



Etudes technologiques de composants PDMS pour applications biomédicales : développement de capteurs souples de pression par transfert de film

Thi Hong Nhung Dinh

► **To cite this version:**

Thi Hong Nhung Dinh. Etudes technologiques de composants PDMS pour applications biomédicales : développement de capteurs souples de pression par transfert de film. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Paris-Saclay, 2015. Français. <NNT : 2015SACLS127>. <tel-01266753>

HAL Id: tel-01266753

<https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01266753>

Submitted on 3 Feb 2016

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

NNT : 2015SACLS127

THÈSE DE DOCTORAT
DE L'UNIVERSITÉ PARIS-SACLAY,
préparée à "Université Paris Sud"

ÉCOLE DOCTORALE N°575
Electrical, Optical, Bio-physics and Engineering

Spécialité de doctorat : Electronique et Optoélectronique, Nano et Microtechnologies

Par

Mme Thi Hong Nhung DINH

**Etudes technologiques de composants PDMS pour applications
biomédicales : développement de capteurs souples de pression
par transfert de film**

Directrice de thèse : Elisabeth DUFOUR-GERGAM
Co-encadrants : Pierre-Yves JOUBERT et Emile MARTINCIC

Thèse présentée et soutenue à l'IEF, le 24 novembre 2015 devant les membres du jury :

M. Philippe PERNOD	Professeur <i>École Centrale de Lille, IEMN</i>	Président
Mme Isabelle DUFOUR	Professeur <i>Université Bordeaux, IMS</i>	Rapporteur
M. Abdelhamid ERRACHID	Professeur <i>Univ. Claude Bernard-Lyon 1, ISA</i>	Rapporteur
Mme Anne-Marie HAGHIRI-GOSNET	Directrice de recherche <i>CNRS, LPN</i>	Examineur
M. Skandar BASROUR	Professeur <i>Université Joseph Fourier, TIMA</i>	Examineur
Mme Elisabeth DUFOUR-GERGAM	Professeur <i>Université Paris Sud, IEF</i>	Directrice de thèse
M. Pierre-Yves JOUBERT	Professeur <i>Université Paris Sud, IEF</i>	Examineur
M. Emile MARTINCIC	Maître de conférences <i>Université Paris Sud, IEF</i>	Examineur



*A la mémoire de mon père,
A ma famille au Vietnam, au Japon et en France ...*



Remerciement

Ma reconnaissance s'adresse à Mme Elisabeth DUFOUR-GERGAM, professeur à l'université Paris Sud, pour m'avoir encadré. Je la remercie également pour la confiance qu'elle m'a accordée et le soutien scientifique qu'elle m'a apporté. Je suis aussi très reconnaissante à Monsieur Pierre-Yves JOUBERT, professeur à l'université Paris Sud, et Monsieur Emile MARTINCIC, maître de conférences à l'université Paris Sud, pour leur encadrement, leur suivi et leurs conseils de tous les instants. Leur confiance et leur implication ont joué un rôle majeur pour le bon déroulement de ma thèse.

Je remercie Monsieur André DE LUSTRAC, directeur de l'Institut d'Electronique Fondamentale pour m'avoir accueilli au sein du laboratoire.

J'adresse mes remerciements à Monsieur Alain BOSSEBOEUF, l'ex directeur de recherche du département Microsystèmes et NanoBioTechnologies (Minasys), pour m'avoir intégré au sein de son équipe. De plus, j'aimerais le remercier pour sa grande disponibilité et pour m'avoir donné la possibilité de participer à l'organisation du workshop NAMIS 2014 au Vietnam. Je remercie Noriko FUJIOKA pour sa gentillesse et ses soutiens.

Je remercie Madame Isabelle DUFOUR, professeur à l'université Bordeaux 1 et Monsieur Abdelhamid ERRACHID, professeur à l'université Claude Bernard-Lyon 1, qui ont accepté d'être rapporteurs de ce mémoire de thèse. Je remercie également Madame Anne-Marie HAGHIRI-GOSNET, directrice de recherche du Laboratoire de Photonique et de Nanostructures (LPN), Monsieur Skandar BASROUR, professeur à l'université Joseph Fourier et Monsieur Philippe PERNOD, professeur à l'école Centrale de Lille d'avoir accepté de juger ce travail et d'être membres du jury.

Je tiens à remercier de nombreuses personnes avec qui j'ai pu travailler durant ma thèse, et tout particulièrement Marion WOYTASIK, Magdalèna COUTY, Fériel HAMDI, et Hong-Ha CAO pour leur collaboration indispensable. Je remercie également les personnels de deux laboratoires LMT et SATIE de l'ENS de Cachan pour leur aide lors de mes séjours à l'ENS.

Ma reconnaissance s'adresse aux personnels de la Centrale de Technologie Universitaire, pour leur disponibilité et leur soutien technique, tout particulièrement, Nathalie ISAC, David BOUVILLE, François MAILLARD, Marie-Paule PLANTE, Antoine MARTIN, Jean René COUDEVILLE. Je remercie également Fabien BAYLE, Delphine NEEL, Cédric VILLEBASSE, Jean Luc PERROSSIER, Samsond EDMOND pour leurs aides.

Je remercie l'ensemble des doctorants du département en commençant par les anciens qui ont su me mettre sur la voie d'une recherche fructueuse : Magdalèna COUTY, Vincent BEIX, Alexandre HOUDOUIN, Guillaume SCHELCHER, Sébastien NAZEER,... Je pense également aux doctorants/post-doctorants du laboratoire : Meritxell CORTES, Sarah RISQUEZ, Ming WU, Guillaume LEHEE....

Je tiens à exprimer mes sincères remerciements à l'ensemble des personnels du département Minasys qui m'a intégré avec compétence, gentillesse et bonne humeur. Durant cette thèse, j'ai eu la chance de travailler dans un environnement toujours agréable. Je pense à Johan MOULIN, Fabien PARRAIN, Philippe COSTE, Mehdi AMMAR

Je remercie l'ensemble des personnels de l'entreprise KFM Technology pour le contrat de recherche avant cette thèse et pour le procédé transfert de film. Je pense à Martial DESGEORGES, Fabrice VERJUS, Sébastien BRAULT, Kamran DANAIE, Olivier GAREL.

Je souhaite remercier toute l'équipe administrative et technique de l'IEF, notamment : Isabelle DALAC, André THEMELIN et Lydia PACTOLE pour leur gentillesse et leur soutien indéfectible. Je pense aussi à Ingrid FREY, Koro SOKHONA, Zouhire LAOUDIHI, Amanda TREPAGNY et Sylvie LAMOUR. Je remercie également, Laurence STEPHEN et Annie ROY pour leur aide dans les démarches administratives.

Je remercie les personnels de l'IUT de Cachan pendant ma mission monitorat. Je remercie Nicolas LIEBEAUX de m'avoir accueillie au sein de son département. Un grand merci à Stéphane POUJOULY pour m'avoir formé aux TP électroniques. De plus, j'aimerais le remercier pour sa grande disponibilité et pour ses aides précieuses en enseignement.

Je n'oublie pas mes amis qui m'ont toujours soutenu et encouragé dans la bonne humeur. Je pense à Mariya, Jean-Baptiste, Mehdi, Mai Chung, Quynh, Cam, Ngoc, Tien-Anh....

Je dédie ce mémoire à ma famille au Vietnam, au Japon et en France pour leur soutien moral; qu'ils sachent que je les aime profondément. Une dernière pensée à la mémoire de mon grand père et mon père. Si je suis là aujourd'hui, c'est grâce à eux.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION GÉNÉRALE	1
CHAPITRE 1 PROBLEMATIQUE DE LA MESURE NON-INVASIVE DES CHAMPS DE PRESSION	5
1.1 Dispositifs de mesure de champ de pression existants	6
1.1.1 Dispositifs commercialisés.....	6
1.1.2 Dispositifs de mesure de champ de pression en développement.....	7
1.2 Prototypes des capteurs de pression souples développés à l'IEF	12
1.2.1 Capteurs de pression normale.....	12
1.2.2 Capteur matriciel de pression à 3 axes de sensibilité.....	15
1.3 Conclusion	19
CHAPITRE 2 MISE EN EVIDENCE DES PROPRIETES MECANIQUES DES FILMS PDMS	23
2.1 Introduction.....	24
2.2 Préparation du film PDMS	25
2.3 Généralités sur les propriétés mécaniques du PDMS	26
2.4 Analyse en compression des films de PDMS	27
2.4.1 Estimation du module d'Young du PDMS.....	27
2.4.2 Analyse en compression par simulations par éléments finis.....	31
2.4.3 Etude de la compression locale du film de PDMS : rôle du facteur de forme	37
2.4.4 Validation de l'étude en compression par mise en œuvre d'un macro-capteur de pression souple..	41
2.4.5 Conclusion sur le dimensionnement des capteurs de pression normale	43
2.5 Analyse en cisaillement	44
2.5.1 Principe de caractérisation en cisaillement d'un film de PDMS	44
2.5.2 Mise en œuvre et résultats d'estimation du module de cisaillement	45
2.5.3 Validation des propriétés mécaniques du PDMS en cisaillement sur des macro-capteurs.	47
2.5.4 Application au dimensionnement d'un capteur de cisaillement.....	49
2.6 Conclusion	50
CHAPITRE 3 PROCEDE DE FABRICATION DES CAPTEURS DE PRESSION.....	53
3.1 Etat de l'art.....	54
3.1.1 Technologies de métallisation sur PDMS	54
3.1.2 Exemples de microdispositifs développés sur PDMS	58
3.2 Fabrication des capteurs par procédé de transfert de film.....	60
3.2.1 Procédé global de fabrication	61

3.2.2	Etape 1: Micro-moulage de cuivre.....	62
3.2.3	Etape 2 : Elaboration des couches de PDMS	73
3.2.4	Etape 3 : Aligement et collage PDMS/PDMS	74
3.2.5	Etape 4 : Séparation du substrat donneur.....	75
3.3	Synthèse globale du procédé de fabrication	76
3.3.1	Analyse des performances de la fabrication	76
3.3.2	Les paramètres optimums pour un collage PDMS-PDMS réussi	79
3.3.3	Découpage des puces et connexion électrique	81
3.4	Conclusion sur le procédé de fabrication	82
 CHAPITRE 4 CARACTERISATION ELECTROMECHANIQUE DES MICRO-CAPTEURS DE PRESSION		85
4.1	Caractérisation électrique des capteurs à vide.....	86
4.1.1	Capteurs de pression normale.....	86
4.1.2	Discussion sur les différences constatées entre les capacités mesurées et théoriques.....	88
4.1.3	Comparaison des capteurs d'une même matrice.....	89
4.1.4	Cas des matrices à connexions multiplexées.....	90
4.1.5	Conclusion sur la caractérisation électrique des capteurs de pression normale	92
4.2	Matrice de capteurs de pression à 3 axes de sensibilité	92
4.3	Caractérisations électromécaniques des micro-capteurs de pression	93
4.3.1	Banc de caractérisation électromécanique de capteurs capacitifs à base de PDMS	93
4.3.2	Caractérisation des micro-capteurs de pression normale.....	96
4.3.3	Caractérisation du capteur matriciel à trois axes de sensibilité	102
4.4	Conclusion	104
 CHAPITRE 5 PROCEDES DE COLLAGE REVERSIBLE DE COMPOSANTS PDMS... 107		
5.1	Introduction.....	108
5.2	Etude bibliographique	109
5.3	Objectifs	112
5.4	Méthodologie et protocoles expérimentaux développés.....	113
5.4.1	Dispositifs micro-fluidiques de test	113
5.4.2	Méthodologie développée et protocole expérimentaux	113
5.4.3	Fabrication des puces micro-fluidique	114
5.4.4	Agent de collage	115
5.4.5	Traitement thermique	116
5.4.6	Test d'étanchéité	116
5.4.7	Décollage du capot PDMS.....	117
5.5	Résultats et discussions	117
5.5.1	Méthode « Stamp-and-Stick »,.....	117

5.5.2	Utilisation du plasma d'oxygène.....	120
5.6	Conclusion	124
	CONCLUSION ET PERSPECTIVES	127
	LISTE DES PUBLICATIONS.....	131
	BIBLIOGRAPHIES	135

INTRODUCTION GÉNÉRALE

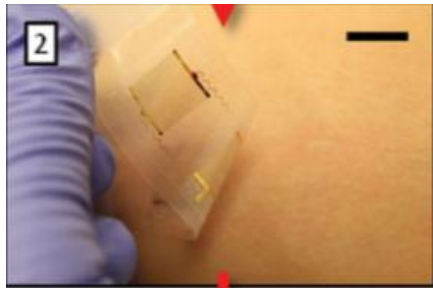
L'avènement des Technologies de l'Information et de la Communication en Santé (TICS), rendu possible par le développement des dispositifs médicaux communicants portables ou implantables, ouvre de toutes nouvelles perspectives dans le domaine de la santé. Par exemple, des dispositifs permettant le suivi en continu des patients dans leur activité quotidienne, voire l'ajustement en temps réel des thérapies, sont de plus en plus souvent considérés. Citons à titre d'exemple, les systèmes ambulatoires de mesure de pression plantaire destinés à la détection précoce de lésions dans les maladies neuro-dégénératives permettant l'analyse et le suivi en continu des appuis du corps humain... (8 000 amputations sont pratiquées par an en France, faute de diagnostic précoce des hyper-appuis chez les patients diabétiques). Nous précisons ici cette caractéristique car c'est cette application que nous avons choisi d'explorer au sein de cette étude. Les développements récents des micro et nanotechnologie permettent d'envisager la fabrication de dispositifs médicaux portables combinant de hautes performances en termes de précision, de fiabilité et de robustesse, et une utilisation faiblement voire non-invasive, préservant le confort du patient lors d'un usage quotidien. Dans ce contexte, le développement de technologies permettant de concevoir des capteurs sur supports souples constitue un enjeu essentiel.

Le polydiméthylsiloxane (PDMS) est un matériau polymère diélectrique, transparent dans le visible, souple, hautement déformable et qui permet une duplication aisée et à faible coût. Il est largement utilisé dans le développement des dispositifs pour applications biomédicales. La Figure 1 présente quelques exemples de composants exploitant le PDMS dans le domaine de micro-technologie. Comme des capteurs physiologiques portables souples développés pour analyser l'émotion, le rythme cardiaque ou la pression (Figure 1-a et b). Un exemple d'une matrice des capteurs de pressions souples basés sur des polymères (PDMS et Kapton (poly-imide)) pour une mesure d'appuis plantaires est présenté Figure 1-c. Par ailleurs, de nombreux dispositifs micro-fluidiques destinés à l'analyse biologique sont développés. Ces dispositifs présentent l'intérêt de fonctionner avec des temps d'analyse réduits et un environnement plus facilement contrôlé que dans des systèmes d'analyse conventionnels, tout en consommant moins de réactifs. Un exemple d'une bio-puce intégrée dans un système micro-fluidique en PDMS, intégrant également des micro-électro-aimants destinés à piéger et contrôler le déplacement de nanoparticules magnétiques fonctionnalisées est présenté Figure 1-d.

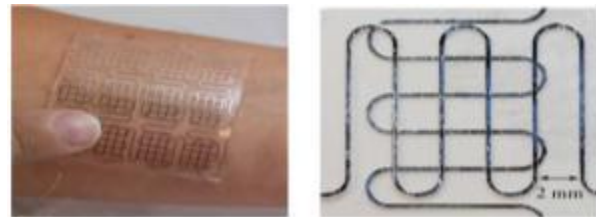
Les travaux de thèse rapportés dans ce manuscrit portent sur le développement technologique de composants exploitant le PDMS (polydiméthylsiloxane) pour applications biomédicales. Plus que la réalisation de dispositifs proprement dits, ce qui nous intéresse ici est d'établir une méthodologie de développement de tels dispositifs. Cette méthodologie inclut les aspects de réalisation et d'optimisation des procédés de micro-fabrication exploitant le PDMS, mais également les aspects liés à la conception, au dimensionnement, et à la caractérisation des dispositifs réalisés.

Pour développer cette méthodologie, nous nous intéressons tout d'abord à l'élaboration de capteurs de pression souples à trois axes de sensibilité, destinés à l'analyse tridimensionnelle des appuis du corps humain. Cette étude nécessite d'identifier les propriétés physiques des matériaux utilisés, en particulier du PDMS, afin de dimensionner correctement le dispositif souple envisagé. Elle nécessite également de développer et d'optimiser le procédé de fabrication, afin de rendre le

dispositif opérationnel et robuste. Elle nécessite enfin de développer les dispositifs expérimentaux de caractérisation afin de valider le dimensionnement et la fabrication des capteurs. Dans cette étude, les caractéristiques du PDMS conditionnent à la fois les performances opérationnelles du dispositif élaboré ainsi que la fabrication même du capteur. Son comportement mécanique réel, lorsqu'il est sollicité comme partie intégrante du capteur déformable, dépend d'un grand nombre de paramètres qui restent difficiles à extrapoler. D'autre part, la métallisation du PDMS est très difficile à réaliser, à cause de la nature malléable et de sa faible énergie de surface.



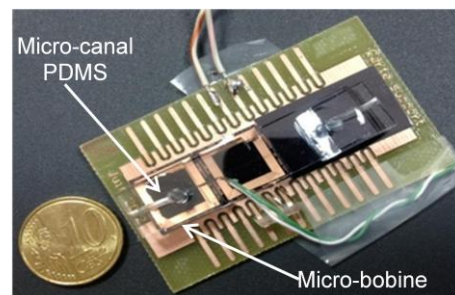
(a) *Electronique Epidermique Système (EES)*



(b) *Peau artificielle étirable pour des applications de détection de pression*



(c) *Mesure non-invasive des champs de pression*



(d) *Bio-puce intégrant des micro-électro-aimants à des systèmes microfluidiques*

Figure 1. Composants PDMS pour des applications médicales : (a) et (b) Capteurs physiologiques souples (Jeong *et al.*, 2014; Kramer *et al.*, 2011) ; (c) Matrice de capteurs de pression (Surapaneni *et al.*, 2013) ; (d) Bio-puce (IEF)

La méthodologie que nous avons adoptée pour mener ces travaux vise à résoudre ces difficultés technologiques, et à optimiser la fabrication et la conception des dispositifs de micro-capteurs de pression souple adaptés à la mesure de champ de pression. Un procédé de micro-fabrication original développé et breveté à l'IEF, appelé procédé de transfert de film, est utilisé et adapté dans ces travaux. L'une des étapes technologiques de ce procédé concerne le contrôle de l'adhérence des films de PDMS à leur substrat, qu'il est nécessaire de maîtriser pour réussir le transfert de film. L'adhérence contrôlée du PDMS nous a paru être un problème technologique particulièrement intéressant à étudier, car sa maîtrise est nécessaire dans la réalisation de nombreux dispositifs, en particulier pour l'obtention du packaging réversible de composants microfluidiques. L'objectif est dans ce cas d'obtenir un collage réversible, donc temporaire, sans dégradation des parties séparables ni pertes des propriétés fonctionnelles de l'ensemble. (un collage réversible présente donc l'avantage de réutiliser le même substrat fonctionnalisé, et donc de réduire le coût et le temps de fabrication des micro-dispositifs).

Pour répondre à ces différents objectifs, nous avons organisé nos travaux en cinq étapes, correspondant aux cinq chapitres de ce manuscrit (Figure 2).

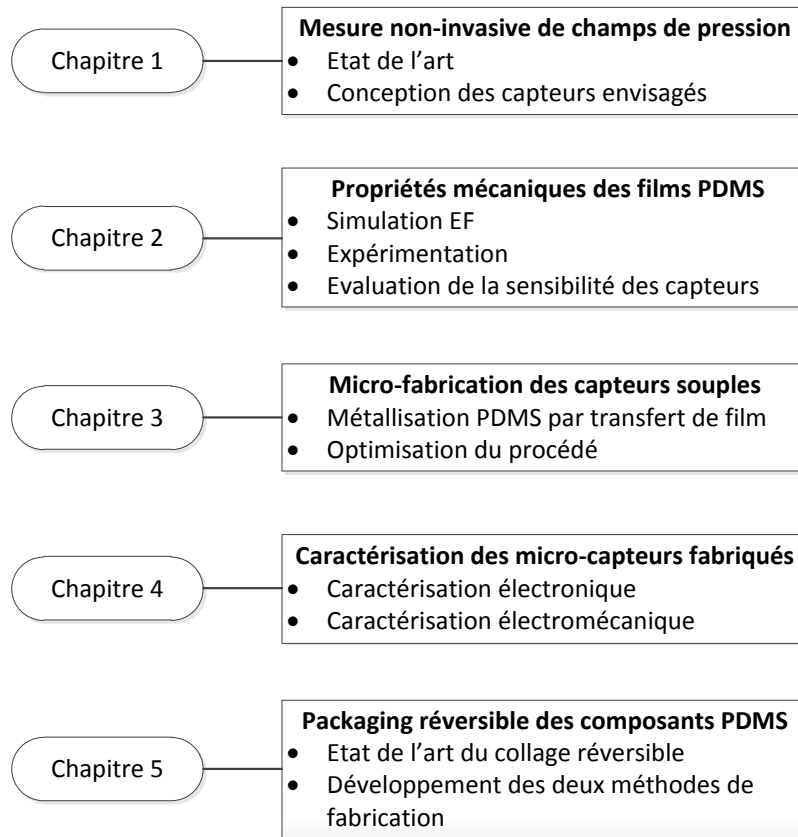


Figure 2. Plan du manuscrit

Le chapitre 1 présente la problématique de la mesure non-invasive de champs de pression. Certains dispositifs disponibles sur le marché et des travaux issus des laboratoires de recherche y sont présentés dans un premier temps. Ensuite, la conception des capteurs de pression envisagés dans ces travaux et leur principe de fonctionnement sont présentés. Ces capteurs utilisent des films de PDMS comme une couche diélectrique déformable placée entre des électrodes, pour constituer des capteurs de pression capacitifs souples. Deux types de capteurs sont considérés : des capteurs de champ de pression normale au plan du capteur, et des capteurs dits à trois axes de sensibilité, c'est-à-dire sensibles aux trois composantes du champ de pression auquel ils sont soumis.

Le chapitre 2 présente la mise en évidence des propriétés mécaniques des films de PDMS. Tout d'abord, nous décrivons une étude paramétrique du comportement mécanique des films de PDMS utilisés pour la réalisation des capteurs. Cette étude sera réalisée à l'aide de simulations numériques exploitant la méthode des éléments finis (EF), conjointement à des expérimentations destinées à ajuster les modèles de simulation et à valider les résultats obtenus. La fabrication des films de PDMS, l'analyse en compression et en cisaillement des films y seront détaillées. Enfin, des éléments de dimensionnement des micro-capteurs de pression souples seront mis en évidence à partir de ces analyses.

Le chapitre 3 est consacré à l'étude du procédé de micro-fabrication des capteurs de pression suivant le dimensionnement définis précédemment. Nous utiliserons le procédé de transfert de film pour réaliser les électrodes métalliques conductrices des capteurs sur le PDMS. Un état de l'art de la métallisation du PDMS et des exemples de fabrication des capteurs utilisant le PDMS seront présentés dans un premier temps, suivi de la description du procédé utilisé dans ce travail pour la fabrication des micro-capteurs de pression. L'optimisation des étapes clés sera tout particulièrement

développée. Les résultats de fabrication de différents prototypes de capteurs de pression, uniques ou matriciels, fabriqués sur substrat rigide (verre) ou flexible (Kapton) seront alors discutés à la fin de ce chapitre.

Le chapitre 4 présentera d'abord les caractérisations électriques des micro-capteurs fabriqués afin de conclure sur la qualité de fabrication des micro-capteurs réalisés. Par ailleurs, des caractérisations électromécaniques de ces capteurs seront menées afin de quantifier les performances fonctionnelles des capteurs fabriqués. Dans ce chapitre, nous considérons tour à tour la caractérisation de micro-capteurs de pression normale uniques, puis la caractérisation de micro-capteurs matriciels de pression normale ou à trois axes de sensibilité.

Pour finir, le chapitre 5 prolonge l'étude de la problématique du contrôle de l'adhérence du PDMS déjà abordée dans le chapitre 3. Celle-ci se focalise alors sur le développement d'un procédé permettant l'adhérence contrôlée du PDMS destinée au packaging réversible de micro-dispositifs. Deux méthodes seront proposées et étudiées: la première utilise une couche intermédiaire réalisée dans un matériau additionnel (DMPMS) et la deuxième s'appuie sur l'utilisation d'un plasma d'oxygène. Une analyse des résultats expérimentaux sera présentée, permettant de quantifier l'influence des différents paramètres du procédé sur la qualité du collage. Enfin, le nombre de cycles collage/décollage obtenus sur les dispositifs réalisés sera précisé afin de caractériser les performances des différentes méthodes développées.

Chapitre 1

Problématique de la mesure non-invasive des champs de pression

La connaissance des distributions spatiales de pression (ou champs de pression) constitue un enjeu majeur dans le domaine de la santé pour l'analyse et le contrôle des appuis du corps humain. Cette connaissance est nécessaire dans de nombreuses applications médicales telles que :

- l'analyse de la marche (Bamberg *et al.*, 2008),
- l'analyse des appuis corporels en médecine sportive (Chelius *et al.*, 2011),
- le suivi dynamique de la rééducation dans le cas des paralysies (Pradon *et al.*, 2012; Roche *et al.*, 2011),
- le contrôle et le suivi dynamique des thérapies - par exemple par bandages de compression (Al Khaburi *et al.* 2012; Moffatt 2007),
- la détection précoce des lésions dues à de mauvais appuis dans le cas de pathologies neurodégénératives (Caselli *et al.*, 2002; Hartmann-Heurtier, 2012),
- ou encore la mesure de la pression exercée par les lèvres et la langue sur les dents en orthodontie / orthophonie.

Pour ce type d'applications, il est nécessaire de disposer des matrices de capteurs de pression sensibles et de résolution spatiale fine, afin de relever des cartographies des champs de pression suffisamment détaillées pour être pertinentes pour des applications médicales. D'autre part, afin d'effectuer la mesure en conditions dites « écologiques » (c'est-à-dire correspondant à une mise en situation non artificielle du corps humain) et d'en suivre l'évolution dans le temps, il est nécessaire que ces matrices de capteurs soient non-invasives, souples, biocompatibles, tout en restant robustes, et qu'elles puissent être intégrées à des dispositifs de mesure portables ou ambulatoires (par exemple sous forme de vêtements ou de semelles instrumentées). Associées à une électronique intégrée et communicante, ces matrices pourraient ainsi être intégrées dans des dispositifs non invasifs innovants pour le suivi journalier des patients.

Nous présentons dans ce chapitre quelques dispositifs de mesure de champs de pression existant dans le commerce, et d'autres issues de travaux de recherche ainsi que des prototypes de capteurs envisagés dans cette thèse qui seront présentés dans le contexte applicatif dans lesquels ils ont été imaginés.

1.1 Dispositifs de mesure de champ de pression existants

1.1.1 Dispositifs commercialisés

Différents dispositifs permettant l'analyse des champs de pression sont d'ores et déjà disponibles sur le marché ou font l'objet de développements déjà fortement avancés.

La plupart des systèmes est dédiée à la mesure intra-muros sur des plateformes fixes. Ces plateformes sont adaptées à des analyses en conditions de laboratoire, et non à un suivi journalier du patient en conditions « écologiques ». Parmi celles-ci, on peut trouver des plateformes d'analyses de la posture et de la marche, telles que les plateformes d'équilibre et de marche Zebris FDM (Figure 3.a) ou la piste de marche GAITrite, ou encore des plateformes destinées à l'analyse de la rééducation motrice assistée par ordinateur telle que celle proposée par MOTEK CAREN. Des systèmes d'analyse des champs de pression locaux sont également disponibles, tels que le système d'analyse numérique occlusale de Tekscan (Figure 3.b). Dans le Tableau 1, nous avons synthétisé les principales caractéristiques des systèmes de mesure de pression dédiés à l'analyse de la posture et

de la marche des deux premières plateformes. Ces dispositifs permettent la mesure de la composante normale au plan du capteur des champs de pression.

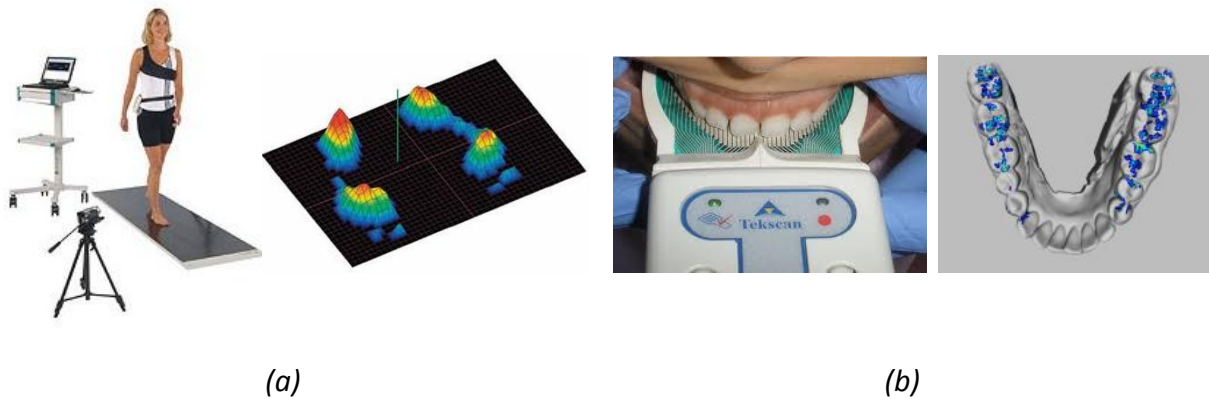


Figure 3. Dispositifs d'analyse de champs de pression : (a) plateforme d'équilibre et de marche ZEBRIS FDM (Biometrics France, 2015) ; (b) Analyse numérique occlusale de Tekscan (Tekscan 2015)

Tableau 1. Caractéristiques d'un système de mesure de pression normale et exemple de la plateforme Zebris et de la piste de marche GAITRite (Gouelle, 2014)

Caractéristiques	Zebris FDM	GAITRite
Etendue de mesure	1 - 120 N/cm ² (incrément 1N)	-
Résolution spatiale	0,85 x 0,85 cm	1,27 x 1,27 cm
Fréquence max	120 Hz	300 Hz
Fréquence par défaut	100 Hz	120 Hz
Surface de capture	108 x 47 cm ²	792 x 61 cm ²

En outre, ces systèmes montrent des performances en termes de résolution spatiale et de complétude des données qui sont insuffisantes dans certaines applications médicales telle que l'analyse fine des appuis plantaires, l'analyse fine de la marche ou encore l'analyse de la préhension en rééducation. En effet, pour une analyse plus complète des appuis, ces applications nécessitent la mesure des trois composantes spatiales du champ de pression, et non seulement la composante normale. C'est pourquoi des développements des micro-capteurs de pression haute-résolution, souples, tridimensionnels et biocompatibles pour l'analyse et le suivi en continu des champs de pression sont attendus par la communauté scientifique.

1.1.2 Dispositifs de mesure de champ de pression en développement

Le développement de réseaux de capteurs de pression souples a été relativement important durant ces dernières années. Par exemple, des capteurs tactiles à base de silicium ont été réalisés en utilisant des techniques de micro-usinage (Muhammad *et al.*, 2011). Mais, en général, les dispositifs à base de silicium sont trop fragiles pour supporter une déformation importante, et ne sont pas suffisamment flexibles pour s'adapter à des surfaces d'analyse non planes. Parallèlement, différents matériaux à base de polymères, tels que le parylène, le polyimide (PI, ou Kapton), ou le

polydiméthylsiloxane (PDMS), ont également été proposés comme substrats pour des matrices de capteurs souples.

Ces capteurs à base de polymères sont très souvent de nature capacitive ou résistives (Tiwana *et al.*, 2012).

Les capteurs résistifs peuvent être réalisés en matériaux résistifs (métalliques, piézorésistance). Ils présentent une sensibilité et une fiabilité satisfaisantes mais sont généralement très sensibles aux variations de température. En outre, ils nécessitent généralement une intégration technologique et des circuits électroniques plus complexes à mettre en place que les capteurs capacitifs (Cheng *et al.*, 2010).

Les capteurs souples capacitifs sont très utilisés en raison de la simplicité de leur principe de fonctionnement. Celui-ci repose en effet sur la variation de l'épaisseur du diélectrique placé entre deux électrodes qui se déforment sous l'effet de la pression. Bien que la détection capacitive soit potentiellement sujette à des couplages capacitifs parasites avec l'environnement, elle présente l'avantage d'être robuste aux variations de température et d'offrir une grande reproductibilité de la mesure (Tiwana *et al.*, 2012). Les dispositifs capacitifs peuvent également être exploités avec des circuits électroniques de conditionnement présentant une faible consommation ce qui les rend compatibles avec des objectifs de dispositifs autonomes et de faible poids. De nombreux circuits intégrés de conditionnement et de lecture de réseaux capacitifs ont ainsi été développés commercialement pour les dispositifs tels que les écrans tactiles capacitifs. Enfin, il faut noter que la technologie capacitive est bien adaptée à la production de multicapteurs à 3 axes. En effet, il est possible de concevoir des jeux d'électrodes disposées dans le plan des matrices de capteurs, formant des condensateurs déformables, de manière indépendante, selon chacune des composantes spatiales du champ de pression. C'est pour ces raisons que nous avons choisi de développer cette technologie de capteurs.

Le PDMS est le polymère le plus utilisé pour réaliser des capteurs capacitifs souples. Il présente une constante diélectrique élevée, il est hautement déformable et hyper-élastique (il peut subir des elongations de plus de 100% et revenir à son état initial une fois la contrainte relâchée). Il peut être utilisé comme élément constitutif du capteur et comme élément d'enrobage, et rendre ainsi le dispositif portable et non-invasif.

Une synthèse de capteurs capacitifs de pression rencontrés dans la littérature et reposant sur l'exploitation du PDMS comme diélectrique déformable est présentée dans le Tableau 2. Les principales caractéristiques de ces capteurs, telles que la capacité à vide, l'étendue de mesure en force/pression appliquée, la sensibilité, et la résolution spatiale y sont présentées. Ces capteurs sont sensibles seulement en compression t (axe z) ou bien en compression et en cisaillement (axes x , y , et z). La séparation de la sensibilité en compression et en cisaillement peut être obtenue soit en temps réel (par combinaison simple de mesures), soit obtenue après un traitement des données (post-traitement).

Deux catégories de capteurs sont considérées dans la suite de ce paragraphe : les capteurs utilisant un film de PDMS uniforme et les capteurs utilisant un film de PDMS structuré comprenant par exemple des cavités d'air, ou des saillances de matière.

Tableau 2. Capteurs de pression capacitive dans littérature

Type	Source	Ratio	Gamme de force ou pression	C ₀ (pF)	Sensibilité en compression (Z)	Sensibilité en cisaillement (X,Y)	Séparation Z et X, Y	Résolution spatiale (mm ²)
Film uniforme	(K. Lei <i>et al.</i> , 2014)	(30 : 1)	0-240 kPa	NP	10 %/MPa (0,4 %/N)	Non	Non	36
			240-1000 kPa	NP	2,24 %/MPa (0,09 %/N)	Non	Non	36
		(24 : 1)	0-400 kPa	NP	2,5 %/MPa (0,1 %/N)	Non	Non	36
			400-3000 kPa	NP	0,28 %/MPa (0,01 %/N)	Non	Non	36
	(Surapaneni <i>et al.</i> , 2013)	(10 : 1)	320 kPa (z) 128 kPa (x,y)	1,65	38 %/MPa (2,4 %/N)	0,08 %/ MPa (0,5 %/N)	Post-traitement	16
	(K. F. Lei <i>et al.</i> , 2012)	(16 : 1)	0-945 kPa	0,95	6,8 %/N	Non	Non	28
	(S Nazeer, 2012)	(10 : 1)	10 mN-10 N 50 kPa- 5 MPa	0,6	0,8 %/N	non caractérisée	Possible en temps réel	0,06
(Mannsfeld <i>et al.</i> , 2010)	(10 : 1)	3 kPa	28,4	2 %/kPa (3 %/N)	Non	Non	64	
Film structuré	(Mannsfeld <i>et al.</i> , 2010)	(10 : 1)	3 kPa	28,4	10 %/KPa (15 %/N)	Non	Non	64
	(H.-K. Lee <i>et al.</i> , 2011)	(10 : 1)	0-30 mN (7,5 kPa)	0,2	1,2 %/N	1,3%/N	Post-traitement	4
	(Cheng <i>et al.</i> , 2010)	(10 : 1)	0-180 mN (2,8 kPa)	0,45	0,95 %/mN	1,67 %/mN	Post-traitement	64
	(H.-K. Lee <i>et al.</i> , 2006)	(10 : 1)	0-250kPa	0,18	3%/mN	Non	Non	0,16

Capteurs avec film de PDMS uniforme

Dans ce cas, un film de PDMS uniforme est utilisé comme couche diélectrique déformable placée entre les électrodes du capteur (Figure 4). Dans les travaux de (K. F. Lei *et al.*, 2012; K. Lei *et al.*, 2014; Mannsfeld *et al.*, 2010), les capteurs fabriqués sont destinés à mesurer des champs de pression normale au plan du film, avec des électrodes carrées ou circulaire (un exemple d'une cellule de quatre électrodes carrées est présenté dans la Figure 4-a). (S Nazeer, 2012; Surapaneni *et al.*, 2013) utilisent des électrodes en méandres afin de rendre sensible le capteur à la compression et au cisaillement du film. La Figure 4-b présente la conception de capteurs à trois axes de sensibilités de (Surapaneni *et al.*, 2013) formés de deux cellules de capteurs X-cell et Y-cell qui sont sensibles à la fois en compression et en cisaillement. La connaissance de la pression exercée selon chacune des 3 directions du champ de pression est obtenue après traitement des données issues des deux cellules X-cell et Y-cell. Les capteurs proposés dans (S Nazeer, 2012) ont été conçus pour offrir une sensibilité à chacun des trois axes séparément en temps réel. Toutefois, les capteurs réalisés n'ont pu être caractérisés en cisaillement.

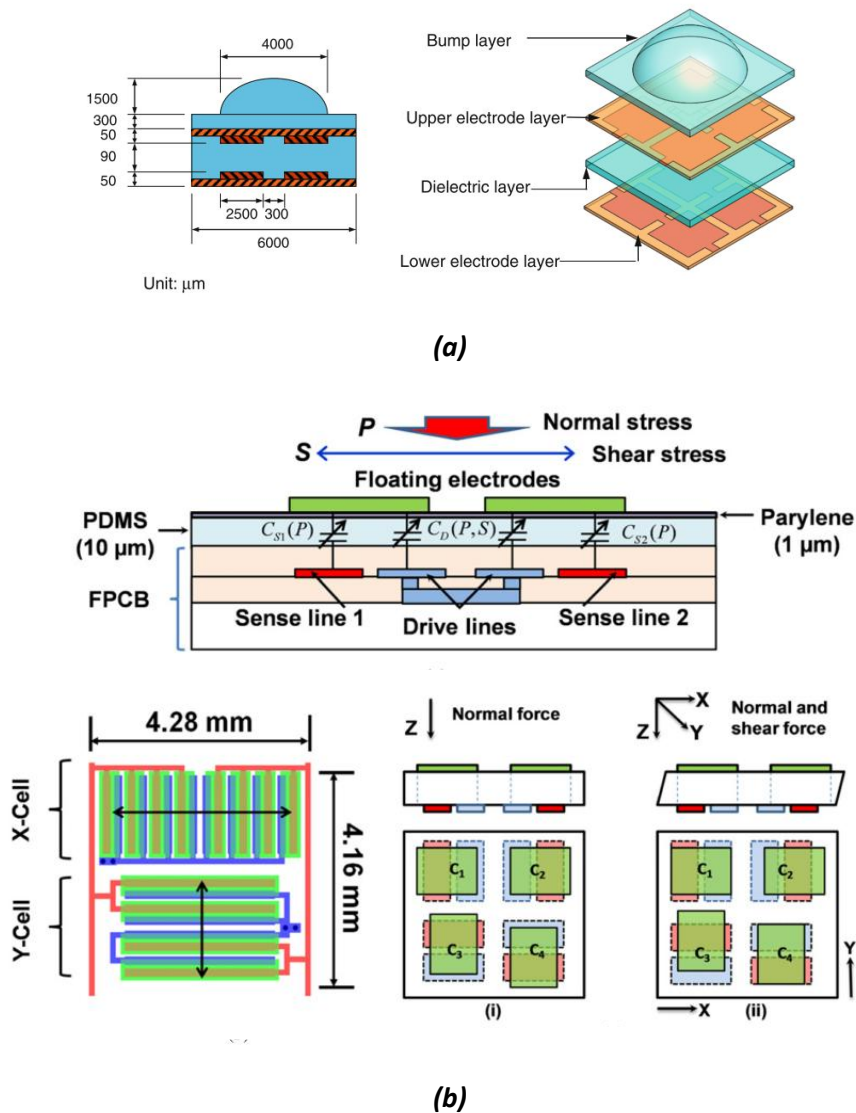


Figure 4. Conception des capteurs avec film de PDMS massif : (a) Capteurs de pression normale (K. Lei *et al.*, 2014) ; (b) Capteurs de pression à trois axes de sensibilité (Surapaneni *et al.*, 2013)

Le changement de la capacité du capteur dépend de déformabilité du film de PDMS. C'est pour cette raison que (K. F. Lei *et al.*, 2012; K. Lei *et al.*, 2014) ont étudié le ratio de mélange pré-polymère / réticulant composant le PDMS, afin d'étudier l'effet de la nature du PDMS sur la sensibilité du capteur (Tableau 2). Différents mélanges de PDMS ont été étudiés avec généralement un taux de pré-polymère élevé (30 : 1 ou 24 : 1 ou 16 :1) offrant une bonne déformabilité. Ainsi le PDMS (30 :1) conduit à un capteur de sensibilité 4 à 10 fois plus importante qu'un capteur exploitant du PDMS (24 :1), selon la gamme de pression appliquée.

La sensibilité des capteurs présentés dans la littérature qui sont conçus avec des films de PDMS massif, est comprise entre 0,1 et 7 % /N, pour une étendue de mesure adaptée à la mesure de pression plantaire (environ 350 kPa).

Capteurs avec film de PDMS structuré

Le PDMS massif étant faiblement compressible (Johnston *et al.*, 2014), certain auteurs ont développé des capteurs de pressions exploitant des films de PDMS structurés ou des « mousses » de PDMS (Metzger *et al.*, 2008), dans le but d'augmenter la sensibilité à la pression par déformation tridimensionnelle d'un film structuré plutôt que par la compression simple de films massifs.

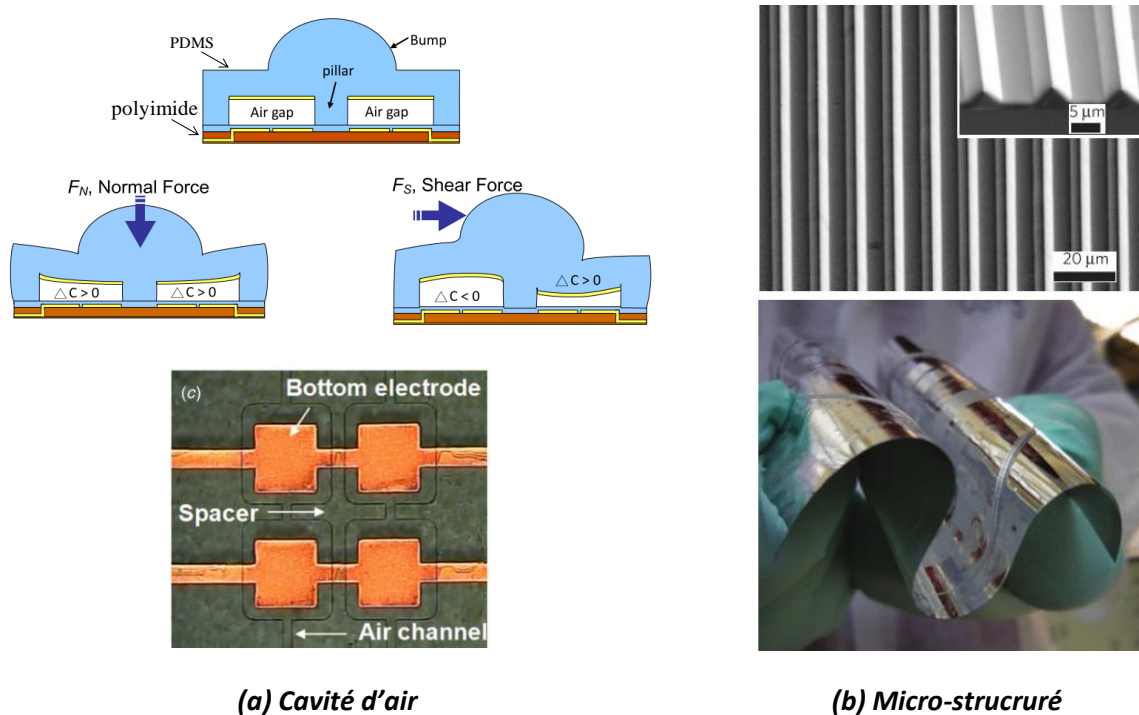


Figure 5. Exemples des capteurs avec film de PDMS structuré : (a) Structure du PDMS avec cavité d'air et principe de fonctionnement ; (b) Film de PDMS micro structuré.

Ainsi les travaux de (Cheng *et al.*, 2010; H.-K. Lee *et al.*, 2006, 2011) reposent sur l'utilisation de films de PDMS structurés. Dans la Figure 5-a, une cavité d'air est formée dans le film de PDMS placé entre certaines électrodes du capteur. Ces capteurs peuvent mesurer des contraintes exercées en compression et en cisaillement. (Mannsfield *et al.*, 2010) ont fabriqué des films de PDMS micro-structurés comme le présente la Figure 5-b. Ces auteurs ont montré que la sensibilité des capteurs obtenus est 5 fois plus grande que celle offerte par des capteurs réalisés à partir de films massifs (Tableau 2). Toutefois, dans ces travaux, l'étendue de mesure en pression obtenue est très faible. Elle

correspond à des applications telles que des touches tactiles ou la fabrication d'une peau artificielle. Nous n'avons pas trouvé dans la littérature d'études portant sur des capteurs souples à films de PDMS structurés visant la mesure de pression plus élevées comme la pression plantaire.

1.2 Prototypes des capteurs de pression souples développés à l'IEF

Dans le cadre de cette thèse, nous avons choisi d'élaborer des prototypes de capteurs de pression souples unidirectionnels dans un contexte d'application en orthodontie d'une part, et des prototypes de capteurs à trois axes de sensibilités dans un contexte d'application de mesure d'appuis plantaires, d'autre part. Ces applications servent de support à notre étude. Celle-ci vise en effet à proposer une méthodologie de conception, de réalisation et de caractérisation de ce type de micro-dispositifs. La démarche se veut générale ; elle pourra être reprise le cas échéant pour la réalisation de systèmes de mesure de pression capacitifs souples répondant à un cahier des charges médical plus précis.

L'utilisation du PDMS non structuré nous paraît intéressante pour plusieurs raisons. Tout d'abord il permet d'obtenir des étendues de mesure de pression variées qui permettent de répondre à un grand nombre d'applications médicales. Par ailleurs, il conduit à une technologie de fabrication *a priori* plus simple que celles que l'on doit développer pour réaliser des films structurés. Enfin, il permet une conception et un dimensionnement *a priori* plus aisé des capteurs, en particulier dans le cas des capteurs à trois axes de sensibilité. Nous présentons dans ce qui suit la structure et le principe de fonctionnement des capteurs envisagés pour notre étude, et leurs contextes applicatifs associés.

1.2.1 Capteurs de pression normale

Description

Nous considérons dans un premier temps un dispositif de mesure capacitif sensible à la pression exercée de manière perpendiculaire au plan du capteur (capteur de pression normale). La Figure 6 présente le principe de fonctionnement adopté pour ce type de capteur. Ces capteurs sont constitués de deux niveaux de motifs conducteurs séparés par un matériau diélectrique, le tout déposé sur un substrat d'accueil. Ils se présentent plus précisément sous la forme d'électrodes positionnées en regard les unes des autres et séparées par une épaisseur de diélectrique déformable (élastomère PDMS). L'application d'une pression induit une diminution de la distance entre les électrodes ce qui a pour effet de modifier la capacité résultante.

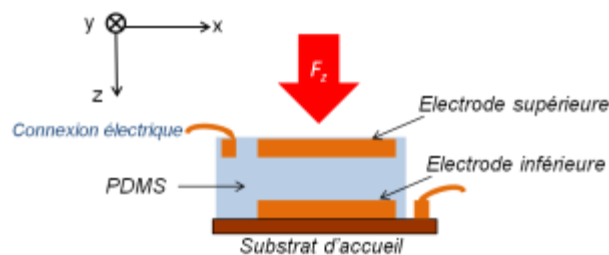


Figure 6. Vue en coupe d'un capteur de pression normale

Une application dentaire en orthodontie/orthophonie¹ nécessite de mesurer la pression exercée par la langue ou les lèvres sur les dents (Kieser *et al.*, 2007). La gamme de force considérée est de 0,25 à 7,5 N, appliquée sur une surface de 5 x 5 mm². Ceci conduit à des pressions à mesurer comprises entre 10 - 300 kPa. Pour une telle application, un capteur constitué d'un seul condensateur présentant des électrodes carrées de 5 mm de côté et de 100 µm d'épaisseur de PDMS est fabriqué (Figure 7). Ce capteur conduit à une étendue de mesure typique de 360 kPa (9 N) et une sensibilité moyenne (variation relative de la capacité par Newton) de l'ordre de 2 %/N (voir Tableau 3 à la fin de ce chapitre).

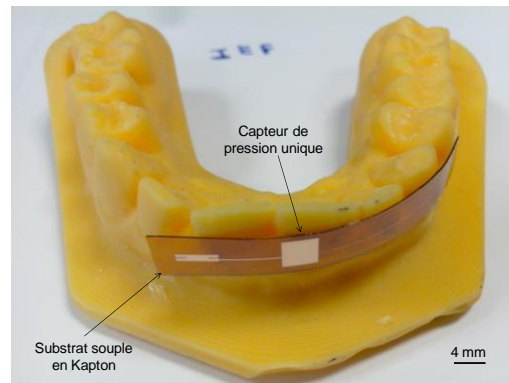


Figure 7. Capteur de pression unique pour une application dentaire

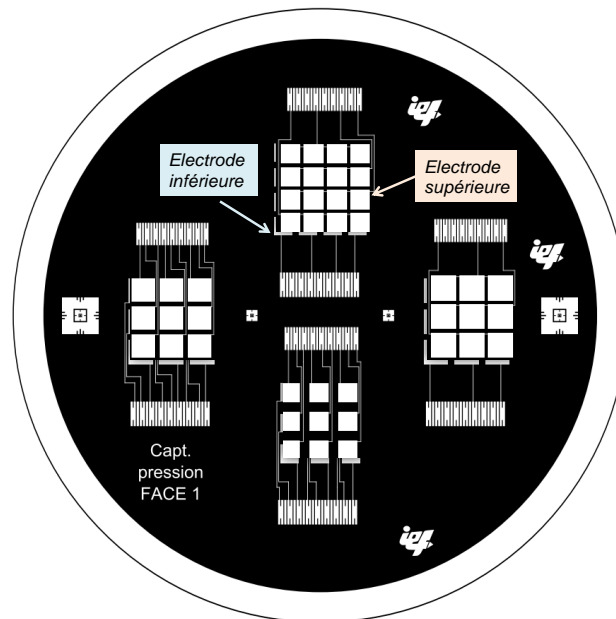


Figure 8. Matrice de 9 et 16 capteurs sur un substrat de diamètre de 10 cm (sur ce schéma, les électrodes supérieures et inférieures apparaissent volontairement décalées pour être observables. Elles sont parfaitement superposées dans le masque réel).

Nous avons souhaité étendre cette étude la fabrication de matrices de capteurs de ce type pour une mesure de champ de pression dans la même gamme de pressions appliquées. Pour ce faire, des matrices de capteurs déposés sur un substrat de diamètre de 10 cm ont été développées. Les électrodes sont carrées de côté de 3 mm ou 4 mm et les motifs les plus petits (pour les connexions) ont une largeur de 100 µm (Figure 8). Ces capteurs conduisent à des performances similaires au

¹ Cette application est suggérée par M. Thierry Bertin, orthodontiste.

capteur unique présenté précédemment, en termes d'étendue de mesure en pression, et à une résolution spatiale plus fine comme nous le verrons à la fin de ce chapitre (Tableau 3).

Analyse du fonctionnement du capteur de pression normale

La capacité des capteurs de pression normale peut être déterminée théoriquement par l'équation de l'électrostatique classique d'un condensateur plan :

$$C_0 = \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_r L^2}{d_0} \quad \text{Eq. 1}$$

où ε_0 et ε_r sont la permittivité du vide et la permittivité relative du PDMS, respectivement, L est la largeur des électrodes carrées, et d_0 est la distance entre les électrodes.

Sous l'action d'une force exerçant une pression normale F_z (Figure 6), le film de PDMS est comprimé et subit un changement d'épaisseur $\Delta d = d - d_0$. Le changement de capacité induit par la compression, exprimée en pourcentage, s'écrit :

$$\Delta C_{\%} = 100 \frac{-\Delta d}{d_0 + \Delta d} \quad \text{Eq. 2}$$

Nous considérons dans cette étude des déformations faibles, pour lesquelles d_0 est très grande devant Δd . Nous pouvons donc considérer que :

$$\Delta C_{\%} = -100 \frac{\Delta d}{d_0} \quad \text{Eq. 3}$$

Pour quantifier la variation de capacité, nous utilisons dans les mêmes conditions la loi de Hooke liée à la compression du matériau. En compression simple, le module d'Young E (ou module d'élasticité, en Pa) s'exprime en fonction de la déformation $\Delta d / d_0$ et de la contrainte appliquée $\sigma = F_z / S$ (en Pa), où F_z (en N) désigne la force de pression appliquée et S la surface d'application de la force (en m^2), selon :

$$E = \frac{\sigma}{\Delta d / d_0} \quad \text{Eq. 4}$$

La déformation peut donc s'écrire :

$$\frac{\Delta d}{d_0} = \frac{F_z}{S.E} \quad \text{Eq. 5}$$

En introduisant l'expression de la déformation de l'équation 5 dans l'équation 3, nous obtenons la variation de la capacité du capteur en fonction de la force appliquée et de ses propriétés mécaniques :

$$\Delta C_{\%} = -100 \frac{\Delta d}{d_0} = -100 \frac{F_z}{S.E} \quad \text{Eq. 6}$$

Connaissant le module d'Young E et la surface d'application de la force S , il est donc possible d'identifier la force appliquée F_z comprimant le capteur, à partir de la variation de capacité mesurée $\Delta C\%$.

1.2.2 Capteur matriciel de pression à 3 axes de sensibilité

Nous considérons dans cette partie le développement d'un capteur de pression matriciel à trois axes de sensibilité. Comme annoncé, nous prenons pour support d'étude le contexte de la mesure de pression plantaire. D'après la littérature, cette application exige une résolution spatiale de l'ordre de 16 à 64 mm² et une sensibilité (variation relative de capacité) de l'ordre de 1 à 2% / N. L'étendue de mesure typique (correspondant à un individu d'un poids de 80 kg) est de l'ordre de 350kPa (Surapaneni *et al.*, 2013). Une sensibilité aux trois directions spatiales du champ de pression appliqué est requise.

Description

De même que précédemment, le dispositif est constitué d'un jeu d'électrodes métalliques placées de part et d'autre d'un film de PDMS massif. La compression et le cisaillement du PDMS sous des contraintes appliquées, induisent des déplacements relatifs des électrodes les unes par rapport aux autres. La lecture des variations des capacités lues entre ces électrodes informe des pressions appliquées selon les trois axes de déformation. Dans notre étude, nous avons conçu un réseau présentant 25 unités de mesures élémentaires, disposant chacune de trois axes de sensibilité. Ces 25 unités sont adressées électriquement avec des connexions multiplexées : les électrodes supérieures d'une même colonne sont reliées sur un seul connecteur, et de l'autre côté du film, les électrodes inférieures d'une même ligne sont reliées sur un seul connecteur (Figure 9). Chaque unité présente une surface de 5 x 5 mm², et se compose de trois capteurs capacitifs notés X, Y, Z, chacun d'eux étant conçu pour être sensible de manière préférentielle à un seul axe de déformation (Figure 10).

Le capteur Z est constitué d'une électrode supérieure et d'une électrode inférieure de formes carrées, avec des largeurs de 2,2 mm et 2,7 mm, respectivement. Ce capteur est dédié à la mesure de la force de compression orientée selon l'axe z. Les surfaces différentes des deux électrodes lui permettent d'être insensible à des contraintes appliquées en cisaillement, dans la limite d'un déplacement relatif d'électrodes de 250 µm dans les directions x ou y. Les capteurs X et Y disposent quant à eux d'un réseau d'électrodes avec motifs (A, B, C, D, Figure 10) de largeur 0,5 mm et des longueurs allant de 2,4 mm à 4 mm. Ces capteurs mesurent des forces de cisaillement selon les axes x et y, respectivement. Cette conception multi-digitée a été choisie pour augmenter la variation de capacité des capteurs X et Y due au cisaillement, pour un même déplacement selon les axes x et y, par rapport à une électrode unique de même encombrement spatial. Ici encore, les motifs des électrodes supérieures et inférieures présentent des longueurs légèrement différentes, afin de rendre le capteur X (respectivement Y) insensible à un cisaillement selon y (respectivement x), dans la limite d'un déplacement relatif entre électrodes de 250 µm.

Enfin, la disposition des trois capteurs X, Y, et Z dans l'unité de mesure élémentaire, a été choisie de manière à limiter l'encombrement spatial du capteur et préserver ainsi la résolution spatiale du capteur. En supposant que le champ de pression est appliqué de manière uniforme sur toute la surface de chaque unité de mesure élémentaire, la matrice ainsi construite constitue un dispositif de mesure de champ de pression de 25 capteurs à trois axes de sensibilité séparés, de résolution spatiale de 25 mm².

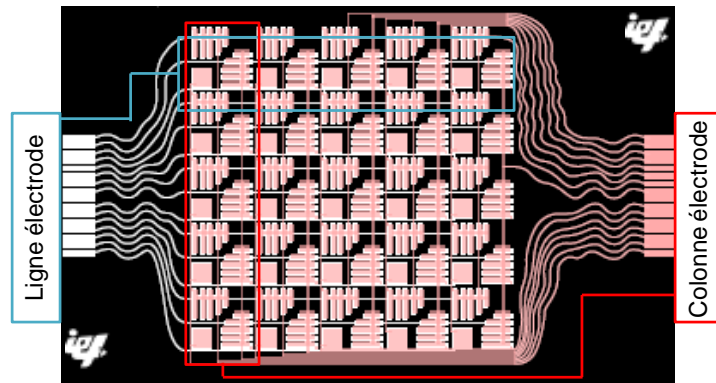


Figure 9. Description générale de la matrice de 25 unités de mesures à 3 axes de sensibilité

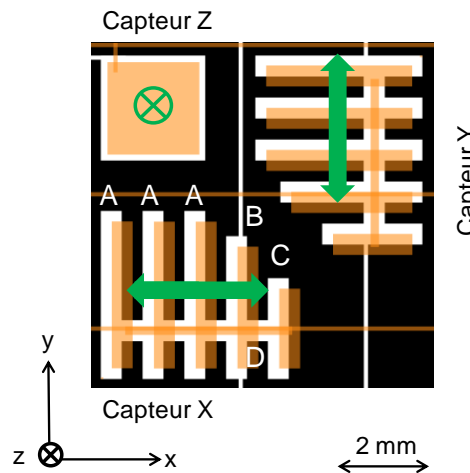


Figure 10. Composition d'une unité de mesure à 3 axes de sensibilités

Estimation de la capacité des capteurs à vide

Capteur de compression

La capacité du capteur Z peut être calculée selon :

$$C_{z,0} = \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_r l_z^2}{d_0} \quad \text{Eq. 7}$$

où ε_0 et ε_r sont la permittivité du vide et la permittivité relative du PDMS, l_z est la largeur de l'électrode supérieure du capteur Z, d_0 est l'épaisseur de la couche PDMS. Nous utilisons l'indice 0 pour désigner les valeurs des variables lorsque le capteur est à vide (pas de pression appliquée).

Capteur de cisaillement

La Figure 11 représente le schéma d'un capteur qui mesure la force en cisaillement selon l'axe x. La capacité du capteur multi-digité à vide (sans force appliquée) est calculée à l'aide de :

$$C_{x,0} = 3.C_{xA,0} + C_{xB,0} + C_{xC,0} + 4.C_{xD,0} \quad \text{Eq. 8}$$

où $C_{xA,0}$, $C_{xB,0}$, $C_{xC,0}$, et $C_{xD,0}$ sont les capacités partielles des motifs A, B, C, D du capteur X (Figure 11). Celles-ci sont évaluées par :

$$C_{X0,A,B,C} = \frac{\epsilon_0 \epsilon_r}{d_0} l_0 l_{A,B,C} \quad \text{Eq. 9}$$

$$C_{XD,0} = \frac{\epsilon_0 \epsilon_r}{d_0} l_{Dx} l_{Dy} \quad \text{Eq. 10}$$

où l_0 est la largeur de l'électrode supérieure en vis-à-vis de l'électrode inférieure des motifs A, B, C et $l_{A,B,C}$ est la longueur des mêmes motifs, qui s'échelonne entre 4 mm à 2,4 mm Figure 11. Enfin, l_{Dx} , l_{Dy} sont la largeur et la longueur de l'électrode supérieure en vis-à-vis avec l'électrode inférieure du motif D. Ces valeurs sont inchangées lors d'un cisaillement en y , dans la limite du cisaillement maximum de 250 μm .

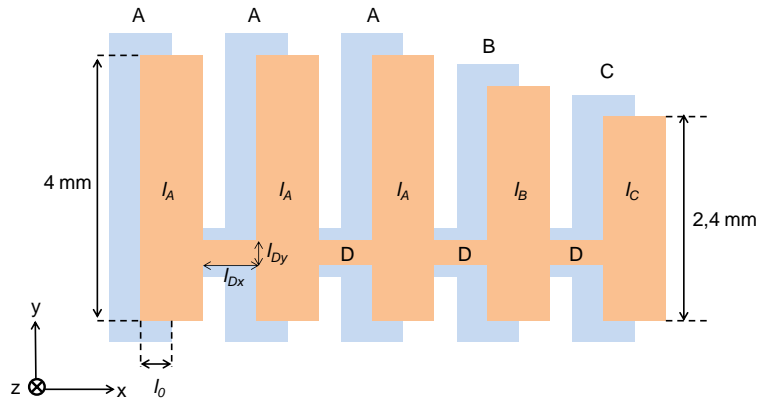


Figure 11. Constitution du capteur X de cisaillement selon l'axe x

Par combinaison des Eq. 8, Eq. 9 et Eq. 10, la capacité de capteur de cisaillement X peut s'exprimer selon :

$$C_{X,0} = \frac{\epsilon_0 \epsilon_r}{d_0} l_0 (3l_A + l_B + l_C) + 4 \frac{\epsilon_0 \epsilon_r}{d_0} l_{Dx} l_{Dy} \quad \text{Eq. 11}$$

En notant $L = 3l_A + l_B + l_C$, l'Eq. 11 devient :

$$C_{X,0} = \frac{\epsilon_0 \epsilon_r}{d_0} l_0 L + 4 \frac{\epsilon_0 \epsilon_r}{d_0} l_{Dx} l_{Dy} \quad \text{Eq. 12}$$

Pour le capteur Y, la capacité à vide peut être déterminée de manière identique :

$$C_{Y,0} = \frac{\epsilon_0 \epsilon_r}{d_0} l_0 L + 4 \frac{\epsilon_0 \epsilon_r}{d_0} l_{Dx} l_{Dy} \quad \text{Eq. 13}$$

Variation de la capacité des capteurs en charge

Soumises à un champ de pression tridimensionnelle $F = (F_x, F_y, F_z)$, les capacités des capteurs sont modifiées en fonction de la déformation de la couche diélectrique de PDMS. Dans cette partie nous présentons comment il est possible de déterminer les composantes de la force appliquée à partir des capacités mesurées en charge.

Détermination de la composante de compression F_z

Pour le capteur Z, l'électrode supérieure est centrée au-dessus de l'électrode inférieure, et présente des dimensions réduites. Comme précisé précédemment, le capteur Z est donc insensible aux contraintes de cisaillement pour des déplacements inférieurs à 250 μm dans le plan du film. Comme nous le verrons par la suite (Eq. 18), cette limite de 250 μm en déplacement correspond à une force de cisaillement de 50 N pour une épaisseur de film de PDMS de 100 μm et une surface d'application de la force de 25 mm^2 . Dans l'application considérée, cette force limite de 50 N est grande devant force de cisaillement maximum considérée dans cette étude, qui est de 15 N, comme on le verra en conclusion de cette partie. Il est donc possible de considérer que le changement de capacité Z dépend uniquement de la force normale F_z .

Comme nous l'avons déjà montré dans la section 1.2.1, la variation de capacité $\Delta C_{Z\%}$ sous l'action d'une force de compression F_z , peut être déterminée selon :

$$\Delta C_{Z\%} = -100 \frac{\Delta d}{d_0} = -100 \frac{F_z}{S.E} \tag{Eq. 14}$$

où $\Delta d = d - d_0$ est le déplacement du à la compression. La mesure de $\Delta C_{Z\%}$ permet donc de remonter à la valeur de la composant F_z de la force appliquée.

Détermination des composants de force en cisaillement

Pour le capteur X, les motifs de l'électrode supérieure sont conçus avec une dimension réduite par rapport aux motifs de l'électrode inférieure. Comme évoqué précédemment, cette conception confère au capteur X une insensibilité au déplacement relatif des électrodes selon y, dans la limite de 250 μm (correspondant à une force de cisaillement de 50 N). Par conséquent, la capacité du capteur X est exprimée par :

$$C_X = \frac{\epsilon_0 \epsilon_r}{d} Ll + 4 \frac{\epsilon_0 \epsilon_r}{d} l_{Dx} l_{Dy} \tag{Eq. 15}$$

où l est la largeur de la partie commune entre les électrodes (Figure 12) et d est l'épaisseur de la couche diélectrique en compression.

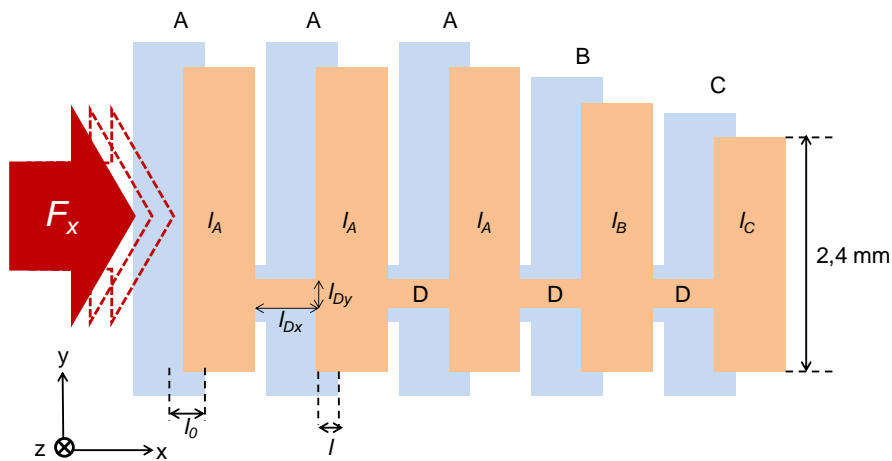


Figure 12. Cisaillement selon x du capteur X

Dans le cas d'un petit déplacement, la variation de la capacité peut être déterminée selon :

$$\Delta C_x = \frac{\delta C_x}{\delta d} \Delta d + \frac{\delta C_x}{\delta l} \Delta l \quad \text{Eq. 16}$$

En utilisant les équations Eq. 15 et Eq. 16, nous pouvons calculer la variation relative de la capacité :

$$\Delta C_{x\%} = 100 \frac{\Delta C_x}{C_{x,0}} = 100 \left(-\frac{\Delta d}{d_0} + \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_r L_0}{d_0 C_{x,0}} \Delta l \right) \quad \text{Eq. 17}$$

Par définition, le module d'élasticité en cisaillement G d'un film d'épaisseur d sous une force de cisaillement F_x appliquée sur une surface S s'écrit :

$$G = \frac{F_x \cdot d}{S \cdot (-\Delta l)} \quad \text{Eq. 18}$$

Finalement, la variation relative de la capacité du capteur X peut être déterminée à partir de l'expression suivante :

$$\Delta C_{x\%} = -100 \left(\frac{\Delta d}{d_0} + \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_r L_0}{d_0 C_{x,0}} \frac{F_x \cdot d}{S \cdot G} \right) \quad \text{Eq. 19}$$

En supposant que le champ de pression est uniforme sur toute la surface de l'unité élémentaire de mesure du champ de pression, nous pouvons noter que Δd et d peuvent être déterminés grâce aux mesures de la capacité du capteur Z (Eq. 14). Dans ce cas, l'équation Eq. 19 permet de calculer la composante de force F_x à partir de la mesure capacitive sur le capteur X, et de la connaissance de la capacité de Z.

En effet, nous pouvons constater que le premier terme de l'équation Eq. 19 correspond à la variation relative $\Delta C_{z\%}$. De plus, si la capacité des motifs D est suffisamment petite par rapport aux capacités des motifs A, B et C, l'Eq. 19 peut être simplifiée comme suit :

$$\Delta C_{x\%} = \Delta C_{z\%} - 100 \frac{F_x \cdot d}{l_0 S \cdot G} \quad \text{Eq. 20}$$

De manière similaire, la composante F_y peut être calculée à partir des mesures capacitives sur le capteur Y.

1.3 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons décrit la conception des capteurs de pression qui seront exploités dans ce travail de thèse, et leur principe de fonctionnement après avoir présenté quelques exemples représentatifs de plateformes actuellement développées. En particulier, nous avons présenté comment calculer la ou les composantes de force exercées sur le capteur à partir de la mesure de leur capacité. Deux types de dispositifs sont considérés : un dispositif de mesure de

pression normale, et un dispositif de mesure de pression présentant 3 axes de sensibilité. Le capteur à 3 axes est composé de 3 capteurs capacitifs séparés. La capacité Z est sensible uniquement à la compression du capteur selon l'axe z, permettant de mesurer de manière isolée la force en compression. Les capacités X et Y sont dédiées aux mesures des forces en cisaillement.

A ce stade de l'étude, les performances des capteurs ne sont pas parfaitement connues, car elles dépendent des caractéristiques exactes des capteurs (forme géométrique, matériaux utilisés ...). Cependant, il est nécessaire de déterminer approximativement ces performances des capteurs avant de passer à l'étape de fabrication, afin de vérifier l'adéquation de la conception présentée aux applications médicales visées. Pour cela nous adoptons quelques hypothèses de travail.

Dans le cas des capteurs de pression normale, les hypothèses suivantes sont considérées :

- La couche diélectrique de PDMS présente une épaisseur de 100 μm
- Le changement de capacité en compression maximum $\Delta C\%$ est de 20 % (une valeur assez grande par rapport aux capteurs trouvés dans la littérature – voir Tableau 2)
- Le module d'Young est fixé à 1,8 MPa, une valeur moyenne par rapport aux valeurs trouvées dans la littérature

Dans ces conditions, les performances des capteurs, telles que la force maximum mesurable et la pression correspondante, peuvent être estimées pour 4 configurations de capteurs (Tableau 3). On peut observer que le capteur unique est bien adapté pour l'application d'orthodontie / orthophonie envisagées (pression appliquée à mesurer de 10 à 300 kPa), voire à une application de mesure de pression plantaire en pression normale (pression maximum à mesurer de l'ordre de 350 kPa).

Tableau 3. Bilan de capteur de pression normale avec un film de PDMS d'épaisseur de 100 μm

Type de capteur	Capteur élémentaire		
	Dimension (mm x mm)	Force maximum (N)	Pression maximum (kPa)
Capteur unique	5 x 5	9	360
Matrice 3x3	4 x 4	6	375
Matrice 3x3	3 x 3	3	330
Matrice 4x4	3 x 3	3	330

Dans le cas d'un capteur à 3 axes de sensibilité, nous considérons les hypothèses suivantes :

- La couche diélectrique de PDMS présente une épaisseur de 100 μm
- Le déplacement de cisaillement maximum est de 100 μm sur les axes x et y.
- Le changement maximum de la capacité du capteur Z est fixé à 20 %
- Le module d'Young est fixé à 1,8 MPa (valeur moyenne par rapports celles trouvées dans la littérature), et un module de cisaillement de 600 kPa (avec un coefficient de Poisson proche de 0,5) selon (Johnston *et al.*, 2014; Miao *et al.*, 2009).

Dans ces conditions, une matrice 5x5 unités de mesure élémentaires de surface 25 mm^2 chacune, permettra de mesurer une force en compression de 225 N et une force en cisaillement de 375 N. Les pressions mesurables sont 360 kPa et 600 kPa, respectivement. Ce dispositif pourra donc être utilisé pour l'application de mesure de pression plantaire.

Cependant, il faut noter que la variation de la capacité dépend fortement des propriétés mécaniques réelles du PDMS, qui ne sont que très grossièrement estimées avec la loi de Hooke utilisée ici. Le dimensionnement plus fin, voire l'optimisation des capteurs capacitifs souples nécessitent une connaissance plus approfondie des propriétés mécaniques des films de PDMS utilisés. Pour cette raison, le prochain chapitre se focalise sur l'identification des propriétés mécaniques des films de PDMS.

Chapitre 2

Mise en évidence des propriétés mécaniques des films PDMS

2.1 Introduction

Le PDMS est un élastomère à base de silicone, isotrope et homogène, qui réunit des propriétés particulièrement intéressantes pour la réalisation de micro-dispositifs médicaux. De faible coût et simple à fabriquer, le PDMS est tout d'abord facile à manipuler et à exploiter dans la fabrication de micro-dispositifs. Ensuite, il s'agit d'un matériau chimiquement inerte qui est pertinent pour la réalisation de dispositifs destinés à être mis en contact avec le vivant, tels que les dispositifs micro-fluidiques d'analyse biologique (Neethirajan *et al.*, 2011; Sia and Whitesides, 2003), les dispositifs « portables » (Chelius *et al.*, 2011; S. Patel *et al.*, 2012) ou implantables in vivo lorsqu'il est enrobé d'un matériau hautement biocompatible (M Couty *et al.*, 2012; Ha *et al.*, 2012). Enfin, il présente de bonnes propriétés de robustesse aux sollicitations mécaniques et à la fatigue et il est relativement insensible aux variations de température (Lötters *et al.*, 1997; Mata *et al.*, 2005). Ses propriétés l'imposent comme un matériau privilégié pour la réalisation de micro-dispositifs flexibles destinés au corps humain.

Par ailleurs, le PDMS est un matériau diélectrique, donc bien adapté à entrer dans la constitution de capteurs capacitifs. En effet, sa constante diélectrique est connue et stable. Elle varie entre 2,68 et 2,72 selon la fréquence d'utilisation (données constructeurs), et pour une fréquence donnée, elle est connue avec une incertitude de l'ordre de 0,5 % (Tiercelin *et al.*, 2006).

Si nous nous intéressons maintenant à ces propriétés mécaniques, le PDMS est un matériau fortement déformable et hyperélastique. Il est a été montré qu'il peut subir des déformations supérieures à 100% (en étirement) et revenir à sa forme initiale sans détérioration (Schneider and Fellner, 2008). Il est donc bien adapté à la réalisation de capteurs flexibles et/ou non-invasifs pour applications médicales (Ha *et al.*, 2012; Tiercelin *et al.*, 2006). Ainsi, associé à un ensemble d'électrodes, le PDMS se prête bien à la constitution de capteurs de pression capacitifs souples. C'est pourquoi le PDMS est utilisé dans de nombreux dispositifs médicaux sensibles aux appuis et à la pression, tels que des dispositifs de mesure de pression intraoculaire (Ha *et al.*, 2012), des détecteurs tactiles (Tiwana *et al.*, 2012; Zhang *et al.*, 2012), ou encore des systèmes d'analyse de la posture et de la marche (K. F. Lei *et al.*, 2012). En outre, les films de PDMS étant déformables en compression et en cisaillement, il est possible d'élaborer des capteurs de champs de pression tridimensionnels, moyennant une conception adaptée des réseaux d'électrodes et/ou une structuration adéquate des films de PDMS (Cheng *et al.*, 2010; Guo *et al.*, 2013; K. F. Lei *et al.*, 2012; Surapaneni *et al.*, 2013)

Toutefois, le PDMS massif est connu pour être très faiblement compressible, avec un coefficient de Poisson proche de 0,5, un module d'Young variant entre 500 kPa et 3 MPa et un module de cisaillement variant entre 400 et 900kPa, selon les conditions de fabrication (Johnston *et al.*, 2014; Miao *et al.*, 2009). Par ailleurs, il est maintenant établi que l'épaisseur du film de PDMS utilisé ainsi que la surface sur laquelle s'exercent les contraintes mécaniques, influent fortement sur la déformation du PDMS, et, par suite, sur la variation de la capacité des capteurs (Yang, 2003). D'une manière générale, il semble en effet évident que l'influence de la température et de la durée du traitement thermique sera différente sur un film très mince ou massif. Notamment, il a été montré dans (Miao *et al.*, 2009) que l'élasticité des films de PDMS varie de façon non linéaire en fonction de son épaisseur. Enfin, la faible compressibilité du matériau est responsable de la relativement faible sensibilité aux pressions normales des systèmes développés avec des films de PDMS massifs. En effet

les sensibilités présentées dans la littérature font état d'un changement de capacité du capteur en compression de l'ordre de 2%/N (Surapaneni *et al.*, 2013).

Avant de développer le procédé technologique de fabrication de capteurs, il nous a semblé indispensable de mener une étude systématique préalable des propriétés mécaniques des films de PDMS dans une gamme d'épaisseurs allant de quelques dizaines de microns à quelques millimètres et, le cas échéant, d'identifier des éléments d'optimisation pour leur dimensionnement.

Pour cela, une étude paramétrique du comportement mécanique de films de PDMS utilisés pour la réalisation des capteurs est entreprise. Ces films sont soumis à des forces de pression locales, afin d'en déduire des règles de dimensionnement des micro-capteurs réalisés. Cette étude a porté en particulier sur la compression des films qui est le facteur limitant de la sensibilité des capteurs de pression utilisant des films massifs. L'étude est menée par simulations à l'aide de codes Eléments Finis (EF), conjointement avec l'expérimentation, afin de valider les résultats obtenus. Dans la première partie de ce chapitre (paragraphe 2.2), la fabrication des films de PDMS entrant dans la constitution des micro-capteurs réalisés est décrite. Le paragraphe 2.3 présente les généralités sur les propriétés mécaniques du PDMS. Le paragraphe 2.4 décrit l'analyse en compression des films de PDMS et le paragraphe 2.5 l'analyse en cisaillement. Enfin, des éléments de dimensionnement des micro-capteurs de pression souples seront mis en évidence à partir de ces analyses.

2.2 Préparation du film PDMS

Le PDMS utilisé dans cette étude est un kit commercial Sylgard184 (Dow Corning[®]) qui se compose de deux parties : un pré-polymère constitué de chaînes polydiméthylsiloxanes et un agent réticulant qui est une solution de copolymères de méthylhydrosiloxane et de diméthylsiloxane et d'un catalyseur organométallique à base de platine. Lorsque le mélange est soumis à la température de recuit, une réaction de d'hydrosilylation permet de former le PDMS (Figure 13).

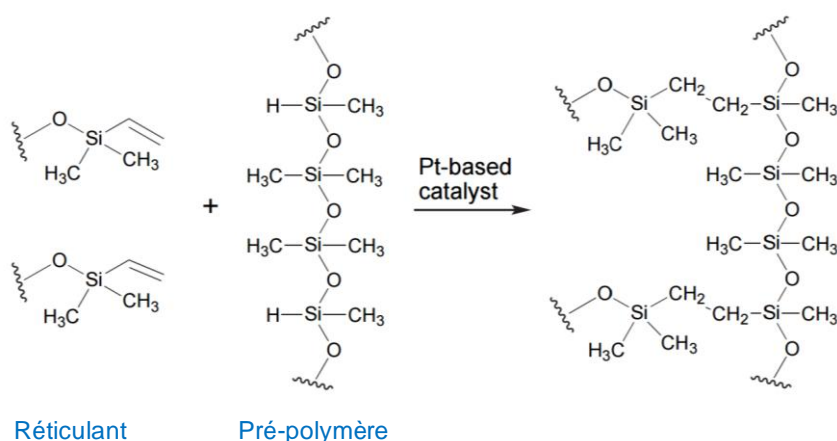


Figure 13. Réaction de l'agent réticulant et du pré-polymère formant le PDMS (Campbell *et al.*, 1999a)

Les deux parties sont mélangées manuellement (Figure 14- (a)). Un dégazage sous vide est ensuite effectué pour éliminer les bulles d'air apparaissant lors du mélange. Les propriétés mécaniques du PDMS dépendent du rapport de masses du pré-polymère et de l'agent réticulant (K. Lei *et al.*, 2014), et de la température de recuit (Johnston *et al.*, 2014). En effet, plus il y a de réticulant, plus le PDMS est dur, tandis que plus il y a de pré-polymère, plus le PDMS est déformable (Campbell *et al.*, 1999b). Ici, un rapport pré-polymère/réticulant de 10 :1 a été choisi pour obtenir un

film de PDMS le plus déformable possible (Esteves *et al.*, 2009). Par ailleurs, les conditions de recuit ont été fixées à une température de 75°C et une durée d'une heure. Ces conditions sont identiques à celles qui ont été établies pour faciliter la mise en œuvre du procédé de transfert de film élaboré pour la micro-fabrication des capteurs (Chapitre 3).

Pour mener l'étude des propriétés mécanique du PDMS, des films PDMS d'épaisseur variant de 40 µm à 9,8 mm ont été préparés. L'enrésinement par spin-coating est utilisé pour la préparation des films de PDMS d'épaisseur inférieure à 350 µm (voir Chapitre 3). Pour la fabrication des films d'épaisseur supérieure, le mélange de pré-polymère/réticulant est versé directement dans un moule en plastique circulaire, puis recuit en étuve (Figure 14-(b)). Les films sont ensuite démoulés et coupés par une lame comme présenté dans la Figure 14-(c).

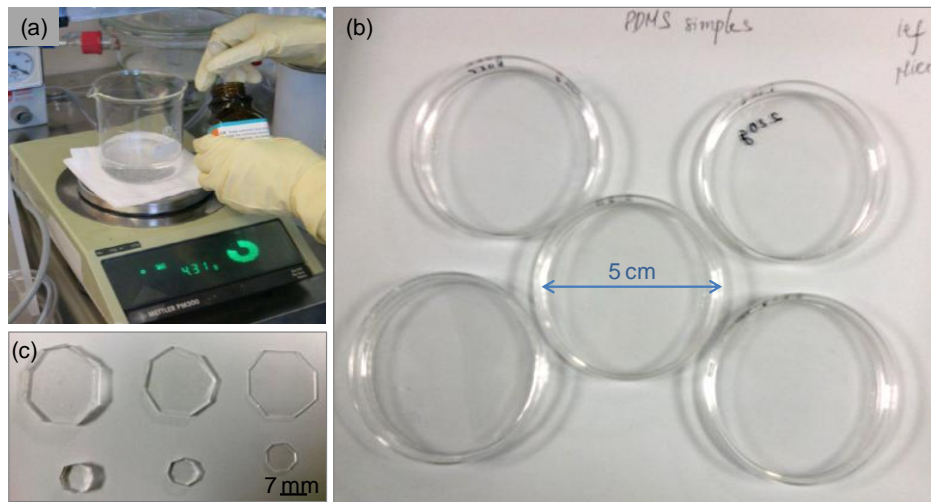


Figure 14. Préparation du mélange pré-polymère/réticulant (a), Echantillons de film de PDMS dans un moule en plastique (b) et Echantillons de film de PDMS découpés (c)

2.3 Généralités sur les propriétés mécaniques du PDMS

Pour des contraintes mécaniques appliquées entraînant des déformations inférieures à environ 50% (Schneider and Fellner, 2008), les propriétés mécaniques des élastomères peuvent être décrites par la loi de Hooke (Johnston *et al.*, 2014). En compression simple, c'est-à-dire en supposant que le matériau comprimé est libre de toute contrainte dans les autres directions, (Figure 15), le module d'Young E (ou module d'élasticité, en Pa) s'exprime en fonction de la déformation $\varepsilon = \Delta Z / Z$ et de la contrainte appliquée $\sigma = F/S$ (en Pa), où F (N) désigne la force de pression appliquée et S la surface d'application de la force (m^2), selon :

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad \text{Eq. 21}$$

Par ailleurs, le module de cisaillement G (en Pa) est défini par :

$$G = \frac{F.Z}{S.\Delta x} \quad \text{Eq. 22}$$

où F (N) est la force appliquée sur la surface S (m²) pour une épaisseur de PDMS de Z , et Δx est le déplacement du matériau selon X (Figure 15). Enfin, le module de cisaillement s'exprime en fonction du module d'Young E et du coefficient de Poisson ν (sans dimension) par :

$$G = \frac{E}{2 \cdot (1 + \nu)} \quad \text{Eq. 23}$$

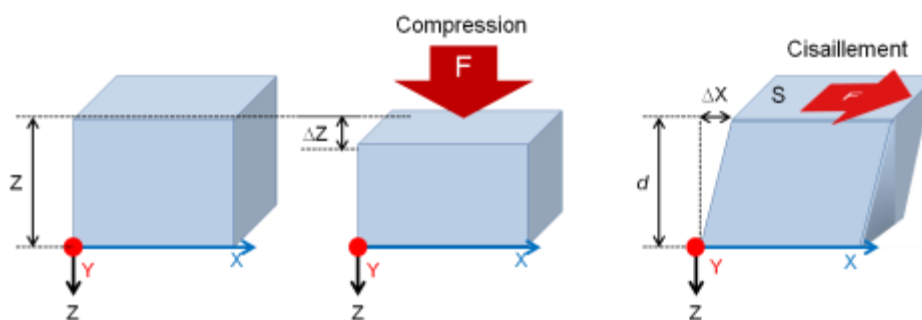


Figure 15. Comportement mécanique du PDMS en compression et en cisaillement

Le PDMS est réputé faiblement compressible et la valeur du coefficient de Poisson trouvé dans la littérature varie entre 0,45 et 0,5 ; une valeur couramment admise est de 0,499 pour des déformations inférieures à 50% (Mark, 1999). Par ailleurs, nous avons déjà vu que les valeurs des modules d'élasticité et de cisaillement variaient fortement avec la composition et la température de traitement. Ainsi, le module d'Young varie de 250 kPa à 2 MPa lorsque le ratio pré-polymère / réticulant passe de 30:1 à 10:1. Pour un mélange PDMS 10:1, le module d'Young varie de 1,32 à 2,97 MPa pour des températures de recuit allant de 25°C à 200°C, alors que le module de cisaillement passe de 0,44 à 0,99 MPa pour la même variation de température.

Compte tenu de ces éléments, nous choisissons d'analyser de manière approfondie les propriétés mécaniques des films de PDMS utilisés.

2.4 Analyse en compression des films de PDMS

L'analyse en compression consiste à appliquer une force de pression normale au plan du film et à relever le changement d'épaisseur provoqué en faisant varier les conditions d'application de la force et des propriétés mécaniques et géométriques du matériau. Un premier élément de caractérisation est l'estimation du module d'Young effectif du matériau. Il sera alors possible de construire un modèle de simulation tridimensionnelle par EF, afin de mener une étude plus approfondie du comportement mécanique des films.

2.4.1 Estimation du module d'Young du PDMS

Généralités

Pour estimer le module d'Young des matériaux, de nombreuses méthodes d'indentation instrumentée associées à des modèles d'estimation ont été développées dans la littérature. Le grand nombre de méthodes développées témoigne de la difficulté de cette estimation dans le cas général, et en particulier pour les polymères. Les résultats obtenus dépendent en effet largement des conditions expérimentales telles que température, la dynamique de l'expérience, la géométrie de l'échantillon et/ou du système d'application de la force (Yang, 2003), etc.. Deux types de méthodes

sont à distinguer : les méthodes utilisant une indentation macroscopique et les méthodes utilisant une indentation microscopique (Figure 16).

Dans le cas de l'indentation macroscopique, une contrainte de compression est appliquée à l'ensemble de l'échantillon placé sur un support rigide, à l'aide d'un indenteur de même surface que l'échantillon à tester (Figure 16a). Le module d'Young peut alors être déduit directement à partir de la relation « contrainte appliquée en fonction de la déformation » établie expérimentalement, en utilisant l'équation (1). Selon cette méthode, (Wang, 2011) réalise un banc instrumental utilisant une jauge de déplacement et un jeu de masses calibrées. Le module d'Young d'échantillons de PDMS circulaires de 2 à 4 mm de diamètre et de 3 mm d'épaisseur est estimé à partir de la courbe contrainte / déplacement obtenue (Figure 16a). Par ailleurs, la norme ASTM D 1229 – 03 indique les conditions expérimentales nécessaires à l'estimation du module d'Young par indentation en compression macroscopique pour les élastomères. Des échantillons de 30 mm de diamètre et de 12,5 mm d'épaisseur sont requis et placés entre deux pièces rigides de même surface pour opérer la caractérisation en compression.

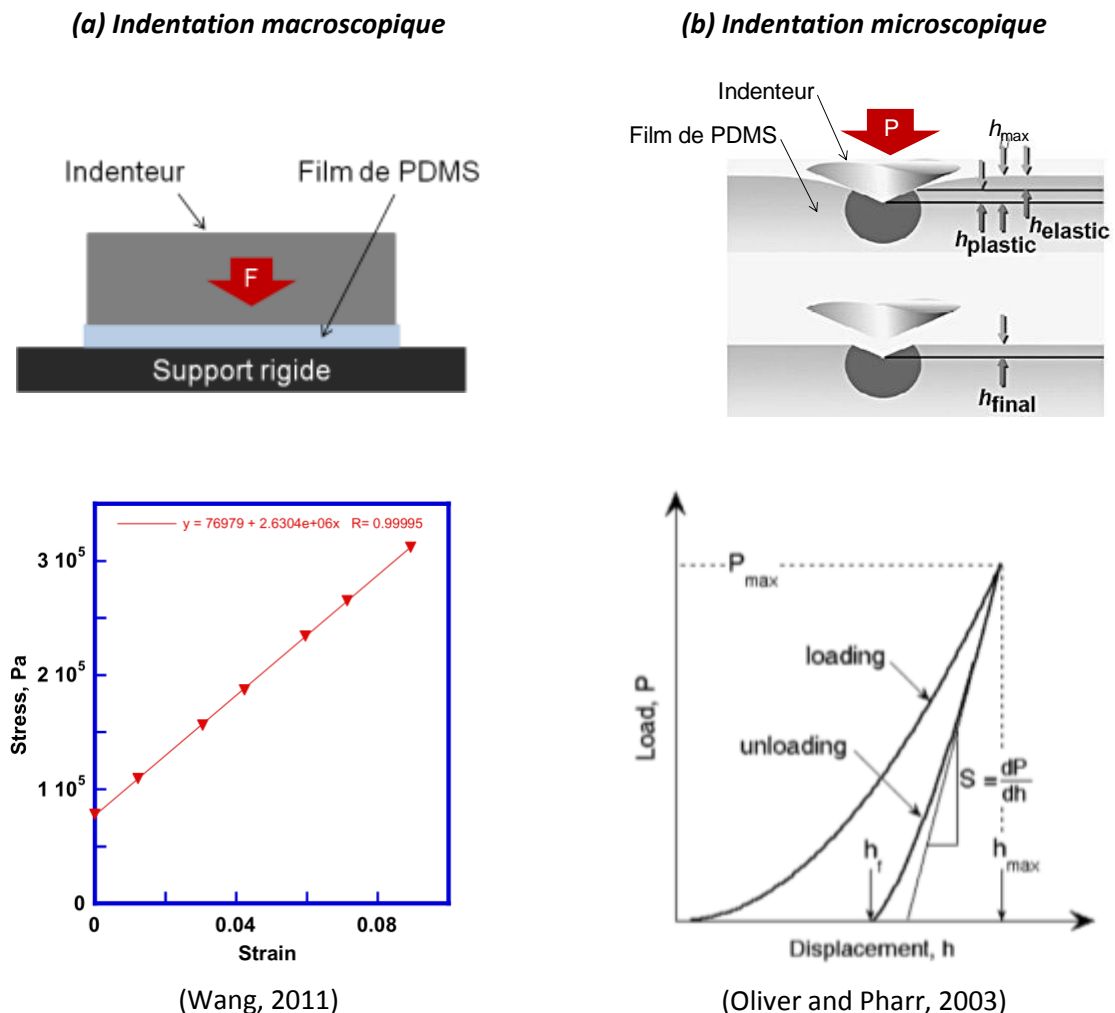


Figure 16. Configuration pour l'analyse de la compression de films de PDMS: (a) compression macroscopique et courbe « contrainte appliquée en fonction de la déformation »; (b) micro-indentation et courbe « charge / enfoncement ».

En compression microscopique, un micro-indenteur de géométrie connue (conique, sphérique, « coin de cube », etc.), et de dimensions réduites par rapport au film à caractériser, est utilisé (Figure 16b). L'indenteur comprime localement et progressivement le matériau. Une courbe « charge appliquée / enfoncement de l'indenteur » est établie expérimentalement lors d'un cycle de charge et de décharge. Le module d'Young est estimé à partir de la courbe obtenue et à l'aide de modèles analytiques comme ceux proposés par Doerner & Nix, Field & Swain ou Oliver & Pharr (Oumarou, 2009). La méthode d'Oliver & Pharr, qui est la plus classiquement utilisée, propose d'estimer préalablement la « raideur de contact » en exploitant la tangente à la courbe de décharge (Figure 16b). Ensuite la courbe de décharge est approximée par une loi de type « puissance » pour finalement déduire le module d'Young à partir de la raideur de contact, des différentes profondeurs d'enfoncement liées à la forme de l'indenteur, et de paramètres d'ajustement dépendant de l'indenteur et des conditions expérimentales (Oliver and Pharr, 2003).

Dans notre étude, nous exploitons préalablement la méthode d'Oliver & Pharr afin d'estimer le module d'Young des échantillons de films de PDMS fabriqués pour différentes épaisseurs de films. Les valeurs trouvées seront retenues pour construire un modèle mécanique du PDMS afin de mettre en œuvre une étude paramétrique de la déformation du PDMS sous contraintes de compression locales à l'aide de simulations par éléments finis.

Mise en œuvre du micro-indenteur « CSM Instrument »

Un appareil de micro-indentation « CSM Instruments » est utilisé pour effectuer l'analyse en compression des films de PDMS, selon la configuration d'étude de la Figure 16.a. Cet appareil est équipé d'un indenteur venant solliciter l'échantillon sous test qui est placé sur une table de positionnement trois axes. L'enfoncement de l'indenteur dans l'échantillon est mesuré à l'aide d'un capteur de position (Figure 17). Le micro-indenteur CSM est mis en œuvre pour estimer le module d'Young de divers échantillons de films de PDMS fabriqués selon le protocole décrit au paragraphe 2.2. L'appareil est équipé d'un indenteur de type Berkovich en diamant, et le logiciel exploite la méthode d'estimation d'Oliver & Pharr (Kempé, 2009). Le film de PDMS est déposé sur un support rigide fixé sur la table de positionnement dont les déplacements sont résolus à 0,25 μm près. Une force de compression est appliquée progressivement sur la surface du film de PDMS, et le changement d'épaisseur Δd résultant, défini comme la différence entre l'épaisseur initiale du film et l'épaisseur du film comprimé, est mesuré à l'aide du capteur de profondeur de l'indenteur. La résolution de la force appliquée est de 0,3 mN et la position est donnée avec une résolution de 0,3 nm.

Figure 18 montre un exemple d'évolution du changement d'épaisseur Δd d'un film de PDMS d'épaisseur initiale 3,04 mm, comprimé par un indenteur cylindrique de section circulaire de 2,5 mm de rayon. Dans cet exemple, la force de compression est appliquée progressivement jusqu'à 10 N puis relâchée progressivement.

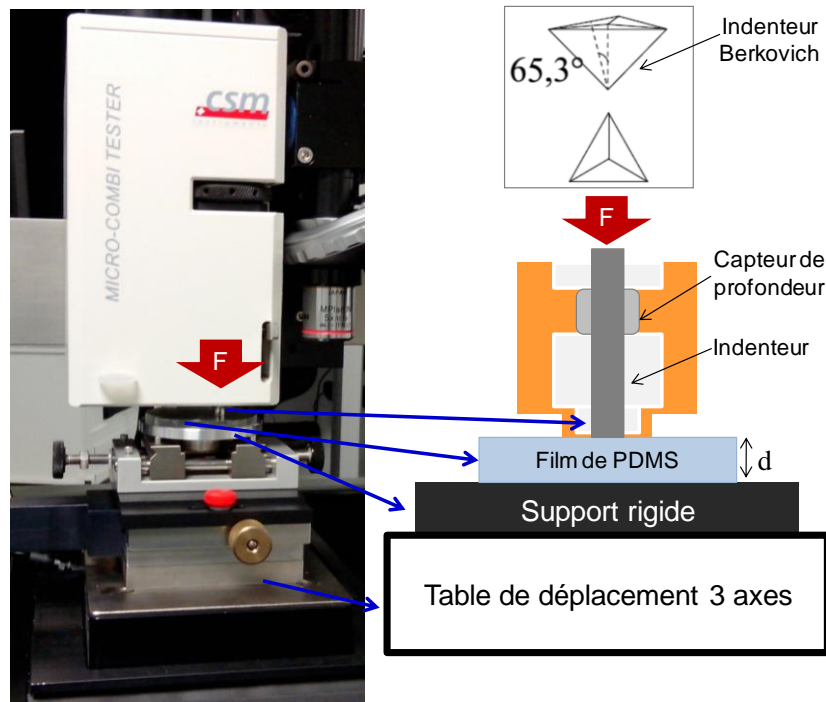


Figure 17. Constitution du micro-indenteur CSM Instrument

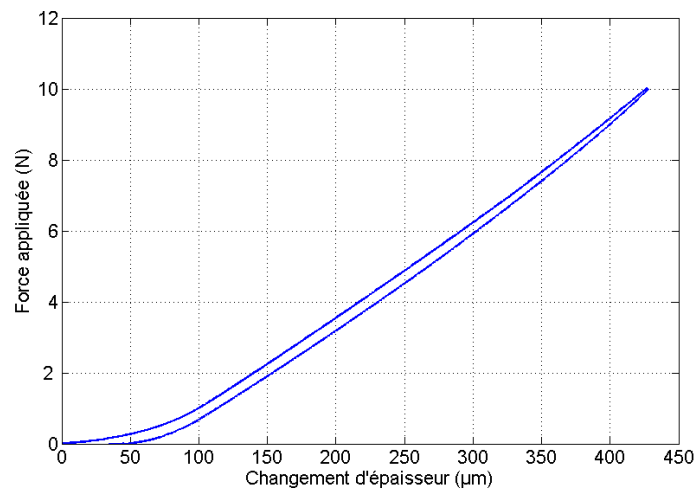


Figure 18. Changement d'épaisseur d'un film de PDMS d'épaisseur initiale de 3,04 mm sous un indenteur cylindrique de rayon 2,5 mm

L'appareil de micro-indentation dispose d'un logiciel permettant d'estimer le module d'Young à partir des courbes charge/enfoncement, pour différents types d'indenteur et différentes méthodes d'estimation.

Résultats d'estimation

Afin d'estimer la variabilité de la mesure, une procédure expérimentale exploitant plusieurs cycles de charge et décharge est choisie. Les films de PDMS sont caractérisés avec une procédure à cinq cycles. Cette procédure est mise en œuvre deux fois, avec un intervalle de temps d'une semaine durant lequel les échantillons ont été stockés dans les conditions de salles blanche. Les modules d'Young sont estimés en prenant la moyenne des valeurs trouvées dans chaque cycle, et dans les

deux séries d'acquisition. Les résultats d'estimations pour des films d'épaisseurs allant de 200 μm à 5,5 mm sont présentées Figure 19. Les barres d'erreurs correspondent à deux fois l'écart type des estimations faites sur chaque jeu de 10 mesures.

Pour les fortes épaisseurs, le module d'Young est estimé à 1,3 MPa. Il augmente jusque vers 2,8 MPa lorsque les films s'amincissent à 200 μm . Les valeurs obtenues sont donc cohérentes, en ordre de grandeur, à celles rencontrées dans la littérature. En effet, pour un échantillon de même nature et de 3 mm d'épaisseur, le module d'Young estimé dans (Johnston *et al.*, 2014) est compris entre 1,32 MPa et 2,05 MPa pour des températures de recuit proches de celle utilisée ici. Par ailleurs, l'augmentation du module d'Young avec la réduction de l'épaisseur de l'échantillon a déjà été constatée dans (Miao *et al.*, 2009).

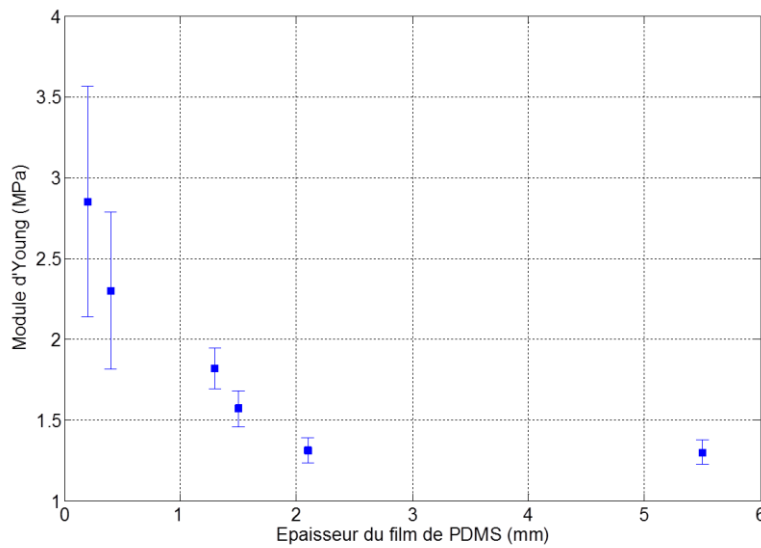


Figure 19. Module d'Young estimé pour des films de PDMS de différentes épaisseurs

Nous pouvons constater Figure 19 que l'incertitude des mesures augmente lorsque les films s'amincissent. En effet la mise en œuvre de la méthode d'estimation devient difficile pour les films fins. Les déformations engendrées doivent rester faibles (moins de 10% de l'épaisseur initiale selon les recommandations du constructeur (Kempé, 2009)), ce qui impose d'appliquer des forces faibles sur les films fins. Il en résulte des courbes expérimentales bruitées qui compromettent la pertinence de la méthode d'estimation, très sensible aux conditions expérimentales (Oumarou, 2009).

2.4.2 Analyse en compression par simulations par éléments finis

Configuration de la simulation

Afin d'effectuer une analyse paramétrique du comportement mécanique du PDMS lorsque des forces de compression locales y sont appliquées, des simulations numériques sont mises en œuvre, à l'aide des codes EF Ansys Academic Research 12.1 (Canonsburg, 2012). Pour mener l'étude en compression, la configuration d'étude considérée est celle de la Figure 20. Un indenteur incompressible cylindrique, de section circulaire et de surface S applique une force F sur la surface d'un film de PDMS d'épaisseur d_0 déposé sur un substrat rigide. Sous l'action de la force de compression, le film se comprime localement et la nouvelle épaisseur du film sous l'indenteur est notée d . Le changement d'épaisseur par compression est $\Delta d = d - d_0$.

Espace de travail. Etant donné la symétrie de révolution du problème étudié, une simulation en deux dimensions (2D) avec une géométrie axisymétrique est suffisante pour traiter du problème de la compression. L'espace de travail 2D de la simulation est représenté Figure 21, où (OZ) est l'axe de symétrie de révolution.

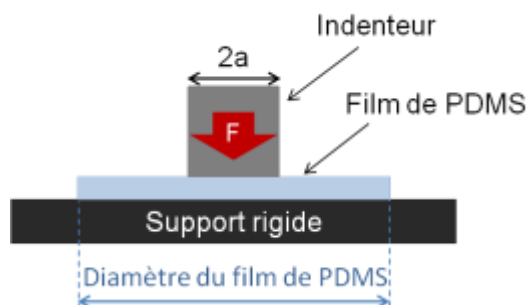


Figure 20. Configuration d'indentation pour l'analyse en compression par simulations « éléments finis »

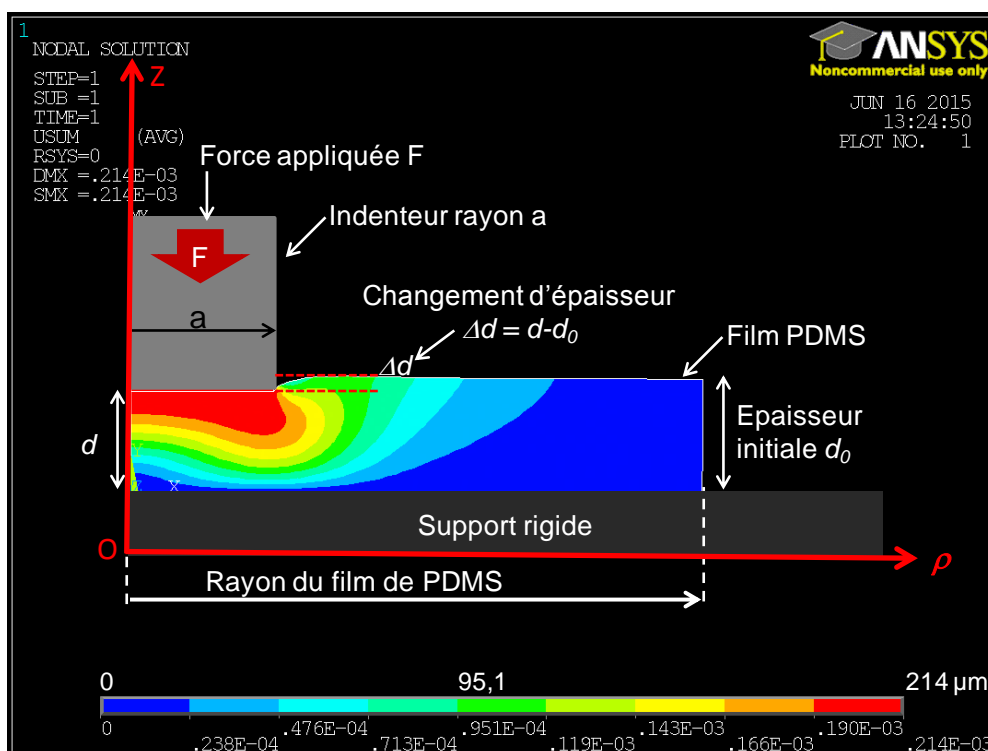


Figure 21. Espace de travail pour les simulations EF.

Propriétés des matériaux. Dans cet espace de travail, l'indenteur et le substrat sont considérés comme des matériaux rigides et indéformables. Nous leur affectons de manière arbitraire les propriétés mécaniques du silicium :

- module d'Young de 170 GPa,
- coefficient de poisson de 0,27
- masse volumique 2700 kg/m³.

Pour les films de PDMS, nous affectons une masse volumique de 970 kg/m³ (Mark, 1999). Le coefficient de Poisson est à choisir dans la gamme (0,45 – 0,5) et le module d'Young dans la gamme (1 à 3 MPa), (Johnston *et al.*, 2014). Ces paramètres seront fixés par confrontation avec des

expérimentations complémentaires, et à partir des résultats d'estimation du module d'Young (paragraphe 2.4.1).

Paramètres géométriques. Afin de procéder à une étude paramétrique des propriétés des films de PDMS, nous considérons des rayons d'indenteurs a variant entre 1,5 mm et 3 mm (surface d'application des forces variant entre 7 et 28 mm²), des films d'épaisseurs d_0 variant entre 10 μm et 10 mm, et des rayons d'échantillons de films de PDMS allant jusqu'à 10 mm.

Mise en œuvre. Les calculs sont effectués sous une hypothèse de faibles déformations pour laquelle la loi de Hooke peut être utilisée. Le modèle EF mis en œuvre utilise des éléments parallélépipédiques à 8 degrés de liberté (éléments PLANE183) proposés par le logiciel ANSYS (Canonsburg, 2012). Compte tenu de la géométrie de travail, et pour conserver des éléments présentant des rapports de formes harmonieux (i.e. compris entre 0,3 et 3) quelles que soient les dimensions du film et de l'indenteur, un maillage paramétrique de l'espace de travail conduit à la formation de 3600 à 7100 éléments. Finalement, des scripts de simulations paramétriques sont écrits de façon à résoudre le problème en fonction de :

- La force appliquée sur les films de PDMS
- L'épaisseur des films de PDMS
- La surface de l'indenteur
- Le rayon de l'échantillon de film de PDMS

La grandeur d'intérêt de la simulation est le champ des déplacements. Les niveaux de couleurs obtenus correspondent au module des déplacements. Nous nous intéressons en particulier au changement d'épaisseur Δd obtenu sous l'indenteur (Figure 21).

Choix des paramètres mécaniques du PDMS pour la simulation

Afin de choisir les valeurs du module d'Young et du coefficient de Poisson à injecter dans le modèle EF, nous effectuons quelques simulations préliminaires que nous comparons à l'expérience, dans la configuration d'étude de la Figure 20.

Choix du module d'Young. Pour déterminer la valeur du module d'Young à retenir dans les simulations, nous fixons en premier lieu une valeur du coefficient de Poisson et effectuons une étude paramétrique pour différentes valeurs de modules d'Young. Dans la littérature, les valeurs du coefficient de Poisson trouvées sont comprises dans la gamme 0,45 à 0,5, la valeur la plus couramment admise étant 0,499 (Johnston *et al.*, 2014). Nous mettons en œuvre des simulations EF dans les conditions opératoires décrites au paragraphe 2.4.1- page 32. Pour cela, nous considérons la compression de quatre films de PDMS d'épaisseur variant entre 30 μm et 2,76 mm, sous une force de 10N appliquée à l'aide d'un indenteur de rayon 2,5 mm. Dans ces simulations, nous faisons varier le module d'Young dans une gamme de valeurs comprises entre 800 kPa à 5 MPa. Les résultats sont présentés dans la Figure 22.

Par ailleurs, nous équipons l'appareil de micro-indentation CSM d'un indenteur cylindrique identique à celui considéré pour les simulations. Nous appliquons une force de 10 N sur des échantillons de PDMS de même épaisseur que ceux considérés dans la simulation, et de rayon de 10 mm. La mise en œuvre de la compression permet d'estimer les variations d'épaisseurs résultantes pour les films 2,76 mm et de 590 μm . Il est possible de reporter ces points expérimentaux sur le graphique de la Figure 22 en bonne adéquation avec les résultats simulés, en supposant un module d'Young de 1,3 MPa pour ces deux films. Pour les films les plus fins, les changements d'épaisseur

associés sont très faibles et difficiles à mettre en évidence expérimentalement. C'est pourquoi les valeurs trouvées, jugées non pertinentes, ne sont pas reportées Figure 22. Néanmoins, la valeur trouvée de 1,3 MPa pour le module d'Young est cohérente avec les résultats obtenus par la méthode d'Oliver & Pharr présentés paragraphe 2.4.1, et très proche des valeurs mentionnées dans la littérature (Johnston *et al.*, 2014; S Nazeer, 2012).

Nous pouvons donc conserver cette valeur de module d'Young dans le modèle de simulation EF, pour les fortes épaisseurs de film. Pour les épaisseurs inférieures à 600 μm , il n'a pas été possible d'estimer le module d'Young de manière convaincante. Il serait possible de définir des valeurs de modules d'Young par extrapolation des valeurs trouvées par micro-indentation (paragraphe 2.4.1), par exemple avec une fonction d'approximation de type « puissance » comme cela est proposé dans (Miao *et al.*, 2009). Toutefois, cette solution nous a semblée hasardeuse, compte tenu de l'incertitude des valeurs expérimentales relatives aux faibles épaisseurs (Figure 19). Par souci de simplicité, nous choisissons une valeur de module d'Young de 1,3 MPa, y compris pour les films fins. Ce choix a pour conséquence une éventuelle surestimation de la compression sous charge des films de PDMS fins. Cette compression étant de toute façon très faible, nous verrons dans la suite que ce choix a une incidence faible sur les résultats.

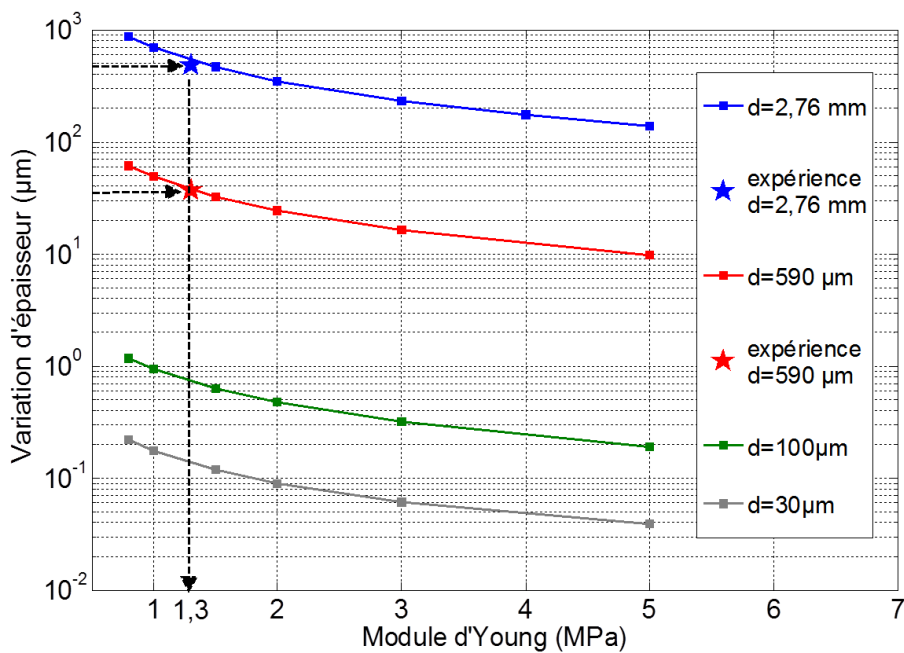


Figure 22. Variations d'épaisseur de film de PDMS sous une force de 10N appliquée à l'aide d'un indenteur cylindrique de rayon 2,5 mm, en fonction du module d'Young (simulations et expérimentations).

Choix du coefficient de Poisson. De même que précédemment, des simulations EF sont mises en œuvre pour différentes épaisseurs de film de PDMS et comparées à l'expérimentation dans la configuration d'analyse de la Figure 20. La force appliquée est de 10N, le rayon de l'indenteur est de 2,5 mm, et l'épaisseur des films de PDMS varie de 10 μm à 3,5 mm. Pour la simulation le module d'Young est fixé à 1,3 MPa et le coefficient de Poisson varie entre 0,450 à 0,499. Les résultats obtenus sont présentés Figure 23. Les résultats expérimentaux sont en bonne adéquation avec la courbe obtenue pour un coefficient de Poisson de 0,499. Cette valeur est donc conservée par la suite dans les simulations EF.

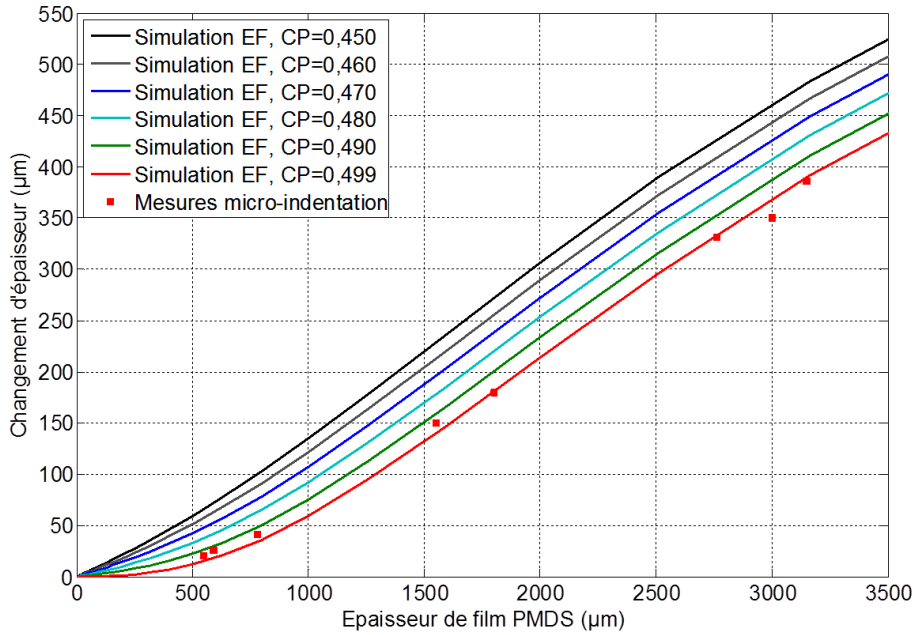


Figure 23. Courbes des variations d'épaisseurs sous charge de 10 N en fonction de l'épaisseur initiale des films de PDMS pour différentes valeurs du coefficient de Poisson (CP)

Choix des paramètres géométriques du film de PDMS

Dans cette partie, nous cherchons à étudier l'influence de la dimension du film de PDMS sur le changement d'épaisseur dû à la compression. Pour ce faire, nous conduisons des simulations dans la configuration de la Figure 20, avec les paramètres mécaniques définis dans les paragraphes précédents une force de compression locale de 10 N appliquée à l'aide d'un indenteur cylindrique de rayon $a = 2,5$ mm. Nous faisons varier le rayon des films de PDMS entre 2,6 mm et 10 mm. La Figure 24 présente des résultats des simulations effectuées.

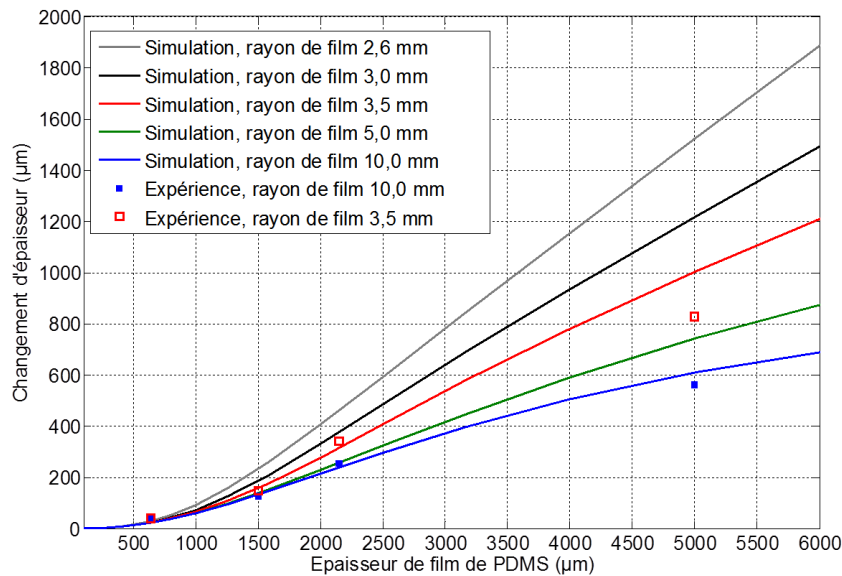
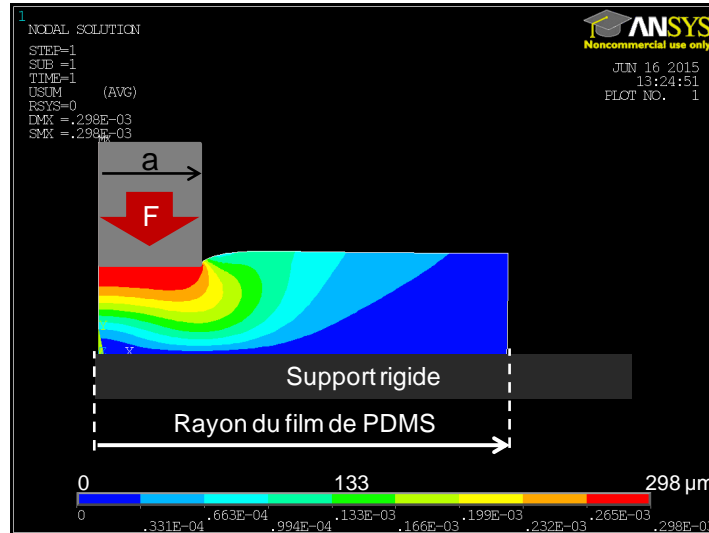
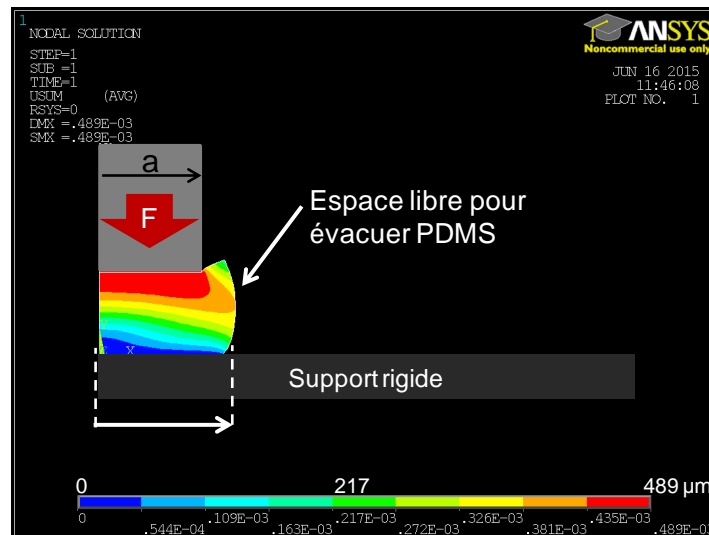


Figure 24. Changement d'épaisseur de films de PDMS comprimés sous 10N par un indenteur cylindrique de 2,5 mm en pour différents rayons et épaisseurs de films (simulations et expérimentations).

Nous constatons que pour une même charge et pour une même surface d'appui, la déformation locale du film de PDMS dépend du rayon total de l'échantillon : lorsque le rayon du film devient proche du rayon de l'indenteur, la déformation induite augmente. Par exemple, la déformation d'un film de PDMS d'épaisseur 5 mm varie de 12% et 30% pour des rayons de 10 mm et 2,6 mm, respectivement. Ces résultats sont confirmés par des expérimentations effectuées dans les mêmes conditions, pour huit films de PDMS présentant des épaisseurs variant entre 590 μm et 5 mm, et des rayons de 3,5 et 10 mm (Figure 24).



(a)



(b)

Figure 25. Déformation d'un film PDMS sous une force de 10N et un indenteur de 2,5 mm : (a) rayon d'un film de PDMS de 10 mm et (b) rayon d'un film de PDMS de 3,5 mm

Le champ de déformation de deux films de PDMS de même épaisseur initiale comprimés sous une force de 10 N appliquée par un indenteur de rayon 2,5 mm est présentée Figure 25.a pour un film de rayon 10 mm et Figure 25.b pour un film de rayon 3,5 mm. Dans le premier cas, on constate que le changement d'épaisseur maximum est de 298 μm . Il est de 498 μm dans les mêmes conditions pour le film de plus petit rayon (Figure 25.b). Il faut noter aussi que dans ce dernier cas, le

champ de déformation du film est plus homogène sous l'indenteur. Cela peut s'expliquer par le fait qu'il est plus facile au PDMS de s'évacuer sous la contrainte verticale dans le cas d'un rayon proche de celui de l'indenteur. C'est d'ailleurs pour cette raison que les capteurs utilisant des films de PDMS structurés montrent une plus grande sensibilité à la compression.

Dans la suite de cette étude, nous considérons des films massifs de grandes dimensions déformés localement. Des simulations EF complémentaires ont montré qu'un rayon de film de 10 mm est suffisant pour considérer que le film est « infiniment » grand devant le rayon d'indentation (le champ de déformation est nul à la périphérie du film (Figure 25.a)) pour des rayons d'indenteurs allant jusqu'à 3 mm. Nous choisissons donc un rayon de film de 10 mm pour les simulations dans la suite de cette étude.

2.4.3 Etude de la compression locale du film de PDMS : rôle du facteur de forme

Nous souhaitons analyser ici l'influence de la géométrie du film soumis à une compression locale, afin de maîtriser le dimensionnement des micro-capteurs capacitifs. Pour ce faire, nous mettons en œuvre des simulations EF dans la configuration de la Figure 20 (reprise Figure 26.a.) dans laquelle l'épaisseur du film, le rayon de l'indenteur appliquant la force, et l'intensité de la force appliquée sont les paramètres variables de l'étude. Cette étude paramétrique est confrontée à une étude expérimentale conduite pour les mêmes configurations à l'aide de l'appareil de micro-indentation.

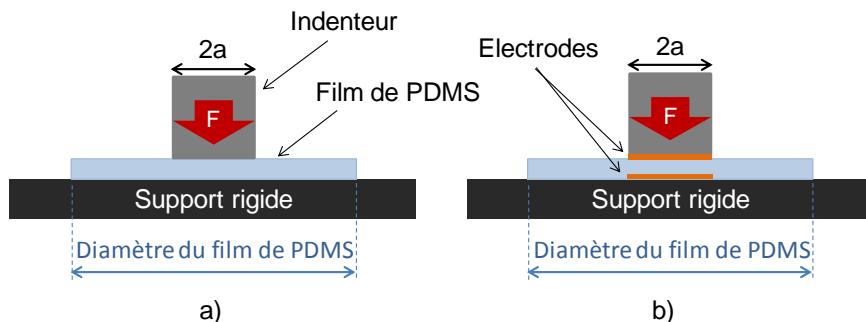


Figure 26. Configurations d'analyse réelle (a) et équivalente (b)

Changement d'épaisseur des films de PDMS par la simulation

Nous mettons en œuvre les simulations pour des indenteurs de rayons compris entre 1,7 à 3 mm, et comprimant, sous une force de 10 N, des films d'épaisseur variant entre 10 μm et 10 mm. Les paramètres mécaniques des films sont 0,499 pour le coefficient Poisson et 1,3 MPa pour le module d'Young. Les résultats obtenus sont présentés Figure 27. Nous notons que, pour une épaisseur initiale d_0 donnée, le changement d'épaisseur Δd obtenu augmente lorsque le rayon d'indentation diminue. Ce résultat était prévisible dans la mesure où la pression exercée sur le film augmente lorsque le rayon de l'indenteur diminue. Par ailleurs, nous notons que trois zones de fonctionnement peuvent être distinguées sur les courbes obtenues (Figure 27).

La zone 1 correspond à une configuration dans laquelle le film peut être considéré comme très fin devant le rayon d'indentation. On constate dans ce cas que la variation d'épaisseur évolue faiblement en fonction de l'épaisseur initiale. En effet, le PDMS étant très faiblement compressible, il est difficile « d'évacuer » le matériau sous l'indenteur lors de la compression, ce qui limite les

possibilités de changement d'épaisseur locale. Cette configuration de film « fin » en compression a déjà été décrite dans (Yang, 2003) ; la relation liant Δd à la force appliquée F s'écrit en fonction du module d'Young E , de l'épaisseur initiale d_0 et du rayon d'indentation a selon :

$$\Delta d = \frac{3Fd_0}{4E\pi a^2} \quad \text{Eq. 24}$$

La zone 3 correspond au cas où l'épaisseur de film initiale d_0 devient très grande devant le rayon de l'indenteur a . On remarque que l'on tend dans ce cas vers un régime de saturation du changement d'épaisseur Δd quelle que soit l'épaisseur initiale d_0 . Cette configuration de film « épais » est également décrite dans (Yang, 2003) ; le changement d'épaisseur Δd s'écrit :

$$\Delta d = \frac{3F}{8Ea} \quad \text{Eq. 25}$$

Cette expression analytique confirme que le changement d'épaisseur ne dépend plus de d_0 .

La zone 2 est une zone intermédiaire pour laquelle aucune formule analytique n'a été proposée dans la littérature. Les simulations numériques montrent que dans cette zone le changement d'épaisseur en compression dépend fortement de d_0 .

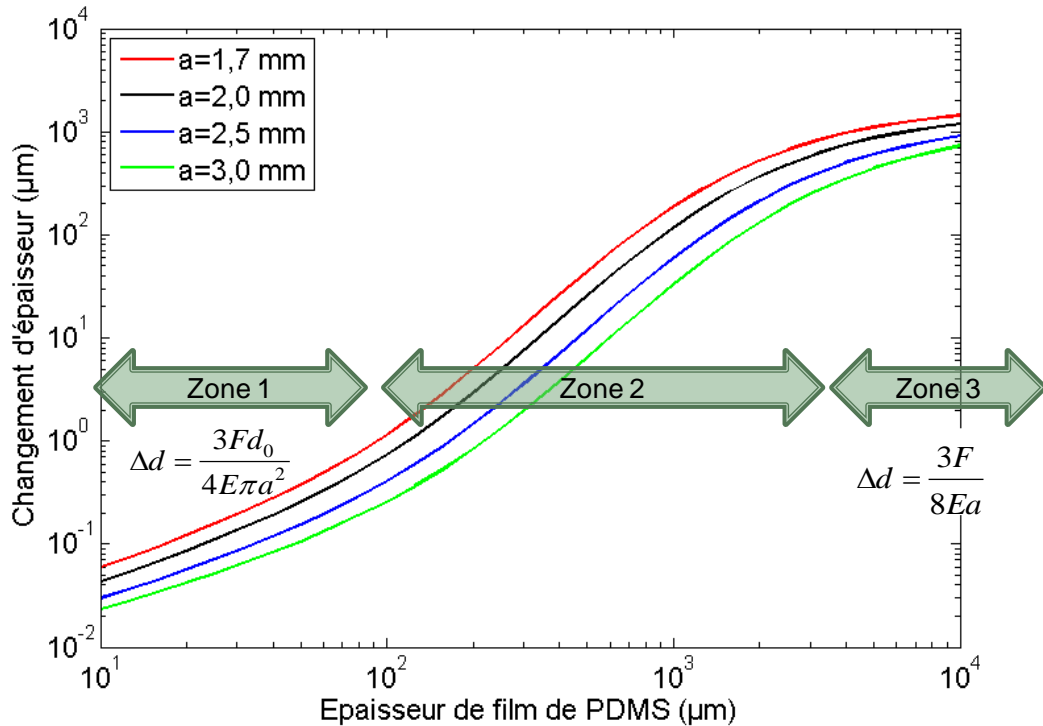


Figure 27. Changement d'épaisseur sous une force de compression de 10N pour différents indenteurs

Changement de capacité

Afin que les résultats de cette étude soit directement interprétables en termes de sensibilité à la force de compression d'un capteur capacitif souple, nous considérons comme grandeur d'intérêt non plus directement le changement d'épaisseur Δd du film en compression, mais la variation de capacité qui serait induite dans un capteur capacitif dont le diélectrique serait comprimé. Cela revient à confondre la configuration d'étude présentée Figure 26.a. avec celle de la Figure 26.b, dans

laquelle deux électrodes virtuelles suffisamment « fines » et « incompressibles » sont placées de part et d'autre du film de PDMS exploité, et auraient la même surface que la surface d'application de la force.

Avec une épaisseur à vide d_0 de PDMS, la capacité entre les deux électrodes est donnée par :

$$C = \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_r}{d_0} S \quad \text{Eq. 26}$$

où ε_0 et ε_r sont la permittivité du vide et la permittivité relative du PDMS, S est la surface des électrodes. En utilisant $\Delta d = d - d_0$, le changement de capacité induit par la compression, exprimée en pourcentage, s'écrit :

$$\Delta C_{\%} = 100 \frac{-\Delta d}{d_0 + \Delta d} \quad \text{Eq. 27}$$

A partir des résultats de simulations de la Figure 27 et à l'aide de l'Eq. 27, nous traçons Figure 28 l'évolution du changement de capacité $\Delta C_{\%}$ en fonction de l'épaisseur initiale pour les 4 indenteurs considérés. Pour les différents rayons d'indentation considérés, nous observons ici encore plusieurs zones de fonctionnement caractéristiques. Dans le cas des films « fins », le changement de capacité lié à la compression du film est très faible ; cela correspond à la zone 1 de la Figure 27. Pour les films très « épais », nous notons que la variation de capacité devient faible et tend vers zéro. Cela correspond à la saturation du changement d'épaisseur observé dans la zone 3 de la Figure 27. Enfin, nous observons une zone intermédiaire dans laquelle les variations de capacité dues à la compression du film sont importantes ; elles font en outre apparaître un maximum qui dépend de l'épaisseur initiale du film et de la surface d'application de la force de compression.

Pour analyser cet effet, nous introduisons un rapport de forme RF , défini comme le rapport entre l'épaisseur initiale du film d_0 et le rayon de l'indenteur a :

$$RF = \frac{d_0}{a} \quad \text{Eq. 28}$$

Nous constatons que pour les quatre rayons d'indentation considérés, les changements de capacité maximum sont atteints pour un même RF , dit « optimal » et noté RF_{opt} , tel que $RF_{opt} \approx 1,45 \pm 7\%$ (Figure 28). Par exemple, dans le cas d'un capteur de rayon 1,7 mm, la variation de capacité sous une force de compression de 10 N est ainsi de quelques % pour une épaisseur initiale de PDMS de 100 μm , et atteint 37 % pour une épaisseur initiale de 2,5 mm (à RF_{opt}), puis diminue pour des épaisseurs supérieures. Ces résultats ont été confirmés par des expérimentations menées par micro indentation d'échantillons de films de PDMS avec des indenteurs cylindriques de rayons 2,0 mm et 2,5 mm (Figure 28).

Ces résultats expérimentaux confirment les simulations et en particulier l'existence d'un rapport de forme optimum $RF \approx 1,45$ pour les configurations étudiées. Afin de généraliser ce résultat, nous avons simulé les variations de capacité que l'on obtiendrait pour des films présentant des modules d'Young $E = 1 \text{ MPa}$, $1,3 \text{ MPa}$ et 2 MPa , et des coefficients de Poisson ν variant entre 0,45 et 0,5. Les résultats obtenus sont présentés Figure 29. Nous constatons qu'il existe toujours un rapport de forme optimum qui conduit à un changement de capacité maximum sous la force de compression

appliquée. Nous constatons également que la valeur du rapport de forme dépend des propriétés mécaniques (E , ν) du film utilisé. La valeur $RF_{opt} \approx 1,45$ n'est donc valable que pour la nature du PDMS qui est utilisée dans notre étude.

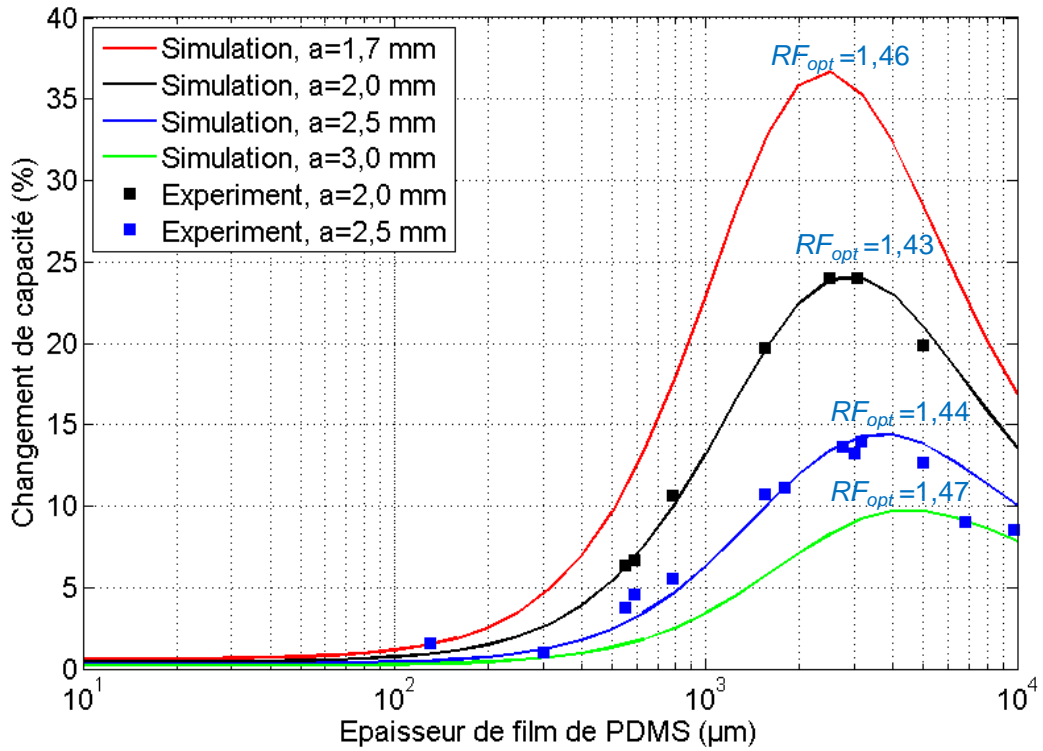


Figure 28. Variations de capacité en fonction de l'épaisseur de films de PDMS pour différentes surfaces d'électrode/indenteur : simulation et expérience, sous une force normale appliquée de 10 N.

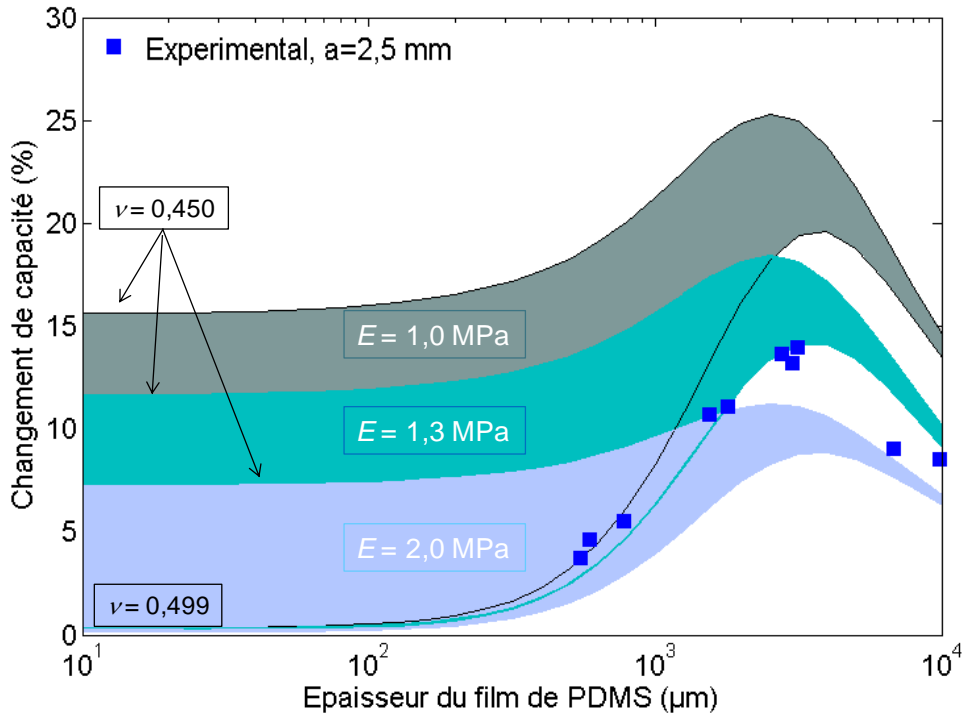


Figure 29. Variations de capacité obtenues sous une force de 10 N appliquée avec un indenteur de rayon $a=2,5$ mm, pour des films de PDMS de modules d'Young et de coefficients de Poisson variés.

2.4.4 Validation de l'étude en compression par mise en œuvre d'un macro-capteur de pression souple.

« Macro capteurs » souples capacitifs

Dans les paragraphes précédents, nous avons étudié l'influence des propriétés mécaniques des films de PDMS en compression sur la sensibilité attendue de capteurs de pression capacitifs (Figure 28). Pour faire cette étude, nous avons estimé le changement de capacité attendu à partir du changement d'épaisseur Δd de films de PDMS sous une force de compression. Ici, nous assemblons des capteurs dits « macroscopiques », en plaçant des électrodes de cuivre de grandes dimensions de part et d'autre d'un film de PDMS (Figure 30). Les électrodes sont découpées dans des feuilles de cuivres de 50 μm d'épaisseur, pour former des carrés de 4,43 mm de côté. Cette taille d'électrode est choisie pour présenter une surface équivalente à celle d'une électrode circulaire de rayon 2,5 mm, étudiée en simulation. Le film de PDMS est de forme carrée d'au moins 2 cm de côté, afin de présenter une surface suffisamment grande devant celle de l'électrode.

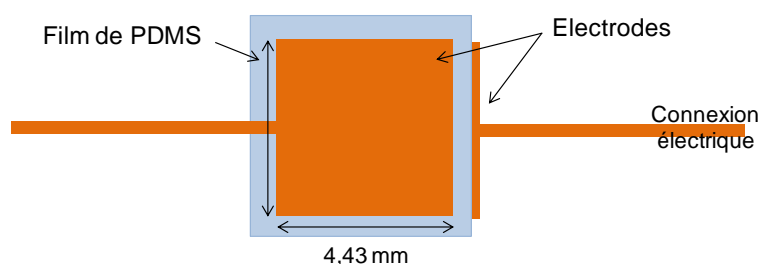


Figure 30. Macro-capteur capacitif à base de PDMS et d'électrodes en feuille de cuivre (échelle non respectée)

Mise en œuvre de la caractérisation

Ce macro-capteur est exploité en compression grâce à un banc de caractérisation électromécanique développé dans ce travail de thèse. Ce banc permet d'appliquer une force de compression connue sur le capteur, et de relever la variation de capacité associée, à l'aide d'un analyseur d'impédance. La conception du banc et son mode opératoire sont détaillés dans le chapitre 4 (Paragraphe 2.1). Le rayon de l'indenteur est de 2,5 mm, présentant la même surface que l'électrode du capteur. Nous appliquons dans un premier temps une pression initiale de 0,2 N sur le capteur, afin d'aplanir les électrodes de cuivre et homogénéiser les contacts aux interfaces cuivre/PDMS. La capacité du capteur obtenue dans ces conditions constitue la capacité initiale du capteur, considéré comme étant « à vide » dans ces conditions. Dans la suite, nous exploitons dans ces conditions quatre macro-capteurs de mêmes dimensions, mais constitués de films de PDMS d'épaisseurs variant entre 640 μm et 5,5 mm.

Résultats de caractérisation

La Figure 31 présente les résultats de caractérisation obtenus sur les quatre macro-capteurs réalisés. Les courbes présentées sont issues d'une moyenne effectuée sur 3 cycles de compression. L'écart type de ces mesures est inférieur à 1 % de la valeur moyenne obtenue pour chaque point de la courbe. Pour tous les capteurs, le changement de capacité augmente avec la force appliquée, ce qui traduit bien le changement d'épaisseur du PDMS. Parmi les quatre macro-capteurs, celui qui est réalisé avec un film de PDMS d'épaisseur 2,15 mm présente la plus forte variation de capacité, à

forces appliquées égales. Pour une force de 10 N, les variations de capacité obtenues pour ces quatre capteurs sont présentées Figure 32, afin d'effectuer la comparaison avec la simulation et la micro-indentation des films de PDMS. Nous constatons que les résultats obtenus avec des mesures directes de capteurs capacitifs sont en cohérence avec les résultats de changement de capacité estimés à partir des changements d'épaisseur Δd fournis par la simulation ou la micro-indentation (Eq. 27, Figure 28). Nous constatons ainsi qu'il existe effectivement un optimum de sensibilité des capteurs capacitifs PDMS qui est lié à leur rapport de forme. Nous constatons également que dans ces essais, les valeurs de changement de capacité des capteurs d'épaisseur 640 μm et 5,5 mm ne coïncident pas parfaitement avec les résultats obtenus pour un même indenteur ($a=2,5$ mm) en simulation et en micro-indentation. Ces écarts peuvent être attribués à la constitution des macro-capteurs qui exploitent deux électrodes en cuivre relativement épaisses (50 μm) et déformables, positionnées sans collage de part et d'autre du PDMS. Ceci rend la structure plus déformable en pratique que dans le cas de la simulation, et génère potentiellement des résultats de mesure moins fiables. Néanmoins, le macro-capteur d'épaisseur 2,15 mm présente un rapport de forme RF de 0,86 qui est le plus proche du $RF_{opt} \approx 1,44$ parmi les quatre macro-capteurs. Comme attendu, sa sensibilité à la force de compression est la plus élevée.

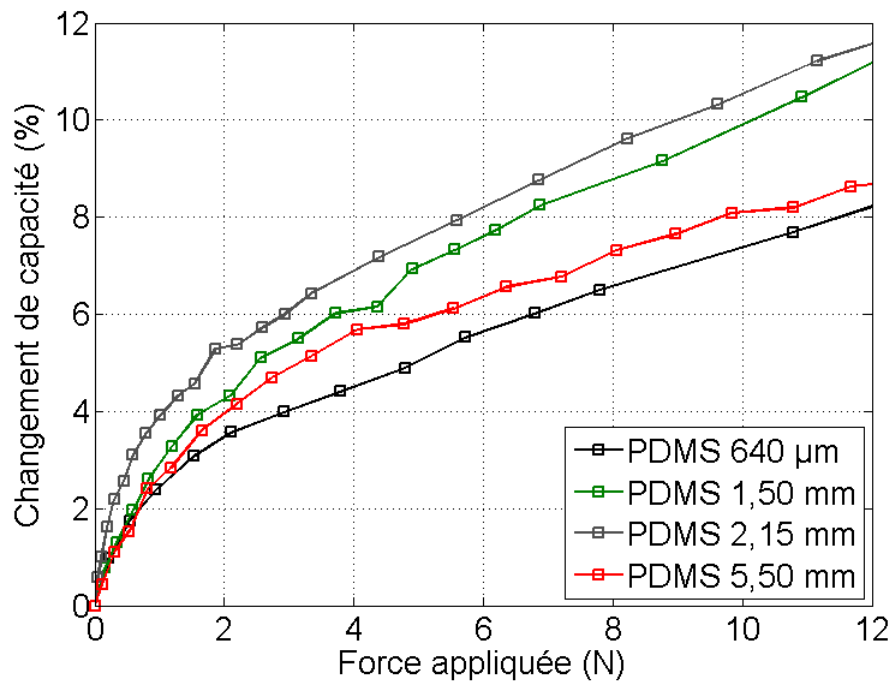


Figure 31. Variations de capacité en fonction de force appliquée utilisant le banc électromécanique automatisé pour 4 différents macro-capteurs (sous un indenteur de 2,5 mm)

Ainsi, malgré les imperfections de fabrications des macro-capteurs, leurs comportements en compression valident les éléments de dimensionnement mis en évidence lors de l'analyse des films de PDMS nus effectués par simulation et micro-indentation.

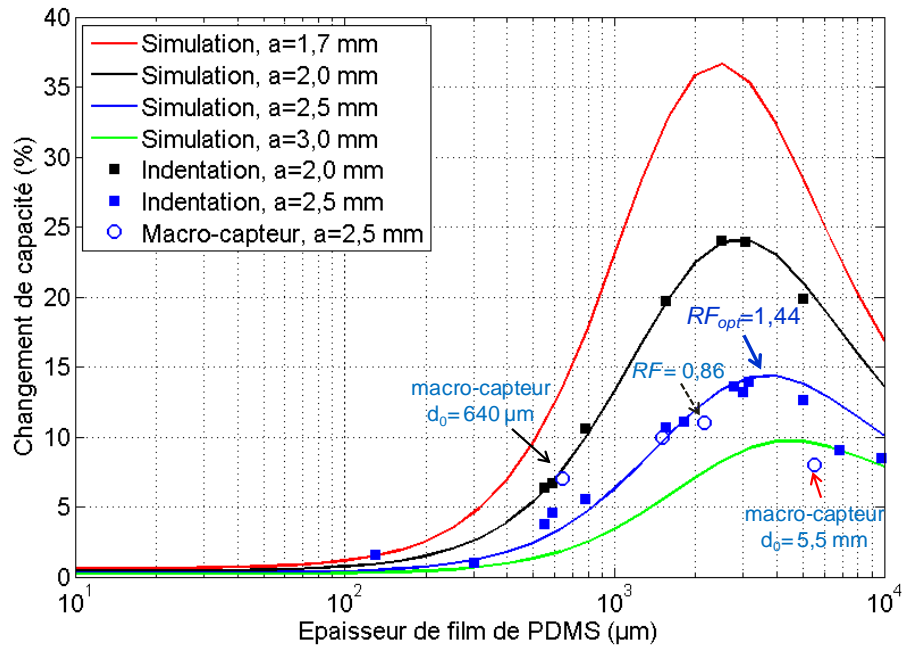


Figure 32. Comparaison du changement de capacité de 4 macro-capteurs PDMS, avec la simulation EF et la micro-indentation de films de PDMS (pour un indenteur de 2,5 mm et une force de compression de 10N)

2.4.5 Conclusion sur le dimensionnement des capteurs de pression normale

Lorsque l'on considère des capteurs de pression normale réalisés sur un film massif de grande dimension devant la taille de l'électrode, il n'est pas possible de pré-déterminer la variation de capacité associée à partir de la déformation en utilisant la loi de Hooke (Equation (1)). En effet, la compression du film est locale et non globale, et la présence du matériau de part et d'autre de zone d'application de la force de pression fait obstacle à la déformation du film, ce qui rend la relation (1) non applicable. Ceci est illustré par les résultats présentés au paragraphe (4.2.3) dans lesquels il apparaît que la déformation dépend des rayons relatifs de l'indenteur et du film de PDMS, à épaisseur initiale de film et à force constantes. Le dimensionnement des tels capteurs doit donc faire l'objet de pré-déterminations par simulations tridimensionnelles. Dans notre étude, nous avons validé par comparaison avec l'expérience qu'un modèle numérique tridimensionnel linéaire (module d'Young constant quelle que soit l'épaisseur considérée) était satisfaisant pour simuler le comportement du film de PDMS. Par ailleurs, dans l'étude paramétrique menée dans ce chapitre, nous avons identifié un paramètre d'optimisation de la sensibilité du capteur qui est le rapport de forme RF . Nous avons montré en particulier qu'il existe un RF optimal, dont la valeur ne dépend pas des dimensions du capteur envisagé, ni de la force appliquée. En conséquence, il est facile de dimensionner un capteur de résolution spatiale donnée (surface donnée) : il suffit d'ajuster l'épaisseur initiale de PDMS afin de se rapprocher du RF optimal et maximiser la sensibilité du capteur. Ces résultats donnent des éléments utiles pour le dimensionnement des micro-capteurs de pression normale matriciels réalisés à partir de films de PDMS.

2.5 Analyse en cisaillement

L'analyse se fait en imposant une contrainte de cisaillement à l'échantillon de PDMS sous test, puis en mesurant le déplacement résultant selon la direction de cisaillement (Figure 15). Il est alors possible de remonter au module de cisaillement via l'équation Eq. 22. Pour ce faire, (Nunes, 2011) propose l'assemblage présenté Figure 33. L'échantillon est collé sur ces deux faces à deux plaques métalliques indéformables, sur lesquelles sont exercées des forces de traction de sens opposés. L'estimation des déplacements locaux résultant est effectuée par une technique de corrélation numérique d'images (Gras *et al.*, 2015). Le module de cisaillement est déduit à partir du champ de déplacement observé et à l'aide d'un modèle de comportement mécanique. Dans cette étude, nous exploitons une méthode originale d'estimation des propriétés mécaniques et de la fissuration des matériaux, développée au LMT de l'ENS Cachan², dans le cadre de la thèse de doctorat de Morgan Bertin. Cette méthode est exploitée ici pour la caractérisation du cisaillement de films de PDMS. L'étude entreprise a fait l'objet d'un « Projet Scientifique Collectif » impliquant six étudiants de l'Ecole Polytechnique, co-encadrés au LMT par MM. Morgan Bertin et François Hild, dans le cadre d'un projet collaboratif développé au sein du Labex LASIPS³. Cette étude a fait l'objet d'un rapport de projet (Couttenier *et al.*, 2015). Nous donnons ici les grandes lignes de la technique de caractérisation utilisée et les résultats obtenus dans ce projet, concernant l'estimation du module de cisaillement d'un échantillon de films de PDMS.

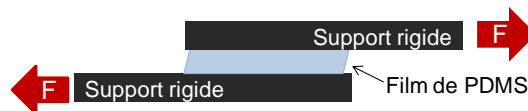


Figure 33. Principe de l'analyse du comportement mécanique de films de PDMS en cisaillement

2.5.1 Principe de caractérisation en cisaillement d'un film de PDMS

La technique de caractérisation du cisaillement utilisée dans cette étude repose sur la mise en déformation d'un échantillon cruciforme, auquel des forces de traction/compression peuvent être appliquées selon deux axes (Figure 34).

Une machine bi-axiale originale permettant d'appliquer différents types de contraintes (traction, compression, cisaillement) à un échantillon cruciforme de faibles dimensions a été développée récemment au LMT. Il s'agit de la machine mini-ASTREE présentée Figure 34.b (Bertin *et al.*, 2015).

Le principe de la caractérisation est le suivant. La machine est mise en œuvre pour appliquer une loi de charge spécifique sur chacune des extrémités 1,2,3 et 4 de l'éprouvette, de manière à provoquer du cisaillement dans le matériau. Le champ de déformation induit est mesuré optiquement sur toute la surface de l'échantillon, par corrélation numérique d'images. Cette technique consiste à comparer les images du mouchetis aléatoire de peinture grise qui recouvre l'échantillon sous test, avant et après sollicitation mécanique, pour en déduire le champ de

² Laboratoire de Mécanique et Technologie, UMR CNRS 8535, Ecole Normale Supérieure de Cachan

³ Laboratoire d'Excellence Systèmes et Ingénierie de Paris-Saclay

déplacement. L'identification des propriétés mécaniques se fait en minimisant l'écart entre le champ de déplacement ainsi mesuré, et les déplacements calculés sur l'ensemble de l'échantillon par simulation numériques Éléments Finis, intégrant une loi de comportement du matériau. Dans cette étude, une loi de déformation de Neo-Hooke, couramment utilisée pour décrire le comportement de matériaux hyperlastiques (Kim *et al.*, 2011), est exploitée. Les paramètres mécaniques relatifs à la loi utilisée sont ajustés à chaque itération de la minimisation. Après convergence de l'algorithme, les paramètres ajustés constituent les résultats d'identification des propriétés mécaniques recherchées du matériau. Cette procédure constitue une corrélation numérique d'images dite « à identification intégrée » ou « globale » (Bertin *et al.*, 2015; Gras *et al.*, 2015).

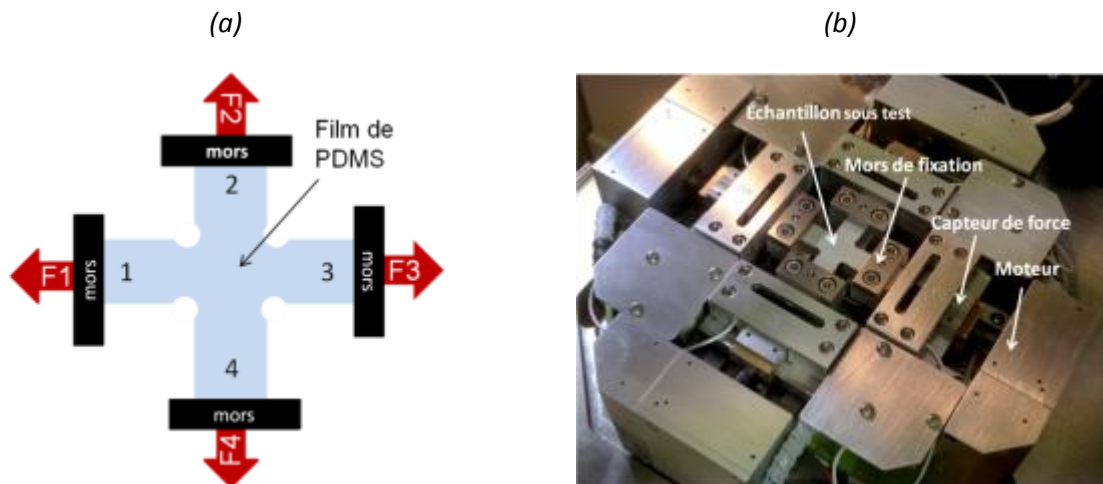


Figure 34. (a) Principe de mise en cisaillement d'une éprouvette cruciforme en PDMS fin pour caractérisation – (b) Machine de caractérisation mécanique bi-axiale Mini-ASTREE développée au LMT (ENS Cachan) (Bertin *et al.*, 2015)

2.5.2 Mise en œuvre et résultats d'estimation du module de cisaillement

L'analyse du cisaillement est mise en œuvre sur un échantillon cruciforme de films de PDMS de 1,3 mm d'épaisseur, de 5 cm d'envergure et dont les branches présentent une largeur de 9 mm. La forme de cette éprouvette et notamment le rayon de courbure de la découpe arrondie entre les branches de la croix (Figure 34.a, Figure 35) ont été optimisées pour maximiser les déformations induites (Bertin *et al.*, 2015).



Figure 35. Echantillon cruciforme de films de PDMS, recouvert d'un mouchetis de peinture grise.

L'éprouvette a été réalisée par découpe laser dans un film circulaire de PDMS d'épaisseur 1,3 mm. Les charges appliquées sur les quatre mors ont été déterminées de manière à limiter les déformations à 35% environ (régimes de petites déformations) et à engendrer du cisaillement dans l'éprouvette.

La mise en œuvre de la technique d'identification des paramètres mécaniques de l'échantillon avec une loi de Neo-Hooke conduit à identifier un module de cisaillement (Couttenier *et al.*, 2015) :

$$G_{\text{mini-ASTREE}} = 805,2 \pm 0,3\% \text{ kPa}$$

Ce résultat est cohérent avec les valeurs trouvées dans la littérature pour des échantillons de PDMS de même nature : une valeur de $G \approx 1 \text{ MPa}$ est estimée dans (Nunes, 2010), et G est compris entre 0,44 et 0,99 MPa selon la température de recuit pour (Johnston *et al.*, 2014).

Par ailleurs, si l'on se souvient que le module de cisaillement est lié au module d'Young (Eq. 23), il est possible d'estimer le module de cisaillement de cet échantillon G à partir d'une mesure de compression. La caractérisation en compression opérée à l'aide du micro-indenteur CSM sur la partie centrale de l'échantillon cruciforme conduit à un module d'Young estimé :

$$E_{\text{micro-indenteur}} \approx 1,82 \text{ MPa.}$$

En utilisant la relation (3) avec un coefficient de Poisson de 0,499, il vient :

$$G_{\text{micro-indenteur}} \approx 600 \text{ kPa}$$

Inversement, la valeur du module d'Young estimé à partir de la caractérisation en cisaillement et en utilisant l'équation (3) avec $G_{\text{mini-ASTREE}} = 805,2 \text{ kPa}$ et un coefficient de Poisson de 0,499, conduit à un module d'Young estimé :

$$E_{\text{mini-ASTREE}} \approx 2,41 \text{ MPa.}$$

L'écart relatif d'environ 25% trouvé entre les valeurs de G et E issues des deux valeurs méthodes est assez important. Quelques sources d'imprécisions expérimentales peuvent être incriminées, telles que la géométrie imparfaite de l'échantillon (notamment des variations de l'épaisseur), la découpe laser à haute température qui peut affecter localement les propriétés mécaniques de l'échantillon, ou encore les difficultés pratiques de serrage des extrémités des films de PDMS dans les mors, qui induisent du glissement et des conditions aux limites expérimentales différentes des conditions indiquées dans le modèle. Malgré cela, il faut noter que ces résultats restent cohérents. D'autre part, le modèle utilisé dans la méthode d'estimation des données Mini-ASTREE montre une bonne capacité de prédiction : le rapport « résidu de corrélation sur bruit » est supérieur à 4, ce qui est acceptable en terme de qualité d'estimation (Couttenier *et al.*, 2015). En conclusion, l'étude en cisaillement du PDMS entreprise dans ce projet collaboratif est prometteuse. Pour caractériser le PDMS de manière plus aboutie, elle nécessiterait un développement plus approfondi et plus exhaustif (étude paramétrique). Par ailleurs, une étude par simulation EF tri-dimensionnelle serait nécessaire pour analyser le cisaillement local des films de PDMS fins et mettre en évidence des éléments de dimensionnement des capteurs de cisaillement. Ces études n'ont pu être menées dans le cadre de la thèse faute de temps, elles feront notamment l'objet de travaux post-doctoraux dans le cadre du LASIPS.

Pour l'heure, nous retenons qu'un module de cisaillement compris entre 600 et 800 kPa constitue une estimation cohérente.

2.5.3 Validation des propriétés mécaniques du PDMS en cisaillement sur des macro-capteurs.

Cisaillement de macro-capteur

Nous avons caractérisé ici en cisaillement deux macro-capteurs d'épaisseur de film PDMS de 640 μm et 1,5 mm avec le banc de caractérisation électromécanique équipé d'un indenteur de rayon 2,5 mm. Dans un premier temps les capteurs sont comprimés sous une force normale de 2 N, afin de limiter le glissement entre l'indenteur et le capteur à tester lors de l'application de la force de cisaillement.

Les résultats de la caractérisation sont présentés Figure 36. Les points expérimentaux correspondent à des mesures de variation de capacités moyennées sur trois cycles de cisaillement avec un l'écart type de l'ordre de 1,4 %. Un ajustement linéaire effectué sur ces acquisitions permet d'établir la relation entre le changement de capacité et la force appliquée. Nous constatons en premier lieu que les macro-capteurs ainsi constitués présentent bien la faculté d'être sensible au cisaillement. Par ailleurs, nous cherchons à quantifier le déplacement obtenu en estimant le module de cisaillement de la couche de PDMS.

Pour cela nous considérons le déplacement Δx de l'électrode supérieure généré par le cisaillement (Figure 37) en fonction du module G et des dimensions du capteur en inversant la relation (Eq. 23) :

$$\Delta x = \frac{F.d_0}{S.G} \quad \text{Eq. 29}$$

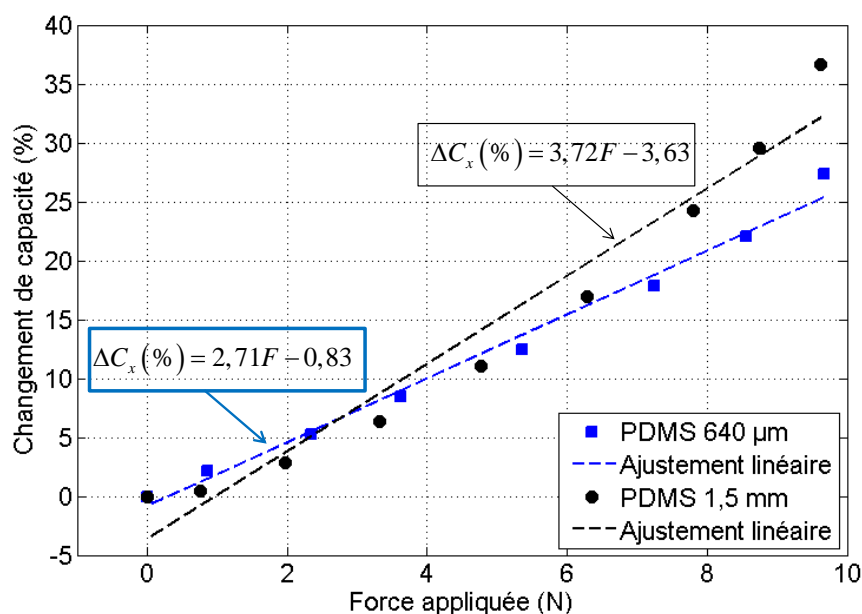


Figure 36. Variation de capacité sous force appliquée des macro-capteurs.

En supposant que l'épaisseur d du PDMS reste constante durant le cisaillement, la variation de capacité induite par le déplacement Δx engendre une capacité en cisaillement dont l'expression, est :

$$C = \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_r}{d_0} (L_x - \Delta x) L_y \quad \text{Eq. 30}$$

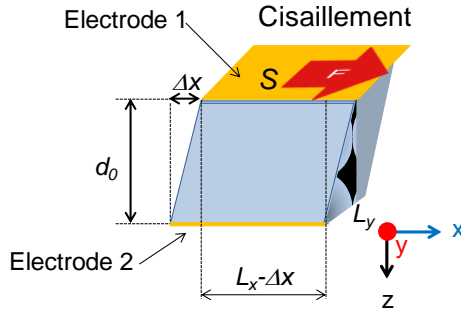


Figure 37. Schéma de cisaillement de PDMS

Le changement de capacité entre le capteur à vide et le capteur en cisaillement est donc donné par la relation :

$$\Delta C_x (\%) = 100 \frac{C - C_0}{C_0} = 100 \frac{\Delta x}{L_x} \quad \text{Eq. 31}$$

En injectant l'expression de Δx (équation (Eq. 29)) nous avons alors :

$$\Delta C_x (\%) = \frac{100 d_0}{L_x \cdot S \cdot G} F \quad \text{Eq. 32}$$

Finalement, en identifiant l'expression (Eq. 32) avec l'ajustement linéaire opéré (Figure 36), et en considérant $S = 19,3 \text{ mm}^2$ et $L_y = 4,43 \text{ mm}$, il est possible d'estimer le module de cisaillement pour chacun des macro-capteurs, comme résumé Tableau 4.

Tableau 4. Résultats d'estimation du module de cisaillement pour deux macro-capteurs d'épaisseurs différentes

Epaisseur PDMS	Ajustement linéaire	Module de cisaillement (kPa)
640 μm	$\Delta C_x (\%) = 2,71F - 0,83$	$G \approx 300$
1,5 mm	$\Delta C_x (\%) = 3,72F - 3,63$	$G \approx 500$

Nous constatons que les modules de cisaillement estimés dans ces deux expériences présentent un écart important (supérieur à 30%). Cet écart peut être attribué aux imperfections de fabrication et de mise en œuvre expérimentale des macro-capteurs, telles que la planéité des électrodes, l'adhérence des électrodes et du PDMS, ou encore le glissement de l'indenteur sur l'électrode. Néanmoins, les valeurs trouvées sont cohérentes avec les valeurs estimées

expérimentalement par micro-indentation et par mise en cisaillement des films de PDMS seuls (paragraphe 2.5.2). Nous pouvons conclure qu'un dimensionnement de capteur capacitif de cisaillement effectué à partir de la relation (Eq. 23) avec G compris entre 600 et 800 kPa conduit à des résultats approchés acceptables. Néanmoins, afin de réaliser un dimensionnement plus précis des capteurs de cisaillement, une étude par simulations numériques similaire à celle qui a été faite pour les capteurs de compression devrait être entreprise.

2.5.4 Application au dimensionnement d'un capteur de cisaillement

Nous nous intéressons ici au dimensionnement d'un capteur de cisaillement X ou Y constitutif de l'unité élémentaire de mesure d'un champ de pression tri-dimensionnel (voir Chapitre (1)). Lorsque le capteur est mis en cisaillement pur par exemple selon l'axe x, l'électrode multi-digitée supérieure subit une translation notée Δl par rapport à l'électrode inférieure. Compte tenu de l'expression de la géométrie des électrodes du capteur (Chapitre 1), et du fait que Δl peut s'exprimer en fonction du module de cisaillement G (Eq. 23), la variation de capacité associée au cisaillement selon x s'écrit donc :

$$\Delta C_{x\%} = \Delta C_{z\%} - 100 \frac{F_x \cdot d}{l_0 S \cdot G} \quad \text{Eq. 33}$$

où d est l'épaisseur du PDMS, F la force appliquée, S la surface d'application de la force et $\Delta C_{z\%}$ est nulle pour un cisaillement pur.

Afin de prédire la variation de capacité en cisaillement, nous considérons les paramètres de l'expérience conduite avec le dispositif mini-ASTREE. Dans cette expérience, un film PDMS de 1,3 mm est mis en cisaillement avec une force maximum de 14 N. Nous utilisons cette valeur dans l'équation Eq. 29 pour estimer le déplacement Δl maximum induit par le cisaillement. Les ordres de grandeurs obtenus pour des épaisseurs de film PDMS allant de 50 à 200 μm sont présentés à titre indicatif dans le Tableau 5, en prenant les paramètres suivants :

- module de cisaillement $G = 800$ kPa,
- surface d'application de la force $S=25$ mm² (toute l'unité élémentaire de mesure trois axe est sollicitée)

Tableau 5. Estimation la variation maximum d'un capteur cisaillement

Epaisseur PDMS d (μm)	Déplacement Δl max (μm) $\Delta l = \frac{F_x \cdot d_0}{S \cdot G}$	ΔC max (%) $\Delta C_{x\%} = -100 \frac{F_x \cdot d_0}{l_0 S \cdot G}$
50	35 μm	-12
100	69 μm	-23
200	140 μm	-47

2.6 Conclusion

Dans ce chapitre, une étude des propriétés mécaniques des films de PDMS sous contraintes de compression ou de cisaillement locales a été entreprise. L'objectif était d'en déduire la connaissance de données mécaniques utiles pour le dimensionnement de micro-capteurs capacitifs souples de pression.

Le comportement mécanique local des films dépendant de nombreux paramètres tels que leur géométrie ou les conditions d'application de la force. Nous avons commencé par étudier la compression des films de PDMS. Cette étude est menée par simulations à l'aide de modèles numériques Eléments Finis (EF) que nous avons ajustés et validés par différents types d'expérimentations. En particulier, la confrontation des simulations avec l'analyse expérimentale effectuée par micro-indentation, nous a permis d'identifier le module d'Young et le coefficient de Poisson des films fabriqués, ainsi que les dimensions des films à considérer pour entreprendre l'étude paramétrique du comportement des films en contraintes locales. Ensuite, nous avons étudié le comportement des films en compression sous différentes conditions (rayon d'indenteur, épaisseurs initiale des films...). Ces simulations paramétriques ont été validées par l'expérience, à l'aide de micro-indentations et de quatre « macro-capteurs » caractérisés électro-mécaniquement. Les résultats obtenus montrent qu'il y a un optimum de changement de capacité lorsque le rapport de forme des capteurs (ratio épaisseur du film de PDMS utilisé sur le rayon de l'indenteur) est proche de $RF = 1,45$. Cette propriété s'avère un élément déterminant pour le dimensionnement de micro-capteurs de pression normale. Ainsi, il est possible pour un capteur de résolution spatiale donnée (surface de l'électrode) d'ajuster sa sensibilité en choisissant l'épaisseur de PDMS, connaissant le RF optimal. En pratique, ce dimensionnement est limité pour les épaisseurs faibles à une dizaine de μm de PDMS. Cette épaisseur conduit à des variations de capacité très faibles (de l'ordre du 1% pour 10N) ce qui limite la sensibilité des capteurs de pression. Ce dimensionnement est également limité pour les fortes épaisseurs au-delà de 350 μm . En effet, pour des épaisseurs supérieures, le procédé de fabrication des films doit être modifié. En outre, à taille d'électrode constante, la capacité résultante est faible (inférieure au pF) et donc plus difficile à mesurer.

Pour ce qui concerne l'analyse des propriétés des films en cisaillement, un banc de caractérisation mécanique bi-axial original développé au LMT (ENS Cachan) a été mis en œuvre. Ce banc permet la caractérisation et l'estimation du module de cisaillement d'un échantillon de film de PDMS cruciforme. Quoiqu'une étude plus approfondie et plus exhaustive serait nécessaire pour compléter la caractérisation, le module de cisaillement estimé par cette méthode est comparable aux valeurs rapportées dans la littérature, et du même ordre de grandeur que le module de cisaillement qui peut être déduit des essais en compression. Par ailleurs, une comparaison avec des essais expérimentaux en cisaillement appliqués à des macro-capteurs réels, ont conforté la validité de l'estimation du module de cisaillement. Pour compléter cette analyse, une étude par simulation EF tri-dimensionnelle en cisaillement serait nécessaire pour identifier le cisaillement local des films de PDMS fins et mettre en évidence des éléments de dimensionnement des capteurs en cisaillement. A défaut, nous avons remarqué que, contrairement au cas de la compression, le dimensionnement d'un capteur de cisaillement utilisant la relation directe entre le module de cisaillement et le déplacement (Eq. 22) associée donnait un ordre de grandeur acceptable des performances des capteurs. Cette constatation nous a permis de dimensionner le capteur de cisaillement élémentaire X ou Y du capteur matriciel de pression à trois axes de sensibilité.

Cette étude du comportement des films de PDMS donne ainsi des éléments importants permettant la conception des micro-capteurs de pression souples à trois axes de sensibilité. Dans la suite, les résultats de cette étude seront validés par la caractérisation électromécanique (Chapitre 4) des micro-capteurs fabriqués (Chapitre 3).

Chapitre 3

Procédé de fabrication des capteurs de pression

Il est connu que le contrôle de la croissance de film conducteur sur le PDMS est délicat à cause de la faible énergie de surface et de la grande déformabilité de celui-ci (Mata *et al.*, 2005). Il a ainsi été nécessaire pour nous de développer un procédé de fabrication spécifique visant à réaliser les électrodes métalliques conductrices des capteurs sur le PDMS.

Dans la première partie de ce chapitre, un état de l'art de la fabrication des capteurs utilisant le PDMS est présenté. Ensuite, le procédé utilisé dans ce travail pour la fabrication des micro-capteurs de pression est étudié et décrit. Les différentes étapes de la fabrication ainsi que l'optimisation des étapes clés sont enfin détaillées.

3.1 Etat de l'art

3.1.1 Technologies de métallisation sur PDMS

Le Tableau 6 présente les différentes technologies de métallisation disponibles sur PDMS ainsi que leurs principaux avantages et inconvénients. Un état de l'art des techniques de métallisation sur PDMS a été détaillé dans la thèse de Magdalèna Couty (Magdalèna Couty, 2012).

Métallisation directe

Les films métalliques peuvent être déposés directement sur le PDMS par pulvérisation cathodique ou évaporation. Au préalable la surface de PDMS doit subir un prétraitement par plasma d'oxygène ou est recouvert par une couche fine de parylène C (J. N. Patel *et al.*, 2009) (Chou *et al.*, 2014). Cette technique est simple à mettre en œuvre mais peut engendrer des couches craquelées, dont la conductivité électrique peut être facilement dégradée.

Solidification d'une solution métallique

Une « solution métallique » peut être injectée puis solidifiée à l'intérieur de canaux en PDMS (Ponce Wong *et al.*, 2012), ce qui permet de réaliser des motifs structurés. Mais, dans ce cas, il existe un risque de contamination indésirable pour des dispositifs implantables, car le PDMS est un matériau assez poreux et perméable (McClain *et al.*, 2009).

Elaboration de composites

Cette technique consiste à élaborer des composites en mélangeant un matériau conducteur à la matrice de PDMS. Différents matériaux en poudre ou des nanoparticules métalliques peuvent être utilisés: nickel, cuivre, argent. (Liu and Choi, 2009) ont également réalisé une croissance de nanotubes de carbone (CNT) sur du PDMS par association avec un moule en PDMS afin d'obtenir des motifs conducteurs.

Impression par microcontact

L'impression par microcontact (μ CP) est une technique d'encrage moléculaire. Un tampon en élastomère (en général du PDMS) est utilisé comme moule. Le tampon est plongé dans une encre organique afin d'être enduit de la substance métallique à déposer, puis il est pressé contre le substrat sur lequel on veut reporter les motifs (Schmid *et al.*, 2003). Cette technique permet de réaliser des conducteurs sur une surface courbe, mais les produits chimiques utilisés dans cette technique peuvent provoquer des contaminations chimiques importantes.

Tableau 6. Technologies de métallisation sur PDMS : les avantages et les inconvénients (Magdalèna Couty, 2012)

Techniques	Exemples	Avantages	Inconvénients
Métallisation directe	 <p>(Chou <i>et al.</i>, 2014)</p>	+ simple à mettre en œuvre	<ul style="list-style-type: none"> - couches craquelées induisant des pistes facilement rompues - films continus ondulés
Solidification d'une solution métallique	 <p>(Ponce Wong <i>et al.</i>, 2012)</p>	+ fabrication à l'intérieur du canal	<ul style="list-style-type: none"> - dédié à la microfluidique - contamination par les produits chimiques
Elaboration de composites	 <p>(Sepúlveda <i>et al.</i>, 2012)</p>	<ul style="list-style-type: none"> + propriétés de moulage + pas de difficultés de métallisation 	<ul style="list-style-type: none"> - conductivité inférieure à celle des métaux - études spécifiques requises - coût (CNT)
Impression par microcontact	 <p>(Liu and Choi, 2009)</p>	+ conformation aux surfaces courbes	<ul style="list-style-type: none"> - contamination par les produits chimiques - faibles épaisseurs de conducteur
Transfert de motifs - Couche sacrificielle - Couche faible adhésion	 <p>(H.-K. Lee <i>et al.</i>, 2006)</p>	<ul style="list-style-type: none"> + pas de difficultés de métallisation + Amélioration du temps de fabrication + Suppression des incompatibilités entre les étapes de fabrication 	<ul style="list-style-type: none"> - augmentation du coût (couches sacrificielles) - contamination par les produits chimiques - nécessite : surface homogène et alignement précis

Transfert de motifs

Le principe de transfert de motifs consiste à élaborer des motifs, structures ou dispositifs sur un premier substrat, dit substrat donneur et de les reporter sur un deuxième, dit substrat d'accueil. Le substrat donneur est recouvert d'une couche intermédiaire qui permet de libérer les motifs facilement. Il existe différents types de transfert : direct, indirect, multiple, etc (Schelcher *et al.*, 2011). Dans cette section, seul le procédé de transfert direct nécessitant une seule étape technologique de transfert sera abordée. Ce procédé est généralement composé de trois étapes élémentaires (Figure 38) : (1) la réalisation des dispositifs à transférer sur une couche à faible adhésion ou une couche sacrificielle déposée sur un substrat donneur, et la préparation d'un substrat d'accueil ; (2) l'assemblage de substrats permettant le transfert de motifs proprement dit ; (3) la libération du substrat donneur.

Les couches sacrificielles sont éliminées par des solutions chimiques spécifiques destinée à les libérer du substrat donneur. Le Tableau 7 présente des exemples des couches utilisées, des solutions chimiques correspondantes, ainsi que quelques remarques associées à chaque exemple. Il faut noter que les solutions chimiques utilisées peuvent contaminer les dispositifs finaux sauf dans les cas des couches solubles dans l'eau. Dans le cas général, il faut donc vérifier la compatibilité des ces couches sacrificielles avec les matériaux utilisés dans le procédé de fabrication (Verplancke *et al.*, 2012). Dans certain cas, des étapes supplémentaires sont nécessaires pour la réalisation de la couche sacrificielle (exemple : un moule en SU-8 (McClain *et al.*, 2009)).

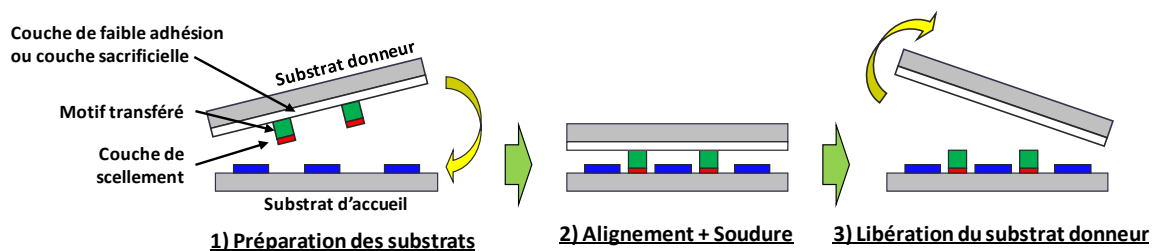


Figure 38. Principe de technique transfert de motifs

Le Tableau 8 présente quelques exemples de couches de faible adhésion utilisées pour la métallisation du PDMS par transfert. La libération mécanique du substrat donneur est possible lorsque l'adhésion du métal au PDMS est plus forte qu'avec celle de la couche faible adhésion. Pour renforcer l'adhérence du PDMS avec le métal, il est possible d'utiliser une couche intermédiaire de 3-mercaptoptriméthoxylane (MPT) qui crée des liaisons chimiques sur les faces du PDMS et du métal en vis-à-vis (Magdalèna Couty, 2012). Par ailleurs une couche TFOS peut aussi être utilisée comme couche faible adhésion (K. J. Lee *et al.*, 2005). Ces couches MPT et TFOS sont des couches moléculaires auto assemblées (Self Assembled Monolayer ou SAM) réalisées par immersion des échantillons dans des solutions chimiques. Ces dernières ne permettent pas d'éviter l'éventuelle contamination de l'échantillon aux produits chimiques utilisés. Parmi les couches faible adhésion existantes, la couche fluorocarbonée est une couche de polymère inerte, déposée par un plasma de gaz au tout début de la procédé de la fabrication (Brault, 2010). Elle permet d'éviter la contamination aux produits chimiques utilisés durant l'ensemble du procédé de la fabrication. Et elle est compatible avec toutes les autres étapes de fabrication.

Chapitre 3. Fabrication des capteurs

Tableau 7. Les différentes couches sacrificielles pour la métallisation du PDMS

Matériaux des couches sacrificielles	Solution pour éliminer les couches sacrificielles	Remarques
Résine photosensible LOR (Microchem) (H.-K. Lee <i>et al.</i> , 2006)	Hydroxyde de tétraméthylammonium (TMAH)	- solution chimique - PDMS comme substrat épais (> 700 µm)
Aluminium (Tiercelin <i>et al.</i> , 2006)	TMAH	- solution chimique - PDMS comme substrat épais (200 µm)
- Molybdène -Alliage titane/tungstène (Hage-ali, 2011)	Peroxyde d'hydrogène H ₂ O ₂	- solution chimique - une bicouche Ti/SiO ₂ nécessaire pour améliorer l'adhésion du PDMS
Bicouche - Résine photosensible S1813 - Argent (Gray <i>et al.</i> , 2004)	- Solvants: toluène, acétone et éthanol - Acide nitrique	- solution chimique - PDMS comme substrat épais (400 µm)
Polymères de type polysaccharide : - agarose - Dextrane (McClain <i>et al.</i> , 2009)	Eau	- Couche sacrificiel soluble dans l'eau, compatible pour dispositifs médicaux - Besoins un moule en SU-8 supplémentaire
Chlorure de potassium (Verplancke <i>et al.</i> , 2012)	Eau	- Couche sacrificielle soluble dans l'eau, compatible avec les dispositifs médicaux - Des couches intermédiaires de polyimide 5,5 µm sont utilisées entre métal et PDMS - PDMS comme substrat épais (1,2 mm et 2,5 mm)

En vue de la fabrication de dispositifs applications médicales, la technique de transfert de motifs utilisant une couche faible adhésion C_xF_y est probablement le meilleur choix pour la métallisation du PDMS. Cette technique permet de supprimer des incompatibilités entre les étapes de fabrication et améliorer le temps de fabrication. Elle permet d'éviter l'éventuelle contamination par les produits chimiques utilisés dans tout le procédé de la fabrication. C'est une technique mise au point au laboratoire.

Tableau 8. Les différentes couches faibles adhésion pour la métallisation du PDMS

Couches faibles adhésions	Les couches renforçant l'adhérence	Remarques
Tridécafluoro-1,1,2,2-tétrahydrooctyl-1-trichlorosilane (TFOS) (K. J. Lee <i>et al.</i> , 2005)	3-mercaptopriméthoxylane (MPT)	- Contamination possible par solution chimique - Les couches de TFOS et MPT sont des SAM
Couches métalliques Au/Ti/Au (Lim <i>et al.</i> , 2006)	MPT	- Contamination possible par solution chimique - La couche MPT est une couche SAMs
Couche fluorocarbonée (C_xF_y) (Magdalèna Couty, 2012), (Sébastien Nazeer, 2012)	-	- La couche C _x F _y est un polymère inerte, déposée par un plasma de gaz C ₄ F ₈ , compatible pour dispositifs médicaux et aussi pour les autres matériaux dans le procédé de micro fabrication - le métal colle directement sur le PDMS - Pas de disparité dans les propriétés mécaniques à l'interface des couches de PDMS

3.1.2 Exemples de microdispositifs développés sur PDMS

Substrat PMDS

Dans la plupart des dispositifs réalisés, le PDMS est utilisé à la fois comme matériau diélectrique et comme substrat. Par exemple, S. Nazeer (S Nazeer, 2012) a fabriqué des micro-capteurs de pression pour l'instrumentation d'interface à retour d'effort. M. Couty (Magdalèna Couty, 2012) a par ailleurs réalisé des micro-antennes souples implantables pour l'Imagerie médicale par Résonance Magnétique. Ces deux réalisations exploitent des motifs métalliques enterrés dans une couche de PDMS (Figure 39). Dans ces études, la technique de transfert avec une couche faible adhésion C_xF_y est utilisée.

La fabrication de ces dispositifs a nécessité plusieurs transferts pour obtenir les dispositifs finaux. La Figure 40 résume les étapes des transferts pour des micro-capteurs de pression dans les travaux de (Sébastien Nazeer, 2012). Tout d'abord, des électrodes enfouies sous PDMS sont préparées sur un substrat donneur puis transférées sur un substrat récepteur (Figure 40-(1)). Sur le substrat d'accueil, une couche C_xF_y est déposée pour pouvoir faire le deuxième transfert dans étape (2). Mais cette couche doit cependant être plus adhérente que celle du substrat donneur. Après avoir réalisé les deux substrats récepteurs accueillant les électrodes supérieures et inférieures, un deuxième transfert est réalisé (Figure 40-(2)). Une couche de PDMS non recuite est utilisée pour

coller les deux parties encapsulées sous PDMS. Les deux substrats récepteurs sont enfin libérés pour obtenir le dispositif final (Figure 40-(3)).

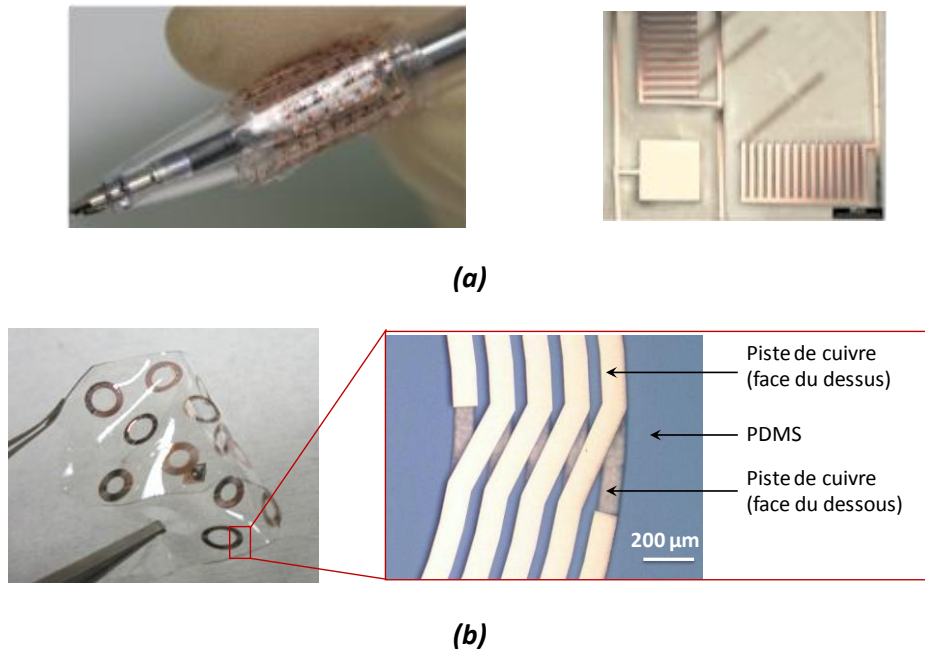


Figure 39. Dispositifs encapsulés en PDMS fabriqués par procédé de transfert de films : (a) Capteurs de pression (Sébastien Nazeer, 2012). (b) Micro-antennes (Magdalèna Couty, 2012).

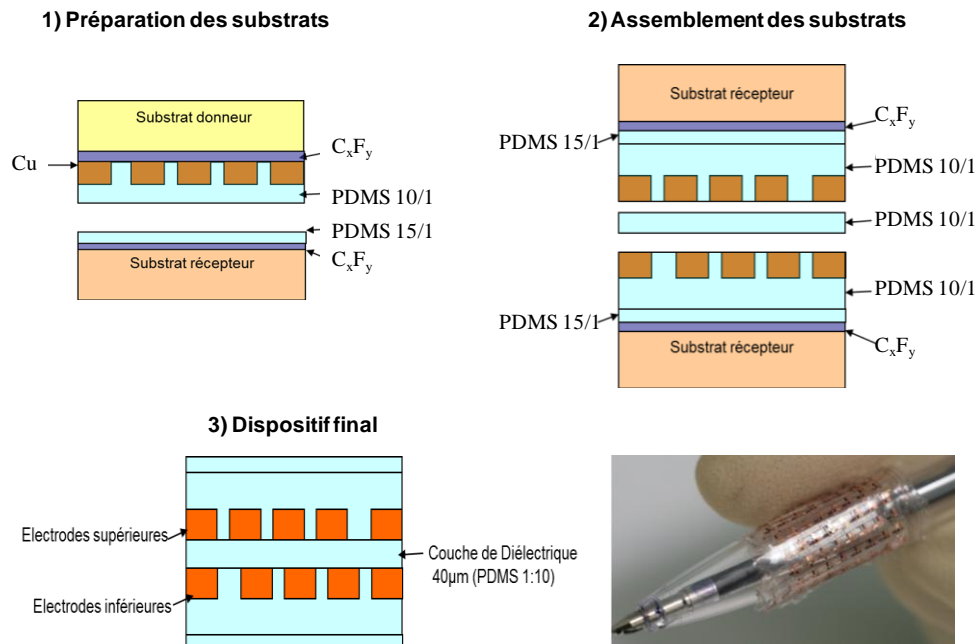


Figure 40. Travaux de (Sébastien Nazeer, 2012) pour la réalisation de micro-capteurs de pression pour l'instrumentation d'interface à retour d'effort

Un polymère souple, un peu moins déformable que le PDMS et capable d'accueillir des connexions électriques, pourrait être avantageusement utilisé comme substrat additionnel. Des exemples des dispositifs fabriqués sur de tels substrats souples additionnels sont présentés dans ce qui suit.

Substrat souple polymère additionnel

Parmi des matériaux couramment utilisés dans le domaine de l'électronique souple et de la microélectronique, le Kapton® (un polyimide synthétisé) est un des plus répandus et est souvent utilisé pour réaliser des circuits souples, telles que des nappes d'interconnexion ou encore des supports de circuits imprimés. Il est 1000 fois plus rigide que le PDMS. Il est commercialisé sous 16 formes de films différentes, avec des épaisseurs variant de 7,5 µm à 125 µm. Une équipe (K. Lei *et al.*, 2014) utilise le Kapton métallisé pour fabriquer des capteurs de pression souple (Figure 41). Deux niveaux d'électrodes (supérieures et inférieures) sont fabriqués séparément sur deux feuilles de Kapton (a et b) puis assemblés (d). Le dispositif final contient des électrodes sur les deux feuilles de Kapton, séparé par une couche de PDMS comme matériau diélectrique (e).

Si on plie deux feuilles en Kapton collées par une couche intermédiaire de PDMS, elles vont subir des déformations différentes. Par conséquent, une des deux feuilles risque d'être décollée du PDMS (Figure 42).

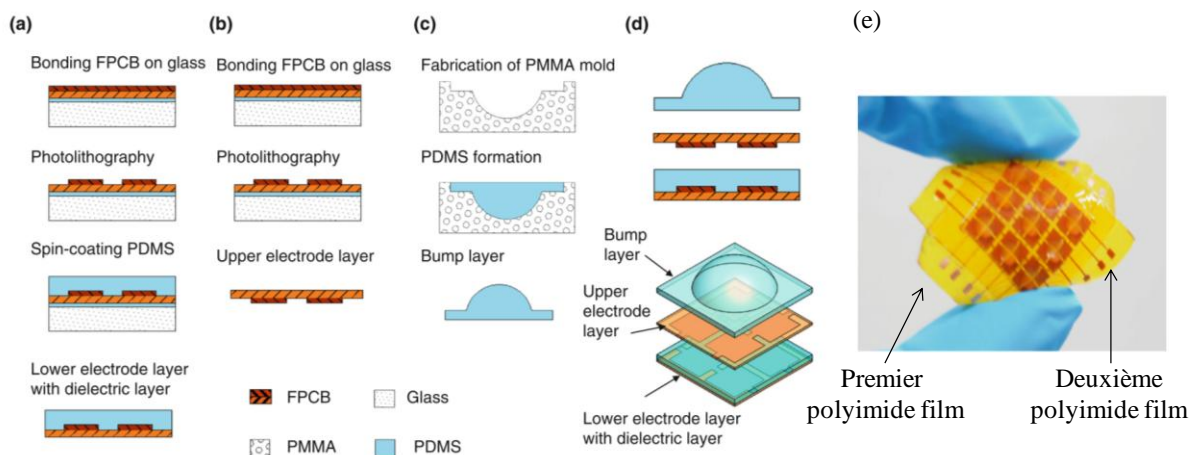


Figure 41. Capteurs de pression sur substrat de Kapton (K. Lei *et al.*, 2014)

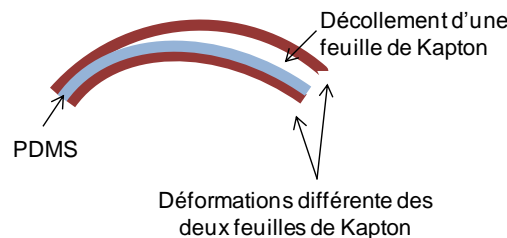


Figure 42. Pliage de deux feuilles de Kapton et problème de décollement aux interfaces Kapton-PDMS-Kapton

3.2 Fabrication des capteurs par procédé de transfert de film

La Figure 43 rappelle le schéma type des capteurs à fabriquer (cf. Partie 1). Les capteurs sont constitués de deux niveaux de motifs conducteurs (électrodes métalliques) séparés par un diélectrique en PDMS, et tout déposé sur un substrat d'accueil. Les connexions électriques ne sont

pas recouvertes par le PDMS afin de rendre possible le contact électrique des électrodes avec l'extérieur.

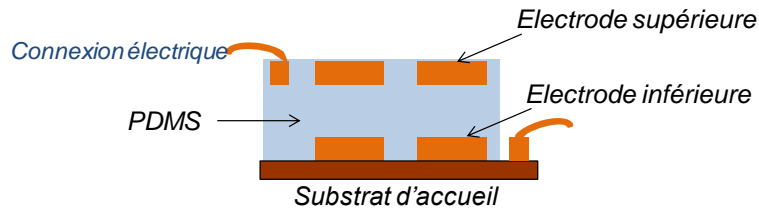


Figure 43. Schéma des capteurs à fabriquer

Dans la suite, nous présenterons le procédé de fabrication de matrices de capteurs sur deux types de substrat : un substrat rigide en verre et un substrat souple en Kapton. Le premier sera développé pour analyser les performances du procédé. Il sera également utilisé pour fabriquer un capteur capacitif de référence insensible aux effets parasites qui pourraient être induits par des déformations géométriques non contrôlées des capteurs souples.

3.2.1 Procédé global de fabrication

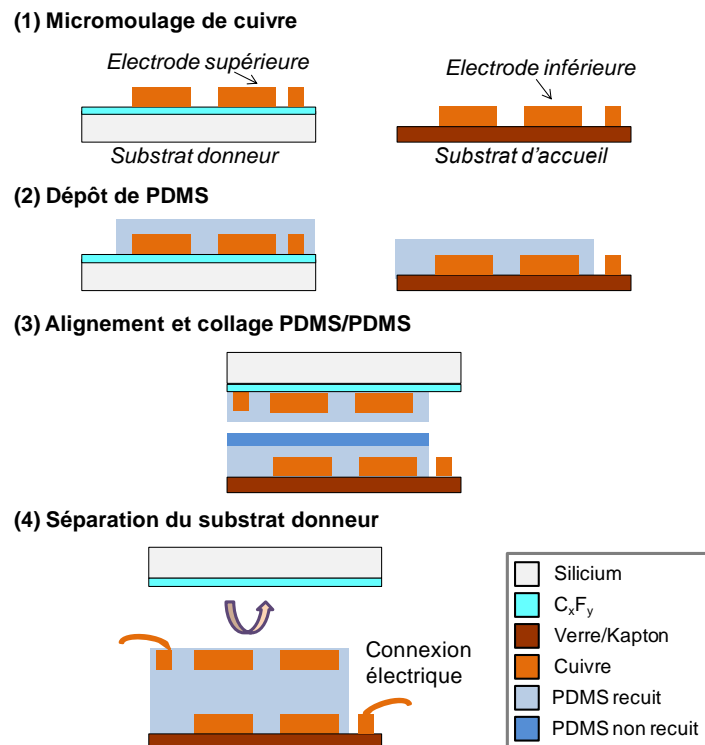


Figure 44. Procédé global de fabrication

Le procédé de fabrication est composé de quatre étapes élémentaires (Figure 44). Premièrement, deux électrodes de cuivre sont réalisées par micromoulage de cuivre (étape 1). La première électrode est réalisée sur une couche C_xF_y , déposée sur un substrat « donneur ». La seconde est directement réalisée sur un substrat d'accueil. Ces électrodes sont ensuite recouvertes de PDMS (étape 2). La 3^{ème} étape consiste à aligner les deux substrats et à coller les deux couches de PDMS à l'aide d'une troisième couche de PDMS non recuit. Enfin, après avoir libéré le substrat donneur, on obtient le condensateur attendu formé de deux électrodes séparées par une couche diélectrique de PDMS (étape 4).

Afin de faciliter l'étape de séparation du substrat donneur, il nous faut un collage fort entre les deux couches de PDMS. Pour cela, celles-ci sont collées de manière irréversible. Différentes techniques sont proposées dans la littérature pour mettre en place ce scellement. Une étude spécifique est présentée par (Eddings *et al.*, 2008). Parmi ces techniques, on distingue : le recuit partiel, la variation du ratio prépolymère/réticulant, l'utilisation d'une couche adhésive de PDMS non recuit, l'utilisation d'un plasma d'oxygène et la décharge Corona (Figure 45) aussi le collage utilisant une couche de PDMS non recuit (Couty 2012). Dans ce cas, l'utilisation d'un film de PDMS non recuit permet d'éviter d'introduire une disparité dans les propriétés mécaniques aux interfaces car une couche homogène de matériau diélectrique PDMS est créée entre les électrodes⁴.

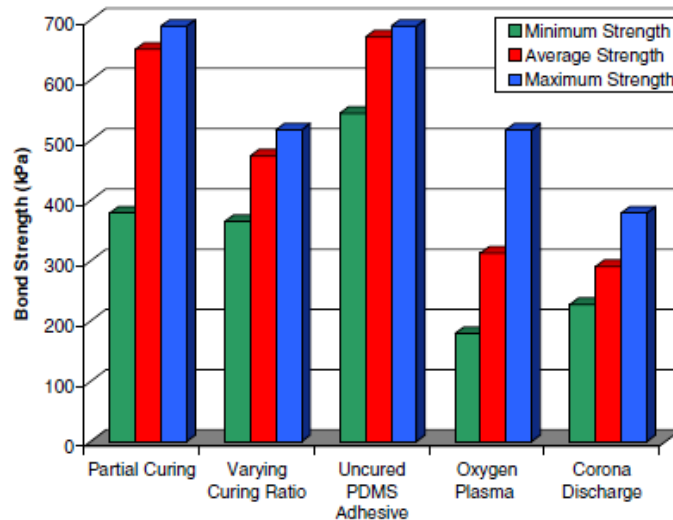


Figure 45. Comparaison de forces d'adhérence PDMS/PDMS pour cinq différences techniques de collage (Eddings *et al.*, 2008)

Les différentes étapes du procédé de fabrication sont présentées ci-dessous.

3.2.2 Etape 1: Micro-moulage de cuivre

Afin de réaliser les motifs conducteurs sur un substrat, un procédé de micro-moulage avec technique dépôt électrolytique est utilisé. Ce procédé a été utilisé et amélioré par l'équipe Micro Nano Bio & Microsystèmes pour plusieurs types de substrats, rigides comme le silicium ou le verre, ou souples comme le Téflon ou le Kapton (Cortes *et al.*, 2013; M. Woytasik *et al.*, 2006). Le principe général du procédé est présenté dans la Figure 46.

⁴ Par ailleurs, le collage réversible de PDMS/PDMS est un sujet très intéressante pour des composants biomédicaux car il permet d'utiliser les dispositifs fabriqués plusieurs fois, donc de baisser le cout de la fabrication. Pour cette raison, une étude de collage réversible de composants PDMS sera étudiée et détaillée plus tard dans le chapitre 5.

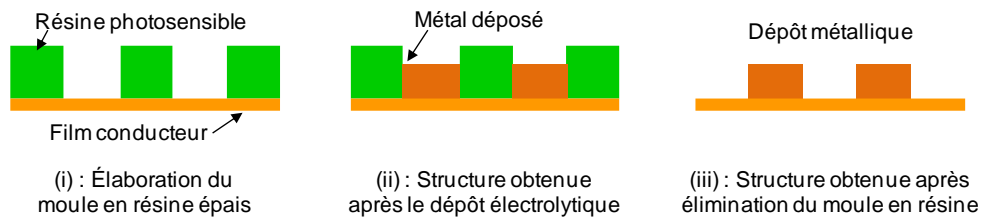


Figure 46. Procédé de moulage d'un dépôt électrolytique

Ce procédé présente principalement trois étapes :

- i. Un moule en résine photosensible est élaboré sur un film conducteur par photolithographie. La résine utilisée est positive (par exemple AZ4562).
- ii. La croissance électrolytique de métal à travers ce moule isolant permet de créer les motifs complémentaires en métal. On parle alors de dépôt localisé.
- iii. L'élimination du moule en résine est effectuée dans un bain d'acétone. On pourra obtenir les motifs métalliques dont l'épaisseur peut être importante (jusqu'à une trentaine micromètres).

L'avantage majeur de ce procédé est qu'il permet d'éliminer une étape de gravure du film métallique épais en localisant la croissance dans les ouvertures de résine de nature isolante.

Nous détaillons ici les étapes de préparation des électrodes métalliques dans les cas particuliers du substrat donneur puis du substrat d'accueil (cf. étape 1 de la Figure 44).

Préparation des électrodes supérieures sur substrat donneur

La préparation du substrat donneur par le procédé de micromoulage est résumée Figure 47. Tout d'abord, la couche C_xF_y obtenue par polymérisation plasma de gaz C_4F_8 est déposée au préalable (pré-a). Une couche d'amorçage Ti/Cu est déposée par pulvérisation cathodique sur les substrats (a). Ensuite, un moule de résine épaisse photosensible AZ4562 est structuré par lithographie UV (b-c). Les ouvertures du moule sont remplies par dépôt électrolytique de cuivre (d). Les électrodes sont obtenues après la dissolution du moule et la gravure humide de la sous-couche métallique (e).

(1) Micromoulage du cuivre sur un substrat donneur

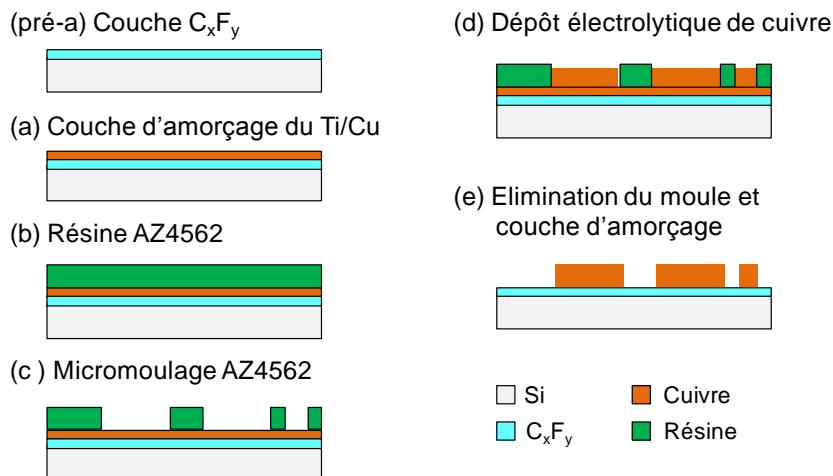


Figure 47. Procédé micro-moulage de cuivre sur un substrat donneur

Étape « Pré-a ». Couche Téflon (fluorocarbonée) à adhésion contrôlée

Le substrat donneur utilisé est un substrat silicium. Pour éviter de métalliser inutilement l’autre face du substrat pendant la croissance électrolytique, celle-ci est préalablement recouverte d’une couche isolante. Dans un premier temps, une couche isolante de silice thermique est donc formée par oxydation thermique humide à 1050°C en présence de dioxygène et de vapeur d’eau pendant 1h sur les deux faces du substrat donneur. Une couche anti-adhérente fluorocarbonée C_xF_y est alors déposée à l’aide d’un bâti de Deep RIE (*Deep Reactive Ion Etching* ou gravure ionique réactive profonde). En effet, le cycle de passivation du procédé Bosch permet de déposer une couche fluorocarbonée par polymérisation plasma à partir du gaz précurseur C_4F_8 (Keller *et al.*, 2007). Les paramètres du dépôt sont donnés dans le Tableau 9, sachant que l’épaisseur de la couche varie en fonction du temps du dépôt. On peut voir que la surface de C_xF_y est très hydrophobe avec un angle de contact à l’eau supérieur à 100° contre 60° dans le cas de la surface de silice (Figure 48). Cette couche est aussi appelée « simili-Téflon » car elle contient un rapport F/C de 1,76, proche de celui du Téflon (mesuré par XPS). La caractérisation chimique de cette couche et des informations plus détaillées peuvent être trouvées dans dans (Brault, 2010) et (Schelcher, 2012).

Tableau 9. Paramètres de dépôt de la couche C_xF_y par polymérisation plasma (DRIE)

Débit C_4F_8 (sccm)	Pression (mTorr)	Générateur RF 13,56 MHz (W)	Puissance générateur (W)	Température substrat (°C)
200	15	20	1500	25

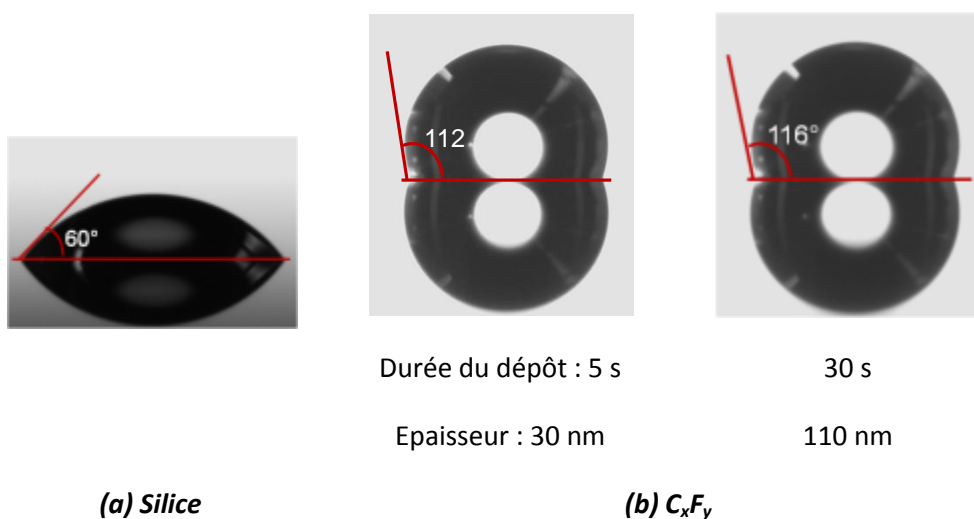


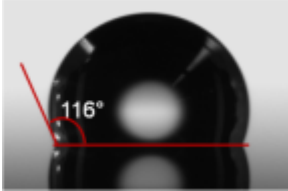
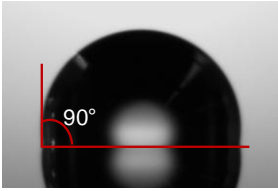

Figure 48. Représentation d’angle de contact à l’eau sur des surfaces différentes : (a) Silice et (b) C_xF_y

Afin de présenter une adhérence significative et d’assurer une tenue mécanique suffisante des motifs durant les étapes du procédé de fabrication, tout en gardant la possibilité de libérer facilement ces motifs à l’étape finale, la couche C_xF_y nécessite de subir un post-traitement. En effet, les travaux de (Brault, 2010) ont montré qu’un traitement thermique à 250°C sur une couche C_xF_y peut augmenter l’adhérence d’un facteur supérieur à trois par rapport à celle d’un film non traité. Ce traitement thermique a un rendement de transfert de motifs de 70 %. En outre, une exposition à un plasma peut augmenter l’adhérence, et ainsi faire croître le rendement de transfert à plus de 90%. En effet, il a été établi qu’une exposition au plasma d’oxygène améliore l’adhésion de quelques MPa (Brault, 2010). (Schelcher *et al.*, 2011) ont étudié deux types de post traitement : thermique et plasma froid de N_2/H_2 . Nous avons utilisé ici un traitement thermique et un plasma d’oxygène pour

stabiliser la couche C_xF_y et augmenter son adhérence. Ce choix est alors souvent dicté par les équipements disponibles au laboratoire.

Le Tableau 10 montre les comparaisons des propriétés de la couche C_xF_y ayant subi un traitement thermique seul ou un traitement thermique couplé avec un plasma d'oxygène le tout comparé à un film non traité. Le traitement thermique est effectué sur une plaque chauffante dont la température est augmentée progressivement de 20 à 250°C en 15 min, suivie d'un palier de 10 min ou 25min à 250°C. Un réacteur de type délaqueur Pico est utilisé pour le traitement plasma. Une diminution de l'épaisseur de la couche (de 110 à 20 et 55 nm) et de l'angle de contact à l'eau (de 116°C à 90° et 100°) est alors observée, probablement à cause du fluage de la couche durant le recuit et l'exposition au plasma. Notons que le traitement plasma grave la couche à une vitesse de $0,8 \text{ nm.s}^{-1}$ (Beix, 2013).

Tableau 10. Représentation d'angle de contact à l'eau avant et après le traitement thermique

	Non traité	Test 1	Test 2
Traitement thermique	-	25 à 250°C : 15 min à 250°C : 10 min	25 à 250°C : 15 min à 250°C : 25 min
Traitement plasma d'oxygène	-	Pression : 0,8 mbar Durée : 12 s Puissance : 80 W	-
Angle de contact à l'eau			
Epaisseur (nm)	110	20	55

Etape a : La couche d'amorçage (Ti/Cu) (Figure 47)

Avant l'étape de la croissance électrolytique, il est nécessaire de réaliser une surface conductrice et les motifs en résine constituant le moule.

La première étape est généralement le dépôt d'un film continu de métal de faible résistivité. Dans notre cas, le cuivre est utilisé. Pour éviter la diffusion du cuivre dans la silice et augmenter l'adhérence de la surface, il faut déposer une couche intermédiaire entre le cuivre et la silice. Selon la littérature, le titane est une bonne barrière à la diffusion du cuivre dans la silice (Kirchner *et al.*, 1993), (Braud, 1995). De plus, la sous-couche de titane peut garantir une adhérence suffisante des motifs lors des étapes suivantes du micro-moulage (Magdalèna Couty, 2012). C'est pourquoi, notre choix s'est porté sur un empilement de couches titane (20 nm) / cuivre (140 nm), élaboré par pulvérisation cathodique avec effet magnétron (bâti de pulvérisation de marque STS). Les paramètres de dépôt pour une épaisseur de 20 nm de titane sont présentés dans le Tableau 11. Cette étape est prolongée in-situ par la croissance d'un film de cuivre de 140 nm.

Tableau 11. Paramètres de dépôt de la sous-couche de titane/cuivre par pulvérisation cathodique de marque STS

Métal	Durée de désoxydation de la cible (s)	Durée du dépôt (s)	Intensité (mA)	Débit argon (sccm)	Pression (μbar)	Tension (V)
Ti	600	250	200	37	8.0	270-280
Cu	250	400	400	37	8.0	208-290

Etape b et c: Réalisation du moule en résine (Figure 47)

Un moule de résine AZ4562 est réalisé après la métallisation du substrat. Une rampe de température de 25°C à 90°C est ensuite imposée sur une plaque chauffante pendant 1h. Ces conditions de recuit sont spécifiques et ont été préalablement optimisées au laboratoire, pour cette épaisseur de résine. Mais dans le cas du substrat donneur, nous avons réalisé le recuit en 3 phases allant de 25°C à 40°C, puis 60°C et 90°C (20 minutes pour chaque phase) pour éviter de créer les contraintes sur la couche C_xF_y, qui pourraient influencer le rendement de transfert. Après le recuit, la résine est déshydratée dans les conditions de salle blanche au moins 4h avant de passer à l'étape de lithographie.

Avant l'étape d'insolation le bourrelet de résine est supprimé manuellement avec un jet d'acétone sur environ 1cm sur la périphérie du substrat afin de permettre un bon contact avec le masque.

Une insolation UV est ensuite réalisée sur le substrat à travers un masque de lithographie comportant les motifs d'électrode. Les zones insolées sont dissoutes dans une solution durant l'étape de développement, afin de former le moule en résine.

Dans cette étude, nous avons utilisé un masque en plastique, appelé « masque transparent » qui a une résolution élevée. Il présente l'avantage d'être plus simple à fabriquer par rapport à un masque de chrome, tout est étant 25 fois moins onéreux. Toutefois, comme ce masque transparent absorbe une partie des UV, la dose d'insolation doit être 1,5 fois plus élevée que celle utilisée dans le cas du masque de chrome.

Les couples optimisés (dose d'insolation, temps de développement) pour différence épaisseurs de résine AZ4562 sont indiqués dans le Tableau 12. Le bain est renouvelée au bout de 1 min 30, afin d'éviter la saturation de la solution. La qualité du développement est vérifiée au microscope optique. L'évolution au cours du temps du développement est présentée en Figure 49. On voit que la résine est complètement développée au bout de 4 minutes.

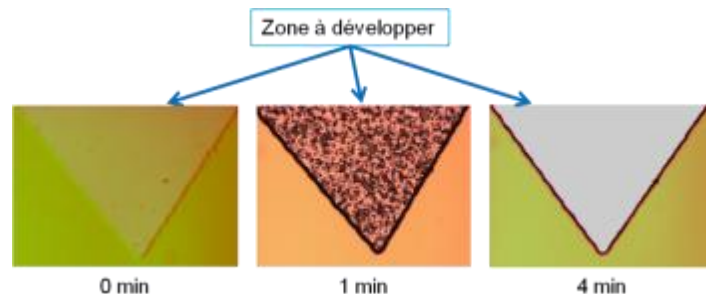


Figure 49. Image de l'évolution en fonction du temps du développement de la résine AZ4562 (developpeur : AZ400K dilué)

Tableau 12. Paramètres de réalisation d'un moule en résine AZ4562 pour différentes épaisseurs

Epaisseur de la résine (μm)	Enrésinement			Recuit	Insolation (mJ/cm^2)	Développement (AZ400K/EDI : 1/4)
	Accélération (rpm/s)	Vitesse (rpm)	Temps (s)			
20	6000	2000	5	25°C à 90°C	450	5 min
10	2000	2000	30	pendant 1h	300	4 min

Une légère agitation est effectuée manuellement afin de renouveler les espèces réactives à la surface du moule. Attention, si l'agitation est trop forte, elle peut provoquer le décollement de la couche C_xF_y comme illustré Figure 50.

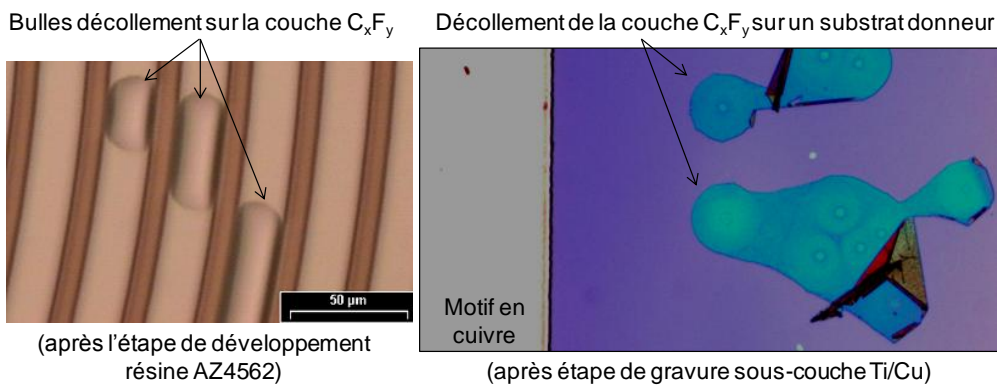


Figure 50. Décollement de la couche C_xF_y à cause d'une agitation trop forte

Enfin, les bords du substrat précédemment détournés sont recouverts de résine S1805G2 puis le substrat est recuit à 50 °C pendant 5 minutes. Une partie de la résine est ensuite enlevée pour assurer la connexion électrique nécessaire à la croissance électrolytique. La Figure 51 montre un exemple de moule en résine réalisé sur un substrat donneur.

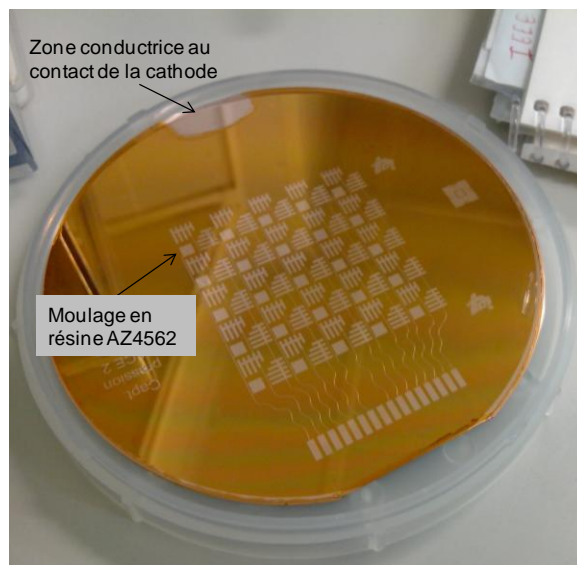


Figure 51. Exemple d'un moule en résine AZ4562 sur un substrat donneur

Etape d : Croissance électrolytique (Figure 47)

La croissance électrolytique est bien adaptée pour déposer des métaux sur un substrat conducteur. La croissance ne se produisant que sur les parties conductrices du substrat, cette technique permet d’obtenir de manière très localisée des dépôts éventuellement très épais (de l’ordre de trentaine de micromètres) car les vitesses de croissance sont généralement assez élevées.

L’électrolyse est un processus qui permet la transformation de l’énergie électrique en énergie chimique. Le dispositif expérimental le plus simple comporte deux électrodes (une anode et une cathode) plongeant dans une solution, appelée électrolyte, et reliées à une source externe de courant.

- L’anode est le siège de l’oxydation : $M \rightarrow M^{n+}_{sol} + n e^-$. Les ions métalliques créés (M^{n+}_{sol}) vont alors passer dans l’électrolyte.
- La cathode, lieu où arrivent les électrons (e^-), est le siège de la réduction des espèces métalliques en solution : $M^{n+}_{sol} + n e^- \rightarrow M$.

Le dispositif expérimental est présenté (Figure 52). Une troisième électrode est placée près de la cathode pour servir d’électrode de référence au calomel saturé (ECS). L’anode est une plaque de cuivre ultra pur de grandes dimensions (10x15 cm²). La distance entre l’anode et la cathode est de 12 cm. Un agitateur magnétique de 200 tours/min est effectué à l’aide d’un barreau aimanté.

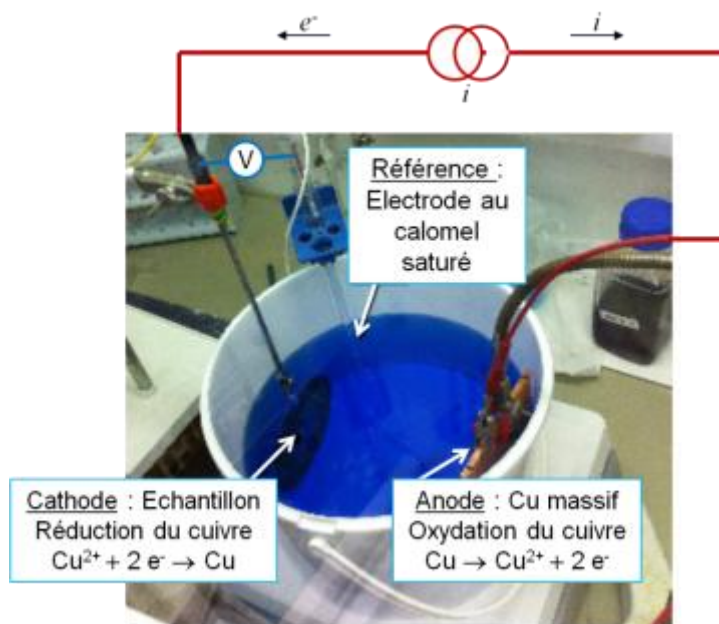


Figure 52. Dispositif expérimental du dépôt électrolytique cuivre

L’électrolyte utilisé est un bain sulfaté acide (pH<1) commercial (Shipley). Un additif de type brillanteur, l’electroposit 270 (Shipley), est par ailleurs ajouté à cette solution de 5 ml.l⁻¹ à chaque utilisation.

La densité de courant j optimisée au laboratoire est toujours maintenue à 30 mA/cm². Cette valeur permet d’obtenir le meilleur compromis entre l’homogénéité et la rugosité du dépôt (Marion Woytasik, 2005).

Avant la croissance électrolytique, le substrat est traité par plasma oxygène afin d’augmenter la mouillabilité de la résine (Tableau 13). Il est à noter que sans ce traitement, la croissance n’est pas

possible dans les petites ouvertures à cause des effets de tension superficielle. Dans ces conditions, un temps de dépôt de 10 min conduit à une épaisseur de cuivre de 5,5 μm .

Tableau 13. Angle de contact après un traitement plasma de la résine et de la sous-couche conductrice (Marion Woytasik, 2005)

Surface	Avant traitement	Après traitement
Résine AZ4562	80°	< 20°
Sous-couche métallique (Ti/Cu)	70°	30°

Par la suite le moule de résine est supprimé dans un bain d'acétone puis plasma d'oxygène.

Etape e : Elimination de la couche d'amorçage (Figure 47)

La sous-couche de cuivre 140 nm est gravée entre les électrodes avec une solution de mélange commercial (*Chrome Etching N°1, Technic France*) et d'EDI avec pour proportion 1 : 2 pendant 2 minutes et 30 secondes qui certes grave le chrome mais grave aussi le cuivre à une vitesse permettant le contrôle du procédé.

La sous-couche de titane peut être gravée par immersion dans une solution de BHF pendant 30 secondes. Mais au cours de la gravure de cette couche, nous avons observé des craquelures de la sous-couche et plusieurs décollements de motifs (Figure 53). Pour éviter ce problème, nous avons choisi de ne pas graver la sous-couche de titane mais d'éviter son report sur la structure lors du transfert.

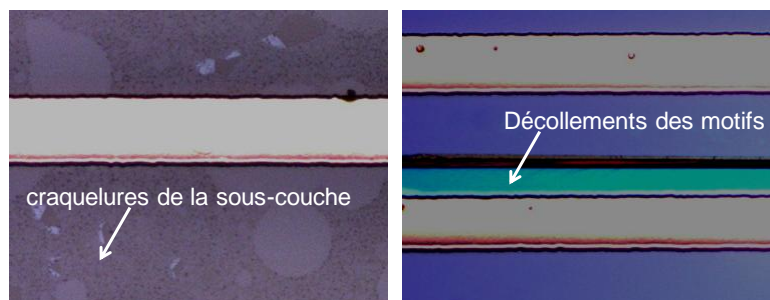


Figure 53. Craquelures de la sous-couche et décollements de motifs au cours de la gravure de la sous-couche

Préparation des électrodes inférieures sur substrat d'accueil

Comme mentionné au début du chapitre, nous avons souhaité fabriquer des matrices de capteurs sur deux types de substrat d'accueil : un substrat rigide en verre et un substrat souple en Kapton d'épaisseur de 125 μm .

Substrat d'accueil en verre

Pour le substrat en verre, le procédé de fabrication est résumé Figure 54. Les étapes (a-e) sont réalisées de la même façon que la préparation des électrodes sur substrat donneur (voir page 63).

La Figure 55 présente des images de motif sur substrat en verre réalisées en utilisant un micro-moulage en résine AZ4562. Le motif en cuivre est rempli par dépôt électrolytique, avant l'élimination de la couche d'amorçage.

(1) Micromoulage du cuivre sur un substrat en verre

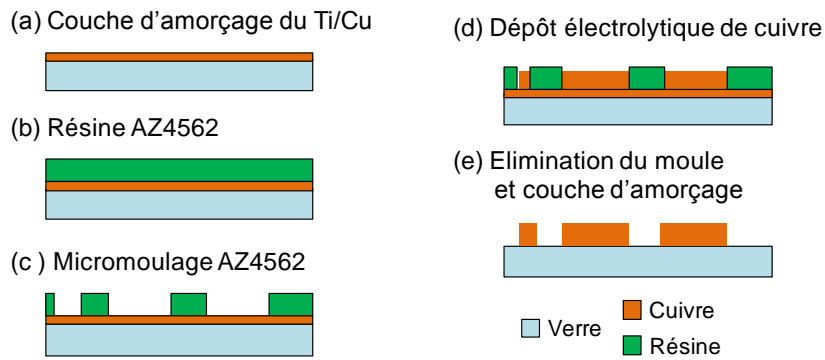


Figure 54. Procédé micro moulage du cuivre sur un substrat d'accueil en verre

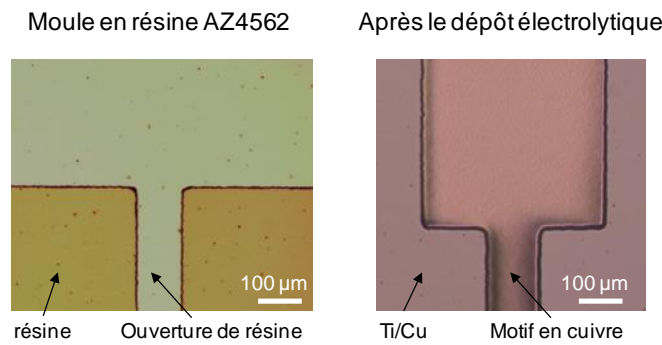


Figure 55. Image de motifs sur substrat en verre

Substrat d'accueil en Kapton

Dans le cas du substrat en Kapton, le procédé de préparation est similaire avec celui du verre (voir page 63), mais quelques étapes supplémentaires sont nécessaires à cause de la souplesse du Kapton (étapes pré-b et pré-e, Figure 56). Dans l'étape pré-b la feuille de Kapton est collée temporairement sur un substrat rigide (verre ou silicium) par une couche de résine AZ4562. Après la croissance électrolytique, la feuille de Kapton est décollée (étape pré-e). Sa rugosité initiale est de 13 nm.

(1) Micromoulage du cuivre sur Kapton

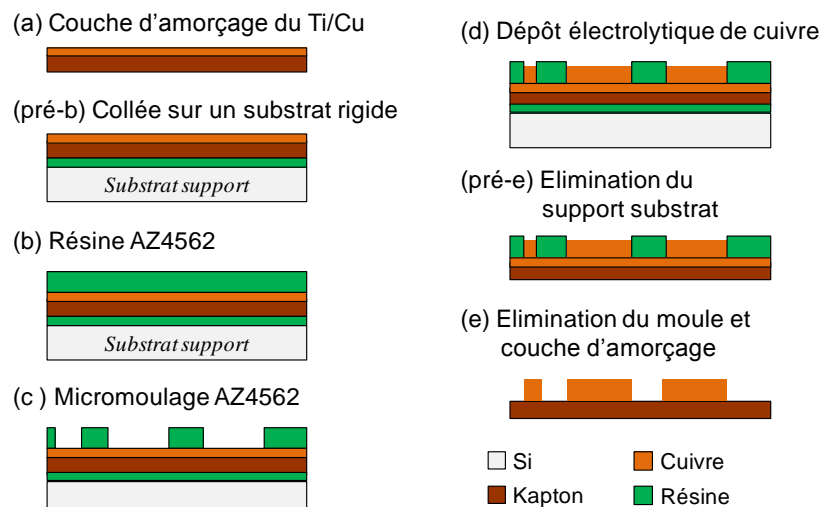


Figure 56. Procédé micro moulage du cuivre sur un substrat d'accueil en Kapton

Avant le dépôt de la couche amorçage Ti/Cu, le substrat en Kapton est traité par plasma oxygène afin d'augmenter la mouillabilité de la surface de Kapton ce qui assure une meilleure adhérence des métaux déposés (Marion Woytasik, 2005). Des mesures d'angle de contact, présentées Figure 57, montrent la variation de mouillabilité de la surface en fonction du temps après l'exposition à un plasma d'oxygène d'une durée de 90 s, à une puissance de 240 W et une pression d'oxygène de 0,4-0,6 mBar. Après le traitement, la surface de Kapton revient progressivement à la surface hydrophobe d'origine. Il faut noter que le temps durant lequel la surface reste encore hydrophile (avant 100 minutes, l'angle de contact est inférieur à 30°) est suffisamment long pour la préparation du dépôt métallique.

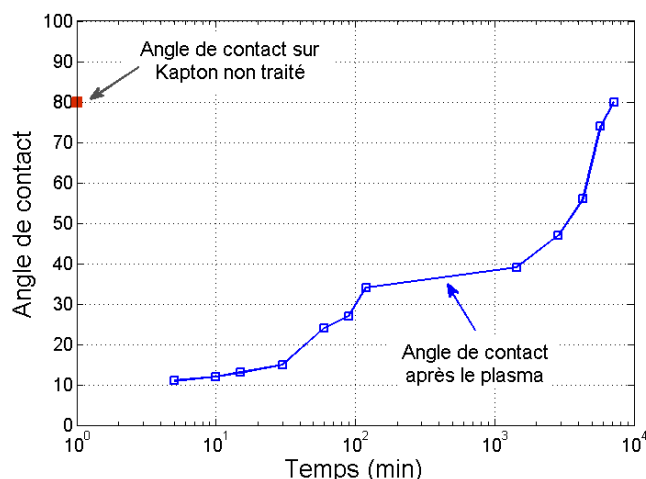


Figure 57. Angle de contact sur surface de Kapton

Une résine épaisse AZ4562 est d'abord déposée sur le substrat support. La feuille de Kapton y est ensuite collée et marouflée pour qu'il n'y ait pas de bulles d'air sur la surface de collage. Ensuite, il convient de laisser sécher la résine environ 10 minutes avant de déposer une autre couche de résine pour réaliser le micro-moule. Cette attente permet d'éviter le glissement de la feuille de Kapton sur le substrat support pendant le dépôt de la deuxième couche de résine effectuée par spin coating. Après avoir réalisé toutes les couches de résine, un recuit de température de 25°C à 90°C est opéré sur plaque chauffante pendant 1h. Après ce recuit thermique, la résine est laissée à l'air ambiant pendant au moins 4h pour être réhydratée.

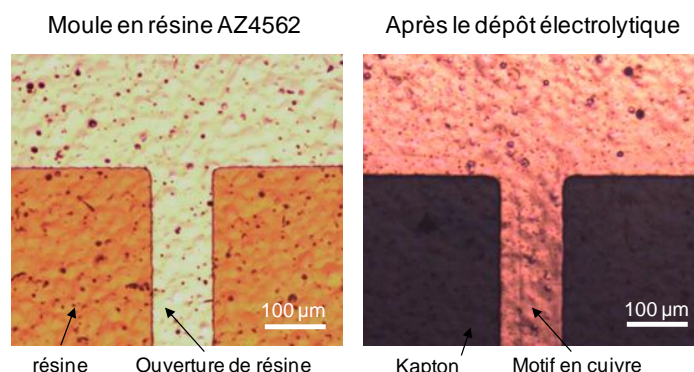


Figure 58. Image de motifs sur substrat en Kapton

La croissance électrolytique du cuivre pour ce moule est identique à celle décrite dans la partie précédente (voir page 68). Pour décoller la feuille de Kapton du substrat support, une rampe thermique de 60°C est opérée par plaque chauffante en 10 minutes afin de ramollir la couche de

résine. Alors, la feuille de Kapton peut être décollée de la plaque. La résine est enlevée à l'aide d'acétone.

Bien que la surface de Kapton soit rugueuse et le masque transparent de basse résolution, il est ainsi possible de réaliser la croissance des électrodes par dépôt électrolytique (Figure 58).

Résultats de la préparation des électrodes sur substrat d'accueil en Kapton

La Figure 59 montre un substrat d'accueil en Kapton avec des électrodes réalisées par micro-moulage. Un profilomètre mécanique (Dektak 8-Veeco) est utilisé pour mesurer la rugosité des surfaces de cuivre déposées par croissance électrolytique sur les différents (Figure 60). Les valeurs de la rugosité moyenne arithmétique du profil R_a pour les échantillons sont obtenues avec une longueur de base du profil moyen de 200 μm , et une force d'appuis de 9,8 μN . Sur le même type de substrat en silicium, les motifs réalisés par un masque transparent ont des surfaces plus rugueuses que les motifs réalisés par un masque en chrome (43 nm par rapport à 7 nm, respectivement). Cela est dû aux effets de « micro masquage » liés à l'utilisation de masques plastique.

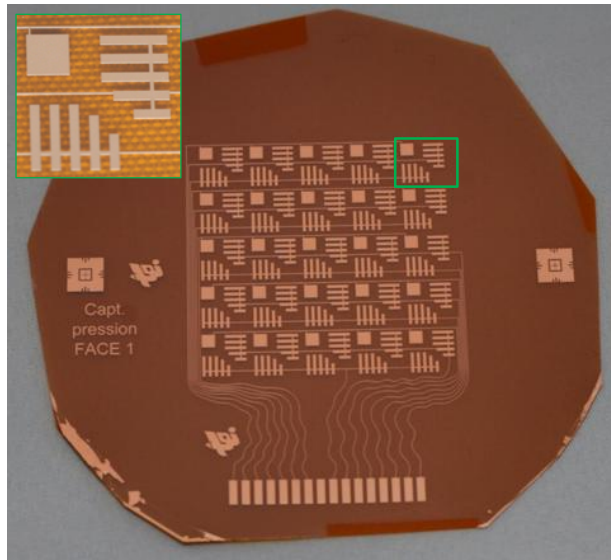


Figure 59. Des électrodes « inférieures » réalisées sur substrat d'accueil en Kapton

Motifs de cuivre réalisés par un masque en chrome

Sur substrat silicium



$R_a = 7 \text{ nm}$

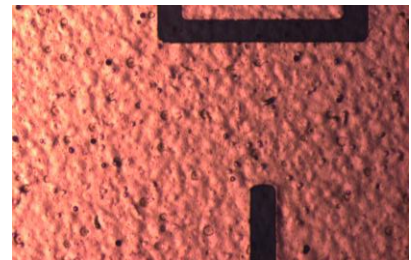
Motifs du cuivre réalisé par un masque transparent

Sur substrat silicium



$R_a = 43 \text{ nm}$

Sur substrat Kapton



$R_a = 84 \text{ nm}$

Figure 60. Caractérisations de motifs de cuivre réalisés sur différentes surfaces

3.2.3 Etape 2 : Elaboration des couches de PDMS

Comme nous l'avons déjà mentionné, le PDMS est déposé sur le substrat par spin coating et son épaisseur est contrôlée par le ratio prépolymère/réticulant et les paramètres d'enduction comme la vitesse de rotation ou la durée. Selon la littérature, une couche mince de PDMS peut être obtenue par la dilution du pré-polymère avec un solvant (hexane, toluène, ...) ou avec un temps de rotation long (Koschwanetz *et al.*, 2009). Ces solvants sont toxiques et l'utilisation dans la salle blanche demande un espace spécial. De plus, ils ne sont pas compatibles avec une utilisation destinée à des dispositifs médicaux. Une solution alternative est d'effectuer une calibration de l'épaisseur des couches obtenues en fonction du temps de rotation. Ici, deux ratios de prépolymère/réticulant sont étudiés (Figure 61). L'épaisseur de la couche de PDMS en fonction de vitesse de rotation est également présentée sur la Figure 62.

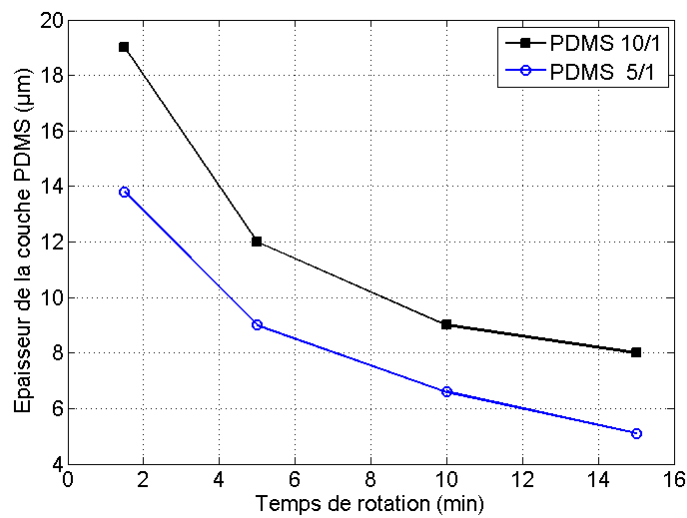


Figure 61. Calibration de l'épaisseur de PDMS en fonction du temps de rotation (obtenue à la vitesse de 3000 tours par minutes)

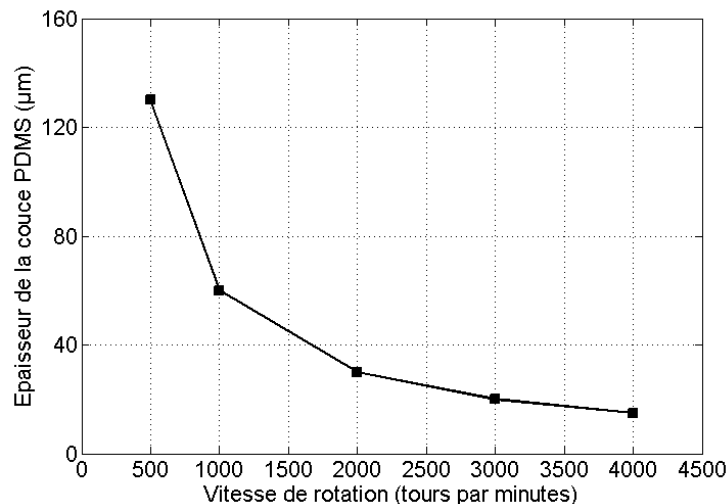


Figure 62. Calibration de l'épaisseur de PDMS en fonction de vitesse de rotation (obtenue avec le temps de rotation de 90s)

Rappelons que dans notre cas, le ratio prépolymère/réticulant de 10/1 a été choisi pour obtenir une couche de PDMS la plus flexible possible. La préparation du mélange prépolymère/réticulant est similaire à celui présenté dans le Chapitre 2. La durée de rotation est

fixée à 90 s et la vitesse de rotation est ajustée en fonction de l'épaisseur désirée. Les épaisseurs de PDMS sont mesurées à l'aide d'un profilomètre mécanique (Dektak 8).

Il faut noter que le PDMS est déposé sur les substrats en prenant soin de laisser des ouvertures pour les connexions électriques correspondantes sur le substrat d'accueil. Après avoir transféré les électrodes supérieures, les connexions électriques sur le substrat d'accueil ne sont pas recouvertes par le PDMS (Figure 63).

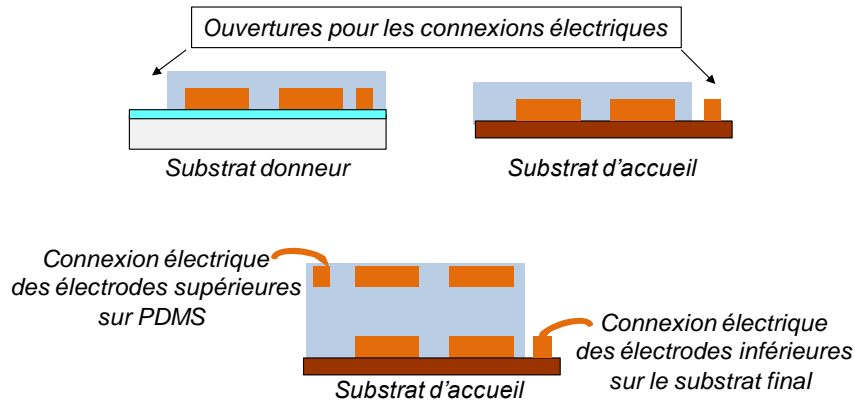


Figure 63. Recouvrement des électrodes par le PDMS selon le type de substrat (donneur ou d'accueil)

3.2.4 Etape 3 : Alignement et collage PDMS/PDMS

Comme nous l'avons précisé précédemment, les deux couches de PDMS sont collées de manière irréversible par une couche de PDMS adhésive non recuite. Lors de cette étape, un alignement entre le substrat donneur et le substrat d'accueil est requis. Pour cela, un aligneur double face EVG 620 est utilisé en combinaison avec un outil de collage spécifique « bond-tool » de l'appareil de collage EVG 501. Le « bond-tool » peut s'adapter sur l'insolateur pour l'alignement et permet également de fixer les deux substrats alignés en contact via des crampons de fixation (Figure 64).

Des motifs d'alignement sont réalisés sur les deux substrats. Ils permettent d'aligner les substrats comme présentés Figure 65. Les deux substrats sont mis en contact intime avec le bond-tool qui peut être inséré dans le bâti EVG 501 pour la soudure.

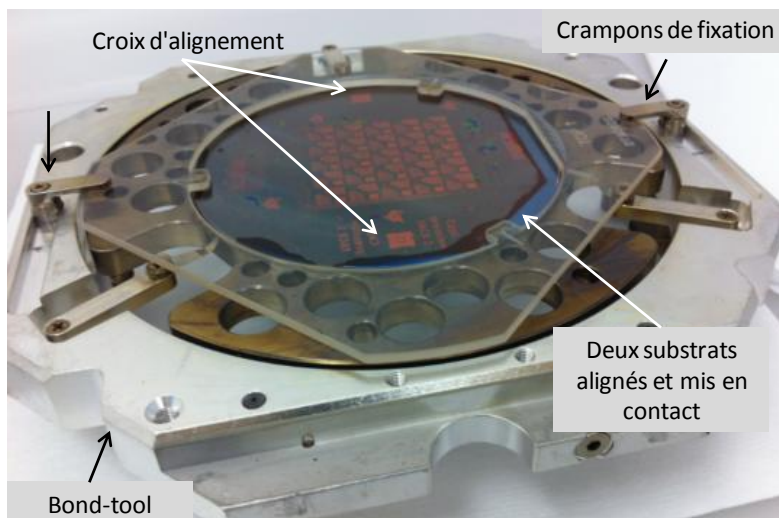


Figure 64. L'outil « bond-tool » de l'appareil de collage EVG 501

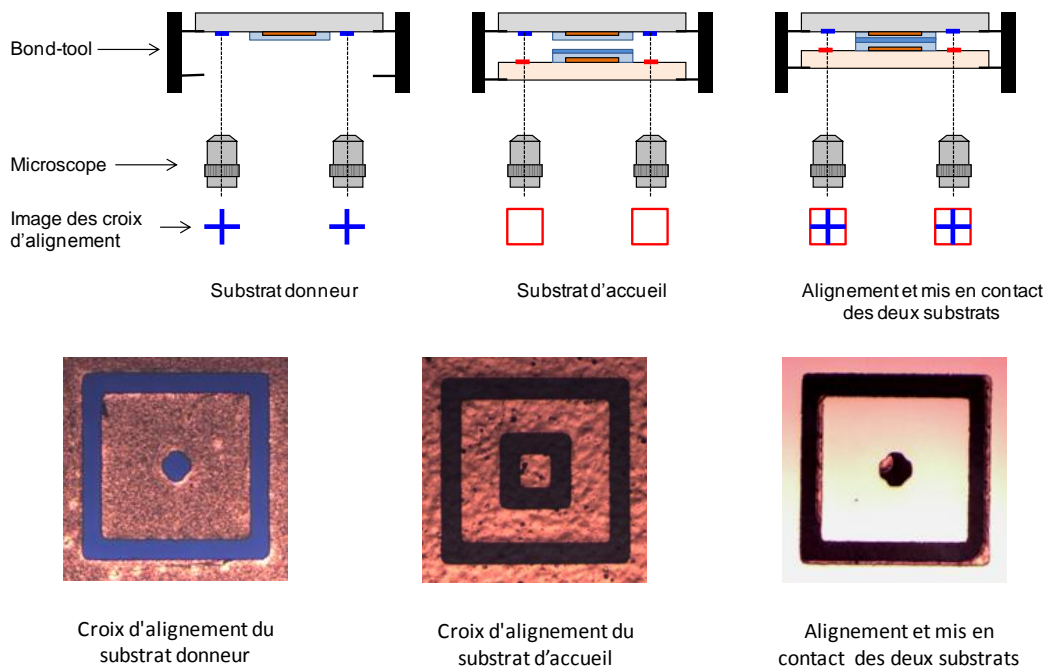


Figure 65. Principe du double alignement du substrat donneur avec le substrat d'accueil et le résultat obtenu sur des substrats réels.

La soudure est réalisée avec une force de compression de 1500 N à 3500 N (soit une pression de 191 kPa à 446 kPa) lors d'un cycle thermique (Figure 66).

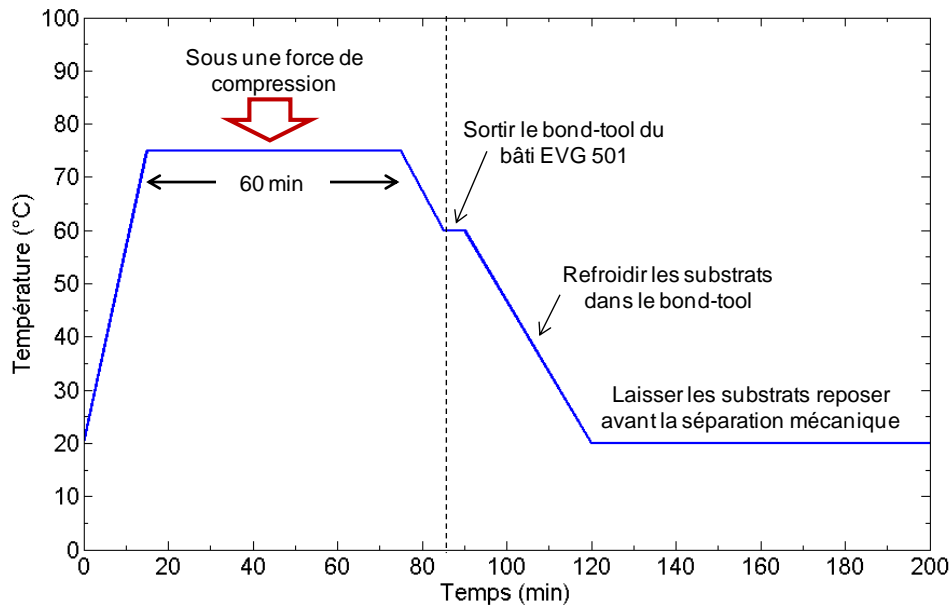


Figure 66. Cycle thermique du collage des deux substrats

3.2.5 Etape 4 : Séparation du substrat donneur

Une lame métallique est utilisée pour soulever le bord du film de PDMS, puis est intercalée entre le substrat donneur et le film, puis enfin enfoncée de quelques millimètres. Après une rotation complète de la lame, celle-ci est utilisée comme un levier et permet la libération mécanique des deux parties.

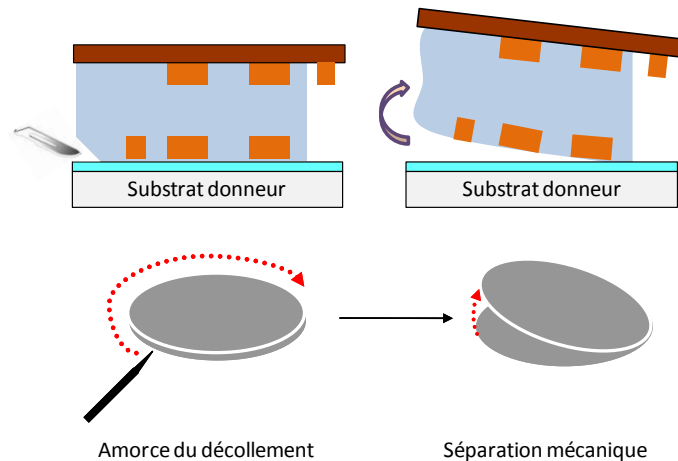


Figure 67. Principe de la libération mécanique des deux substrats

Les manipulations de l'étape de séparation mécanique doivent être effectuées soigneusement. En effet, le substrat donneur en silicium est très fragile, et il est facile de provoquer une fissure.

En pratique, la technique de séparation proposée s'avère efficace et permet également d'éviter les contaminations qui pourraient être dues à des impuretés de silicium cassé venant du substrat donneur.

3.3 Synthèse globale du procédé de fabrication

Le taux de succès du procédé global de transfert est analysé ici pour les différents types de substrats.

3.3.1 Analyse des performances de la fabrication

Le Tableau 14 présente une synthèse des performances de fabrication obtenues lors des différents essais de transfert qui ont été réalisés afin de déterminer les combinaisons optimales de réalisation de la couche C_xF_y et du collage PDMS-PDMS, pour chacun des deux types de substrats utilisés.

Pour le collage PDMS-PDMS, une fine couche de 20 μm de PDMS 10/1 non recuit, utilisée comme couche de collage, est déposée sur le substrat d'accueil. Dans tous ces tests, des paramètres de réglages identiques de l'équipement de soudure EVG 501 sont utilisés : en particulier une force de compression de 3500 N est appliquée et le recuit est effectué à 75°C pendant 60 minutes.

Un traitement par plasma d'oxygène sur une ou deux surfaces de PDMS recuit est appliqué. La durée de dépôt de la couche C_xF_y est soit de 30 secondes, soit de 5 secondes. Dans le cas d'une durée de 30 secondes, comme mentionné dans la page 64, deux types de traitements sont utilisés pour augmenter l'adhérence des couches C_xF_y : un traitement thermique seul ou un traitement thermique couplé avec un traitement par plasma d'oxygène. Dans le cas des couches C_xF_y déposées en 5 secondes, aucun traitement n'est effectué car l'épaisseur est faible.

Chapitre 3. Fabrication des capteurs

Tableau 14. Les différents tests de transfert

N°	Substrat d'accueil	Nombre de surfaces de PDMS traitées par plasma	Couche C _x F _y et traitement	Résultats de transfert	
				rendement	remarques
1	Verre	2	- Dépôt en 30 s - Thermique 10 min à 250°C - Plasma d'oxygène	-	- difficile de séparer le substrat donneur - le substrat donneur est cassé, et contamine la surface de PDMS.
2	Verre	2	- Dépôt en 30 s - Thermique 25 min à 250°C	100%	- séparation facile des deux substrats - 3/3 échantillons réussis
3	Silicium	2	- Dépôt en 5 s - Sans traitement	100 %	- séparation facile des deux substrats - problème de barrière électrique - 2/2 échantillons réussis
4	Kapton	2	- Dépôt en 0 s - Thermique 25 min à 250°C	-	- la couche de PDMS du substrat donneur est transférée - les motifs en cuivre ne sont pas transférés
5	Kapton	1	- Dépôt en 30 s - Thermique 15 min à 250°C	100 %	- séparation facile des deux substrats - 5 /5 échantillons réussis
6	Kapton	1	- Dépôt en 5 s - Sans traitement	25 %	- transfert partiel - PDMS et motifs en cuivre sont restés sur substrat donneur

Dans les deux premiers tests, des substrats d'accueil en verre sont étudiés. Dans le test n°1 (Tableau 14), les couches de PDMS sont correctement collées mais il est difficile de les séparer. Le substrat donneur est cassé durant la séparation (Figure 68), ce qui induit une contamination de la surface du PDMS. Il faut noter que le traitement par plasma d'oxygène grave la couche C_xF_y , une maîtrise de l'équipement de plasma d'oxygène est donc nécessaire pour mener à bien ce procédé.

Dans le test n°2 où un seul traitement thermique de 25 minutes est appliqué, le rendement de transfert est de 100 %. On peut alors conclure qu'un traitement thermique seul est plus adapté qu'un traitement mixte thermique – plasma. Par la suite, le traitement thermique seul est appliqué pour tous les tests.

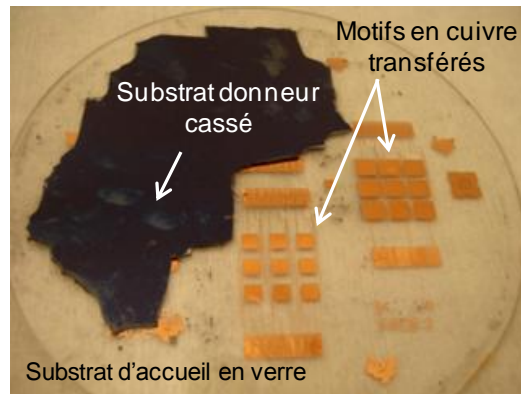


Figure 68. Substrat donneur cassé

Afin de simplifier le procédé, la couche C_xF_y déposée en 5 s sans traitement est utilisée (Tableau 14, n°3). Un rendement de transfert de 100% est obtenu avec un substrat d'accueil en silicium. Pour ce test, un substrat d'accueil en verre n'est pas utilisé à cause de la difficulté de découpage individuel des matrices de capteurs (ce point sera discuté plus en détail dans la partie du post-traitement des substrats fabriqués). Les substrats silicium utilisés présentent une couche isolante de silice thermique de 100 nm (formée par oxydation thermique humide) mais ce n'est pas suffisant pour éviter des courts-circuits entre les électrodes. Malgré tout, les résultats obtenus montrent que l'utilisation d'une couche C_xF_y sans traitement est une solution à étudier.

Dans le test n°4, le transfert est réalisé sur un substrat en Kapton, en utilisant la couche C_xF_y déposée en 30 s, stabilisée par le traitement thermique et les deux couches de PDMS sur deux substrats traitées par un plasma d'oxygène. Après l'étape de séparation, on observe que la couche de PDMS est entièrement transférée sur le substrat Kapton et que les motifs de cuivre restent sur le substrat donneur (Figure 69). L'adhérence de la couche C_xF_y du substrat donneur est correcte. Par ailleurs, on observe que les motifs en cuivre peuvent être décollés facilement par une pince métallique. Il faut ainsi diminuer l'adhérence PDMS-PDMS afin de favoriser l'adhérence PDMS-motif en cuivre. Pour ce faire, une force de compression de 1500 N est appliquée durant la soudure PDMS-PDMS, mais aucune amélioration n'est observée.

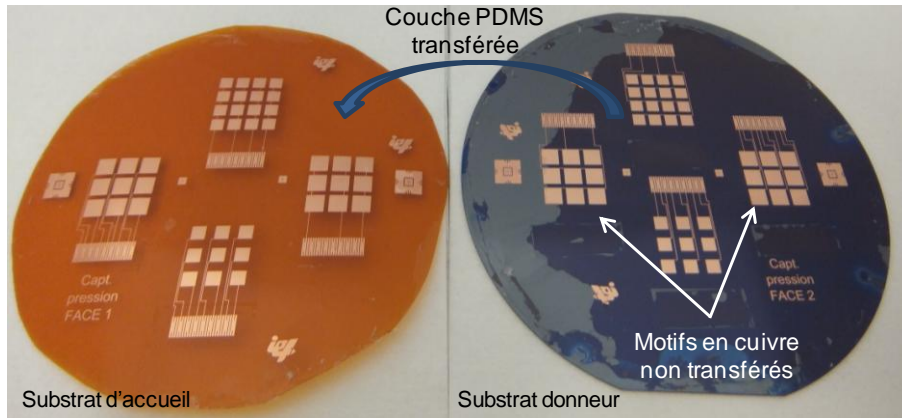


Figure 69. Motifs en cuivre non transférés

Pour pouvoir diminuer l'adhérence PDMS-PDMS, le test n°5 est réalisé dans les mêmes conditions que le test n°4, mais une seule des faces de PDMS (sur le substrat d'accueil) est traitée par plasma d'oxygène. Dans ce test, les transferts sont parfaitement réussis, avec un rendement de 100%.

Dans le test n°6, une couche C_xF_y déposée en 5 s sans traitement n'a pas donné un bon résultat de transfert sur Kapton. Seule une partie des motifs est transférée sur le substrat d'accueil (Figure 70).

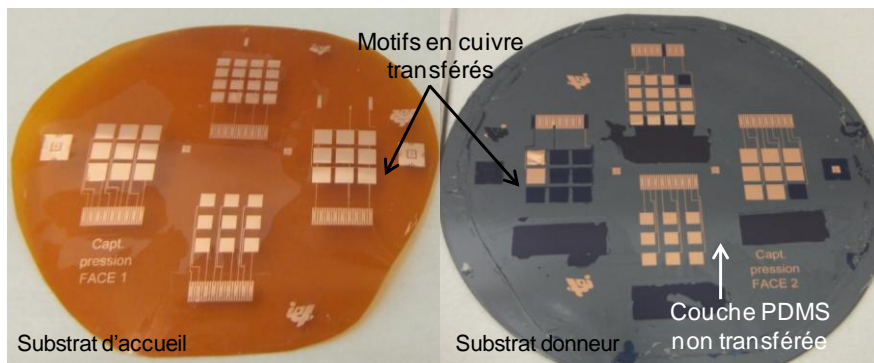


Figure 70. Couche PDMS non transférée

3.3.2 Les paramètres optimums pour un collage PDMS-PDMS réussi

A partir des tests réalisés, les paramètres optimums pour le collage de PDMS-PDMS ont pu être établis (Tableau 15).

Il faut noter que dans le cas où l'épaisseur de la couche PDMS non recuit est supérieure à 100 μm , la force de compression du collage de 3500 N est trop importante, ce qui peut faire déborder le PDMS des substrats et créer des ondulations du cuivre dans le PDMS (Figure 71). Pour cette raison, une force de compression de 1500 N est utilisée dans le cas de couches de PDMS épaisses.

Tableau 15. Les paramètres optimums pour un collage PDMS-PDMS réussi.

Paramètres	Substrat d'accueil en verre ou silicium	Substrat d'accueil en Kapton
Couche de CxFy	- déposée en 30 s, stabilisée par traitement thermique 25 min à 250°C - ou déposée en 5 s, sans traitement	déposée en 30 s, stabilisée par traitement thermique 25 min à 250°C
Traitement par plasma d'oxygène sur les faces du PDMS	- deux faces	- une face du substrat d'accueil
Force de compression pendant le collage	3500 N	3500 N 1500 N (épaisse)
Durée du collage	60 minutes à 75°C	

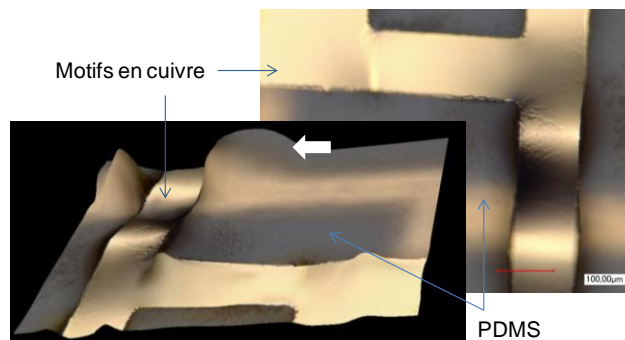
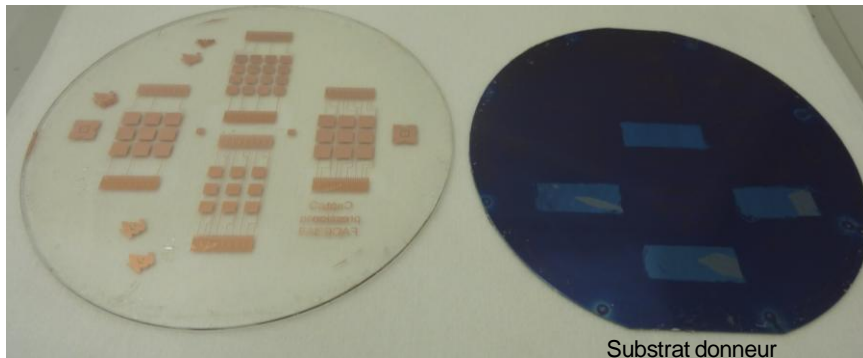


Figure 71. Ondulations du cuivre dans le PDMS

La Figure 72 montre les dispositifs matriciels capacitifs carrés élaborés sur substrat (10 cm de diamètre) de verre et sur substrat de Kapton après la séparation, en utilisant les paramètres proposés. L'épaisseur des électrodes est de 3 µm. Les électrodes sont carrées de côté de 3 mm ou 4 mm et les motifs les plus petits (pour les connexions) ont une largeur de 100 µm. Toutes les électrodes (grands motifs) et les connexions (petits motifs) sont transférées avec un taux de réussite de 100 %.

a) Transfert sur substrat en verre



b) Transfert sur substrat en Kapton

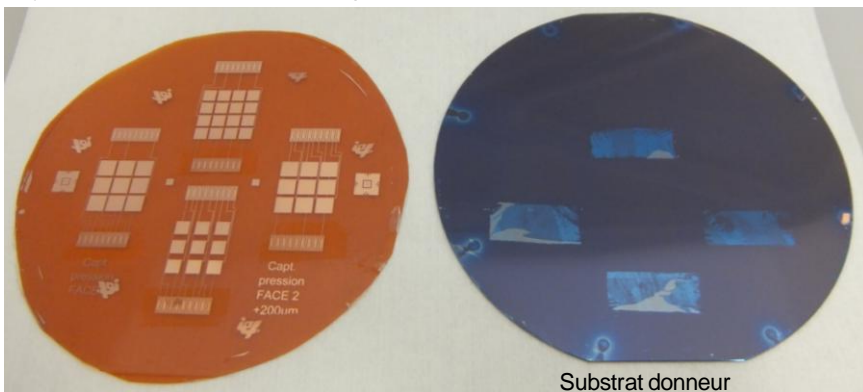


Figure 72. Les dispositifs obtenus par le procédé de transfert de films.

3.3.3 Découpage des puces et connexion électrique

Une fois les échantillons réalisés, les matrices de capteurs sont découpées et les connexions électriques avec des supports de mesure sont réalisées afin de les caractériser.

Dans le cas d'un substrat d'accueil en verre, la découpe est réalisée en utilisant une lame de diamant. Les connexions sont effectuées sur un circuit imprimé (en anglais Printed Circuit Board - PCB) via les fils d'aluminium reliés par wedge bonding (Figure 73- (a)). Cette découpe peut faire décoller des capteurs du substrat en verre car un jet d'eau est utilisé lors de la découpe.

Le Kapton a quant à lui été découpé soit en utilisant de simples ciseaux, soit un scalpel. Un connecteur commercial ZIF (nous avons utilisé un connecteur Molex de type FFC/FPC) peut être utilisé pour les matrices sur le Kapton (Figure 73- (b)).

Nous avons mis en œuvre deux types de connexion électrique afin d'adresser les éléments sensible à l'intérieur d'une matrice de capteurs : i) des connexions indépendantes et ii) des connexions multiplexées (Figure 73- (c)). Dans le premier cas, chaque électrode possède sa propre piste de connexion reliée à un connecteur externe. Dans le cas de connexions multiplexées, des électrodes supérieures sont reliées sur une seule colonne aux électrodes inférieures en ligne. Ce type de connexion permet de réduire les connexions externes à six points (trois connecteurs pour le côté électrodes supérieures et trois autres pour le côté électrodes inférieures) au lieu de dix-huit points dans le cas des connexions indépendantes pour une même matrice de 3x3 capteurs.

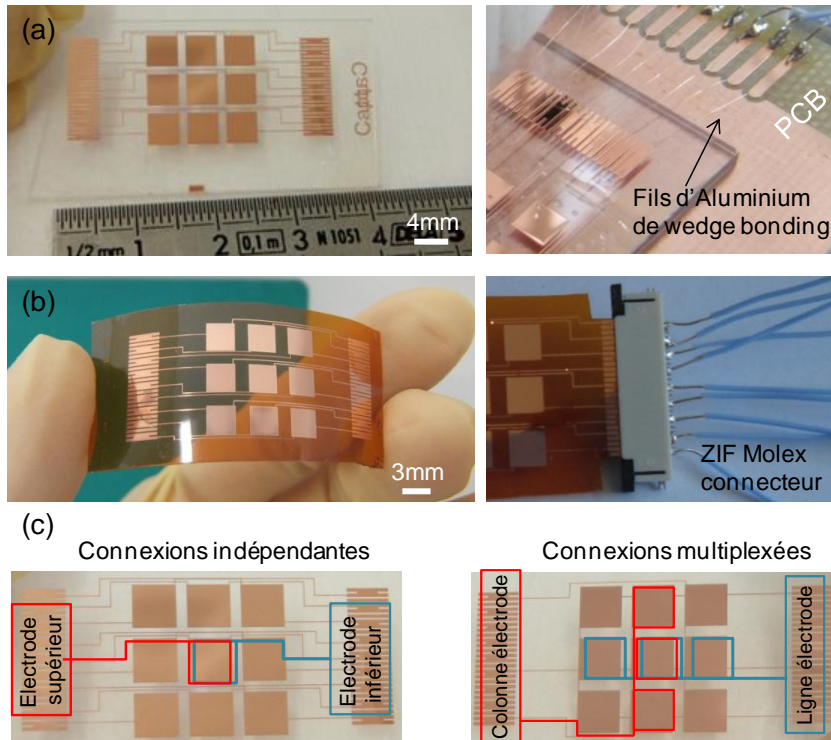


Figure 73. Matrice des capteurs après la découpe et les connexions électriques

3.4 Conclusion sur le procédé de fabrication

Le PDMS est un matériau déformable dont les propriétés mécaniques influencent directement la sensibilité des capteurs. En conséquence, une étude de la déformation des films de PDMS sous contrainte normale a été réalisée par simulations (calculs par éléments finis) et en caractérisant les films déformables (utilisation d'un micro-indenteur, utilisation des macro capteurs capacitif) (Chapitre 2). Cette étude a mis en évidence les paramètres à optimiser pour obtenir une sensibilité maximum du capteur pour des dimensions données (sensibilité du capteur ajustable avec le rapport surface et épaisseur du film de PDMS utilisés).

Pour réaliser les matrices de capteurs, la technique de transfert de films est utilisée. Chaque étape du procédé de fabrication exige une optimisation spécifique pour être fiable. De nombreux prototypes de capteurs de pression, uniques ou matriciels, disposant de connexions indépendantes ou multiplexées ont été fabriqués sur substrat rigide (verre, silice) ou flexible (Kapton). La fabrication réalisée sur différents échantillons permet de conclure sur la répétabilité du procédé utilisé, et sur l'homogénéité des produits finaux. Ainsi, le procédé de fabrication est fiable et reproductible, et 100% des motifs métalliques utilisés pour la réalisation des capteurs sont transférables sur le PDMS.

Une caractérisation électrique systématique des différents échantillons de capteurs (isolés ou matriciels) en présence ou absence de déformation doit être également entreprise afin de quantifier les performances fonctionnelles de ces capteurs. Les caractérisations des échantillons obtenus sont le sujet du prochain chapitre.

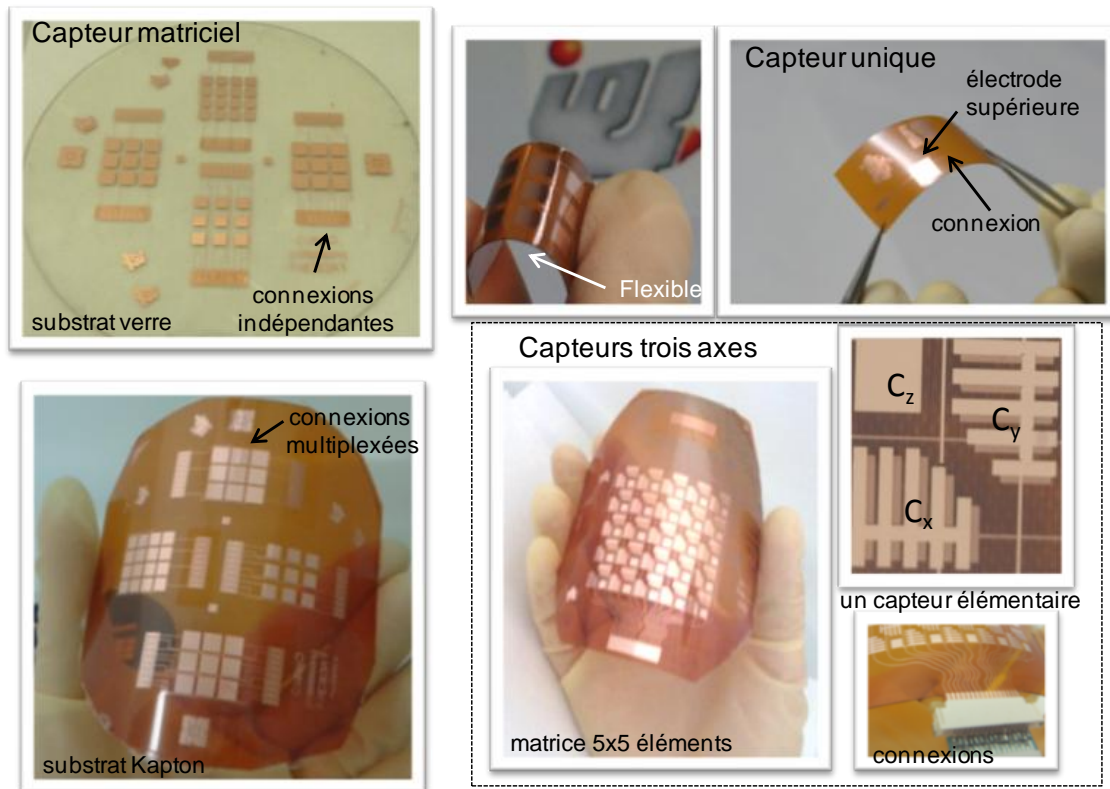


Figure 74. Panorama des capteurs de pression fabriqués

Chapitre 4

Caractérisation électromécanique des micro- capteurs de pression

Dans le chapitre précédent, la technique de transfert de films a été utilisée pour réaliser des micro-électrodes de cuivre de part et d'autres du film de PDMS afin de fabriquer des micro-capteurs de pression. Différents prototypes de capteurs, uniques ou matriciels, disposant de connexion indépendantes ou multiplexées ont été fabriqués sur substrat rigide (verre, silice) ou flexible (Kapton). D'après les premiers éléments de caractérisation menés dans le chapitre précédent, nous avons conclu que le procédé de fabrication est fiable et reproductible, 100% des motifs métalliques utilisés pour la réalisation des capteurs étant correctement transférés sur le PDMS. Dans ce chapitre, nous nous intéressons à la caractérisation électrique des micro-capteurs fabriqués afin de conclure sur la qualité des micro-capteurs réalisés. Par ailleurs, nous nous intéressons à la caractérisation électromécanique de ces capteurs afin de confirmer l'étude mécanique du PDMS et de quantifier les performances fonctionnelles de ces capteurs. Pour cette étude, nous considérons tour à tour la caractérisation de micro-capteurs de pression normale uniques, la caractérisation de micro-capteurs matriciels, puis la caractérisation du capteur matriciel à trois axes de sensibilité.

4.1 Caractérisation électrique des capteurs à vide

4.1.1 Capteurs de pression normale

Comparaison des capacités théoriques et mesurées des micro-capteurs

La capacité de chaque capteur élémentaire peut être déterminée théoriquement par l'équation de l'électrostatique classique d'un condensateur plan :

$$C_{the} = \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_r L^2}{d_0} \quad \text{Eq. 34}$$

où ε_0 et ε_r sont la permittivité du vide et la permittivité relative du PDMS, respectivement, L est la largeur des électrodes carrées, et d_0 est la distance entre les électrodes. Dans l'équation Eq. 34, les effets de bord du champ électrostatique sont négligés. Afin d'estimer plus précisément la capacité d'un condensateur formé avec des électrodes carrées (H. Nishiyama, 1994) propose la formulation :

$$C_{the} = (2,47b + 1) \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_r L^2}{d_0} \quad \text{Eq. 35}$$

dans laquelle $b = d_0 / L$ est le rapport d'aspect du condensateur plan. Pour les condensateurs considérés ici, les rapports d'aspects sont compris entre 0,01 et 0,02. Dans ces conditions, la formulation de l'Eq. 35 permet d'approcher la valeur théorique de tels condensateurs avec une exactitude accrue de 3 à 5% par rapport à la formulation de l'Eq. 34 d'après (H. Nishiyama, 1994).

Les capteurs obtenus sont électriquement caractérisés par un analyseur d'impédance (modèle HP4192A) opérant par détection synchrone et mis en œuvre à la fréquence de 1 MHz (cf. paragraphe 4.3.1). En particulier, sept capteurs élémentaires présentant des dimensions différentes (longueur d'électrode L de 3 mm ou 4 mm, épaisseur de la couche diélectrique PDMS variant entre 39 et 53 μm) sont choisis arbitrairement dans différentes matrices fabriquées, afin d'être caractérisés. Les capteurs considérés sont issus de matrices à connexions indépendantes, c'est-à-dire ne présentant pas de connexions multiplexées entre plusieurs capteurs (cf paragraphe 2.2.3 du chapitre 3). La capacité de ces capteurs est mesurée à vide, c'est à dire sans application de charge de

pression, et comparée avec les valeurs théoriques calculées à l'aide de l'Eq. 35. La capacité de chaque capteur est mesurée au minimum cinq fois, à des jours différents, et dans les conditions climatiques de salle blanche (température de 20 ° C et humidité relative de 50 %). Les capacités mesurées varient de 4,2 à 10,4 pF selon les capteurs considérés. Les résultats de mesure pour ces capteurs sont présentés Figure 75 en fonction des valeurs théoriques attendues. Les barres d'erreur sont trop petites pour être affichées sur la figure. En effet, l'incertitude des mesures réalisées est estimée à $\pm 0,05$ pF à partir d'un jeu de plus de 35 mesures. Il apparaît que les valeurs mesurées sont cohérentes avec les valeurs calculées. De plus, une corrélation entre les valeurs expérimentales et théoriques peut être déterminée :

$$C_{\text{exp}} = 0,99C_{\text{the}} + 0,26 \text{ pF} \quad \text{Eq. 36}$$

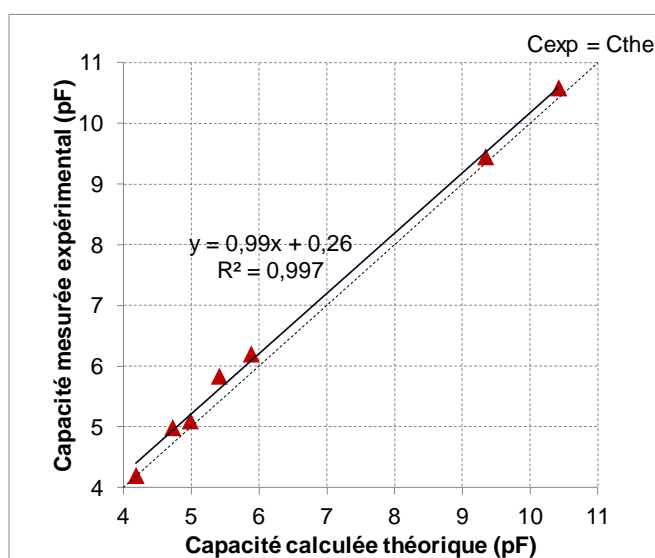


Figure 75. Comparaison des capacités mesurées et théoriques (capteurs à vide)

Cette corrélation présente un très bon coefficient de détermination ($R^2 = 0,997$). La différence entre les valeurs théoriques et expérimentales est de 0,2 pF en moyenne, avec un écart type de 0,14 pF. Cette différence est statistiquement significative car elle est plus grande que l'incertitude des mesures. Cela peut être expliqué par le fait que la détermination de la capacité via la formule (Eq. 35) n'est pas parfaitement exacte. L'incertitude associée peut atteindre 1,5 % d'après (H. Nishiyama, 1994).

En outre, la différence observée peut être attribuée aux facteurs suivants :

- La présence des connexions électriques susceptibles d'introduire des capacités parasites
- L'hétérogénéité de l'épaisseur de la couche PDMS réalisée
- Le possible défaut d'alignement entre des électrodes supérieures et inférieures durant la fabrication (Cf. Chapitre 3)

Nous investiguons ces différentes possibilités dans ce qui suit.

4.1.2 Discussion sur les différences constatées entre les capacités mesurées et théoriques

Influence des connexions électriques. Considérons tout d'abord la présence des connexions électriques permettant d'adresser chacun des capteurs individuellement à l'intérieur d'une matrice. Les pistes de connexion présentent une largeur de 100 μm et une longueur typique d'une quinzaine de mm. Elles constituent donc des électrodes de surface non négligeable par rapport au capteur lui-même. Toutefois la matrice a été dessinée de telle sorte qu'aucune piste de connexion ne se superpose à une autre, de part et d'autre de la couche de PDMS (Cf Figure 40, Chapitre 3). Ceci a pour effet de rendre négligeable l'apparition de capacités parasites liées aux pistes de connexion. Certes, la présence d'électrodes (capteurs ou piste de connexion) voisines des électrodes du capteur mis en œuvre est à elle seule source potentielle de couplages capacitifs. En pratique, il suffit de connecter les capteurs non adressés, à la terre ou à un potentiel de référence pour éliminer l'effet du couplage. Par ailleurs, la calibration de l'appareil de mesure permet également d'éliminer les dernières sources de parasites liées à la présence d'électrodes parasites autour du capteur testé. Nous considérons donc qu'ici la présence des pistes de connexions (ou des capteurs voisins) a un effet négligeable sur la valeur de la capacité mesurée.

Hétérogénéité de la couche PDMS. Un exemple du profil d'épaisseur d'une couche de PDMS, mesuré localement sur une matrice de capteur fabriquée, est présenté Figure 76. La mesure est effectuée en utilisant un profilomètre mécanique Daktak 8, sur une longueur parcourue de 10 mm. La variation maximum de l'épaisseur de la couche de PDMS est observée autour de $\pm 5\%$. Une telle variabilité induit une incertitude sur la valeur de la capacité pouvant aller jusqu'à $\pm 5\%$.

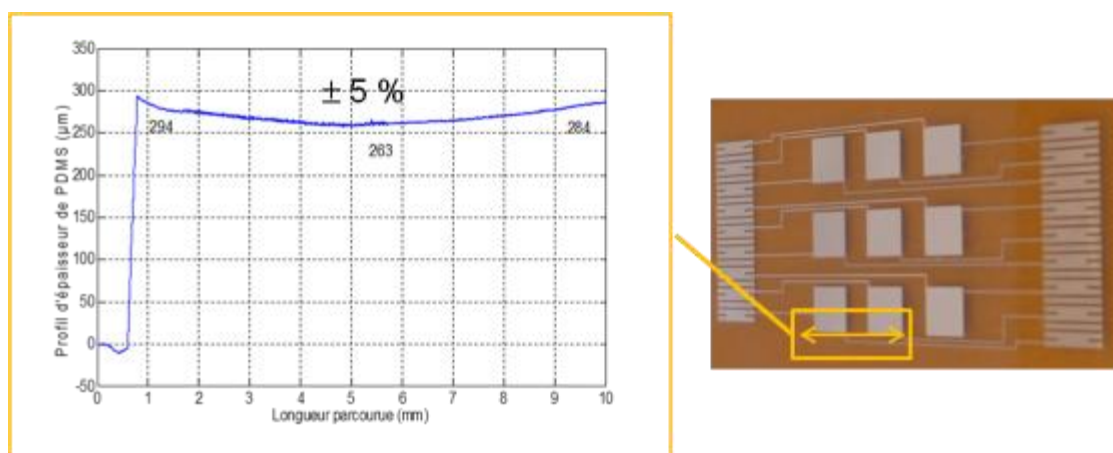


Figure 76. Profil de l'épaisseur d'une couche de PDMS

Défaut d'alignement. Enfin, un défaut d'alignement entre des électrodes supérieures et inférieures lors de la fabrication est une source possible d'erreur sur la capacité réelle des capteurs fabriqués. La Figure 77 présente un cas particulièrement défavorable de défaut d'alignement des deux électrodes d'un capteur. Le décalage observé est de l'ordre de 100 μm selon X et 36 μm selon Y. Le défaut d'alignement constitue une erreur de capacité de l'ordre 3 % sur la capacité calculée dans le cas d'un condensateur de 3 mm de côté.

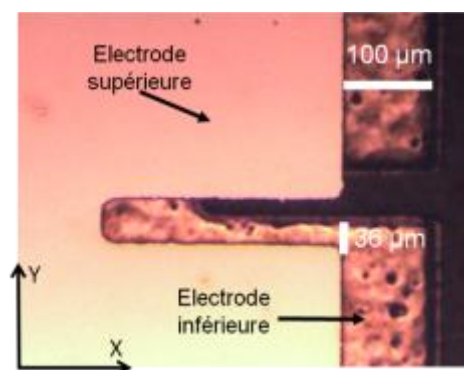


Figure 77. Détail du décalage entre une électrode supérieure et une électrode inférieure

4.1.3 Comparaison des capteurs d'une même matrice

L'homogénéité des capacités de capteurs réalisés sur une même matrice est également évaluée. La Figure 78 présente sous forme de cartographie toutes les capacités mesurées pour deux matrices de capteurs différentes : la première est réalisée sur un substrat en Kapton (Figure 78.a) et la deuxième sur un substrat en verre (Figure 78.b). Les résultats expérimentaux montrent des écarts relatifs typiques de $\pm 6\%$ et $\pm 3\%$, respectivement pour les deux types de matrices. Ces écarts sont dus à l'hétérogénéité de l'épaisseur de la couche de PDMS des matrices de capteurs. En outre, des capacités de valeur élevée sont observées sur la colonne 3 des matrices, et des capacités de valeurs plus faibles sont observées sur la colonne 1 (Figure 78). Ce phénomène est dû à la dissymétrie de fabrication de la couche de PDMS pour ces capteurs. En effet, comme présenté dans la Figure 78, la couche de PDMS comprend une ouverture pratiquée pour rendre possible le contact électrique avec les électrodes inférieures (côté droit de la matrice) de la matrice. Inversement, les électrodes supérieures, situées sur le côté gauche de la matrice, sont déposées par-dessus les films de PDMS : aucune ouverture dans le PDMS n'est donc nécessaire pour établir le contact électrique avec ces électrodes. Dans le procédé de fabrication, les ouvertures pour les connexions sont pratiquées en ajoutant des rubans adhésifs 3M de $100\ \mu\text{m}$ d'épaisseur, qui introduisent à dessein une dissymétrie pendant le spin-coating de la couche de PDMS. Il en résulte un déficit de PDMS du côté des électrodes inférieures, et par suite dans les capteurs de la colonne 3 (Figure 78). Plus précisément, l'épaisseur du PDMS varie ainsi de l'ordre de 9% et de 3% , respectivement pour les deux matrices considérées (Tableau 16). Il en résulte une variabilité des capacités de $\pm 6\%$ et $\pm 3\%$ pour ces deux matrices. Enfin, il faut noter que la couche de PDMS la plus homogène est celle qui est réalisée sur le substrat de verre. En effet, la souplesse du Kapton influence la qualité de fabrication de la couche de PDMS.

Tableau 16. Résumé des mesures d'épaisseur et de capacité des capteurs élémentaires d'une même matrice

Substrat	Mesures	Minimum	Maximum	Moyenne	Ecarts types
Kapton 3x3 mm ²	Epaisseur de PDMS (μm)	41	51	46	$\pm 9\%$
	Capacité (pF)	5,8	6,8	6,4	$\pm 6\%$
Verre 4x4 mm ²	Epaisseur de PDMS (μm)	43	46	44	$\pm 3\%$
	Capacité (pF)	9,3	8,5	8,9	$\pm 3\%$

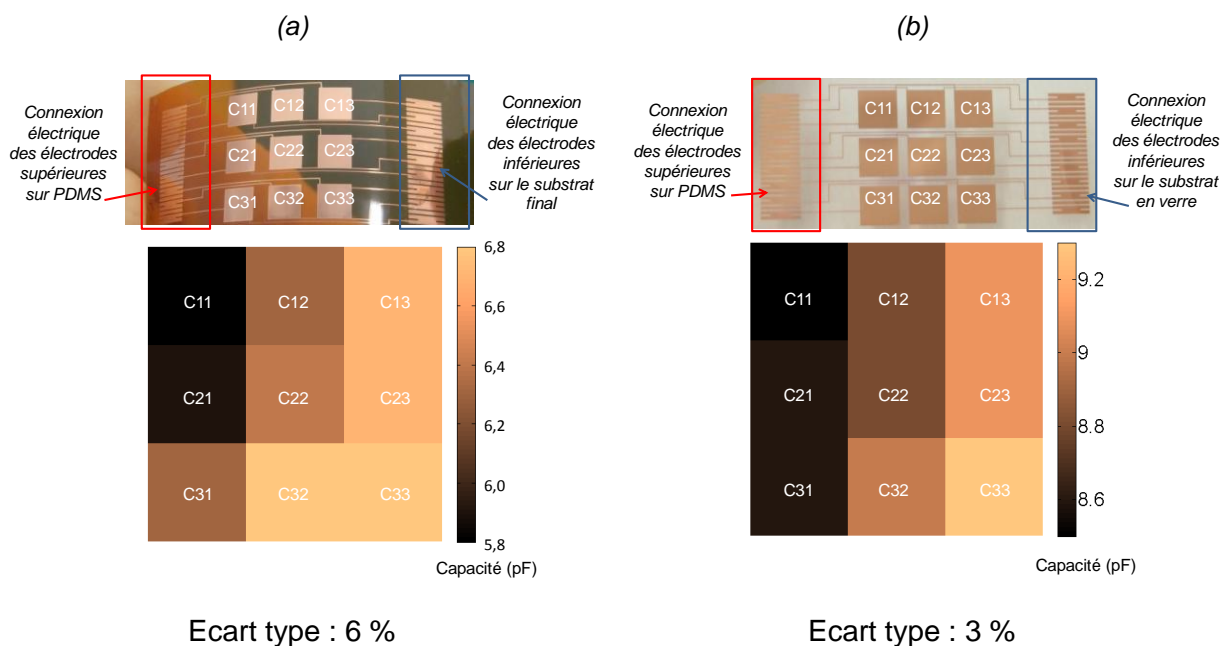


Figure 78. Distribution de la capacité des capteurs élémentaires dans une matrice utilisant un substrat en Kapton (a) (9 capteurs élémentaires de $3 \times 3 \text{ mm}^2$) et un substrat en verre (b) (9 capteurs élémentaires de $4 \times 4 \text{ mm}^2$)

4.1.4 Cas des matrices à connexions multiplexées

Nous nous intéressons ici aux matrices de capteurs à connexions multiplexées. Comme cela a été évoqué au Chapitre 3 (Figure 40), certaines matrices sont réalisées avec un adressage multiplexé des capteurs. Chaque capteur partage ainsi une même piste de connexion avec ses voisins selon les lignes et les colonnes de la matrice, afin de réduire le nombre de plots de connexion vers l'extérieur. Ici, nous mesurons la capacité de quatre capteurs pris sur quatre matrices multiplexées. Leurs capacités sont comparées avec les valeurs théoriques calculées à partir de la formule (Eq. 35), et les résultats sont présentés Figure 79. On remarque que les valeurs mesurées sont relativement éloignées des valeurs théoriques, et une erreur systématique significative apparaît. Ces écarts peuvent être attribués à la capacité parasite apparaissant entre le capteur et les électrodes des capteurs adjacents partageant la même piste de connexion.

Pour quantifier le phénomène observé, nous mettons en œuvre un modèle de simulation électrostatique, ainsi que quelques expérimentations complémentaires destinées à valider les résultats. Le modèle utilisé est un modèle semi-analytique tridimensionnel, dit « à sources ponctuelles distribuées » (DPSM⁵), développé au laboratoire SATIE (Kundu and Placko, 2007). Nous mettons en œuvre ce modèle avec l'aide de MM. Thierry Bore et Dominique Placko du laboratoire SATIE. Nous considérons un condensateur plan composé de deux électrodes carrées séparées par une couche de PDMS. Au point de départ, les électrodes supérieure et inférieure sont positionnées en regard l'une de l'autre, la capacité du condensateur dans cette configuration constitue la capacité initiale de référence C_0 . Puis, l'électrode inférieure est déplacée pour s'éloigner de sa position initiale, et la capacité du condensateur ainsi modifié est comparée avec C_0 . Les résultats ainsi obtenus, exprimés en pourcentage de la capacité initiale, sont présentés Figure 80.

⁵ Distributed Point Source Method

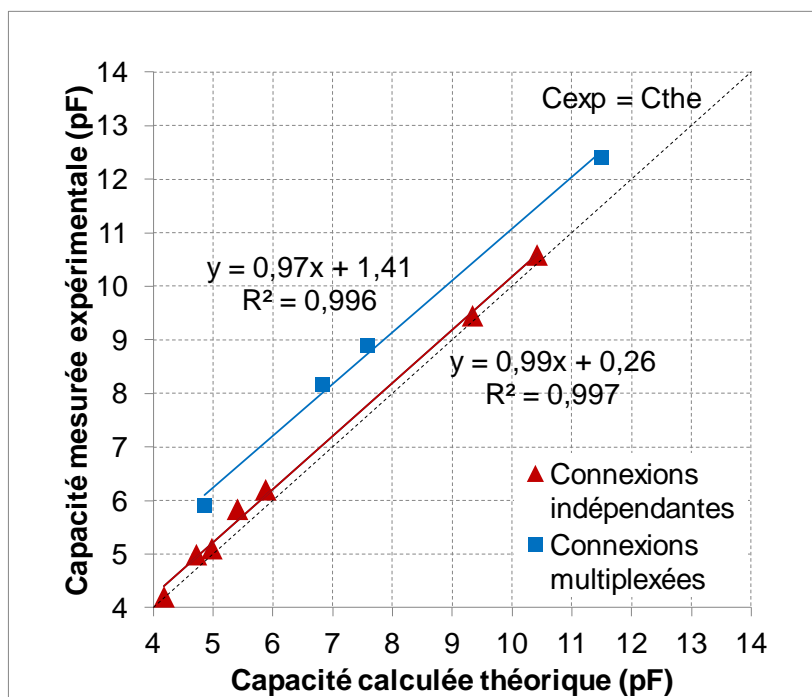


Figure 79. Capacités des capteurs à vide, valeurs expérimentales et théoriques pour deux types de connexions : indépendantes et multiplexées

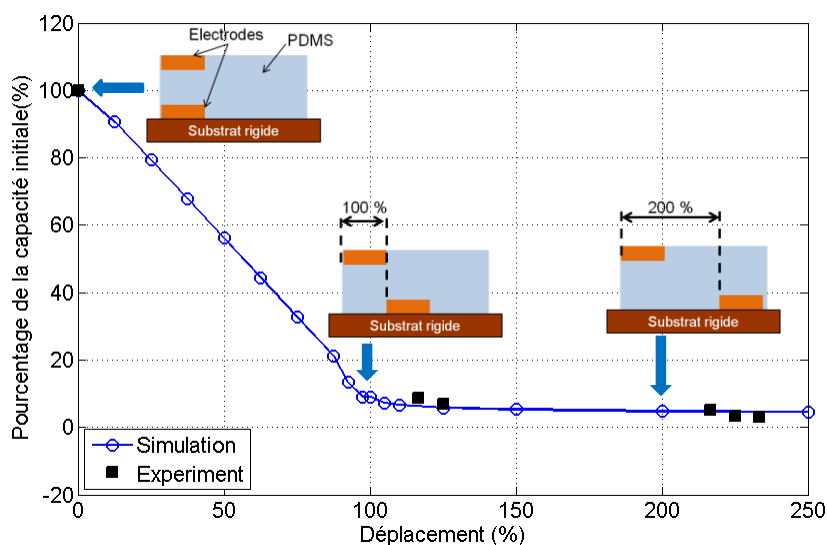


Figure 80. Variations de la capacité en fonction du déplacement de l'électrode inférieure par rapport à l'électrode supérieure. Les valeurs de capacités sont normalisées par rapport à la capacité initiale prise comme référence.

La capacité diminue avec le déplacement de l'électrode inférieure car la partie en vis-à-vis des deux électrodes est réduite. D'après les résultats de simulation, lorsque les deux électrodes n'ont plus de partie directement en vis-à-vis (déplacement de 100 %), un couplage capacitif subsiste et la capacité ne devient pas nulle (Figure 80). Elle vaut 9 % de C_0 pour un déplacement de 100% et 2 % de C_0 pour un déplacement de 200 %. Ces résultats sont validés par des expérimentations effectuées sur quelques micro-condensateurs constitués d'électrodes décalées spécifiquement fabriqués pour cette étude. Les mesures expérimentales sont cohérentes avec la simulation (Figure 80). Ces résultats permettent d'expliquer l'écart observé entre les capacités mesurées et calculées dans le cas des capteurs avec les connexions multiplexées (Figure 79). En effet, les électrodes

partageant la même piste de connexion induisent la présence de capacités parasites entre capteurs non négligeables, même lorsque les électrodes sont éloignées de deux fois la largeur du capteur (déplacement de 200%). Celles-ci sont responsables d'une erreur systématique sur la valeur de la capacité à vide du capteur fabriqué. Ces capacités parasites peuvent toutefois être prédéterminées à l'aide de l'étude présentée ci-dessus. Elles peuvent également être prises en compte dans une procédure de calibration de la matrice de capteur.

4.1.5 Conclusion sur la caractérisation électrique des capteurs de pression normale

La caractérisation électrique des micro-capteurs capacitifs montre que ceux-ci sont électriquement opérationnels sous forme individuelle ou sous forme matricielle. Nous avons remarqué que la conception des matrices et le procédé de fabrication associé conduisent à des disparités entre capteurs à l'intérieur d'une même matrice. Toutefois il faut noter que cette disparité n'excède pas $\pm 6\%$ de la valeur de la capacité à vide. Par ailleurs, le multiplexage des connexions, qui permet de réduire considérablement la complexité de la connectique extérieure, est source de capacités parasites engendrant une erreur systématique sur la capacité à vide mesurée. Cependant, les écarts observés ne modifient pas fondamentalement les performances du capteur. En effet, la caractéristique principale recherchée pour ces capteurs n'est pas leur capacité à vide, mais leur sensibilité à la force de pression. Le cas échant, cette dernière peut être corrigée par une procédure de calibrage préalable à l'utilisation, *a fortiori* lorsqu'il s'agit d'erreurs systématiques.

4.2 Matrice de capteurs de pression à 3 axes de sensibilité

Dans cette partie nous caractérisons les matrices de micro-capteurs à 3 axes de sensibilité, dont la fabrication a été présentée au Chapitre 3. La Figure 81 rappelle la conception du dispositif.

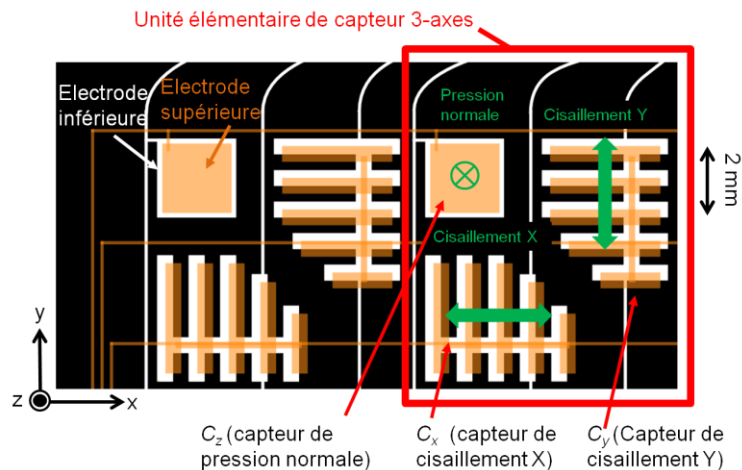


Figure 81. Composition d'une unité élémentaire du capteur matriciel à 3 axes de sensibilité

Chaque unité élémentaire de la matrice est formée de 3 capteurs uni-axiaux X, Y et Z chacun d'eux étant sensible de façon préférentielle aux directions x, y, et z respectivement de la contrainte mécanique appliquée (Figure 81). Le Tableau 17 présente les capacités des capteurs élémentaires uni-axiaux fabriqués avec une épaisseur de PDMS de 100 μm . Pour chaque capteur élémentaire, 3 valeurs de capacités sont données : la valeur issue de la mesure, la valeur obtenue à partir des calculs théoriques et enfin la valeur ciblée lors de la conception du capteur. Dans le cas de la matrice

caractérisée, un défaut d’alignement de 6 % entre des électrodes supérieures et des électrodes inférieures est observé. Ce défaut est la cause principale de l’écart entre les valeurs calculées et la valeur ciblée. Les écarts entre les valeurs mesurées et celles calculées théoriquement sont quant à eux probablement dus à la capacité parasite des électrodes liées sur une colonne ou sur une ligne, cette matrice étant conçue avec un adressage multiplexé.

Cependant les écarts observés sont relativement modérés, et ne modifient pas *a priori* de manière significative les performances du capteur fabriqué. Ici encore une procédure de calibration pourra être effectuée avant l’utilisation du capteur si nécessaire.

Tableau 17. Capacité à vide des capteurs élémentaires uni-axiaux constituant une unité élémentaire du capteur trois axes

Axe	Expression analytique des capacités (d’après le Chapitre 1)	Valeur de capacité (pF)			Ecart entre calculée et mesurée
		Ciblée	Calculée	Mesurée	
x	$C_{x,y,0} = \frac{\epsilon_0 \epsilon_r}{d_0} l_0 L + 4 \frac{\epsilon_0 \epsilon_r}{d_0} l_{Dx} l_{Dy}$	1,34	1,24	1,30	5 %
y		1,34	1,27	1,31	3 %
z	$C_{z,0} = \frac{\epsilon_0 \epsilon_r}{d_0} l_z^2$	1,34	1,34	1,41	5 %

4.3 Caractérisations électromécaniques des micro-capteurs de pression

Nous menons dans cette partie la caractérisation électromécanique d’échantillon de micro-capteurs de pression fabriqués. Cette étude a pour objet de tester les qualités fonctionnelles des capteurs de pression, mais aussi de valider la pertinence de leur dimensionnement. Pour ce faire, nous développons en premier lieu un banc de caractérisation spécifique permettant d’appliquer des contraintes mécaniques connues sur les capteurs testés, et de relever la variation de capacité associée. Nous décrivons tour à tour le banc instrumental développé, les résultats de caractérisation des capteurs matriciels de pression normale, puis les résultats obtenus sur le capteur matriciel de pression à trois axes de sensibilité.

4.3.1 Banc de caractérisation électromécanique de capteurs capacitifs à base de PDMS

Nous avons élaboré un banc expérimental automatisé installé au laboratoire SATIE, dont le schéma général est donné Figure 82. Ce banc se compose :

- d’un robot de déplacement 3 axes CharlyRobot, pilotable via un contrôleur par liaison série.
- d’un capteur de force de référence Futek LSB200 (de gammes 8,9 N ou 111 N) muni d’un conditionneur de signal CGS110.
- d’une série d’indenteurs Teflon ou métalliques, de rayons variant entre 1,3 mm et 2,5 mm
- une alimentation stabilisée 0-20V
- d’un multimètre numérique Agilent 34401A pilotable via un port GPIB
- d’un analyseur d’impédance basses fréquences (5Hz – 13MHz) HP4192A, pilotable via un port GPIB

- d'un contrôleur National Instrument USB-GPIB-HS

Ce banc permet d'appliquer des forces de compression (et/ou de cisaillement) sur le capteur capacitif à tester grâce au déplacement contrôlé selon 3 directions d'un indenteur, et d'enregistrer la valeur de la force de compression appliquée ainsi que la variation résultante de la capacité du capteur à caractériser. L'ensemble du dispositif est piloté par un PC opérant sous Matlab, qui permet également de stocker et de traiter les données de l'expérience.

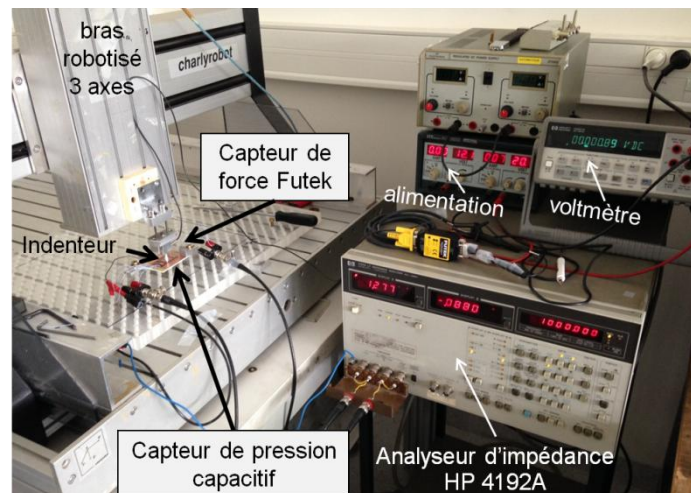
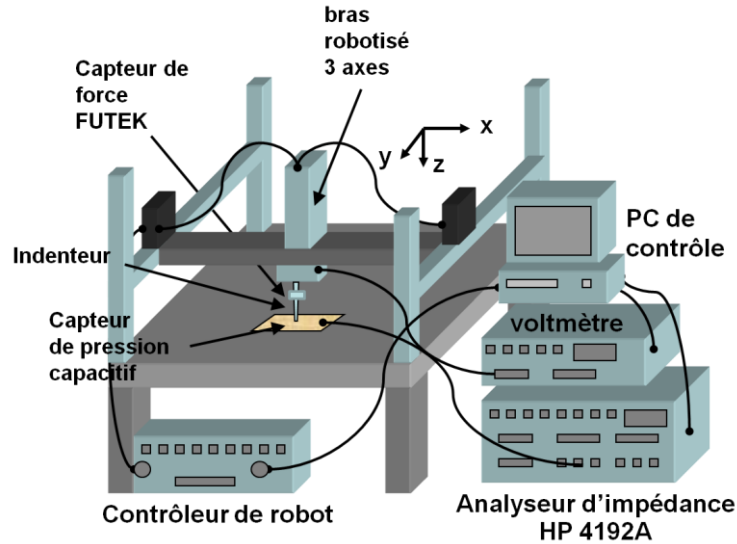


Figure 82. Schéma du banc instrumenté de caractérisation électromécanique

Application de la force. L'indenteur est solidaire du capteur de force de référence. L'ensemble est fixé sur le bras du robot 3 axes, comme le montre la Figure 83. Le déplacement du bras de robot se fait avec un pas minimum de $12,5 \mu\text{m}$ selon les trois axes x , y , z . Cette valeur de pas minimum est trop importante pour la caractérisation en compression des capteurs qui nous intéressent (l'épaisseur de PDMS peut être aussi fine que quelques dizaines de microns). C'est pourquoi dans le cas de l'étude en compression, nous utilisons une liaison ressort placée entre l'ensemble (indenteur + capteur de référence) et le bras de robot, qui permet de réduire considérablement le déplacement effectif de l'indenteur par rapport au déplacement élémentaire du bras de robot. Notons que dans ce cas, le déplacement effectif de l'indenteur selon l'axe z n'est plus connu. Toutefois, c'est la valeur de la force appliquée qui nous intéresse ici, et celle-ci est bien enregistrée via le capteur de référence.

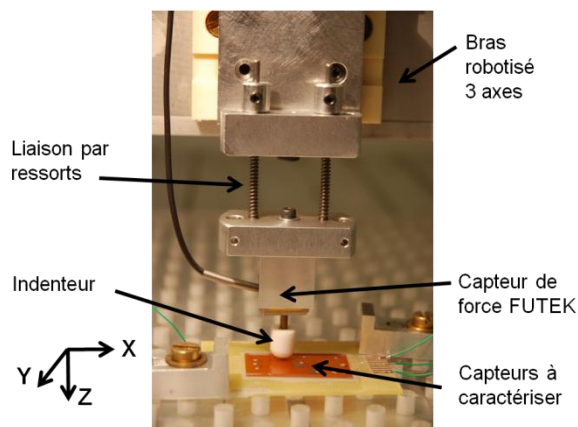


Figure 83. Indenteur et capteur de force de référence Futek

Lecture de la force appliquée. La force de compression appliquée est relevée à l'aide du capteur de référence. Celui-ci est un capteur de force résistif Futek LSB200 conditionné avec un montage en pont de Wheatstone associé à un préamplificateur, permettant de fournir une tension comprise en 0-10V pour une étendue de mesure comprise entre 0 et 8,9 N (ou 0-110 N). La lecture de la tension de sortie est assurée par le multimètre numérique. Les données sont acquises à chaque déplacement de l'indenteur.

Lecture de la capacité du capteur de pression sous test. La capacité des capteurs à caractériser est déterminée à partir d'une mesure d'admittance complexe effectuée par l'analyseur. La mesure est faite à partir d'un montage « quatre ports » et par détection synchrone. L'exactitude de la mesure de capacité est liée au choix de la gamme de mesure d'admittance sélectionnée et de la fréquence d'analyse. Les capteurs que nous considérerons ici ont des valeurs typiques de capacités attendues de l'ordre de 1 pF à quelques pF. D'après la documentation du constructeur (Agilent, 2000), pour la mesure de telles capacités, la résolution maximum accessible de 0.1 % (soit 1 fF) est obtenue pour une fréquence d'analyse de 1 MHz. La durée de la mesure est dans ces conditions est de l'ordre de 1 s en mode « mesure moyennée ». A cette fréquence d'analyse, les éléments parasites (capacitifs et inductifs) des fils d'aménages et de la connectique permettant de connecter le capteur à caractériser aux ports d'entrée de l'analyseur deviennent non négligeables. En conséquences, nous procédons à une calibration circuit ouvert / court-circuit de l'appareil (Agilent, 2000), qui permet de ramener la capacité du capteur à mesurer dans le plan de référence des ports d'entrée de l'analyseur, et de s'affranchir des éléments parasites. Dans la suite, nous exploitons donc la mesure de capacité à 1MHz, après calibration systématique de l'appareil.

Programme de pilotage des essais électromécaniques. Nous avons écrit des scripts Matlab permettant de piloter l'ensemble du banc, c'est-à-dire le déplacement de l'indenteur, la configuration et l'acquisition des données à partir du multimètre numérique et de l'analyseur d'impédance, ainsi que la répétition de la mesure afin d'en caractériser la variabilité. Un déroulement typique d'un essai de caractérisation en compression est donné Figure 84. De même, une analyse en cisaillement peut être effectuée avec ce banc avec un déroulement similaire opérant un déplacement dans le plan x,y de l'indenteur.

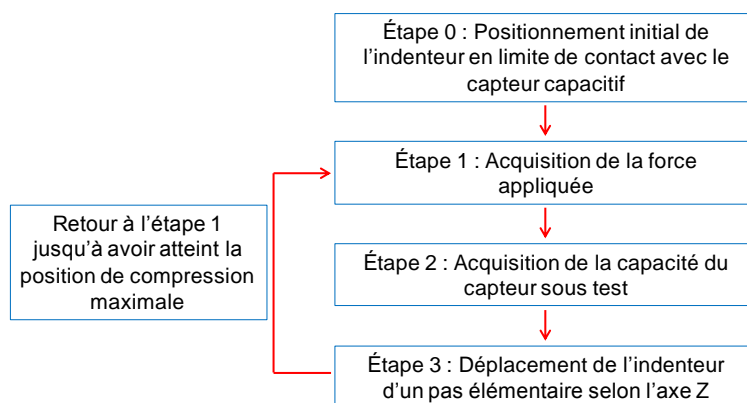


Figure 84. Déroulement d'un essai de caractérisation en compression

Le banc de caractérisation permet ainsi de multiplier la mesure, voire de caractériser automatiquement plusieurs capteurs placés sur une même matrice. Pour la caractérisation en compression, un déplacement du robot selon l'axe z est appliqué progressivement, et la force résultante est mesurée par le capteur de référence.

4.3.2 Caractérisation des micro-capteurs de pression normale

Caractérisation de micro-capteurs uniques

Nous considérons ici des échantillons de micro-capteurs de surface $3 \times 3 \text{ mm}^2$ et $4 \times 4 \text{ mm}^2$, fabriqués sur deux types de substrats (soit en verre soit en Kapton), et avec des épaisseurs de couche diélectrique de PDMS variant de $75 \text{ }\mu\text{m}$ à $660 \text{ }\mu\text{m}$. Nous mettons en œuvre le banc de caractérisation électromécanique présenté ci-dessus pour appliquer des forces de compression sur ces capteurs et lire la variation de capacité associée. La force de pression est appliquée à l'aide d'indenteurs cylindriques de section circulaire. Le rayon des indenteurs est choisi de sorte à ce que la surface de contact avec le capteur soit équivalente à la surface de l'électrode. Ceci conduit à choisir un rayon d'indenteur de $1,7 \text{ mm}$ pour appliquer une force de pression au capteur de $3 \times 3 \text{ mm}^2$, et un indenteur de rayon $2,2 \text{ mm}$ pour comprimer le capteur de $4 \times 4 \text{ mm}^2$. La Figure 85 présente les résultats de mesure de la variation de capacité en fonction de la force appliquée pour les différents échantillons de capteurs. Pour chaque point de mesure, la valeur affichée correspond à la valeur moyenne issue des vingt cycles de compression réalisés. Les barres d'erreur correspondent à deux fois l'écart type de la mesure estimé sur ces 20 cycles.

Nous observons que pour une même taille d'électrode, la variation de la capacité du capteur pour une force de pression donnée dépend de l'épaisseur de la couche diélectrique de PDMS. Par exemple, pour des électrodes de $3 \times 3 \text{ mm}^2$ (Figure 85-(a)), la variation de la capacité pour une force de compression de 7 N est 17% dans le cas d'une épaisseur de $600 \text{ }\mu\text{m}$, mais seulement de 5% dans le cas d'une épaisseur de $200 \text{ }\mu\text{m}$. La même observation peut être faite dans le cas des capteurs de $4 \times 4 \text{ mm}^2$ (Figure 85-(b)). Ceci est conforme avec les résultats présentés au chapitre 2 concernant l'étude de la compression du PDMS : la variation de la capacité pour la même compression dépend du rapport de forme du capteur.

Rappelons que le rapport de forme RF a été défini comme le rapport entre l'épaisseur d_0 et le rayon de l'indenteur a :

$$RF = \frac{d_0}{a}$$

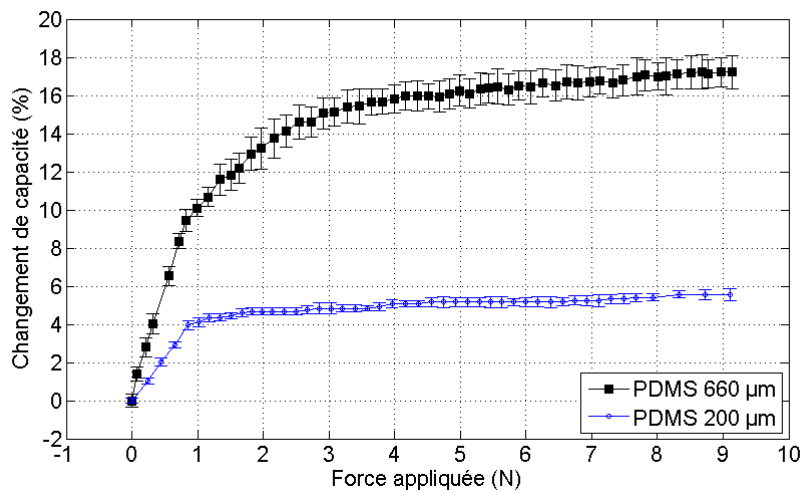
Chapitre 2-Eq. 6

Les capteurs caractérisés ici présentent des électrodes carrées. Pour calculer le RF associé à ces capteurs, nous déterminons préalablement un rayon équivalent :

$$a_{eq} = \frac{L}{\sqrt{\pi}} \tag{Eq. 37}$$

où L représente la longueur du côté de l'électrode carrée. Ce rayon permet de confondre le comportement du capteur carré avec celui d'un capteur circulaire présentant des électrodes de même surface.

(a) Capteur $3 \times 3 \text{ mm}^2$



(b) Capteur $4 \times 4 \text{ mm}^2$

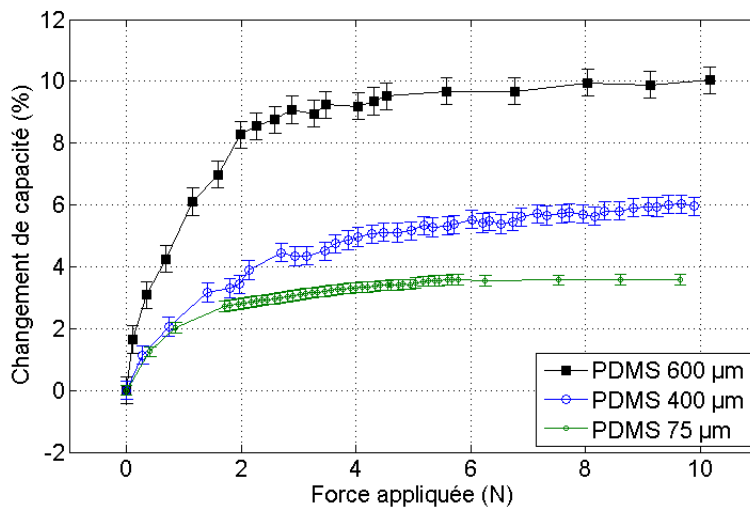


Figure 85. Variation de capacité en fonction de la force appliquée : (a) Capteurs $3 \times 3 \text{ mm}^2$ et (b) Capteurs $4 \times 4 \text{ mm}^2$

Finalement, les dimensions, les RF et les variations de capacités obtenues sous une pression de 10 N sont résumées dans le Tableau 18 pour différents échantillons de micro-capteurs. Nous constatons que les capteurs montrant la plus forte variation de capacité sous la force appliquée sont ceux dont le RF est le plus proche de $RF_{opt} = 1,45 \pm 7 \%$ qui avait été identifié au chapitre 2. Ces résultats confirment que la sensibilité des capteurs peut être ajustée à l'aide du rapport de forme.

Tableau 18. Résumé de la variation de capacité pour différences capteurs élémentaires.

Épaisseur de PDMS d_o (μm)	Dimensions électrodes (mm x mm)	a_{eq} (mm)	Rapport de forme (d_o / a_{eq})	Changement de capacité à 10 N ΔC (%)
75	4 x 4	2,2	0,033	4
200	3 x 3	1,7	0,118	5,5
400	4 x 4	2,2	0,178	6
600	4 x 4	2,2	0,267	10
660	3 x 3	1,7	0,388	17
Optimum déterminé par simulation et par indentation			1,45 \pm 7%	Max 37 % à 10 N

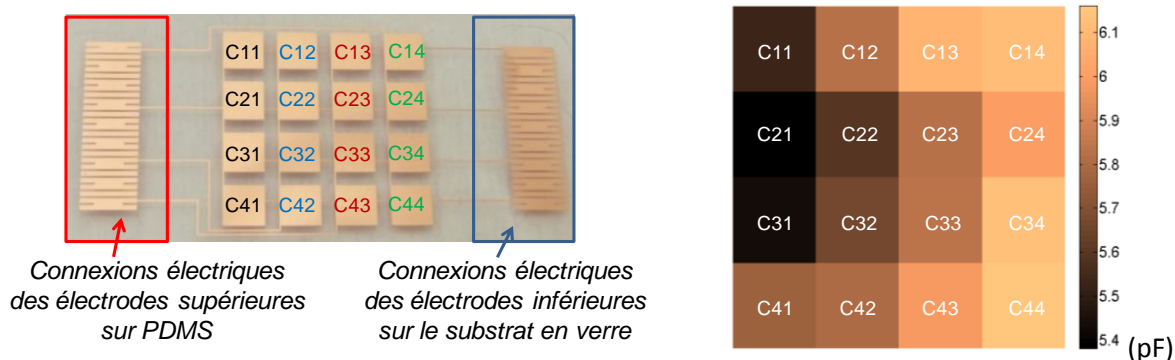
Caractérisation de micro-capteurs en matrice

Nous nous intéressons dans cette partie à la caractérisation électromécanique de micro-capteurs de pression normale organisés en matrices. Nous choisissons pour cela une matrice constituée de 16 capteurs 3 X 3 mm² fabriqués sur substrat de verre avec une épaisseur de PDMS moyenne de 45 μm (Figure 86-(a)).

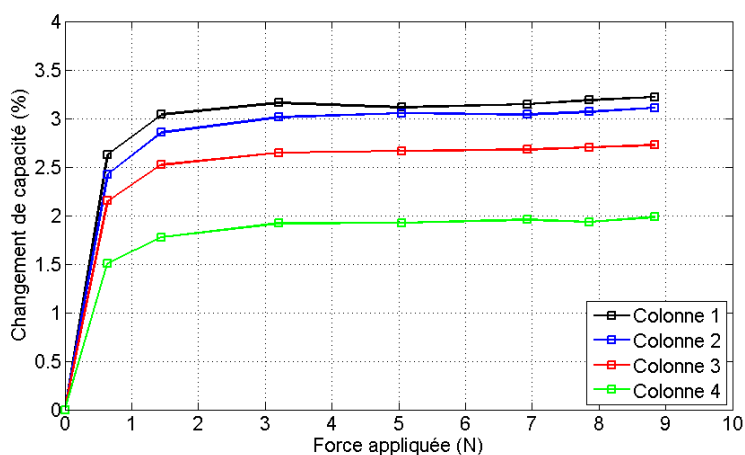
Influence de la position du capteur dans la matrice. La cartographie des valeurs de capacités à vide mesurées pour cette matrice est présentée Figure 86–(a). On peut observer que les capacités à vide les plus élevées sont situées du côté des connexions électriques de sortie déposées sur le substrat en verre (colonne 4), et les plus faibles sont observées du côté où les connexions électriques réalisées sur le PDMS. Ceci est dû à la dissymétrie gauche-droite du procédé de fabrication, déjà évoquée au paragraphe 4.1.3.

Par la suite, tous les capteurs élémentaires de la matrice sont caractérisés en charge. La force appliquée est progressivement augmentée jusqu'à 9 N. La Figure 86–(b) présente la variation de capacité de ces capteurs moyennée sur chaque colonne de la matrice, et 5 séries de mesures différentes. L'écart type des ces mesures est de $\pm 0,4 \%$.

Pour tous les capteurs, le changement de capacité est significatif jusqu'à un seuil de force d'environ 2 N, puis n'évolue que très peu au delà. Pour les capteurs de la colonne 4, le changement de capacité observé est plus faible que pour les autres colonnes. En effet, l'épaisseur de PDMS est réduite pour cette colonne, ce qui conduit à des capteurs présentant un RF plus éloignés de la valeur optimum $RF_{opt} = 1,45 \pm 7 \%$ et donc une sensibilité moindre de ces capteurs par rapport à ceux situés sur les autres colonnes.



(a)



(b)

Figure 86. (a) Cartographie des capacités à vide d'une matrice de capteurs $3 \times 3 \text{ mm}^2$ sur un substrat en verre. (b) Variations de capacité moyennées par colonnes et sur cinq mesures (écart type de $\pm 0,4 \%$)

Etude de la diaphonie. Pour évaluer la diaphonie entre capacités dans une matrice, la variation de capacité d'un capteur à vide est mesurée lorsqu'un capteur adjacent subit une charge de pression (Figure 87-a)). La Figure 87-b) présente la variation de capacité pour deux capteurs adjacents, l'un est sous charge et l'autre reste à vide. La capacité du capteur en charge évolue en fonction de la force appliquée, mais celle du capteur voisin reste quasiment inchangée (la variation maximum est de l'ordre de $0,2 \%$). Ces résultats montrent que la diaphonie peut être négligée.

Etude de l'influence de la déformation du capteur matriciel. Nous considérons dans cette partie une matrice de 9 capteurs avec des électrodes carrées de $3 \times 3 \text{ mm}^2$ fabriquée sur un substrat de Kapton (Figure 88). Nous mettons en évidence l'effet d'une déformation de la matrice sur la valeur du capteur à vide par une simple courbure du support Kapton. Pour une faible courbure, les capacités des capteurs restent quasiment inchangées. En revanche, avec une courbure présentant un rayon de courbure proche de 6 mm , les capacités à vide subissent une modification d'environ $3,4 \%$ de leur valeur initiale. Sous l'action de la courbure du Kapton, les deux faces de la couche de PDMS subissent des étirements différents qui peut conduire à une réduction locale de l'épaisseur de PDMS (compression) et à du cisaillement. Lorsque la matrice reprend sa forme initiale, les capacités à vide retrouvent leur valeur initiale. Cet essai montre d'une part que le capteur réalisé est robuste, et

d'autre part qu'il est possible de le faire travailler en cisaillement. Ce dernier point est abordé de façon plus approfondie dans le paragraphe 4.3.3.

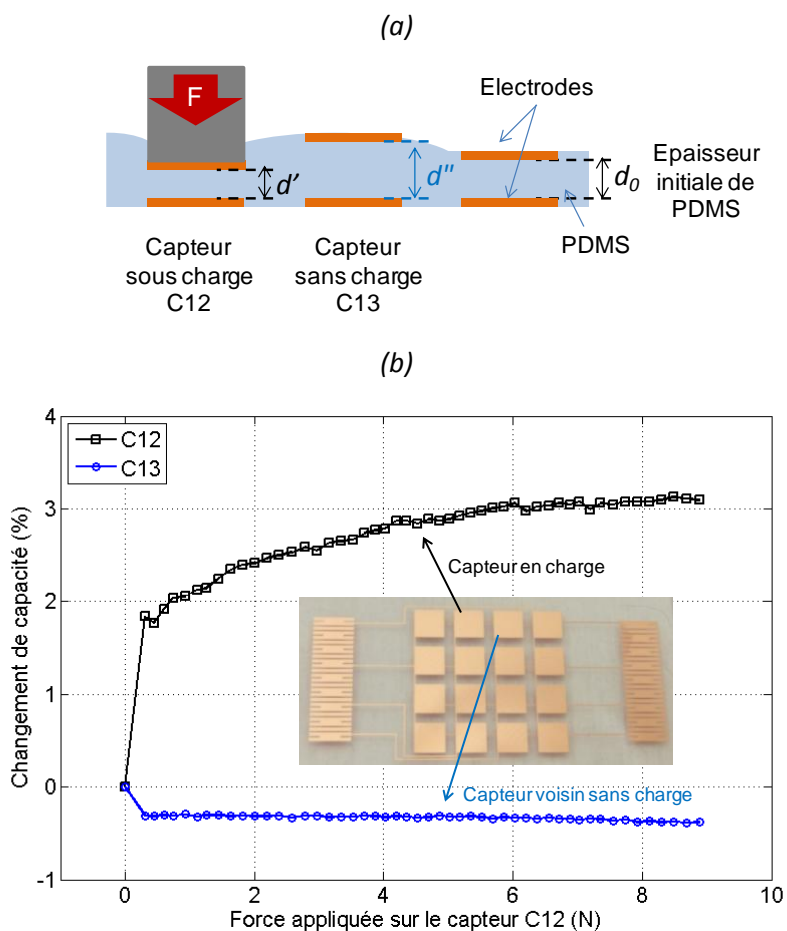


Figure 87. Evaluation de la diaphonie de capacité sur une matrice. (a) Configuration étudiée (b) Résultats expérimentaux

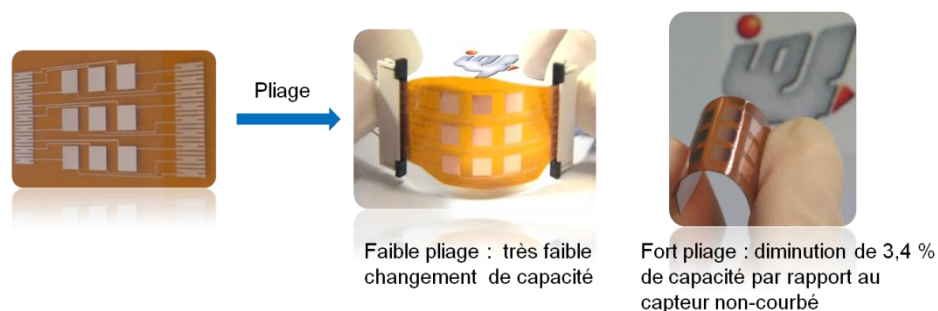


Figure 88. Pliage des capteurs sur un substrat en Kapton

Bilan de la caractérisation électromécanique en compression

Dans le chapitre 2 les simulations ont montré que les changements de capacité des capteurs utilisant un film de PDMS comme diélectrique déformable peuvent être ajustés en fonction de leur rapport de forme RF . Des analyses expérimentales de la déformation des films PDMS par micro-indentation et de la variation de capacité des macro-capteurs associés ont permis de valider ces résultats en pratique. La Figure 89 reprend ces résultats, en y intégrant ceux obtenus par la caractérisation des micro-capteurs. Nous pouvons constater que le comportement des micro-

capteurs suit celui prédit par la simulation et par les validations expérimentales préalables : la variation de capacité est accrue lorsque RF se rapproche de RF_{opt} .

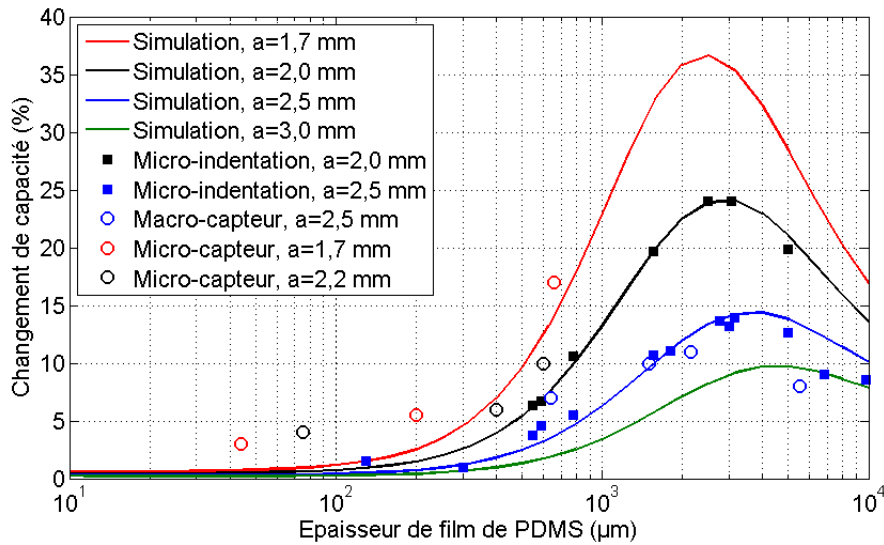


Figure 89. Résumé des résultats de changement de capacité en compression à 10N des micro-capteurs et macro-capteurs par comparaison avec la simulation et la micro-indentation du PDMS.

Nous remarquons également Figure 89 que les variations de capacité des micro-capteurs en charge sont systématiquement supérieures aux résultats prévus par la simulation. Cela peut être expliqué par la forme effective de la couche de PDMS dans les micro-capteurs après la fabrication. Dans la pratique, les électrodes des micro-capteurs sont en réalité enfouies dans la couche PDMS. Par rapport à la simulation et la micro-indentation qui ne prennent pas en compte la métallisation, la présence des électrodes confère à la couche de PDMS réelle un caractère structuré, comme le présente la Figure 90. Par ailleurs, la surface rugueuse des d'électrodes en contact avec le PDMS crée une micro-structuration additionnelle sur la couche de PDMS. Or, une couche de PDMS micro-structuré est susceptible d'augmenter la sensibilité d'un capteur d'un facteur 5 (Mannsfield *et al.*, 2010) par rapport à une couche de PDMS massive. Ces deux sources de légère structuration de la couche de PDMS réelle peuvent expliquer cet accroissement de variation de capacité. Les électrodes ayant une épaisseur de cuivre de 3 µm, cet effet de structuration est d'autant plus marqué que les capteurs ont des épaisseurs de PDMS faibles, comme on peut le remarquer Figure 89.

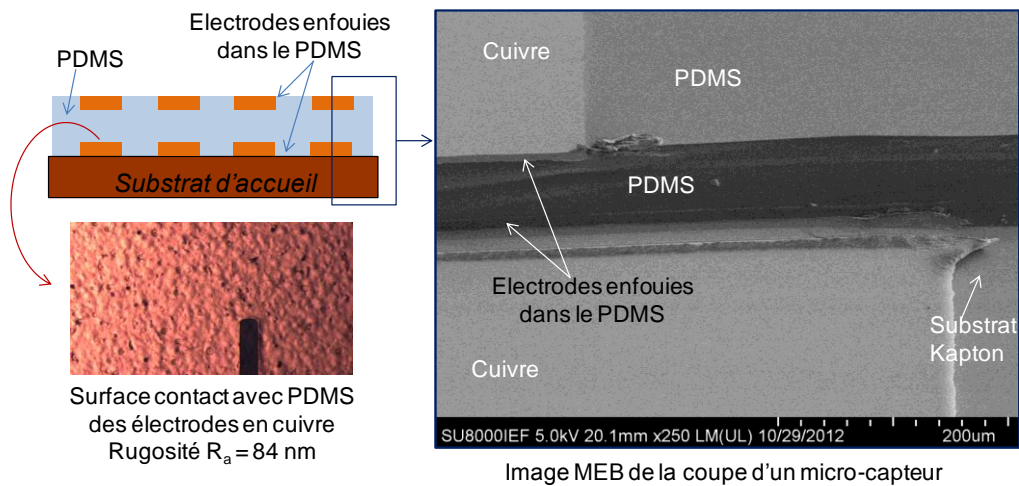


Figure 90. Observation de la couche PDMS dans les micro-capteurs

Pour finir, nous traçons Figure 91 le changement de capacité en fonction du RF sous une charge de compression de 10 N pour les micro-capteurs et les macro-capteurs considérés. Nous y faisons également apparaître le point optimum issu de la simulation. Dans le cas des macro-capteurs, le PDMS utilisé est une couche massive uniforme, et les électrodes ne sont pas enfouies dans le PDMS. En outre, la stabilité et la planéité des électrodes avec la couche de PDMS ne sont pas parfaitement assurées dans le cas des macro-capteurs. Ces éléments peuvent expliquer la plus faible variation de capacité de ces capteurs par rapport à celle des micro-capteurs, pour un même rapport de forme.

Pour conclure, nous pouvons dire que les résultats obtenus avec les micro-capteurs fabriqués sont cohérents avec les résultats de la simulation ; ils montrent que la sensibilité des capteurs peut être ajustée en fonction du rapport de forme de capteur. Les résultats présentés valident ainsi les qualités opérationnelles en compression des micro-capteurs de pression fabriqués, ainsi que les éléments de dimensionnement des capteurs de pression issus de l'étude du Chapitre 2.

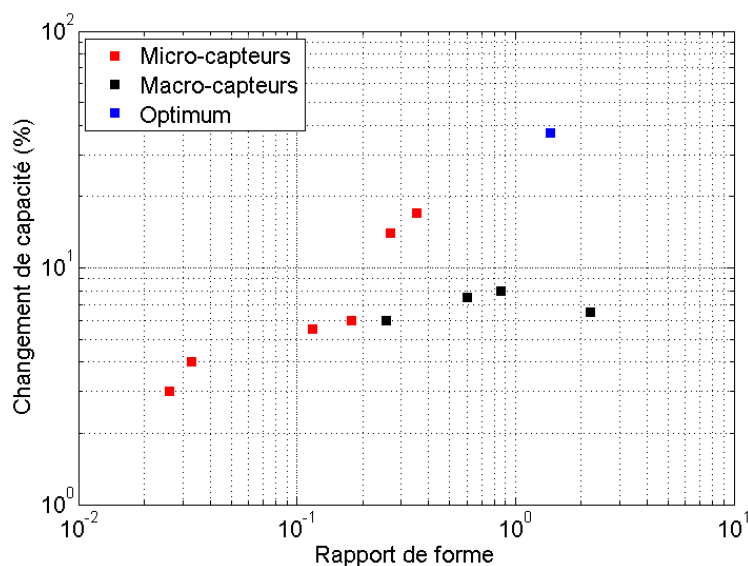


Figure 91. Changement de capacité en fonction du rapport de forme

4.3.3 Caractérisation du capteur matriciel à trois axes de sensibilité

Dans cette partie, nous nous intéressons à la caractérisation électromécanique du capteur matriciel à trois axes de sensibilité. Plus précisément, nous vérifions les caractéristiques opérationnelles d'une unité élémentaire de mesure de pression tridimensionnelle. Nous exploitons le banc de caractérisation électromécanique pour caractériser un capteur élémentaire de pression normale Z, puis un capteur de cisaillement X ou Y (Figure 7).

Caractérisation électromécanique d'un capteur élémentaire Z.

Nous caractérisons dans cette partie le capteur de pression normale élémentaire Z. Rappelons que ce capteur présente une épaisseur de film de 100 μm et une surface de 2,2 mm \times 2,2 mm. Nous utilisons un indenteur de rayon 2,8 mm afin de disposer d'une surface d'application de la force identique à la surface totale de l'unité élémentaire de mesure du capteur 3 axes. Les résultats de caractérisation sont présentés dans la Figure 92. Les points expérimentaux résultent d'une moyenne effectuée sur trois cycles de compression. L'écart type estimé est de l'ordre de 1 %.

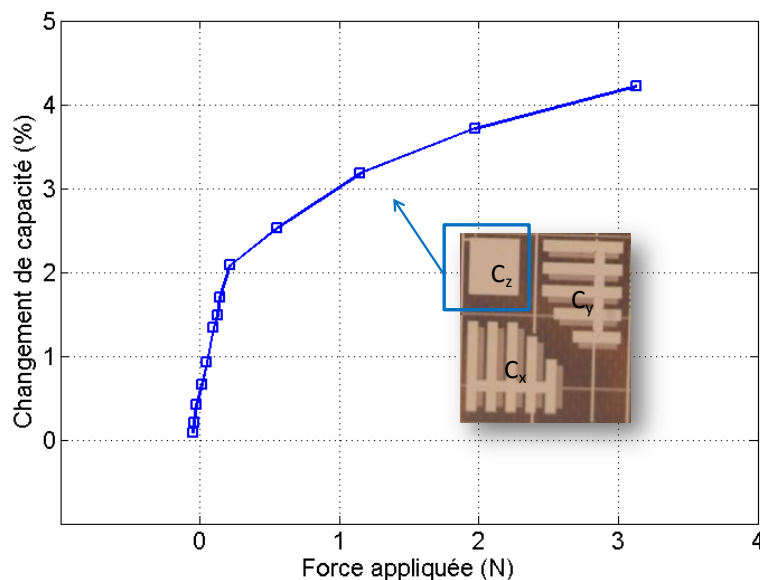


Figure 92. Caractérisation en compression du capteur élémentaire de pression normale C_x .

Nous constatons qu'une variation de capacité supérieure à 4 % est obtenue pour une force appliquée de 3 N. Ceci est un résultat cohérent avec la caractérisation des autres micro-capteurs de pression (Figure 89) et avec les résultats attendus pour ce type de capteur (Chapitre 2). Ces résultats valident les performances opérationnelles du capteur C_z .

Caractérisation électromécanique d'un capteur élémentaire de cisaillement.

Dans ce paragraphe nous caractérisons un capteur élémentaire de cisaillement X en mettant en œuvre le banc de caractérisation électromécanique équipé d'un indenteur de rayon 2,8 mm. A nouveau, ce rayon est choisi pour que la surface d'application de la force de cisaillement soit égale à la surface totale S de l'unité élémentaire de mesure du capteur 3 axes, c'est-à-dire $S=25 \text{ mm}^2$. Par ailleurs, il a été choisi de fabriquer l'indenteur en Teflon avec un profil arrondi afin de ne pas endommager la surface du capteur sous test lors de déplacements dans le plan x,y . Pour mettre en œuvre la caractérisation en cisaillement, nous comprimons tout d'abord le capteur sous une force normale de 1,5 N, afin de limiter le glissement entre l'indenteur et le capteur à tester lors de l'application de la force de cisaillement.

Les résultats de la caractérisation sont présentés Figure 93. Les points expérimentaux correspondent à des mesures de variation de capacités moyennées sur trois cycles de cisaillement. L'écart type obtenu pour ces trois acquisitions est de l'ordre de 1 %. La variation de capacité atteint 6% pour une force de cisaillement appliquée supérieure à 4 N. Un ajustement linéaire effectué sur ces acquisitions permet d'estimer une sensibilité moyenne de 1,4 % / N. Une extrapolation linéaire permet d'estimer la variation de capacité de ce capteur pour une force de cisaillement supérieure :

$$|\Delta C_{x\%}| \approx 19,6 \% \text{ pour } F = 14 \text{ N}$$

Cette valeur est à rapprocher de la valeur pré-déterminée au chapitre 2 pour ce capteur, à partir de l'analyse de cisaillement du PDMS (paragraphe 5.4) :

$$|\Delta C_{x\%}| = 23 \% \text{ pour } F = 14 \text{ N } (G = 800 \text{ kPa})$$

Nous constatons une bonne concordance des valeurs trouvées, qui valide la prédétermination effectuée au chapitre 2, et la qualité opérationnelle du micro-capteur de cisaillement fabriqué.

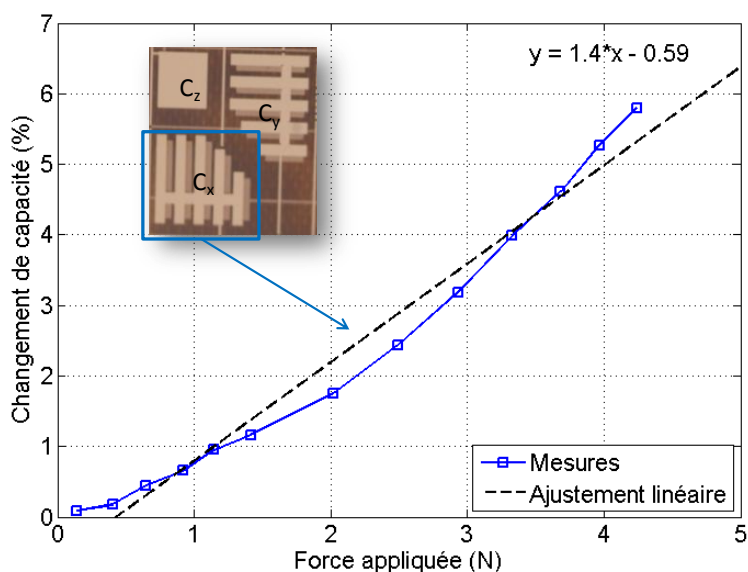


Figure 93. Variation de capteur cisaillement en fonction de force appliquée

Enfin, notons que la sensibilité du capteur de cisaillement est proche de celle obtenue dans la littérature qui est de 1 % / N dans le systèmes de (Surapaneni *et al.*, 2013) et de 1,3 % / N dans la système développé par (H.-K. Lee *et al.*, 2011).

4.4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons procédé à la caractérisation des micro-capteurs de pression souples fabriqués par la technique de transfert de film. Pour ce faire, nous avons développé un banc de caractérisation électromécanique permettant de mesurer la variation de capacité des micro-capteurs en fonction de la force de compression ou de cisaillement appliquée. Ensuite, nous avons procédé à la caractérisation de micro-capteurs de pression normale uniques, étudié l'influence de l'organisation des capteurs en matrices, puis nous terminons le chapitre par une caractérisation des capteurs à trois axes de sensibilité. Les résultats obtenus valident la qualité du procédé de fabrication et les performances opérationnelles des capteurs fabriqués. Ils valident également l'étude des propriétés mécaniques des films de PDMS menée au chapitre 2. En effet, pour ce qui concerne les performances de pression normale, le comportement réel des micro-capteurs de pression est très proche du comportement pré-déterminé. Toutefois, une sensibilité supérieure pour les capteurs réels a été observée et attribuée à une forme de structuration du film de PDMS non prise en compte dans les simulations. Des études complémentaires par simulation permettraient de confirmer cette interprétation et d'affiner le dimensionnement des capteurs réels.

Par ailleurs, les caractérisations électro-mécaniques des micro-capteurs ont confirmé qu'il est possible d'optimiser la sensibilité du capteur en jouant sur le rapport de forme du capteur. En effet, pour une taille d'électrode de $3 \times 3 \text{ mm}^2$, le changement de capacité du capteur fabriqué passe de 5% à 17% lorsque le facteur de forme passe de $RF = 0,03$ à $0,39$. Par ailleurs, l'étude du dimensionnement de ces capteurs effectuée au Chapitre 2 montrait que le changement de capacité pouvait atteindre 37% pour un RF optimal ($RF = 1,45$). En outre, Il faut remarquer que la sensibilité

des capteurs peut être encore augmentée si l'on réduit la taille de l'électrode. En effet, si nous effectuons les simulations des variations de capacité obtenues pour des capteurs présentant des électrodes correspondant à des rayons d'indentation compris entre 0,5 mm et 3 mm, des épaisseurs de films de PDMS compris entre 10 μm et 10 mm et une force de compression de 10 N, nous obtenons les courbes de la Figure 94. Dans ce graphique, nous excluons les capteurs dont le dimensionnement conduirait à des capacités initiales inférieures à 0,3 pF, car celles-ci sont plus difficiles à mesurer. Par ailleurs, nous excluons les zones de fonctionnement conduisant à des déformations du PDMS supérieures à 50%, afin de rester dans les limites d'élasticité du matériau. Enfin, nous excluons les capteurs dont la fabrication nécessiterait une couche de PDMS inférieure à 25 μm , qui est difficile à obtenir en pratique. Dans la zone restante, nous voyons qu'il est possible de concevoir des capteurs de dimensions réduites (par exemple $a = 0,5$) dont le changement de capacité peut atteindre 100%, tout en restant réalisable en pratique.

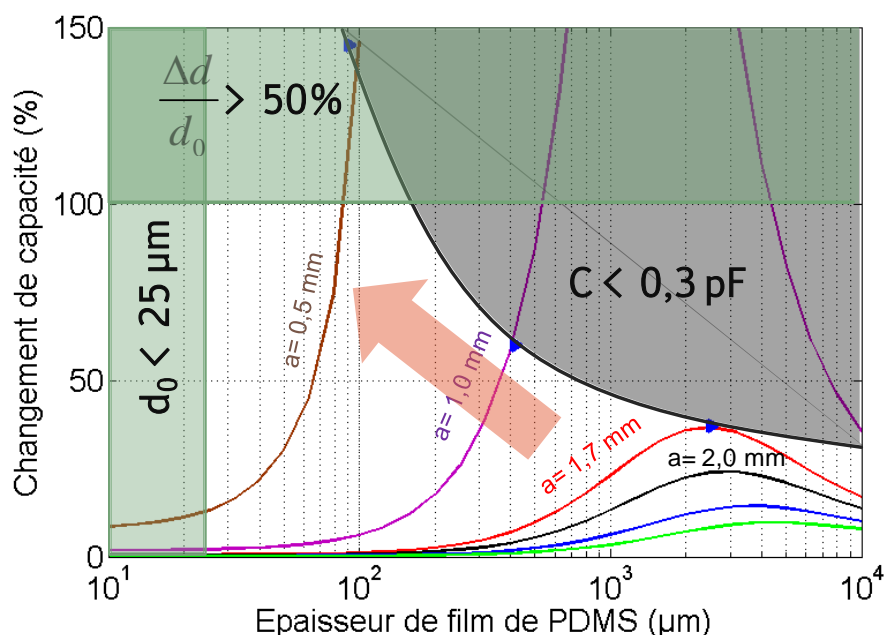


Figure 94. Possibilités d'optimisation de la sensibilité des capteurs de pression normale

Pour ce qui concerne les capteurs de cisaillement, les caractérisations effectuées valident également les performances opérationnelles des capteurs. Une étude par simulations numériques tridimensionnelles serait nécessaire pour analyser de manière plus fine le phénomène de cisaillement local sur un film de PDMS massif, et dimensionner plus précisément le comportement des micro-capteurs de cisaillement. Toutefois, nous avons pu constater qu'un dimensionnement approché exploitant le module de cisaillement déterminé de manière expérimentale conduisait à une prédétermination des capteurs de cisaillement acceptable.

Enfin, pour conclure pleinement sur les qualités opérationnelles des capteurs fabriqués, des essais réalisés dans des conditions proches d'utilisation réelles devront être mis en œuvre. Parmi ceux-ci, des essais permettant d'investiguer les effets des variations de température et d'humidité sur les performances des capteurs doivent être menés. En outre, des essais mécaniques destinés à éprouver la robustesse et la réponse des capteurs à des sollicitations dynamiques doivent être entrepris. Toutefois, notons que le travail effectué jusqu'ici a permis d'établir une méthodologie de dimensionnement de micro-capteurs capacitifs de pression souple, qui nous l'espérons sera utile pour la conception et la réalisation de futurs capteurs dédiés à des applications ciblées.

Chapitre 5
Procédés de collage réversible de composants
PDMS

5.1 Introduction

Le contrôle de l'adhérence du PDMS est un problème technologique qui apparaît dans la réalisation de nombreux composants. Nous avons vu par exemple dans le chapitre 3 que pour la réalisation des micro-capteurs par transfert de films, il était nécessaire d'obtenir une adhérence forte au substrat d'accueil et une adhérence faible au substrat donneur. Pour aller plus loin dans cette problématique, nous abordons ici le problème du packaging réversible de micro-dispositifs à base de PDMS destinés à des applications biomédicales et notamment microfluidiques. Il s'agit d'une étude périphérique par rapport à la thématique centrale de ma thèse. En effet, nous intéressent au collage PDMS-PDMS, il nous a semblé intéressant d'aller plus en avant dans l'étude du procédé afin de pouvoir mettre en œuvre un procédé de collage PDMS-PDMS capable de supporter la pression dans un canal microfluidique mais cependant non permanent pour permettre un rinçage de la puce très efficace permettant la mise en œuvre de dispositifs plastiques réutilisables. L'étude du collage réversible effectuée dans ces travaux a fait l'objet d'une collaboration entre des chercheurs de l'équipe BIOMIS du Laboratoire SATIE – ENS de Cachan⁶ et de l'équipe Microsystèmes pour Applications Biomédicales de l'IEF. Elle a conduit à deux publications collaboratives (Cao *et al.*, 2015; Dinh *et al.*, 2015).

Aujourd'hui, les dispositifs micro-fluidiques sont largement utilisés pour la chimie analytique et les biotechnologies (Fürjes *et al.*, 2014; McDonald and Whitesides, 2002). Par rapport aux instruments analytiques traditionnels, ces dispositifs présentent de nombreux avantages comme une consommation de réactifs réduite, un temps d'analyse plus court, et un environnement plus facilement contrôlé (Sui *et al.*, 2007). Un dispositif micro-fluidique est en général fabriqué par collage d'un micro-canal en polymère sur la surface active d'un substrat (Rasponi *et al.*, 2010). Ce dernier peut être une simple surface plane ou bien être associé à un circuit intégré. Dans la fabrication des dispositifs micro-fluidiques, le PDMS est l'un des polymères les plus utilisés. Ceci peut être expliqué par ses excellentes propriétés physiques et chimiques, la transparence dans le visible nécessaire aux biologistes pour l'observation au microscope et la flexibilité (Neethirajan *et al.*, 2011). De plus, la conception et la fabrication d'un réseau de canaux PDMS sont relativement simples grâce au procédé de moulage par réplique sur moule de SU-8 (Chung *et al.*, 2004; McDonald *et al.*, 2000).

Grâce aux propriétés adhésives du PDMS et à l'activation facile de sa surface (Duffy *et al.*, 1998), des substrats constitués de différents matériaux tels que le PDMS, le verre, le Si, le SiO₂, le quartz, le polystyrène, ou le polyéthylène..., peuvent être utilisés. Mais le collage d'un canal PDMS à un substrat est généralement irréversible, c'est à dire qu'on ne peut plus détacher les deux parties sans les endommager une fois que celles-ci ont été collées.

Le développement d'une technique de collage réversible, permettant de répéter le cycle montage/démontage des dispositifs, constitue un enjeu important car celui-ci permet de séparer les deux parties d'une puce micro-fluidique pour un meilleur nettoyage et/ou le remplacement d'une partie du dispositif. Cette technique est particulièrement souhaitable dans le cas où la fabrication des substrats avec des capteurs intégrés ou des bio-puces est complexe et coûteuse, telles par exemple

⁶ Equipe BioMicroSystèmes, Laboratoire des Systèmes et Applications des Technologies de l'Information et de l'Energie, UMR CNRS 8029, Ecole Normale Supérieure de Cachan.

que des micro-électrodes (X. Chen *et al.*, 2006), ou des micro-bobines pour le piégeage ou l'analyse magnétique (Ramadan *et al.*, 2006).

5.2 Etude bibliographique

Dans la littérature, les méthodes de collage réversible peuvent être classées en quatre catégories: (1) le collage par la voie mécanique (par exemple via le pincement et l'aspiration), (2) le collage par force magnétique, (3) le collage par une couche adhésive intermédiaire, et (4) le collage par un traitement de plasma d'oxygène.

Le collage réversible par la voie mécanique peut être effectué de la façon suivante. Deux pinces (plexiglas) sont utilisées pour fixer deux substrats dans la position souhaitée. Les substrats sont ensuite serrés par des vis (Q. Chen *et al.*, 2013; Khademhosseini *et al.*, 2005; Wittig *et al.*, 2005). Ce principe est illustré sur la Figure 95-a. Dans ces dispositifs, il faut percer des substrats en verre pour opérer des connexions de micro-canaux. Une solution alternative consiste à appliquer, durant tout le temps d'utilisation du dispositif, une aspiration à travers une matrice de micro-canaux additionnels destinée au collage par dépression du micro-canal et du substrat (Figure 95-b) (Le Berre *et al.*, 2006). Cette technique permet de travailler avec une pression allant jusqu'à 100 kPa dans le canal sans qu'aucune fuite n'apparaisse (Q. Chen *et al.*, 2013). Ces procédés mécaniques sont très bien adaptés aux applications chimiques et biologiques parce qu'elles n'utilisent pas de traitement de surface (Anwar *et al.*, 2011). En revanche, leur inconvénient principal réside dans la nécessité de concevoir des pinces mécaniques spécifiques ou de réaliser une matrice de micro-canaux supplémentaires pour le collage par dépression. Elles présentent de plus un encombrement important qui peut être problématique dans le cas de composants micro-fluidiques multicanaux déjà eux-mêmes volumineux (Anwar *et al.*, 2011).

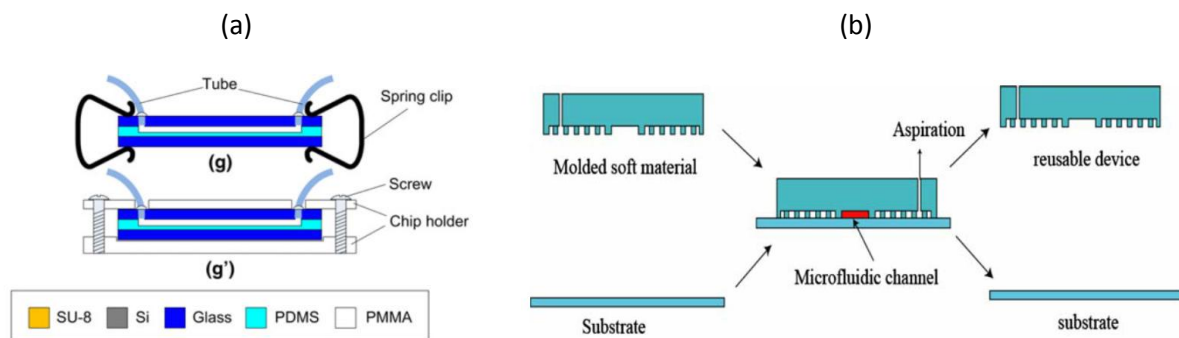


Figure 95. Exemples de collage réversible par un la voie mécanique : (a) Système de pincement (Q. Chen *et al.*, 2013) ; (b) Système d'aspiration par un réseau de canaux supplémentaires (Le Berre *et al.*, 2006)

Le collage réversible par force magnétique est généralement mis en œuvre en exploitant des matériaux magnétiques constituant le canal et le substrat. Dans le travail de (Rasponi *et al.*, 2010), un matériau magnétique (il peut par exemple s'agir de PDMS mélangé à une poudre de fer) est injecté dans des cavités additionnelles pratiquées dans le capot du dispositif, puis l'ensemble est placé sur un substrat intégrant une plaque aimantée (Figure 96-a). La Figure 96-b présente la couche de PDMS magnétique et une plaque aimantée pour fixer un substrat, d'après les travaux de (Rafat *et al.*, 2009). Cette technique permet de travailler avec une pression allant jusqu'à 145 kPa. Cependant, elle ne convient pas dans certaines applications spécifiques, où de nanoparticules magnétiques au sein du canal peuvent être utilisées pour de la séparation, de la capture ou de l'analyse.

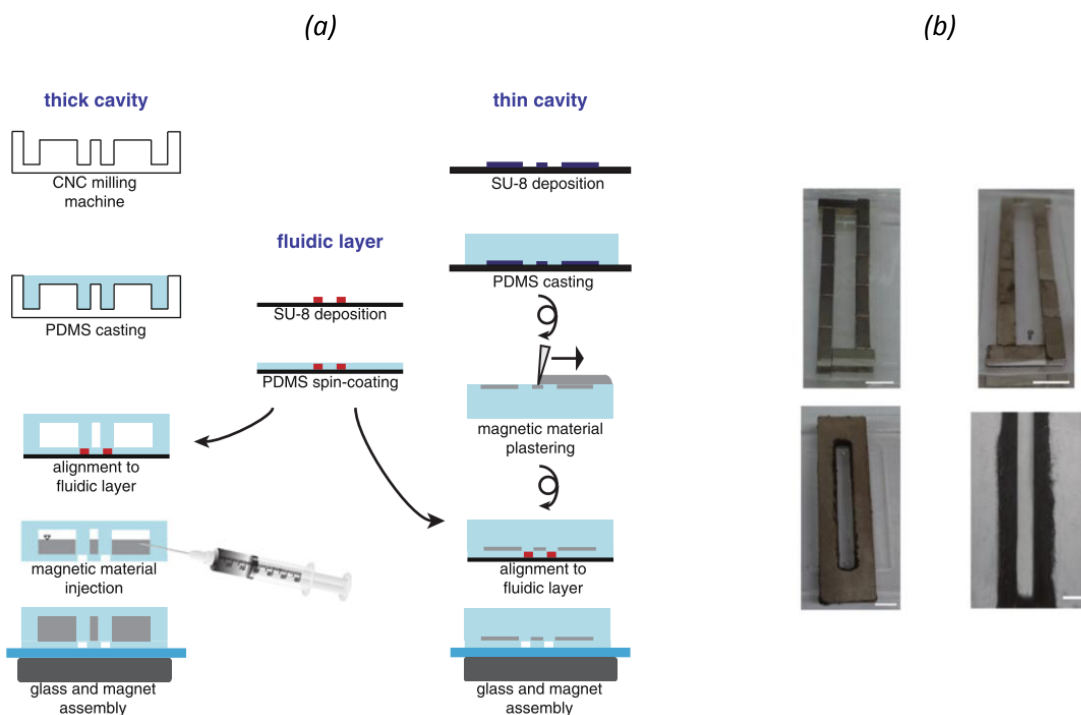


Figure 96. Collage réversible par une force magnétique : (a) Procédé de fabrication des composants micro fluidiques composés des parties magnétiques (Rasponi *et al.*, 2010). (b) Une plaque magnétique et une couche de PDMS mélange avec un matériau magnétique (Rafat *et al.*, 2009).

Une couche intermédiaire peut également constituer une colle réversible entre un canal et un substrat (Cai and Neyer, 2010; Chong *et al.*, 2005; Vezy *et al.*, 2011). (Cai and Neyer, 2010) utilise un matériau synthétisé à base de siloxane sur différents types de substrat (verre, PDMS, cuivre ou FR4) pour coller un canal de PDMS (Figure 97-a). De la même manière, (Chong *et al.*, 2005) utilisent des multicouches à base d'acrylique ou de phénolique (Figure 97-b). Les dispositifs obtenus peuvent fonctionner à des pressions jusqu'à 100 kPa sans fuite.

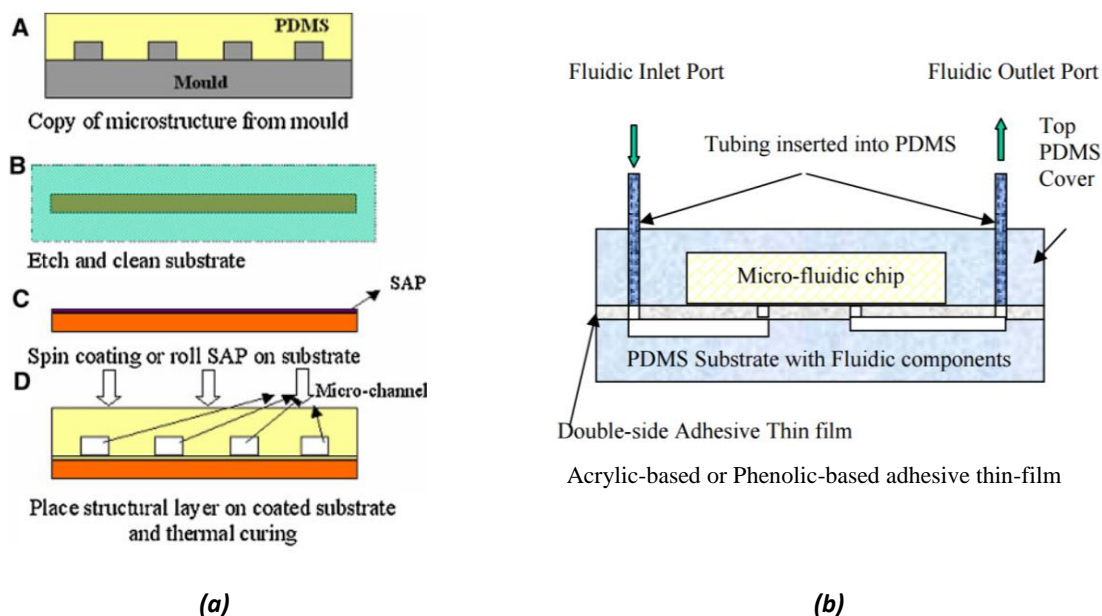


Figure 97. Exemple de collage réversible par une couche adhésive : (a) couche d'un promoteur d'adhérence de surface à base de siloxane (Cai and Neyer, 2010); (b) couche à double face d'adhérence (Chong *et al.*, 2005)

Une technique combinée utilisant à la fois une couche adhésive et un traitement par plasma d'oxygène est utilisée dans les travaux de (Vezy *et al.*, 2011) pour former une liaison réversible d'un canal en PDMS sur différents substrats utilisant le methylphenylmethoxy diméthyl-siloxane (DMPMS) comme un matériau adhésif. C'est un matériau à base de silicone destiné généralement à des revêtements pour la protection de circuits imprimés (PCB) ou d'autres substrats électroniques mais qui semble être bien adapté à un usage dans des puces microfluidiques. Le DMPMS présente des propriétés similaires au PDMS, comme la transparence dans le visible, la faible réactivité chimique, une technologie facile comme la possibilité de le déposer par centrifugation (spin-coating), la possibilité de traitement à température ambiante, la haute adhérence à la plupart des substrats et des matières ordinaires et un coefficient de dilatation thermique élevé proche de celui du PDMS (Tableau 19). Ces propriétés assez semblables font de lui un bon candidat pour être utilisé conjointement avec le PDMS. De plus, l'utilisation de DMPMS par spin-coating permet de produire des films plus minces qu'avec le PDMS en raison de sa plus faible viscosité.

Tableau 19. Propriétés du PDMS et du DMPMS

Propriétés	PDMS	DMPMS
Mélange	Deux composants : pré-polymère et réticulant	Un seul composant
Optique	Transparent	Translucide
Module d'Young (massif)	500 à 3000 kPa	105 kPa
Perméabilité	<ul style="list-style-type: none"> - Imperméable à l'eau - Perméable aux gaz - Non polaire pour des organiques solvants 	
Réactivités	Non réactifs avec les produits chimiques et les solvants communs	
Toxicité	Non	Non
Angle de contact (eau)	110°	103°
Viscosité (cP)	3900	350
Température d'utilisation	-45 °C à 200 °C	

5.3 Objectifs

Nous avons décidé d'étudier ce matériau plus à fond afin de savoir s'il était plus simple de contrôler l'adhérence interfaciale plus facilement qu'avec le PDMS. Aussi, deux méthodes sont investiguées et développées dans ce chapitre :

- ✓ Une méthode de type « Stamp-and-Stick » en utilisant le DMPMS comme couche adhésive. Cette méthode est développée et caractérisée pour le collage réversible d'un canal PDMS avec deux types de substrat (verre ou verre recouvert d'une fine couche PDMS).
- ✓ Une méthode « plasma d'oxygène » utilisant un traitement de plasma d'oxygène pour activer la surface de PDMS, et former un collage réversible entre deux surfaces de PMDS. Un canal de PMDS et un substrat en verre recouvert d'une fine couche de PDMS sont utilisés ici.

5.4 Méthodologie et protocoles expérimentaux développés

5.4.1 Dispositifs micro-fluidiques de test

Un dispositif de test très simple est réalisé pour cette étude. Il est composé de deux parties : un capot de PDMS comportant un micro-canal et un substrat de verre recouvert ou non de PDMS fin déposé par spin coating (Figure 100).

Les dimensions du micro-canal sont une hauteur de 50 μm , une largeur de 500 μm et une longueur de 3 cm.

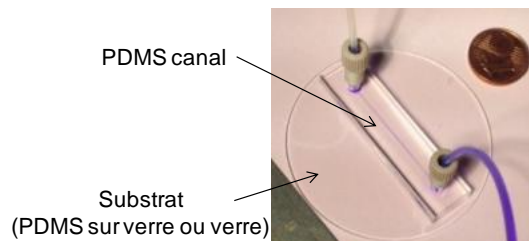


Figure 100. Dispositif microfluidique utilisé comme support de l'étude

5.4.2 Méthodologie développée et protocole expérimentaux

La Figure 101 résume les principales étapes du protocole expérimental utilisé pour les deux procédés. Celui-ci inclut :

- La fabrication des deux parties de la puce micro-fluidique : le canal de PDMS et le substrat
- L'étape de scellement : dans le cas de la méthode « Stamp-and-Stick », le DMPMS est utilisé comme une couche adhésive ; pour la deuxième méthode, le plasma d'oxygène est utilisé pour activer les deux surfaces de PDMS.
- Un traitement thermique réalisé pour l'ensemble des deux parties
- Un test de fuite nécessaire pour vérifier l'étanchéité des dispositifs obtenus.
- Le décollage des deux parties
- Le rinçage à l'éthanol avant réutilisation pour le cycle suivant. Le procédé est renouvelé jusqu'à ce que les deux parties ne puissent plus être décollées sans dommage.

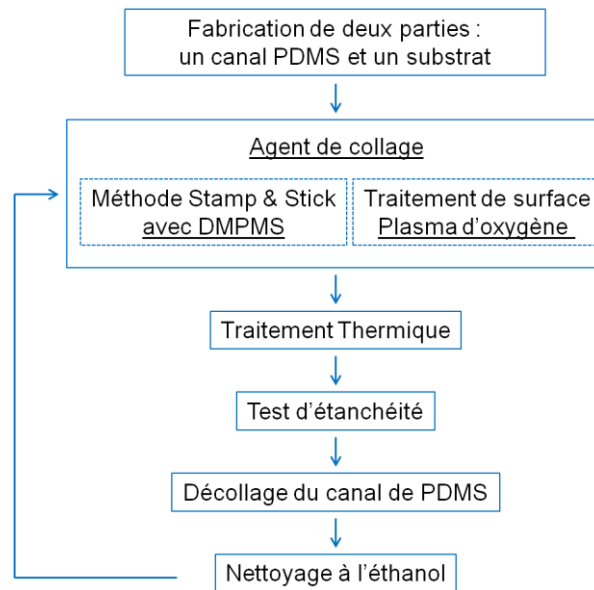


Figure 101. Protocole expérimental de collage réversible des composants PDMS pour les deux techniques développées

Chaque étape de ce protocole expérimental est détaillée dans les paragraphes suivants.

5.4.3 Fabrication des puces micro-fluidique

Le PDMS utilisé est synthétisé avec un ratio de pré-polymère/réticulant de 10:1. Comme présenté dans le chapitre 2, ces deux composants sont mélangés manuellement, puis un dégazage sous vide de 30 minutes est effectué pour éliminer les bulles d'air qui apparaissent alors.

Les substrats de verre simples utilisés ont une épaisseur de 1 mm (type BK-7) et sont nettoyés et utilisés directement, sans traitement spécifique. Pour des substrats avec une couche de PDMS, le mélange de pré-polymère/réticulant est déposé sur un substrat de verre, puis le tout est traité à 75°C pendant 1h dans une étuve.

La Figure 102 montre le principe du procédé de fabrication d'un canal PDMS. Tout d'abord, un moule en résine SU-8 3050 (MicroChem Corp) est réalisé sur un substrat en silicium. Un film de SU-8 de 50 μm est déposé par spin-coating sur un substrat silicium. Un pré-recuit est alors réalisé sur une plaque chauffante à 95°C pendant 15 minutes (Figure 102-a). Ensuite, la couche de SU-8 subit une insolation à l'UV avec une dose de 250 mJ/cm^2 à travers un masque en utilisant une lithographie optique. Un post-recuit à 65°C pendant 1 minute au four et à 95°C pendant 4 minutes sur une plaque chauffante est appliqué immédiatement après l'insolation. La résine est développée dans un bain de « SU8 developer » pendant 5 minutes, rincée à l'isopropanol et séchée afin d'obtenir le « master » en SU-8 (Figure 102-b). Le mélange de pré-polymère/réticulant de PDMS est alors coulé sur le moule SU-8 placé au fond d'un récipient, et l'ensemble est recuit dans un four à 75°C pendant 2 heures (Figure 102-c). Le PDMS durcit et prend ainsi les formes du moule. Finalement le PDMS recuit est démoulé du moule SU-8, et découpé à la forme désirée pour constituer le capot PDMS avec le micro-canal. L'entrée et la sortie du canal sont percées manuellement à l'aide d'un tube en aluminium de diamètre de 2 mm (Figure 102-d).

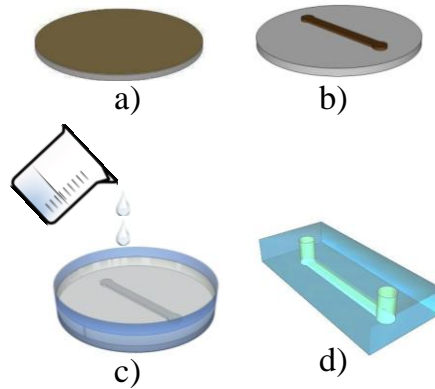


Figure 102. Procédé de fabrication d'un canal en PDMS

5.4.4 Agent de collage

Cas de la méthode « Stamp-and-Stick »

La Figure 103 présente la technique de tamponnage (stamp and stick) permettant de recouvrir le capot de PDMS avec l'agent de collage DMPMS. Une couche DMPMS d'épaisseur de 7 μm est préalablement déposée par une tournette à 5000 rpm pendant 90 s sur un substrat en verre de 2 pouces (Figure 103-a). Ensuite, le capot de PDMS est tamponné sur cette couche de DMPMS (Figure 103-b), puis immédiatement placé sur le substrat auquel il doit être collé (Figure 103-c). Ce dernier peut être un simple substrat de verre, ou un substrat de verre recouvert d'une couche de PDMS. L'ensemble subit ensuite un traitement thermique destiné à recuire le DMPMS. Le collage est éventuellement effectué sous une charge de 0,7 kg placée sur le capot de PDMS pour améliorer l'adhérence des deux parties. Cette charge correspond à une pression d'environ 3,5 kPa (Figure 103-d).

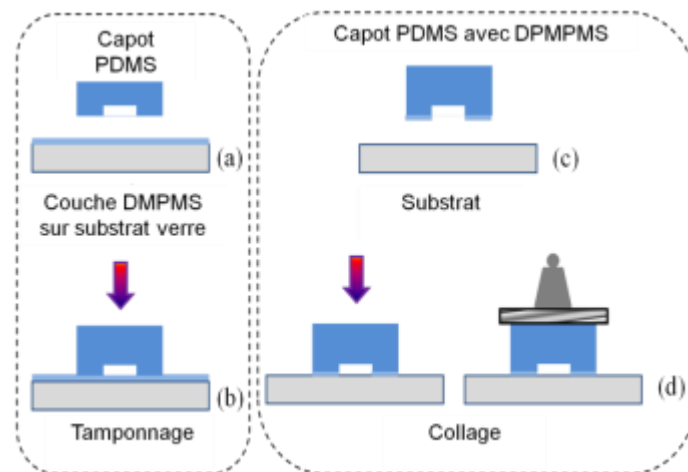


Figure 103. Technique « Stamp-and-Stick » utilisant le DMPMS.

Le cas de la méthode « plasma d'oxygène »

Dans le cas de la méthode « plasma d'oxygène », les deux surfaces PDMS du capot et du substrat sont activées par un plasma d'oxygène en utilisant un réacteur de type délaqueur Pico. La pression dans l'enceinte est fixée à 500 mTorr pour tous les tests. Deux techniques sont testées pour le collage. Dans la première, les deux parties sont mises en contact immédiatement après le traitement au plasma avant de subir le traitement thermique (voir la partie 5.4.5). Dans la seconde,

une goutte de solvant (éthanol) est ajoutée sur la surface PDMS du substrat avant la mise en contact les deux parties. Cette phase joue un rôle de lavage, qui permet de supprimer certains segments libres grêles générés par l'action du plasma sur les surfaces des PDMS. Ce traitement génère une force de liaison plus faible entre les deux surfaces de PDMS qui facilitera l'étape de pelage du capot PDMS.

5.4.5 Traitement thermique

Dans le cas des puces micro-fluidiques utilisant le DMPMS comme agent de collage, après mise en contact du capot et du substrat, l'ensemble est placé dans un four à 70 ° C pendant 4 heures (avec ou sans une charge).

Dans le cas des puces micro-fluidiques fabriquées par la méthode « plasma d'oxygène », les deux surfaces de PDMS sont mises en contact et subissent un traitement thermique dans un four. Différents essais faisant varier les paramètres principaux de réalisation de cette étape, comme la température et la durée du recuit, sont effectués afin de déterminer les conditions fabrications optimales.

5.4.6 Test d'étanchéité

Un test de fuite est effectué après le traitement thermique afin d'évaluer la fiabilité des dispositifs obtenus. Comme présenté Figure 104, de l'eau colorée est injectée dans le canal, à l'aide d'une pompe hydraulique à débit contrôlé. La pression maximale à l'entrée du micro-canal peut être calculée à partir du débit volumique mesuré (Oh *et al.*, 2012; Stone *et al.*, 2004).

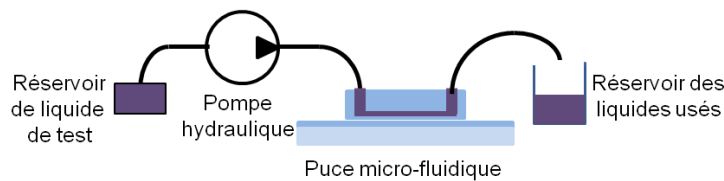


Figure 104. Schéma de test d'étanchéité

La différence de pression entre l'entrée et la sortie du canal Δp peut être calculée à partir du débit volumique mesurée Q , en utilisant la loi de Hagen-Poiseuille :

$$\Delta p = Q \cdot R_H \quad \text{Eq. 38}$$

où R_H est la résistance hydraulique du canal.

La résistance hydraulique d'un micro-canal rectangulaire est bien connue (Oh *et al.*, 2012). Dans le cas d'un rapport d'aspect élevé, dans le lequel par exemple $h/w \ll 1$ où h est la hauteur et w est la largeur du canal), la résistance peut être déterminée approximativement par:

$$R_H = \frac{12\eta L}{wh^3} \frac{1}{1 - \frac{6,2^5}{\pi^5} \frac{h}{w}} \quad \text{Eq. 39}$$

où μ est la viscosité dynamique du fluide, et L la longueur du canal. Cette expression permet d'approcher la valeur de la résistance hydraulique avec une erreur inférieure à 10 % pour un rapport d'aspect $h/w \leq 0,7$ (Stone *et al.*, 2004). Enfin, connaissant la pression à la sortie du canal qui est

égale à la pression atmosphérique (environ 100 kPa), la pression maximale à l'entrée du canal peut donc être déterminée.

Pour réaliser le test d'étanchéité, trois débits d'eau différents (170, 330 et 500 $\mu\text{l} / \text{min}$) sont successivement appliqués durant 10 minutes. Le test complet dure donc 30 minutes. Dans les tests réalisés, la pression absolue maximale atteinte est d'environ 148 kPa, ce qui est relativement élevé par rapport aux valeurs couramment utilisées dans la littérature pour des dispositifs micro-fluidiques (Anwar *et al.*, 2011; Geng *et al.*, 2011).

5.4.7 Décollage du capot PDMS

Une fois que la puce micro-fluidique a passé le test de fuite avec succès, le capot est décollé manuellement du substrat. Si la surface du capot ainsi que et la couche de PDMS sur le substrat restent intactes, l'étape de décollage est considérée comme réussie (Figure 105-a). Dans le cas contraire, il est mis fin au protocole expérimental. Un exemple de capot cassé sur un dispositif est présenté Figure 105 –b.

Le nombre de cycles collage/décollage obtenus sur ces dispositifs révèle la robustesse du procédé. Avant chaque cycle collage/décollage, un lavage est réalisé à l'éthanol pour s'assurer que les surfaces sont totalement propres.

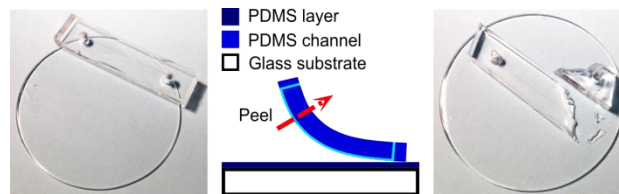


Figure 105. Décollage du canal du substrat : réussie (a), non réussie, le capot est cassé (b)

5.5 Résultats et discussions

5.5.1 Méthode « Stamp-and-Stick »,

Température du traitement thermique

Selon le fabricant du DMPMS, pour une couche de 75 μm d'épaisseur, un repos d'une durée de 10 minutes à température ambiante soit suivi d'un recuit de 10 minutes à 60°C dans un four. Dans notre cas, même si la couche de DMPMS est plus mince, elle est prise en sandwich entre le canal PDMS et le substrat, ce qui introduit une difficulté pour évaporer le solvant. En conséquence, des recuits spécifiques sont testés avec des durées allant de 1 à 4 heures et des températures allant de 60 à 70 °C.

Le Tableau 20 résume l'ensemble des conditions testées et les résultats du collage. Pour le premier test (température de 60 °C pendant 1 h), le collage des deux parties du dispositif n'est pas effectif. Lorsque la température passe à 70 °C (test n°2), le collage obtenu est trop important pour que l'on puisse séparer les parties sans les endommager. Seul le 3^{ème} test avec une température de 60 °C et une durée de 4 h permet d'obtenir la qualité de collage voulu, c'est-à-dire un dispositif réversible. Ces conditions sont retenues pour la phase de traitement thermique et utilisées pour tous les autres essais.

Tableau 20. Conditions du traitement thermique

Numéro de test	Température	Durée	Résultat
1	60 °C	1 h	Pas de collage
2	70 °C	1 h	Collage trop important
3	60 °C	4 h	Collage correct

Résultats obtenus avec réutilisation du même capot de PDMS

Dans le premier temps, le même capot PDMS est réutilisé sur le même substrat pour chaque cycle de collage/décollage. Le Tableau 21 résume les résultats obtenus pour les deux types de substrats : verre et verre enduit d'une couche PDMS. Dans les deux cas, le collage est bien réversible avec 5 cycles successifs de collage/décollage. Le collage réalisé sous charge pendant le traitement thermique peut passer le test de fuite avec succès avec un débit maximal de 500 $\mu\text{l}/\text{min}$, au lieu de 330 $\mu\text{l}/\text{min}$ dans le cas où il est réalisé sans charge. La charge maximise en effet le contact entre les deux surfaces et améliore la réticulation entre le film de DMPMS et les deux surfaces PDMS/PDMS (dans le cas du substrat PDMS/verre). Nous avons pu observer que même pour des valeurs de débit élevées (330 $\mu\text{l}/\text{min}$ par exemple) le dispositif est resté étanche. Ce débit est largement plus élevé que les valeurs rapportées dans la littérature (moins de 10 $\mu\text{l}/\text{min}$) (Khademhosseini *et al.*, 2005; Rafat *et al.*, 2009) .

Tableau 21. Résumé des conditions de collage réversible avec un même canal sur deux substrats différents.

Substrat		Débit maximum résistance ($\mu\text{l}/\text{min}$)	Nombre de cycle collage/décollage maximum
Verre	Sans charge	330	5
	Avec charge	500	5
PDMS/verre	Sans charge	330	5
	Avec charge	500	5

Discussion

Utilisation d'un nouveau capot PDMS à chaque cycle

Le décollage du capot PDMS du substrat peut endommager la surface de contact du capot. Pour cette raison, un nouveau capot peut être utilisé pour le cycle collage/décollage suivant. Cet endommagement peut être causé par différents facteurs. Le premier est lié au collage partiellement irréversible qui s'est produit à cause de la force de réticulation apparaissant sur les deux faces de la couche de DMPMS. L'autre est lié aux imperfections de l'opération de décollage manuel qui peut introduire une rupture de la cohésion du film. Une rugosité est observée sur les deux surfaces en contact (le capot et le substrat) (Figure 106) où apparaissent des traces de DMPMS. Après chaque cycle de collage/décollage, la rugosité de la surface augmente. Comme la rugosité de la surface du

substrat ne peut pas être contrôlée, l'utilisation d'un nouveau capot à chaque cycle ou après plusieurs cycles, pourrait constituer un bon compromis entre adhérence (étanchéité) et réversibilité de collage.

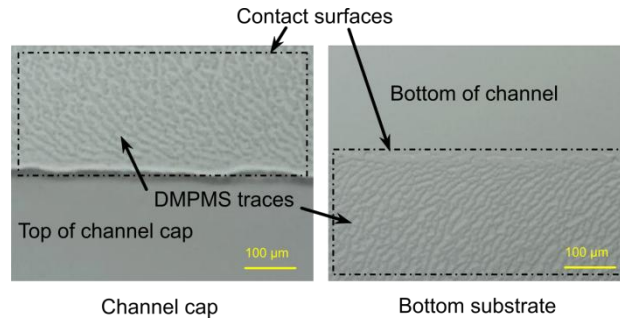


Figure 106. Image optique de deux surfaces de contact après décollage

Avec le remplacement du canal PDMS à chaque cycle par un nouveau, le nombre de cycle collage/décollage n'est pas amélioré, mais reste toujours à 5. En revanche, les dispositifs collés résistent à un débit de 500 µL/min même dans le cas de recuit sans charge.

Épaisseur de la couche de DMPMS

Il faut noter que si la couche de DMPMS est trop épaisse, celui-ci non recuit peut déborder à l'intérieur du canal au cours de la mise en contact du capot et du substrat (Figure 107). Après traitement thermique, cet excès de DMPMS durci peut être préjudiciable. Par ailleurs, une épaisse couche adhésive peut augmenter considérablement la hauteur du micro-canal. Après essais, il s'avère qu'une épaisseur de DMPMS de 7 µm est optimale. Elle limite les inconvénients mentionnés ci-dessus et assure une résistance adaptée pour le collage réversible.

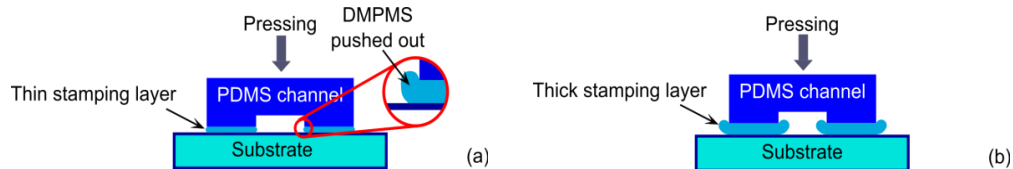


Figure 107. Représentation schématique de micro-canaux après tamponnage: (a) cas d'une couche mince de DMPMS ; (b) cas d'une couche épaisse de DMPMS

Collage avec une couche de SU-8

Dans les mêmes conditions expérimentales, des tests de collage d'un capot PDMS avec une couche de SU-8 sans motif enrésiné sur un substrat silicium sont effectués. Les collages obtenus sont de mauvaise qualité et les résultats ne sont pas reproductibles.

Test de biocompatibilité de DMPMS

Bien que le DMPMS soit couramment utilisé comme une couche de revêtement dans de nombreuses applications, sa toxicité ou sa biocompatibilité ne sont pas abordées dans la littérature. Pour évaluer sa biocompatibilité, un test MTT est réalisé sur ce matériau. Il s'agit d'un test colorimétrique fréquemment utilisé pour évaluer la viabilité cellulaire. Dans ce test, un sel de tétrazolium MTT (bromure de 3-(4,5-dimethylthiazol-2-yl)-2,5-diphenyl tetrazolium) est utilisé comme réactif. Ce dernier réagit dans les mitochondries des cellules vivantes actives seulement. Il réduit en formazan qui forme un précipité de couleur violette dans les mitochondries. La quantité du précipité formé est proportionnelle à l'activité métabolique de chaque cellule et est donc révélatrice de la quantité de cellules vivantes. Une mesure de densité optique (OD) permet de connaître

l'intensité de violet, et renseigne donc sur la quantité de cellules actives. Elle permet ainsi d'évaluer la toxicité du produit en question. La Figure 108 présente les résultats du test MTT sur 72 h sur un substrat de DMPMS et un substrat de référence en verre. Ces substrats ont été stérilisés aux UV durant 1 h de chaque côté avant le test pour éviter la contamination des cellules.

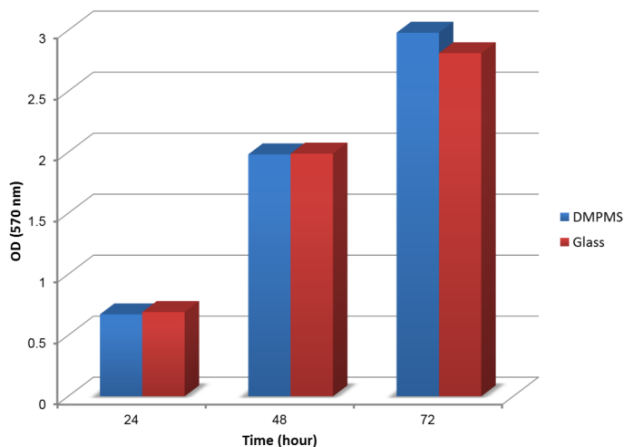


Figure 108. Test de toxicité MTT sur DMPMS traité à la lampe UV durant 1 h de chaque côté (ce test est réalisé par l'équipe BIOMIS du Laboratoire SATIE – ENS de Cachan)

Les résultats montrent que la quantité de cellules actives sur DMPMS augmente au fil des jours tout comme sur la surface de verre, prouvant que les cellules prolifèrent correctement. Le DMPMS pourrait donc être considéré comme compatible avec des applications biologiques.

Conclusion sur le collage réversible utilisant le DMPMS

La méthode « Stamp & Stick » utilise le DMPMS comme couche adhésive pour assurer un collage réversible PDMS-verre ou PDMS-PDMS. Aucun traitement par plasma d'oxygène n'est utilisé dans cette méthode. Le traitement thermique est réalisé à 60 °C pendant 4 h, avec ou sans charge de pression. Les dispositifs obtenus résistent à des débits d'injection élevés (jusqu'à 500 µL/min, équivalent à une pression de 148 kPa) qui conviennent à la plupart des applications micro-fluidiques. Les cycles de collage/décollage peuvent être effectués jusqu'à 5 fois en utilisant le même canal ou un nouveau. Cette méthode permet de réutiliser les dispositifs plusieurs fois, ce qui peut réduire le temps et le coût de la fabrication. Le test MTT sur DMPMS montre que ce matériau semble compatible avec les applications biologiques.

5.5.2 Utilisation du plasma d'oxygène

Condition énergétique pour la phase de plasma d'oxygène

Le Tableau 22 présente les résultats expérimentaux obtenus pour onze conditions de traitement de plasma d'oxygène. L'énergie appliquée pendant le traitement est calculée à partir de la puissance et de la durée du plasma généré. Pour chaque condition de traitement, au moins quatre essais sont effectués en faisant varier d'autres paramètres tels que l'épaisseur de la couche de PDMS du substrat ou les techniques de traitement de surface après plasma (ajout éventuel de solvant). La réversibilité des collages obtenus est également indiquée dans le tableau. La mention « pas de collage » désigne un collage non obtenu ou un collage apparemment obtenu mais qui ne satisfait pas au test d'étanchéité.

On peut observer que la capacité réversible de collage dépend de l'énergie appliquée. En effet, lorsque l'énergie est inférieure à 500 J (les conditions 10 et 11), le bombardement ionique n'est pas assez important pour activer les surfaces de PDMS et réaliser un collage avec succès. Au contraire, lorsque l'énergie est supérieure ou égale à 700 J (les conditions 2-9, Tableau 22), les surfaces de PDMS sont excessivement activées. En conséquence, la liaison PDMS-PDMS est trop forte pour permettre un décollage correct du canal. L'énergie optimale pour l'activation des surfaces de PDMS conduisant à une liaison réversible semble se situer entre 500 J et 700 J (condition 1).

Tableau 22. Résultats expérimentaux des conditions de plasma d'oxygène

Condition	Puissance (W)	Durée (s)	Énergie (J)	Réversibilité
1	50	12	600	Possible
2	60	12	720	Non
3	50	18	900	Non
4	60	18	1080	Non
5	160	12	1920	Non
6	100	12	1200	Non
7	60	12	720	Non
8	160	6	960	Non
9	160	12	1920	Non
10	50	6	300	Pas de collage
11	40	12	480	Pas de collage

Ensemble des conditions nécessaires pour un collage réversible

Parmi des conditions présentées Tableau 22, la première condition (énergie de décharge de 600 J) peut conduire à des collages réversibles. Pour cette raison, une étude plus approfondie sur la réversibilité des dispositifs à cette énergie est nécessaire, afin de quantifier l'impact des autres paramètres sur la réversibilité. Le Tableau 23 résume les résultats obtenus pour différentes combinaison de paramètres expérimentaux.

Pour mémoire, dans la technique plasma 1, les deux surfaces de PDMS sont mises en contact immédiatement après le traitement au plasma d'oxygène. Dans la technique 2, un solvant est ajouté sur les surfaces après le plasma, et avant mise en contact.

Le nombre de cycles de collage / décollage obtenu le plus grand est de 4 dans l'essai «c». Cependant, le collage est très sensible aux paramètres de collage tels que la température, l'épaisseur de PDMS,

Tableau 23. Résultats expérimentaux avec le traitement plasma de condition 1

Essai	Épaisseur (μm)	Technique plasma	Température de recuit (°C)	Durée de recuit (minutes)	Nombre de cycles
a	20	2	75	60	0
b	20	2	60	60	2
c	100	2	60	60	4
d	20	1	60	60	2
e	100	1	60	60	2

Effet de la température

Le succès du procédé dépend essentiellement de la température de recuit. En effet, si la température est faible, la liaison entre PDMS-PDMS ne peut pas se produire. D'un autre côté, une température élevée favorise une liaison forte, par conséquent diminue la possibilité d'un décollage sans dommage. Dans cette étude, une température de recuit de 60 °C peut produire une liaison PDMS-PDMS réversible, alors qu'une température de recuit de 75 °C (essai « a » Tableau 23) conduit à une liaison PDMS-PDMS trop forte.

Effet de l'épaisseur du PDMS sur le substrat

La comparaison entre les essais «b» et «c» (Tableau 23) indique que le nombre de cycles augmente avec l'épaisseur de la couche de PDMS sur le substrat. Ceci peut être expliqué par le fait que quand l'épaisseur de cette couche est plus importante, elle résiste mieux aux forces mécaniques de la manipulation de pelage dans l'étape de décollage.

Il faut noter que les surfaces de PDMS se détériorent après chaque étape de pelage car une fine couche de PDMS est transférée d'une surface à l'autre (Figure 109). La rugosité de la surface native du PDMS est d'environ 2 nm, et elle monte à 34 nm après un cycle de collage/décollage. Une augmentation de la rugosité est généralement accompagnée d'un renforcement de l'adhérence entre deux surfaces de PDMS, ce qui peut réduire les possibilités de décollage du cycle suivant.

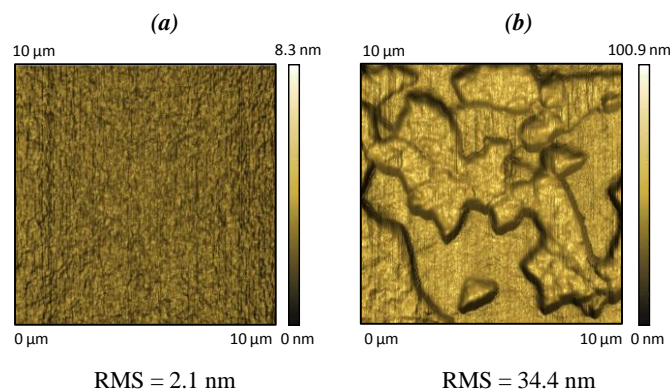


Figure 109. Image AFM de surface de PDMS sur un substrat : (a) PDMS natif et (b) après un cycle de collage/décollage

Effet du solvant : technique plasma 1 et technique plasma 2

La comparaison entre les essais « c » et « d » (Tableau 23) indique que l'utilisation de la technique avec solvant (technique plasma 2) améliore le nombre de cycles collage/décollage de 2 à 4 : la technique utilisant un solvant semble donc plus adaptée que la technique sans solvant. La Figure 110 montre les deux surfaces de substrat après une étape de pelage, obtenues à partir de deux essais réalisés avec les mêmes paramètres de collage, mais avec des techniques de traitement de surface différentes (avec ou sans solvant). Il est clairement observé que la surface obtenue à partir de la technique avec solvant est plus propre, ce qui signifie que le transfert de PDMS est réduit. Pour cette raison, l'utilisation du solvant peut favoriser la réutilisation du substrat dans le collage suivant.

En outre, l'utilisation d'un solvant peut faciliter l'alignement entre le substrat et le capot. Donc, la technique plasma 2 est probablement une solution prometteuse pour le collage PDMS-PDMS réversible. Il faut noter cependant que dans le cas de l'utilisation de la technique plasma 2, il est nécessaire d'effectuer une longue durée de recuit (60 minutes) pour évaporer complètement la quantité de solvant utilisée.

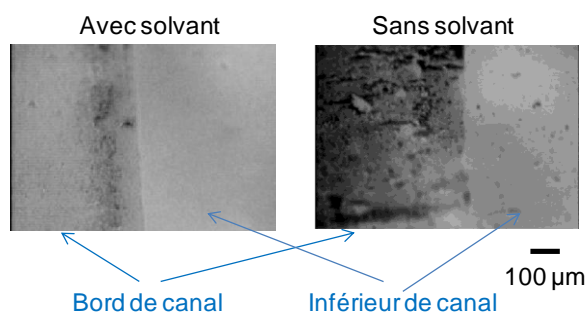


Figure 110. Images des surfaces du PDMS sur un substrat après un décollage : avec et sans l'utilisation de solvant.

Conclusion et discussion sur la méthode « plasma d'oxygène »

Un grand nombre de tests ont été réalisés en variant les valeurs des paramètres du procédé. Ces paramètres comprennent l'épaisseur de la couche de PDMS, la durée et la puissance du traitement par plasma, la durée et la température du traitement thermique.

Une température trop élevée pendant le traitement thermique est généralement inappropriée parce qu'elle favorise un collage fort limitant la réversibilité de collage des dispositifs. La durée et la puissance du traitement de plasma sont également des paramètres importants. La réversibilité du collage est seulement obtenue à faible énergie. La technique plasma 2 qui recourt à l'ajout de solvant après l'activation de surface par un plasma s'est avérée plus performante que la technique traditionnelle sans solvant, parce qu'elle réduit la rugosité de surface du PMDS après le décollage. En utilisant la technique plasma 2, la réversibilité du collage peut être améliorée lorsque l'épaisseur de la couche de PDMS du substrat augmente. Ces observations sont tirées des tests effectués pour des combinaisons de conditions spécifiques. Des tests complémentaires réalisés dans d'autres conditions seraient nécessaires pour conclure de manière plus complète sur le rôle de l'épaisseur de la couche de PDMS.

Dans cette étude, 4 cycles de collage/décollage ont été obtenus dans les conditions suivantes: un traitement au plasma avec une énergie de 600 J, un traitement thermique à 60 °C pendant une heure, et une utilisation de la technique plasma 2 (avec un solvant). Il faut noter que les

conditions optimales conduisant au nombre maximal de cycle collage/décollage peuvent varier en fonction des équipements et des matériaux utilisés.

Les dispositifs obtenus peuvent supporter des pressions élevées et des débits (jusqu'à 148 kPa et 500 $\mu\text{L}/\text{min}$). La méthode proposée peut être appliquée à un grand nombre d'expériences en micro-fluidique pour les applications chimiques ou biologiques.

5.6 Conclusion

Deux méthodes de collage réversible ont été étudiées et présentées dans ce chapitre :

- La méthode « Stamp-and-Stick » utilise le DMPMS comme une couche adhésive. Des collages réversibles de PDMS-verre ou PDMS-PDMS ont été réussis avec 5 cycles de collage/décollage. Dans cette méthode, l'activation du plasma n'est pas nécessaire, ce qui permet l'utilisation d'un traitement de surface (fonctionnalisation, greffage ...) du micro-canal avant l'étape de collage.

- La méthode « plasma d'oxygène » utilise un traitement par plasma d'oxygène et l'influence des paramètres du procédé, tels que l'épaisseur de la couche de PDMS, la durée et la puissance du traitement plasma, la durée et la température du traitement thermique, sur la qualité des dispositifs obtenus ont été étudiées. Un ensemble optimal de paramètres a été déterminé, permettant aux dispositifs obtenus de fonctionner à débit élevé (500 $\mu\text{L}/\text{min}$, correspondant à une pression de 148 kPa). En outre, le cycle de collage/ décollage du dispositif peut être répété jusqu'à 4 fois

Pour terminer ce chapitre, une comparaison de cette étude avec deux autres méthodes similaires trouvées dans la littérature est présentée dans le Tableau 24.

Dans les travaux de (Vezy *et al.*, 2011), le DMPMS est utilisé comme une couche intermédiaire, enrésinée sur un substrat et recuit pour le durcir. Cette couche est activée par un plasma d'oxygène.

(Geng *et al.*, 2011) utilisent un plasma d'oxygène tout comme nous l'avons fait avec la méthode « plasma d'oxygène » pour un collage réversible PDMS-PDMS. (Geng *et al.*, 2011) a donné des paramètres du procédé qui n'ont pas fonctionné dans un essai équivalent réalisé dans notre laboratoire. La raison est que les paramètres assurant la réussite du procédé peuvent être différents en fonction des équipements et des matériels utilisés. Pour cette raison, dans notre étude, nous avons essayé de nous baser sur des paramètres plus « universels ». A titre d'exemple, nous proposons une condition de réussite pour l'énergie du plasma d'oxygène car le paramètre de l'énergie du plasma peut être totalement contrôlé sur n'importe quel équipement : il suffit d'ajuster la puissance et le temps de plasma pour obtenir la quantité d'énergie souhaitée.

Dans les deux articles cités, le nombre de cycles collage / décollage des dispositifs n'était pas précisé. Dans notre étude, le nombre de cycles varie entre 2 et 5, et les dispositifs obtenus peuvent résister aux débits du fluide élevés.

Les deux méthodes proposées dans cette étude doivent d'être développées pour d'autres matériaux et équipements. L'objectif est que ces méthodes soient exploitées dans les applications biomédicales actuellement en cours de développement dans notre laboratoire, telles que la réalisation de dispositifs micro-fluidiques dédiés au bio-diagnostic via un processus de fonctionnalisation intégrée, ou des bio-microsystèmes micro-fluidiques intégrés pour la détection de marqueurs de la maladie d'Alzheimer et du cancer à l'aide de nanoparticules magnétiques.

Tableau 24. Comparaison des différences méthodes pour un collage réversible des composants micro-fluidiques

Travaux	Surfaces de collage	Collage agent	Recuit	Pression (ou débit)	Nombre cycle
(Vezy <i>et al.</i> , 2011)	Canal PDMS – substrat en verre/ silicium/COC enrésiné DMPMS	Plasma O ₂ 200 mTorr 50 W 3min	Inconnu	100 kPa	non précisé
Résultats de ce manuscrit	Canal PDMS tamponné du DMPMS – substrat verre ou substrat verre enrésiné PDMS	DMPMS non-recuit	60°C-4h Avec ou sans charge	148 kPa (500 µl/min)	4 à 5
(Geng <i>et al.</i> , 2011)	Canal PDMS- substrat enrésiné PDMS	Plasma O ₂ 1,3 L/min 300W 5s	Inconnu	5 µL/min	non précisé
Résultats de ce manuscrit	Canal PDMS- substrat enrésiné PDMS	- Plasma O ₂ 500 mTorr 500-700 J (50 W-12 s, 600 J) - Avec ou sans solvant ajouté	60°C-1h	148 kPa (500 µl/min)	2 à 4

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Les travaux de thèse rapportés dans ce manuscrit portent sur le développement de méthodologies d'élaboration de dispositifs à base de polymères PDMS, destinés à des applications médicales. Ce travail s'appuie sur deux volets applicatifs, dont les objectifs sont rappelés ci-dessous.

Objectifs. Le premier volet vise à développer des matrices de micro-capteurs souples portables destinées à la mesure des champs de pression dans un contexte de suivi d'appuis du corps humain. Deux applications y sont plus particulièrement visées. La première concerne la mesure de forces de pression normales exercées sur l'émail des dents dans des applications en orthodontie/orthophonie. Les gammes de mesures recherchées sont de l'ordre de 10 à 300 kPa, pour une résolution spatiale de l'ordre de 9 mm^2 à 25 mm^2 . Pour cette application, des capteurs de pression normale (sensibles à la force de compression), souples et capacitifs, uniques ou en réseaux, sont considérés. La seconde application concerne la mesure des pressions appliquées sur la plante des pieds dans le cadre de l'étude de la marche ou de la détection des hyper-appuis plantaires. Pour cette application, il est nécessaire de développer des matrices de capteurs à trois axes de sensibilité, permettant de mesurer des champs de pression tridimensionnels. En termes de caractéristiques visées pour ces capteurs, une résolution spatiale de l'ordre de 16 à 64 mm^2 , une variation relative de capacité de l'ordre de 1 à $2\% / \text{N}$ et une gamme de pression de 350 kPa dans les trois directions de l'espace, sont attendues. Pour ces développements nécessitant des capteurs souples, non-invasifs et biocompatibles, le polymère PDMS sera utilisé comme substrat d'accueil souple pour le dispositif, et comme diélectrique déformable pour les capteurs capacitifs.

Le second volet concerne le développement d'une technique de collage réversible de composants PDMS dans une application de laboratoire sur puce en micro-fluidique. L'objectif est de rendre possible le décollage de différentes parties du composant après leur utilisation, pour en faciliter le nettoyage et éventuellement le remplacement partiel. L'objectif à terme est de réduire le coût de la fabrication et le temps de développement des laboratoires sur puce.

Pour atteindre les objectifs fixés, les travaux de thèse ont été divisés en cinq étapes, correspondant aux cinq chapitres de ce manuscrit. Nous rappelons les principaux résultats obtenus dans chacun d'entre eux.

Travail effectué. Dans le chapitre 1, un état de l'art des capteurs de pression a été présenté et la conception des capteurs de pression et leur principe de fonctionnement ont été décrits. En particulier, nous avons présenté comment calculer la force à partir d'une mesure de capacité pour deux types de capteurs: les capteurs de pression normale et les capteurs à 3 axes de sensibilité. L'estimation des performances des capteurs a également été présentée dans ce chapitre. Ces estimations sont nécessaires pour vérifier l'adéquation de la conception présentée au regard des applications médicales visées, avant de passer à l'étape de fabrication. Cependant, il faut noter que les performances effectives des capteurs dépendent de nombreux paramètres tels que les caractéristiques des matériaux utilisés (nature, géométrie...) et les conditions d'utilisation (conditions d'application de la force). C'est pourquoi une étude paramétrique destinée à analyser de manière plus fine le comportement des films de PDMS lorsqu'ils sont exploités dans les conditions imposées par les matrices de capteurs envisagées, est nécessaire.

Dans le deuxième chapitre, l'étude des propriétés mécaniques des films de PDMS en compression locale ou en cisaillement local, a été présentée, afin d'en déduire des éléments de dimensionnement des micro-capteurs capacitifs souples. Tout d'abord, nous nous sommes focalisés sur l'étude de la compression locale des films de PDMS, qui a été menée par simulations numériques à l'aide de modèles Eléments Finis (EF) et par caractérisations expérimentales, effectuées sur des films de PDMS nus (par micro-indentation) et sur des « macro-capteurs » capacitifs à base de PDMS (par caractérisation électromécanique). Ces travaux ont permis d'estimer le module d'Young des films fabriqués, et d'analyser le comportement des films soumis à des contraintes de compression locales. Les résultats obtenus ont permis d'identifier les dimensions des capteurs les plus adaptées, en fonction des applications visées. Il a été observé que le changement de capacité du capteur est maximisé lorsque le rapport de forme RF des capteurs (rapport entre l'épaisseur du film de PDMS utilisé et le rayon de l'indenteur) est proche de 1,45. Cela est un élément important pour le dimensionnement de micro-capteurs de pression normale, car il permet d'ajuster la sensibilité d'un capteur de résolution spatiale donnée (surface de l'électrode) en choisissant l'épaisseur de PDMS utilisé comme diélectrique déformable. Par ailleurs, l'analyse des propriétés des films en cisaillement a été réalisée par un banc de caractérisation mécanique bi-axial original développé au LMT (ENS Cachan) dans le cadre d'un projet collaboratif (Labex LASIPS). Ce banc permet de déterminer le module de cisaillement d'un film de PDMS cruciforme par une méthode de corrélation d'image. Le module de cisaillement obtenu par cette méthode est de 805 kPa, comparable aux valeurs rapportées dans la littérature (440 à 990 kPa), et du même ordre de grandeur que la valeur qui peut être déduite des essais en compression (600 kPa). En outre, des résultats expérimentaux en cisaillement appliqués à des macro-capteurs, ont conforté la validité de l'estimation du module de cisaillement (600 à 900 kPa).

Le chapitre 3 est dédié à la micro-fabrication des capteurs. Un résumé des différentes technologies existantes de métallisation du PDMS a été tout d'abord présenté. La technique de transfert de films a été choisie et adaptée ici pour fabriquer les micro-capteurs de pression. Cette technique repose sur une technologie de transfert de couches en utilisant une couche d'adhérence contrôlée fluorocarbonée, permettant de maintenir les motifs sur un substrat donneur pendant le procédé et de retirer facilement ce substrat à la fin du procédé. Ainsi, des couches peuvent être fabriquées sur un substrat puis transférées vers un autre substrat. Dans un premier temps, les matrices de capteur ont été fabriquées sur deux types de substrat : un substrat rigide en verre et un substrat souple en Kapton. La fabrication du premier type vise à confirmer la faisabilité et les performances du procédé, et à obtenir un capteur capacitif de référence non sujet aux effets parasites liés à la déformation géométrique des capteurs souples. Pour réaliser un capteur souple, nous avons utilisé un substrat en Kapton. Le procédé de fabrication composé de plusieurs étapes a été présenté. Grâce à un ensemble de tests effectués dans des conditions différentes, les paramètres optimaux pour chaque étape de fabrication ont été déterminés. Par exemple les paramètres optimaux pour la réalisation de la couche fluorocarbonée sont : un dépôt en 30 s, stabilisé par traitement thermique 25 min à 250°C. Ces paramètres permettent de transférer la totalité des motifs métalliques. De nombreux prototypes de capteurs de pression, uniques ou matriciels, unidirectionnels ou à trois axes de sensibilité, disposant de connexions indépendantes ou multiplexées ont été fabriqués et présentés dans ce chapitre. Avec 100% des motifs métalliques utilisés pour la réalisation des capteurs transférés sur le PDMS et réalisées sur différents échantillons, nous pouvons conclure que le procédé de fabrication est fiable et reproductible. L'étape suivante consiste à caractériser les capteurs fabriqués afin de conclure sur la qualité de fabrication, de

confirmer l'étude mécanique du PDMS, et de quantifier les performances fonctionnelles de ces capteurs.

Les caractérisations électriques et électromécaniques des micro-capteurs de pression souples fabriqués par transfert de film ont été présentées dans le chapitre 4. Un banc de caractérisation électromécanique automatisé a été élaboré et mis en œuvre. Ce banc a permis de caractériser électriquement des micro-capteurs et de mesurer la variation de leur capacité en fonction de la force de compression ou de cisaillement appliquée. Dans ce chapitre, la caractérisation électrique des micro-capteurs de pression normale, ainsi que l'influence de l'organisation des capteurs en matrices ont été présentées. Sous une compression de 10 N, la variation de capacité de ces capteurs varie de 3 à 17 %, selon leur rapport de forme. Des capteurs à 3 axes ont également été caractérisés, avec une variation maximum de capacité allant de 4 % à 3 N en compression et 1,4 % à 1 N en cisaillement pur. Ces résultats de caractérisation sont conformes aux résultats trouvés au chapitre 2 dans lequel nous avons prédéterminé le comportement des films de PDMS en compression et en cisaillement locaux. Il faut noter qu'une sensibilité supérieure pour les capteurs réels a été observée en compression. Celle-ci est attribuée à une forme de structuration du film de PDMS résultant du procédé de fabrication, non prise en compte dans les simulations. Toutefois, les résultats obtenus permettent de valider la qualité du procédé de fabrication et les performances opérationnelles des capteurs fabriqués, ainsi que la méthodologie de dimensionnement de micro-capteurs capacitifs de pression souple établi dans ces travaux.

Enfin, dans le chapitre 5, une étude du collage réversible de composants PDMS tels que des laboratoires sur puces micro-fluidiques, a été présentée. Ces dispositifs se composent de deux parties à coller l'une à l'autre pour former le laboratoire sur puce : un micro-canal (capot de PDMS) et un substrat contenant éventuellement des capteurs intégrées ou des bio-puces. Un état de l'art du collage réversible a été d'abord présenté dans ce chapitre. Ensuite, deux méthodes de collage réversible ont été considérées: la méthode « Stamp-and-Stick » et la méthode « plasma d'oxygène ». De plus, les impacts de chaque paramètre sur le collage réversible ont été qualifiés, et le nombre de cycles de collage/décollage des dispositifs obtenus a été précisé pour chaque essai effectué et chaque méthode utilisée.

Résultats obtenus. Les objectifs que nous nous sommes fixés dans ces travaux ont été en grande partie atteints. En effet, les propriétés mécaniques du PDMS ont été déterminées ; des éléments essentiels du dimensionnement des micro-capteurs capacitifs ont été identifiés ; différents types de capteurs de pression souples ont été réalisés par le procédé de transfert de films ; le procédé de fabrication est fiable et reproductible ; les capteurs fabriqués sont opérationnels et adaptés aux applications visées ; les capteurs de pression normale présentent des caractéristiques adaptées à l'application dentaire (avec une variation de capacité de 3 à 17 % à 10 N - 300 kPa) ; les capteurs à trois axes de sensibilité sont adaptés à l'application de mesure de la pression plantaire (avec une résolution spatiale de 25 mm², et une sensibilité de 4 % à 3 N en compression et 1,4 % par Newton en cisaillement pur) ; le développement d'un collage réversible des composants PDMS a été réalisé avec deux méthodes différentes ; les dispositifs obtenus peuvent être utilisés jusqu'à 5 cycles de collage/décollage, et travailler à débit élevé (500 µL/min, correspondant à une pression de 148 kPa).

Perspectives des travaux. Les résultats obtenus sont très prometteurs. Les techniques et les méthodologies développées en s'appuyant sur les applications supports considérées dans cette thèse, peuvent être réutilisées avec profit pour développer des systèmes répondant à des

applications dédiées précises. Pour ce faire, de travaux complémentaires doivent être néanmoins considérés.

Collage réversible de composants PDMS. En ce qui concerne le collage réversible, nous avons établi une méthodologie expérimentale permettant de déterminer les paramètres optimums du procédé de fabrication, dans les deux méthodes considérées. Ces méthodes doivent maintenant être étudiées pour d'autres matériaux et d'autres équipements. Elles peuvent également être optimisées pour des applications bien ciblées. Une voie particulièrement intéressante à court terme serait de les mettre en œuvre pour la réalisation de laboratoire sur puce actuellement en cours de développement dans notre laboratoire, telles que la réalisation de dispositifs micro-fluidiques dédiés au bio-diagnostic via un processus de fonctionnalisation intégrée, ou des bio-microsystèmes micro-fluidiques intégrés pour la détection de marqueurs de la maladie d'Alzheimer et du cancer à l'aide de nanoparticules magnétiques.

Capteurs de pression souples capacitifs. Dans l'étude de propriétés mécaniques du PDMS effectuée pour dimensionner les capteurs de pression, nous avons dimensionné des capteurs de cisaillement élémentaires en utilisant la relation directe simplifiée liant le module de cisaillement et la déformation associée. Cette méthode de dimensionnement n'est qu'approximative. Une étude par simulations numériques tridimensionnelles est nécessaire pour analyser de manière plus fine le phénomène de cisaillement local sur un film de PDMS massif, et pour dimensionner plus précisément le comportement des micro-capteurs de cisaillement.

Par ailleurs, nous avons caractérisés les capteurs matriciels de pression à trois axes de sensibilité en compression pure et en cisaillement pur. Or, comme nous l'avons présenté au chapitre 1, ces capteurs sont destinés à la mesure de champs de pressions tridimensionnelles. Des caractérisations expérimentales complémentaires mettant en œuvre des champs de pressions tridimensionnelles doivent donc être menées afin de valider de manière plus complète les performances opérationnelles de ces capteurs, notamment en ce qui concerne la séparation des différentes voies de mesure.

Enfin, pour conclure pleinement sur les qualités opérationnelles des capteurs fabriqués, des essais réalisés dans des conditions proches d'une utilisation réelle doivent être entrepris. Par exemple, des essais permettant d'investiguer la sensibilité des capteurs aux variations de température et d'humidité doivent être considérés. Par ailleurs, des essais électromécaniques destinés à éprouver la robustesse des capteurs ainsi que leur réponse à des sollicitations dynamiques doivent être menés. Enfin, la présence d'un packaging extérieur des capteurs, par exemple réalisé en PDMS, doit être prise en compte dans le dimensionnement et la caractérisation des capteurs pour une utilisation réelle sous forme d'un dispositif portable.

Conclusion. Au delà des performances obtenues dans la réalisation et la caractérisation des systèmes fabriqués, nous pensons que l'apport de nos travaux réside dans l'établissement d'une méthodologie d'élaboration de capteurs souples capacitifs, et d'une méthodologie d'identification des paramètres technologiques de fabrication des capteurs et du packaging réversible. Nous espérons que les méthodologies développées permettront à l'avenir d'élaborer des dispositifs à base de PDMS répondant à des cahiers des charges précis pour des applications biomédicales ciblées.

LISTE DES PUBLICATIONS

Articles de revues internationales

- M. Cortes, J. Moulin, M. Couty, T. Peng, O. Garel, **T.H.N. Dinh**, et al., *Micromolding of NiFe and Ni Thick Films for 3D Integration of MEMS*, J. Electrochem. Soc. 161 (2013) B3038–B3043. doi:10.1149/2.006402jes.
- J. Moulin, I. Shahosseini, M. Woytasik, **T.H.N. Dinh**, O. Garel, *Magnetic Properties Of NiFe And FeCuNbSiB Thin Films : Effect Of Thickness On Static Permeability*, Solid State Phenom. 233-234 (2015) 705–708. doi:10.4028/www.scientific.net/SSP.233-234.705.
- H.H. Cao, **T.H.N. Dinh**, F. Hamdi, M. Couty, E. Martincic, M. Woytasik, E. Dufour-Gergam, *Reversible bonding by dimethyl-methylphenylmethoxy siloxane – based stamping technique for reusable poly(dimethylsiloxane) microfluidic chip*, Micro Nano Lett. IET. 10 (2015) 229–232(3).
- **T.H.N. Dinh**, H.H. Cao, F.S. Hamdi, M. Couty, E. Martincic, M. Woytasik, E. Dufour-Gergam, *Development of reversible bonding for microfluidic applications*, Microfluid. Nanofluidics. (2015) 1–6. doi:10.1007/s10404-015-1599-8.
- **T.H.N. Dinh**, E. Martincic, E. Dufour-Gergam, P.-Y. Joubert, *Capacitive flexible pressure sensor: microfabrication process and experimental characterization*, Microsyst. Technol. 21 (2015) 1–7. doi:10.1007/s00542-015-2540-5.

Communications en conférences (avec actes)

- **T.H.N. Dinh**, P.-Y. Joubert, E. Martincic, E. Dufour-Gergam, *Flexible 3-axes capacitive pressure sensor array for medical applications*, IEEE Sensors 2014, pp. 855-858, 2-5 Novembre 2014, Valence, Espagne.
- **T.H.N. Dinh**, P.-Y. Joubert, E. Martincic, E. Dufour-Gergam, *Polymer-based flexible capacitive pressure sensor for non-invasive medical monitoring applications*, Medical Measurements and Applications-IEEE MeMeA, pp. 270-274, 10-12 Juin 2014, Lisbonne, Portugal (**Best Student IEEE Paper Award**)

- **T.H.N. Dinh**, P-Y. Joubert, E. Martincic, E. Dufour-Gergam, *Non-invasive capacitive pressure sensor: microfabrication process and first electro-mechanical characterization*, Design, Integration, Test and Packaging of MEMS and MOEMS - DTIP, pp. 235-239, 1-4 Avril 2014, Cannes, France
- **T.H.N. Dinh**, P-Y. Joubert, E. Martincic, E. Dufour-Gergam, *Fabrication and characterization of flexible force sensor arrays made by film transfer process*, IEEE Sensors 2013, pp. 1070-1073, 4-6 Novembre 2013, Baltimore, Etats-Unis
- **T.H.N. Dinh**, E. Martincic, A. Chhaibi, S. Nazeer, M. Couty, P-Y. Joubert, E. Dufour-Gergam, *Fabrication of flexible force sensor arrays by transfer of film*, 24th Micromechanics and Microsystems Europe Conference, P30-4 pages, 1-4 September 2013, Espoo, Finland
- M. Couty, S. Nazeer, **T.H.N. Dinh**, E. Martincic, M. Woytasik, M. Tatoulian, E. Dufour-Gergam, *Fabrication of thick copper lines by film transfer method applied to PDMS structural layers*, 23th Micromechanics and Microsystems Europe Conference, A08-4 pages, 9-12 September 2012, Ilmenau, Germany

Communications en conférences (sans actes)

- **T.H.N. Dinh**, E. Martincic, E. Dufour-Gergam, P-Y. Joubert, *Three Axes Pressure Micro-Sensor Arrays For Medical Applications*, Sensors, Energy Harvesting, Wireless Network & Smart Objects Conference 2015, 13-16 October 2015, Aix en Provence, France
- **T.H.N. Dinh**, E. Martincic, E. Dufour-Gergam, P-Y. Joubert, *Development of 3-axis polymer-based flexible capacitive force micro-sensor arrays for medical applications*, 3rd International Doctoral Student Symposium, 25-28 Février 2015, Hokkaido Université, Japon (**conférence invitée**)
- P-Y. Joubert, **T.H.N. Dinh**, G. Masilamany, E. Martincic, M. Woytasik, E. Dufour-Gergam, *Developments of micro-devices for bio-medical applications*, 2nd Advanced Technology Workshop on Microelectronics, Systems and Packaging for Medical Applications, 10-11 Decembre 2014, Lyon, France
- **T.H.N. Dinh**, P-Y. Joubert, E. Martincic, E. Dufour-Gergam, *Fabrication of flexible pressure sensor arrays by transfer of film*, Journées nationales du GDR Micro-Nano Systèmes & Micro-Nano fluïdique, 7-8 Juillet 2014, Ecole Polytechnique Paris, France
- **T.H.N. Dinh**, P-Y. Joubert, *Micro-sensors for non-invasive measurements in medical applications*, NAMIS Workshop 2014, 1-4 Juin 2014, Ha Long, Vietnam (**Membre du comité d'organisation**)

- **T.H.N. Dinh**, *Etude du procédé de fabrication des capteurs de pression par la technologie de transfert de film*, 16^{ème} Journées Nationales du Réseau Doctoral en Micro-nanoélectronique - JNRDM, 11-13 Juin 2013, Grenoble, France
- **T.H.N. Dinh**, J. Moulin, E. Martincic, M. Couty, E. Dufour-Gergam, M. Desgeorges, F. Verjus, *Electromagnetic implantable blood pressure micro sensor: Preliminary results concerning the fabrication process and characterization*, 6th NAMIS international school, 6-10 Septembre 2012, Tokyo, Japon

BIBLIOGRAPHIES

- Agilent. (2000). *4192A LF Impedance Analyzer Operating and Service Manual*.
- Al Khaburi, J., Dehghani-Sanij, A. A., Nelson, E. A. and Hutchinson, J. (2012). Effect of bandage thickness on interface pressure applied by compression bandages. *Medical Engineering & Physics*, 34(3), 378–385. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.medengphy.2011.07.028>
- Anwar, K., Han, T. and Kim, S. M. (2011). Reversible sealing techniques for microdevice applications. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 153(2), 301–311. doi:10.1016/j.snb.2010.11.002
- Bamberg, S. J. M., Benbasat, A. Y., Scarborough, D. M., Krebs, D. E. and Paradiso, J. A. (2008). Gait Analysis Using a Shoe-Integrated Wireless Sensor System. *Information Technology in Biomedicine, IEEE Transactions on*. doi:10.1109/TITB.2007.899493
- Beix, V. (2013). *Etudes des procédés d'encapsulation hermétique au niveau du substrat par la technologie de transfert de films*. Paris Sud, ÉCOLE DOCTORALE : STITS.
- Bertin, M., Hild, F., Roux, S., Matthieu, F. and Leclerc, H. (2015). Optimization and Validation of a Cruciform Geometry for the Identification of Elastoplastic Models. In *Photomechanics*.
- Biometrics France. (2015). Plateforme Zebris FDM. Repéré à <http://www.biometrics.fr/V4/fr/38-plate-forme-zebris-fdm.html>
- Braud, F. (1995). Ti diffusion barrier in Cu-based metallization. *Applied Surface Science*, 91(1-4), 251–256. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0169433295001271>
- Brault, S. (2010). *Etude du procédé de transfert de films. Applications : Encapsulation sur tranche et Elaboration de micro-dispositifs*. Université Paris Sud.
- Cai, D. and Neyer, A. (2010). Cost-effective and reliable sealing method for PDMS (PolyDiMethylSiloxane)-based microfluidic devices with various substrates. *Microfluidics and Nanofluidics*, 9(4-5), 855–864. doi:10.1007/s10404-010-0596-1
- Campbell, D. J., Beckman, K. J., Calderon, C. E., Doolan, P. W., Ottosen, R. M., Ellis, A. B. and Lisensky, G. C. (1999a). Replication and Compression of Bulk and Surface Structures with Polydimethylsiloxane Elastomer, 75(4), 537–541.
- Campbell, D. J., Beckman, K. J., Calderon, C. E., Doolan, P. W., Ottosen, R. M., Ellis, A. B. and Lisensky, G. C. (1999b). Replication and Compression of Bulk and Surface Structures with Polydimethylsiloxane Elastomer, 75(4), 537–541.
- Canonsburg, T. D. (2012). ANSYS Mechanical User Guide (vol. 15317, pp. 724–746).
- Cao, H. H., Dinh, T. H. N., Hamdi, F., Couty, M., Martincic, E., Woytasik, M. and Dufour-Gergam, E. (2015). Reversible bonding by dimethyl-methylphenylmethoxy siloxane – based stamping technique for reusable poly(dimethylsiloxane) microfluidic chip. *Micro & Nano Letters, IET*, 10(5), 229–232(3). Repéré à <http://digital-library.theiet.org/content/journals/10.1049/mnl.2014.0581>

- Caselli, A., Pham, H., Giurini, J., Armstrong, D. and Veves, A. (2002). The Forefoot-to-Rearfoot Plantar Pressure Ratio Is Increased in Severe Diabetic Neuropathy and Can Predict. *Diabetes care*, 25(6), 1066,1071.
- Chelius, G., Brailon, C., Pasquier, M., Horvais, N., Gibollet, R. P., Espiau, B. and Coste, C. A. (2011). A Wearable Sensor Network for Gait Analysis: A Six-Day Experiment of Running Through the Desert. *IEEE Transactions on Mechatronics*, 16, 878–883.
- Chen, Q., Li, G., Nie, Y., Yao, S. and Zhao, J. (2013). Investigation and improvement of reversible microfluidic devices based on glass–PDMS–glass sandwich configuration. *Microfluidics and Nanofluidics*, 16(1-2), 83–90. doi:10.1007/s10404-013-1222-9
- Chen, X., Murawski, A., Kuang, G., Sexton, D. J. and Galbraith, W. (2006). Sample preparation for MALDI mass spectrometry using an elastomeric device reversibly sealed on the MALDI target. *Analytical chemistry*, 78(17), 6160–8. doi:10.1021/ac060286b
- Cheng, M.-Y., Lin, C.-L., Lai, Y.-T. and Yang, Y.-J. (2010). A polymer-based capacitive sensing array for normal and shear force measurement. *Sensors (Basel, Switzerland)*, 10(11), 10211–25. doi:10.3390/s101110211
- Chong, S. C., Xie, L., Yobas, L., Ji, H. M., Li, J., Chen, Y., ... Iyer, M. K. (2005). Disposable Polydimethylsiloxane Package for “Bio-Microfluidic System.” *Electronic Components and Technology Conference, 2005. Proceedings. 55th.* doi:10.1109/ECTC.2005.1441333
- Chou, N., Lee, J. and Kim, S. (2014). Large-sized out-of-plane stretchable electrodes based on polydimethylsiloxane substrate. *Applied Physics Letters*, 105(24), 241903. doi:10.1063/1.4904395
- Chung, S., Park, J., Chung, C., Han, D. C. and Chang, J. K. (2004). Multi-height micro structures in poly(dimethyl siloxane) lab-on-a-chip. *Microsystem Technologies*, 10(2), 81–88. doi:10.1007/s00542-003-0301-3
- Cortes, M., Moulin, J., Couty, M., Peng, T., Garel, O., Dinh, T. H. N., ... Lefevre, E. (2013). Micromolding of NiFe and Ni Thick Films for 3D Integration of MEMS. *Journal of the Electrochemical Society*, 161(2), B3038–B3043. doi:10.1149/2.006402jes
- Couttenier, E., De broissia, C., Denoyel, L.-M., Schune, C. and Seby, J.-B. (2015). Caractérisation mécanique d’Elsatomères pour la conception d’un capteur médical non-invasif. *Rapport de projet PSC, Ecole polytechnique.*
- Couty, M. (2012). *Etude du procédé de réalisation de micro-antennes souples implantables pour l’imagerie médicale par Résonance Magnétique.*
- Couty, M., Rubin, A., Woytasik, M., Ginefri, J.-C., Darrasse, L., Boumezbeur, F., ... Dufour-Gergam, E. (2012). Implantable wireless microcoils for 7Tesla Magnetic Resonance Imaging of the rat brain: Optimization of the PDMS packaging. *Biomedical Wireless Technologies, Networks, and Sensing Systems (BioWireless), 2012 IEEE Topical Conference on.* doi:10.1109/BioWireless.2012.6172728
- Dinh, T. H. N., Cao, H. H., Hamdi, F. S., Couty, M., Martincic, E., Woytasik, M. and Dufour-Gergam, E. (2015). Development of reversible bonding for microfluidic applications. *Microfluidics and Nanofluidics*, 1–6. doi:10.1007/s10404-015-1599-8

- Duffy, D. C., McDonald, J. C., Schueller, O. J. and Whitesides, G. M. (1998). Rapid Prototyping of Microfluidic Systems in Poly(dimethylsiloxane). *Analytical chemistry*, 70(23), 4974–84. doi:10.1021/ac980656z
- Eddings, M. a, Johnson, M. a and Gale, B. K. (2008). Determining the optimal PDMS–PDMS bonding technique for microfluidic devices. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 18(6), 067001. doi:10.1088/0960-1317/18/6/067001
- Esteves, a. C. C., Brokken-Zijp, J., Laven, J., Huinink, H. P., Reuvers, N. J. W., Van, M. P. and de With, G. (2009). Influence of cross-linker concentration on the cross-linking of PDMS and the network structures formed. *Polymer*, 50(16), 3955–3966. doi:10.1016/j.polymer.2009.06.022
- FC, M. (2007). [FC 07] M. FC, “Compression Therapy in Practice,” *Aberdeen Wound UK Publ.*, p. 228, 2007. (p. 228). Aberdeen Wound UK Publ.
- Fürjes, P., Holczer, E. G., Tóth, E., Iván, K., Fekete, Z., Bernier, D., ... Giannone, D. (2014). PDMS microfluidics developed for polymer based photonic biosensors. *Microsystem Technologies*. doi:10.1007/s00542-014-2130-y
- Geng, Z., Zhang, L., Ju, Y., Wang, W. and Li, Z. (2011). Fabrication of reusable whole PDMS biochip for mesenchymal stem cell separation and enrichment. In *2011 6th IEEE International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems* (pp. 5–8). Ieee. doi:10.1109/NEMS.2011.6017281
- Gouelle, A. (2014). Analyse des appuis plantaires sur tapis de marche : état actuel et perspectives. In *35ème Journée Montpelliéraine de Podologie, Médecine et Chirurgie du Pied*. Montpellier.
- Gras, R., Leclerc, H., Hild, F., Roux, S. and Schneider, J. (2015). Identification of a set of macroscopic elastic parameters in a 3D woven composite: Uncertainty analysis and regularization. *International Journal of Solids and Structures*, 55, 2–16. doi:10.1016/j.ijsolstr.2013.12.023
- Gray, D. S., Tien, J. and Chen, C. S. (2004). High-Conductivity Elastomeric Electronics. *Advanced Materials*, 16(5), 393–397. doi:10.1002/adma.200306107
- Guo, Q., Hsu, Y.-P., Mastrangelo, C., Young, D. J. and Surapaneni, R. (2013). Characterization of 26 x 26 Ground Reaction Sensor Array Interfaced with Two Parallel Electronic Detection Channels. *2013 IEEE SENSORS Proceedings, Baltimore, MD, USA*, 507–510.
- H. Nishiyama, M. N. (1994). Form and Capacitance of Parallel-Plate Capacitors. *IEEE transactions on components, packaging, and manufacturing technology part A*, 17(3), 477–484.
- Ha, D., de Vries, W. N., John, S. W. M., Irazoqui, P. P. and Chappell, W. J. (2012). Polymer-based miniature flexible capacitive pressure sensor for intraocular pressure (IOP) monitoring inside a mouse eye. *Biomedical microdevices*, 14(1), 207–15. doi:10.1007/s10544-011-9598-3
- Hage-ali, S. (2011). *Antennes planaires millimétriques reconfigurables à base de Microsystèmes Magnéto-Mécaniques (MMMS)*. Ecole Centrale de Lille.
- Hartmann-Heurtier, A. (2012). Prévenir les plaies graves des patients diabétiques. In *1er Workshop Medicen sur les Dispositifs Médicaux, 20 novembre 2012*. Paris.

- Jeong, J.-W., Kim, M. K., Cheng, H., Yeo, W.-H., Huang, X., Liu, Y., ... Rogers, J. a. (2014). Capacitive epidermal electronics for electrically safe, long-term electrophysiological measurements. *Advanced healthcare materials*, 3(5), 642–648. doi:10.1002/adhm.201300334
- Johnston, I. D., McCluskey, D. K., Tan, C. K. L. and Tracey, M. C. (2014). Mechanical characterization of bulk Sylgard 184 for microfluidics and microengineering. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 24(3), 035017. doi:10.1088/0960-1317/24/3/035017
- Keller, S., Haefliger, D. and Boisen, A. (2007). Optimized plasma-deposited fluorocarbon coating for dry release and passivation of thin SU-8 cantilevers. *Journal of Vacuum Science & Technology B*, 25(6).
- Kempé, P. (2009). *Principe généraux en Indentation, Scratch, et Triobologie*. Repéré à http://www.csm-instruments.com/webfm_send/67
- Khademhosseini, A., Yeh, J., Eng, G., Karp, J., Kaji, H., Borenstein, J., ... Langer, R. (2005). Cell docking inside microwells within reversibly sealed microfluidic channels for fabricating multiphenotype cell arrays. *Lab on a chip*, 5(12), 1380–6. doi:10.1039/b508096g
- Kieser, J., Singh, B., Swain, M., Ichim, I., Waddell, J. N., Kennedy, D., ... Livingstone, V. (2007). Measuring Intraoral Pressure: Adaptation of a Dental Appliance Allows Measurement During Function. *Dysphagia*, 23(3), 237–243. doi:10.1007/s00455-007-9126-z
- Kim, T. K., Kim, J. K. and Jeong, O. C. (2011). Measurement of nonlinear mechanical properties of PDMS elastomer. *Microelectronic Engineering*, 88(8), 1982–1985. doi:10.1016/j.mee.2010.12.108
- Kirchner, E., Murarka, S. P., Eisenbraun, E. and Kaloyeros, A. (1993). Ultra Thin Sacrificial Diffusion Barriers - Control of Diffusion Across the Cu-SiO₂ Interface. In *MRS Fall meeting* (pp. 318–319). doi:doi:10.1557/PROC-318-319
- Koschwanez, J. H., Carlson, R. H. and Meldrum, D. R. (2009). Thin PDMS Films Using Long Spin Times or Tert-Butyl. *PLoS one*, 4, 542–546.
- Kramer, R. K., Majidi, C. and Wood, R. J. (2011). Wearable tactile keypad with stretchable artificial skin. *2011 IEEE International Conference on Robotics and Automation*, 1103–1107. doi:10.1109/ICRA.2011.5980082
- Kundu, T. and Placko, D. (2007). *DPSM for Modeling Engineering Problems* (John Wiley, p. 372). Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, Inc.
- Le Berre, M., Crozatier, C., Velve Casquillas, G. and Chen, Y. (2006). Reversible assembling of microfluidic devices by aspiration. *Microelectronic Engineering*, 83(4-9), 1284–1287. doi:10.1016/j.mee.2006.01.257
- Lee, H.-K., Chang, S.-I. and Yoon, E. (2006). A Flexible Polymer Tactile Sensor: Fabrication and Modular Expandability for Large Area Deployment. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 15(6), 1681–1686. doi:10.1109/JMEMS.2006.886021

- Lee, H.-K., Chung, J., Chang, S.-I. and Yoon, E. (2011). Real-time measurement of the three-axis contact force distribution using a flexible capacitive polymer tactile sensor. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 21(3), 035010. doi:10.1088/0960-1317/21/3/035010
- Lee, K. J., Fosser, K. a. and Nuzzo, R. G. (2005). Fabrication of Stable Metallic Patterns Embedded in Poly(dimethylsiloxane) and Model Applications in Non-Planar Electronic and Lab-on-a-Chip Device Patterning. *Advanced Functional Materials*, 15(4), 557–566. doi:10.1002/adfm.200400189
- Lei, K. F., Lee, K.-F. and Lee, M.-Y. (2012). Development of a flexible PDMS capacitive pressure sensor for plantar pressure measurement. *Microelectronic Engineering*, 99.
- Lei, K., Lee, K.-F. and Lee, M.-Y. (2014). A flexible PDMS capacitive tactile sensor with adjustable measurement range for plantar pressure measurement. *Microsystem Technologies*, 20(7), 1351–1358. doi:10.1007/s00542-013-1918-5
- Lim, K. S., Chang, W.-J., Koo, Y.-M. and Bashir, R. (2006). Reliable fabrication method of transferable micron scale metal pattern for poly(dimethylsiloxane) metallization. *Lab on a chip*, 6(4), 578–80. doi:10.1039/b514755g
- Liu, C.-X. and Choi, J.-W. (2009). Patterning conductive PDMS nanocomposite in an elastomer using microcontact printing. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 19(8), 085019. doi:10.1088/0960-1317/19/8/085019
- Lötters, J. C., Olthuis, W., Veltink, P. H. and Bergveld, P. (1997). The mechanical properties of the rubber elastic polymer polydimethylsiloxane for sensor applications. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 7(3), 145–147. doi:10.1088/0960-1317/7/3/017
- Mannsfeld, S. C. B., Tee, B. C.-K., Stoltenberg, R. M., Chen, C. V. H.-H., Barman, S., Muir, B. V. O., ... Bao, Z. (2010). Highly sensitive flexible pressure sensors with microstructured rubber dielectric layers. *Nature materials*, 9(10), 859–64. doi:10.1038/nmat2834
- Mark, J. E. (1999). *Polymer Data Handbook* (pp. 91, 464). New York: Oxford Univ. Press.
- Mata, A., Fleischman, A. J. and Roy, S. (2005). Characterization of polydimethylsiloxane (PDMS) properties for biomedical micro/nanosystems. *Biomedical microdevices*, 7(4), 281–93. doi:10.1007/s10544-005-6070-2
- McClain, M. a, LaPlaca, M. C. and Allen, M. G. (2009). Spun-cast micromolding for etchless micropatterning of electrically functional PDMS structures. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 19(10), 107002. doi:10.1088/0960-1317/19/10/107002
- McDonald, J. C., Duffy, D. C., Anderson, J. R. and Chiu, D. T. (2000). Review General Fabrication of microfluidic systems in poly (dimethylsiloxane). *Electrophoresis*, 21, 27–40.
- McDonald, J. C. and Whitesides, G. M. (2002). Poly(dimethylsiloxane) as a material for fabricating microfluidic devices. *Accounts of chemical research*, 35(7), 491–499. Repéré à <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/12118988>

- Metzger, C., Fleisch, E., Meyer, J., Dansachmüller, M., Graz, I., Kaltenbrunner, M., ... Bauer, S. (2008). Flexible-foam-based capacitive sensor arrays for object detection at low cost. *Applied Physics Letters*, 92(1), 013506. doi:10.1063/1.2830815
- Miao, L., Jianren, S., Ying, S., Christopher, B. and Quanfang, C. (2009). Thickness-dependent mechanical properties of polydimethylsiloxane membranes. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 19(3), 35028. Repéré à <http://stacks.iop.org/0960-1317/19/i=3/a=035028>
- Moffatt, F. (2007). *Compression Therapy in Practice*. Aberdeen: Wound UK Publishing, 228.
- Muhammad, H. B., Oddo, C. M., Beccai, L., Recchiuto, C., Anthony, C. J., Adams, M. J., ... Ward, M. C. L. (2011). Development of a bioinspired MEMS based capacitive tactile sensor for a robotic finger. *Sensors and Actuators A: Physical*, 165(2), 221–229. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.sna.2010.10.025>
- Nazeer, S. (2012). *Conception et réalisation de micro-capteurs de pression pour l'instrumentation d'interface à retour d'effort*. University Paris Sud XI.
- Nazeer, S. (2012). *Conception et réalisation de micro-capteurs de pression pour l'instrumentation d'interface à retour d'effort*. PhD thesis of University Paris-Sud, Orsay, France.
- Neethirajan, S., Kobayashi, I., Nakajima, M., Wu, D., Nandagopal, S. and Lin, F. (2011). Microfluidics for food, agriculture and biosystems industries. *Lab on a chip*, 11(9), 1574–86. doi:10.1039/c0lc00230e
- Nunes, L. C. S. (2010). Shear modulus estimation of the polymer polydimethylsiloxane (PDMS) using digital image correlation. *Materials & Design*, 31(1), 583–588. doi:10.1016/j.matdes.2009.07.012
- Nunes, L. C. S. (2011). Mechanical characterization of hyperelastic polydimethylsiloxane by simple shear test. *Materials Science and Engineering: A*, 528(3), 1799–1804. doi:10.1016/j.msea.2010.11.025
- Oh, K. W., Lee, K., Ahn, B. and Furlani, E. P. (2012). Design of pressure-driven microfluidic networks using electric circuit analogy. *Lab on a chip*, 12(3), 515–45. doi:10.1039/c2lc20799k
- Oliver, W. C. and Pharr, G. M. (2003). Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research*, 19(01), 3–20. doi:10.1557/jmr.2004.19.1.3
- Oumarou, N. (2009). *Caractérisation mécanique de systèmes film-substrat par indentation instrumentée (nanoindentation) en géométrie sphère-plan* (Institut National Polytechnique de Lorraine). Repéré à http://docnum.univ-lorraine.fr/public/INPL/2009_OUMAROU_N.pdf
- Patel, J. N., Kaminska, B., Gray, B. L. and Gates, B. D. (2009). A sacrificial SU-8 mask for direct metallization on PDMS. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 19(11), 115014. doi:10.1088/0960-1317/19/11/115014
- Patel, S., Park, H., Bonato, P., Chan, L. and Rodgers, M. (2012). A review of wearable sensors and systems with application in rehabilitation. *Journal of neuroengineering and rehabilitation*, 9(1), 21. doi:10.1186/1743-0003-9-21

- Ponce Wong, R. D., Posner, J. D. and Santos, V. J. (2012). Flexible microfluidic normal force sensor skin for tactile feedback. *Sensors and Actuators A: Physical*, 179, 62–69. doi:10.1016/j.sna.2012.03.023
- Pradon, D., Pinsault, N., Zory, R. and Routhier, F. (2012). Could mobility performance measures be used to evaluate wheelchair skills? *J Rehabil Med*.
- Rafat, M., Raad, D. R., Rowat, A. C. and Auguste, D. T. (2009). Fabrication of reversibly adhesive fluidic devices using magnetism. *Lab on a chip*, 9(20), 3016–9. doi:10.1039/b907957b
- Ramadan, Q., Samper, V., Poenar, D. and Yu, C. (2006). Magnetic-based microfluidic platform for biomolecular separation. *Biomedical microdevices*, 8(2), 151–8. doi:10.1007/s10544-006-7710-x
- Rasponi, M., Piraino, F., Sadr, N., Laganà, M., Redaelli, A. and Moretti, M. (2010). Reliable magnetic reversible assembly of complex microfluidic devices: fabrication, characterization, and biological validation. *Microfluidics and Nanofluidics*, 10(5), 1097–1107. doi:10.1007/s10404-010-0738-5
- Roche, N., Pradon, D., Zory, R., Bonnyaud, C., Boudarham, J. and Bensmail, D. (2011). Apport de l'analyse quantifiée de la marche (AQM) dans la compréhension des mécanismes responsables des troubles de la marche des patients hémiplésiques et dans l'évaluation des effets des différents traitements classiquement utilisés. *Lett Méd Phys Réadapt*, 89–108.
- Schelcher, G. (2012). *Le transfert de films: vers une intégration hétérogène des micro et nanosystèmes*. Université Paris Sud.
- Schelcher, G., Brault, S., Parrain, F., Lefeuvre, E., Dufour-Gergam, E., Tatoulian, M., ... Bosseboeuf, A. (2011). MEMS Process by Film Transfer Using Fluorocarbon Anti-Adhesive Layer. *Journal of the Electrochemical Society* *Electrochem. Soc.*, 158(5), H545–H550.
- Schmid, H., Wolf, H., Allenspach, R., Riel, H., Karg, S., Michel, B. and Delamarche, E. (2003). Preparation of Metallic Films on Elastomeric Stamps and Their Application for Contact Processing and Contact Printing. *Advanced Functional Materials*, 13(2), 145–153. doi:10.1002/adfm.200390021
- Schneider, J. and Fellner, T. (2008). Mechanical properties of silicones for MEMS. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 18(6), 65008. Repéré à <http://stacks.iop.org/0960-1317/18/i=6/a=065008>
- Sepúlveda, A. T., Villoria, R. G. De, Viana, J. C., Pontes, A. J., Wardle, B. L. and Rocha, L. A. (2012). Flexible Pressure Sensors: Modeling and Experimental Characterization. *Procedia Engineering*, 47(0), 1177–1180. doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.proeng.2012.09.361
- Sia, S. K. and Whitesides, G. M. (2003). Microfluidic devices fabricated in poly(dimethylsiloxane) for biological studies. *Electrophoresis*, 24(21), 3563–76. doi:10.1002/elps.200305584
- Stone, H. a., Stroock, a. D. and Ajdari, a. (2004). Engineering Flows in Small Devices. *Annual Review of Fluid Mechanics*, 36(1), 381–411. doi:10.1146/annurev.fluid.36.050802.122124
- Sui, G., Lee, C.-C., Kamei, K.-I., Li, H.-J., Wang, J.-Y., Wang, J., ... Tseng, H.-R. (2007). A microfluidic platform for sequential ligand labeling and cell binding analysis. *Biomedical Microdevices*, 9(3), 301–305. doi:10.1007/s10544-006-9033-3

- Surapaneni, R., Guo, Q., Xie, Y., Young, D. J. and Mastrangelo, C. H. (2013). A three-axis high-resolution capacitive tactile imager system based on floating comb electrodes. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 23(7), 75004. Repéré à <http://stacks.iop.org/0960-1317/23/i=7/a=075004>
- Tekscan. (2015). T-Scan Digital Occlusal Analysis. Repéré à <https://www.tekscan.com/>
- Tiercelin, N., Coquet, P., Sauleau, R., Senez, V. and Fujita, H. (2006). Polydimethylsiloxane membranes for millimeter-wave planar ultra flexible antennas. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 16(11), 2389. Repéré à <http://stacks.iop.org/0960-1317/16/i=11/a=020>
- Tiwana, M. I., Redmond, S. J. and Lovell, N. H. (2012). A review of tactile sensing technologies with applications in biomedical engineering. *Sensors and Actuators A: Physical*, 179, 17–31. doi:10.1016/j.sna.2012.02.051
- Verplancke, R., Bossuyt, F., Cuypers, D. and Vanfleteren, J. (2012). Thin-film stretchable electronics technology based on meandering interconnections: fabrication and mechanical performance. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 22(1), 015002. doi:10.1088/0960-1317/22/1/015002
- Vezy, C., Haddour, N., Dempsey, N. M., Dumas-Bouchiat, F. and Frénéa-Robin, M. (2011). Simple method for reversible bonding of a polydimethylsiloxane microchannel to a variety of substrates. *Micro & Nano Letters*, 6(10), 871. doi:10.1049/mnl.2011.0492
- Wang, Z. (2011). *Polydimethylsiloxane Mechanical Properties Measured by Macroscopic Compression and Nanoindentation Techniques* (University of South Florida). Repéré à <http://scholarcommons.usf.edu/etd/3402>
- Wittig, J. H., Ryan, A. F. and Asbeck, P. M. (2005). A reusable microfluidic plate with alternate-choice architecture for assessing growth preference in tissue culture. *Journal of neuroscience methods*, 144(1), 79–89. doi:10.1016/j.jneumeth.2004.10.010
- Woytasik, M. (2005). *Etude des procédés de fabrication de microdispositifs électromagnétiques sur supports souples pour l'imagerie médicale (IRM) et le contrôle non destructif des matériaux*. Université Paris 6 Pierre et Marie Curie.
- Woytasik, M., Grandchamp, J.-P., Dufour-Gergam, E., Gilles, J.-P., Megherbi, S., Martincic, E., ... Crozat, P. (2006). Two- and three-dimensional microcoil fabrication process for three-axis magnetic sensors on flexible substrates. *Sensors and Actuators A: Physical*, 132(1), 2–7. doi:10.1016/j.sna.2006.06.062
- Yang, F. (2003). Thickness effect on the indentation of an elastic layer. *Materials Science and Engineering: A*, 358(1–2), 226–232. doi:[http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093\(03\)00289-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093(03)00289-2)
- Zhang, H. Z., Tang, Q. Y. and Chan, Y. C. (2012). Development of a versatile capacitive tactile sensor based on transparent flexible materials integrating an excellent sensitivity and a high resolution. *AIP Advances*, 2(2), 022112. doi:10.1063/1.4706011

Titre : Etudes technologiques de composants PDMS pour applications biomédicales : développement de capteurs souples de pression par transfert de film

Mots-clés : Micro-capteurs de pression, capteurs souples, simulation, polymères PDMS, procédé de microfabrication, collage réversible, caractérisations électromécaniques

Les travaux de thèse portent sur le développement de méthodologies d'élaboration de dispositifs à base de polymères PDMS, destinés à des applications médicales. Ce travail s'appuie sur deux volets applicatifs : le développement de matrices de micro-capteurs capacitifs souples portables destinées à la mesure de champs de pression dans un contexte de suivi d'appuis du corps humain, et le développement d'une technique de collage réversible de composants PDMS dans une application de laboratoire sur puce en micro-fluidique. Dans ces travaux, les propriétés mécaniques du PDMS sont déterminées expérimentalement et à l'aide de modélisations numériques, afin d'identifier les éléments essentiels du dimensionnement des micro-capteurs capacitifs. Différents types de micro-capteurs de pression souples sont réalisés par un procédé de microfabrication à transfert de films. Ce procédé est optimisé à chacune de ses étapes afin d'obtenir un procédé fiable et reproductible. Les caractérisations électromécaniques montrent que les capteurs fabriqués sont opérationnels et adaptés aux applications médicales visées. Les capteurs de pression normale ont une variation de capacité de 3 à 17 % à 10 N - 300 kPa, adaptée à une application dentaire. Les capteurs à trois axes de sensibilité ont une résolution spatiale de 25 mm², et une sensibilité de 4 % à 3 N en compression et 1,4 % par Newton en cisaillement pur, et sont adaptés à une application de mesure de la pression plantaire destinée à l'analyse de la marche et la détection des hyper-appuis. Par ailleurs, deux méthodes différentes permettant le collage réversible de composants PDMS sont développées. Les dispositifs microfluidiques fabriqués avec ces méthodes peuvent être utilisés avec jusqu'à 5 cycles de collage/décollage, et travailler à débit élevé (500 µL/min, correspondant à une pression de 148 kPa). Les méthodologies développées dans ces travaux ouvrent la voie à l'élaboration de dispositifs à base de PDMS performants et optimisés pour répondre à des cahiers des charges exigeants pour des applications biomédicales ciblées.

Title : Study of technologies of PDMS devices for biomedical applications: development of fabrication of flexible pressure sensors arrays by film transfer

Keywords: capacitive pressure sensors, flexible sensors, micro-fabrication process, PDMS, film transfer, reversible packaging, electromechanical characterizations

This thesis focuses on the development of methodologies dedicated to the development of PDMS-based devices, which are required in medical applications. Two objective applications are considered in this work: i) the development of wearable flexible micro-sensors arrays for measuring pressure fields on human body and ii) the development of a reversible bonding technique of PDMS components dedicated to microfluidic chips. In this work, the mechanical properties of PDMS are determined using experiments and computations; they allow identifying the essential elements of the design of capacitive micro-sensors. The manufacturing process is reliable and reproducible, and different types of flexible pressure sensor have been fabricated by a film transfer process. Electromechanical characterizations show that the fabricated sensors are fully operational and suitable for the intended applications. Normal pressure sensors have a capacitance change ranging from 3 to 17% under a 10 N - 300 kPa - load, which is suitable for dental applications. Fabricated triaxial sensor arrays have a spatial resolution of 25 mm², and a sensitivity of 4% under 3 N load in compression, and 1.4% / N under shear. These features are suitable for plantar pressure measurements required in gait analyses or for the detection of over-pressures. Besides, two different process methods for the reversible bonding of PDMS devices are developed. The microfluidic devices fabricated with these methods can be used within up to 5 "bonding & peeling off" cycles, and can be working at high microfluidic flows (500 µL / min, corresponding to a pressure of 148 kPa). The methodologies developed in these works open the way to the design and fabrication of PDMS-based devices suitable for demanding biomedical applications.

