger, R. Beigelbeck, F. Kohl, S. Kvasnica, A. Jachimowicz, B. Jakoby, Frequency and transient analysis of micromachined u-shaped cantilever devices for magnetic field measurement, 2005, The 13th international Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, Seoul, Korea
- LEE-10 W. J. Lee, J. A. Lucey, Formation and Physical Properties of Yogurt, 2010, Asian-Australasian Journal of Animal Sciences, Vol. 23, No. 9 : 1127 – 1136
- LOC-07 F. Lochon, Développement de microcapteurs chimiques à base de micropoutres édiés au contrôle de la qualité de l'air: détection temps réel de Composés Organiques Volatils (COV), 2007, Thèse de l'Université Bordeaux 1.
- MID-93 S. Middleman, A.K. Hochberg, Process Engineering Analysis in Semiconductor Device Fabrication, 1993, McGraw-Hill, p. 313
- NIE-12 A. O. Niedermayer, T. Voglhuber-Brunnmaier, J. Sell, B. Jakoby, Methods for the robust measurement of the resonant frequency and quality factor of significantly damped resonating devices, 2012 Measurement Science and Technology, (23), 085107
- PAO-09 P. Paolino, B. Tiribilli, L. Bellon, Direct measurement of spatial modes of a microcantilever from thermal noise, 2009, Journal of Applied Physics, 106, 094313
- RET-87 T. Retsina, S. M. Richardson, W. A. Wakeham, The theory of vibrating-rod viscometer, 1987, Applied Scientific Research, 43 ; 325-346
- ROS-89 L. Rosenhead, Laminar Boundary Layers, Dover Publications Inc., 1989, ISBN 978-0486656465
- SOU-07 C. Soukoulis, P. Panagiotidis, R. Koureli, C. Tzia, Industrial Yogurt Manufacture: Monitoring of Fermentation Process and Improvement of Final Product Quality 2007, Journal of Dairy Science, Vol. 90, 6, 2641–2654
- SPR-13 SoftPiezoRes, Fabrication et caractérisation de piézorésistances souples pour applications MEMS, Projet Fédération Matière Molle de Bordeaux et GIS Matériaux en Aquitaine (2011-2012), Projet Labex AMADEus (2012-2013), Partenaires : IMS, CRPP (Bordeaux)
- STE-96 J. F. Steffe, Rheological Methods in Food Process Engineering, 1996, 2nd Edition, Freeman Press Michigan
- SUK-85 P.C. Sukanek, Spin coating, 1985, Journal of imaging technology, 11(4), 184-190.

Chapitre 3 : Microstructures alternatives : fabrications, caractérisations et applications

- WEB-1 <http://www.polytec.com/fr/produits/vibrometres-laser/analyse-de-microstructures/msa-500-analyseur-de-microstructures/>
- WEB-2 <http://www.graph tecamerica.com>
- YAS-00 K.Y. Yasumura, T.D. Stowe, E.M. Chow, T. Pfafman, T. W. Kenny, B.C. Stipe, D. Rugar, Quality Factors in Micron- and Submicron-Thick Cantilevers, 2000, Journal of microelectromechanical systems, vol. 9, no. 1, 117
- YOU-11 M. Youssry, N. Belmiloud, B. Caillard, C. Ayela, C. Pellet, I. Dufour, A straightforward determination of fluid viscosity and density using microcantilevers: from experimental data to analytical expressions", 2011, Sensors and Actuators A, vol. 172, pp. 40-46.
- YUE-10 Po Ki Yuen, Vasiliy N. Goral, Low-cost rapid prototyping of flexible microfluidic devices using a desktop digital craft cutter, 2010, Lab on a Chip, 10, 384–387

Chapitre 4

ELEMENTS DE JUSTIFICATIONS, DE COMPARAISONS ET DE SYNTHESES DES CONTRIBUTIONS DEVELOPPEES

En compilant les caractérisations et les possibilités des capteurs de type micropoutre en silicium, fil en « U » et structure en « U » découpée, un tableau de synthèse est présenté. Il récapitule les performances, la compatibilité avec les modèles développés et l'étendue de mesure de la viscosité (celle-ci est justifiée dans la partie 2.2 de ce chapitre).

		Micropoutre en silicium	Fil en « U »	Structure en « U » découpée
Mesure optique	Gaz	+++	+	++
	Liquide	+++	+	++
Mesure électronique	Gaz	++	++	+
	Liquide	×	++	×
Facteur de qualité	Gaz	$Q > 1000$	$Q > 300$	$Q < 20$
	Liquide	$Q < 10$	$Q < 100$	$Q < 5$
Gamme de fréquence exploitable (kHz)		1-100	1-20	0,5-5
Modèle ordre 2 - $G^*(f_0)$		+++	+++	+++
Modèle ordre 3 - $G^*(f)$		++	×	×
Etendue de mesure de viscosité (mPa.s)		0-100	0-200	0-100
Complexité technologique / Coût (faible série)		Très important	Très peu important	Peu important

Table 1 – Tableau de synthèse qualifiant et comparant les capteurs étudiés (Légende : +++ = très compatible, ++ = compatible, + = moyennement compatible, x = incompatible)

D'après la Table 1, les trois types de capteurs étudiés dans ce manuscrit ne sont pas égaux en termes de possibilité de mesures et de performances. Cependant chacun des trois capteurs répond de manière complémentaire à la démarche scientifique utilisée répondant à la problématique posée. (1) Les micropoutres en silicium utilisées se sont avérées limitées en termes de possibilité de mesure en milieu liquide (opaque notamment). (2) Le modèle de calcul associé, affiné de plus en plus, a dû faire face à sa propre complexité quant à son applicabilité expérimentale *sur une gamme de fréquence*. Le capteur utilisé et la méthode de traitement des mesures ont donc été

fortement simplifiés. La réponse au point (1) a été l'utilisation du fil en «U», l'alternative au point (2) a été la réutilisation et la remise à jour d'une méthode de traitement des mesures utilisée dans la thèse de Naser Belmiloud [BEL-08] *valable à la fréquence propre*. Aujourd'hui les résultats obtenus avec cette méthode et le fil en «U» sont sensiblement améliorés en comparaison de ceux obtenus en 2008.

De plus, dans la perspective d'une amélioration du modèle pour les structures en «U» et donc d'un meilleur contrôle des dimensions des structures fil en «U», les structures découpées ont été fabriquées. Celles-ci encore à l'état de prototypes ne permettent pas d'obtenir des résultats égalant les micropoutres en silicium ou les fils en «U». Ces structures qui disposent cependant d'une marge d'amélioration conséquente, ne sont pas incluses dans l'étude menée dans ce chapitre.

Dans la première partie de ce chapitre, le circuit électrique équivalent de la micropoutre est mis en parallèle de celui du fil en «U» pour justifier clairement la supériorité des fil en «U» pour la détection intégrée en milieu liquide (point important qui ressort de la Table 1). Dans une deuxième partie, les deux capteurs sont comparés lors d'une acquisition continue dans l'air et en milieu liquide. Puis les deux modèles de calculs présentés et utilisés dans la thèse sont comparés en termes de précision. Enfin la troisième partie s'attache à regrouper différentes mesures utilisant des capteurs distincts. La caractérisation d'un même fluide est ainsi faite en utilisant les différentes solutions développées.

1 MESURE ELECTRIQUE INTEGREE : MICROPOUTRES EN SILICIUM ET FILS EN “U”

1.1 CIRCUITS EQUIVALENTS

La mesure électrique *intégrée* du déplacement ou de la déformation d'une poutre ou d'un «U» est essentielle à la caractérisation en milieu inaccessible optiquement, ce qui est le cas de nombreuses crèmes, sauces, shampoings et autres mixtures qui ne sont pas translucides. La mesure électrique intégrée de la résonance d'une microstructure est dans ce cas une des seules solutions possibles. En effet la transmission de l'information mécanique de la résonance de la

structure ne doit pas dépendre des propriétés du fluide, sinon les propriétés de viscoélasticité du milieu ne peuvent être extraites simplement. L'étude des deux circuits électriques de mesures utilisés est donc essentielle. Pour cela la Figure 1 montre le circuit de mesure équivalent implanté sur les micropoutres en silicium et celui utilisé lors de la mesure des fils en « U ».

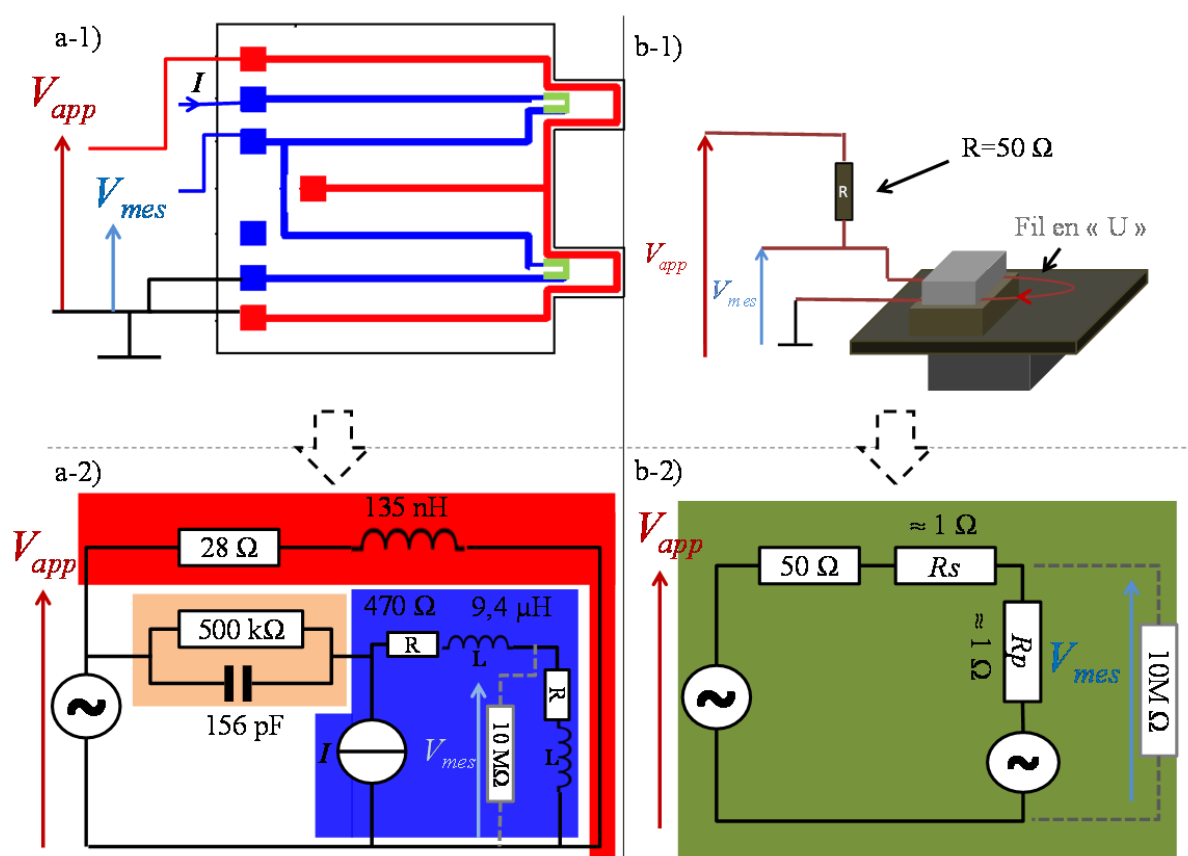


Figure 1 – Circuit d’actionnement et de mesure intégrés : - a) d’une micropoutre, a-1) masque de la structure, a-2) circuit électrique équivalent (les valeurs sont indiquées à titre d’exemple et correspondent à celles mesurées sur une puce); - b) d’un fil en « U », b-1) schéma de la structure, b-2) circuit électrique équivalent.

Tout d’abord la mesure électrique s’effectue à l’aide d’une détection synchrone qui mesure à chaque fréquence le gain et la phase entre la tension appliquée V_{app} et la tension mesurée V_{mes} .

Le système de mesure électrique utilisé sur les micropoutres comporte deux circuits théoriquement bien distincts : le circuit d’actionnement, identifié en rouge sur la Figure 1-a, et le circuit de mesure utilisant un demi-pont, identifié en bleu. En pratique des couplages ou des

transferts d'énergie entre les deux circuits ont été identifiés¹. Ils ont été modélisés ici par un circuit RC identifiable par la couleur orange pale sur la Figure 1-a-2. Ce circuit chargé par le pont de piézorésistances (environ $2 \times 470 \Omega$) correspond à un filtre passe-haut du premier ordre ayant une fréquence de coupure de 2 kHz. En considérant ce filtre, le signal appliqué en V_{app} sera moins fortement atténué dans le circuit de détection (bleu) au-delà de la dizaine de kilohertz. L'influence de ce couplage est négative car il risque de fortement perturber la mesure du pont de piézorésistance. Cette modélisation d'un simple couplage capacitif entre les deux systèmes d'actionnement et de détection s'est avérée simpliste mais efficace (voir la partie 1.2.1). La mesure étant habituellement faite en présence d'un fort champ magnétique un autre type de couplage a été identifié. En effet les pistes du circuit agissent comme de petites inductances en série (elles sont modélisées à différents endroits du circuit de la Figure 1-a-2). De plus les piézorésistances, mesurées au niveau du demi-pont, ne correspondent pas seulement à une résistance de 470 ohms. En effet le silicium dopé au Bore, pour obtenir le comportement piézorésistif, agit certes comme une résistance, mais aussi comme un capteur de champ magnétique (les capteurs à effet Hall [POP-04] utilisent entre autre le silicium dopé au Bore pour traduire une intensité de champ en tension mesurable). Les impédances des piézorésistances mesurées sont de la forme $Z = R + jL\omega$ où R varie en fonction du champ magnétique et où L l'inductance équivalente associée à chaque jauge a été estimée à 9,4 μH .

Le circuit servant à la mesure électrique du fil en « U » est plus simple. En effet aucune capacité ni inductance ne sont nécessaires à construire le circuit équivalent (Figure 1-b). Par contre dans ce cas, il n'y a plus de distinction entre les circuits d'actionnement et de détection. Dans cette configuration la tension mesurée V_{mes} correspond simplement à une somme de tensions sinusoïdales : la tension appliquée atténuée et la tension induite modélisée par un générateur de tension sinusoïdale sur la Figure 1-b-2.

Pour chaque circuit des simulations ont été faites et sont présentées dans la partie suivante. Dans le cas des micropoutres en silicium des simplifications ont dû être faites aux vues des caractérisations expérimentales réalisées. Pour les deux circuits un modèle électrique a été

¹ Les valeurs modélisant le couplage sont obtenues à partir de simulation Spice, faite par Fabrice Mathieu du laboratoire LAAS à Toulouse, dans le cadre du projet ANR MicRhéo.

finaleme nt utilisé pour comparer et prévoir les mesures expérimentales effectuées de manière intégrée.

1.2 CARACTERISATIONS ET SIMULATIONS DES DEUX CIRCUITS

1.2.1 Micropoutres en silicium

Afin de caractériser le couplage sur les micropoutres en silicium, des mesures d'impédances ont été faites. L'impédance entre le circuit d'actionnement (en rouge sur la Figure 1-a-2) et le circuit de détection (en bleu sur la Figure 1-a-2) a été mesurée en différent point des circuits. Le modèle choisi pour la mesure d'impédance est le modèle RC parallèle, comme supposé par le circuit de couplage montré dans la partie précédente (en orange sur la Figure 1-a-2). La résistance équivalente et la capacité équivalente de couplage ont été mesurées sur une poutre de type A en fonction de la fréquence. Les résultats sont présentés sur la Figure 2.

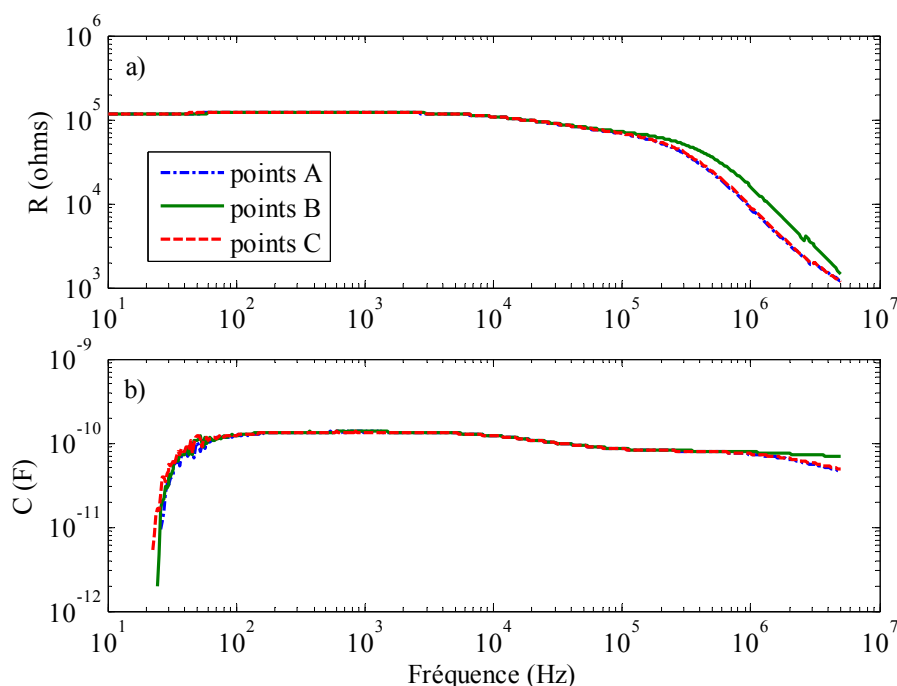


Figure 2 – Résistance a) et Capacité b) équivalentes mesurées en fonction de la fréquence en différents jeux de points, A, B et C, sur le connecteur de la micropoutre.

Sur la Figure 2, les différents jeux de points, notés A, B et C, correspondent à différents points des circuits d'actionnement et de détection sur le connecteur souple supportant la micropoutre

(une illustration de ce connecteur est montrée au chapitre 2 dans la section 1.2). Sur la plage de fréquence, 10^2 - 10^4 Hz, la valeur de la résistance équivalente est presque constante (autour de 100 k Ω) et la capacité équivalente vaut environ 100 pF. Cela valide dans un premier temps le modèle RC parallèle pour le couplage sur cette plage de fréquence. Cependant, les valeurs mesurées de capacité et de résistance de couplage sont plus faibles que celles de la Figure 1. En effet la capacité et la résistance de couplage de la Figure 1 concernent la puce seule. Les valeurs présentées sur la Figure 2 caractérisent le couplage sur la puce et son support de connexion et non la puce seule. De plus dans la plage de fréquence 10^4 - 10^6 Hz, la capacité comme la résistance de couplage ne sont pas constantes. Cela est problématique car ce couplage fonction de la fréquence risque d'interférer avec la résonance de la micropoutre que l'on souhaite mesurer. Par exemple la fréquence de résonance dans l'air d'une micropoutre de type A est autour de 100 kHz, soit dans la gamme de fréquence où la résistance et la capacité de couplage ne sont plus constantes.

Suite à ces mesures, on peut dire que le couplage entre le circuit d'actionnement et le circuit de détection interfère avec la résonance de la micropoutre (l'observation initiale du phénomène a été faite au chapitre 2, dans la section 1.2). Pour simuler cet effet, un modèle simple ajoutant deux fonctions de transfert est utilisé. La première correspond à la fonction de transfert du couplage considéré (couplage capacitif). La seconde représente la fonction de transfert du résonateur harmonique du second ordre (qui simule la résonance de la poutre). Les deux phénomènes sont considérés comme indépendants, ils sont donc modélisés par deux systèmes en parallèle. Le modèle utilisé s'écrit donc comme la somme de deux fonctions de transfert :

$$H = H_{\text{couplage}} + H_{\text{résonateur}} = \frac{-RCj\omega}{1 + RCj\omega} + \frac{h_0}{1 + 2j\xi\left(\frac{\omega}{\omega_0}\right) - \left(\frac{\omega}{\omega_0}\right)^2} \quad (\text{Eq.1-4})$$

Dans cette équation, ω est la pulsation, R et C sont respectivement la résistance et la capacité de couplage ; h_0 est le gain statique, ω_0 est la pulsation propre et ξ est le taux d'amortissement du résonateur. Grâce à ce modèle, certes très simple, des comparaisons entre mesures effectuées et données générées à partir du modèle ont pu être faites. La comparaison entre simulation et expérience est présentée sur la Figure 3.

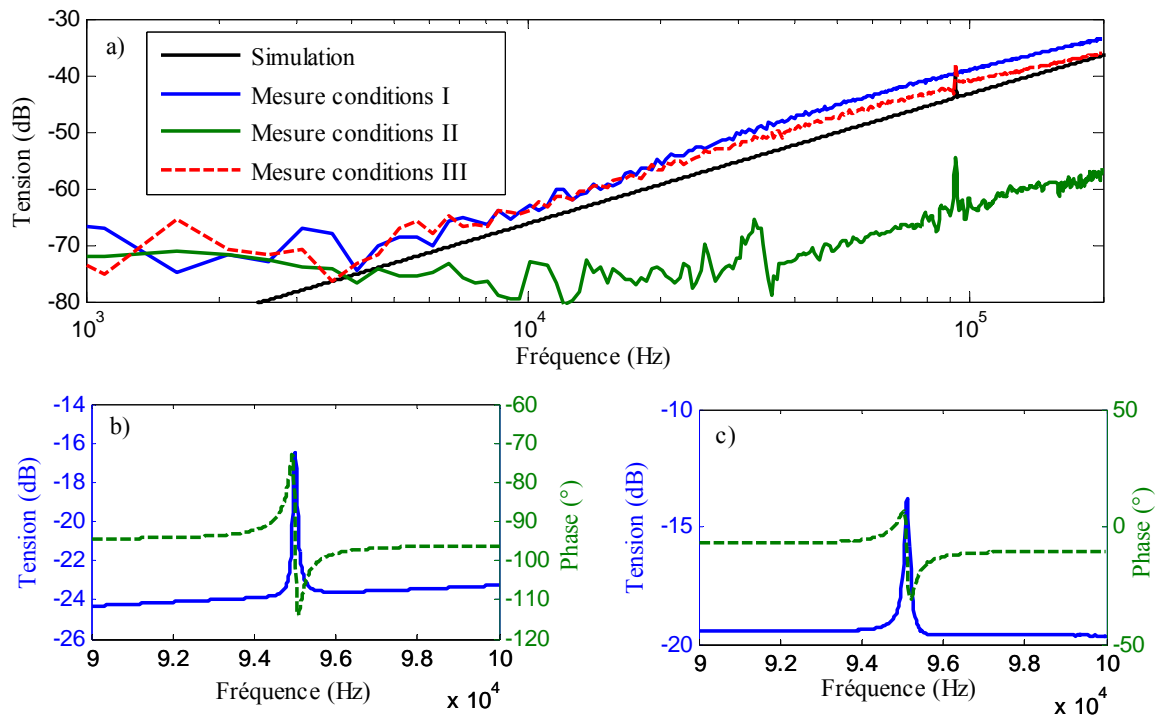


Figure 3– a) Spectres simulés et mesurés d’une poutre de type A dans l’air, illustration du couplage ; b) Simulation du pic de résonance d’une poutre A ($f_0 = 95$ kHz et $Q = 1000$); c) Mesure du pic de résonance d’une poutre A altérée par le couplage.

Pour les mesures de la Figure 3-a, les « conditions I » correspondent à une mesure sans aimant, mais avec un courant dans la piste d’actionnement. Lors des « conditions II », la piste d’actionnement n’a pas été alimentée, et un haut-parleur a actionné la poutre à distance (ainsi le couplage entre actionnement et détection au niveau de la poutre est quasi-inexistant). Enfin, pour les « conditions III », la micropoutre a été actionnée et mesurée normalement, (c'est-à-dire en présence d’un aimant et d’un courant d’actionnement). Dans toutes les conditions présentées les paramètres de détection (courant d’alimentation des piézorésistances, ou gain de mesure) sont restés identiques.

La Figure 3-a, montre que lorsque l’on actionne la micropoutre de manière acoustique et que l’on supprime le courant d’actionnement, on enlève une grande partie du couplage (courbe verte « conditions II » sur la Figure 3-a). De plus lorsque l’on supprime l’aimant, le couplage persiste mais il n’y a plus de résonance mécanique mesurée puisqu’il n’y a plus d’actionnement électromagnétique. Enfin, la situation de mesure utilisée (actionnement par la force de Laplace et détection par les piézorésistances) présente un fort couplage qui peut être en partie modélisé. En

première approche, un couplage capacitif simple, modélisé par l'Eq.1-4 semble reproduire la situation mesurée sur une large plage de fréquence.

Les Figure 3-b et 3-c illustrent l'effet du couplage plus précisément autour du pic de résonance (sur la plage 90-100 kHz). Dans ce cas le gain et la phase, simulés (Figure 3-b) puis mesurés (Figure 3-c) se ressemblent fortement sur cette plage de fréquence. Cependant il n'y a pas une concordance parfaite entre les courbes, le modèle utilisé étant très simplifié.

Pour toutes les simulations présentées sur la Figure 3, la capacité de couplage a été fixée à 156 pF et la résistance de couplage à seulement 1 k Ω (contre 100 k Ω mesuré). De plus les mesures et les simulations présentées sur la Figure 3 ne sont pas assez concordantes pour envisager de compenser le couplage à l'aide d'un modèle du type RC parallèle. Donc ce modèle simplifié n'est pas suffisant pour prendre en compte le couplage². En outre un modèle physique plus complexe serait difficile à mettre en œuvre analytiquement. En effet expérimentalement nous avons constaté que le couplage varie dans l'air avec différents paramètres tels que la tension d'actionnement, celle d'alimentation du demi-pont de piézorésistances, la température ou encore le vieillissement du composant³.

Finalement pour les micropoutres en silicium, le couplage est un phénomène complexe qu'il faut pouvoir supprimer ou compenser de manière non spécifique. En pratique une approche mathématique est utilisée : la méthode de Nierdermayer *et al.* [NIE-12] (décrite au chapitre 1, dans la partie 3.3).

Dans la partie suivante, les mêmes types de caractérisations et de simulations électriques sont détaillées pour un système électrique plus simple : le fil en « U ».

² Dans l'air, un modèle électrique PSpice® incluant moins d'une dizaine de composants peut modéliser de manière plus précise le couplage sur la micropoutre dans un cas particulier, cela a été fait par Fabrice Mathieu du LAAS à Toulouse.

³ En milieu liquide, le couplage dominant et instable n'a pas été caractérisé de manière précise, mais le milieu liquide constitue une source de variation importante du couplage. L'effet du couplage en milieu liquide est illustré dans la partie 2.1 du présent chapitre.

1.2.2 Fils conducteurs en « U »

Le cas du « U » est différent de celui des micropoutres. En effet, un même conducteur très peu résistif conduit à la fois le courant d'actionnement et est le siège de la tension induite par le mouvement du « U ». Si l'on considère le « U » comme une résistance très faible, on récupère, à chaque fréquence aux bornes du « U », d'une part la tension envoyée pour actionner (avec un déphasage fixe), et d'autre part la tension induite par l'oscillation du « U ». En termes de gain, on peut modéliser cette situation par la somme de fonctions de transfert. L'une est constante et correspond à l'actionnement du « U ». L'autre varie avec la fréquence et correspond à la réponse induite. La fonction de transfert globale s'écrit :

$$H = H_{\text{continu}} + H_{\text{résonateur}} = Ge^{j\Phi} + \frac{h_0}{1 + 2j\xi\left(\frac{\omega}{\omega_0}\right) - \left(\frac{\omega}{\omega_0}\right)^2} \quad (\text{Eq.2-4})$$

La fonction de transfert H_{continu} correspond simplement à un gain constant G associé à un déphasage constant ϕ . Cela modélise la tension envoyée pour actionner et mesurée aux mêmes bornes. En pratique ces paramètres sont fixés par la tension d'actionnement choisie et l'impédance du « U ». La fonction de transfert du résonateur est quant à elle, identique à celle considérée dans la partie précédente. Ce modèle est suffisant à représenter expérimentalement la mesure de la résonance d'un fil en « U ». Pour illustrer cela, la Figure 4 compare différentes mesures d'un même « U » avec la simulation d'un « U » de même fréquence de résonance pour différentes valeurs de G (compris entre 10 et 100) en utilisant l'Eq.2-4. Le déphasage est fixé à la valeur $\phi = -\pi$.

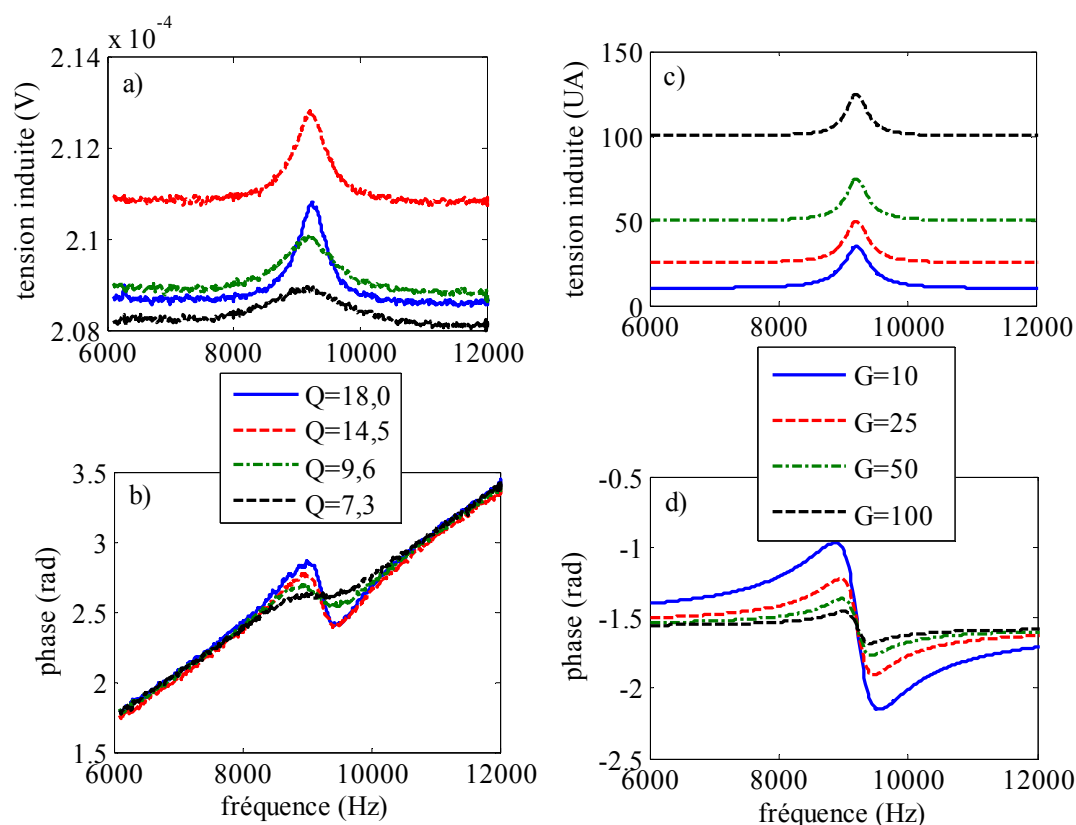


Figure 4 – Mesure a) de l’amplitude et b) de la phase, dans des liquides de viscosités croissantes. Simulation c) de l’amplitude et d) de la phase pour différentes valeurs du paramètre G .

Entre mesures expérimentales et simulations, quelques similitudes sont observables. En effet sur la Figure 4-a, la ligne de base est constante mais cette valeur constante varie d’une mesure à l’autre. Cela est modélisé sur la Figure 4-c par un changement de la valeur de G . Une autre similitude concerne la forme des courbes de phases autour de la résonance. Pourtant le comportement inductif du fil qui provoque l’augmentation de la phase sur la Figure 4-b n’est pas pris en compte par le modèle. Seul l’offset sur le gain mesuré peut être modélisé. Là encore la stratégie de soustraction non spécifique du couplage proposée dans [NIE-12] est utilisée. Ceci afin de ne pas à utiliser un modèle électrique plus complexe dont la précision de l’extraction de paramètres pourrait influencer sur la précision de l’extraction des paramètres mécaniques recherchés.

En pratique, si la tension d’actionnement est très grande par rapport à la tension induite (mesurable sur la Figure 4-b par l’amplitude du pic de résonance), cette dernière sera difficilement mesurable. En effet la résolution d’un appareil de mesure n’est pas infinie (à cause du bruit et de la quantification). Si le niveau d’offset mesuré est de l’ordre du millivolt, mais que

L'amplitude du pic de résonance n'est que de quelques picovolts, le convertisseur analogique-numérique devra comporter un grand nombre de bits pour distinguer le pic. Un circuit analogique de compensation de l'offset pourrait être une piste à explorer afin de minimiser cet offset et de garantir une mesure fiable de la résonance du « U ». En l'état, la mesure nécessite l'utilisation d'un système ayant différents calibres ajustables de tension et un convertisseur analogique-numérique (CAN) ayant un nombre suffisant de bits. En pratique la mesure de la tension induite du « U » dépend des propriétés d'un équipement de laboratoire, tel un oscilloscope ou une détection synchrone (ayant un CAN d'au moins 16 bits).

Les circuits électriques équivalents des deux mesures intégrées, respectivement des micropoutres et des « U », ont été étudiées. Ainsi le niveau de couplage et l'influence de celui-ci ont été caractérisés. En pratique afin de supprimer le couplage pour extraire les paramètres mécaniques recherchés (f_0 et Q), la méthode de Nierdermayer *et al.* s'est avérée incontournable. Elle a fortement amélioré la qualité des résultats obtenus. Pourtant l'identification du couplage à l'aide d'un modèle physique pourrait permettre d'appliquer à l'avenir la méthode de calcul décrite au chapitre 2 (on ne se limite plus à f_0 et Q pour décrire la résonance mécanique).

2. COMPARAISONS GENERALES

2.1 COMPARAISON DES CAPTEURS UTILISES

L'objectif des capteurs fabriqués et caractérisés est de pouvoir les utiliser pour mesurer en continu la viscoélasticité d'un fluide donné (si possible opaque). Afin de comparer les opportunités d'effectuer cette mesure, la mesure de la résonance d'une poutre de type A ainsi que celle d'un fil en « U » ont été obtenues électriquement, dans l'air puis dans l'eau, à température constante. La mesure a été répétée toutes les 10 minutes environ permettant d'évaluer la stabilité de la mesure. Les mesures effectuées sont présentées dans la Figure 5. Seule la phase est montrée car elle présente, pour les deux systèmes, une stabilité optimale en fonction du temps et ne présente pas d'offset ce qui simplifie les comparaisons graphiques.

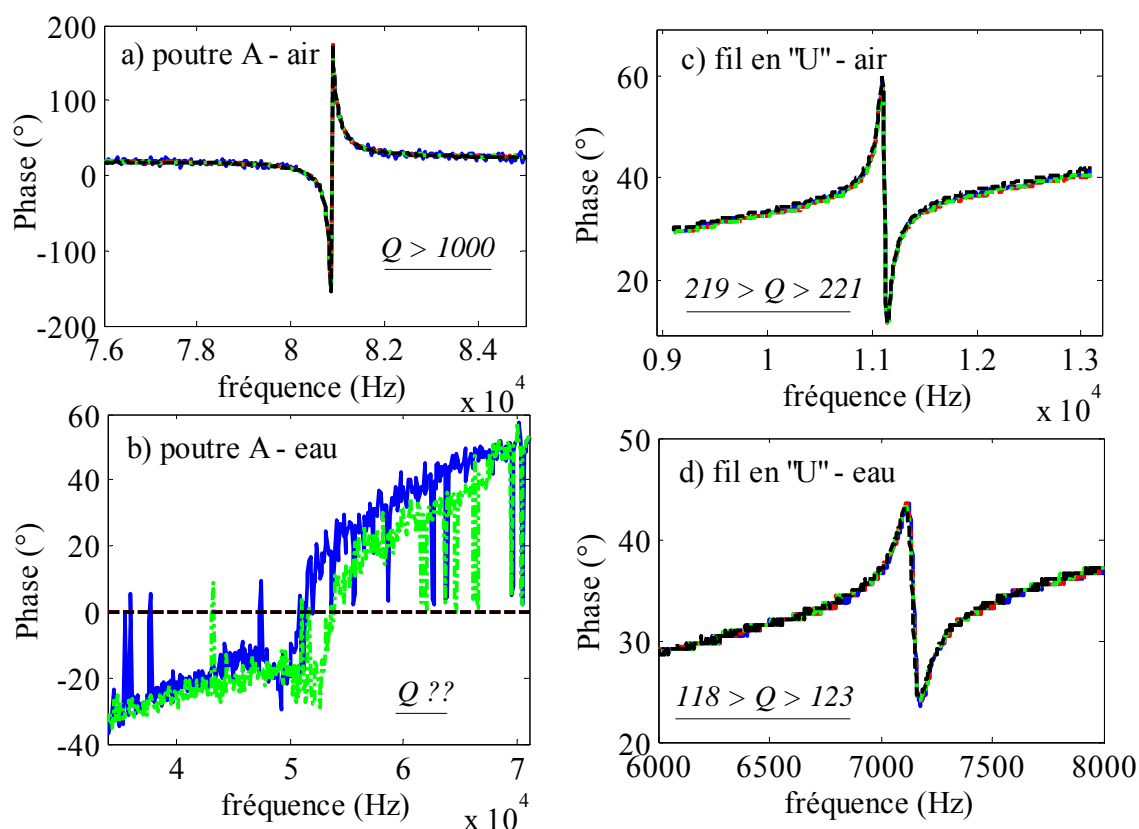


Figure 5–Quatre mesures de phase de la poutre A a) dans l’air, b) dans l’eau ; d’un fil en «U» mesuré c) dans l’air, d) dans l’eau.

Pour les deux capteurs, les mesures effectuées durant 40 minutes dans l’air sont d’une grande stabilité. La micropoutre a un premier mode de résonance identifiable associé à un facteur de qualité supérieur à 1000 (Figure 5-a). Le fil en « U » a un facteur de qualité plus faible compris entre 219 et 221. Par contre dans l’eau seule la résonance du fil en « U » est mesurée de manière stable. Malgré un bruit de quantification observable à cause du problème d’offset de la tension d’actionnement (Figure 5-d) le facteur de qualité est mesurable dans chaque cas. Il est compris entre 118 et 123 comme indiqué sur la Figure 5-d. La résonance de la micropoutre dans l’eau n’est pas mesurable (Figure 5-b), de plus la mesure est très instable à cause d’un couplage qui varie au cours du temps. En raison d’un couplage dominant en milieu liquide, la micropoutre n’est pas adaptée pour une mesure intégrée en milieu liquide. De plus dans ce milieu une acquisition en continu des spectres gain-phase est rendue impossible par le manque de répétabilité de la mesure elle-même. On observe des variations du signal qui indiquent que le couplage varie au cours du temps. En effet le couplage varie avec la température, la concentration

d'ions dans le fluide et l'interface fluide-structure. Nous avons toutes les raisons de penser que ces trois paramètres variables au cours du temps, détériorent fortement la stabilité des mesures micropoutres en continu en milieu liquide. Celles-ci, utilisées pour suivre l'évolution de la viscosité en fonction du temps, n'ont donc jamais été concluantes avec les micropoutres utilisées. Pourtant ce type d'expérience a été tenté plusieurs fois dans différentes configurations et différents liquides (à base d'eau ou d'huiles).

Les micropoutres en silicium sont pourtant les seuls capteurs à être compatibles avec les deux modèles utilisés dans ces travaux. Dans la partie suivante, elles seront donc utilisées et caractérisées optiquement afin de comparer chacun des modèles de calcul des propriétés rhéologiques de liquides.

2.2 COMPARAISONS DES MODELES UTILISES

Le premier modèle est détaillé au chapitre 1, il est résumé sur la Figure 57 du chapitre 1. Il ne permet de calculer les propriétés viscoélastiques de manière qu'à la fréquence propre f_0 . Le second modèle, détaillé et optimisé au chapitre 2 (résumé sur la Figure 21 du chapitre 2), permet le calcul de ces propriétés sur une plage de fréquence autour de f_0 . Dans cette partie le premier et le second modèle seront respectivement nommés « modèle d'ordre 2 » et « modèle d'ordre 3 », en raison de l'ordre de la fonction de transfert utilisé pour estimer le déplacement de la structure en fonction de la fréquence. Les valeurs de G' , G'' et $|\eta^*|$ obtenues ne peuvent être comparées qu'à la fréquence propre f_0 . De ce fait dans cette partie, le modèle d'ordre 3 a été utilisé pour $f = f_0$ seulement⁴. Les valeurs de G' , G'' et $|\eta^*|$ calculées pour cette méthode en fonction de la fréquence n'ont donc été considérées qu'en f_0 .

Afin de comparer les deux modèles en ayant une référence de viscosité connue à la fréquence propre f_0 , un fluide newtonien doit être utilisé. Les propriétés de celui-ci sont modulées en fonction de la température et cette dépendance doit être parfaitement établie. Pour satisfaire ces conditions, l'eau déionisée est utilisée. Dans la littérature, les mesures de référence de la masse volumique [WEA-72] ainsi que de la viscosité [KES-78] de l'eau en fonction de la température

⁴ La tendance de l'évolution de la viscoélasticité donnée autour de f_0 par le modèle d'ordre 3, constitue un avantage qui ne sera donc ni utilisé ni mis en avant dans cette partie.

sont établies. Ces données permettent de connaître à différentes températures la valeur de la masse volumique et de calculer G'' que l'on doit théoriquement mesurer à ces températures.

La mesure d'une micropoutre en silicium de type LH a été faite dans l'eau à différentes températures (entre 18 et 50 °C). Puis les propriétés viscoélastiques ($G'(f_0)$, $G''(f_0)$ et $|\eta^*(f_0)|$) ont été calculées à l'aide des deux modèles. Celles-ci sont comparées sur la Figure 6 aux valeurs théoriquement attendues.

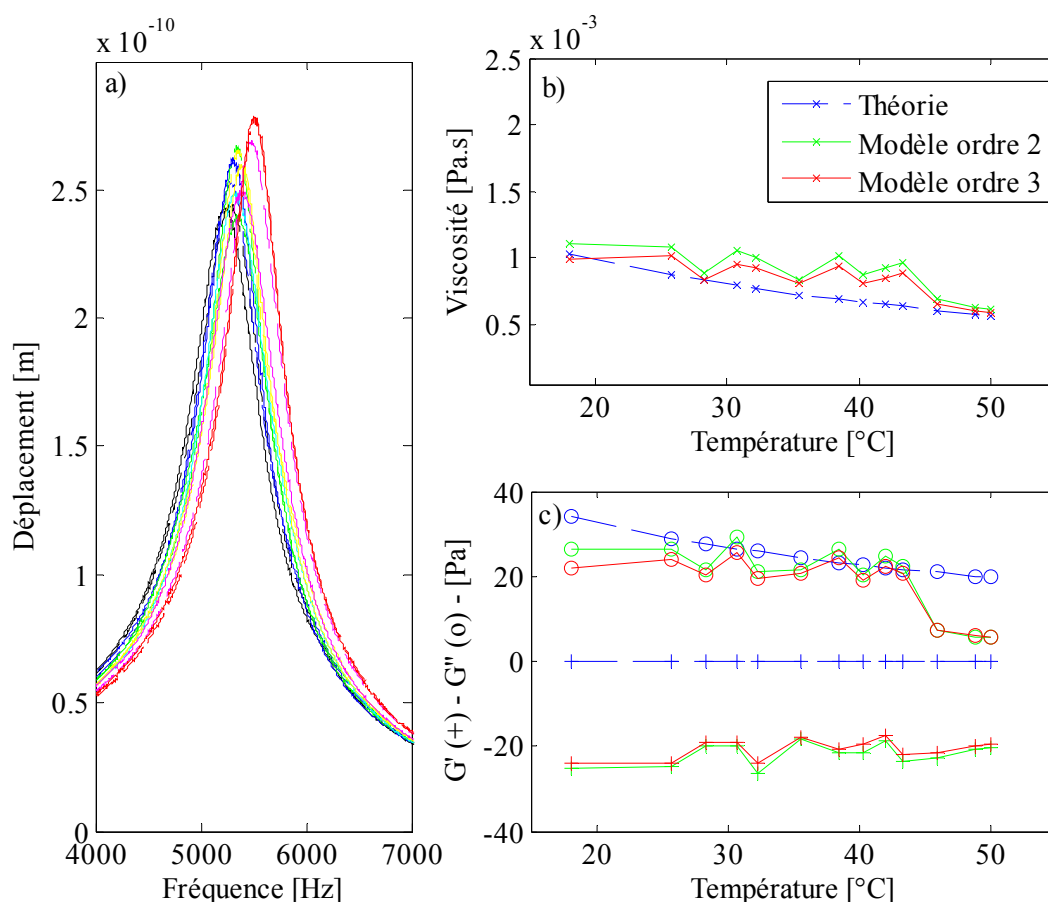


Figure 6 – a) module du déplacement mesuré en bout de poutre LH immergée dans l'eau à différentes températures ; b) module de la viscosité complexe ('x') et c) G' ('+') et G'' ('o') en fonction de la température, courbe théorique (---), calculée en f_0 avec le modèle d'ordre 2 (courbe verte), calculée en f_0 avec le modèle d'ordre 3 (courbe rouge).

Sur la Figure 6-a, les différentes acquisitions du module du déplacement mesuré en bout d'une poutre de type LH sont montrées dans un dégradé de couleurs froides à chaudes (la couleur noir pour l'acquisition faite à 18°C et la rouge pour celle faite à 50°C). Le module de la viscosité

complexe est calculé à partir de ces données expérimentales sur la Figure 6-b. Les valeurs calculées par le modèle d'ordre 2 sont légèrement plus éloignées de la courbe de référence théorique que les valeurs calculées par le modèle d'ordre 3. Le bénéfice de l'extension de linéarisation de la fonction de déplacement de la micropoutre faite au chapitre 2 est illustré ici en f_0 . Le gain de précision comporte ici une amélioration significative en pourcentage (de l'ordre de 10%).

Si l'on observe la Figure 6-c, l'amélioration apportée par le modèle d'ordre 3 sur le calcul de G' et G'' n'est plus aussi évidente. En effet globalement les $G''(f_0)$ calculés par le modèle d'ordre 2 sont plus proches du résultat attendu. Pourtant en quatre points particuliers les valeurs de $G''(f_0)$ calculées par le modèle d'ordre 3 sont très proches des valeurs attendues.

Comme cela a été mis en avant au chapitre 2 pour les fluides de faible viscosité, les valeurs de G' calculées sont non nulles. Ici elles sont négatives pour les deux modèles. Cependant malgré un offset par rapport aux résultats attendus, les valeurs calculées de G' en fonction de la température restent à peu près constantes. Nous sommes une fois de plus dans le bruit de mesure sur G' (comme c'est le cas parfois dans le cas de mesure au rhéomètre où ce type de valeur est simplement non affiché). L'écart entre G' et G'' permet de conclure que le fluide est bien newtonien.

Les deux méthodes peuvent ensuite être comparées sur une gamme de viscosité, afin de déterminer notamment laquelle est la plus précise ou la plus applicable dans différents cas. Ceci a été fait en utilisant des huiles silicone newtoniennes de viscosités calibrées. Les huiles ont respectivement une viscosité calibrée de 10, 20, 50 et 100 mPa.s à la température de 25°C. Elles ont ensuite été caractérisées par une poutre en silicium de type A où deux acquisitions de la résonance du capteur, séparées d'une minute, ont été faites pour chaque huile à 19°C. La différence de viscosité entre la température de calibration (25°C) et la température de mesure faite avec les micropoutres (19°C) conduit à une différence entre la viscosité mesurée et celle de référence à 25°C. Afin de connaître la viscosité des huiles silicone à 19°C, des mesures à l'aide d'un viscosimètre ont été faites. Celles-ci sont présentées sur la Figure 7.

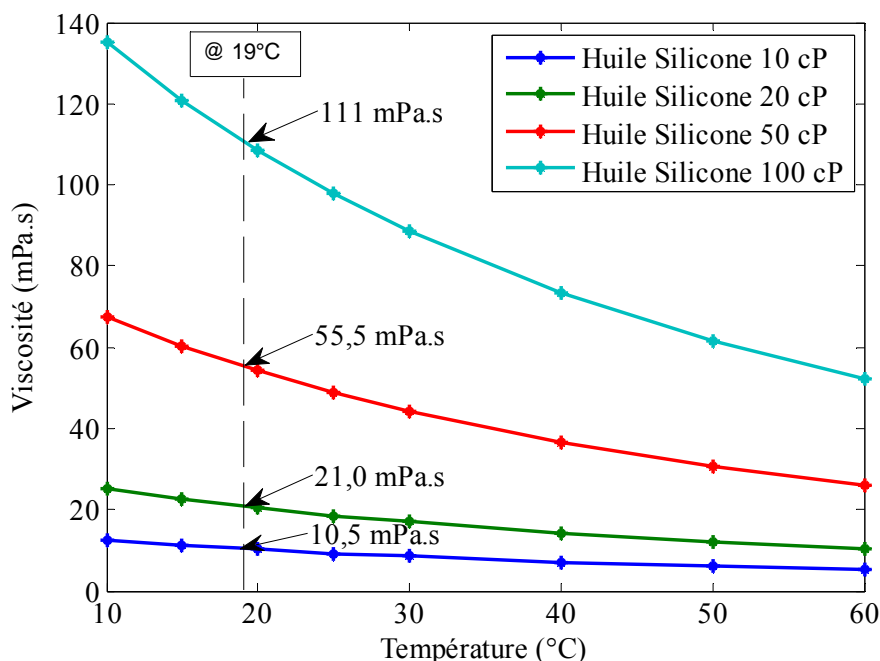


Figure 7 – Mesures au viscosimètre (Anton Paar SVM 3000) des huiles silicones de viscosité 10, 20, 50 et 100 mPa.s en fonction de la température (mesures effectuées à JKU, Linz, Autriche, par Martin Heinisch).

En utilisant les mesures faites au viscosimètre, les valeurs extrapolées à la température de 19°C peuvent servir de valeur de référence pour la mesure de viscosité faite par les micropoutres.

Ainsi la viscosité $|\eta^*(f_0)|$, le module élastique $G'(f_0)$, et visqueux $G''(f_0)$ ont été calculés à la fréquence propre de la poutre A dans les huiles ($f_0 \approx 45$ kHz) avec les méthodes d'ordre 2 et d'ordre 3. Les résultats obtenus sont présentés sur la Figure 8 et sont comparés aux résultats théoriquement attendus à 19°C. Pour chaque point de viscosité sur l'axe des abscisses, deux mesures de spectre ont été faites. La distinction des valeurs calculées n'est visible que sur G' aux viscosités 10 et 50 mPa.s où deux points sont observables pour une même viscosité. Cela atteste la très bonne reproductibilité des mesures et des traitements effectués.

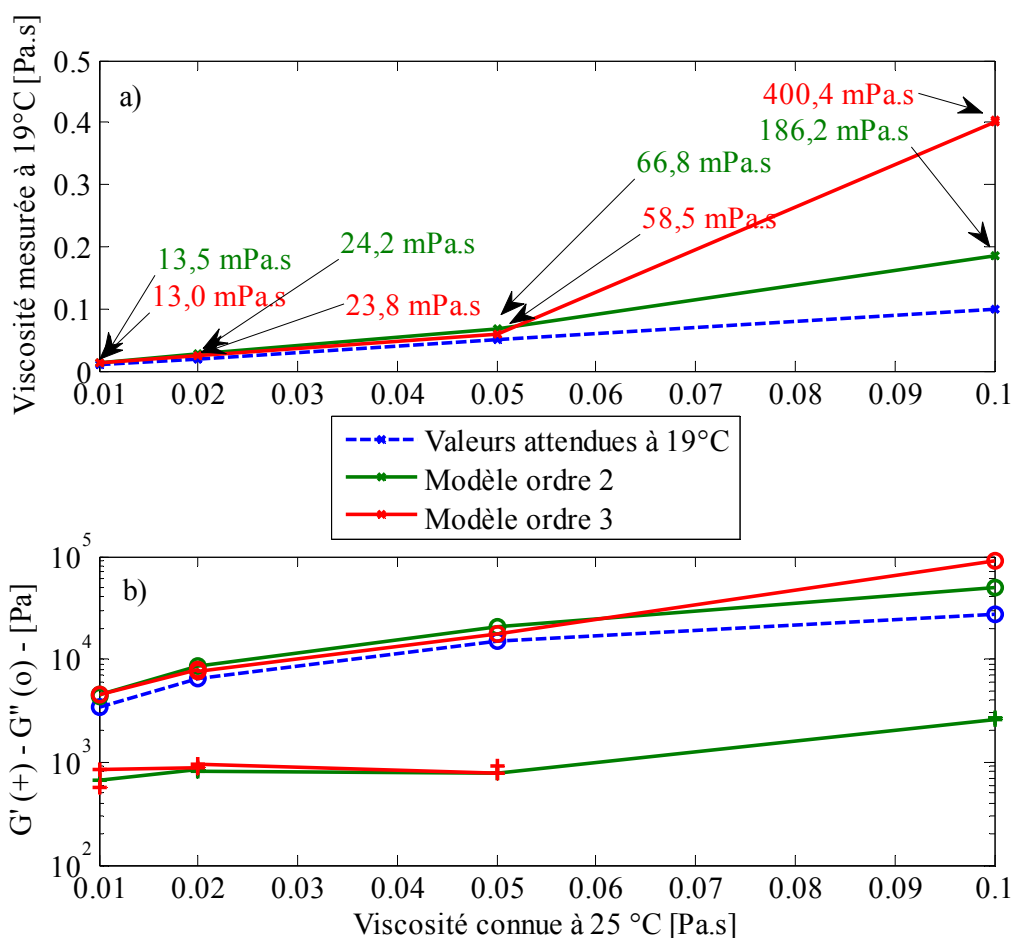


Figure 8 – Mesure a) de viscosité (x) et b) de $G'(+)$ et $G''(o)$, faites à 19°C avec une poutre de type A dans des huiles silicones de viscosité calibrée à 25°C de respectivement 10, 20, 50 et 100 mPa.s (cP). La valeur attendue à 19°C (--) est comparée aux valeurs calculées avec le modèle d'ordre 2 (courbes vertes) et le modèle d'ordre 3 (courbe rouge).

Pour les trois premières huiles (10, 20 et 50 cP), sur le calcul de la viscosité comme sur celui de G' et G'' , la conclusion se basant sur la Figure 6 peut être confirmée : le modèle d'ordre 3 est plus proche des valeurs attendues. En effet les viscosités indicatives obtenues à 19°C (et indiquées sur la Figure 8) majorent de 3 mPa les valeurs attendues à 19°C (soit environ entre 5 et 30% d'erreur relative). L'erreur obtenue avec le modèle d'ordre 2 est légèrement supérieure, elle atteint 11,2 mPa.s d'écart absolu avec la valeur majorée attendue pour l'huile de viscosité 50 cP (soit une erreur supérieure à 20% pour cette viscosité). Dans la gamme 10-50 cP, il y a donc, d'un point de vue expérimental, un avantage apporté par l'utilisation d'un modèle d'ordre supérieur pour le calcul du module de la viscosité complexe $|\eta^*|$.

Pour l'huile la plus visqueuse (100 cP), le modèle d'ordre 3 calcule une valeur de viscosité erronée (404 mPa.s soit plus de 300% d'erreur relative) alors que le modèle d'ordre 2 mesure 186 mPa.s soit seulement 68% d'erreur relative. Dans ce cas, la raison de l'imprécision, déjà évoquée au chapitre 3, concerne le faible facteur de qualité mesuré dans ce fluide très visqueux ($Q \approx 1,6$ dans ce cas). Quand le facteur de qualité est trop faible, une erreur de quelques décimales sur la valeur de Q provoque des dizaines de pourcent d'erreur sur la valeur de viscosité mesurée avec le modèle d'ordre 2. Dans le cas du modèle d'ordre 3, c'est le paramètre H_0 qui pose fortement problème. Le pic de résonance étant très fortement amorti, l'algorithme de recherche de H_0 ne converge pas sur une valeur précise. Ceci affecte fortement le calcul de la viscosité estimée et provoque ici plus de 300% d'erreur sur le résultat final.

La Figure 8-b montre les valeurs de G' et G'' calculées pour chaque huile de viscosité connue. G'' suit les mêmes tendances avec les mêmes marges d'erreurs que celles déjà commentées pour la viscosité au paragraphe précédent. On peut donc confirmer à la vue de la Figure 8-b qu'il y a bien un gain de précision à l'utilisation d'un modèle d'ordre 3 pour les trois premières huiles caractérisées. Par contre, G' supposé théoriquement nul pour un fluide newtonien, prend une fois de plus des valeurs non nulles avec les deux méthodes. Cependant si l'on exclut le dernier point de mesure (100 cP), on pourra remarquer la tendance constante de G' quelle que soit la viscosité. De manière générale l'écart $G''-G'$ augmente avec la viscosité. C'est cette constatation qui permet encore de conclure que les fluides sont bien newtoniens. Ainsi le seuil en dessous duquel une mesure est possible se situe à cette fréquence pour G' autour de 800 Pa. D'après ces mesures on ne peut pas dire, lequel du modèle d'ordre 2 ou d'ordre 3, est le meilleur pour calculer G' . En effet pour certains points de mesure la valeur calculée par le modèle d'ordre 3 est légèrement inférieure à celle calculée par le modèle d'ordre 2, et inversement. Il n'y a donc pas d'un point de vue expérimental d'amélioration apportée par l'utilisation d'un modèle d'ordre supérieur quant à la détermination de G' .

La comparaison expérimentale des deux méthodes de calcul des propriétés viscoélastiques permet de conclure que la précision des méthodes dépend en grande partie du facteur de qualité initialement mesuré dans le fluide. Les faibles facteurs de qualité mesurés (tous inférieurs à 6), limitent la précision de la mesure de viscosité à environ 10% d'erreur sur la gamme 1-50 cP. Néanmoins les deux méthodes ont permis d'estimer de manière correcte la viscoélasticité des

fluides caractérisés. Le gain supposé de l'utilisation d'un modèle d'ordre supérieur (celui décrit au chapitre 2) pour calculer les propriétés viscoélastiques a été mis en avant. Il permet de diviser par deux l'erreur sur l'estimation de $|\eta^*(f_0)|$, $G'(f_0)$, ou $G''(f_0)$. En définitif, la méthode d'ordre 3 est plus précise sur une étendue de mesure réduite alors que la méthode d'ordre 2, comporte une erreur plus importante mais est valide sur une gamme de viscosité plus grande. De plus une partie de l'erreur de la méthode d'ordre 2 peut être réduite en obtenant, en milieu liquide, des facteurs de qualité plus élevés (en utilisant des fils en « U » par exemple), puis en multipliant le nombre d'acquisitions afin de réduire l'erreur sur les paramètres f_0 et Q extraits, en faisant une moyenne.

En définitif, chaque méthode a son champ d'application, ses avantages et ses inconvénients. Ces derniers peuvent être ou non compensés par les capteurs et/ou la méthode de détection utilisée. Afin de caractériser un fluide, les différents types de capteurs et de méthodes peuvent être combinés, non pas pour être mis en concurrence, mais pour apporter chacun une information complémentaire. Dans la partie suivante, un fluide complexe est caractérisé en utilisant toutes les pistes développées dans les chapitres précédents. La partie s'intitule de ce fait «microrhéomètre hétérogène».

3. SYNTHÈSE : “MICRORHÉOMÈTRE HÉTÉROGÈNE”

3.1 CONDITIONS EXPERIMENTALES ET METHODOLOGIE

Pour cette expérience le fluide de référence est l'eau déionisée qui est utilisée en tant que fluide newtonien parfait dans la gamme de fréquence 1-100 kHz. Ensuite deux solutions de polyacrylamide dans l'eau, respectivement de concentration 500 et 1000 ppm (notés « PAM 500 » et « PAM 1000 ») sont utilisées comme fluides viscoélastiques.

Trois micropoutres en silicium de géométrie LL, LH et A ont été caractérisées optiquement avec les trois fluides. La résonance d'un fil en « U » a également été caractérisée électriquement pour les trois fluides. Toutes les mesures ont été faites à 19°C.

Les mesures effectuées ont toutes été traitées avec le « modèle d'ordre 2 ». De manière complémentaire, le « modèle d'ordre 3 » est utilisé, après une calibration dans l'eau, pour traiter

en fonction de la fréquence les propriétés viscoélastiques des deux solutions de polyacrylamide. Le rhéogramme résultant de toutes ces mesures est présenté dans la partie suivante.

3.2 RHEOGRAMME OBTENU

Un résultat, utilisé comme synthèse est présenté ici. Il regroupe à la fois le cas d'un fluide newtonien et celui de fluides complexes, la concentration de polyacrylamide en solution étant fixée à 0, 500 puis 1000 ppm dans l'eau déionisée. Le tableau des viscosités et le rhéogramme de synthèse obtenu pour les trois fluides sont présentés dans la Figure 9.

A première vue la Figure 9-a nous montre que la viscosité du PAM 1000 est supérieure à celle du PAM 500, lui-même plus visqueux que l'eau déionisée. En effet à ces fréquences, la viscosité calculée est comprises pour l'ensemble des mesures, entre 1,4 et 3,1 mPa.s pour le PAM 1000, entre 1,0 et 2,2 mPa.s pour le PAM 500, puis entre 0,9 et 1,8 mPa.s pour l'eau. Cet ordre est tout à fait cohérent avec l'accroissement de la concentration, qui rend la solution plus visqueuse. De plus cette viscosité est mesurée à haute fréquence (entre 1 et 50 kHz). A plus basse fréquence l'influence de la concentration de PAM sur la viscosité de la solution est plus importante [DAR-12]. En outre, pour les deux concentrations de PAM, plus la fréquence augmente plus la viscosité mesurée diminue et tend vers la viscosité théorique de l'eau. Ceci est également une tendance attendue des polymères en solutions mesurés à haute fréquence [MEZ-06].

a)

Viscosité $ \eta^* $	[mPa.s]	LL	Fil en "U"	LH	A
		@ 1,7 kHz	@ 4,9 kHz	@ 5,1 kHz	@ 56 kHz
Eau	Ordre 2	1,81	1,41	0,98	1,03
	Ordre 3	–	–	–	–
PAM 500 ppm	Ordre 2	2,25	1,42	1,05	1,06
	Ordre 3	2,13	–	1,51	1,40
PAM 1000 ppm	Ordre 2	3,13	3,21	1,54	1,45
	Ordre 3	2,60	-	1,59	1,51

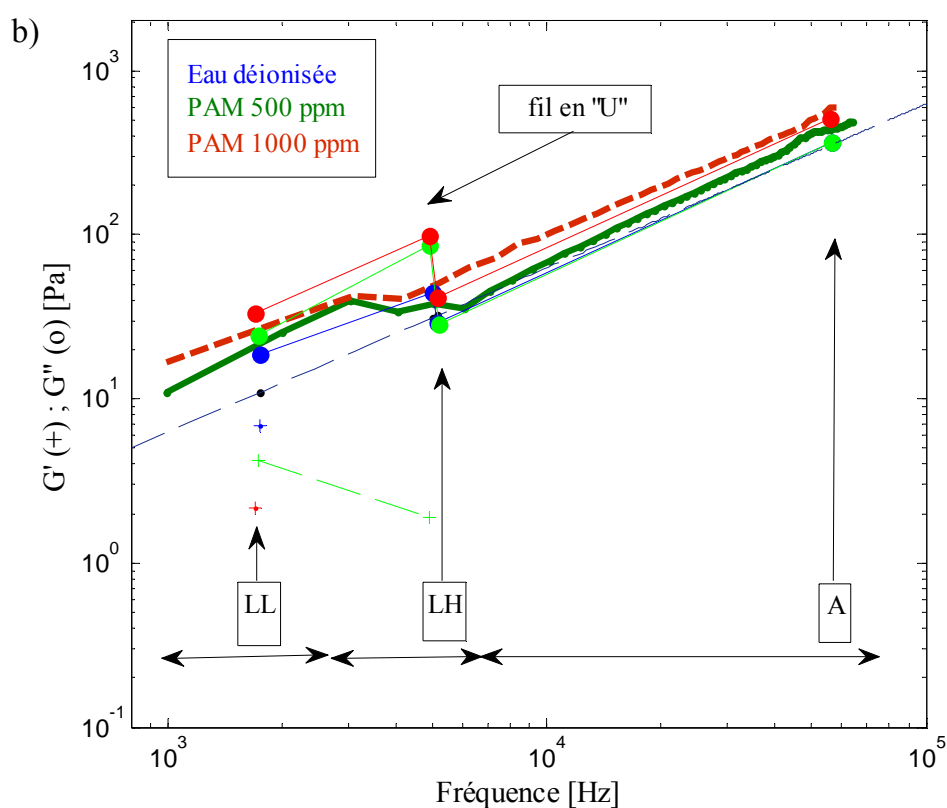


Figure 9– a) Tableau du module de la viscosité complexe calculés pour chaque cas détaillés à la suite ; b) G' (symbole : +) et G'' (symbole : o) calculés en fonction de la fréquence propre des résonateurs avec le modèle d'ordre 2 dans l'eau (bleu), dans le PAM 500 ppm (couleur verte) et 1000 ppm (couleur rouge) – Module visqueux G'' théorique pour l'eau (trait fin et discontinu) – G'' respectivement calculés en fonction de la fréquence en utilisant le modèle d'ordre 3 pour les deux concentrations de PAM, 500 ppm (trait vert épais et continu) et 1000 ppm (trait rouge épais discontinu) ;

Sur la Figure 9-b on peut remarquer qu'il y a très peu de points pour G' . En effet l'essentiel des valeurs calculées sont légèrement négatives. Dans la gamme de fréquence considérée, l'élasticité du polyacrylamide semble être négligeable.

Les mesures avec les micropoutres en silicium de type LH et A traitées avec le modèle d'ordre 2 ou d'ordre 3 suivent le même comportement. Un faible écart relatif entre les G' et G'' calculés avec les différentes méthodes est toujours observable. Cet écart a déjà été commenté dans la partie précédente. Cependant le comportement général obtenu est le même avec les deux méthodes. On pourra même apprécier les valeurs de G'' calculées avec le modèle d'ordre 2, qui sont en parfaite adéquation avec la courbe théorique pour ces micropoutres (LH et A).

Pour la micropoutre de type LL et le fil en « U », un écart plus important avec les valeurs attendues est observable. Dans les deux cas, cet écart est dû à une erreur plus importante quant à la détermination du facteur de qualité. Cependant deux raisons distinctes expliquent un facteur de qualité ayant une plus grande incertitude. Dans le cas de la micropoutre LL, celui-ci est dû au faible facteur de qualité mesuré, seulement 3,6 dans l'eau déionisée. Dans le cas du fil en « U », le facteur de qualité est supérieur à 10 dans l'eau. Mais c'est le bruit sur l'acquisition qui malgré la correction utilisée (cf. partie 1.3 de ce chapitre) provoque une incertitude non négligeable sur les paramètres extraits. Une moyenne des facteurs de qualité et des fréquences de résonance extraites sur plusieurs acquisitions permettrait dans ce cas de s'affranchir de cette erreur.

Finalement le rhéogramme présenté sur la Figure 9-b est cohérent dans son ensemble. Chaque capteur et chaque méthode apportant une information complémentaire nécessaire à la caractérisation, dans la gamme 1-100 kHz, de l'influence de la concentration du polyacrylamide dans l'eau. Dans cette même gamme de fréquence tous les fluides caractérisés semblent être proches d'un comportement newtonien. Cette conclusion tirée à la lumière des différents modèles et capteurs utilisés illustre de manière conceptuelle ce que serait le « microrhéomètre hétérogène ». L'accumulation de différentes mesures faites par différents capteurs permet (1) de couvrir une large gamme de fréquence, (2) de recouper l'information de viscoélasticité, puis (3) d'augmenter la précision de la mesure de viscoélasticité.

4. CONCLUSION

(1) Quelques éléments de justifications des différents choix de capteurs, de mesures, de modèles développés dans cette thèse ont été détaillés ici. Ainsi le capteur de départ dans ces travaux, la micropoutre en silicium, a été caractérisée électriquement et a montré la grande difficulté d'envisager une mesure *intégrée* en milieu liquide. Pour pallier ce défaut, les fils en « U » ont été utilisés. Plus simples d'un point de vue électrique, ils sont géométriquement moins bien définis et donc plus difficilement modélisables. Un modèle simplifié (appelé *modèle d'ordre 2* dans ce chapitre) s'est donc imposé pour leur utilisation.

(2) La comparaison des différents capteurs et méthodes utilisés permet d'évaluer les choix qui ont été faits. Le chapitre 2 s'est attaché à montrer que le modèle d'ordre 2 est limité en termes de précision. La méthode de mesure associant ce modèle aux fils en « U » ne s'affranchit donc pas de cette imprécision. Dans ce chapitre il est clairement montré que cette association présente une erreur résiduelle de mesure non négligeable. Le modèle d'ordre 3 permet une meilleure précision. En revanche ce modèle associé aux micropoutres en silicium n'a pas permis la caractérisation viscoélastique *intégrée* de fluide (opaques notamment).

(3) Enfin la synthèse des options développées montre une voie à suivre, celle de la parallélisation de différentes mesures (voir des différentes méthodes de traitement), qui permettrait à terme d'obtenir la fonctionnalité d'un véritable microrhéomètre rapide et performant. Pour cela, les capteurs utilisés devront être plus performants (facteurs de qualité plus importants pour être facilement mesurables) et la méthode de calcul des propriétés viscoélastiques à fréquence unique poussée à un ordre supérieur pour augmenter sa précision (cela peut impliquer d'améliorer la méthode d'identification du couplage). La perspective de faire rentrer les MEMS résonants dans la compétition du développement effectif de microrhéomètres intégrés pourrait alors voir le jour.

Références du Chapitre 4

- BEL-08 N. Belmiloud, Microrhéomètre sur silicium pour chimie haut-débit, 2008, Thèse de l'Université Bordeaux 1
- DAR-12 Ahmad Darwiche, Microrheomètre sur puce pour l'étude de l'écoulement d'un liquide proche d'une surface solide, 2012, Thèse de l'Université Bordeaux 1
- KES-78 J. Kestin, M. Sokolov, W. A. Wakeham, Viscosity of Liquid Water in the range -8°C to 150°C, 1978, Journal of Physical and Chemical Reference Data, Vol. 7, No. 3
- MEZ-06 T. G. Mezger, The Rheology Handbook, 2nd Edition, 2006, Vincentz Network
- NIE-12 A. O. Niedermayer, T. Voglhuber-Brunnmaier, J. Sell, B. Jakoby, Methods for the robust measurement of the resonant frequency and quality factor of significantly damped resonating devices, 2012, Measurement Science and Technology, 23, 085107
- POP-04 R. S. Popovic, Hall effect devices, 2004, Taylor & Francis.
- WEA-72 R. C. Weast, Handbook of Chemistry & Physics 53RD Edition, 1972, Hardcover

Conclusion et perspectives

Différentes solutions de capteurs intégrés de viscoélasticité ont été développées dans ces travaux de thèse. Elles mettent en œuvre différentes techniques de mesure, de traitement et différents types de capteur.

Ainsi une propriété viscoélastique telle que *le module de cisaillement complexe G^** a pu être exprimée analytiquement à chaque fréquence en fonction du déplacement w hors-plan d'une *micropoutre en silicium*. La simplification de l'expression de w puis le calcul inverse de G^* en fonction de w ont pu être faits de manière théorique *sur une large gamme de fréquence*. Expérimentalement cette méthode a connu des problèmes importants dus aux nombreux paramètres physiques dont elle dépend. Néanmoins des résultats ont pu être obtenus à l'aide d'une caractérisation optique des micropoutres, nécessitant une étape de calibration des paramètres physiques. Bien qu'un peu longue et complexe, cette approche permet d'obtenir des résultats intéressants et ouvre des pistes pour la mesure *précise* de viscoélasticité de fluides complexes. Il s'agirait d'optimiser le modèle utilisé en prenant en compte, par exemple, les effets thermiques locaux autour de la poutre liés à l'échauffement résultant de l'effet Joule causé par le passage du courant d'actionnement ou encore la présence de la piste en or en bout de poutre qui a une action équivalente à une masselotte.

Afin de réduire le nombre de paramètres à déterminer précisément, une méthode de *calcul à fréquence unique de G^** a été utilisée après avoir constaté que ce modèle simplifié donne tout de même des résultats très satisfaisants à la fréquence de résonance. Couplée avec un algorithme récent d'extraction de la fréquence propre et du facteur de qualité cette méthode a permis un calcul rapide, adaptable et peu complexe, applicable à une grande gamme de microstructures résonantes. Cette méthode a été utilisée pour des *structures alternatives aux micropoutres en silicium* et fabriquées à l'aide de procédés simples et rapides ne nécessitant que très peu de temps et de matériel pour leur fabrication. Ainsi des microstructures en « U » réalisés en polymère ainsi que des microfils métalliques en « U » ont été utilisés pour mesurer la viscoélasticité de fluides *de manière intégrée*. Ces derniers ont démontré qualitativement la validité de la méthode de mesure sur des fluides newtoniens ou non newtoniens, opaques ou transparents. Pour une

validation quantitative, l'optimisation du modèle ainsi qu'une géométrie de résonateur en « U » mieux contrôlée sont requises. Cela pourrait permettre d'obtenir une méthode de mesure de la viscoélasticité très précise et applicable à tous types de fluides.

Les microrésonateurs métalliques en forme de « U » ouvrent de réelles perspectives quant à la mesure de la viscoélasticité in-situ sur une grande gamme de fluides viscoélastiques pour différentes applications. La parallélisation de la mesure de capteurs de différentes géométries pourrait à l'avenir permettre d'étudier la viscoélasticité sur une large gamme de fréquence et d'obtenir de fait la fonctionnalité d'un microrhéomètre rapide utilisable pour caractériser un grand nombre de fluides.

Autres Perspectives

Outre les perspectives déjà citées, d'autres pistes de recherches partiellement ou totalement absentes du présent manuscrit ont été ouvertes au cours de cette thèse. Elles ont trait à la fabrication en cherchant à utiliser un minimum de ressources, la caractérisation et l'utilisation de MEMS pour différentes applications potentielles. Ces pistes sont apparues à partir des recherches menées dans le cadre de la problématique de la thèse.

- A partir de « fils en U » des micropoutres en polymère ont été fabriquées. La technique consiste à déposer une ou plusieurs gouttes de liquide contenant le polymère afin qu'une membrane se forme en suspension à l'intérieur du « U » par capillarité. Le polymère peut être ensuite réticulé. Pour certains types de liquide, l'étape de dépôt et de réticulation décrite doit être répétée. De cette manière des micropoutres *en résine végétale* ont été fabriquées. A titre d'exemple, une poutre de ce type est montrée avec les résultats de sa caractérisation au vibromètre sur la Figure 1. Ces poutres végétales pourraient trouver une application dans la détection en milieu gazeux ou dans d'autres applications de détection environnementale (la résine végétale ayant par exemple des propriétés antiseptiques ou d'absorption d'un certain nombre d'impuretés).

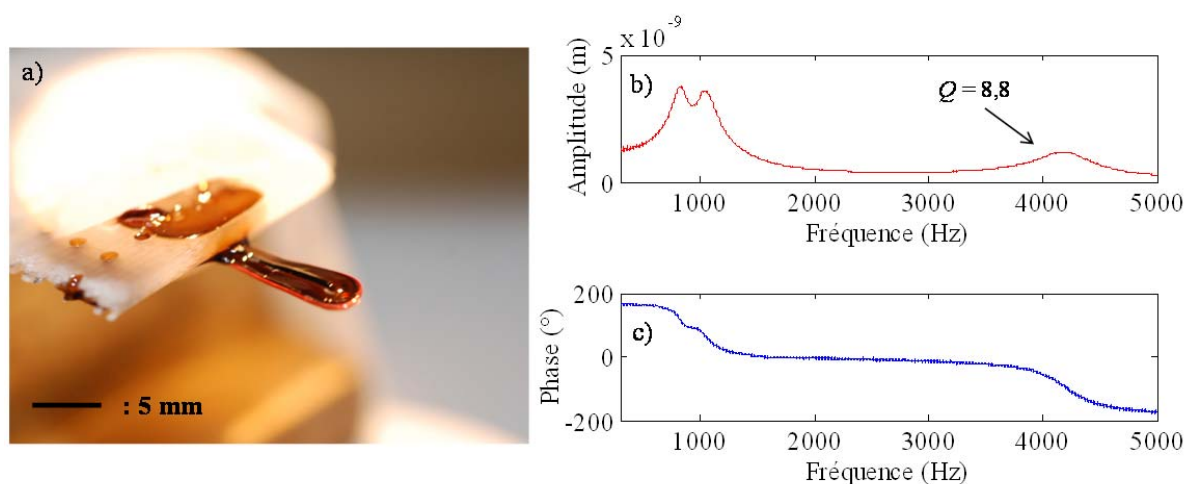


Figure 1 – a) Image d'une poutre constituée d'un fil métallique et de résine de cerisier ; b) amplitude du déplacement et c) phase de la poutre mesurée dans l'air au vibromètre.

- Les microsystèmes sont parfois actionnés en utilisant un actionnement piézoélectrique. Pour cela le PZT (Titano-Zirconate de Plomb) est souvent utilisé. Afin de proposer un matériau biocompatible et à faible impact environnemental, l'utilisation de *sel de Seignette*¹ (ou de Rochelle) a été testée (Figure 2). Pour la fabrication, du sel de Seignette en poudre (acheté chez Sigma-Aldrich) est dissout dans l'eau puis recristallisé très lentement pour former de gros cristaux. Des cristaux naturellement piézoélectriques ont été caractérisés (Figure 2-d et e). Leur intégration dans un MEMS nécessiterait l'emploi d'une cristallisation dans la structure elle-même : une perspective de travail possible est par exemple d'utiliser une cristallisation dans un microcanal.

¹ Parmi les premiers matériaux piézoélectriques découverts par l'homme, le sel de Seignette (ou tartrate double de sodium et de potassium) a été utilisé en tant que résonateur piézoélectrique jusque dans les années 50 pour diverses applications. C'est aussi un additif alimentaire (E3374). Sa faible température de Curie et sa solubilité dans l'eau seraient les principaux facteurs qui limitent son utilisation aujourd'hui en tant que cristal piézoélectrique. Cependant son très faible coût, sa facilité de fabrication ainsi que son impact environnemental, en ferait un très bon candidat pour des applications de récupération d'énergie (à bilan énergétique positif) à température ambiante sur de très grandes surfaces.

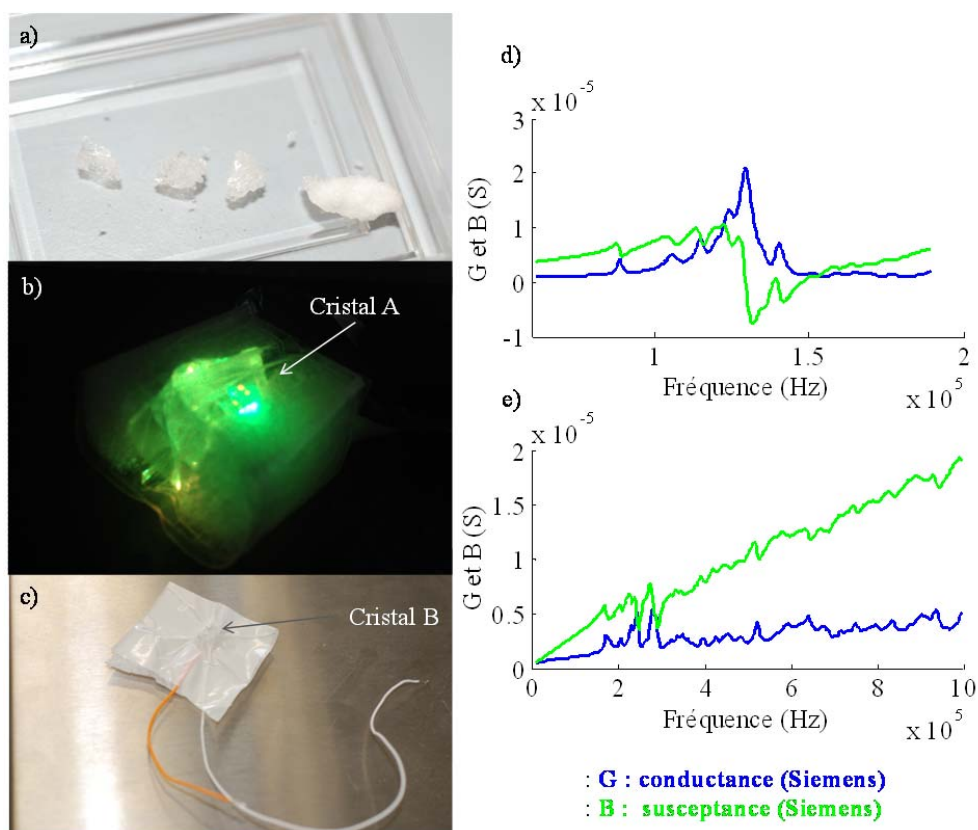


Figure 2 – a) Sel de Seignette, de gauche à droite, du plus cristallin au moins cristallin ; b) macro-cristal (illuminé en vert) pris en sandwich entre deux électrodes souples ; c) petit cristal packagé ; conductance (G) et susceptance (B), d) du macro-cristal, noté A, e) du cristal packagé, noté B, mesurées trois mois après fabrication à 20°C.

- *Le crayon à papier* est un excellent moyen pour déposer du graphite en fine couche. Un procédé manuel a permis de fabriquer des jauges de contrainte fonctionnelles résistives. Une des structures est montrée sur la Figure 3-a avec le résultat du test de la jauge avec différentes masses calibrées déposées sur les structures (Figure 3-b et c). L'utilisation de la machine de découpe combinée avec ce procédé peu coûteux pourrait permettre de fabriquer des microstructures en polymères ayant des jauges de contrainte intégrées. Ces structures trouveraient des applications en tant que capteurs et pourraient être utilisées notamment dans des kits pédagogiques ou des travaux pratiques.

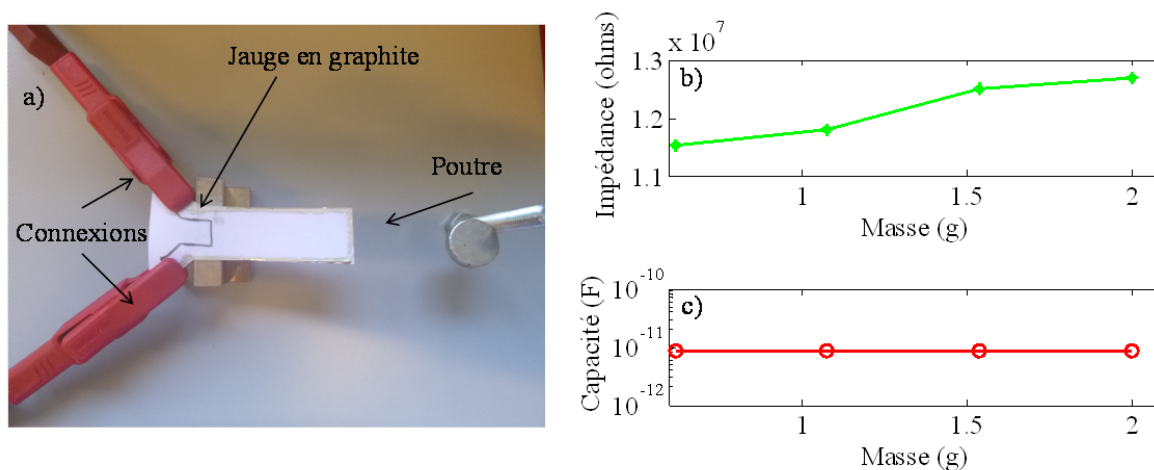


Figure 3 – a) Poutre comportant une jauge en graphite et encastrée sur un plot de bois, b) résistance mesurée à 50 kHz et c) capacité mesurée à 50 kHz pour différentes masses calibrées.

L'obtention de résultats exploitables avec des matériaux comme de la résine de cerisier, du sel de Seignette ou du graphite nous amène à penser qu'une autre conception de l'électronique est possible ; une électronique qui ne soit pas tournée vers la meilleure performance quel que soit le prix environnemental à payer pour sa fabrication, mais vers la recherche de performances acceptables avec des matériaux entièrement biodégradables et ne nécessitant qu'une faible quantité d'énergie pour leur fabrication et leur utilisation. En ce sens, il y a là à développer tout un pan de recherche en électronique : l'électronique soutenable.

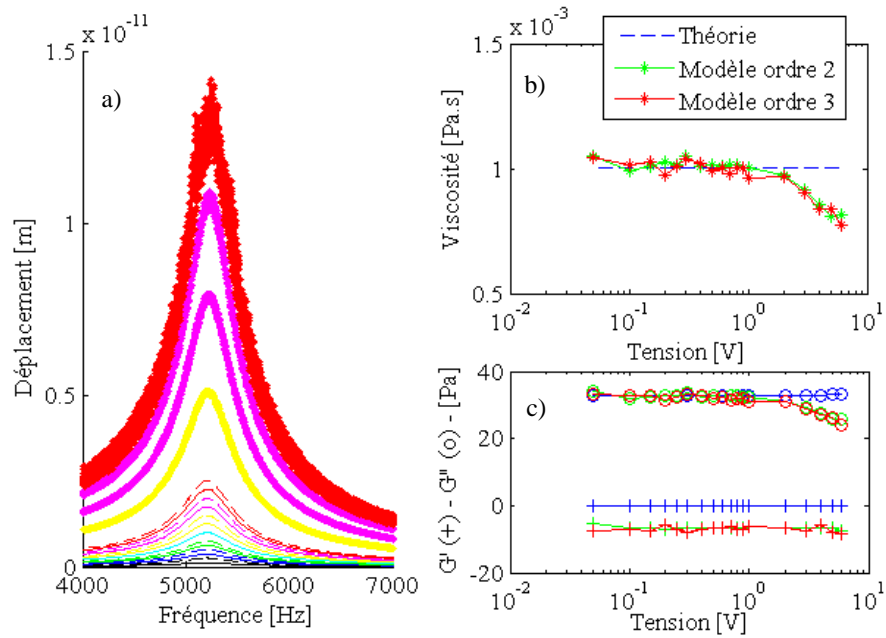
Annexes

Figure 1 – a) module du déplacement d’une micropoutre LH mesuré dans l’eau à 20°C, b) viscosité et c) module élastique G' et visqueux G'' mesurés pour l’eau, avec une tension d’actionnement comprise entre 0,05 et 6 V (Impédance de la piste d’actionnement : 40,7 Ω , température estimée de la couche de liquide sondée pour une tension d’actionnement de 6V : 35°C).

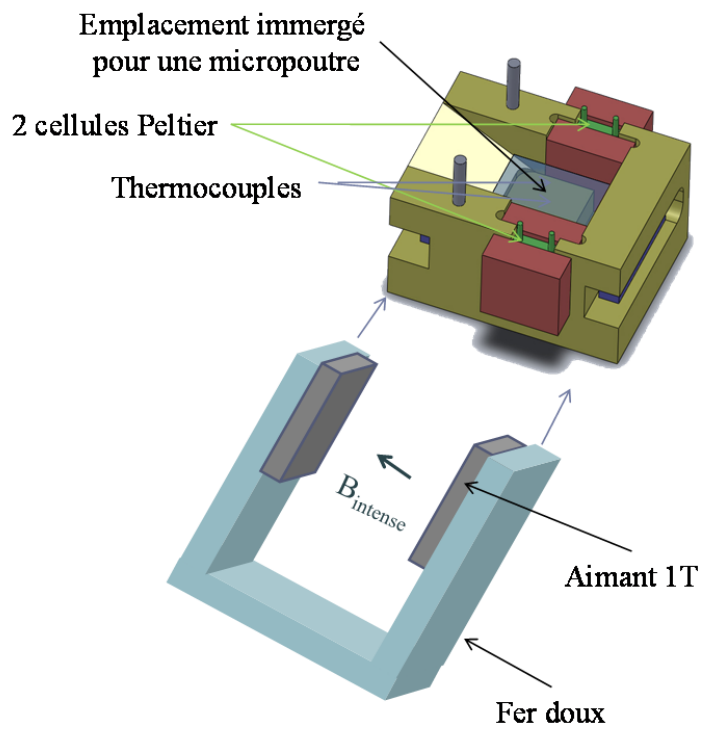


Figure 2 – Schéma 3D de la cellule de mesure de micropoutre immergée et du circuit magnétique emboîtable dans la cellule.

Liste des publications relatives aux travaux

Article dans des revues avec comité de lecture :

[1] High-frequency viscoelastic measurements of fluids based on microcantilever sensing: New modeling and experimental issues

Lemaire, Etienne ; Caillard, Benjamin ; Youssry, Mohamed ; Dufour, Isabelle

Dans : Sensors and Actuators A (**septembre 2013**)

doi : 10.1016/j.sna.2013.07.022

[2] Comparison and experimental validation of two potential resonant viscosity sensors in the kilohertz range

Lemaire, Etienne; Heinisch, Martin; Caillard, Benjamin; Jakoby, Bernhard; Dufour, Isabelle

Dans : Measurement and Science Technology (**juillet 2013**)

doi:10.1088/0957-0233/24/8/084005

[3] On chip characterization of the viscoelasticity of complex fluids using microcantilevers

Youssry, Mohamed; **Lemaire, Etienne**; Caillard, Benjamin; Colin, Annie; Dufour, Isabelle

Dans : Measurement and Science Technology (**mai 2012**)

doi: 10.1088/0957-0233/23/12/125306

[4] The Microcantilever: a Versatile Tool for Measuring the Rheological Properties of Complex Fluids

Dufour, Isabelle; Maali, Abdelhamid; Amarouchene, Yacine; Ayela, Cedric; Caillard, Benjamin;

Darwiche, Ahmad; Guirardel, Matthieu; Kellay, Hamid; **Lemaire, Etienne**; Mathieu, Fabrice; Pellet,

Claude; Saya, Daisuke; Youssry, Mohamed; Nicu, Liviu; Colin, Annie

Dans : Journal of sensors (**janvier 2012**)

doi: 10.1155/2012/719898

Communications avec actes :

[5] MEMS-based Measurement of Rheological Fluid Properties

Dufour, Isabelle ; **Lemaire, Etienne** ; Caillard, Benjamin

Dans : AMA Conference Sensor+Test (**mai 2013**)

Nuremberg (Allemagne)

[6] Wire based and micromachined U-shaped cantilever devices for viscosity and mass density sensing for measurements in a frequency range of 100Hz to 100kHz

Heinisch, Martin ; Reichel, Erwin K. ; Voglhuber-Brunnmaier, Thomas ; Hortschitz, Wilfried ; Stifter,

Michael ; Schalko, Johannes ; **Lemaire, Etienne** ; Dufour, Isabelle ; Jakoby Bernhard

Dans : 10th International Workshop on Nanomechanical Cantilever Sensors (**mai 2013**)

Stanford (Californie)

Liste des publications

[7] Influence of fluid-structure interaction on microcantilever vibrations: applications to rheological fluid measurement and chemical detection

Dufour, Isabelle; **Lemaire, Etienne**; Caillard, Benjamin; Debéda, Hélène; Lucat, Claude; Heinrich, Stephen; Josse, Fabien; Brand Oliver

Dans : SPIE Microtechnologies (**avril 2013**)

Grenoble (France)

[8] A Study of Wire-based Resonators for Viscosity Sensing

Heinisch, Martin; **Lemaire, Etienne**; Caillard, Benjamin; Dufour, Isabelle; Jakoby, Bernhard

Dans : 3rd European Conference on Microfluidics (**décembre 2012**)

Heidelberg (Allemagne)

[9] Fluid characterization using a vibrating microstructure - the future of (micro)rheology?

Lemaire, Etienne; Heinisch, Martin; Caillard, Benjamin; Jakoby, Bernhard; Dufour, Isabelle

Dans : 13th Mechatronics International Conference (**septembre 2012**)

Linz (Autriche)

Présentation orale: Etienne Lemaire

[10] Rheological characterization of complex fluid based on both analytical modelling and spectrum measurement of vibrating silicon microcantilevers

Lemaire, Etienne; Caillard, Benjamin; Dufour, Isabelle

Dans : The XVIth International Congress on Rheology (**août 2012**)

Lisbonne (Portugal)

Présentation orale: Etienne Lemaire

[11] Measurement of the rheological properties of Newtonian and non-Newtonian fluids using microcantilever deflection

Darwiche, Ahmad; Kellay, Hamid, Null; Amarouchene, Yacine; Caillard, Benjamin; **Lemaire, Etienne**; Maali, Abdelhamid; Dufour, Isabelle

Dans : The XVIth International Congress on Rheology (**août 2012**)

Lisbon (Portugal)

[12] Can microcantilevers probe the high-frequency viscoelastic properties of fluids?

Lemaire, Etienne; Youssry, Mohamed; Caillard, Benjamin; Ayela, Cedric; Dufour, Isabelle; Saya, Daisuke; Mathieu, Fabrice; Nicu, Liviu; Colin, Annie

Dans : 8th International Workshop on Nanomechanical Sensing 2011 (**mai 2011**)

Dublin (Irlande)

Présentation orale : Etienne Lemaire

Communications en français :

[13] La microrhéologie avec des microleviers : Méthode pour la détermination des propriétés rhéologiques d'un fluide à l'aide d'une micropoutre

Lemaire, Etienne; Caillard, Benjamin; Dufour, Isabelle

Liste des publications

Dans : Journée de l'école doctorale SPI 2012 (**mars 2012**)

Bordeaux

Poster : Etienne Lemaire

[14] Micropoutres pour la Microrhéologie

Lemaire, Etienne; Yousry, Mohamed; Caillard, Benjamin; Dufour, Isabelle

Dans : 14èmes Journées Nationales du Réseau Doctoral en Micronanoélectronique JNRDM2012 (**juin 2011**)

Cachan

Poster : Etienne Lemaire

Résumé

Les propriétés viscoélastiques des fluides déterminent leur écoulement. L'étude de ces propriétés a de nombreuses applications industrielles et académiques qui concernent la matière dite « molle » (polymères, colloïdes, tensioactifs, protéines, ...). L'approche proposée permet d'étudier ces propriétés sur une gamme de fréquence allant de 1 à 100 kHz. La méthode utilise la mesure de la vibration d'une microstructure actionnée électromagnétiquement et immergée dans le fluide à caractériser. La réponse en fréquence du système mécanique, mesurée optiquement ou électriquement, est caractéristique du milieu dans lequel la structure est immergée. Une méthode analytique dédiée aux micropoutres, pour l'extraction des propriétés rhéologiques du milieu, a été améliorée tout au long de la thèse.

La méthode analytique développée, pour être appliquée, nécessite la précision d'un système optique complexe pour mesurer sans artefact les propriétés mécaniques de l'interaction micropoutre-liquide. Ainsi les liquides opaques ne peuvent être caractérisés avec cette approche. De plus la mesure peut difficilement être intégrée dans un dispositif portable tout-électronique. Afin de pallier ces difficultés et de proposer une mesure de la viscoélasticité en milieu opaque, la stratégie de mesure du capteur jusqu'au traitement des signaux ont été réévalués : (1) des microstructures en « U » ont été fabriquées, (2) une méthode de mesure intégrée a été mise en place et (3) une méthode de traitement à fréquence unique a été utilisée.

Finalement, un liquide opaque viscoélastique, le yaourt, a pu être caractérisé in-situ tout au long de la fermentation lactique permettant de démontrer la validité et l'applicabilité de la méthode mise en œuvre pour le suivi en temps réel de la viscoélasticité.

Mots Clés : micropoutres, microstructures, modélisation, capteurs, viscoélasticité, viscosité, microrhéologie

Abstract

The study of viscoelastic properties has many industrial and academic applications related to "soft matter" like polymers, colloids, surfactants or proteins. The present approach measures these properties in a frequency range from 1 to 100 kHz. The method uses the measurement of the vibration of a microstructure actuated electromagnetically and immersed in the fluid that has to be characterized. The frequency response of the mechanical system, which is measured optically or electrically, is characteristic of the environment in which the structure is immersed in. An analytical method dedicated to microcantilevers for the extraction of the rheological properties has been improved during this PhD thesis.

The analytical method developed requires the accuracy of a complex optical system for measuring without artifact the mechanical properties of microcantilever-liquid interaction. Thus opaque liquids cannot be characterized with this system. In addition, the measurement cannot easily be integrated. To overcome these difficulties and provide the measurement of viscoelasticity into opaque medium, some strategy was reassessed: (1) "U" shaped microstructures were fabricated; (2) an integrated measurement method was developed and (3) a single frequency method was used to calculate the viscoelasticity.

Finally, a viscoelastic and opaque liquid, such as yogurt, has been characterized in situ during the lactic fermentation to demonstrate the validity and the applicability of the method for the real-time monitoring of viscoelasticity.

Keywords: microcantilever, microstructures, modeling, sensors, viscoelasticity, viscosity, microrheology