



Lévitacion diamagnétique sur micro-aimants : applications à la microfluidique digitale et à la biologie.

Alain Masse

► **To cite this version:**

Alain Masse. Lévitacion diamagnétique sur micro-aimants : applications à la microfluidique digitale et à la biologie.. Autre. Université Grenoble Alpes, 2013. Français. <NNT : 2013GRENT052>. <tel-00951409>

HAL Id: tel-00951409

<https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00951409>

Submitted on 24 Feb 2014

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

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

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

Spécialité : **Génie électrique**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

« **Alain Masse** »

Thèse dirigée par « **Gilbert Reyne** » et
codirigée par « **Orphée Cugat** »

préparée au sein du **laboratoire de Génie Electrique et
d'Electrotechnique de Grenoble**

dans l'**École Doctorale Electronique, Electrotechnique,
Automatique, Télécommunication, Signal**

***Lévitiation diamagnétique sur micro-aimants :
applications à la microfluidique digitale et à la
biologie***

Thèse soutenue publiquement le « **17/10/2013** »,
devant le jury composé de :

Mr. François BURET

Président

Mr. Philippe PERNOD

Rapporteur

Mr. Sébastien EUPHRASIE

Examineur

Mr. Gilbert REYNE

Directeur de thèse

Mr. Orphée CUGAT

Co-encadrant

Mme. Nora DEMPSEY

Invité



Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier Monsieur Buret François (Professeur au laboratoire Ampère, Ecole Centrale de Lyon) et Monsieur Pernod Philippe (Professeur à l'IEMN UMR CNRS 8520, Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie, Ecole Centrale de Lille) d'avoir accepté d'être les rapporteurs de cette thèse ainsi que Monsieur Euphrasie Sébastien (Maître de Conférences à FEMTO-ST/MN2S, Université de Franche Comté, Besançon) d'avoir accepté d'être membre de ce jury de thèse.

Je remercie Monsieur Roudet James (Directeur du laboratoire de génie électrique, G2ELAB) de m'avoir accueilli dans son unité et permis de réaliser ce travail.

Je remercie Monsieur Cugat Orphée (Directeur de recherche CNRS, G2ELAB) de m'avoir accueilli dans son équipe et de m'avoir fait partager ses connaissances. Merci pour les précieux conseils administrés tout au long de cette thèse.

Mes remerciements très sincères à Monsieur Reyne Gilbert (Directeur de recherche, G2ELAB) pour avoir accepté de m'encadrer sur ce projet, pour les nombreuses discussions scientifiques et personnelles, pour ses si nombreux conseils, pour sa positivité à toute épreuve et sa motivation communicative. Nos randonnées en montagne et sorties via ferrata vont me manquer.

Je remercie particulièrement Paul Kauffmann de m'avoir passé le relais, pour ses conseils, son soutien et pour tous les bons moments passés en sa compagnie (on refait un film quand tu veux !).

Je tiens à remercier les autres membres de l'équipe, Luiz et Guillaume pour leur aide dans la réalisation de mes travaux ainsi que pour les agréables moments passés ensemble en dehors du laboratoire. Merci à Guillaume pour m'avoir transmis sa passion de l'escalade.

De chaleureux remerciements vont naturellement à Nora, Dan, Fred et Mikhail qui, à l'Institut Néel, ont su développer et fabriquer de très bons micro-aimants. C'était un privilège et une chance de travailler en collaboration avec eux. Merci également pour le temps qu'ils m'ont accordé et leur rapidité de réaction qui a permis la finalisation de ce projet commun

Un grand merci aux ingénieurs du CIME et en particulier à Delphine, Stéphane et Luc, pour m'avoir formé à la fabrication en salle blanche. Merci pour leur disponibilité.

De même, je remercie particulièrement Thibaut Haccard pour avoir consacré de son temps à me former à l'utilisation des machines présentes dans les salles blanches de la PTA (Plateforme Technologique Avancée de Minatec) et pour sa rapidité de réaction lors de problèmes rencontrés sur ces appareils.

Egalement un grand merci à Victor qui a grandement contribué à l'avancer du travail en salle blanche et pour les moments passés avec lui.

Merci à Thibault Honegger et David Peyrade pour leur précieuse collaboration au projet concernant le déplacement diélectrophorétique, notamment par l'apport d'électrodes utilisées lors des premiers essais.

Remerciements

Merci à Franz Bruckert et à Marianne pour m'avoir enseigné et donné le goût pour la biologie ainsi que pour leurs précieux conseils durant la thèse.

Mes remerciements à Marc Brunello pour m'avoir accueilli lors de mes vacances en électronique, pour ces nombreux conseils et son expérience. J'ai apprécié transmettre mes connaissances aux étudiants lors de TP.

J'aimerais également remercier Christian Jeandey du LETI, pour sa contribution et sa disponibilité. Sans ses compétences en magnétostatique, bon nombre de ces travaux n'auraient jamais vu le jour.

Je tiens à exprimer toute ma gratitude et mon amour à ma famille et mes amis qui m'ont toujours soutenu et encouragé lors de la réalisation de cette thèse et qui ont cru en moi. Et plus particulièrement à Marion sans qui je n'aurais peut être pas terminé cette thèse.

Table des matières

Introduction générale.....	1
Chapitre I : Etat de l’art en micro-fluidique : magnétisme et diélectrophorèse.....	5
1- Introduction au diamagnétisme :	6
2- Quelques applications du diamagnétisme :	8
2-1 Diamagnétisme et capteurs :	9
2-1-1 <i>Inclinomètre</i> :	9
2-1-2 <i>Gyroscope</i> :.....	10
2-1-3 <i>Calibration fine de capteur</i> :	11
2-2 Le diamagnétisme et actionneurs :.....	11
2-2-1 <i>Alignement de cristaux</i> :	11
2-2-2 <i>Confinement et guidage</i> :.....	12
2-2-3 <i>Manipulation de micro particules en lévitation ou confinement diamagnétique</i> :..	12
3- Lévitation et actionnement :	14
3-1 Actionnement en lévitation :.....	14
3-1-1 <i>Manipulation par un guide d’onde</i> :	14
3-1-3 <i>Choix du diamagnétisme</i> :.....	15
3-2 Quelques principes d’actionnements compatibles avec la lévitation diamagnétique : ..	16
3-2-1 <i>Actionnement par magnétophorèse</i> :	16
3-2-2 <i>Actionnement par pinces optiques</i> :.....	17
4 Actionnement par diélectrophorèse :	19
4-1 Généralité sur la diélectrophorèse :.....	19
4-2 Quelques détails d’intérêt pour nos applications :	20
Conclusion :	23
Chapitre II : Magnétisme, attraction, répulsion et réduction d’échelle, dimensionnement des aimants.....	25
1- Le magnétisme :	26
2- Les différents matériaux magnétiques :.....	28
2-1 Les matériaux ferromagnétiques :.....	28
2-1-1 <i>Ferromagnétiques doux</i> :.....	29
2-1-2 <i>Ferromagnétiques durs</i> :	29
2-2 Les matériaux paramagnétiques :.....	30
2-3 Les matériaux diamagnétiques :.....	30

2-4 Bilan des matériaux magnétiques :	32
3- Force magnétique appliquée à une particule :	33
3-1 Cas d'une particule diamagnétique :	34
3-2 Cas d'une particule paramagnétique :	36
4- Le magnétisme à petite échelle :	37
4-1 Induction B :	40
4-2 Gradient de B :	41
4-3 Force magnétique :	42
5- Critères de choix de géométrie de réseaux d'aimants :	48
5-1 Conséquences de la planarité des aimants/rapport de forme :	48
5-2 Pour un rapport de formes carrées :	50
5-3 Pour un rapport de forme plus large :	51
5-4 Application sur des aimants thermo-patternés :	53
5-4-1 Billes superparamagnétiques :	56
5-4-2 Billes diamagnétiques et paramagnétiques :	60
6- Dimensionnement des aimants couplés aux électrodes pour la lévitation :	62
6-1 Contexte :	62
6-2 Quelques simulations :	62
6-2-1 Largeur du gap :	63
6-2-2 Stabilité de la goutte :	64
6-2-3 Réseau d'aimants :	67
6-2-4 Influence des aimants du fond :	68
6-3 Réalisation du masque :	70
Conclusion :	73
Chapitre III : Fabrication des prototypes : Micro-aimant, Electrodes, Micro-canaux.....	76
1- Système complet :	77
2- Fabrication des aimants NdFeB par PVD :	78
2-1 Différents types d'aimants existants :	78
2-2 Procédé de fabrication par gravure profonde puis pulvérisation :	79
2-2-1 Gravure profonde :	79
2-2-2 Dépôt d'aimants par pulvérisation cathodique (PVD) :	82
2-3 Autre méthode : Obtention d'aimants par TMP :	84
2-4 Exemple de réseaux d'aimants réalisés :	85
3- Fabrication des électrodes en ITO :	87
3-1 Configurations possibles des électrodes :	87
3-1-1 électrodes sous les aimants :	87
3-1-2 Electrodes sur les aimants :	88
3-1-3 Electrodes en face des aimants :	89
3-1-4 Les aimants utilisés comme électrodes :	89

3-2 Pourquoi de l'ITO :	90
3-3 Fabrication des électrodes :	91
3-4 Le masque final :	93
4- Les micro-canaux en PDMS :	95
4-1 Qu'est ce que le PDMS :	95
4-2 Réalisation du moule pour les microcanaux :	95
4-2-1 Quelques techniques de réalisation de moule :	95
4-2-2 Réalisation par film sec :	97
4-3 Obtention de fines couches de PDMS sur les micro-aimants :	98
4-3-1 Tests avec tournette sur des structures d'une profondeur supérieure à 90 μm : ...	98
4-3-2 Tests sous pression sur aimant :	99
4-3-3 Tests sous pression de moulage sur verre :	101
4-3-4 Conclusion sur la planarisation avec obtention de couche fine :	101
4-4 Tests de collage :	101
4-4-1 Différents essais :	101
4-4-2 Collage par plasma d'oxygène :	102
4-5 Dépôts de couches fines PDMS sur PDMS :	103
4-5-1 Essais d'épaisseur par dépôt avec une tournette :	103
5- Assemblage :	105
5-1 Assemblage des différents éléments :	105
5-2 Circuit microfluidique et contrôle en débit :	106
5-2-1 Pousse seringue et contrôleur en pression :	106
5-2-2 Liaison entre le canal microfluidique et le tube extérieur:	107
5-3 Alimentation des électrodes :	107
5-3-1 L'amplificateur par AOP :	107
5-3-2 Le système d'alimentation des électrodes complet :	109
5-4 Support de plaques :	110
5-5 Système complet avec les différents appareils :	111
6- Premiers essais, sans aimants et sans flux	113
6-1 Billes super-paramagnétiques :	113
6-2 Billes diamagnétiques :	116
6-3 Vérification par le calcul :	116
7- Diélectrophorèse en flux sans aimant :	118
7-1 Billes super-paramagnétiques :	118
7-2 Billes diamagnétiques :	118
8- Diélectrophorèse combinée aux micro-aimants avec flux :	120
Conclusion :	121
Chapitre IV : Vers la micro-fluidique digitale dans l'air.....	123
1- Génération de microgouttes d'eau :	124
1-1 Les différentes techniques de génération de microgouttes d'eau :	124
1-2 Les buses piézo-électriques :	125

1-2-1 Présentation de la buse :	125
1-2-2 Alimentation en eau de la buse :	127
1-2-3 Alimentation électrique de la buse :	131
1-2-4 Vision stroboscopique :	131
1-3 Problème lié à la génération des gouttes :	133
1-4 Quelques techniques envisagées de génération de microgouttes :	134
2- Répulsion de gouttes en lévitation :	136
2-1 Aimant utilisé :	136
2-2 Lévitation de gouttes en répulsion :	136
2-3 Etalonnage du puits magnétique : capteur de force	139
2-4 Force de rappel diamagnétique appliquée sur une goutte :	142
2-5 Force de répulsion électrostatique :	142
3- Premiers essais :	144
3-1 Aimant cylindrique aimanté radialement :	144
3-2 Aimant électro-érodé :	145
3-3 Micro-aimants fabriqués en salle blanche :	146
3-3-1 Concentration du milieu :	146
3-3-2 Essais sur les micro-aimants :	146
3-3-3 Essais sur d'autres micro-aimants :	149
4- Conclusion et perspective de lévitation sur micro-aimants :	151
4-1 Problème de lévitation sur micro-aimants :	151
4-1-1 Générer des gouttes où et quand on le souhaite :	151
4-1-2 Vitesse des gouttes trop élevée :	151
4-1-3 La taille des gouttes :	151
Conclusion :	153
Conclusions et Perspectives.....	155
1- Conclusions :	155
2- Perspectives :	156
Bibliographie.....	159

Introduction générale

Depuis de nombreuses années, on cherche à miniaturiser les systèmes. C'est dans cette optique que sont apparus les premiers lab-on-chip dans les années 90. Ces systèmes, nommés laboratoires sur puce, permettent, comme leur nom l'indique, de réaliser des étapes d'analyses chimiques et ceci miniaturisé de la taille d'une puce.

L'intérêt principal de ce système est économique. En effet, la fabrication de ces puces coûte beaucoup moins cher, de même que l'intégration de l'électronique sur Silicium a drastiquement réduit les coûts, la fabrication en parallèle de ces puces devrait, à terme, être d'un coût de plusieurs ordres de grandeur inférieur aux systèmes existant actuellement. De plus, les lab-on-chip sont petits donc par conséquent, les quantités de produits et de réactifs nécessaires sont faibles et donc moins coûteuses. Mais cela permet également un gain de temps. En effet, plus les systèmes sont miniaturisés, plus on peut en réaliser en parallèle. Il faut également ajouter à cela que le temps de réaction, dépendant des volumes, des produits et des réactifs, sera donc ici beaucoup plus rapide.

La lévitation est une force physique naturelle qui a pour propriété la répulsion de même que les forces électrostatiques de répulsions. En effet, de nombreuses forces naturelles connues à ce jour sont des attractions comme la pesanteur, les aimants envers le fer ou les forces électrostatiques d'attractions. La lévitation va donc nous permettre d'explorer des voies encore peu connues. Cette force de répulsion s'obtient avec un champ magnétique qui peut être créé par une bobine traversée par un courant ou bien par un aimant permanent. Elle s'appliquera à tous les objets de type diamagnétique soit pratiquement tous les matériaux non ferreux, le vivant ou encore l'eau.

Cette force a cependant un inconvénient : elle est très faible devant d'autres forces comme les forces magnétiques s'exerçant sur des matériaux ferromagnétiques. C'est pour cela que l'on s'y intéresse dans le domaine des micro-systèmes car si cette force est trop faible pour faire léviter un humain par exemple, elle devient bien plus adaptée pour la lévitation de microparticules diamagnétiques de l'ordre du micromètre (μm) et du millimètre (mm). En s'intéressant aux lab-on-chips actuels, on se rend compte que ceux-ci présentent des problèmes de contamination et de collage. En prenant l'exemple d'une microgoutte d'eau, la lévitation, par absence de contact avec le substrat, permettra d'éviter les problèmes d'adhérence et de contamination par l'échantillon précédent (contamination croisée). Ceci nous permettra de les manipuler beaucoup plus facilement. De plus, la lévitation pouvant se faire avec des aimants, aucune source d'énergie n'est nécessaire ce qui supprime les risques d'échauffement. Ceci peut être très utile lors de tests biologiques sensibles à la chaleur.

Actuellement en MEMS, il existe différentes techniques pour mouvoir des fluides ou des particules. Parmi celles-ci, on distingue 4 grandes familles :

- Electrostatiques ou électrocinétiques (électrophorèse et diélectrophorèse),
- Hydrostatiques ou hydrodynamiques (contrôle en pression ou en débit),
- Par ultrasons,
- Par attraction ou répulsion magnétique.

La technique exposée est la diélectrophorèse. Ce phénomène consiste à créer un mouvement sur une particule polarisable à l'aide d'un champ électrique non uniforme. Pour cela, nous appliquons une tension alternative sur des électrodes à une certaine fréquence qui dépendra de la particule à déplacer et du sens de déplacement souhaité. Cette technique est utilisée

aujourd'hui principalement dans le tri cellulaire, l'électrofusion et la caractérisation de matériaux diélectriques et de cellules. Nous allons donc nous en servir pour la mise en mouvement et la manipulation de microparticules. Ces électrodes devront cependant être placées soit sur les aimants soit juste au-dessus du canal micro-fluidique.

L'équipe micro-système, au sein du laboratoire de génie électrique de Grenoble, travaille depuis maintenant plus d'une dizaine d'années sur les microsystèmes magnétiques. Elle explore notamment le développement d'applications telles que les micro-sources, les micro-relais et plus particulièrement aujourd'hui, la lévitation diamagnétique. Cet effort de recherche sur les microsystèmes magnétiques et notamment la lévitation diamagnétique a été possible grâce à une collaboration étroite entre différents laboratoires de Grenoble. Il s'agit notamment de l'Institut Néel qui travaille sur la fabrication de ces micro-aimants déposés sur silicium améliorés chaque année. Cette équipe arrive aujourd'hui à avoir un champ rémanent équivalent à un aimant massif classique avec des épaisseurs très faibles de l'ordre de la dizaine de μm .

Cette thèse a pour but original de travailler sur la lévitation et la manipulation de microgouttes d'eau. Cependant elle s'est développée vers un actionnement par diélectrophorèse et ce notamment grâce à la collaboration du LTM de Grenoble et plus particulièrement de Thibault Honegger. D'autre part, elle s'est diversifiée en travaillant à la fois sur la lévitation diamagnétique de microgouttes d'eau dans l'air et sur la lévitation de microparticules diamagnétiques dans un milieu liquide moins diamagnétique. Elle a abordé également quelques effets observés comme la répulsion électrostatique de microgouttes d'eau en lévitation diamagnétique.

Dans le premier chapitre, seront présentés les enjeux de la lévitation diamagnétique et de la diélectrophorèse. Nous commencerons par démontrer l'intérêt de la lévitation diamagnétique et ses avantages aujourd'hui. Nous développerons ensuite les techniques en micro-fluidique générale. Puis nous nous intéresserons à la lévitation diamagnétique utilisée dans la micro-fluidique. De plus, les différentes techniques actuelles de manipulation de micro-objets et particulièrement de cellules seront développées. Pour finir nous aborderons le principe de la diélectrophorèse et plus particulièrement son utilisation dans notre cas.

Dans un second chapitre, nous évoquerons des rappels sur le magnétisme : la nature du magnétisme, les différents matériaux magnétiques et les propriétés du magnétisme, nous permettant de comprendre le principe de la lévitation diamagnétique. Une fois ce principe connu, nous pourrions voir en quoi la réduction des échelles de l'ordre du micromètre permet cette lévitation sans apport d'énergie extérieure. Ceci nous permettra de dimensionner nos aimants pour rendre possible la lévitation sans perturber la diélectrophorèse.

Le troisième chapitre sera divisé en deux parties. La première sera dédiée à la fabrication de notre prototype. Nous commencerons par détailler l'ensemble de notre système. Puis nous présenterons les différentes parties qui le composent. Ensuite nous évoquerons les différentes techniques existantes pour fabriquer nos micro-aimants en précisant leurs avantages et inconvénients puis nous détaillerons la technique que nous utiliserons ainsi que le procédé de fabrication. Puis nous expliquerons la technique utilisée pour la fabrication de nos électrodes en ITO. Nous détaillerons la fabrication du canal et notamment le choix du PDMS et des tests réalisés afin d'obtenir une taille de canal maîtrisée. Pour terminer cette première partie, nous réaliserons l'assemblage de notre système et des différents éléments extérieurs comme le contrôleur en pression.

La deuxième partie sera consacrée aux différents essais de diélectrophorèse. Nous commencerons par les essais par diélectrophorèse sans aimant et nous expliquerons par calculs comment les billes (para ou diamagnétiques) vont interagir avec nos électrodes. Nous comparerons ces résultats théoriques avec ceux pratique. Puis nous combinerons les électrodes avec les aimants et tenterons d'élucider les phénomènes observés. A parlerons également du facteur de Clausius Mossotti afin d'expliquer pourquoi il y a attraction ou répulsion.

Dans un quatrième chapitre, nous évoquerons principalement la lévitation de gouttes d'eau dans l'air. Dans une première partie, nous développerons les différentes techniques existantes pour générer des microgouttes. Puis nous expliciterons celle choisie ainsi que les difficultés rencontrées. Nous présenterons aussi les paramètres voulus en fonction des aimants. Dans une deuxième partie, nous discuterons d'un phénomène observé dans lequel les gouttes, une fois en lévitation, se repoussent les unes des autres. Nous essaierons donc d'expliquer ce phénomène et d'en trouver des applications.

Une conclusion résumera le travail effectué et les résultats obtenus. Elle présentera les différentes perspectives pour les futurs travaux de recherche.

Chapitre I : Etat de l'art en micro-fluidique : magnétisme et diélectrophorèse

1- Introduction au diamagnétisme :	6
2- Quelques applications du diamagnétisme :	8
2-1 Diamagnétisme et capteurs :	9
2-1-1 <i>Inclinomètre</i> :	9
2-1-2 <i>Gyroscope</i> :	10
2-1-3 <i>Calibration fine de capteur</i> :	11
2-2 Le diamagnétisme et actionneurs :	11
2-2-1 <i>Alignement de cristaux</i> :	11
2-2-2 <i>Confinement et guidage</i> :	12
2-2-3 <i>Manipulation de micro particules en lévitation ou confinement diamagnétique</i> :..	12
3- Lévitation et actionnement :	14
3-1 Actionnement en lévitation :	14
3-1-1 <i>Manipulation par un guide d'onde</i> :	14
3-1-3 <i>Choix du diamagnétisme</i> :	15
3-2 Quelques principes d'actionnements compatibles avec la lévitation diamagnétique : ..	16
3-2-1 <i>Actionnement par magnétophorèse</i> :	16
3-2-2 <i>Actionnement par pinces optiques</i> :	17
4 Actionnement par diélectrophorèse :	19
4-1 Généralité sur la diélectrophorèse :	19
4-2 Quelques détails d'intérêt pour nos applications :	20
Conclusion :	23

1- Introduction au diamagnétisme :

C'est au milieu du XIX^e siècle que Faraday remarqua que certains matériaux étaient repoussés par des sources de champ magnétique. On les appela les matériaux diamagnétiques. Cette propriété fut vérifiée à l'époque pour quelques matériaux solides ainsi que certains gaz. Ce n'est que quelques années plus tard que Thomson suggéra que la lévitation pour ce type de matériaux était possible. Il faudra cependant attendre 1930 et Brunbeck pour en démontrer la possibilité. Il parvient pour la première fois à compenser la gravité à l'aide du diamagnétisme. Il mit en lévitation du bismuth ainsi que du carbone dans un champ de 2,4 T généré grâce à un électro-aimant Brunbeck [BRU39].

Les recherches en ce domaine ne progressèrent ensuite que dans les années 1960 où un nouveau matériau extrêmement diamagnétique fut découvert : le carbone pyrolytique. Les possibilités de lévitation furent alors réétudiées [WAL66]. Les premiers brevets utilisant des applications suivirent peu après [WAL71] [SIM69]. Malgré les propriétés intéressantes de ce nouveau matériau, l'effervescence retombe rapidement de par la limitation des champs magnétiques qui demeurent insuffisants pour la plupart des applications envisageables. Les années 1980 révolutionnent le domaine des sources de champs notamment grâce à l'apparition de nouveaux type d'aimants : le SmCo et le NdFeB. Mais c'est surtout le développement des bobines supraconductrices et les bobines de Bitter qui relance les recherches et l'intérêt de la lévitation diamagnétique. Pour la première fois, Beaugnon *et al.* parviennent à Grenoble à mettre de l'eau ainsi que de l'alcool en lévitation [BEA01] [BEA91].

Toutefois, l'utilisation de telles bobines reste difficile et lourde à mettre en œuvre. Pelrine explore donc au milieu des années 1990 les possibilités offertes par les aimants [PEL95] et notamment la lévitation d'aimants permanents par interaction magnétique avec un matériau diamagnétique. A partir de 2000, plusieurs groupes de recherche s'intéressent aux applications du diamagnétisme [Roland *et al.* [ROL01], Boukalell *et al.* [BOU03]] . Il s'agit, par exemple, de l'utilisation du diamagnétisme pour réaliser la suspension de petits rotors ou encore l'utilisation de la lévitation diamagnétique pour des micro capteurs de force.

C'est seulement à partir de 2004 que la lévitation diamagnétique à l'échelle micrométrique a été explorée par Lyuksyutov *et al.* [LYU04] et, quasi simultanément, par notre équipe [CHE06]. Il s'agit alors d'appliquer la lévitation diamagnétique à la manipulation de gouttes d'eau. Il est alors établi que le diamagnétisme à l'échelle micrométrique compense les forces de gravité, et ce, même pour des matériaux de faible susceptibilité magnétique comme de l'eau. Or l'eau est la composante majeure de la plupart éléments du vivant ou du milieu dans lequel ils se développent, d'où l'intérêt de cette mise en lévitation. .

Comme nous pouvons le voir à travers ce rapide historique, le diamagnétisme a intéressé de nombreux chercheurs sans pour autant qu'apparaissent des applications significatives du fait des faibles susceptibilités mises en jeu. Cependant les avancées du micro-magnétisme nous offrent de nouvelles possibilités. Tout récemment, la lévitation sur des aimants micrométriques a été démontrée. Cela ouvre la voie à des applications à l'échelle des microsystèmes et des laboratoires sur puce, qui sont en plein développement. Dans la suite de ce chapitre nous verrons quelques exemples concrets d'application de la lévitation

diamagnétique pour des capteurs et des actionneurs. Puis nous justifierons les voies que nous avons choisi d'explorer et de la combinaison avec l'actionnement par diélectrophorèse.

2- Quelques applications du diamagnétisme :

Un matériau diamagnétique est repoussé par les sources de champ. Donc de ce fait, les sources de champ sont également repoussées par les matériaux diamagnétiques. Le diamagnétisme est utilisé de deux manières différentes :

- Force diamagnétique sur un corps diamagnétique
- Force diamagnétique sur un aimant

Dans le premier cas, le champ généré par des aimants ou des bobines peut permettre la lévitation du corps diamagnétique. Dans le deuxième cas, c'est l'aimant qui peut être mis en lévitation. Cela a d'ailleurs été mis en œuvre, pour la première fois, par nos équipes de recherche (Instiut Néel, G2Elab) en 2009 par Jaap Kokorian, Harald Profijt *et al* [KOK09]

Mais cette mise en lévitation d'un aimant est difficile et limitée, de par les lois de réduction d'échelle, à de petits micro-aimants. La plupart des applications à l'échelle millimétrique et au-delà, où un aimant a été mis en lévitation grâce au diamagnétisme, se fait à l'aide d'un champ magnétique extérieur qui assure toujours l'essentiel de la compensation du poids. Dans ce cas les matériaux diamagnétiques ne sont utilisés que comme stabilisateurs de l'aimant autour d'un point d'équilibre, point d'équilibre toujours instable en l'absence du diamagnétisme. Dans ces applications, le diamagnétisme est utilisé, pour ses forces de répulsion afin de stabiliser un aimant qui est astucieusement placé entre d'autres aimants en position d'équilibre instable.

Ainsi que toutes les forces volumiques, les forces diamagnétiques peuvent être utilisées de deux manières :

- L'action principale se fait directement sur l'objet concerné. Cela permet, entre autre, la lévitation d'un objet dans l'air,
- La poussée d'Archimède magnétique. En effet, si l'objet qui subit la force diamagnétique est plongé dans un milieu lui-même magnétique, ou diamagnétique, comme de l'eau par exemple, c'est le différentiel de force entre la force directe et la poussée d'archimède magnétique qui donnera le bilan des forces magnétiques sur l'objet. Cela pourra s'appliquer, dans un milieu liquide pour confiner sans contact des objets diamagnétiques dans une zone donnée. On pourra alors parler de confinement, « sustentation » ou, par abus de langage, « lévitation » en milieu liquide.

Dans le premier cas, si l'on veut compenser le poids il faut que le module de l'induction décroisse selon l'axe vertical. En effet, le matériau diamagnétique sera repoussé là où le champ est le plus faible, donc, si la source de l'induction est due à des aimants, en s'éloignant de ceux-ci. Si le système est bien conçu, la force tendra à repousser le matériau diamagnétique vers le haut (Fig. 1.1a) jusqu'à ce qu'il y ait équilibre avec le poids et donc lévitation.

Lorsqu'un corps lévite, il n'est plus soumis aux frottements secs mais seulement aux frottements dus à l'air. Ces derniers peuvent même être supprimés si l'on travaille sous vide. La quasi absence de frottements permet de générer un déplacement en utilisant de très faibles forces. La lévitation est donc favorable à la réalisation de capteurs très sensibles, sans aucun apport d'énergie, ainsi que pour des actionneurs à très faible consommation.

Une autre application, en particulier en milieu liquide, consiste à utiliser la différence de susceptibilité et/ou de masse entre deux corps. Le corps considéré subit alors à la fois la résultante de son poids et de la poussée d'Archimède du milieu et, pour le magnétisme, de la

force diamagnétique et de la poussée d'archimède magnétique (Fig. 1.1b). Il sera ainsi possible de séparer deux corps.

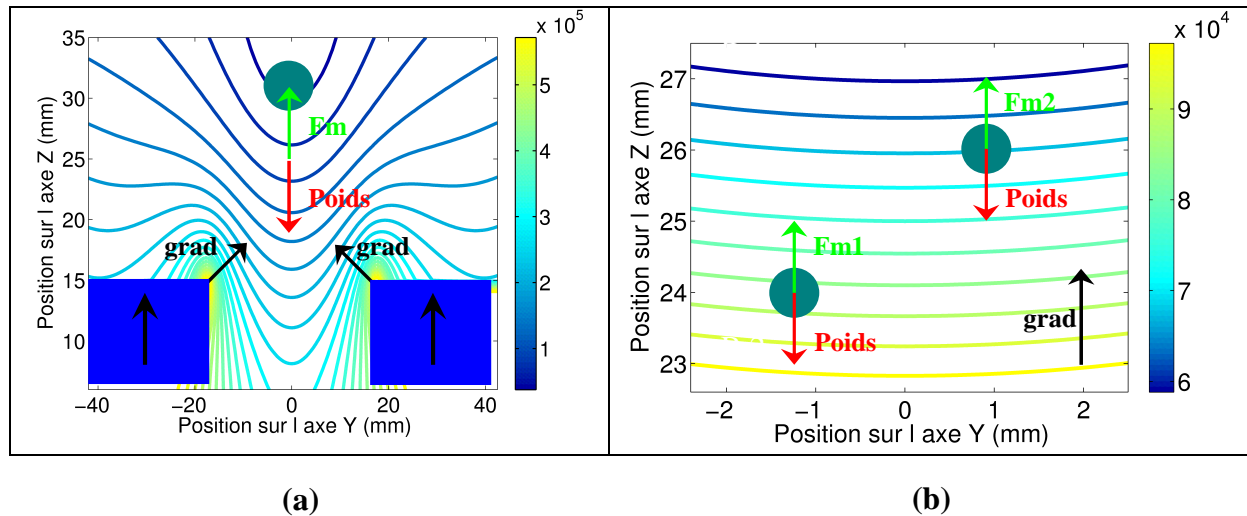


Fig. 1.1 : Principe de base des applications potentielles utilisant le diamagnétisme : (a) Lévitación dans l'air ou « sustentación » dans un liquide, (b) Séparation et tri en milieu liquide. Les isovaleurs du module du champ sont représentées en A/m.

2-1 Diamagnétisme et capteurs :

A ce jour, plusieurs démonstrateurs de capteurs utilisant la lévitation diamagnétique ont été développés : des capteurs inertiels, des jauges à vide, des capteurs de pression et aussi de calibration ultrafine d'AFM.

2-1-1 Inclinomètre :

L'inclinomètre fait partie des capteurs inertiels qui furent les premiers à apparaître [SIM71] [SIM68]. Le tout premier est un inclinomètre converti par la suite en accéléromètre unidirectionnel [SIM69]. Il est constitué d'un barreau de graphite pyrolytique placé entre les deux pôles d'un aimant (Fig. 1.2).

Ces pôles étaient taillés en fins biseaux de manière à augmenter les gradients. Les gradients de champ ont été générés de telle manière que le barreau diamagnétique ne puisse se déplacer que suivant sa longueur. Grâce aux effets de bord qui, ici, possèdent une faible raideur, le barreau est centré suivant l'axe horizontal. La force de rappel est donc très faible mais linéaire sur une certaine plage. Le déplacement du barreau est donc directement proportionnel à la force subie.

L'inclinomètre a pour but de mesurer l'angle du système par rapport à l'horizontale. L'apparition d'un angle crée une force selon l'axe longitudinal du capteur. Puisque la raideur est faible et les frottements secs inexistant, un angle faible suffit à déplacer le barreau. La mesure du déplacement permet de déduire l'angle. Cet inclinomètre a une résolution inférieure au μrad , ce qui correspond à une force d'un millionième de son poids. La position est ensuite mesurée sans contact, par un système optique [SIM68] ou capacitif [SIM71]. Dans un premier cas, une lampe éclaire les extrémités du barreau. Le déplacement du barreau le long de son axe obture plus le faisceau d'un côté que de l'autre. Cette différence de flux de photons est

ensuite mesurée par des photodiodes insérées dans un pont de Wheatstone. Dans un second cas, le déplacement est mesuré de manière capacitive. A notre connaissance, seul le système optique a été réalisé.

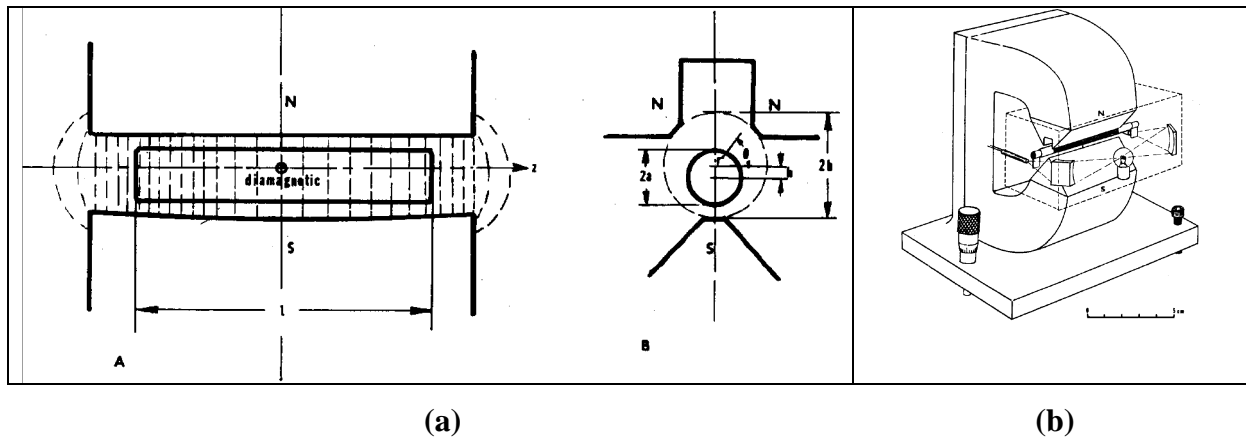


Fig. 1.2 : (a) Vues en coupe et (b) perspective cavalière d'un inclinomètre à lévitation diamagnétique [SIM68].

2-1-2 Gyroscope :

Bien plus tard, en 2001, Geim *et al.* conçoivent un autre type de capteur inertielle de haute précision : le gyroscope [GEI01]. Ils mesurent la vitesse de rotation de la terre ($\Omega_T = 7,29 \cdot 10^{-5} \text{ rad/s}$) avec une précision de 0,3 %, comparable aux meilleurs gyroscopes. En plaçant une balle de plastique en lévitation diamagnétique dans une bobine supraconductrice, les frottements solides sont supprimés. Or ce sont eux qui limitent la résolution des gyroscopes conventionnels. Une très bonne résolution est donc atteinte. La balle est mise en rotation. Par conservation du moment gyroscopique, lorsque la terre tourne, l'axe de rotation du lévitant reste inchangé. Par rapport à la Terre, l'axe de rotation de la balle semble tourner à une vitesse opposée à la vitesse de rotation de la Terre. La vitesse de rotation a été déterminée grâce à une mesure optique (Fig. 1.3).

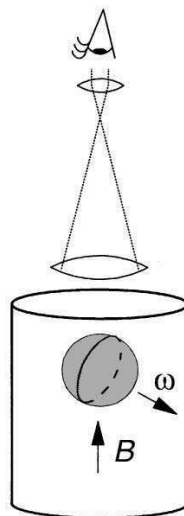


Fig. 1.3 : Principe d'un gyroscope à masse lévitante [GEI01].

2-1-3 Calibration fine de capteur :

La pointe d'un Microscope à Force Atomique (AFM) est soumise à des frottements lors de son parcours sur la surface d'un échantillon. Ces frottements entraînent des déformations de la poutre soutenant cette pointe et bruyant ainsi les mesures. Il est important de pouvoir quantifier ce bruit. Pour cela, il est nécessaire d'appliquer une force avec une raideur constante de 10 pN/nm sur quelques micromètres [KIM06]. Une plaque de graphite pyrolytique en lévitation au-dessus d'aimants remplit parfaitement ce rôle. Un dimensionnement correct de la plaque de graphite, de la taille ainsi que de la position des aimants permet de remplir le cahier des charges.

Les frottements dépendent du matériau constitutif de l'échantillon. Le matériau étudié est donc déposé sur la plaque de graphite. La pointe parcourt ensuite ce matériau. Du fait des frottements, le matériau et la plaque de graphite sont déplacés (Fig. 1.4). Puisque la force de rappel diamagnétique est parfaitement linéaire, et parce que la distance de déplacement est connue, la force de frottement est retrouvée.

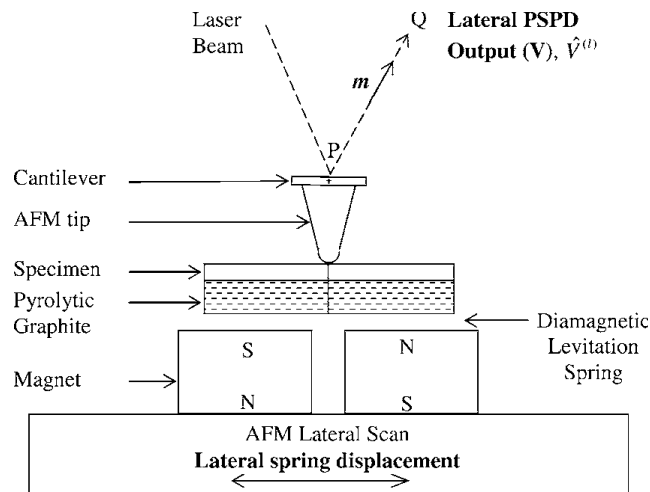


Fig. 1.4 : Principe de quantification du bruit entraîné par le frottement d'une pointe AFM sur un substrat [MIK81].

2-2 Le diamagnétisme et actionneurs :

2-2-1 Alignement de cristaux :

Mikelson *et al.* ont cherché à orienter des cristaux de métaux diamagnétiques pendant leur phase de refroidissement [MIK81]. L'orientation de ces cristaux influence fortement les propriétés du matériau final. L'étude a été réalisée sur Al-Cu, Cd-Zn, et Bi-Zn. Dans tous les cas une influence de la présence d'une induction magnétique a été remarquée, et ce malgré sa relative faible amplitude (1T).

En fonction de l'amplitude de l'induction et de la composition de l'alliage étudié, les cristaux obtenus s'orientent parallèlement ou orthogonalement aux lignes d'induction.

2-2-2 Confinement et guidage:

Un travail similaire a été réalisé sur le vivant par Nakaoka, en l'occurrence, sur un type de cellules : les paramécies [NAK02]. Placées dans une induction magnétique homogène de 0,68 T, les paramécies se déplacent en très grande majorité perpendiculairement au champ magnétique (Fig. 1.5).

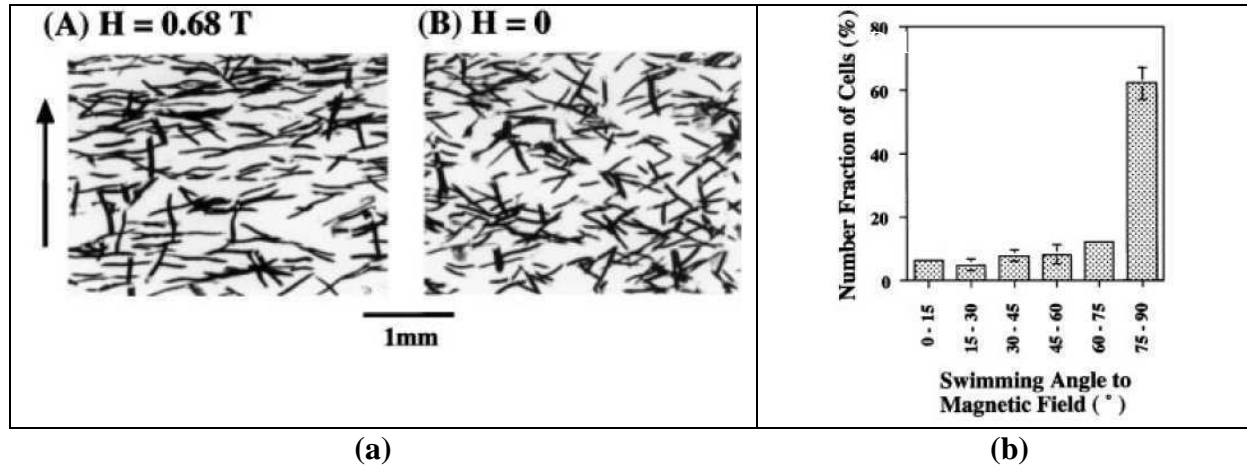


Fig. 1.5 : (a) Direction de déplacement des paramécies en présence et en l'absence d'une induction magnétique homogène statique, (b) Répartition statistique de leur déplacement en présence de l'induction [NAK02].

A l'inverse, Winkleman *et al.* sont parvenus à confiner diamagnétiquement des cellules de chlamydomonas ou de levures [MIN04]. Ils ont pour cela utilisé des aimants permanents dont le flux a été concentré grâce à des pièces ferromagnétiques coniques. L'effet a été renforcé car les cellules (plutôt diamagnétiques car à base d'eau) ont été mises en solution dans un milieu rendu paramagnétique par l'adjonction de sels à base de gadolinium.

2-2-3 Manipulation de micro particules en lévitation ou confinement diamagnétique:

La manipulation de micro particules, une fois mises en lévitation ou en confinement diamagnétique, a été démontrée en utilisant plusieurs principes physiques différents:

- Déplacement des sources de champ magnétique,
- Diélectrophorèse,
- Magnétophorèse.

L'actionnement de particules par déplacement des sources de champ magnétique a été réalisé par Winkleman *et al.* [MIN04]. Des particules de polystyrène immergées dans un milieu rendu paramagnétique, bougent en effet lorsque l'on déplace les sources du champ magnétique qui s'exerce sur elles. Considérons, en effet, une particule confinée par le champ magnétique entre deux pièces polaires. L'aimant de gauche est maintenu fixe, alors que celui de droite est déplacé. Ainsi, la zone de champ minimum est déplacée, et, avec elle, le minimum d'énergie et donc, la particule (Fig. 1.6).

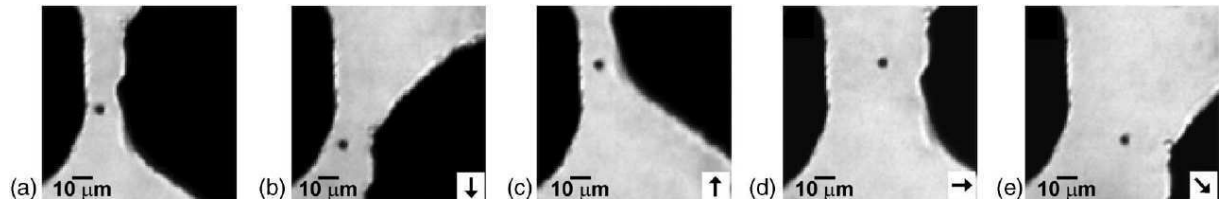


Fig. 1.6 : Piégeage d'une particule de polystyrène dans une solution paramagnétique entre deux pièces polaires coniques en pointe. La pièce de gauche est maintenue fixe, la pièce de droite est déplacée : (a) position originale, (b) déplacement vers le bas, (c) le haut, (d) la droite et (e) en bas à droite [KAW92].

L'actionnement par diélectrophorèse a été mis en oeuvre par Lyuksyutov *et al.* [LYU04]. Ils ont utilisé, pour le confinement diamagnétique, deux aimants aimantés horizontalement et en opposition. Les aimants sont séparés par un canal traversé d'électrodes filiformes (Fig. 1.7). Ces électrodes sont conçues de sorte qu'une tension (pour la diélectrophorèse) ou un courant (pour la diamagnétophorèse) puisse y être appliqués.

La diélectrophorèse est obtenue à l'aide d'une tension alternative, dont la fréquence est de quelques kHz, générant un champ électrique variable dont l'amplitude est de 10^5 V/m. La particule est alors attirée par diélectrophorèse vers les zones de champ électrique fort. Ces zones étant proches des électrodes, la particule s'en approche.

L'actionnement par magnétophorèse est obtenu en utilisant les électrodes comme conducteurs et en y faisant passer un courant. Ce courant crée un champ magnétique qui repousse les particules diamagnétiques, constituant ainsi un autre moyen d'actionnement. Toutefois, du fait des courants importants à faire passer, entre 5 et 7 A, ce moyen d'actionnement est utilisé en impulsions courtes de durée 0,5 à 2 s.

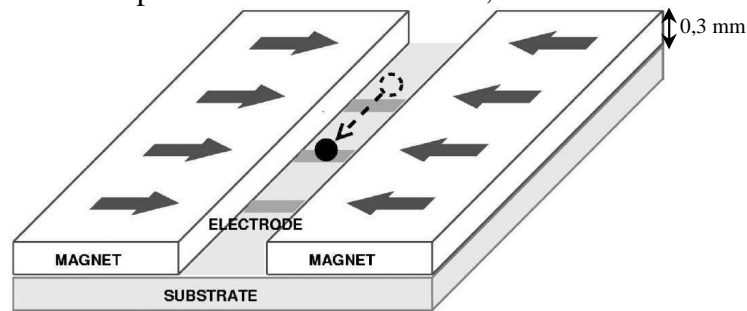


Fig. 1.7 : Principe de l'expérience menée par Lyuksyutov *et al.* [LYU04].

Comme il s'agit d'un des objectifs principaux de ce travail de thèse, nous développerons la magnétophorèse ainsi que la diélectrophorèse dans la suite de ce chapitre.

3- Lévitiation et actionnement :

Dans cette partie, nous parlerons des quelques techniques permettant l'actionnement et le déplacement. Nous commencerons par celles réalisant en même temps la lévitation puis nous parlerons de celles qui peuvent être utilisées en dehors de la lévitation.

3-1 Actionnement en lévitation :

3-1-1 Manipulation par un guide d'onde :

La première expérience fut réalisée par Kawata et Sugiura [KAW92] en 1992. En effet, ils ont observé le mouvement et le piégeage de billes de verre et de latex micrométriques dans un champ formé à l'interface d'un prisme de saphir. Celui-ci est éclairé par un faisceau laser d'une puissance relativement faible de 150 mW. La particule est ainsi prise par l'effet des photons tunnel. Elle va donc léviter et se déplacer au dessus du saphir à une vitesse de quelques microns par seconde.

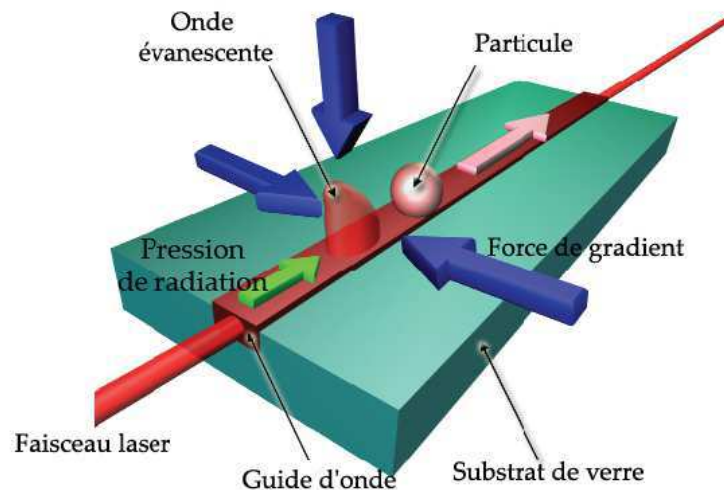


Fig. 1.8 : Schéma du principe de la manipulation de particules par un guide d'onde. Les forces de gradient attirent et piègent les particules sur le guide d'onde et la pression de radiation les propulse le long de celui-ci. L'indice de réfraction du milieu entourant les particules doit être supérieur à celui de ces particules.

La lévitation par « coussin d'air » est connue et utilisée depuis longtemps. Tout récemment, R. Yahiaoui *et al.* [YAH10] ont développé un micro convoyeur de technologie microfluidique permettant, à la fois la lévitation et, grâce à des jets d'air inclinés, le déplacement, le positionnement et le tri de micro pièces, à l'échelle microscopique.

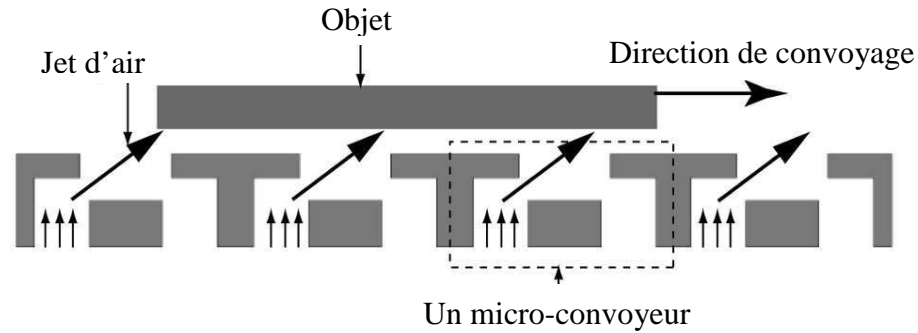


Fig. 1.9: Principe de déplacement d'un objet par des jets d'air permettant également sa lévitation [YAH10].

La Fig. 1.9 présente le principe utilisé pour pouvoir assurer la lévitation et le déplacement. En effet, pour mettre l'objet en simple lévitation, l'application d'un jet d'air sur les deux sorties des micro-convoyeurs est nécessaire. Alors que pour un déplacement, seul le jet à l'opposé de la direction souhaité doit être activé. En réalité il y a quatre sorties par micro-actionneur de manière à pouvoir le diriger dans les quatre directions. La Fig. 1.10 représente le déplacement contrôlé d'un micro objet.

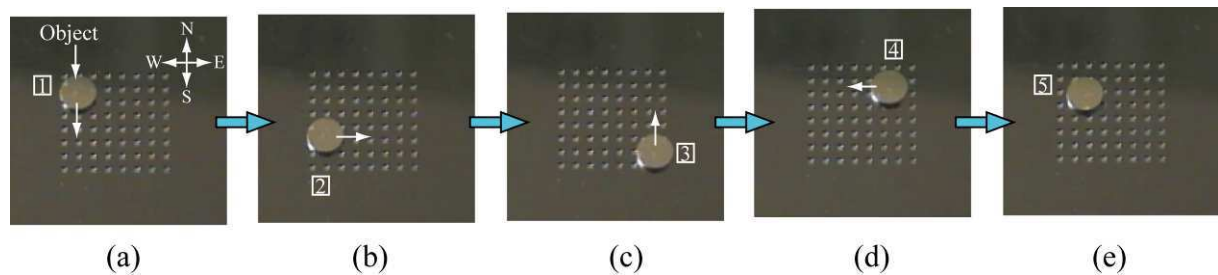


Fig. 1.10: Lévitation et déplacement d'une micro pièce grâce à des jets d'air inclinés [20].

Le résultat 'visible' est impressionnant, mais il repose sur un système complexe et caché de commande, de valves et d'asservissement, qui rend très complexe l'utilisation massive d'une telle technique.

On appelle souvent « Dark Side Effect » en microfluidique, le fait qu'un système, apparemment simple et séduisant, souvent de taille réduite, repose, en fait, autour de lui, sur un système très complexe et volumineux de commande, d'asservissement et d'alimentation.

Il est évident que la réduction ou la suppression du « Dark Side Effect » est un élément déterminant pour la viabilité industrielle ou commerciale d'un système donné.

3-1-3 Choix du diamagnétisme :

L'équipe micro système du G2elab a développé des recherches sur la lévitation diamagnétique. Ce type de lévitation, mis en œuvre sur des micro-aimants présente de nombreux avantages. En particulier l'absence d'apport d'énergie et de connexion, ce qui simplifie grandement le système et réduit drastiquement le « Dark Side Effect ». L'absence de système complexe extérieur, qu'il soit acoustique, optique ou fluide, permet d'envisager

une bien meilleure intégrabilité. La lévitation diamagnétique présente donc des avantages significatifs pour de futurs microsystèmes totalement intégrés ou des laboratoires sur puce autonomes.

Les développements de pointe conduits, à l'Institut Néel sur les micro-aimants permettent ces développements. Le fort partenariat entre cet institut et l'équipe micro-système du G2Elab est remarquable, tant dans le temps que par la qualité des interactions scientifiques. C'est cette collaboration pérenne qui explique les progrès significatifs, sur les matériaux et sur leur application au sein des microsystèmes. Se reporter au chapitre II et III pour plus de détails sur la lévitation diamagnétique.

3-2 Quelques principes d'actionnements compatibles avec la lévitation diamagnétique :

La lévitation diamagnétique sur des micro-aimants est simple, ne présente aucun Dark Side effect. Elle ne nécessite en effet, aucun système externe, ni d'asservissement, ni d'alimentation, ni ne présente d'échauffement. Totalement simple et passive, elle supprime tout frottement tout en laissant l'espace disponible autour de l'objet en lévitation. La lévitation diamagnétique est donc compatible avec tout système de force actionnant à distance et va donc pouvoir s'y associer pour permettre un actionnement. On retiendra notamment :

- La gravité (voir l'inclinomètre ci-dessus présenté),
- La magnétophorèse,
- Les pinces optiques,
- La diélectrophorèse...

Toutes ces techniques permettent de réaliser des actionnements de micro particules. Nous allons présenter leur principe de fonctionnement ainsi que leur intérêt, avantages et inconvénients.

3-2-1 Actionnement par magnétophorèse :

En 2005, Tanase *et al.* ont développé une technique de matricage de cellules (fibroblastes de souris) associée à des nanofils de Fer Nickel avec une protéine en utilisant une matrice de permalloy ($\text{Fe}_{29}\text{Ni}_{71}$) [TAN05] (Fig. 1.11).

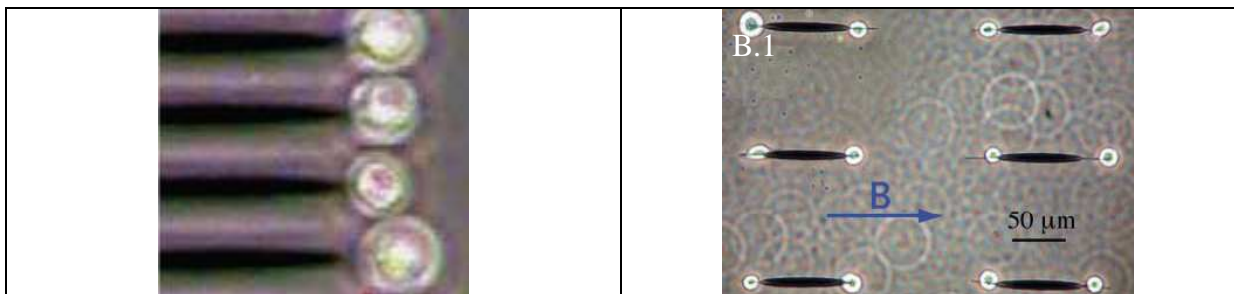


Fig. 1.11 : Matricage de cellules couplées à des nanofils de FeNi à l'aide de plots en permalloy interagissant avec un champ magnétique produit par un aimant externe.

Le fait d'avoir des plots ellipsoïdaux permet d'avoir un pôle magnétique nord et un sud. Ils se retrouvent situés aux deux extrémités de chaque plot de permalloy. Lorsque l'on génère une induction de 2 mT à l'aide d'un macro-aimant externe, la cellule associée à un nanofil de Nickel est attiré vers une des deux extrémités du plot le plus proche. L'ensemble se retrouve donc aligné horizontalement selon l'axe majeur de l'ellipsoïde. L'orientation horizontale ainsi obtenue est induite par la différence de moments magnétiques selon la longueur et la largeur du nanofil.

En 2006, Rostaing *et al.* réalisent un micro-actionneur de biomolécules [ROS07]. Le dispositif est constitué d'un conducteur en micro-serpentin. Afin d'augmenter le champ magnétique généré par le courant dans le micro-serpentin, un micro-aimant externe a été rajouté. Pour inverser le signe de la force horizontale appliquée à la bille magnétique il suffit d'inverser le sens du courant dans le micro-serpentin (Fig. 1.12).

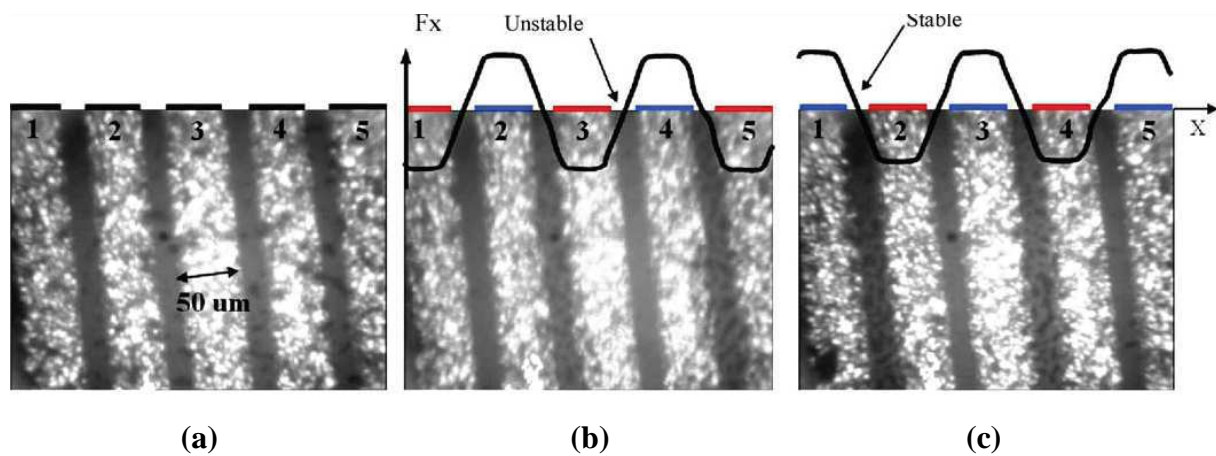


Fig. 1.12 : (a) Aperçu des billes dans la suspension sans courant (point noirs), (b) le micro-serpentin est alimenté et les billes sont concentrées entre les conducteurs 2-3 et 4-5 du dispositif, (c) inversion du courant, les billes sont cette fois-ci concentrées entre les conducteurs 1-2 et 3-4.

Le changement du signe de la force implique l'inversion du sens de déplacement des billes. La direction du mouvement alterné des billes permet de mélanger les biomolécules se trouvant dans la suspension.

La magnétophorèse par modification de l'induction magnétique grâce à des courants électriques permet de réaliser des déplacements en agissant sur des particules magnétiques. Son grand avantage vient du fait qu'elle permet de changer le sens du champ magnétique simplement en inversant le sens du courant. Cependant, elle possède des inconvénients liés à l'utilisation de courants. Connexions, alimentation extérieure complexe, puissance consommée et dissipée, donc échauffements, éventuelle oxydation ou hydraulise... Ces inconvénients, liés à la consommation d'énergie sont très gênants pour les applications à la biologie ; la présence de pertes joules, et donc d'échauffements significatifs peut être prohibitoire.

3-2-2 Actionnement par pinces optiques :

Ashkin *et al.* mettent en évidence dans les années 70, la possibilité de dévier une bille en l'éclairant simplement avec un faisceau laser [ASH70]. Cette découverte permit la création des pinces optiques. Celles-ci permettent de déplacer ou de confiner un micro objet. Elles utilisent pour cela la pression de radiation qui va appliquer une force sur ces micros objets. L'apparition du laser permit d'envisager le déplacement de micro objets.

Le principe est le suivant (Fig. 1.13) : un rayon traverse une lentille hautement convergente, puis atteint la sphère à manipuler, ce qui se traduit par un transfert de quantité de mouvement de la lumière vers la sphère. Il en résulte l'apparition de forces optiques F_a et F_b , d'autant plus grandes que l'intensité lumineuse est élevée (sur le schéma $F_a=F_b$). La force $F_{a+b}=F_a+F_b$, s'exerçant sur la sphère tend à la diriger dans la direction où la lumière est la plus intense. La sphère est ainsi amenée dans une position stable, au centre du faisceau, au niveau du point focal. Tout déplacement du faisceau lumineux modifie l'équilibre des forces exercées et induit à son tour un déplacement de l'objet.

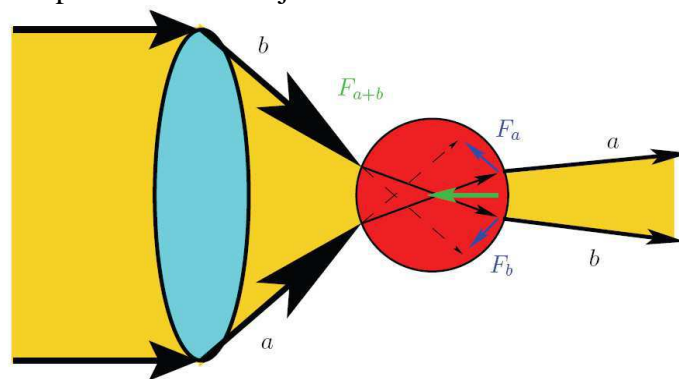


Fig. 1.13 : Schéma du piège optique à un seul faisceau laser.

La puissance typique des lasers utilisés est comprise entre 0,1 et 1 W avec une longueur d'onde se situant entre 700 et 1060 nm.

Les pinces optiques sont très utilisées dans la manipulation de cellules et micro objets pour la recherche. Cependant, cette technique semble ne pas être adaptée à une intégration complète au sein d'un microsysteme. En effet elle demande l'utilisation d'un microscope et de milieux liquides transparents. Enfin, le tri ou le déplacement massivement parallèle semblent impossibles avec les pinces optiques.

4 Actionnement par diélectrophorèse :

4-1 Généralité sur la diélectrophorèse :

La diélectrophorèse (ou DEP) est étudiée dès les années 1950, par Herbert Pohl [POH51]. C'est un phénomène appliquant une force électrostatique sur une particule diélectrique quand celle-ci est soumise à un champ électrique non uniforme [POH78] [MOR03].

Contrairement à l'électrophorèse qui manipule des particules chargées, la diélectrophorèse peut s'appliquer sur des particules non chargées. La force dépendra fortement des propriétés diélectriques des particules, de celles du milieu, de la forme des particules, de leur taille, ainsi que de la fréquence du champ électrique. Le grand nombre de paramètres, présente des inconvénients, mais ouvre un vaste champ d'applications potentielles et une assez grande souplesse à la diélectrophorèse. D'où de nombreux développements et recherches menées sur ce principe d'actionnement.

On parlera de diélectrophorèse positive ou négative suivant que le milieu est moins ou plus diélectrique que la particule, pour la fréquence d'actionnement considérée. Plutôt que de parler de diélectrophorèse négative, on pourrait 'voir' les choses en terme de poussée d'Archimède diélectrique de même que l'on ne dit pas d'un objet qui flotte qu'il a un poids négatif, mais que la poussée d'archimède, due au milieu, est supérieure à son poids.

Notons que l'utilisation de la fréquence modifie les permittivités complexes des milieux. Elle peut permettre de manipuler des particules avec une grande sélectivité. Suivant les milieux, la variation de fréquence peut aussi être mise à profit pour passer d'une diélectrophorèse positive à une diélectrophorèse négative. Il est en effet séduisant que, par une simple variation de fréquence, on parvienne à différents tris entre des particules subissant une diélectrophorèse positive et d'autres subissant à cette fréquence une diélectrophorèse négative. Ainsi, la séparation de cellules ou l'orientation et la manipulation de nanoparticules ont été démontrées [MOR03].

Souvent, au-delà d'une certaine fréquence, dont la valeur dépendra des propriétés diélectriques de la particule et du milieu, la force s'inverse et la particule est repoussée vers la zone de champ le plus faible. Alors qu'à une fréquence plus faible, la particule est attirée là où le champ est le plus fort. La possibilité d'obtenir des forces apparentes de répulsion (poussée d'Archimède diélectrique en fait) peut permettre, aussi, la lévitation ou plutôt, puisque l'on est en milieu liquide, le confinement sans contact.

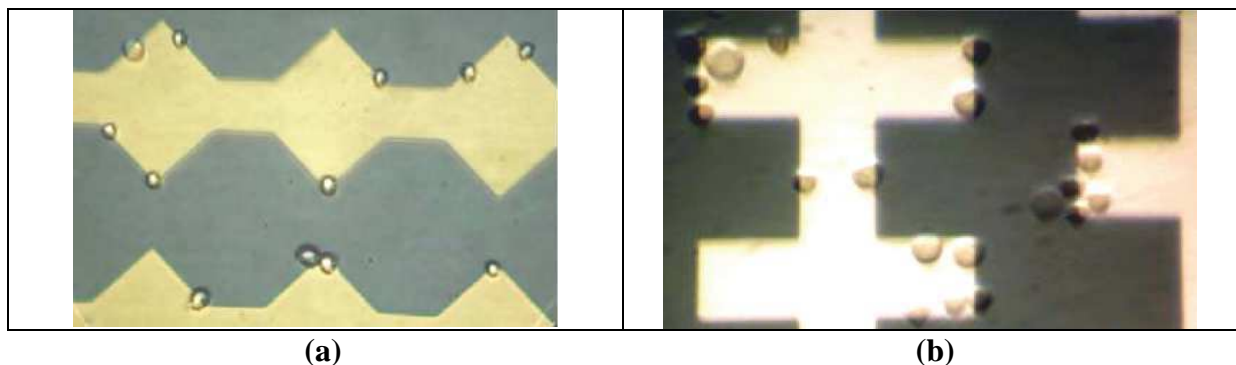


Fig. 1.14 : Exemple de diélectrophorèse positive avec des cellules Jurkat attirées vers le bord des électrodes.

Sur la Fig. 1.14 réalisée par M. Frénéa en 2003 [FRE03], on peut voir des cellules Jurkat attirées là où le champ est le plus important, soit au bord des électrodes. On est donc dans ce cas en diélectrophorèse positive.

De même que le magnétisme permet l'obtention d'inductions glissantes ou tournantes, la diélectrophorèse permet également une technique appelée « traveling wave » qui consiste à appliquer sur une succession de quatre électrodes un signal avec un décalage de phase de 90° entre chaque électrode. De ce fait, deux des électrodes sur les quatre auront un potentiel nul en permanence, donc les particules seront attirées vers les deux autres électrodes. Ensuite il suffira de déphaser le signal de toutes les électrodes pour que les électrodes ayant un potentiel nul soient interverties avec les électrodes ayant attiré les particules (Fig. 1.15). De ce fait, les particules se sont déplacées d'une électrode à une autre. En déphasant encore toutes les électrodes de 90° dans le même sens, les particules se décaleront encore d'une électrode et ainsi de suite.

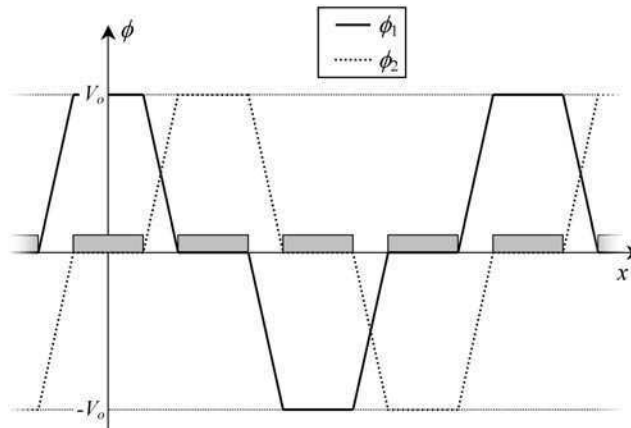


Fig. 1.15 : Déplacement du signal en déphasant celui-ci de 90° [MOR01].

4-2 Quelques détails d'intérêt pour nos applications :

Dans notre cas il va falloir surtout déterminer si la diélectrophorèse sera positive ou négative. Pour le savoir nous devons passer par le facteur de Clausius Mossotti généralement appelé K. Donc voici sa formule dans le cas d'une sphère :

$$K = \frac{\epsilon_p - \epsilon_m}{\epsilon_p + 2\epsilon_m}$$

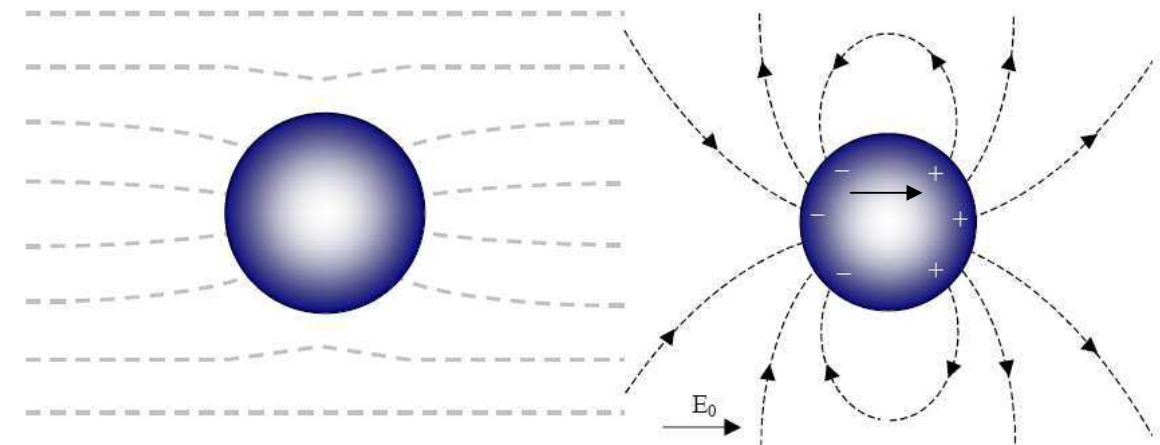
Ce dernier est directement associé à la polarisabilité effective de la particule et du milieu dans lequel elle se trouve immergée, au facteur de volume près.

Voyons ce qui se passe physiquement. Lorsque la particule est plus polarisable que son milieu ($\epsilon_p > \epsilon_m$), le moment dipolaire effectif s'oriente dans le sens du champ. Il concentre alors le champ à l'intérieur de la particule et crée un champ induit à l'extérieur qui s'oppose au champ extérieur, comme le montre la Fig.

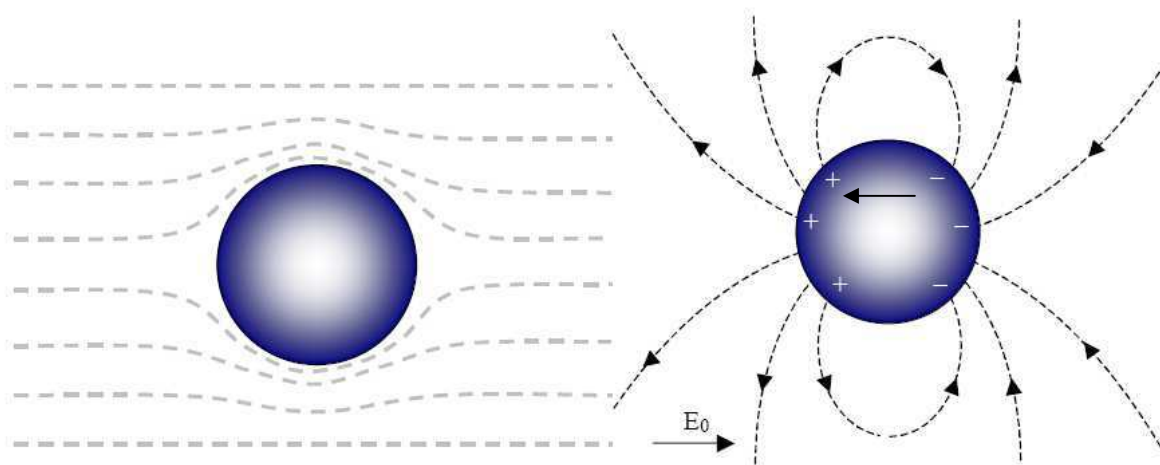
.a.

A l'inverse, si le moment effectif est négatif, le champ pénétrant à l'intérieur du diélectrique est repoussé à l'extérieur de la particule (

.b).



(a)



(b)

Fig. 1.16 : Les charges induites sous l'effet du champ E_0 génèrent à leur tour un champ induit (représenté à droite). (a) Cas d'une particule plus polarisable que son milieu d'immersion ($\epsilon_p > \epsilon_m$). Le moment dipolaire est orienté dans le sens du champ appliqué. (b) Cas d'une particule moins polarisable que son milieu d'immersion ($\epsilon_p < \epsilon_m$). Le moment dipolaire est orienté dans la direction opposée au champ appliqué.

Le résultat précédent peut être transposé au cas de milieux conducteurs et au cas des diélectriques réels. Le facteur de Clausius Mossotti reste le même, seules les notations changent :

$$K = \frac{\bar{\sigma}_p - \bar{\sigma}_m}{\bar{\sigma}_p + 2\bar{\sigma}_m} \text{ avec } \bar{\sigma} = \sigma + i\omega\epsilon$$

Pour le cas d'une goutte d'eau salée, sa conductivité (σ) étant de $1,6 \text{ S.m}^{-1}$, sa permittivité relative (ϵ) de 78, alors que la conductivité de l'air est nulle et la permittivité relative de l'air vaut 1, le facteur de Clausius-Mossotti est quasiment constant et égal à 1 (Fig. 1.16).

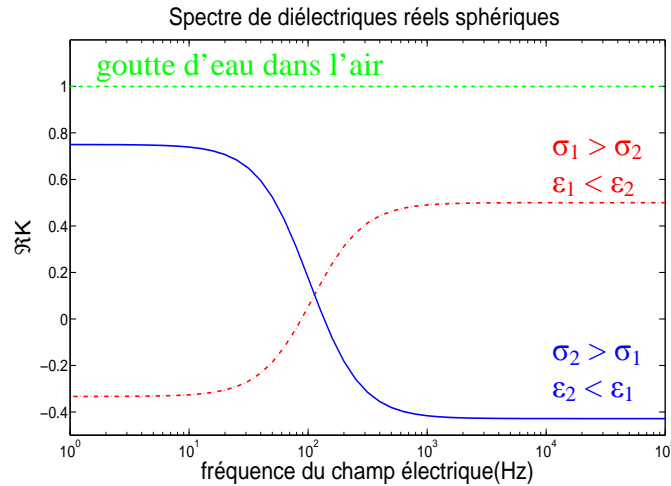


Fig. 1.16 : Spectre de $\Re(K)$ pour deux diélectriques réels sphériques :
 En rouge : $\epsilon r1=2,5$, $\epsilon r2=10$, $\sigma1=4.10^{-8} \text{ S.m}^{-1}$, $\sigma2=10^{-8} \text{ S.m}^{-1}$.
 En bleu : $\epsilon r1=10$, $\epsilon r2=1$, $\sigma1=10^{-8} \text{ S.m}^{-1}$, $\sigma2=10^{-7} \text{ S.m}^{-1}$.

Dans le cas de champs sinusoïdaux, la force moyennée sur le temps s'écrit à partir de la partie réelle du facteur de Clausius Mossotti. La force diélectrophorétique s'écrit de la manière suivante :

$$F_{DEP} = 2\pi R^3 \epsilon_m \Re(K) \nabla E_{rms}^2$$

Lorsque $\Re(K) > 0$, la force agit par attraction, elle est dirigée vers les zones de champs électriques intenses. On parle de diélectrophorèse positive ou encore de mode attractif. Au contraire, lorsque $\Re(K) < 0$, la force DEP agit par répulsion, elle repousse le diélectrique vers les zones de champs faibles. On parle de mode de diélectrophorèse négative ou mode répulsif.

Une goutte d'eau dans l'air est, quant à elle, toujours attirée par les zones de champ électrique intense quelle que soit la fréquence appliquée (diélectrophorèse positive). En effet, l'air étant supposé de conductivité nulle (pour un champ électrique très inférieur au champ de claquage) et de permittivité relative égale à 1, le milieu extérieur a donc une permittivité et une conductivité toujours inférieures à celle de l'eau. La polarisation du milieu extérieur est de fait quasi négligeable par rapport à celle de l'eau. Ceci exclut toute polarisation effective et donc toute possibilité de répulsion de la goutte par DEP. Dit autrement, dans l'air, l'effet d'Archimède diélectrique est négligeable.

Conclusion :

Des applications du diamagnétisme, en particulier pour la lévitation diamagnétique ont été développées. Une particule en lévitation peut se déplacer beaucoup plus facilement, en particulier aux échelles micrométriques. En effet, aux échelles micrométriques, les problèmes de contact et collage sont très gênants et créent de grosses difficultés pour la mise en mouvement d'une particule sur un substrat. La mise en lévitation supprime totalement cela. De plus, l'absence de frottements permet de diminuer les forces nécessaires au déplacement des particules.

L'intérêt d'utiliser le diamagnétisme pour la lévitation est de s'abstraire de toute alimentation extérieure et donc de tout échauffement. Il n'y a aucun « Dark Side effect ». La lévitation diamagnétique est compatible avec une future intégration. Elle permet enfin de faire léviter des particules sans les modifier (essentiel en biologie) par utilisation de leur diamagnétisme intrinsèque. L'utilisation de micro-aimants comme sources de champ, est de loin la solution la plus appropriée et, en lien avec nos applications, l'institut Néel a développé des recherches de pointe dans ce domaine.

Nous avons montré l'intérêt de la diélectrophorèse pour un actionnement compatible avec la lévitation diamagnétique. On obtient, en effet, un mouvement sans courant significatif donc quasiment sans échauffement, ce qui le rend plus compatible avec la biologie.

Chapitre II : Magnétisme, attraction, répulsion et réduction d'échelle, dimensionnement des aimants

1- Le magnétisme :	26
2- Les différents matériaux magnétiques :	28
2-1 Les matériaux ferromagnétiques :	28
2-1-1 Ferromagnétiques doux :	29
2-1-2 Ferromagnétiques durs :	29
2-2 Les matériaux paramagnétiques :	30
2-3 Les matériaux diamagnétiques :	31
2-4 Bilan des matériaux magnétiques :	32
3- Force magnétique appliquée à une particule :	33
3-1 Cas d'une particule diamagnétique :	34
3-2 Cas d'une particule paramagnétique :	36
4- Le magnétisme à petite échelle :	37
4-1 Induction B :	40
4-2 Gradient de B :	41
4-3 Force magnétique :	42
5- Critères de choix de géométrie de réseaux d'aimants :	48
5-1 Conséquences de la planarité des aimants/rapport de forme :	48
5-2 Pour un rapport de formes carrées :	50
5-3 Pour un rapport de forme plus large :	51
5-4 Application sur des aimants thermo-patternés :	53
5-4-1 Billes superparamagnétiques :	56
5-4-2 Billes diamagnétiques et paramagnétiques :	60
6- Dimensionnement des aimants couplés aux électrodes pour la lévitation :	62
6-1 Contexte :	62
6-2 Quelques simulations :	62
6-2-1 Largeur du gap :	63
6-2-2 Stabilité de la goutte :	64
6-2-3 Réseau d'aimants :	67
6-2-4 Influence des aimants du fond :	68
6-3 Réalisation du masque :	70
Conclusion :	73

1- Le magnétisme :

Chaque matériau en présence d'un champ magnétique extérieur H va avoir une réaction magnétique M que l'on appellera l'aimantation induite du matériau. Celle-ci variera fortement en fonction du matériau. Cette variation est caractérisée par la susceptibilité χ , qui pour un matériau linéaire correspond à l'équation :

$$\mathbf{M} = \chi\mathbf{H}$$

Les lignes d'induction B vont à leur tour être influencées par cette aimantation induite. En effet, plus l'aimantation M sera importante, plus les lignes d'induction seront déviées, guidées vers l'intérieur du matériau si $\chi > 0$, et repoussées en dehors du matériau si $\chi < 0$:

$$\mathbf{B} = \mu_0(\mathbf{H} + \mathbf{M})$$

$$\mathbf{B} = \mu_0(1 + \chi)\mathbf{H}$$

$$\mathbf{B} = \mu_0\mu_r\mathbf{H}$$

Avec μ_0 la perméabilité du vide et μ_r la perméabilité relative du matériau. La modification de l'induction en tout point qu'entraîne la présence d'un matériau magnétique de susceptibilité donnée, y modifie l'énergie magnétique.

La susceptibilité varie en fonction du matériau, sur une très large plage. Elle peut prendre des valeurs de 10^6 pour les matériaux les plus facilement aimantables, communément appelés « magnétiques » ou l'effet est significatif, à des valeurs en 10^{-6} pour la plupart des matériaux ou ce phénomène est alors généralement négligé. Remarquons que cette susceptibilité peut également varier de signe. Si la susceptibilité est positive, comme c'est le cas pour les matériaux dits « magnétiques », le champ induit dans le matériau s'oriente dans le même sens que le champ extérieur et va donc le renforcer. A contrario, si la susceptibilité est négative, le champ induit dans le matériau va s'orienter dans le sens inverse et donc s'opposer au champ extérieur ce qui, par conséquent, le diminuera. De plus, si la susceptibilité est inférieure à 1, cela signifie que le champ extérieur prédomine. Tandis que si elle est supérieure à 1, le champ émis par le matériau amplifie significativement le champ extérieur.

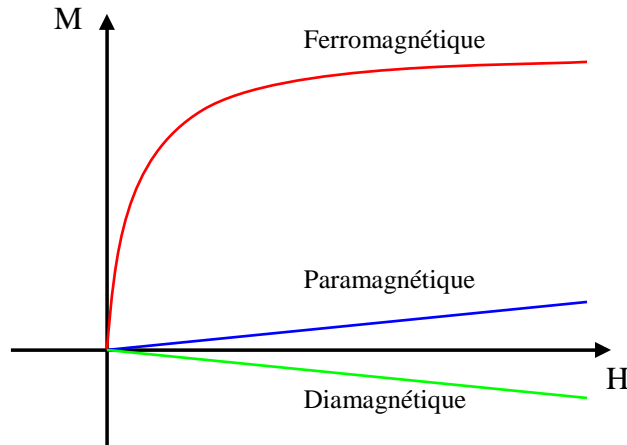


Fig. 2.1 : Aimantation des principaux matériaux en fonction du champ magnétique d'excitation extérieur.

Dans la pratique scientifique, on distingue essentiellement trois familles de matériaux magnétiques. La plus connue est la famille des matériaux « ferromagnétiques » qui est la seule appelée « matériaux magnétiques » dans la vie courante. Elle présente de fortes susceptibilités magnétiques. Ces matériaux sont utilisés dans tous les moteurs et transformateurs actuels car ils sont les meilleurs conducteurs magnétiques. La famille des matériaux « paramagnétiques » présente aussi une susceptibilité positive mais celle-ci est très faible ($< 10^{-2}$). Les courbes typiques d'aimantation sont alors linéaires et ne présentent pas, contrairement aux matériaux ferromagnétiques et pour les inductions courantes, de phénomène de saturation. La dernière famille de matériaux, dite « diamagnétique », est caractérisée par une susceptibilité encore plus faible ($< 10^{-3}$) que les paramagnétiques et négative. La plupart des matériaux, sont, de fait, diamagnétiques. Nous allons voir ce que cela implique dans la suite de ce chapitre.

Ce chapitre se divisera en deux parties. La première partie évoquera les différents types de matériaux magnétiques en discutant de leurs propriétés. Les conséquences de la réduction d'échelle seront développées dans une seconde partie.

2- Les différents matériaux magnétiques :

On vient de voir que les matériaux présents autour de nous se classent principalement en trois familles, si l'on considère leurs propriétés magnétiques. Ils présentent la particularité de devenir une source de champ magnétique sous certaines conditions. Hormis les matériaux ferromagnétiques, Pratiquement tous les phénomènes magnétiques observés sont très faibles, voire négligeables. De plus, pour la majorité d'entre eux, les propriétés magnétiques ne se manifestent réellement qu'en présence d'un champ exciteur.

A l'échelle de l'atome, on peut classer les matériaux selon leur moment dipolaire atomique. Celui-ci peut être permanent (ferromagnétisme) ou induit (diamagnétisme). On peut encore subdiviser les matériaux selon la facilité des dipôles magnétiques à s'orienter dans une même direction. Cette orientation résulte d'un minimum énergétique entre un ensemble d'énergies, dont l'énergie de Zeemann (énergie d'aimantation), l'énergie de couplage d'échange entre chaque moment dipolaire, l'énergie magnétocristalline si la structure est orientée, l'énergie thermique... Dans l'ensemble, l'énergie thermique a tendance à agiter les dipôles magnétiques dans toutes les directions, alors que l'énergie de Zeemann et l'énergie de couplage d'échange tendent à privilégier une direction d'aimantation.

Dans ce but, nous présentons ci-dessous les principaux matériaux magnétiques et les différentes interactions qu'ils produisent lorsqu'ils sont plongés dans un champ magnétique exciteur. Nous commencerons par décrire les matériaux bien connus que sont les ferromagnétiques. Nous évoquerons ensuite les matériaux paramagnétiques puis nous terminerons enfin par les matériaux diamagnétiques qui constituent le sujet principal de cette thèse.

2-1 Les matériaux ferromagnétiques :

Tous les matériaux ferromagnétiques sont fortement attirés par les zones de champ fort.

Les atomes des matériaux ferromagnétiques possèdent des moments magnétiques permanents. Vu les fortes interactions entre moments proches, l'orientation d'un moment est liée à celle de ses voisins. Pour minimiser l'énergie magnétique en l'absence de champ extérieur, ces moments tendent à s'orienter de telle sorte que le matériau présente une aimantation globale nulle (sauf pour les aimants). En présence d'un champ exciteur, chaque moment tend à s'aligner dans la direction du champ. Les moments voisins sont alors entraînés dans cette rotation. De plus, les moments voisins l'entraînent également dans leur rotation. Par effet d'avalanche, tous tendent à s'orienter dans la même direction.

Les matériaux ferromagnétiques dits « doux » sont donc généralement faciles à aimanter, même en présence d'un champ faible. En conséquence, leur susceptibilité est importante, de 100 à 10^6 . Lorsque tous les moments sont alignés, ce phénomène s'arrête, on dit que la saturation est atteinte. Une fois saturés, la susceptibilité relative à champ magnétique H élevé redevient donc celle de la plupart des matériaux dit « non magnétiques », donc proche de 1 (Fig. 2.1).

Lors de la suppression du champ magnétique extérieur, l'aimantation peut persister et devient plus ou moins permanente. On distingue alors plusieurs types de comportements possibles : durs ou doux.

2-1-1 Ferromagnétiques doux :

Les matériaux magnétiques doux ont, à l'hystérèse près, une seule réponse à un niveau d'excitation et lorsqu'on supprime cette excitation, ils perdent leur aimantation (voir courbe bleue Fig. 2.3).

Matériaux ferromagnétiques	susceptibilités magnétiques volumiques typiques χ (unités S.I.)
Cobalt	250
Nickel	600
Fer	10 000
Mumétal	100 000

Tableau 2.1 : Susceptibilité magnétique de quelques matériaux ferromagnétiques doux.

Leur influence sur le champ extérieur est importante. Il est énergétiquement beaucoup plus facile pour le champ magnétique de les traverser que de traverser le vide ou l'air (Fig. 2.2). Ils sont donc très couramment utilisés pour canaliser ou concentrer le champ. C'est grâce à cela que l'on arrive à concevoir des transformateurs et machines avec de tels rendements.

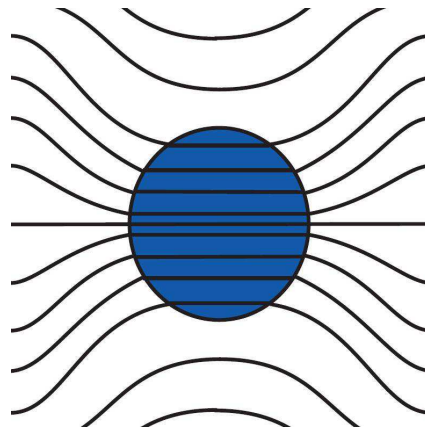


Fig. 2.2 : Schéma des lignes de champ fortement attirées et guidées par un matériau ferromagnétique.

2-1-2 Ferromagnétiques durs :

Les matériaux magnétiques durs, communément appelés aimants permanents, ont une forte hystérésis (Fig. 2.3). Ils sont plus difficiles à aimanter. Mais, une fois aimantés, lorsque le champ excitateur est retiré, ils gardent tout ou partie de leur aimantation – dite rémanente-, et créent leur propre champ magnétique, dit permanent. Ils sont donc utilisés en tant que sources de champ magnétique. Pour changer d'état, ils ont besoin de beaucoup d'énergie. De fait, on classe dans les aimants permanents les matériaux ferromagnétiques dits « durs » dont l'hystérèse est telle qu'elle impacte fortement l'état magnétique résultant après qu'on a retiré le champ extérieur. Alors qu'on classe dans les matériaux ferromagnétiques doux ceux dont l'hystérèse, toujours présente, a un effet jugé négligeable.

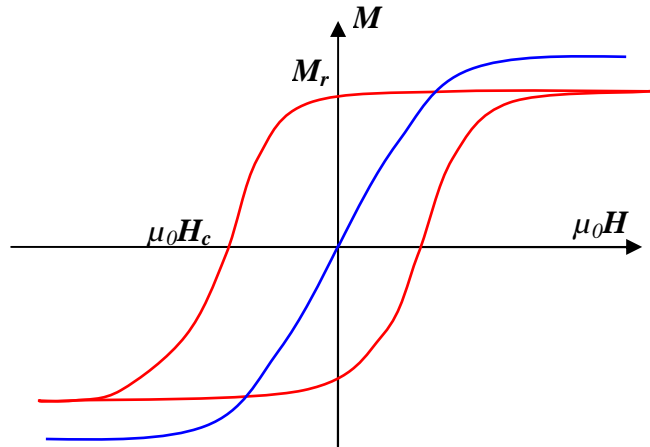


Fig. 2.3 : Cycles d'hystérésis correspondant en bleu : aux matériaux doux et en rouge : aux matériaux durs présentant une hystérésis.

2-2 Les matériaux paramagnétiques :

L'agitation thermique dans les matériaux paramagnétiques génère une orientation des moments magnétiques portés par chaque atome dans toutes les directions avec une égale probabilité. Les atomes proches, contrairement aux matériaux ferromagnétiques ne sont plus liés et donc plus orientés de la même manière. L'énergie d'interaction entre atomes proches est, de fait insuffisante pour s'opposer à l'agitation thermique. Ils possèdent donc des moments permanents libres de s'orienter dans toutes les directions. Donc en l'absence de champ magnétique, aucune direction n'est privilégiée et l'aimantation globale est nulle.

Lorsque l'on applique un champ extérieur, chacun des moments permanents de chaque atome tend à s'aligner dans le sens du champ. Ce phénomène est faible et progressif car il lutte contre une agitation thermique ici prédominante. C'est, à l'échelle de l'atome, un petit aimant et il se comporte donc comme un aimant dans un champ magnétique. Une aimantation globale apparaît dans le sens de l'excitation, mais elle reste faible.

Ces matériaux ont une susceptibilité positive, faible qui, bien entendu, dépend de la température. A température ambiante, la susceptibilité de tels matériaux varie de 10^{-3} à 10^{-5} , soit environ 10^8 fois inférieure aux matériaux ferromagnétiques dont la susceptibilité peut atteindre 10^6 .

Leur susceptibilité très légèrement supérieure à 0 les rend plus faciles à traverser par le champ magnétique que le vide (Fig. 2.4). Par voie de conséquence, ils sont légèrement attirés par les zones où le champ magnétique est plus important.

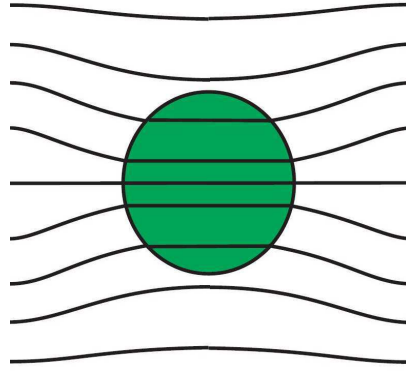


Fig. 2.4 : Schéma des lignes de champ attirées par un matériau paramagnétique.

2-3 Les matériaux diamagnétiques :

C'est en 1847, lors d'une expérience de magnéto-optique, que Faraday découvre la répulsion diamagnétique qui résulte d'une faible aimantation dans le sens contraire au champ excitateur. Cette propriété est remarquable, compte tenu du fait que toutes les entités présentes dans la nature sont diamagnétiques, en particulier l'eau et l'essentiel du vivant.

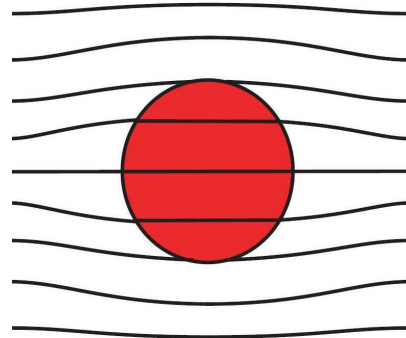


Fig. 2.5 : Schéma des lignes de champ repoussées par un matériau diamagnétique.

Dans la théorie classique, le mouvement d'un électron autour d'un atome est assimilé à une spire supraconductrice, c'est à dire sans résistance. Lorsqu'un champ magnétique est appliqué, le courant dans la spire est modifié selon la loi de Lenz. Ce courant crée un flux s'opposant au champ inducteur. Il apparaît alors un moment magnétique atomique induit. La somme de ces moments coordonnés, pour un matériau, se traduit par une aimantation globale de celui ci en opposition au champ inducteur. C'est le phénomène de diamagnétisme.

De par son origine, le diamagnétisme est une réponse à une excitation magnétique de tous les atomes. Les théories et mesures actuelles montrent que la susceptibilité diamagnétique (négative) varie entre 10^{-6} et 5.10^{-4} , selon le matériau (Tableau 2.2).

Il est à noter qu'un électron en rotation autour d'un noyau ne subit aucun frottement, donc pas de perte. Tant que le champ magnétique reste constant, il n'y a pas de variation de son moment magnétique. Ainsi, les corps diamagnétiques restent aimantés tant que le champ inducteur est présent. De plus, par la loi de Lenz, l'aimantation s'adapte à tout changement dans l'excitation, que cela soit en orientation, en sens ou en norme, afin de conserver une composante magnétique résultante faible et opposée au flux extérieur.

Nous présentons ici un tableau de quelques matériaux diamagnétiques remarquables avec leur susceptibilité volumique χ :

Matériaux diamagnétiques	Susceptibilité magnétique volumique χ
Ethanol	-7×10^{-6}
Latex	$-8,2 \times 10^{-6}$
Eau	$-9,06 \times 10^{-6}$
Silice	-14×10^{-6}
Cuivre	-22×10^{-6}
Bismuth	-175×10^{-6}
Graphite (isotrope)	-130×10^{-6}
Graphite pyrolytique (hors plan)	-450×10^{-6}
Graphite pyrolytique (dans le plan)	-85×10^{-6}

Tableau 2.2 : Valeurs de la susceptibilité magnétique de quelques matériaux diamagnétiques.

Nous remarquons que ces valeurs de χ sont très nettement inférieures, en valeur absolue, à celles des matériaux paramagnétiques et d'autant plus à celles des matériaux ferromagnétiques. Leur susceptibilité négative les rend plus difficiles à traverser par le champ magnétique que le vide (Fig. 2.5). Par voie de conséquence, ils sont repoussés par les zones de champs. Ils « fuient » le champ magnétique. Cet effet est très faible en général, mais est cependant perceptible dans certaines configurations expérimentales ; à température ambiante, le graphite pyrolytique est le matériau ayant la plus forte susceptibilité diamagnétique connue à ce jour.

Pour nos recherches nous avons utilisé principalement de l'eau en début de thèse, mais nous avons également travaillé sur des billes de latex, notamment dans la deuxième partie de la thèse. L'intérêt de la réduction d'échelle en magnétisme sera développé dans la suite de ce chapitre (voir partie 4- Le magnétisme à petite échelle :)

2-4 Bilan des matériaux magnétiques :

Le ferromagnétisme, le paramagnétisme et le diamagnétisme sont des phénomènes magnétiques induits. L'origine des deux premiers est due à la présence de moments permanents à l'échelle de l'atome. Ces matériaux sont différenciés grâce à la facilité avec laquelle ces moments s'orientent dans le champ. Dans les deux cas, ils s'orientent dans le sens du champ inducteur. La susceptibilité des matériaux ferromagnétiques et paramagnétiques est donc positive. Le diamagnétisme est également un phénomène induit, avec toutefois une origine très différente : les moments sont créés par le champ magnétique imposé, mais ils s'y opposent. Donc, la susceptibilité d'un matériau diamagnétique est négative. Cependant, ces moments induits restent très faibles. Par conséquent, la susceptibilité est peu importante. L'aimantation des matériaux diamagnétiques est donc, la plupart du temps, négligée si un autre phénomène magnétique est présent.

3- Force magnétique appliquée à une particule :

Calculons la force diamagnétique qui s'exerce sur une particule en présence d'une induction B . Hypothèse : nous considérons comme négligeable le champ induit par la particule diamagnétique.

Le diamagnétisme est un phénomène linéaire donc l'énergie magnétique totale du système est :

$$E_m = \iiint_{\Omega} \frac{1}{2} \chi \frac{B^2}{\mu_0} d\Omega \quad (2.1)$$

Avec Ω_{total} = volume total du système = volume de la particule (Ω_1) + volume du reste (Ω_2).

$$E_m = \iiint_{\Omega_1} \frac{1}{2} \chi_1 \frac{B^2}{\mu_0} d\Omega_1 + \iiint_{\Omega_2} \frac{1}{2} \chi_2 \frac{B^2}{\mu_0} d\Omega_2$$

$$E_m = \iiint_{\Omega_1} \frac{1}{2} \chi_1 \frac{B^2}{\mu_0} d\Omega_1 + \iiint_{\Omega_{total}} \frac{1}{2} \chi_2 \frac{B^2}{\mu_0} d\Omega_{total} - \iiint_{\Omega_1} \frac{1}{2} \chi_1 \frac{B^2}{\mu_0} d\Omega_1$$

$$E_m = \iiint_{\Omega_1} \frac{1}{2} (\chi_1 - \chi_2) \frac{B^2}{\mu_0} d\Omega_1 + \iiint_{\Omega_{total}} \frac{1}{2} \chi_2 \frac{B^2}{\mu_0} d\Omega_{total}$$

On peut écrire la force sur l'objet diamagnétique:

$$\vec{F} = -\overrightarrow{grad} E$$

Or on a :

$$\overrightarrow{grad} \left(\iiint_{\Omega_{total}} \frac{1}{2} \chi_2 \frac{B^2}{\mu_0} d\Omega_{total} \right) = 0$$

Car cette énergie est constante par rapport à la position de l'objet diamagnétique.

On a donc, si on considère que $\chi_1 - \chi_2$ est indépendant de x, y, z :

$$\vec{F} = -\overrightarrow{grad} \iiint_{\Omega_1} \frac{1}{2} (\chi_1 - \chi_2) \frac{B^2}{\mu_0} d\Omega_1$$

$$\vec{F} = -\iiint_{\Omega_1} \frac{1}{2} (\chi_1 - \chi_2) \frac{\overrightarrow{grad}(B^2)}{\mu_0} d\Omega_1$$

$$\vec{F} = \iiint_{\Omega_1} (\chi_2 - \chi_1) \frac{B \cdot \overrightarrow{grad} B}{\mu_0} d\Omega_1 \quad (2.2)$$

Selon le théorème d'Ostrogradsky, nous pourrions aussi remplacer l'intégrale volumique de $\text{grad}B^2$ par une intégrale surfacique de B^2 sur la surface fermée de l'objet sur lequel nous calculons la force.

Donc F devient:

$$F_{\text{volumique}} = \frac{\Delta\chi}{\mu_0} \cdot B \cdot \nabla B \quad (2.3)$$

Nous remarquons, d'après l'équation (2.3), que la force magnétique s'exprime en fonction du contraste en susceptibilité $\Delta\chi$, du gradient du champ magnétique ∇B et du champ magnétique B. On remarque que lorsque le contraste en susceptibilité est négatif (particule plus diamagnétique que le milieu), la force est dirigée dans le sens contraire du gradient de champ. Nous avons une répulsion magnétique. Au contraire lorsque le contraste est positif (particule paramagnétique), nous avons une attraction magnétique.

3-1 Cas d'une particule diamagnétique :

On peut cartographier les isovaleurs de Champ, ou de gradient, ou de $B \times \text{Grad}B$. Dans le cas du diamagnétisme, la position où la goutte tendrait à léviter, en l'absence d'autres forces, correspond à un minimum d'énergie magnétique donc un minimum d'induction magnétique. Cette position idéale de lévitation stable (Fig. 2.6) s'appelle un puits magnétique (ou puits de potentiel). C'est là où se situe le minimum de B^2 . En pratique c'est la forme et le niveau relatif de ce puits combiné à l'action des autres forces, en particulier la pesanteur qui permettra, ou pas, la lévitation

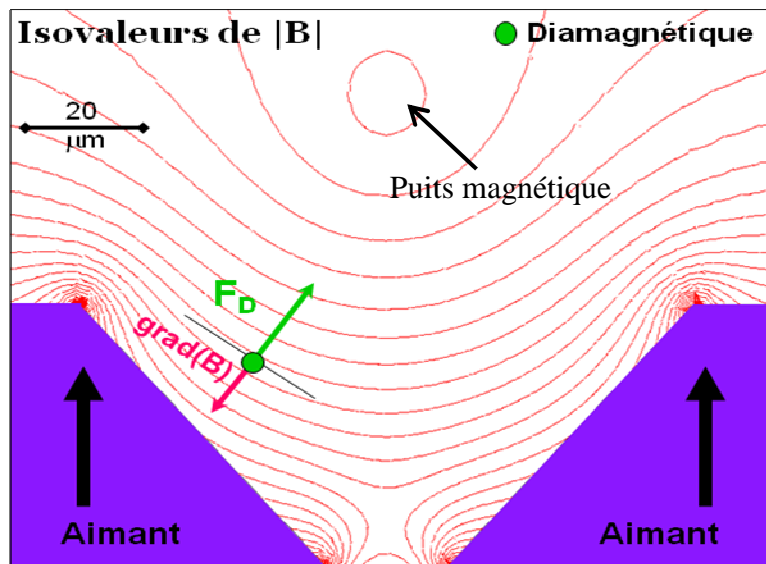


Fig. 2.6 : Schéma de la position de lévitation d'une particule diamagnétique.

Il y a trois possibilités d'augmenter cette force pour qu'elle soit suffisamment importante pour compenser le poids.

On peut, en effet, jouer sur les paramètres suivants :

- L'induction magnétique :

La force diamagnétique est proportionnelle à l'induction magnétique. Les inductions que l'on peut générer normalement restent limitées à une gamme de l'ordre du Tesla (aimants, électroaimants...). Avec des bobines supraconductrices, on peut créer des inductions de plusieurs dizaines de Teslas. C'est avec de telles inductions que Beaugnon *et al.* ont été les premiers à mettre en lévitation de l'eau et de l'alcool [BEA91] il y a vingt ans.

- La susceptibilité :

La force diamagnétique est proportionnelle au contraste de susceptibilité. On peut ainsi augmenter cette force en faisant léviter une particule fortement diamagnétique dans l'air, ou une particule faiblement dia dans un milieu le plus paramagnétique possible. Winkleman *et al.* ont réussi à piéger des cellules dans un liquide paramagnétique [WIN04]. On peut aussi faire léviter dans l'air des particules parmi les meilleurs matériaux diamagnétiques, bismuth et graphite en particulier. On notera que la supraconductivité est un cas très spécifique qui présente des caractéristiques du matériau diamagnétique parfait. Dans ce cas, en effet, l'opposition du matériau au passage du flux est totale, la susceptibilité vaut -1. Cette thèse ne porte pas sur ce phénomène et on se reportera, le cas échéant, aux travaux afférents.

- Le gradient de l'induction :

Enfin, la force diamagnétique est aussi proportionnelle au gradient de l'induction. Pour augmenter la force appliquée sur une particule, les gradients la traversant doivent être les plus élevés. Comme les gradients sont souvent directement proportionnels aux dimensions de la structure créant le champ magnétique, les MEMS apportent une réponse en réduisant l'échelle du système {aimant + objet diamagnétique}. L'application concrète a d'abord été démontrée par Lyuksyutov *et al* [LYU04], puis par Chetouani *et al* [CHE07]. Ainsi, à partir d'une certaine échelle, la force diamagnétique supplante le poids, permettant ainsi la lévitation.

Méthode	Avantage	Inconvénient	Intérêt scientifique
Augmentation de l'induction	Applicable sur de gros objets, fonctionne dans l'air	Augmentation limitée, consommation, nécessité de supraconducteur.	Déjà exploré, coût expérimental,
Augmentation de la susceptibilité	Augmentation de la force jusqu'à 6 ordres de grandeur.	Milieu contraint (enceinte fermée). Limité par les matériaux disponibles	Phénomène connu et exploité.
Augmentation des gradients d'induction par réduction d'échelle	Augmentation des forces volumiques d'un facteur 1000 à 10000, voire plus	Utilisation d'objets de taille microscopique.	Très peu étudié. Intégration des matériaux magnétiques

Tableau 2.3 : Tableau récapitulatif des différentes méthodes pour augmenter la force diamagnétique.

La réduction d'échelle implique que l'on travaille avec des micro-objets solides ou liquides, comme, par exemple, des microgouttes. A ces échelles, l'équilibre des forces est bouleversé. Les forces d'inertie sont négligeables devant les forces surfaciques, et d'autres phénomènes entrent en jeu (évaporation, génération de micro-gouttes etc)

3-2 Cas d'une particule paramagnétique :

Dans le cas du paramagnétisme, contrairement au diamagnétisme, la position d'équilibre de la particule se situe au niveau du gradient le plus important, soit au bord de l'aimant (Fig. 2.7).

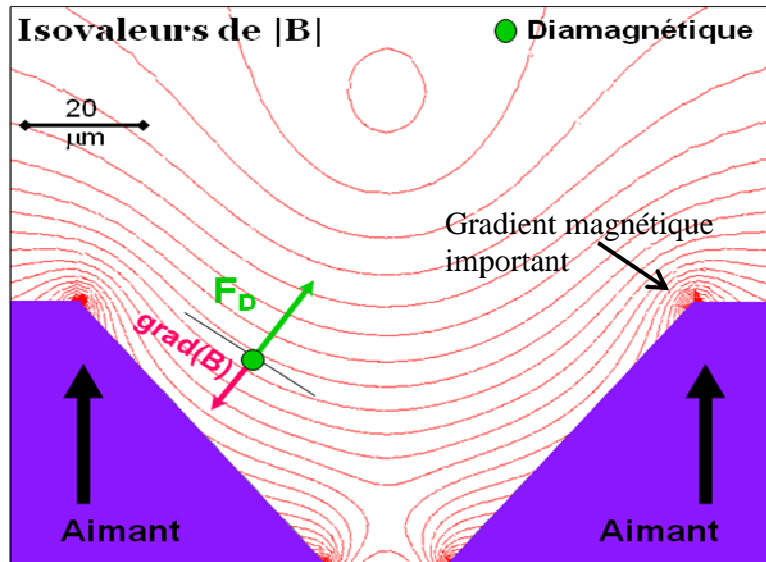


Fig. 2.7 : Schéma de la direction d'attraction d'une particule paramagnétique.

Contrairement au diamagnétisme, les particules paramagnétiques viennent là où l'induction, donc généralement le gradient est le plus élevé. Pour augmenter la force, on augmentera l'induction magnétique ou le gradient de celle-ci grâce à la réduction d'échelle permise par les microsystèmes, de même que pour le diamagnétisme (voire 3.1 particules diamagnétiques).

4- Le magnétisme à petite échelle :

Cette partie a pour but de mieux comprendre l'aspect qualitatif et quantitatif de l'interaction de des particules avec différentes topologies de micro-aimants. Cherchons à comprendre pourquoi l'utilisation de microparticules diamagnétiques ou paramagnétiques permet d'avoir respectivement une répulsion ou une attraction plus ou moins forte sur des réseaux de micro-aimants. De même, les phénomènes autour de particules diamagnétiques, paramagnétiques et super paramagnétiques pourront être expliqués. L'influence du rapport de forme des aimants sur le champ magnétique, et donc sur les forces qui en résultent suivant le type de bille utilisé, sera également expliqué.

Quelques rappels :

Si l'on considère la particule magnétique linéaire, voici l'équation de la force magnétique volumique (en N) comme vu précédemment :

$$f_{v\text{mag}} = \frac{\Delta\chi}{\mu_0} \cdot B \cdot \nabla B \quad (2.4)$$

Elle dépend de la différence entre la susceptibilité du matériau et celle du milieu ($\Delta\chi$), du champ B et du gradient de B (donc la vitesse de variation de B). Cette section va permettre de mieux quantifier l'effet de chacun des termes de cette formule et notamment en ce qui concerne les microsystèmes.

Les aimants intégrés développés à l'institut Néel ont une induction rémanente de 1,4 T maximum ce qui est équivalent aux meilleurs aimants massifs disponibles sur le marché. Cependant, ce champ peut se dégrader rapidement à nos échelles et notamment en cas d'oxydation des matériaux, comme par exemple le Néodyme-Fer-Bore utilisé pour la fabrication des aimants. Afin de prendre en compte ces problèmes, 1,2 T au lieu de 1,4 T sera retenu pour la suite de ce travail.

Il faut savoir que la cartographie de l'induction magnétique autour d'un aimant ne dépend pas de l'échelle. Avant de le démontrer en traçant la cartographie du module de B, ceci se vérifie en regardant la formule du potentiel scalaire V en un point M pour un aimant ponctuel de volume v et de polarisation J (Equation 2.5 et Fig. 2.8 [CUG02]) :

$$V(M) = \frac{v}{4\pi\mu_0} \frac{\vec{J} \cdot \vec{r}}{r^3} \quad (2.5)$$

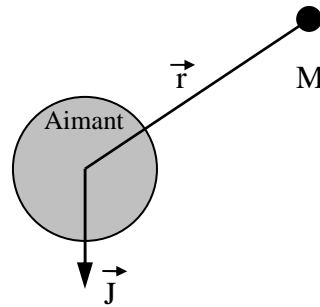


Fig. 2.8 : Potentiel créé par un dipôle [CUG02]

Si l'on rajoute une homothétie de rapport k , la distance r (distance entre l'aimant et le point M) et le volume de l'aimant s'en trouvent modifiés :

$$\vec{r}' = k \cdot \vec{r}$$

$$v' = k^3 \cdot v$$

Le nouveau potentiel scalaire V_1' est donc proportionnel au rapport k de l'homothétie :

$$V'(M') = k \cdot V(M) \quad (2.6)$$

Le champ magnétique est obtenu en prenant en compte le gradient du potentiel scalaire. Comme le gradient est une dérivée par rapport aux distances et que le potentiel scalaire et la distance sont proportionnels à k , on peut en déduire que le champ H ne varie pas, même après modification de l'homothétie. D'où le fait que le champ magnétique créé par un aimant n'est pas modifié par la réduction d'échelle.

Ceci peut également être illustré par le calcul en traçant les isovaleurs du module B pour deux aimants de proportions et matériau identiques (induction rémanente 1.2 T), mais à des échelles différentes. Voici le module de B pour un aimant de $50 \mu\text{m}$ comparé à un aimant de $5 \mu\text{m}$ de côté :

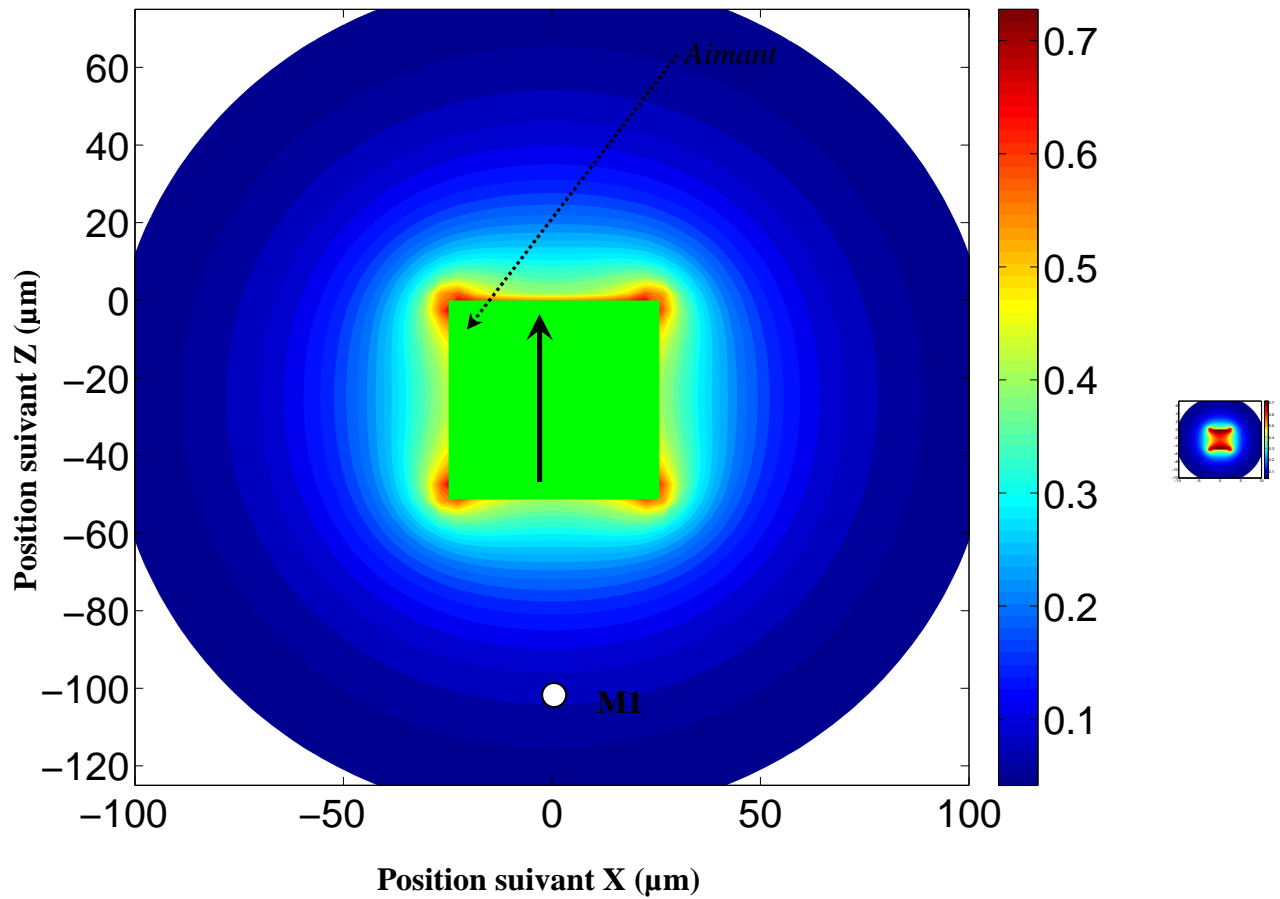


Fig. 2.9 : Module de B autour d'un aimant de $50\ \mu\text{m}$ (à gauche) et un aimant de $5\ \mu\text{m}$ (à droite).

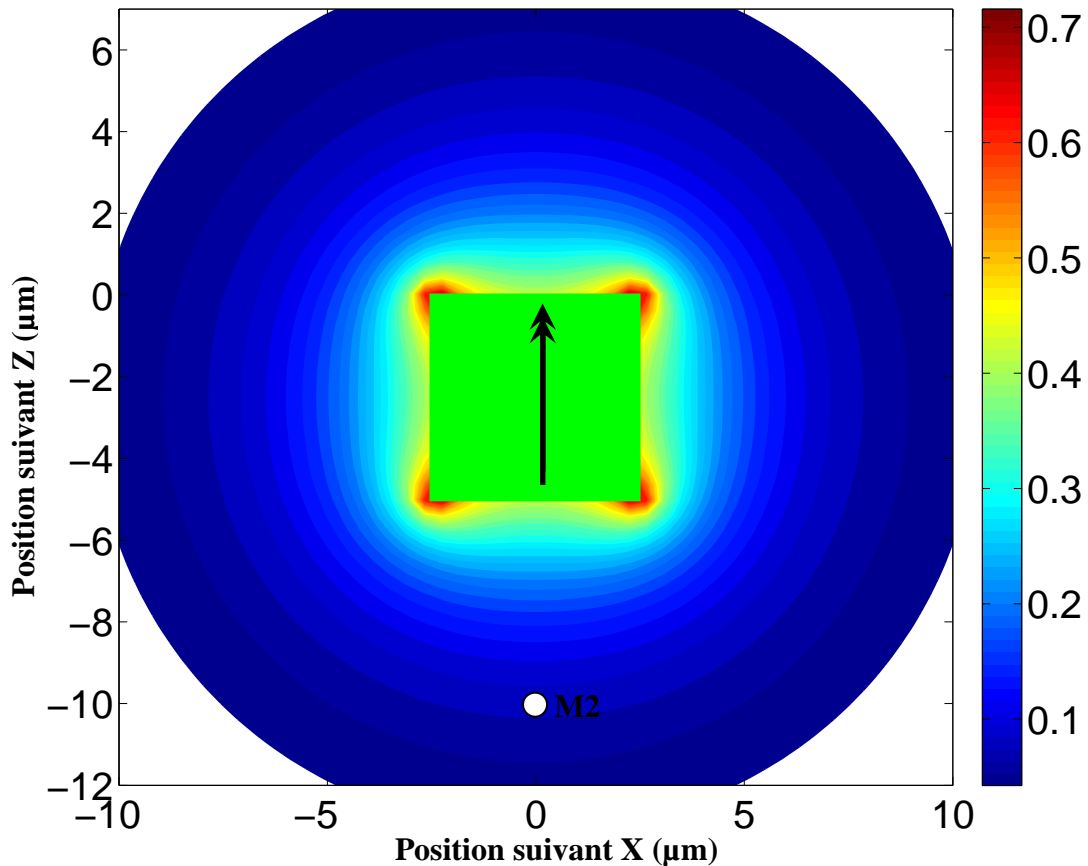


Fig. 2.10 : Zoom : Module de l'induction B autour d'un aimant carré de $5 \mu\text{m}$ de côté.

Comme on peut le constater (Fig. 2.10), tout est homothétiquement conservé. La valeur de l'induction est bien homothétiquement inchangée, en tout point de l'espace autour de l'aimant. On obtient la même valeur au point M1 et M2.

Ceci est un avantage majeur des microsystèmes. En effet, si on diminue l'échelle d'un facteur k , cela signifie que la différence d'induction entre deux points sera identique mais le gradient, directement et inversement proportionnel à la distance entre deux points, sera de ce fait plus grand d'un facteur k . Or on sait que la force magnétique volumique est proportionnelle à l'induction B , mais également au gradient de B . Donc si on diminue l'échelle d'un facteur k , le champ reste constant et le gradient augmente d'un facteur k . En diminuant l'échelle d'un facteur k , on augmente la force volumique d'un facteur k . C'est grâce à cette propriété que l'on arrive à avoir une lévitation sur des micro-aimants, la force magnétique volumique finissant par l'emporter sur la gravité qui, elle reste constante.

4-1 Induction B :

Afin de voir les gradients de l'induction plus facilement, le champ est tracé en fonction de la distance de l'aimant (donc suivant z) pour un aimant de $50 \mu\text{m}$ de côté, et ce en partant de différents points en x . Le plus intéressant est de voir la variation de l'induction en s'éloignant du bord de l'aimant ($x=25$) et du centre de l'aimant ($x=0$) (Fig. 2.11).

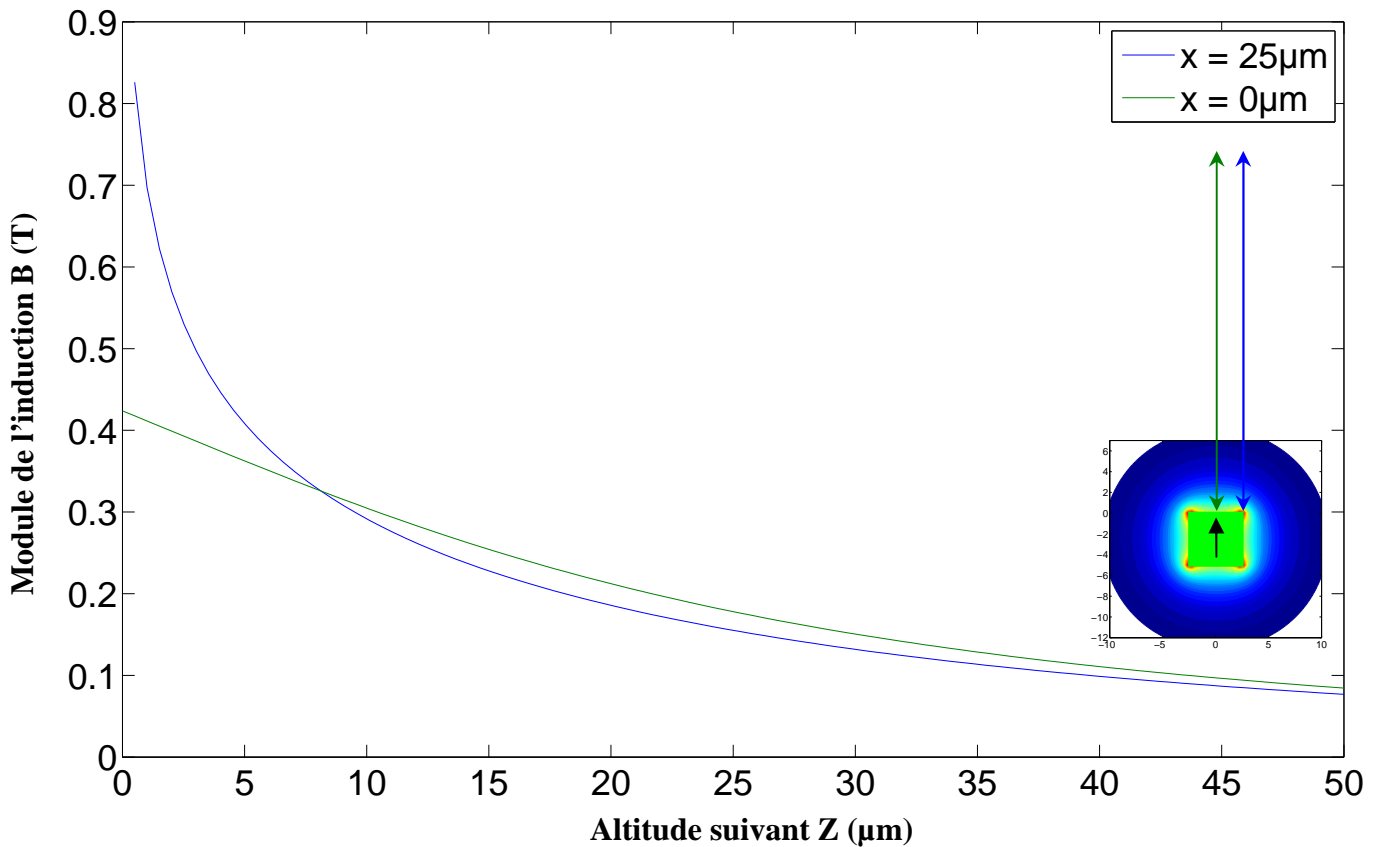


Fig. 2.11 : Variation du module de l'induction B à partir du bord ($x=25$) et du centre de l'aimant ($x=0$) en fonction de la distance de l'aimant de $50 \mu\text{m}$ de coté.

On voit très clairement qu'à $z=0$ l'induction est plus importante au bord de l'aimant (soit $B \approx 0.82 \text{ T}$) qu'au centre ($B \approx 0.42 \text{ T}$). Par contre, au-delà de $10 \mu\text{m}$, la différence s'amointrit. Ainsi une variation de l'induction et une valeur du gradient de l'induction plus importante sont observées au bord de l'aimant.

4-2 Gradient de B :

Ces observations peuvent être confirmées directement en observant la variation du gradient de B sur z .

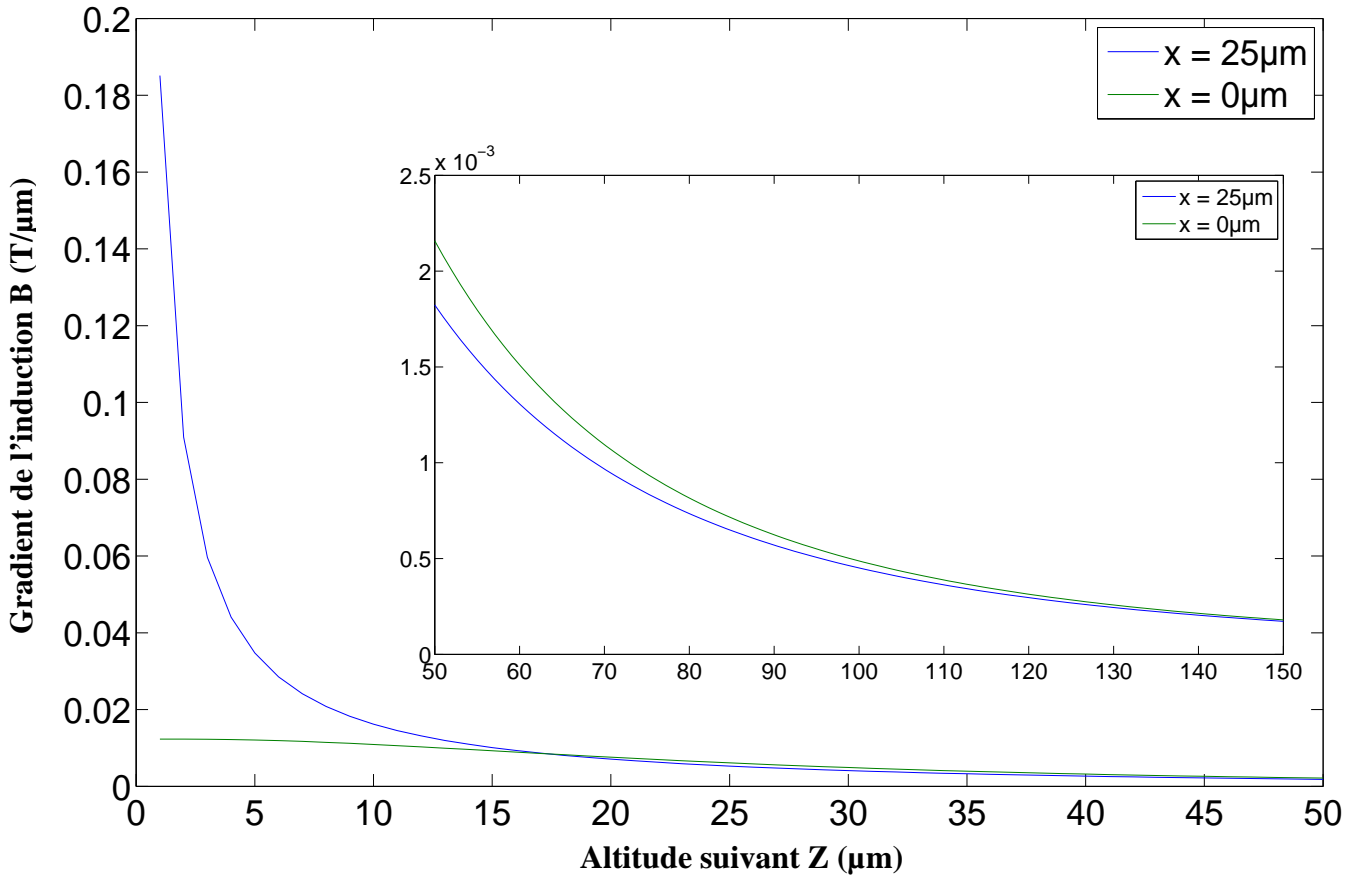


Fig. 2.12 : Pour un aimant de $50 \mu\text{m}$ de côté, variation du gradient de l'induction B au bord ($x=25$) et au centre de l'aimant ($x=0$) en fonction de la distance de l'aimant de 0 à $50 \mu\text{m}$ et de 50 à $150 \mu\text{m}$.

Comme remarqué précédemment (Fig. 2.12), au niveau de l'aimant, le gradient est dix fois plus important sur le bord que sur le centre, malgré le fait qu'il diminue plus rapidement au bord qu'au centre. Le même gradient d'induction est obtenu au delà de $15 \mu\text{m}$ de distance de l'aimant. Ceci se vérifie en traçant les mêmes courbes, mais entre 50 et $150 \mu\text{m}$.

Comme on a pu le voir, B est invariant suivant le facteur d'échelle k et le gradient de B est multiplié par le facteur d'échelle k . Donc si au lieu de prendre un aimant de $50 \times 50 \mu\text{m}$ on en prend un de $5 \times 5 \mu\text{m}$, le gradient sera simplement multiplié par 10 et l'échelle sur z sera divisée par 10 . Inutile de retracer des courbes. Ces comportements homothétiques et la conséquence sur la force peuvent ainsi être déduits à toutes les échelles d'un calcul fait à une échelle donnée.

4-3 Force magnétique :

Analysons la force exercée par un aimant. Mais avant cela, il faut savoir que la force dépend de la susceptibilité de la particule χ_p . Lors de ces travaux, des billes superparamagnétiques ayant une susceptibilité magnétique $\chi_p \approx 1$ après saturation et plus élevée avant saturation ont été utilisées. La force reste cependant bien supérieure à la susceptibilité magnétique d'un matériau paramagnétique qui est de l'ordre de 10^{-4} $\chi > 10^{-3}$ et d'un matériau diamagnétique, en valeur absolue, qui est de l'ordre de $\chi = -10^{-5}$. D'autre part, les billes superparamagnétiques ont une aimantation de saturation trop faible pour être négligée. La loi de Langevin (Fig. 2.13 et équations 2.7) fournissant la valeur de l'aimantation M et donc la

valeur de la susceptibilité de la particule χ_p suivant le champ a été prise en compte. On rappelle que la susceptibilité est l'angle de la courbe de l'aimantation M .

$$M = Nm_0[\tanh^{-1}(x) - 1/x] \quad \text{avec} \quad x = \mu_0 m_0 H / k_B T \quad (2.7)$$

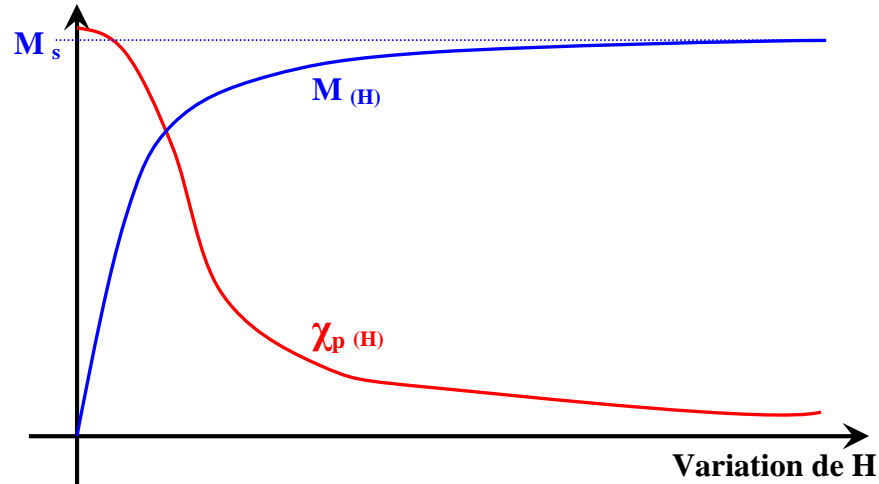


Fig. 2.13 : Variation de l'aimantation M non linéaire et variation de la susceptibilité χ pour une particule superparamagnétique, en fonction de la variation d'un champ extérieur H (Loi de Langevin).

La loi de Langevin ayant été prise en compte, les vecteurs de la force à l'extérieur de l'aimant peuvent être tracés:

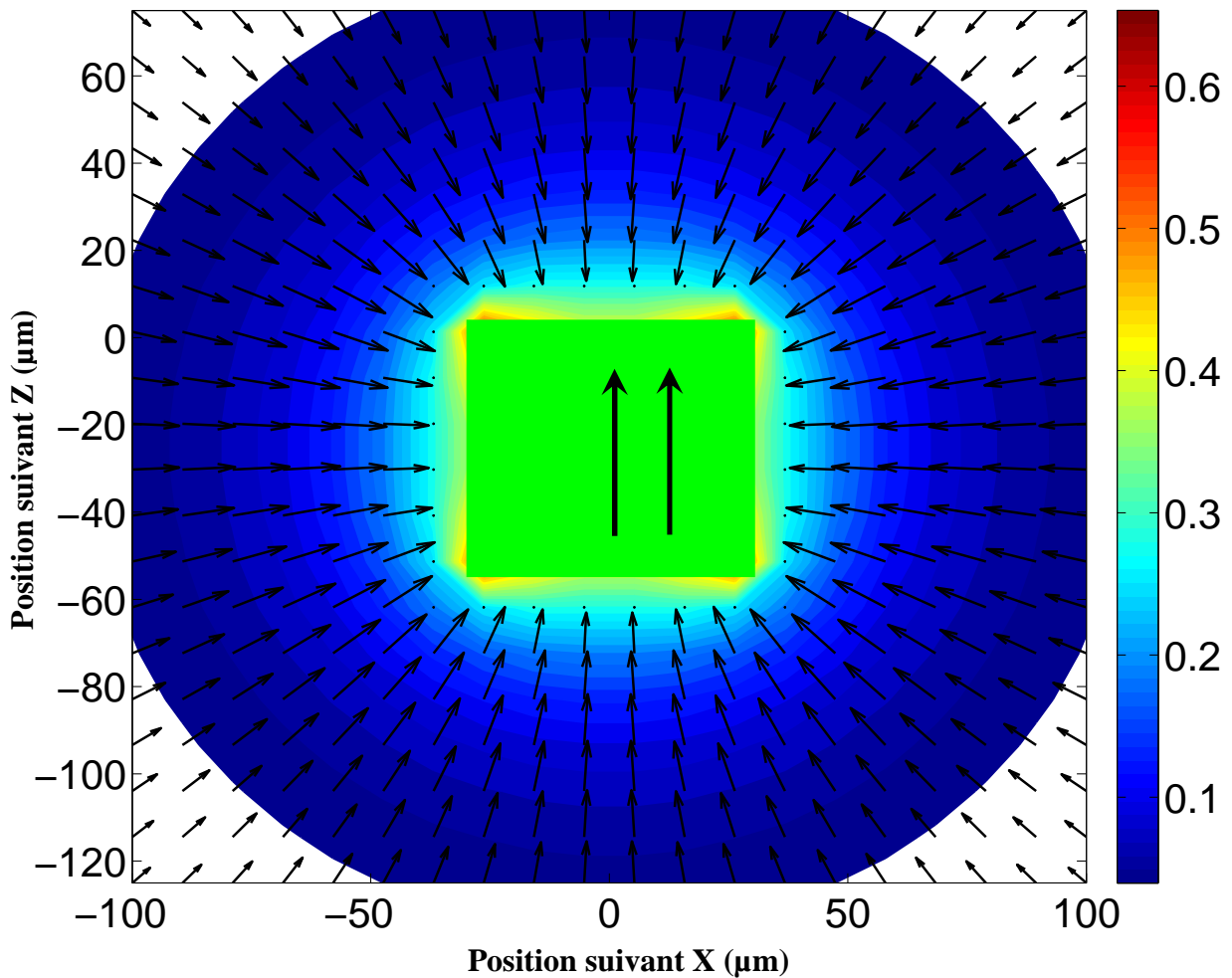


Fig. 2.14 : Module de l'induction B (en T) et vecteurs de la force pour une bille super-paramagnétique autour de l'aimant de $50 \mu\text{m}$ de côté.

Le module de B a également été tracé afin de bien visualiser la perpendicularité de la force avec les lignes iso-valeurs de B (Fig. 2.14). De plus on remarque que la force varie très peu entre 10 et $50 \mu\text{m}$ du bord de l'aimant. Ceci est dû au fait que la particule est déjà saturée, et que le gradient varie très peu.

Un zoom a été réalisé au niveau du bord supérieur droit de l'aimant. En effet, c'est aux coins que les particules paramagnétiques viennent se coller ou que les particules diamagnétiques sont les plus fortement repoussées.

Voici une représentation de la force (toujours avec un aimant de $50*50 \mu\text{m}$) :

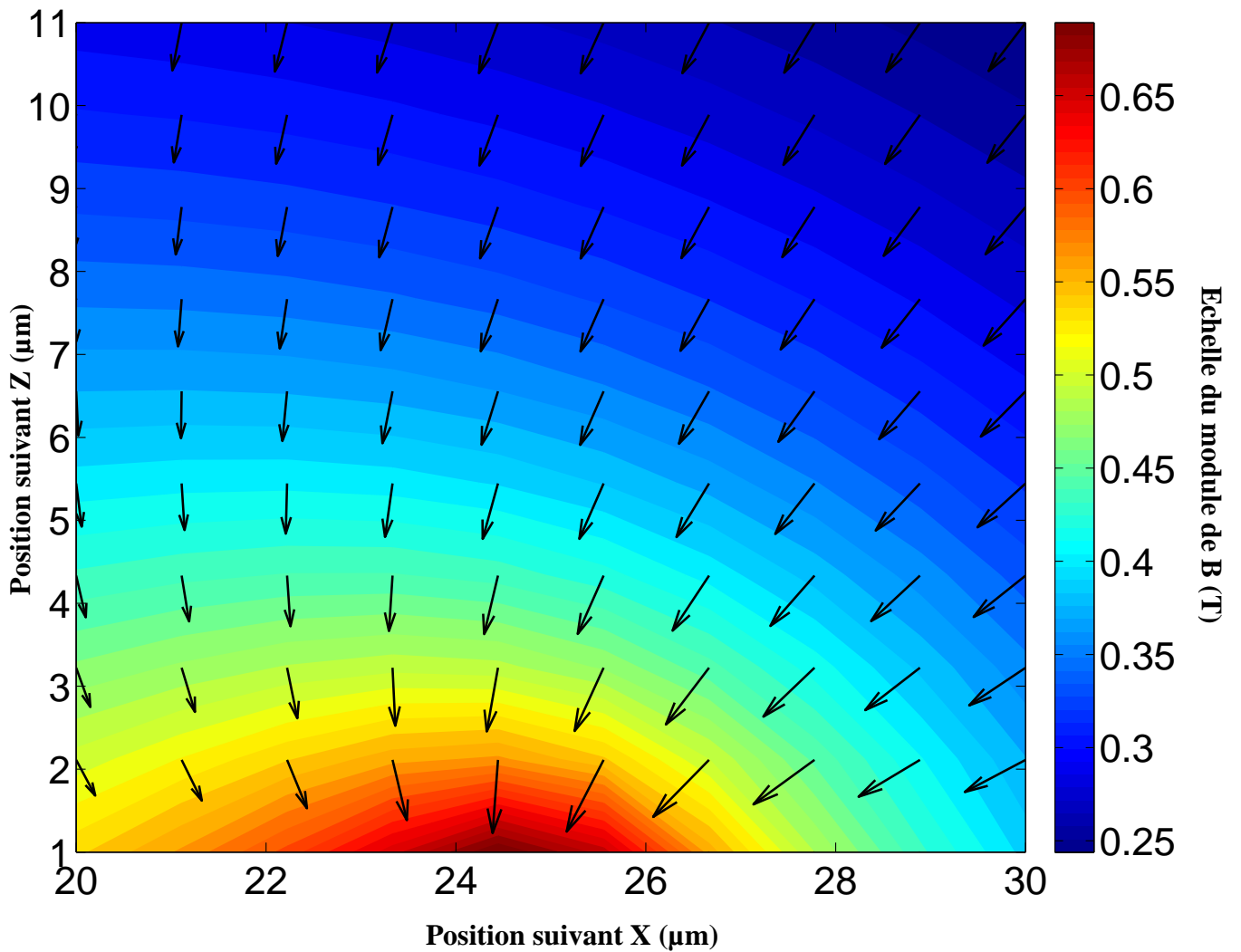


Fig. 2.15 : Module de l'induction B et vecteurs de la force pour une bille super paramagnétique au bord supérieur droit de l'aimant.

Comme précédemment, le module de B a été tracé afin d'avoir un repère et de vérifier que la force est bien perpendiculaire aux iso-valeurs du champ (Fig. 2.15). Le calcul a été réalisé avec une particule super-paramagnétique (loi de Langevin). Les forces sont en direction du bord de l'aimant soit là où le gradient est le plus élevé.

Afin de mieux visualiser la variation de la force en fonction de la hauteur, on va simplement tracer la variation de la force suivant z pour $x = 25 \mu\text{m}$ (bord de l'aimant).

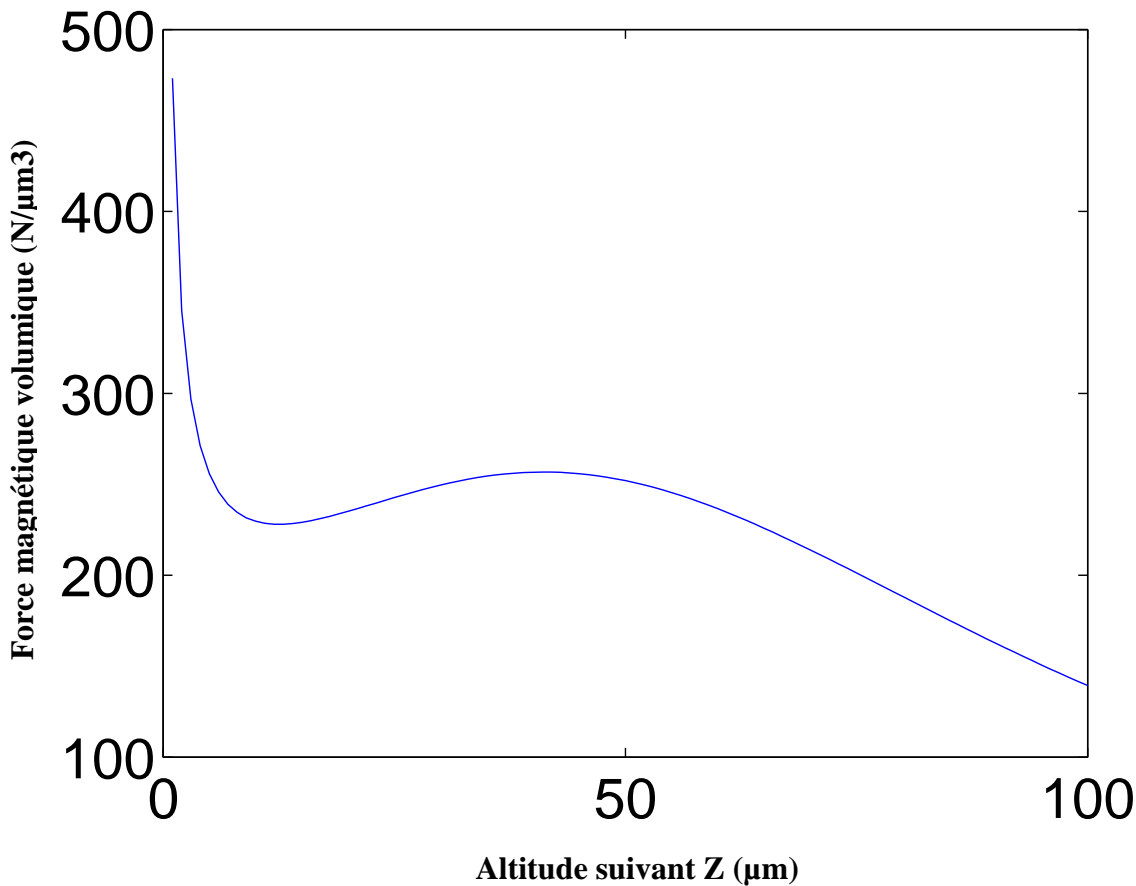


Fig. 2.16 : Variation de la force suivant z au bord d'un aimant de $50 \mu\text{m}$ pour une bille super-paramagnétique.

On observe ici (Fig. 2.16) un phénomène intéressant. En effet, la force chute rapidement pour atteindre 50 % de sa valeur maximale à une distance de $10 \mu\text{m}$ soit 20 % de la hauteur de l'aimant qui, pour rappel, mesure $50 \times 50 \mu\text{m}$. Au-delà, une légère augmentation de la force, aux alentours de $40 \mu\text{m}$, est visible. Ce qui peut être justifiée par le fait que plus le champ est faible et plus la susceptibilité magnétique de la particule est importante (loi de Langevin). De plus, la force étant dirigée vers l'aimant donc vers le bas (observations faites au-dessus de l'aimant), le module de la force a donc été tracé afin que celle-ci soit plus facile à interpréter.

Maintenant, comparons la force pour une bille superparamagnétique à la force obtenue pour une bille paramagnétique et diamagnétique.

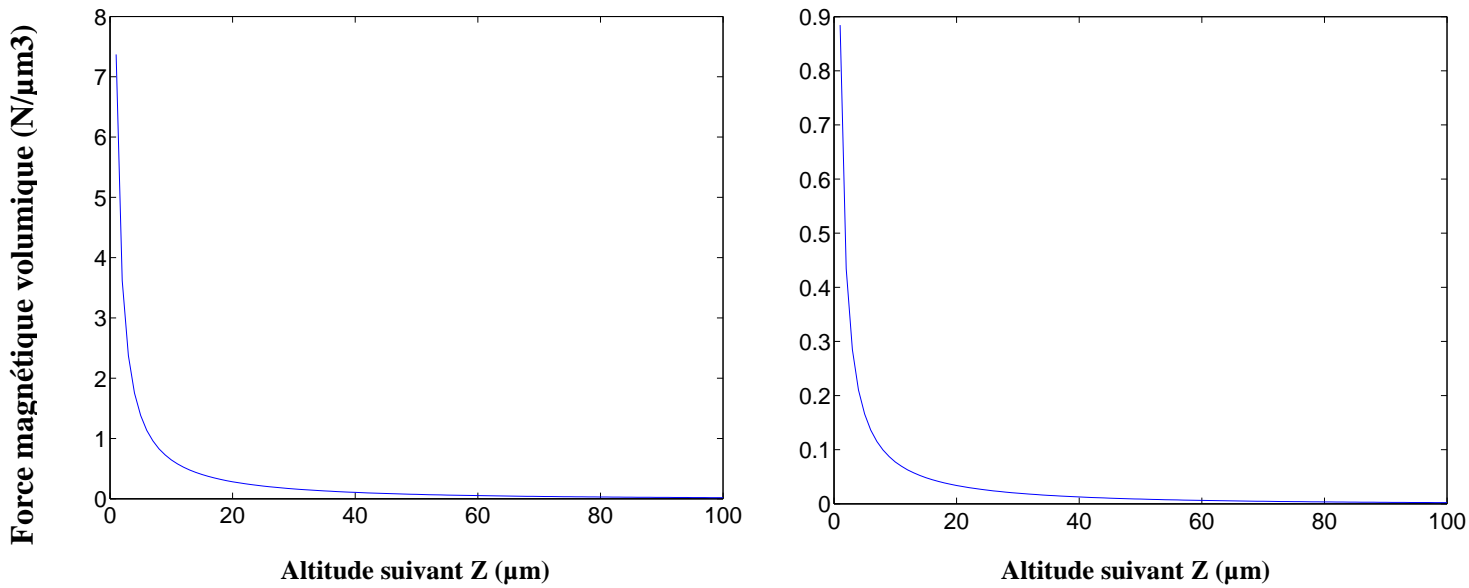


Fig. 2.17 : Variation de la force suivant z au bord d'un aimant de $50 \mu\text{m}$ pour une bille paramagnétique (à gauche) et diamagnétique (à droite).

Pour rappel, la susceptibilité magnétique d'un matériau paramagnétique est de l'ordre de $10^{-4} < \chi < 10^{-3}$ alors que celle d'un matériau diamagnétique est de l'ordre de $\chi = -10^{-5}$. Les matériaux diamagnétiques n'étant jamais saturés, aucune saturation n'est observée (Fig. 2.17) contrairement aux matériaux ferromagnétiques et super paramagnétiques (d'où la loi de Langevin) qui ont une susceptibilité beaucoup plus importante.

Ces deux courbes permettent de visualiser la variation de la force en fonction de la hauteur pour $x = 25 \mu\text{m}$ (bord de l'aimant) à gauche pour une bille paramagnétique et à droite pour une bille diamagnétique (Fig. 2.17). En effet la force est dirigée vers l'aimant donc vers le bas alors que celle pour la bille diamagnétique est dirigée vers le haut (répulsion). Hormis le fait que la force est de signe contraire, les deux courbes sont identiques, à une constante près qui va dépendre du matériau.

C'est donc bien le phénomène de saturation qui explique la différence de comportement de la force pour les billes super paramagnétiques par rapport aux billes dia et paramagnétiques.

5- Critères de choix de géométrie de réseaux d'aimants :

Dans cette partie sont répertoriées et étudiées les différentes formes d'aimants utilisées lors de ces travaux ainsi que quelques applications sur des billes diamagnétiques et super-paramagnétiques.

5-1 Conséquences de la planarité des aimants/rapport de forme :

On se propose d'analyser l'induction magnétique autour d'un aimant dont le rapport entre la largeur et la hauteur est important (≥ 10).

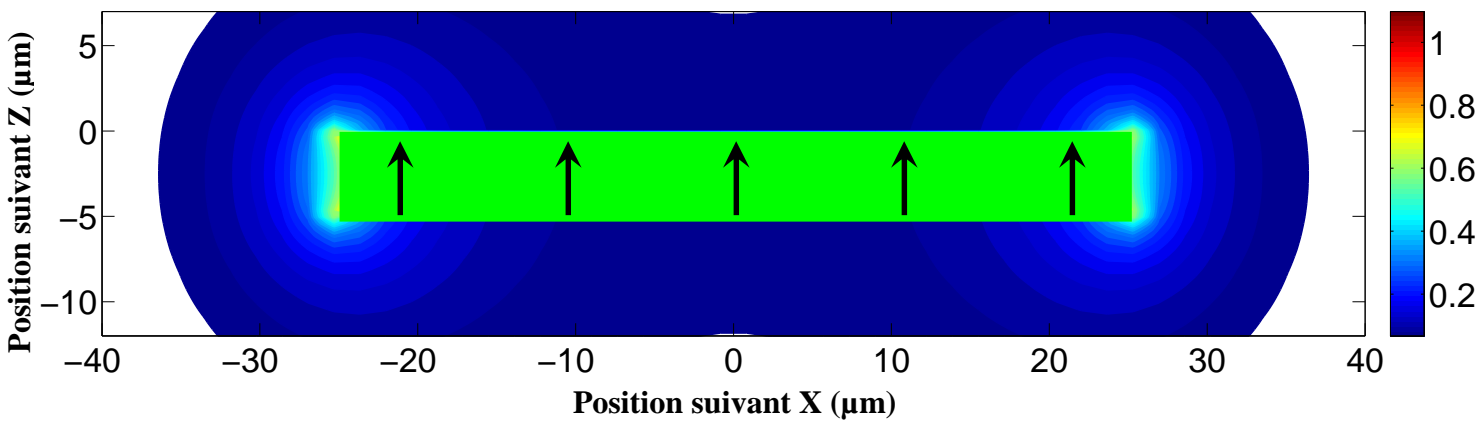


Fig. 2.18 : Module de l'induction B pour un aimant plat de $5*50 \mu\text{m}$, vue en coupe.

Au milieu de l'aimant le champ extérieur devient très faible (Fig. 2.18). Ceci est dû aux lignes d'induction qui ne peuvent se reboucler qu'avec un parcours très long ce qui explique que le niveau résultant soit faible. De plus, le bord ressemble au profil d'un aimant carré. Pour le vérifier, des zooms ont été effectués sur les bords supérieurs droits de l'aimant plat et de l'aimant carré de $5 \mu\text{m}$ de côté (Fig. 2.19).

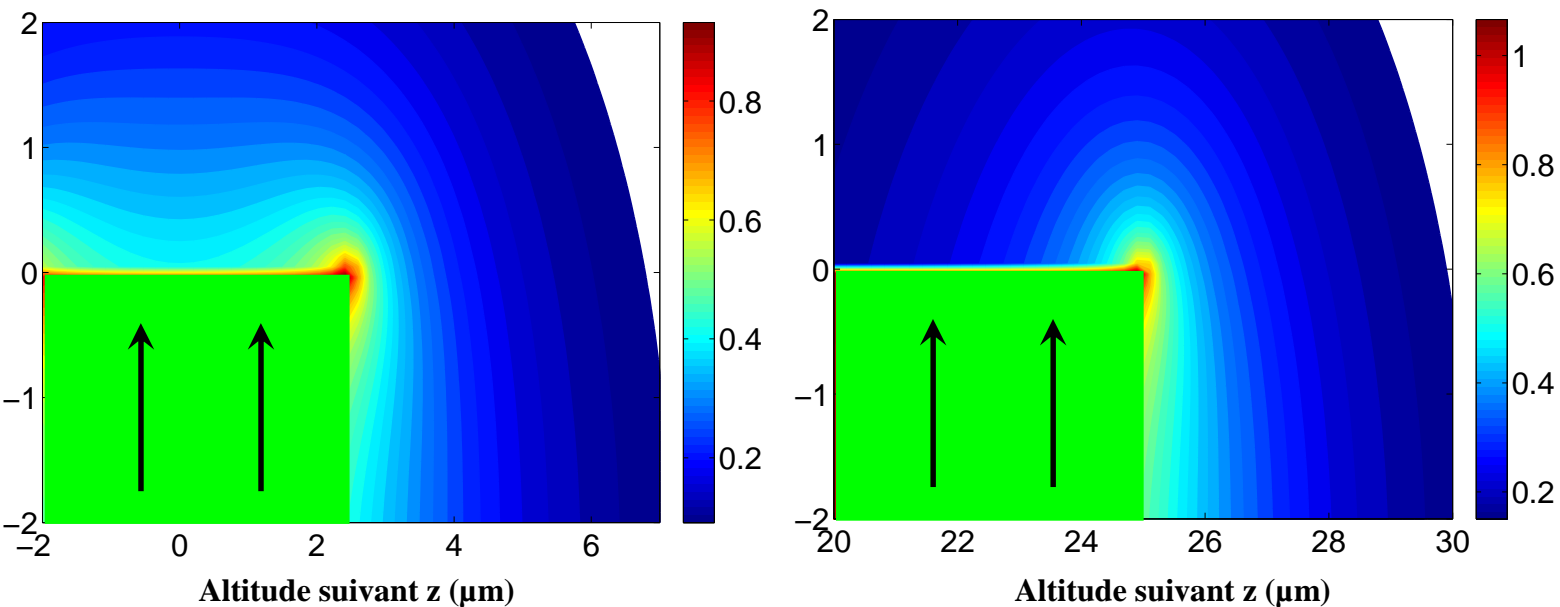


Fig. 2.19 : Zooms sur le module de l'induction B , dans le bord supérieur droit, pour un aimant carré de $5\ \mu\text{m}$ de côté (à gauche) et un aimant large de $5*50\ \mu\text{m}$ (à droite).

Si l'on regarde uniquement à droite du bord de l'aimant, le champ est quasiment identique la différence étant imperceptible à l'oeil (Fig. 2.19). Pour cela, le module de B peut être tracé suivant z , au bord des deux aimants, permettant la quantification de la différence entre les deux (Fig. 2.20).

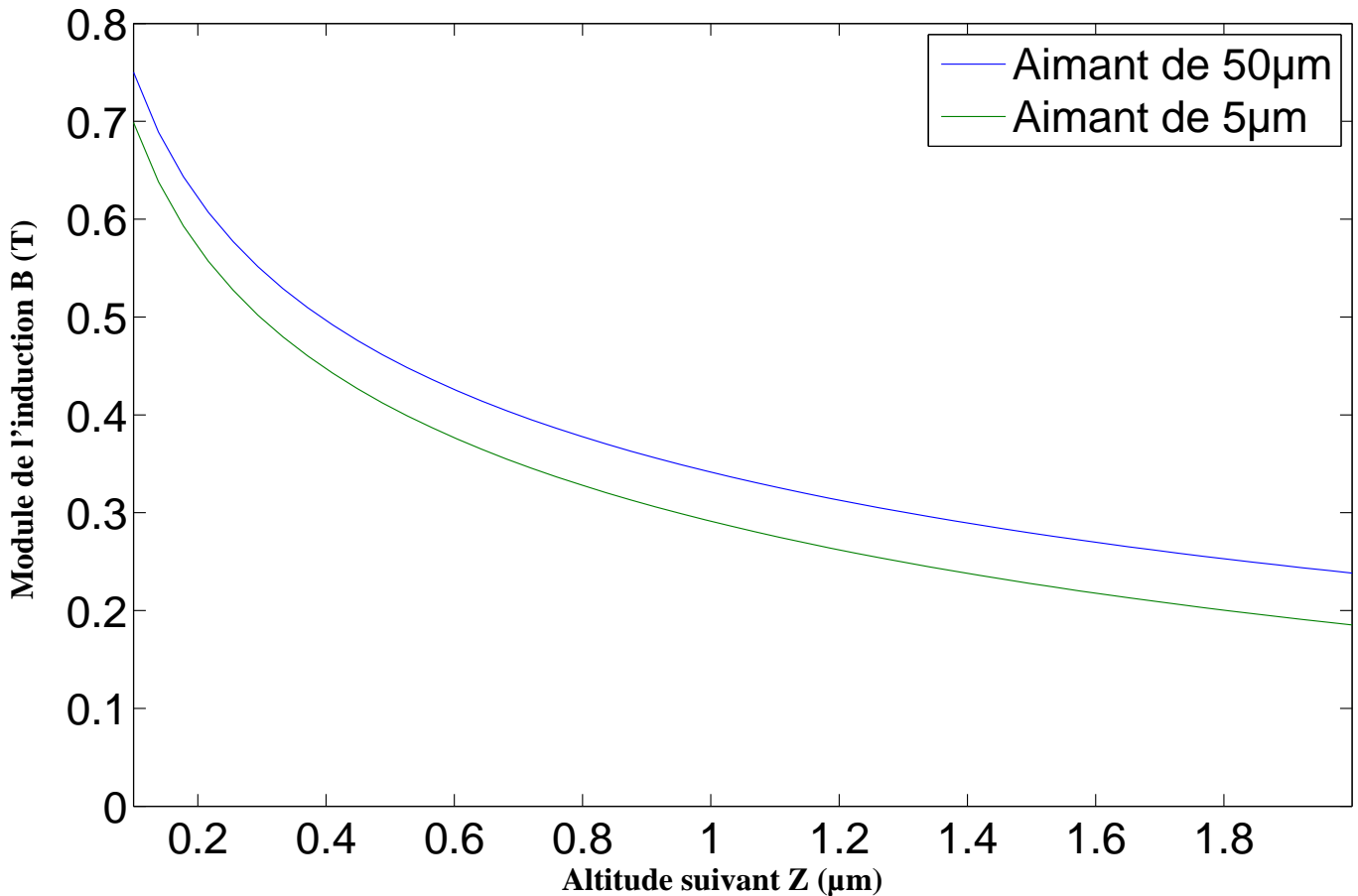


Fig. 2.20 : Variation du module de B suivant z au bord d'un aimant de $5\ \mu\text{m}$ de large et d'un aimant de $50\ \mu\text{m}$ de large. Les deux ont une épaisseur identique de $5\ \mu\text{m}$.

La variation du module de l'induction est de même forme pour les deux configurations comme remarquées précédemment. Cependant, une différence au niveau des valeurs subsiste. En effet, la courbe pour l'aimant plat est légèrement plus haute que celle de l'aimant carré avec, par exemple, des valeurs respectivement de l'ordre de $0,75$ et de $0,70$ Tesla à la pointe supérieure droite de l'aimant. A une hauteur de $2\ \mu\text{m}$, celles-ci sont respectivement de $0,24$ et $0,18$ Tesla.

Pour conclure, à épaisseur constante, sur la valeur de l'induction au bord de l'aimant augmente en l'élargissant. Mais parallèlement, sur tout le reste de l'aimant, l'induction est très faible. De plus, pour un aimant plus large une perte de place est à déplorer par rapport à la force gagnée.

5-2 Pour un rapport de formes carrées :

Naturellement les microtechnologies produisent des couches fines. 2tudier en premier une telle couche était donc naturelle. Maintenant que l'on a souligné l'inconvénient d'aimants trop plats ou plutôt trop fins par rapport aux géométries latérales, étudions ce que donnerait un rapport 1/1 entre l'épaisseur et les dimensions latérales de l'aimant ou entre aimants (gap). Soit un rapport 1-1-1.

Module d'induction B avec un réseau d'aimants de 50 μm de côté :

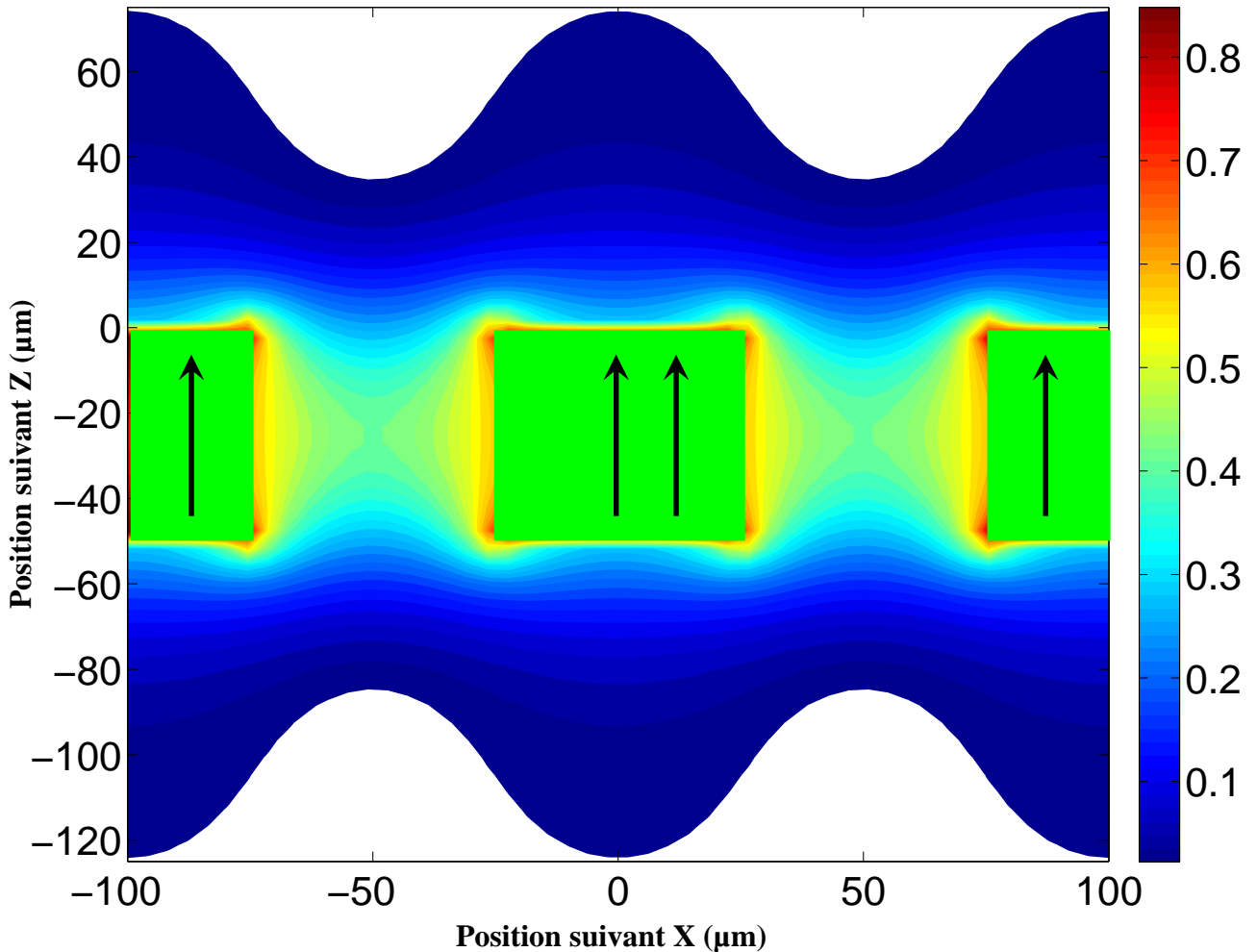


Fig. 2.21 : Module d'induction B pour une série d'aimants carrés de 50 μm de côté, espacés d'un gap de 50 μm avec une profondeur supposé infini.

Au niveau de la surface des aimants, le champ a la même forme que l'on soit au-dessus des aimants ou au-dessus du gap (Fig. 2.21). Par ailleurs, le champ porte plus loin au-dessus des aimants qu'au-dessus du gap.

On constate que ce type de rapport de forme, ici 1-1-1 est nettement plus favorable et produit, par rapport au volume « utile » des aimants une induction et un gradient d'induction beaucoup plus fort et réparti dans l'espace. Il faudra donc aller vers ce type de géométries, ce qui impose des couches épaisses et des techniques de patterning épaisses.

5-3 Pour un rapport de forme plus large :

Il peut être intéressant de comparer la forme « carrée » ci dessus à un système identique mais composé d'aimants deux fois plus larges que les espaces entre ceux-ci (gap) et que leur épaisseur. Partant de la terminologie ci-dessus employée, on parlera de structure 1-2-1

Module d'induction B avec plusieurs aimants de $100\ \mu\text{m}$ de coté :

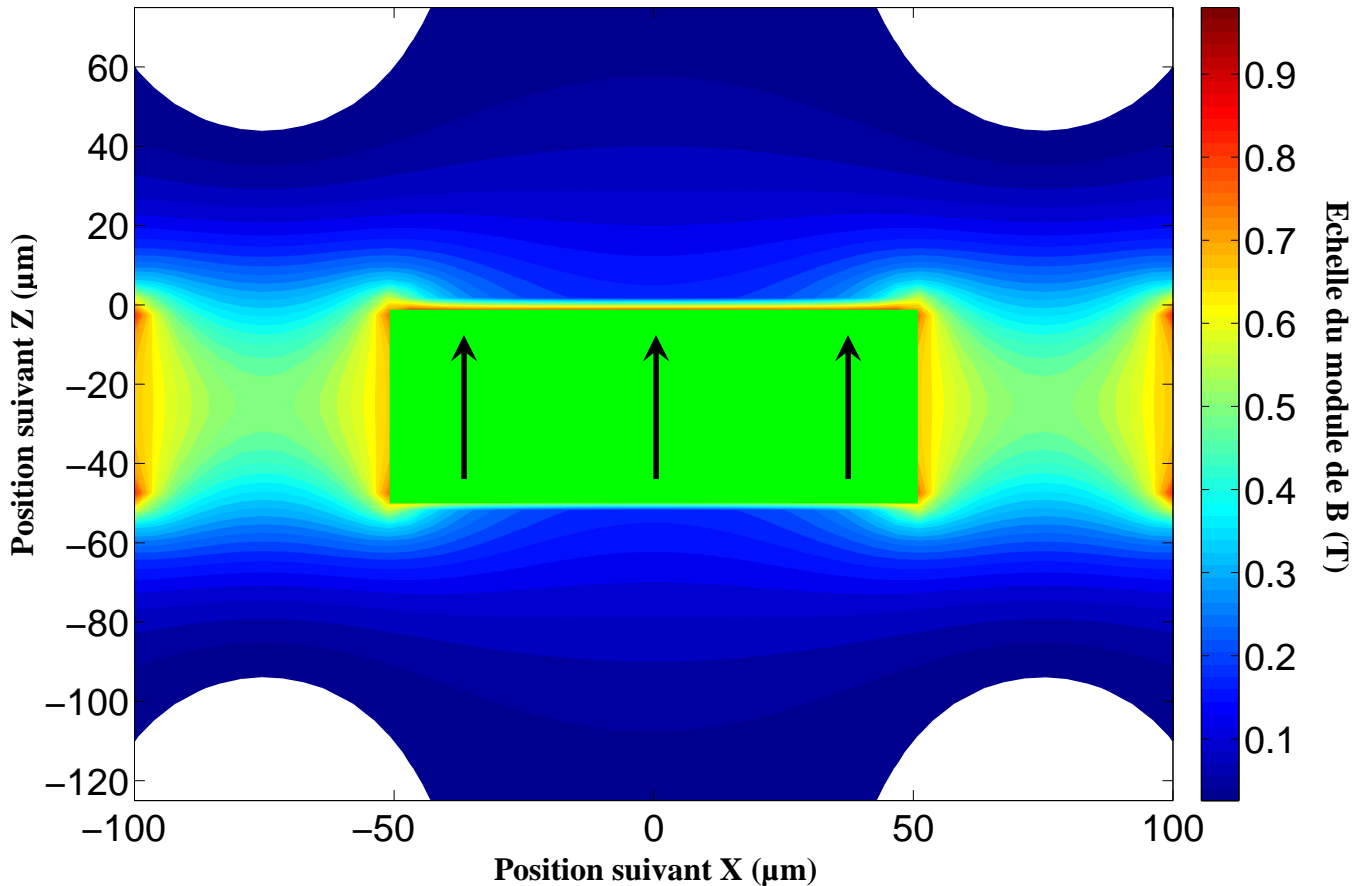


Fig. 2.22 : Module d'induction B pour une série d'aimants longs de $50*100\ \mu\text{m}$ espacés d'un gap de $50\ \mu\text{m}$.

Ici (Fig. 2.22) l'induction au-dessus du centre de l'aimant est plus faible que dans le cas précédent. Cela vient du fait que plus l'aimant est large et plus son induction en son centre est faible (voir paragraphe précédent).

Par contre, l'observation de ce qui se passe entre les aimants met en évidence que cela est quasiment inchangé. Le champ ainsi que le gradient de champ au niveau du gap dépendent peu de la largeur des aimants mais dépendent surtout du gap en lui-même. Pour vérifier ceci, la variation du module d'induction B suivant z (la hauteur) est tracée, au centre du gap dans les deux cas.

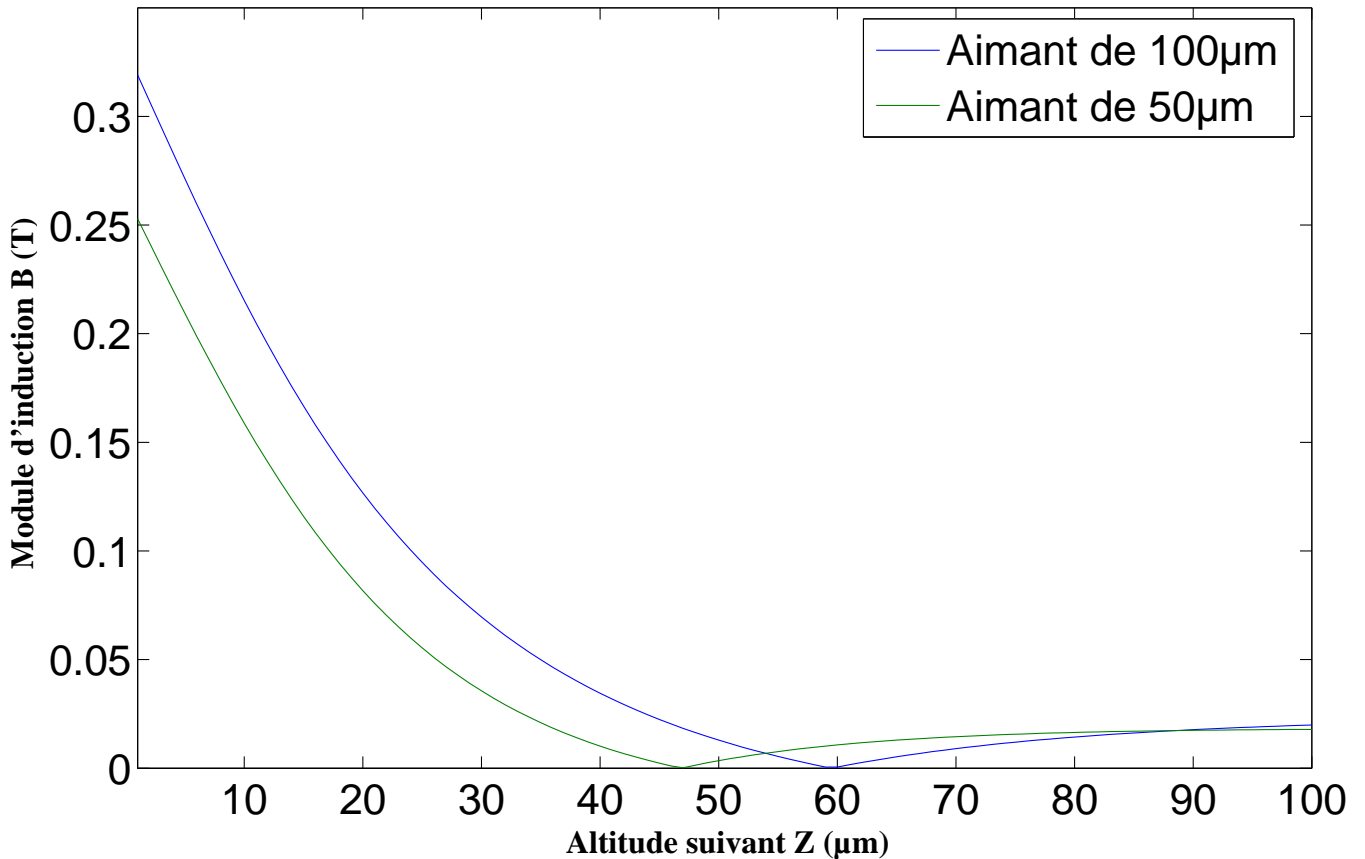


Fig. 2.23 : Variation du module d'induction B suivant z , pour un réseau d'aimants, au centre du gap d'un aimant de 50 µm de large et d'un aimant de 100 µm de large. Les deux ont une hauteur identique de 5 µm.

L'induction est légèrement plus importante pour le plus long (Fig. 2.23) comme observé dans le chapitre précédent. La forme est quasiment identique. Un point, où la force devient très faible, est observé autour des 50 µm au-dessus du gap pour un aimant de 50 µm et autour des 60 µm pour un aimant de 100 µm. Ce point, où l'induction devient très faible, correspond en réalité à l'inversion du champ. Ceux-ci, lorsque l'on s'éloigne (donc au delà de 50 µm), deviennent non négligeable par rapport à des hauteurs plus faibles où seule l'induction des aimants les plus proches agit.

Afin de confirmer que cette constatation est générale, d'autres systèmes doivent être calculés. En effet, deux rapports de dimension d'aimants 1-1-1 et 1-2-1 peuvent ne pas suffire dans la mesure où elles pourraient être des dimensions remarquables, donnant des résultats particuliers et donc non représentatifs. Pour cela, la même courbe est tracée, pour des dimensions différentes d'aimants (Fig. 2.24). On augmente les dimensions latérales car ce sont les types de dimensions que l'on peut facilement obtenir avec les micro-technologies et ces matériaux.

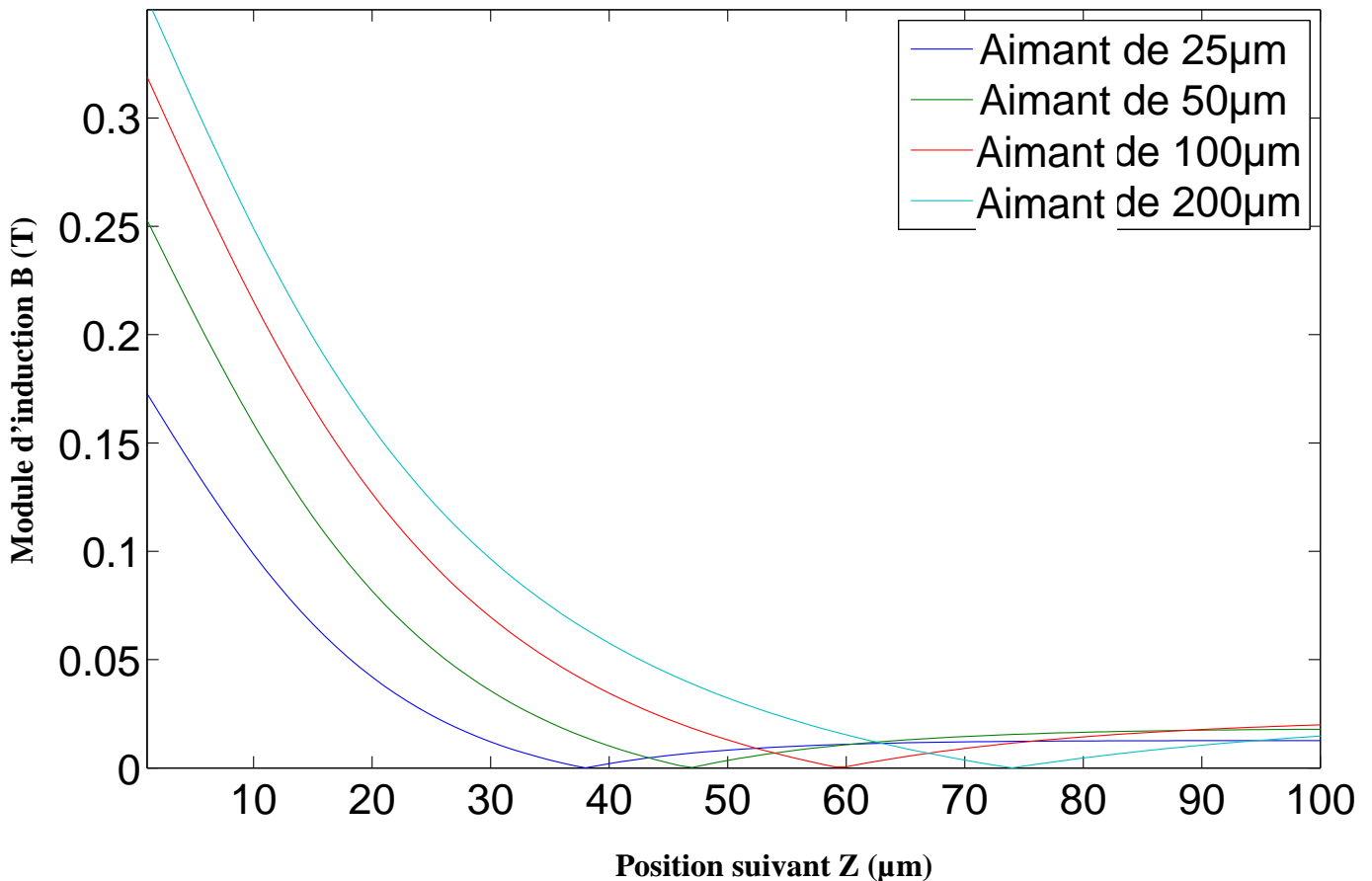


Fig. 2.24 : Variation du module d'induction B pour un réseau d'aimants suivant z au centre du gap de $50 \mu\text{m}$ pour des aimants de $25 \mu\text{m}$, de $50 \mu\text{m}$, de $100 \mu\text{m}$ et de $200 \mu\text{m}$ de large. Tous ont une hauteur identique de $5 \mu\text{m}$.

Plus les aimants sont larges, plus le champ sera important et plus le point, où l'induction s'inverse, s'éloigne de l'aimant (Fig. 2.24). Par contre, l'effet sur la valeur maximale du champ magnétique est de moins en moins important. En effet, entre un aimant de 25 et $50 \mu\text{m}$, on passe d'une induction maximale de $0,154$ à $0,25$, soit un gain de $0,096$ T (soit $+ 62\%$). Alors qu'avec des aimants de 100 à $200 \mu\text{m}$ (rapport de 2), des valeurs de $0,33$ à $0,36$ sont respectivement obtenus, représentant un gain de $0,03$ (soit $+ 9\%$). Ainsi cet effet s'estompe face à une augmentation de la largeur des aimants. Par contre, ceci ne se vérifie pas pour le point où l'induction devient nulle, dont la position continue de s'éloigner avec une distance quasiment identique à la précédente.

5-4 Application sur des aimants thermo-patternés :

L'équipe Micro-systèmes Magnétiques du G2Elab de Grenoble travaille en collaboration dans le contrat ANR Emergent. Ce contrat implique plusieurs laboratoires dont le laboratoire Ampère de Lyon (Fig. 2.25), coordinateur du projet, l'Institut de Physique et Chimie des Matériaux de Strasbourg (IPCMS) et l'Institut Néel de Grenoble. Le projet est intitulé : « Développement et applications d'une méthode de marquage de l'ADN par des nanoparticules magnétiques pour définir le rôle des transferts horizontaux de gènes entre bactéries dans les processus de bio-atténuation des polluants du sol ».

Nous avons montré ci-dessus que l'optimum, pour l'utilisation d'aimants tendait à des formes carrées et des rapports de forme ou d'espacement proches de l'unité. Cela est bien connu aux échelles standard et pour les applications industrielles. Mais nous avons vu aussi que les technologies de micro-fabrication conduisaient plus, naturellement à des aimants en couches donc beaucoup plus larges qu'épais. Nous allons voir que la problématique, pour une application concrète, est encore plus complexe. L'épaisseur et les gradients locaux vont permettre de grandes force de capture locale d'objets biologiques tandis que de grandes dimensions latérales vont simultanément permettre à un champ, certes faible et non optimum, de rayonner à beaucoup plus grande distance permettant ainsi d'aller pêcher par attraction, les objets souhaités beaucoup plus loin dans le milieu.

Dans ce projet, nous intervenons dans l'étude et la réalisation d'aimants permettant de récupérer les nanoparticules magnétiques et ce en collaboration directe avec l'institut Néel. Les nanoparticules utilisées sont super-paramagnétiques. Ainsi, leur susceptibilité étant plus grande, les forces d'attraction qu'elles subissent sont donc plus. D'autre part, la biocompatibilité du système d'aimants est primordiale. Pour cela, des aimants plats de l'ordre de 1 à 5 μm d'épaisseur et de l'ordre de 100 μm de large ont été utilisés. Les champs sont plus faibles que ceux obtenus lors des travaux précédents (avec des aimants de 50 μm d'épaisseur), mais suffisants pour récupérer à bonne distance des nanoparticules super-paramagnétiques internalisées par des bactéries. Une couche de protection de PDMS de l'ordre de 8 μm pourra ainsi être déposée facilement pour assurer cette Bio-compatibilité.

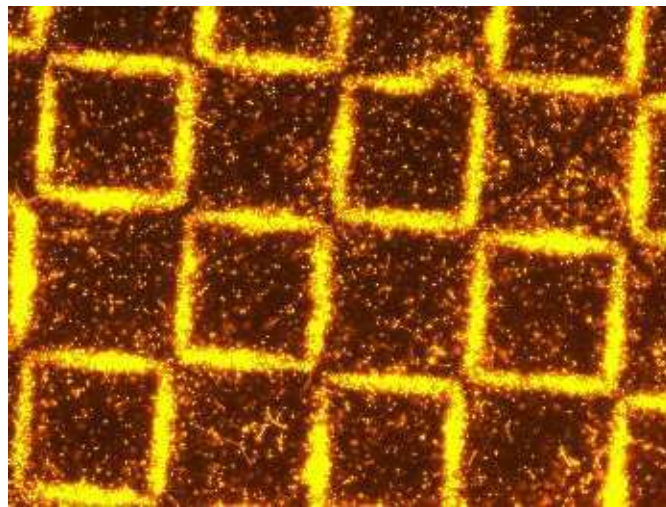


Fig. 2.25 : Attraction de bactéries (fluorescence jaune) ayant internalisé des nanoparticules super-paramagnétiques sur un réseau de micro-aimants plats thermopatternés. Essais réalisés par le laboratoire Ampère sur des aimants réalisés à l'Institut Néel.

Les aimants sont aimantés en damier, orientés successivement vers le haut puis vers le bas de manière à augmenter les champs et gradients au niveau de la jonction entre deux aimants. Pour connaître les détails de leur fabrication, se reporter au Chapitre IV partie 4-3. C'est d'ailleurs cette jonction qui nous intéresse car c'est là que les billes paramagnétiques sont piégées : c'est donc cette partie qui sera étudiée en détail.

Voici une représentation (Fig. 2.26) du système étudié avec différents types de billes :

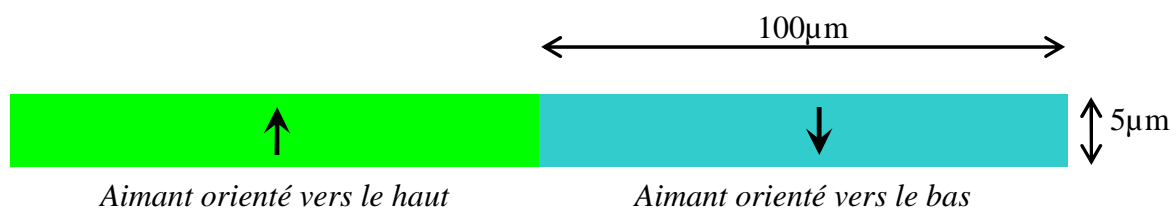


Fig. 2.26 : Représentation du système d'aimants en damier utilisé par le laboratoire Ampère, soit un système d'aimants de $5 \times 100 \mu\text{m}$ à aimantation alternée.

5-4-1 Billes superparamagnétiques :

Les isovaleurs de B ainsi que les vecteurs de B qui permettent de visualiser les lignes d'induction autour de la jonction entre les deux aimants ont été étudiées (Fig. 2.27).

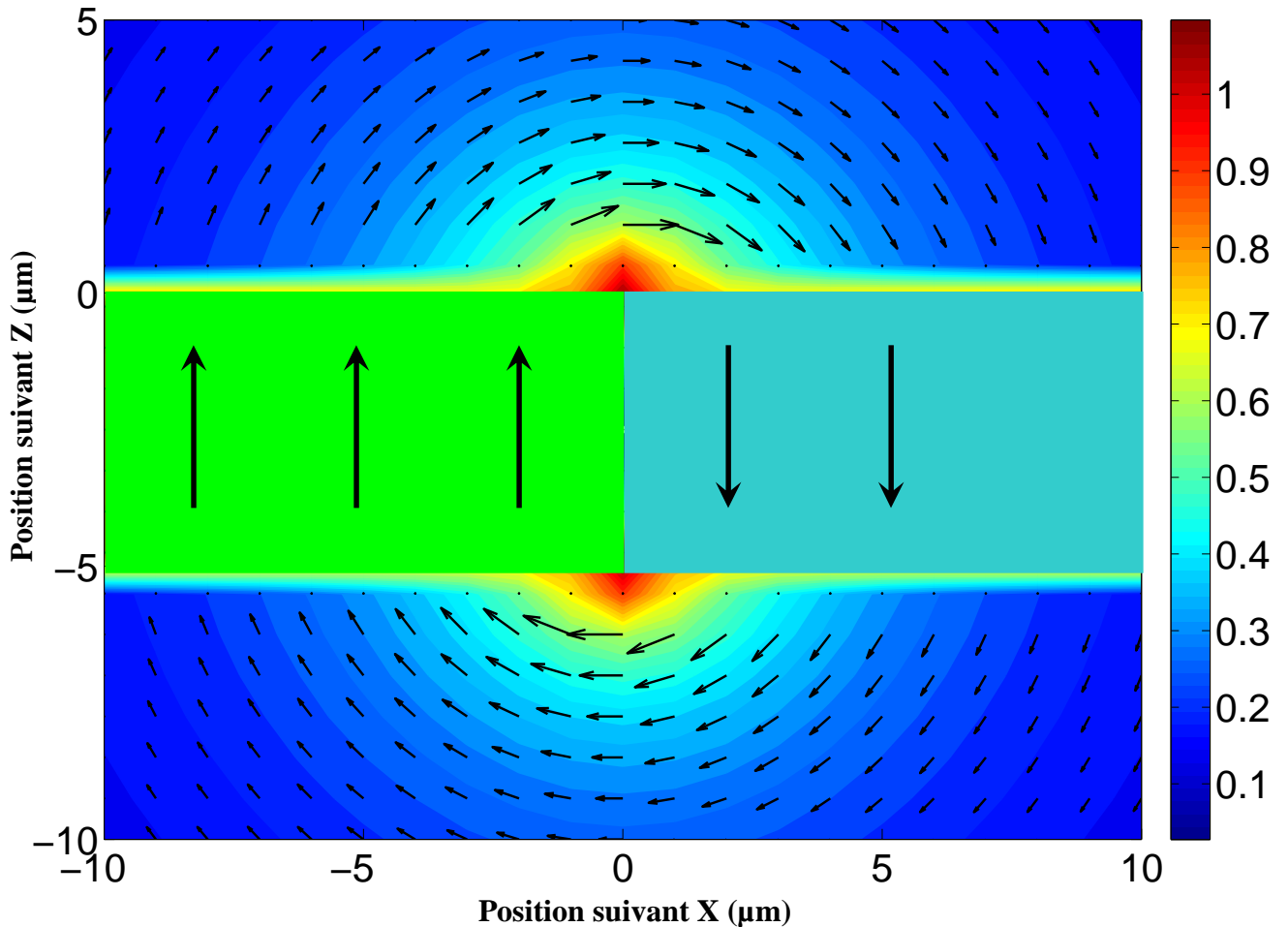


Fig. 2.27 : Module d'induction B (en T) et vecteurs de B à la jonction de deux aimants de $5 \times 100 \mu\text{m}$ ayant une aimantation alternée.

Afin d'obtenir une meilleure échelle sur les vecteurs de B extérieurs, ceux très proches du bord de l'aimant ont été supprimés. Le fait que les vecteurs de B ainsi que le module de B soient en parallèle est un pur hasard.

L'observation de la Fig. 2.27 permet de confirmer que l'induction se concentre à la jonction des aimants. De plus, les vecteurs de B permettent de vérifier que les lignes d'induction circulent d'un aimant à l'autre et ce de manière circulaire.

L'allure de l'induction calculée étant validée, on étudie maintenant la courbe de la force sur toute la hauteur utile, soit une distance de 8 à $100 \mu\text{m}$ au-dessus des aimants.

Voici une représentation des vecteurs de la force autour des aimants :

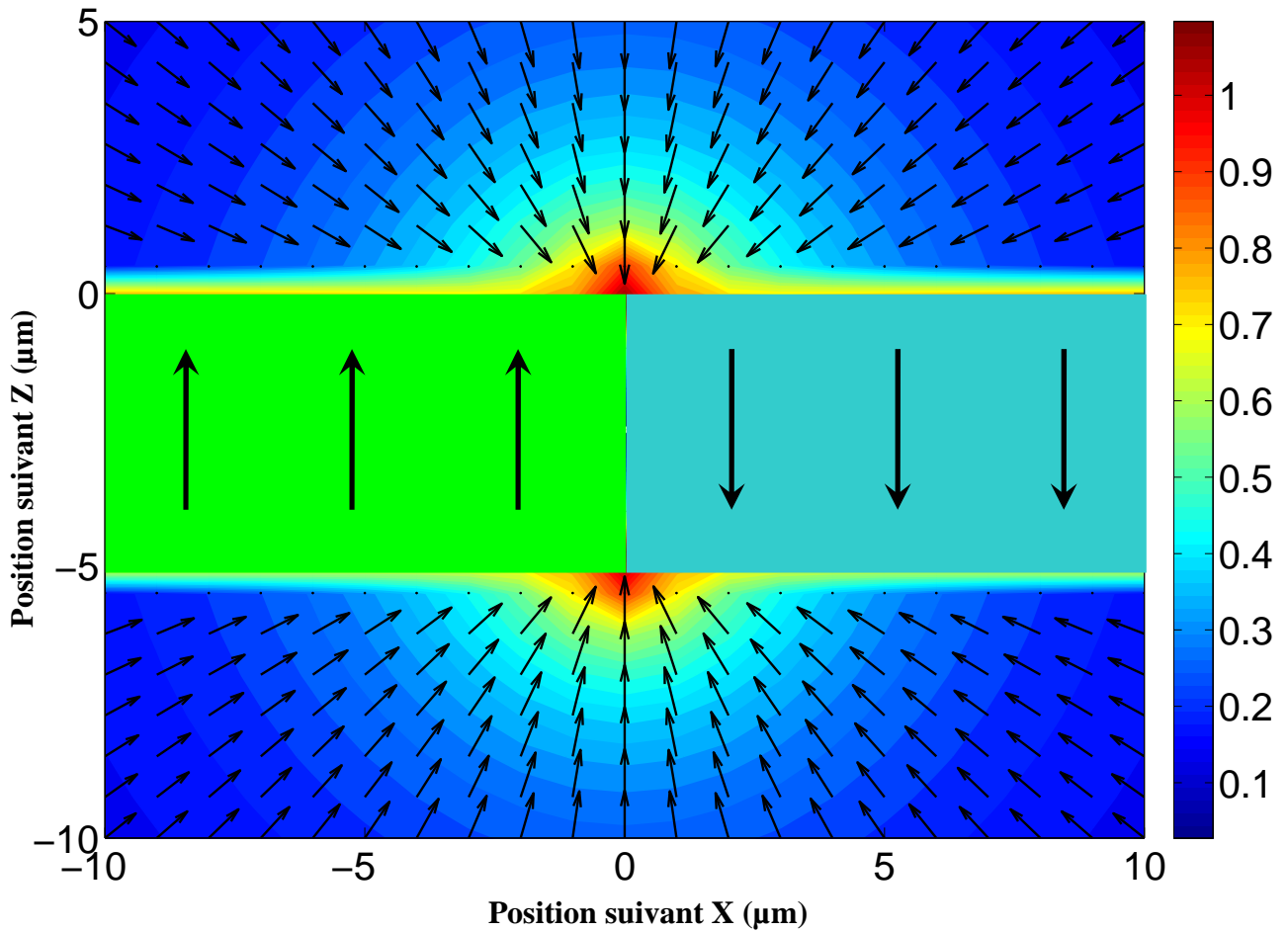


Fig. 2.28 : Module d'induction B (en T) et vecteurs de la force sur une bille super-paramagnétique à la jonction de deux aimants de $5 \times 100 \mu\text{m}$ ayant une aimantation alternée.

Comme pour la figure précédente, les vecteurs de la force proches du bord des aimants ont été négligés afin d'obtenir une échelle exploitable à l'extérieur (zone d'intérêt). Comme supposé, les forces sont dirigées vers l'intersection des aimants (Fig. 2.28), là où le gradient ainsi que l'induction sont les plus élevés.

Voici la variation de la force suivant z au niveau de la jonction ($x=0$) à une faible distance des aimants ($z < 20 \mu\text{m}$):

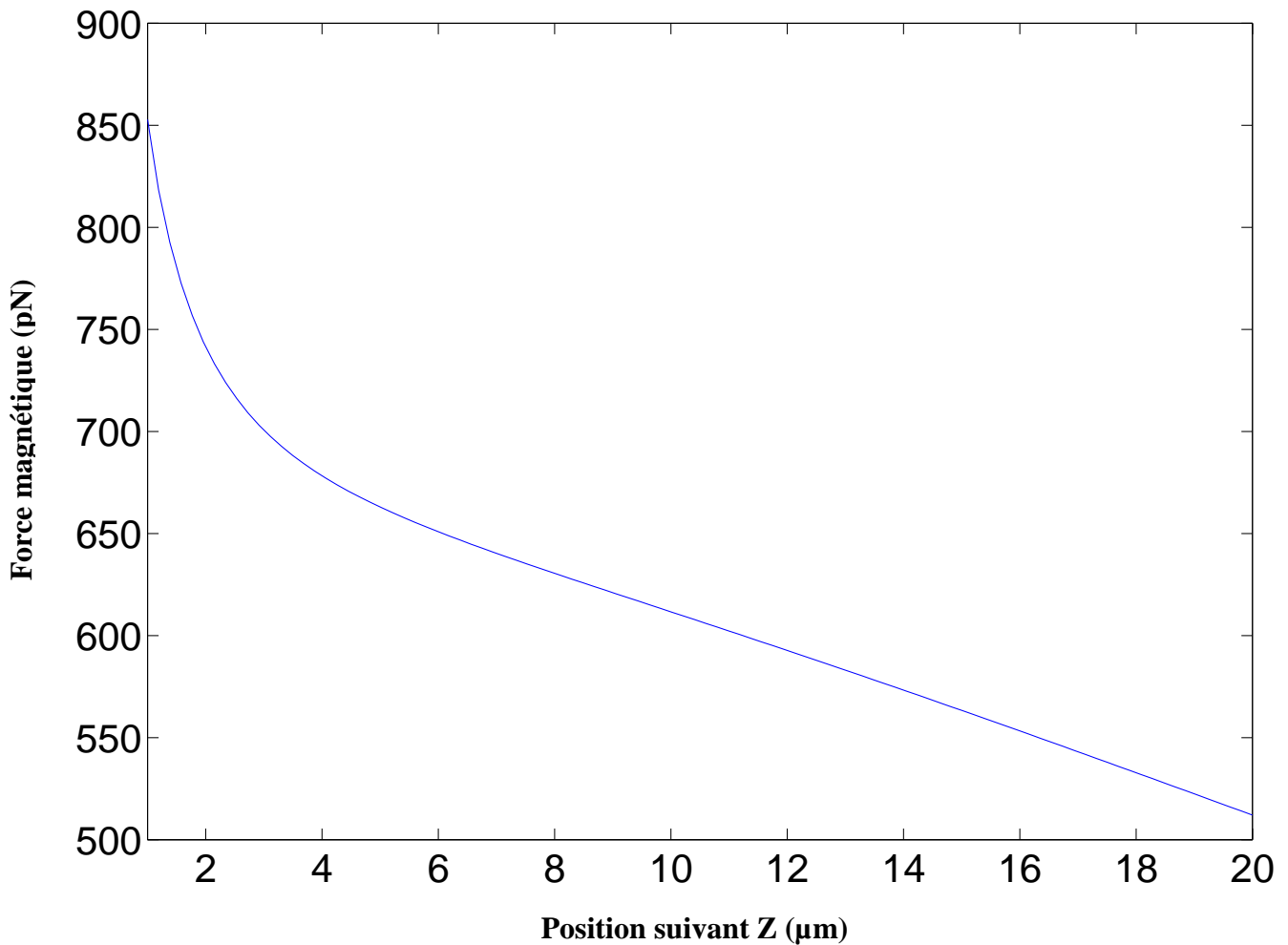


Fig. 2.29 : Variation de la force suivant z à l'intersection des deux aimants ($x=0$) pour une bille superparamagnétique.

La force décroît relativement rapidement les 5 premiers μm puis décroît plus lentement, mais de façon linéaire, pour atteindre une force deux fois plus petite de 1 à 20 μm (Fig. 2.29).

Représentons maintenant la même variation de la force suivant z étendue à la hauteur du canal micro fluide utilisé par le laboratoire Ampère, de 8 à 100 μm au-dessus des aimants, pour $x=0$ (intersection entre les deux aimants).

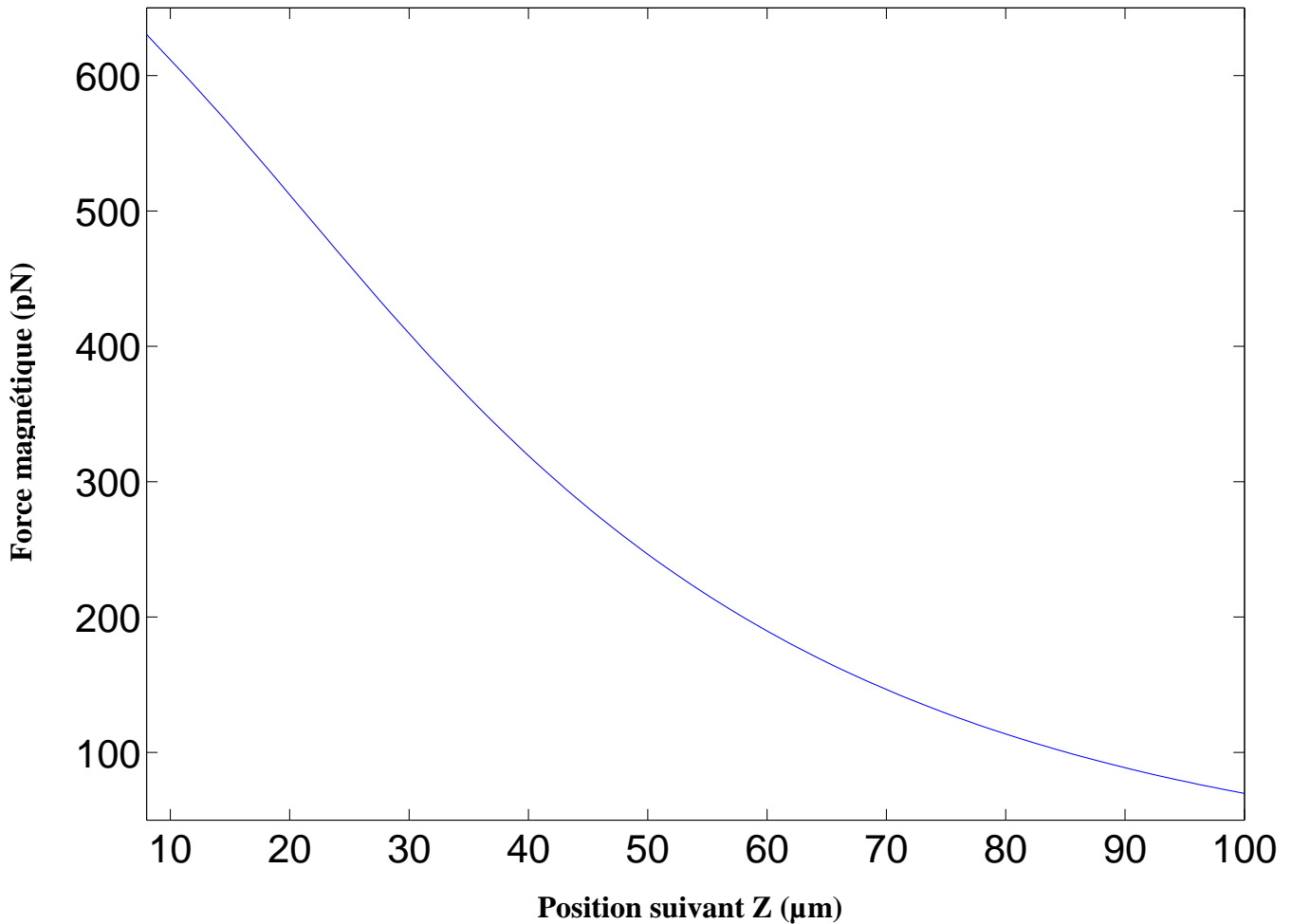


Fig. 2.30 : Variation de la force suivant z sur une bille superparamagnétique, à l'intersection des deux aimants ($x=0$), à une altitude variant de 8 à 100 μm au-dessus des aimants.

Les deux positions à 8 et 100 μm sont des valeurs seuil dues à la présence d'une couche de PDMS de 8 μm au-dessus des aimants et à la hauteur du canal.

Une variation de force est observée. Elle décroît de plus en plus lentement avec une diminution par 2 au bout de 25 μm , par 4 au bout de 55 μm et une décroissance inférieure à 10 % au-delà de 100 μm (Fig. 2.30). La variation de la force décroît moins rapidement que celle de l'induction (et donc du gradient). Ceci est dû notamment au fait que la susceptibilité du matériau augmente quand l'induction diminue (voir la loi de Langevin). En effet, les particules super-paramagnétiques utilisées saturent quand l'induction est trop importante.

Ceci permet de confirmer les premiers résultats obtenus par le laboratoire Ampère sur les particules super-paramagnétiques, parfaitement attirées alors qu'elles sont dans un canal de 8 à 100 μm de haut. En effet, une force très faible suffit pour attirer les billes dans la mesure où le flux liquide est suffisamment lent.

Cependant il reste encore à prendre en compte la vitesse du fluide et donc à déterminer la vitesse maximale pour que toutes les particules soient attirées en fonction de la longueur des aimants. Pour cela, il est nécessaire de réaliser des calculs dynamiques.

5-4-2 Billes diamagnétiques et paramagnétiques :

Maintenant que les billes super-paramagnétiques ont été étudiées, analysons ce qui se passe avec des billes diamagnétiques et des billes paramagnétiques. Les forces et les tendances de ce type d'objets en interaction avec les aimants ont été étudiées. Pour cela, comme pour la force super paramagnétique, la variation de la force en fonction de z à l'intersection des deux aimants a été tracée (fig 2.31).

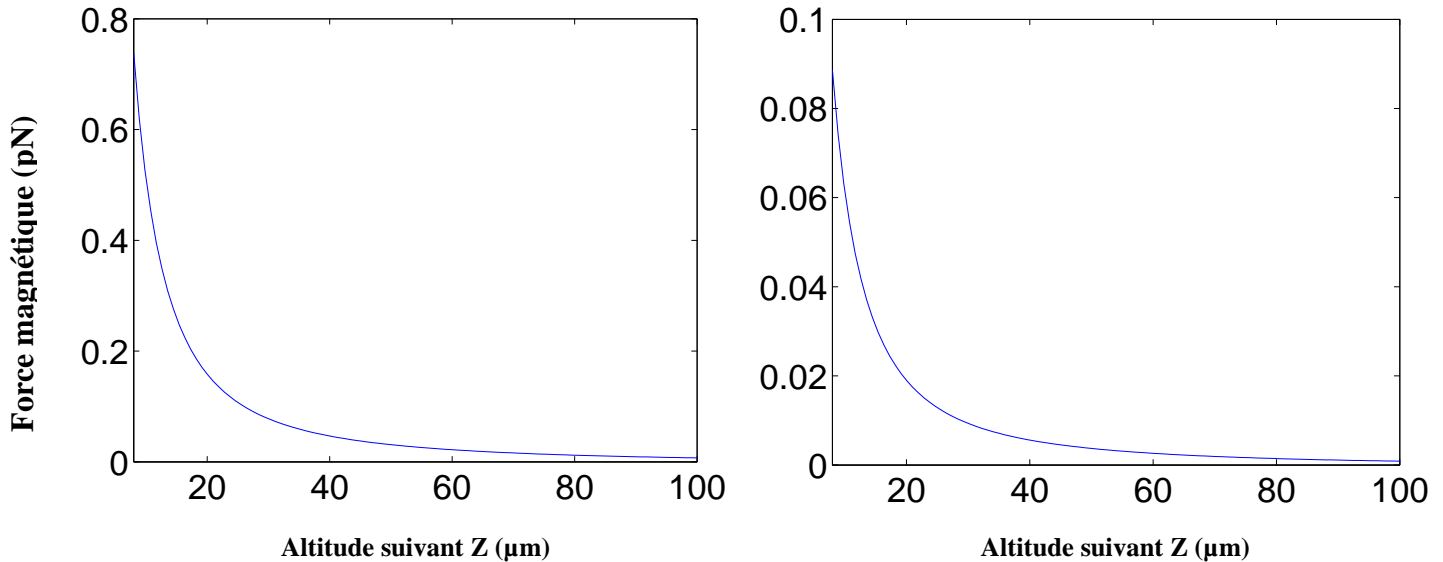


Fig. 2.31 : Variation de la force en fonction de l'altitude z , sur une bille paramagnétique (à gauche) et pour une bille diamagnétique (à droite), à l'intersection des deux aimants.

Pour rappel, la susceptibilité d'un matériau paramagnétique est de l'ordre de $10^{-4} < \chi < 10^{-3}$ alors que celle d'un matériau diamagnétique est de l'ordre de $\chi = -10^{-5}$ (eau). Les billes paramagnétiques sont attirées par les aimants et les forces sont donc dirigées vers le bas alors que la force s'exerçant sur une bille diamagnétique est une force de répulsion dirigée vers le haut. Pour comparer les deux courbes plus facilement, c'est leurs modules qui ont été tracés afin qu'elles soient toutes deux positives.

On remarque tout d'abord que les deux courbes sont de même forme, mais diffèrent de celle de la force sur une bille super-paramagnétique. Ceci est dû au fait que le champ d'une bille super-paramagnétique sature quand elle est traversée par une induction magnétique, même faible (Loi de Langevin), ce qui n'est pas le cas pour des billes diamagnétiques ou paramagnétiques. Ceci explique également qu'elles aient la même forme de courbe vu que seule la valeur de la susceptibilité diffère, valeur étant, dans ces deux cas, une simple constante.

Il serait intéressant de tracer simultanément les courbes des variations de la force pour les trois types de billes. Les valeurs obtenues pour ces courbes n'ont cependant pas le même ordre de grandeur. Il est donc nécessaire de les tracer en logarithme décimal afin de pouvoir les représenter ensemble.

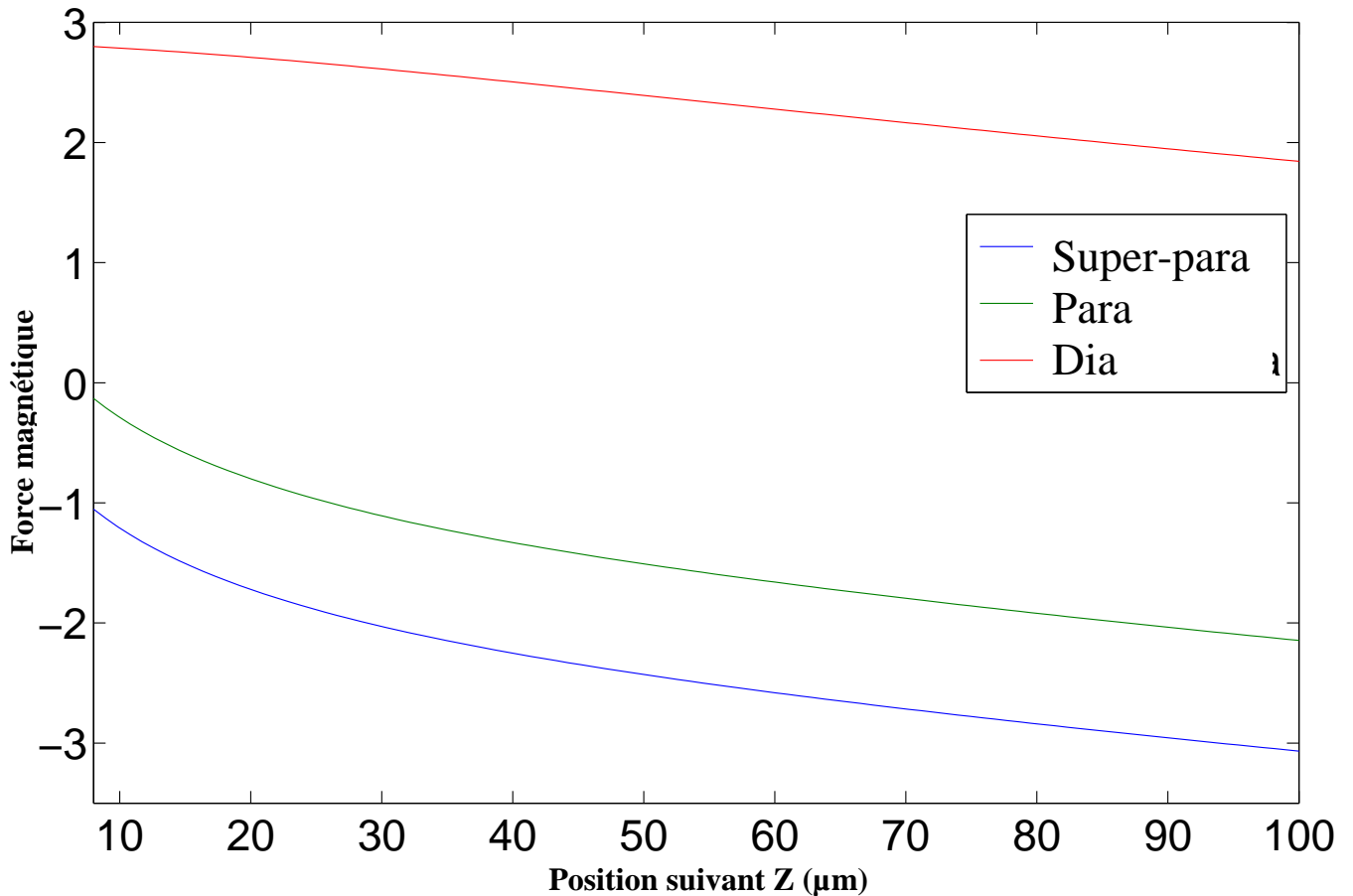


Fig. 2.32 : Variation de la force (en logarithme), pour une bille diamagnétique, paramagnétique et super-paramagnétique. *Dia*, *Para* et *Super para*.

L'intérêt de cette représentation n'est pas l'observation (Fig. 2.32) des valeurs elles-mêmes, mais les différences d'allure des valeurs de chaque courbe. Une faible différence est d'allure constatée entre une bille paramagnétique et une bille diamagnétique. La courbe étant tracée en logarithme décimal, cela signifie qu'en réalité, un rapport 10 est observé entre les deux courbes et par conséquent, entre les deux forces. De même, la comparaison de la variation de la force pour une bille super-paramagnétique et pour une bille paramagnétique met en évidence une différence de l'ordre de 3, soit en réalité, un rapport de 10^3 . On voit aussi, clairement, l'effet de la saturation des billes superparamagnétique. En se rapprochant de l'aimant, la force s'infléchit au lieu d'augmenter significativement. . Pour conclure, une force plus de 1000 fois supérieure est observable sur une micro bille super-paramagnétique par rapport à une bille paramagnétique et d'autant plus avec une bille diamagnétique (sachant qu'une bille paramagnétique est attirée par les aimants alors qu'une bille diamagnétique est repoussée)

6- Dimensionnement des aimants couplés aux électrodes pour la lévitation :

6-1 Contexte :

L'objectif de cette partie est le dimensionnement d'un système permettant de confiner ou de déplacer une goutte d'eau dans l'air ou une particule diamagnétique dans un milieu paramagnétique (ou moins diamagnétique). Les gouttes et particules étant en lévitation, les forces nécessaires à leurs déplacements sont faibles. Une technique bien appropriée dans ce cas est la diélectrophorèse. Se reporter au chapitre I : Etat de l'art pour les différentes techniques de déplacement ainsi que les raisons du choix de la diélectrophorèse.

Concernant l'explication du choix de la configuration et de la forme des électrodes (visible dans la partie 6.3), se reporter à la partie 2- Fabrication des électrodes en ITO du chapitre III.

6-2 Quelques simulations :

Tout d'abord, il faut savoir que pour réaliser un canal magnétique, deux aimants séparés par un gap suffisamment profond sont nécessaires. Voici, sur la figure ci-dessous, une vue en coupe des aimants réalisés sur un wafer de silicium (Fig. 2.33).

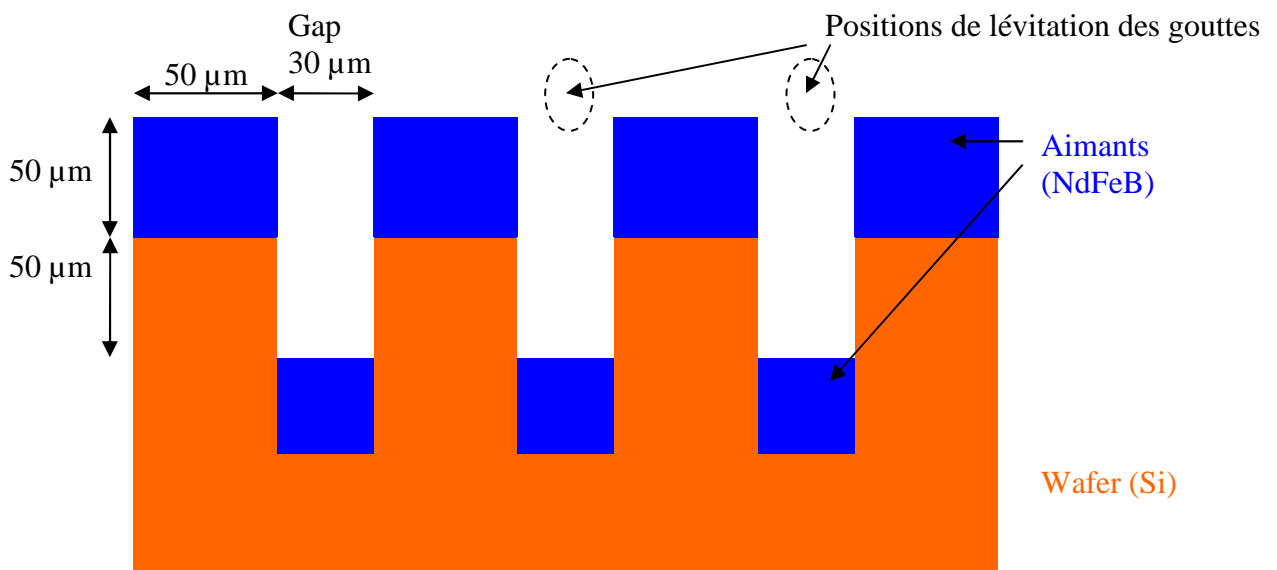


Fig. 2.33 : Vue en coupe d'un réseau d'aimants.

Au-dessus du wafer, un réseau d'aimants séparé par un gap est observable. Cependant, dû au procédé de fabrication (voir partie 2- Fabrication des aimants NdFeB par PVD du chapitre IV), du NdFeB (Néodyme Fer Bore) est également présent au fond des puits. Quelques simulations seront effectuées à ce propos afin de déterminer l'impact de ces aimants «du fond».

Pour toutes les simulations, sauf avis contraire, une épaisseur de 50 μm pour les aimants sera utilisée sans prendre en compte les aimants au fond des puits (exception : partie 6-2-4 Influence des aimants du fond :)

Les simulations vont être réalisées à l'aide du logiciel MacMMems, module semi-analytique de CADES, logiciel développé par le laboratoire G2elab, afin d'effectuer des calculs sur les énergies magnétiques. L'ajout d'équations à ce logiciel est cependant possible de manière à obtenir les données souhaitées. Lors des simulations, les forces subies par les gouttes ainsi que le poids de la goutte seront par exemple calculés afin de les comparer et d'en déduire la hauteur de lévitation. Ceci sera évoqué dans la partie ci-dessous.

6-2-1 Largeur du gap :

Le but ici est de trouver un gap idéal pour les gouttes. D'après la technique utilisée, les gouttes générées par des buses de 30 μm ont un diamètre de l'ordre de 40 μm . Ainsi, ce diamètre sera retenu pour les gouttes.

Le système simulé est simplement constitué de deux «rails» d'aimants de 50 μm d'épaisseur, séparés par un gap variable (Fig. 2.34). Le but est de chercher la valeur optimale du gap.

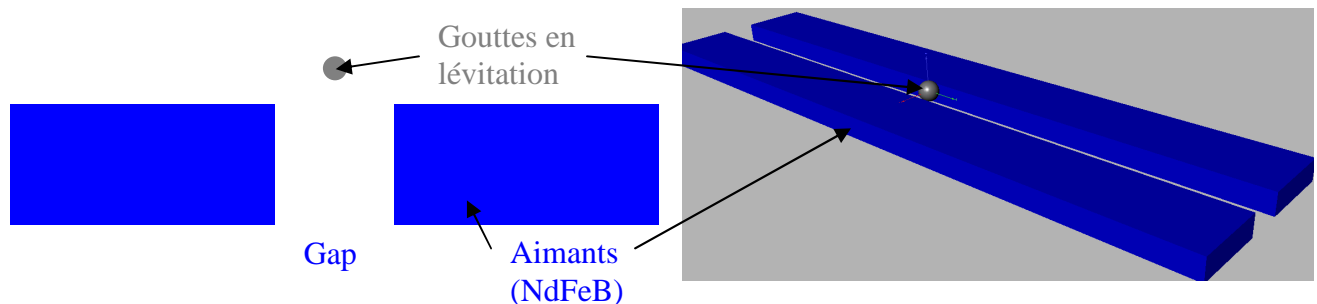


Fig. 2.34 : Vue en coupe (à gauche) et en 3D (à droite) des «rails» d'aimants simulés.

Pour cela, MacMMems compare la force magnétique verticale appliquée à la goutte au poids de celle-ci sur différentes valeurs de gap. Ceci est fait au centre du puits magnétique lieu où la goutte sera en lévitation stable (voir 6-2-2 Stabilité de la goutte :).

Voici la courbe obtenue, représentant la hauteur de lévitation au-dessus de la surface supérieure des aimants, en fonction de la largeur du gap (Fig. 2.35)

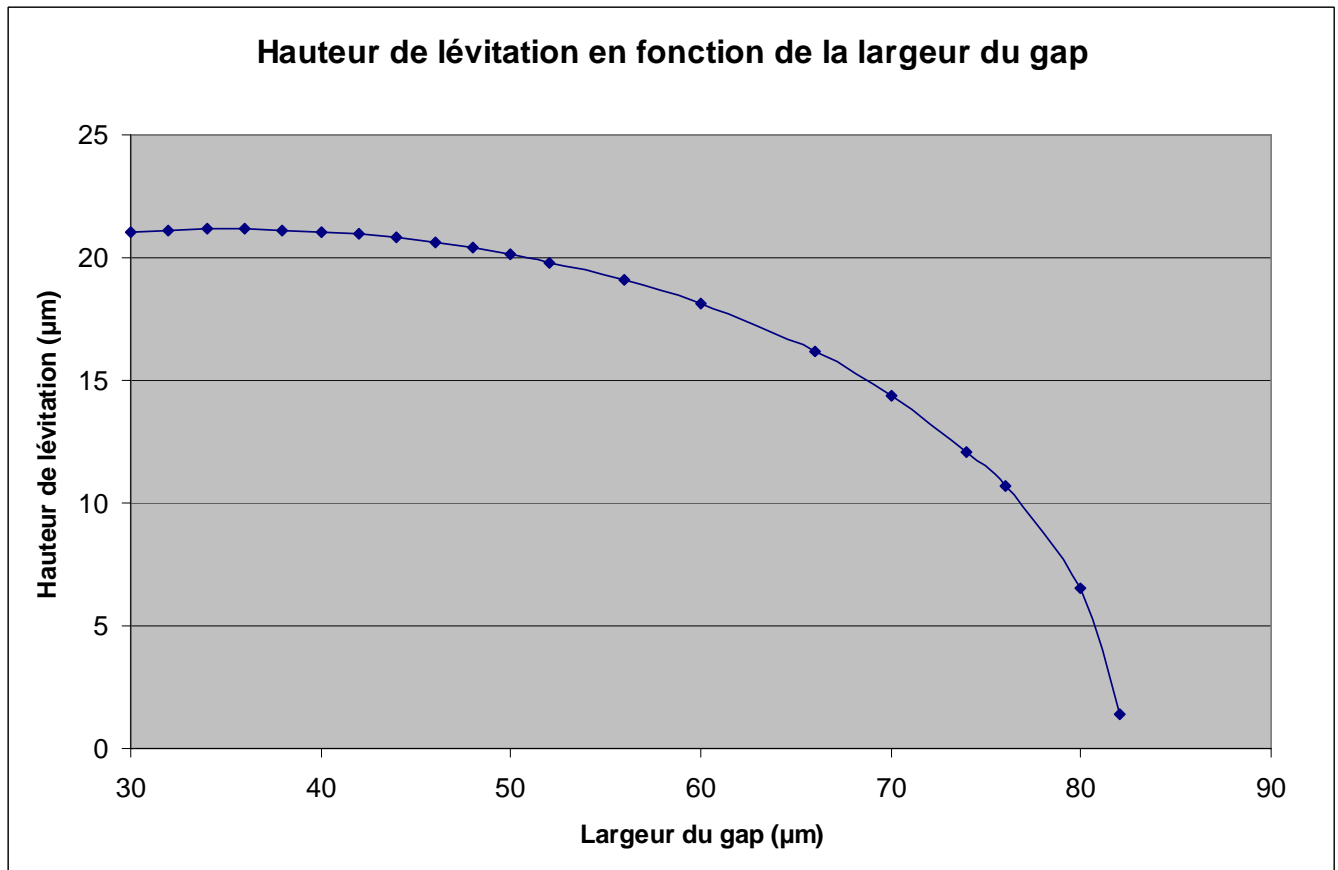


Fig. 2.35 : Hauteur de lévitation d'une goutte d'eau en fonction de la largeur du gap.

La valeur du gap donnant la hauteur de lévitation la plus haute (21 μm) est juste en dessous du diamètre de la goutte (~35 μm). Cependant, il faut prendre en compte le fait que la goutte n'est pas placée quasi-stationnement au point de lévitation, mais tombe en ce point avec une vitesse non nulle. L'amortissement de la goutte doit alors être considéré. Pour que celui-ci ait lieu, le gap ne doit pas être plus petit que la goutte car, lors de l'amortissement de la chute de la goutte, elle risquerait de toucher l'aimant. Par conséquent, il faudra réaliser un gap légèrement supérieur à la taille de la goutte que l'on souhaite faire léviter.

6-2-2 Stabilité de la goutte :

Pour qu'il puisse y avoir une lévitation, il faut qu'il y ait avant tout une stabilité. En effet, en considérant deux aimants, les deux pôles positifs ou négatifs en regard l'un de l'autre, ceux-ci vont se repousser avec une certaine force non négligeable. Pourquoi alors ne pas utiliser ce principe physique performant pour faire léviter un des deux aimants ? En effet, les deux aimants tenus se repoussent parfaitement mais libres, l'un des deux va se retourner et se coller à l'autre, pôle nord face au pôle sud du second aimant.

Tout ceci pour démontrer que des forces de répulsion ne suffisent pas pour obtenir une lévitation et qu'il est nécessaire d'avoir également une stabilité. Le comportement de la goutte en lévitation va être présenté dans le paragraphe suivant.

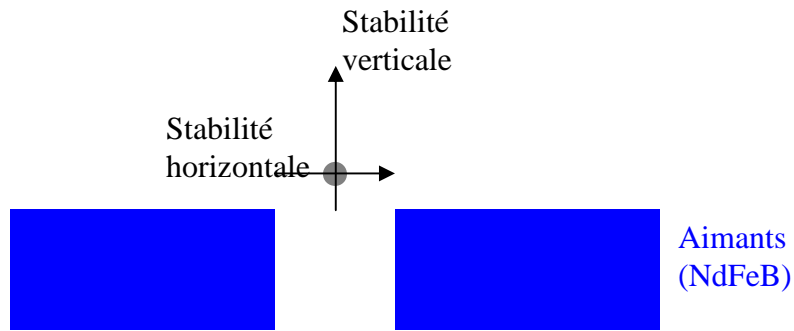


Fig. 2.36 : Vue en coupe explicitant la nécessité de la stabilité.

Stabilité horizontale :

Pour qu'il y ait une stabilité horizontale, il faut que les forces tendent à ramener la goutte au centre du puits magnétique. Pour cela, l'évolution de la force va être calculée sur toute la largeur du puits (Fig. 2.37). Les constantes sont une goutte de $40\ \mu\text{m}$, un gap de $40\ \mu\text{m}$, une largeur d'aimant de $200\ \mu\text{m}$ et une hauteur de lévitation de $21\ \mu\text{m}$.

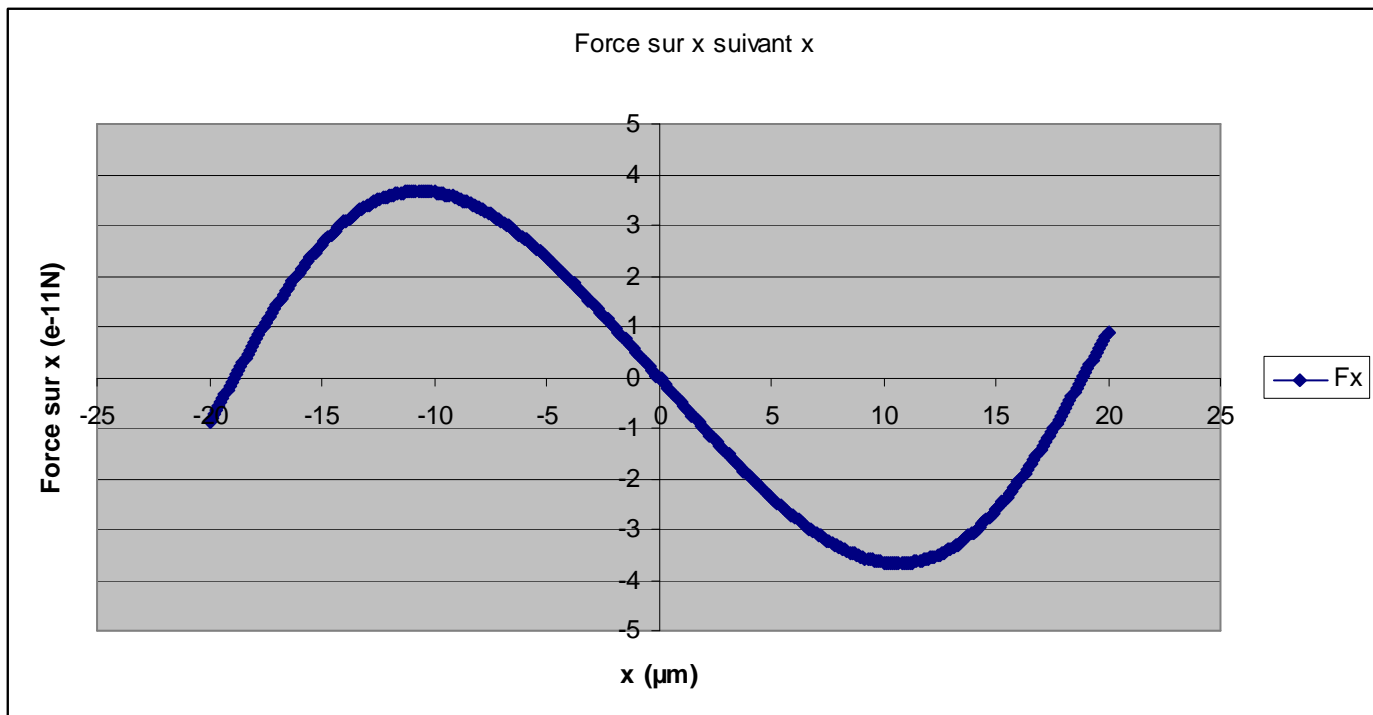


Fig. 2.37 : Courbe représentant la force horizontale de rappel en fonction de la position horizontale de la goutte, à sa hauteur de lévitation.

D'après la figure ci-dessus, la force s'inverse au centre du gap ($x=0$). Ainsi, la force à gauche du centre est positive donc dirigée vers la droite, et celle à droite du centre est négative dirigée vers la gauche. Ceci permet d'obtenir une stabilité car si la goutte se décale légèrement vers la

gauche, la force la ramènera vers la droite et inversement. Ce phénomène est nommé force de rappel.

Cependant on remarque qu'au-delà de d'un écart de $10\ \mu\text{m}$, la force de rappel diminue, puis s'annule et change de sens au-delà de $18\ \mu\text{m}$. Ce qui signifie qu'une goutte s'écartant de plus que $10\ \mu\text{m}$ de la position centrale d'équilibre sera instable. On observe donc un régime instable entre 10 et $18\ \mu\text{m}$, avec éjection de la goutte au-delà de $18\ \mu\text{m}$.

Il apparaît aussi que plus la largeur du gap est faible, plus la taille de la zone stable est faible. De plus, la différence entre la force positive et la force négative diminue avec le gap. De ces deux faits, plus le gap sera faible et plus la stabilité sera amoindrie.

Stabilité verticale :

La stabilité verticale dépend essentiellement de deux paramètres : le poids de la goutte et la force verticale permettant de contrecarrer ce poids et de la faire léviter. Dans le but de vérifier cette stabilité, la force selon z est tracée en fonction de l'altitude au-dessus des aimants, et comparée au poids (Fig. 2.38).

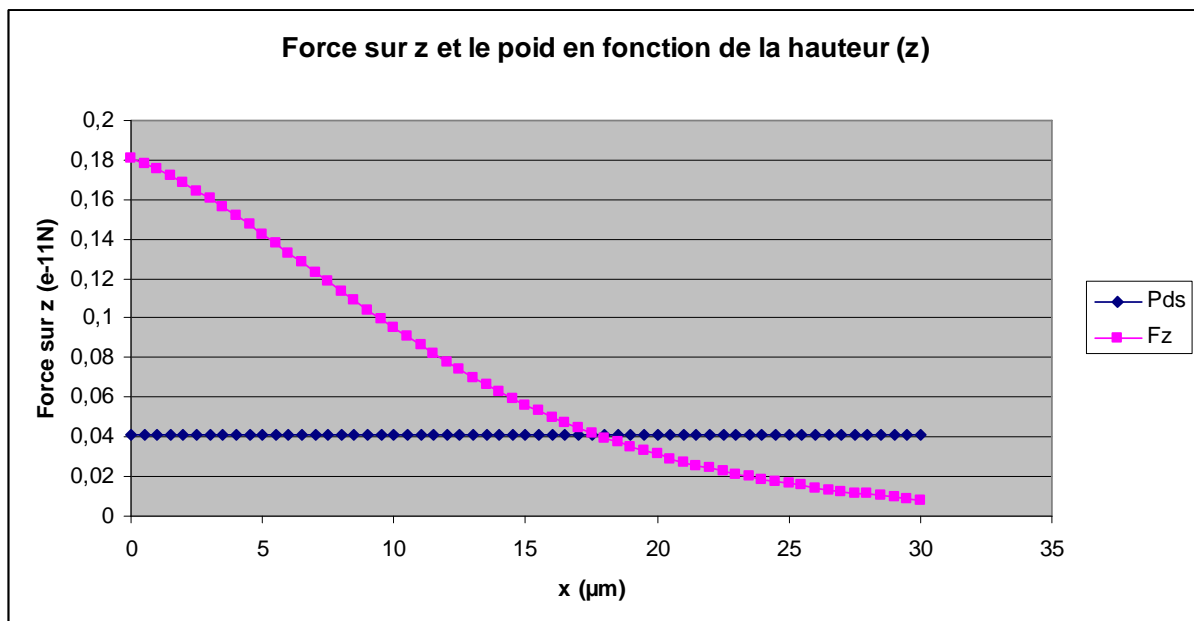


Fig. 2.38 : Courbe représentant la force verticale (z) et le poids de la goutte en fonction de la hauteur au-dessus des aimants.

Les dimensions sont toutes de $40\ \mu\text{m}$: largeur des aimants, épaisseur et gap. C'est pour cela que, dans cette configuration, la hauteur de lévitation qui apparaît est plus faible que précédemment ($18\ \mu\text{m}$ au lieu de 21).

Les deux courbes se coupent vers $18\ \mu\text{m}$. Si la goutte descend légèrement, la force sur z aura tendance à la remonter au croisement des deux courbes alors que si elle remonte légèrement, c'est son poids qui l'y redescendra. Il s'agit donc bien d'une stabilité verticale.

6-2-3 Réseau d'aimants :

Cette partie porte sur l'influence d'un réseau de micro-aimants sur la lévitation en s'intéressant à la différence de hauteur de lévitation, d'abord avec seulement deux aimants espacés d'un gap, puis et avec un réseau d'aimants identiques espacés du même gap (Fig. 2.39). Les dimensions utilisées ici pour les aimants sont de $200\ \mu\text{m}$ de largeur, $50\ \mu\text{m}$ d'épaisseur avec une longueur (profondeur hors plan sur nos figures) supposée infinie. Le gap entre les aimants est de $40\ \mu\text{m}$.

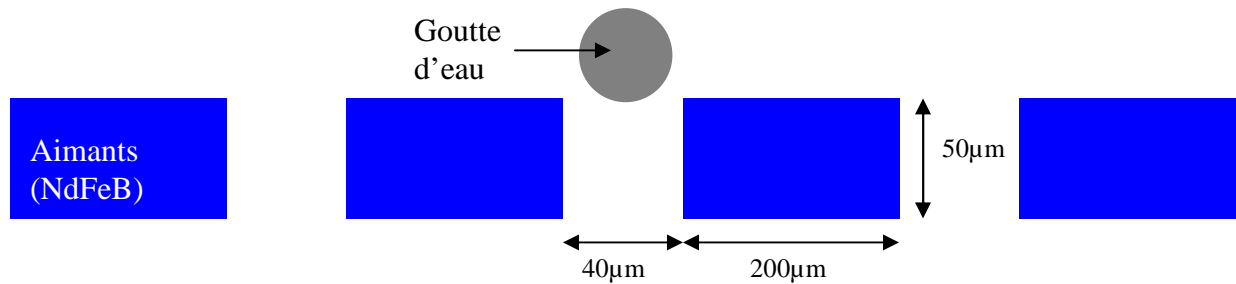


Fig. 2.39 : Réseau de micro-aimants en coupe, avec goutte d'eau en lévitation.

La hauteur de lévitation a été tracée en fonction du nombre d'aimants (Fig. 2.40). Ceux-ci, pour des raisons de symétrie, seront toujours ajoutés par deux, un de chaque côté.

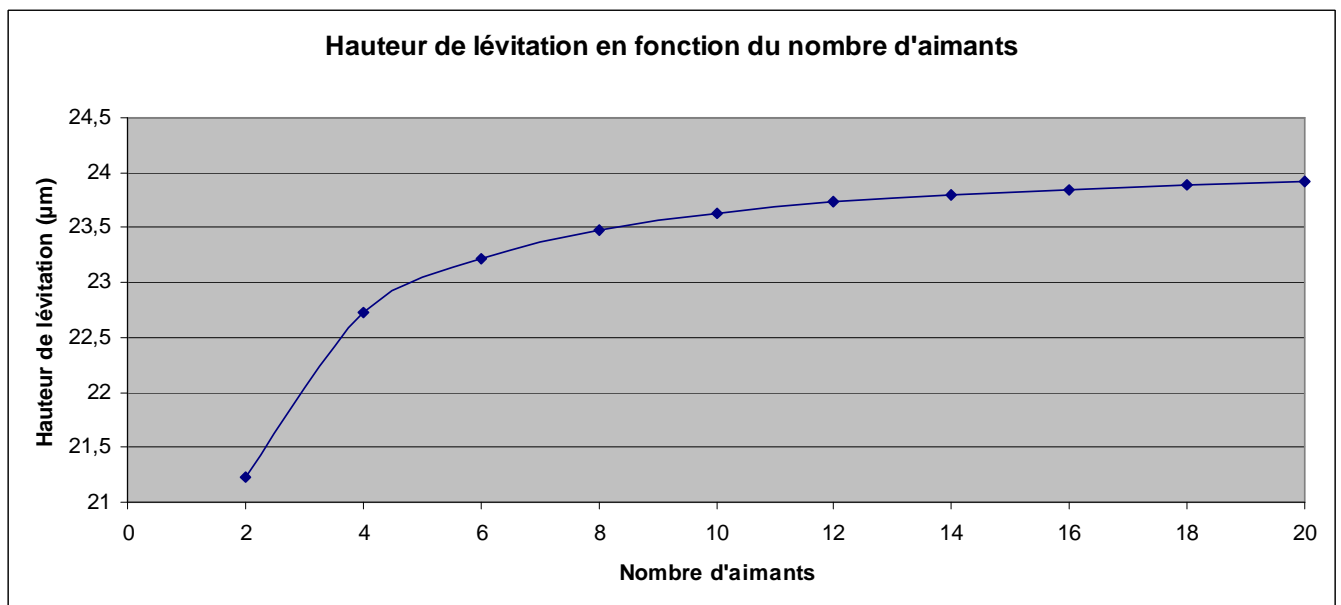


Fig. 2.40 : Hauteur de lévitation d'une goutte de $40\ \mu\text{m}$ en fonction du nombre d'aimants dans le réseau.

L'ajout d'aimants dans le réseau permet d'accroître sensiblement la hauteur de lévitation, notamment l'ajout de 2 à 6 aimants, qui permet de gagner $2\ \mu\text{m}$. Cependant, ce gain est seulement de l'ordre de 10%. Au-delà, le gain en hauteur, déjà faible, devient négligeable. Malgré cela, ce gain, bien que faible, reste positif donc ne dégrade pas la lévitation, au contraire, ce qui n'était pas un résultat forcément attendu.

6-2-4 Influence des aimants du fond :

La totalité des simulations et des calculs réalisés jusqu'à maintenant, a été effectuée sans prendre en compte les aimants situés dans le fond des puits magnétiques. Ceux-ci ont été, de fait, placés le plus loin possible des aimants de surface afin de ne pas avoir à les prendre en compte. Seuls les aimants de surface étant souhaités. Comme on le verra cela est réalisé par une gravure profonde du silicium, gravure préalable au dépôt des aimants. Théoriquement, le plus profond le mieux mais cela a un coût. Pour réduire ce coût il est intéressant de regarder l'effet de ces aimants 'non voulus' s'ils sont trop prêts. Suivant leur position, il serait intéressant d'étudier s'ils n'auraient pas un effet parfois positif. Bien qu'ils soient initialement à une profondeur importante, ces aimants ont probablement un effet - même minime sur les forces globales du système permettant la lévitation. Afin de quantifier cet effet, quelques calculs de forces ont été réalisés sans et avec les aimants au fond des puits, à différentes profondeurs (Fig. 2.41).

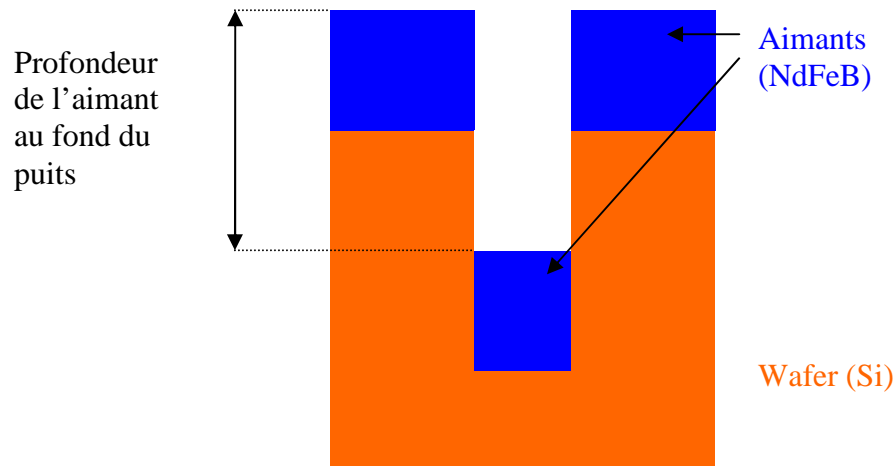


Fig. 2.41 : Vue en coupe du système simulé avec une variation de la profondeur du puits.

Pour ces calculs (Fig. 2.42), un réseau d'aimants de $50\ \mu\text{m}$ de largeur et d'épaisseur, et d'une longueur infinie, est utilisé. Le champ est mesuré à une distance de $5\ \mu\text{m}$ de la surface des aimants du haut. Le 0 en x correspond au centre du gap.

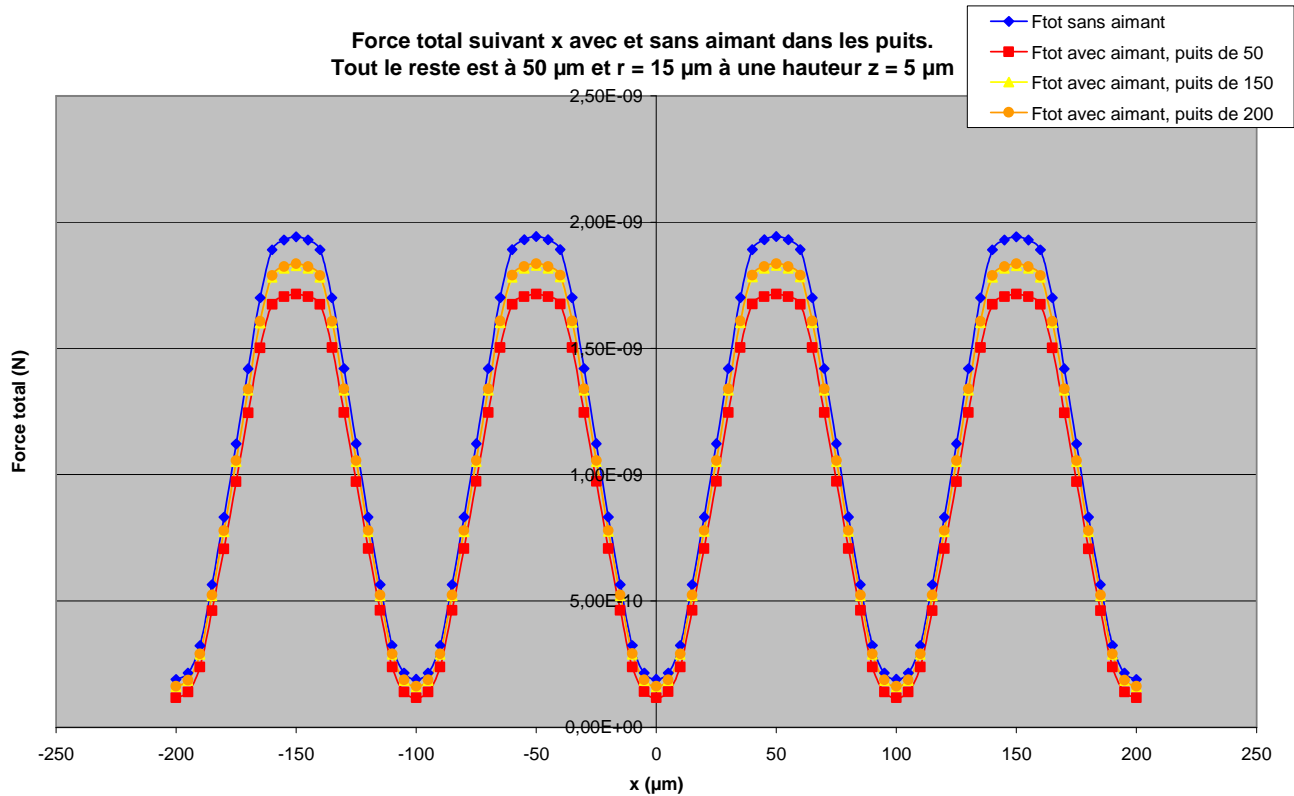


Fig. 2.42 : Force en fonction de la largeur x et suivant la profondeur des aimants.

Comme constaté sur ce graphique, il y a effectivement une variation de la force selon la présence ou non des aimants dans les puits. Le plus intéressant est encore de regarder l'erreur faite lors des calculs sans ces aimants par rapport aux calculs effectués en présence des aimants (Fig. 2.43) ; ceci dans un but de déterminer la profondeur idéale car rappelons que lors de la fabrication des aimants, ceux situés dans les puits sont inévitables. Il va de soi qu'il faut creuser suffisamment sans pour autant creuser inutilement. Aucun effet positif ne semble constaté par la présence de ces aimants.

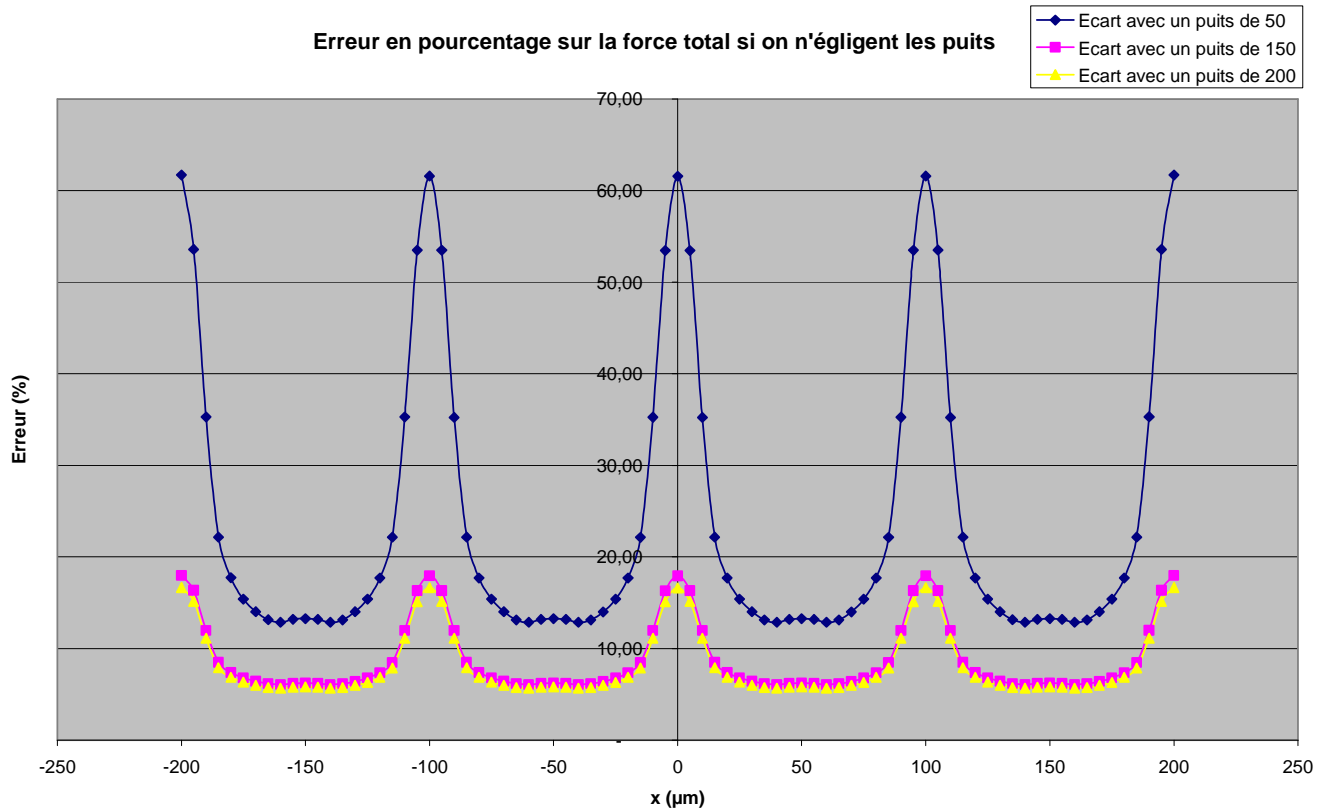


Fig. 2.43 : Influence en % des aimants dans les puits en fonction de leur profondeur.

Sur cette courbe (Fig. 2.43), on remarque que si la profondeur n'est que de 50 μm , les erreurs sur les calculs sont très importantes, notamment au-dessus des gaps, justement là où s'effectue la lévitation. Par contre, si la profondeur devient supérieure à 150 μm , soit trois fois la hauteur des aimants, le gain sur l'erreur de calcul devient négligeable. C'est pour cette raison que lors de la fabrication des aimants, un puits de 150 μm sera utilisé pour des aimants ayant une épaisseur de 50 μm soit une profondeur trois fois supérieure à l'épaisseur des aimants.

6-3 Réalisation du masque :

Le masque présenté ci-dessous est le dernier réalisé. En effet, le premier avait un gap plus petit que la largeur des aimants ce qui rendait impossible la lévitation au-dessus des puits magnétiques (cf. chapitre V, partie 3-3-2 Essais sur les micro-aimants).

La géométrie des aimants a été établie avec un gap de 40 μm , un puits de 150 μm pour que les aimants du fond soient négligeables, ainsi qu'un réseau d'aimants constitué d'au moins 4 rangées d'aimants.

Le masque des électrodes (en gris) avait été dessiné pour un canal droit. Notre puits magnétique sera donc créé en ligne droite et passera au niveau des électrodes (Fig. 2.44).

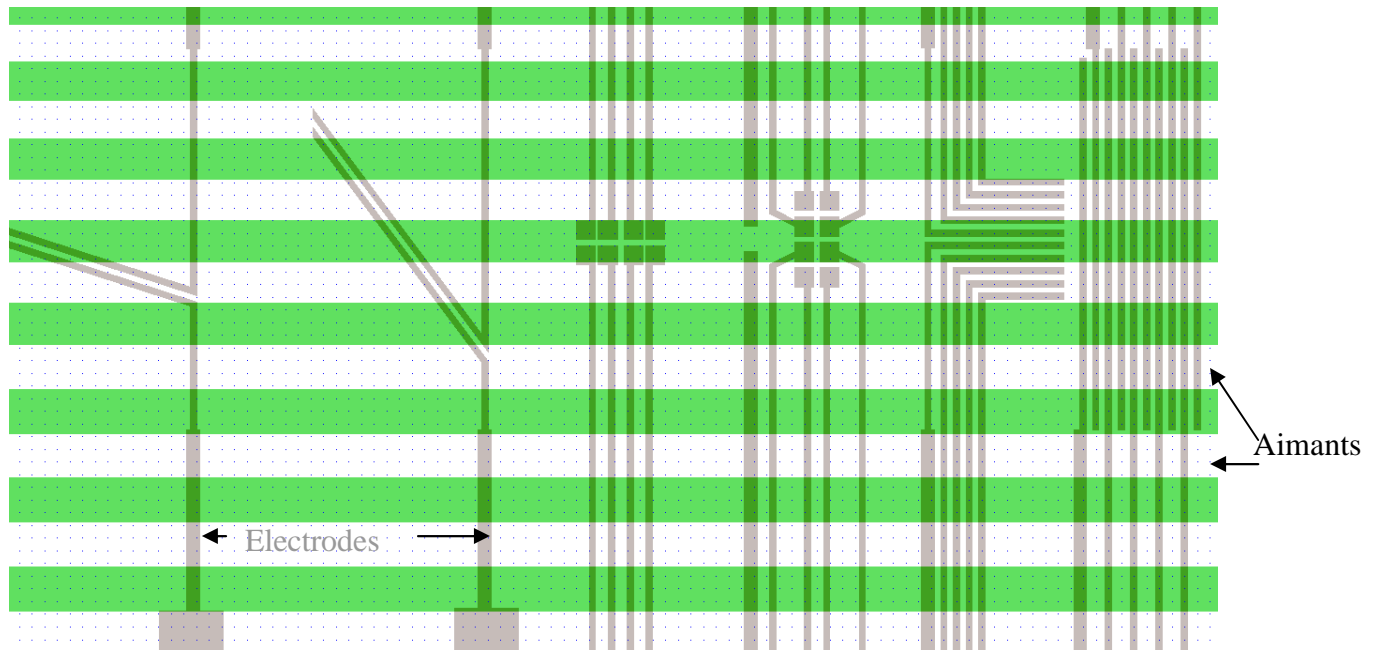


Fig. 2.44 : Masque des électrodes (en gris) et masque des aimants, dont le vert correspond aux gaps entre les aimants qui eux, sont en blanc

Sur la Fig. 2.44, deux couleurs sont observables : le gris correspondant aux électrodes et le vert correspondant aux puits magnétiques soit aux gaps. Ainsi, les gouttes léviteront à l'emplacement du canal en vert. Les aimants sont en blanc.

Cette figure montre plusieurs choses :

La première est qu'il y a plusieurs gaps donc un réseau d'aimants. Ici seuls 8 gaps sont visibles mais en réalité il y en a une trentaine. Les gaps et la largeur des aimants sont de taille identique.

La seconde est que les gaps ne sont pas tous de la même taille. Des gaps de tailles différentes ont été réalisés afin de pallier entre autre aux erreurs de calcul, pas toujours en parfaite corrélation avec la réalité. Plusieurs gaps pourront être testés sous les électrodes. Les gaps et la largeur des aimants sont de taille identique. Les gaps, et donc la largeur des aimants, ont une taille de 30 à 70 μm . Le gap représenté avec les électrodes en son centre fait 65 μm de large.

Conception du masque :

Pour dessiner le masque des aimants, le logiciel de conception et de dessin Clewin a été employé (Fig. 2.45).

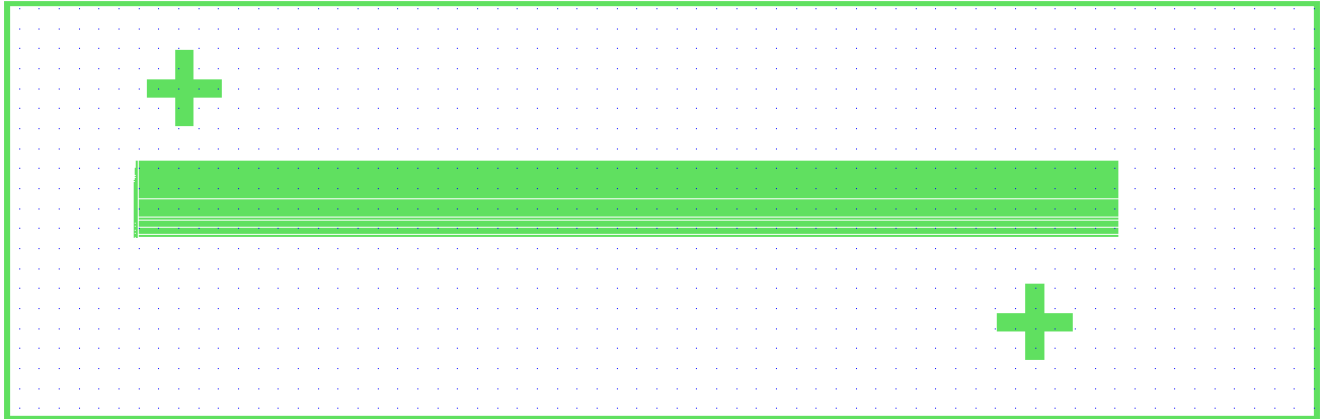


Fig. 2.45 : masque global d'une puce d'aimants compatible avec les électrodes

Deux petites croix (Fig. 2.45) permettent de réaliser l'alignement des aimants avec le canal déposé sur la plaque de verre contenant les électrodes, lors de l'assemblage final. De plus, sur la gauche (Fig. 2.46) un chiffre a été ajouté en face de chaque puits magnétique, correspondant à la largeur du gap. Pour rappel, la largeur de l'aimant est identique au gap. Ce gap a une taille variant de 30 à 70 μm .



Fig. 2.46 : Partie du masque d'une puce d'aimants zoomé sur l'indication de la largeur du gap

NB : Une différence de largeur entre le bord des aimants et la zone centrale (lieu de présence des électrodes) avait été prévue sur le premier jeu de masque des aimants. Ceci permettait, en théorie, d'obtenir une légère force vers le centre des aimants donc en direction des électrodes. Cependant, ceci n'a pas été conservé pour la seconde version du masque dû à la faible résolution au niveau du dépôt d'aimants (de l'ordre de quelques microns).

Conclusion :

Dans une première partie, un bref rappel général sur le magnétisme puis détaillant les différents matériaux magnétiques existants et leurs utilités a été effectué. Les forces magnétiques et leur amélioration pour des particules diamagnétiques et paramagnétiques ont été évoquées.

Dans la seconde partie, la simulation de réseaux de micro-aimants a permis d'analyser l'évolution de l'induction et de son gradient (donc proportionnel à la force) en fonction de la géométrie et de l'échelle des aimants.

Un aimant, quelle que soit sa taille, produit un champ magnétique dont la topologie dépendra uniquement de son rapport de forme et pas de son échelle. Ceci a pour conséquence d'avoir des gradients de champ plus importants à petite échelle. Or la force magnétique dépend principalement de l'induction et de son gradient. Donc si on peut augmenter le gradient en diminuant la taille des aimants, on augmente d'autant la force magnétique.

Divers réseaux de micro-aimants ont été simulés avec variation des dimensions et des échelles. La variation d'échelle confirme que l'induction est homothétiquement invariante. Ceci conduit à une augmentation des gradients, donc des forces, inversement proportionnelle à la taille.

Des différences au niveau de la force magnétique pour différents types de billes ont été observées. En effet, les billes de type superparamagnétique subissent des forces importantes, même à une distance «raisonnable» de l'aimant (environ deux fois la hauteur de l'aimant), tandis que les billes diamagnétiques et paramagnétiques subissent des forces bien plus faibles. Par contre, les billes paramagnétiques et super-paramagnétiques subissent une force d'attraction, dirigée vers l'aimant, alors que les billes diamagnétiques subissent une force opposée, de répulsion.

Finalement, des simulations ont été réalisées afin d'optimiser la compatibilité du réseau d'aimants avec les électrodes que ce soit pour des particules diamagnétiques ou super-paramagnétiques. Ceci a permis de définir le masque pour la fabrication des aimants.

Chapitre III : Fabrication des prototypes : Micro-aimant, Electrodes, Micro-canaux

1- Système complet :	77
2- Fabrication des aimants NdFeB par PVD :	78
2-1 Différents types d'aimants existants :.....	78
2-2 Procédé de fabrication par gravure profonde puis pulvérisation :.....	79
2-2-1 <i>Gravure profonde</i> :.....	79
2-2-2 <i>Dépôt d'aimants par pulvérisation cathodique (PVD)</i> :.....	82
2-3 Autre méthode : Obtention d'aimants par TMP :.....	83
2-4 Exemple de réseaux d'aimants réalisés :.....	84
3- Fabrication des électrodes en ITO :	87
3-1 Configurations possibles des électrodes :.....	87
3-1-1 <i>électrodes sous les aimants</i> :.....	87
3-1-2 <i>Electrodes sur les aimants</i> :.....	88
3-1-3 <i>Electrodes en face des aimants</i> :.....	89
3-1-4 <i>Les aimants utilisés comme électrodes</i> :.....	89
3-2 Pourquoi de l'ITO :.....	90
3-3 Fabrication des électrodes :.....	91
3-4 Le masque final :.....	93
4- Les micro-canaux en PDMS :	95
4-1 Qu'est ce que le PDMS :.....	95
4-2 Réalisation du moule pour les microcanaux :.....	95
4-2-1 <i>Quelques techniques de réalisation de moule</i> :.....	95
4-2-2 <i>Réalisation par film sec</i> :.....	97
4-3 Obtention de fines couches de PDMS sur les micro-aimants :.....	98
4-3-1 <i>Tests avec tournette sur des structures d'une profondeur supérieure à 90 µm</i> :...	98
4-3-2 <i>Tests sous pression sur aimant</i> :.....	99
4-3-3 <i>Tests sous pression de moulage sur verre</i> :.....	101
4-3-4 <i>Conclusion sur la planarisation avec obtention de couche fine</i> :.....	101
4-4 Tests de collage :.....	101
4-4-1 <i>Différents essais</i> :.....	101
4-4-2 <i>Collage par plasma d'oxygène</i> :.....	102
4-5 Dépôts de couches fines PDMS sur PDMS :.....	103
4-5-1 <i>Essais d'épaisseur par dépôt avec une tournette</i> :.....	103
5- Assemblage :	105
5-1 Assemblage des différents éléments :.....	105
5-2 Circuit microfluidique et contrôle en débit :.....	106
5-2-1 <i>Pousse seringue et contrôleur en pression</i> :.....	106
5-2-2 <i>Liaison entre le canal microfluidique et le tube extérieur</i> :.....	107
5-3 Alimentation des électrodes :.....	107
5-3-1 <i>L'amplificateur par AOP</i> :.....	107
5-3-2 <i>Le système d'alimentation des électrodes complet</i> :.....	109
5-4 Support de plaques :.....	110
5-5 Système complet avec les différents appareils :.....	111
6- Premiers essais, sans aimants et sans flux	113
6-1 Billes super-paramagnétiques :.....	113
6-2 Billes diamagnétiques :.....	116
6-3 Vérification par le calcul :.....	116

7- Diélectrophorèse en flux sans aimant :	118
7-1 Billes super-paramagnétiques :	118
7-2 Billes diamagnétiques :	118
8- Diélectrophorèse combinée aux micro-aimants avec flux :	120
Conclusion :	121

1- Système complet :

Dans cette première partie, voyons rapidement les différentes parties de notre système (Fig. 3.1) ainsi que chacune de leurs fonctions :

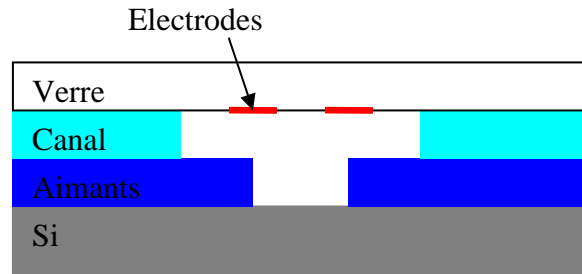


Fig. 3.1 : Les différentes parties de notre système complet.

Le substrat :

Ici notre substrat sera du silicium. Sa facilité d'utilisation dans une salle blanche pour la fabrication de notre micro-système explique ce choix. Voir la partie suivante pour plus de détails.

Les micro-aimants :

Les micro-aimants sont la base de notre système. En effet ce sont grâce à eux que la lévitation va être possible. Nous verrons par la suite qu'ils nous serviront également pour attirer des billes paramagnétiques. Ils seront détaillés dans la partie suivante.

Le canal micro-fluidique :

Ce canal va permettre de guider le milieu contenant nos microbilles. Il permettra ainsi de s'assurer que notre milieu vienne bien là où on le souhaite. Il sera réalisé en PDMS. Voir partie 4 pour l'explication de ce choix comment il est fabriqué.

Les électrodes :

Les électrodes sont placées sur une plaque de verre. Ce sont elles qui vont permettre de réaliser la diélectrophorèse et ainsi déplacer nos microbilles. Voir la partie 3 pour connaître le choix de leur forme, leur position ainsi que la technique de fabrication.

2- Fabrication des aimants NdFeB par PVD :

Dans cette partie, nous commencerons par exposer rapidement les différents types d'aimants qui existent. Puis nous développerons la technique principale qui a été utilisée pour fabriquer nos micro-aimants. Nous décrirons également une autre méthode plus adaptée à l'attraction de microparticules avec laquelle j'ai également travaillé pendant ma thèse, mais qui ne constitue pas la source principale des aimants utilisés lors des essais. Nous terminerons par quelques exemples réalisés.

2-1 Différents types d'aimants existants :

Nous allons, pour nos applications microtechnologiques, utiliser principalement du Néodyme-Fer-Bore. Mais il existe d'autres matériaux que nos partenaires peuvent déposer dans des conditions similaires, en particulier le Samarium-Cobalt et le Fer-Platine. Pour une présentation générale du magnétisme et des matériaux reportez-vous au Chapitre II 2 sur les différentes classifications des matériaux magnétiques.

Les matériaux ferromagnétiques durs dit « aimants » les plus répandus sont : Le Néodyme fer bore (NdFeB), le Samarium cobalt (SmCo), les ferrites et l'Aluminium Nickel Cobalt (AlNiCo). Cette liste n'est cependant pas exhaustive car il existe d'autres matériaux moins répandus.

Voici un comparatif de ces matériaux :

Matériaux	Br en Tesla	Hc en kA/m	T° max en °C	T° de Curie en °C
Ferrites	0,47	300	200	460
AlNiCo	1,1	51	500	750
SmCo	1	1400	300	750
NdFeB	1,5	1900	180	310

Br est le champ rémanent après aimantation.

Hc correspond à l'excitation coercitive permettant une désaimantation complète de l'aimant. En clair, plus cette valeur est importante, plus l'aimant supportera un champ extérieur important sans perdre sa qualité d'aimant : il ne se désaimantera donc pas.

T° max est la température maximum pour laquelle l'aimant fonctionnera parfaitement, même après que la température soit redescendue.

T° de Cury et la température maximale avant désaimantation définitive. Cependant une fois refroidi, l'aimant peut à nouveau être de nouveau magnétisé.

Voyons maintenant les avantages et les inconvénients de chacun :

Ferrites

- + Les plus répandus, très faible coût, bonne tenue en température
- Faible rémanence magnétique. Ils sont peu chers mais il en faut beaucoup (poids) pour produire l'effet recherché.

Aluminium Nickel Cobalt (AlNiCo)

- + Faible coût, haute tenue en température

- Désaimantation par un champ externe faible

Samarium Cobalt (SmCo)

- + Bonne rémanence, bonne tenue en température
- Température limitée à 300°, fragiles, coût élevé

Néodyme Fer Bore (NdFeB)

- + Les plus rémanents
- Température limitée à 180°, fragiles, coût élevé

C'est principalement pour son champ rémanent élevé que l'Institut Néel qui réalise le dépôt des aimants a choisi le NdFeB. Le coût du matériau, en microtechnologies, s'effaçant devant les coûts technologiques globaux, de par la faible quantité de matériau déposée. De plus ces aimants présentent un champ coercitif supérieur à leur champ rémanent ($\mu_0 \cdot 1900 \text{ kA/m} = 2,5 \text{ T}$). Cela signifie que l'on peut placer deux aimants de NdFeB à côté l'un de l'autre en opposition sans qu'ils ne se désaimantent entre eux. Cependant l'Institut Néel travaille également avec le SmCo. En effet, pour les microsystèmes les aimants ne sont pas massiques mais déposés par PVD. Dans ce cas le SmCo a pour avantage d'avoir, une fois déposé, une surface très plane contrairement au NdFeB qui présente une rugosité de l'ordre du μm .

2-2 Procédé de fabrication par gravure profonde puis pulvérisation :

Pour réaliser les aimants, nous utilisons des techniques de salle blanche. En effet, nous avons besoin de réaliser des motifs ou puits de l'ordre de 40 μm de large et de 150 μm de profondeur.

Le principe utilisé va être le dépôt par pulvérisation cathodique (Sputtering, PVD). Comme l'usinage ou le gravage de la surface des aimants Néodyme Fer Bore est assez complexe, nous allons, plutôt que de graver une couche continue de NdFeB, réaliser préalablement des motifs profonds par gravure profonde, puis faire le dépôt sur toute la surface du wafer. Ainsi le NdFeB, en se déposant partout, le sera sur les parties supérieures que nous utiliserons, les dépôts au bas des motifs étant supposés suffisamment éloignés pour pouvoir être négligés. (Voir chapitre II 6-2-4 Influence des aimants du fond).

Il y aura donc deux grandes étapes. La première va être de réaliser la gravure profonde pour préparer les motifs sur le wafer destinés à recevoir la couche d'aimants. La seconde sera le dépôt de ladite couche de NdFeB. La première étape sera réalisée par nos soins à la salle blanche PTA/CIME Nanotech sur Minatec. La seconde sera déposée par l'Institut Néel dont les recherches sont à l'origine de ces couches épaisses d'aimants.

2-2-1 Gravure profonde :

Pour réaliser la gravure profonde, de l'ordre de 150 μm , en micro système, plusieurs étapes sont nécessaires. Voici, ci-dessous, les différentes étapes en détail (Fig. 3.2).

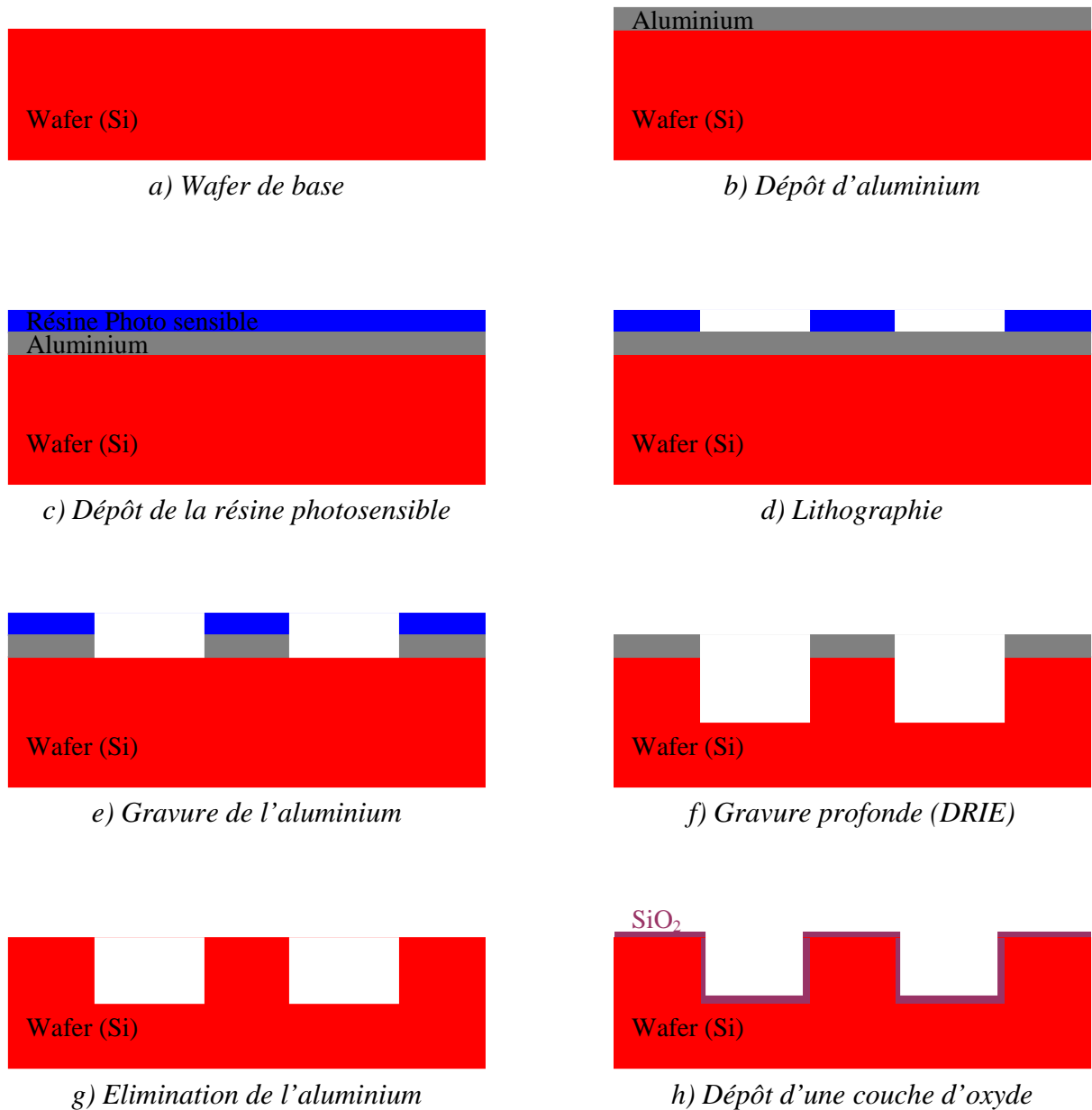


Fig. 3.2 : Les différentes étapes pour réaliser les motifs en gravure profonde et préparer le wafer à recevoir une couche d'aimants.

Nous travaillons avec des wafers de 4 pouces soit de 100 mm de diamètre.

Etape b)

Il faut tout d'abord expliquer la raison de l'utilisation de l'aluminium, à première vue non indispensable. Lors de la gravure profonde, pour laquelle nous allons creuser des motifs de $150\ \mu\text{m}$, la résine risque aussi d'être détériorée, notamment sur les bords. On obtiendrait alors des motifs sensiblement déformés. De plus, une meilleure sélectivité est obtenue en utilisant l'aluminium. En effet, lors de la gravure profonde, la DRIE creuse les matériaux à des vitesses différentes. Or il se trouve qu'elle grave moins vite l'aluminium que la résine.

Maintenant pour faire un dépôt d'aluminium, nous allons utiliser une machine PVD (Physical Vapor deposition).

Etape c)

Cette étape consiste à déposer une couche de résine photosensible. Pour cela, ce que l'on appelle couramment une tournette est utilisée. Il s'agit d'une petite machine faisant simplement tourner le wafer pour étaler les liquides qui y sont déposés. Quelques gouttes d'un produit que l'on appelle le promoteur va d'abord être appliqué sur le wafer permettant ainsi d'obtenir une meilleure accroche de la résine. Une fois l'application réalisée, le wafer est mis en rotation de manière à bien répartir le promoteur. Puis ces étapes sont répétées à l'identique avec la résine. La résine utilisée ici est de l'AZ1512, car elle permet d'obtenir une couche de l'ordre de 1,2 μm ce qui sera suffisant pour résister à la gravure de l'aluminium. Puis une fois la couche de résine déposée, un recuit de celle-ci sera effectué à 120°C pendant 2 minutes afin de faire un dégazage des solvants de la résine et par conséquent, un séchage plus rapide.

Etape d)

La lithographie consiste à insoler la résine à travers un masque pour reproduire les motifs de ce masque sur celle-ci. Pour cela, nous utilisons une machine à insoler dans laquelle nous plaçons le masque puis le wafer avec la résine avec les motifs du côté du wafer. Nous faisons un alignement succinct entre les deux, puis nous réglons les paramètres tels que la durée de l'insolation ou la distance entre les deux. Une fois l'insolation terminée, la résine insolée change d'aspect, et ainsi nous pouvons voir les motifs sur le wafer. Cependant, la résine qui n'a pas été insolée est toujours là. Pour l'enlever, nous devons placer le wafer dans un produit nommé le révélateur afin qu'il dissolve la résine non insolée. En effet les UVs ont durci la résine et le produit n'arrive plus à l'enlever. Une fois ceci fait, nous faisons de nouveau un recuit du wafer à 130°C pendant plusieurs minutes afin de bien durcir la résine restante pour une meilleure résistance à la DRIE. On se retrouve donc avec nos motifs sur la résine.

Etape e)

Cette étape va permettre de recopier les motifs de la résine sur la couche d'aluminium. Pour cela, on va simplement passer le wafer dans un bain chimique qui va permettre de dissoudre l'aluminium. On utilisera du ETCH Alu. Ensuite, il suffit d'enlever chimiquement la résine qui reste avec de l'acétone qui est un solvant. On peut également l'enlever avec un plasma d'oxygène qui mange la résine en quelques minutes seulement mais implique donc l'utilisation d'une RIE, ce qui est plus contraignant qu'un simple bain chimique. Le fait d'enlever la résine à cette étape n'est pas une obligation car elle permettrait d'augmenter la résistance du masque dur réalisé avec l'aluminium à l'étape de gravure profonde qui va suivre. Cependant, le passage dans la DRIE peut rendre la résine difficile à enlever, donc nous privilégieront d'éliminer la résine dès cette étape.

Etape f)

Le Si est donc maintenant mis à nu là où nous voulons creuser les motifs. Pour cela, nous allons faire une DRIE qui va tout graver, mais beaucoup plus rapidement le silicium que l'aluminium. C'est ce différentiel de temps de gravure qui va permettre de graver 150 μm dans le Silicium avant que l'aluminium ne soit complètement gravé. La DRIE (Deep Reactive Ion

Etching) permet de réaliser une gravure ionique réactive profonde. En clair, elle permet de creuser profondément dans le wafer avec des flancs droit.

Etape g)

Avant de pouvoir déposer la couche d'aimant, nous allons supprimer celle d'aluminium qui nous a servi de masque. Pour cela, nous allons de nouveau utiliser un bain d'Alu ETCH.

Etape h)

Pour finir la préparation, nous allons rajouter une très fine sous-couche d'oxyde (SiO_2) de l'ordre de 100nm. Ceci permettra au NdFeB de mieux accrocher au wafer lors de son dépôt. Pour ce faire, il existe plusieurs méthodes. La première est de créer une oxydation naturelle du silicium en plaçant le wafer dans un four sous atmosphère oxygénée, qui au lieu de faire rajouter de l'oxyde, transformera le Si de surface en Oxyde. La seconde est de réaliser un dépôt de SiO_2 grâce à une CVD (Chemical Vapour Deposition). L'avantage de l'oxydation est que l'oxyde se retrouve partout, même sur les bords du puits. L'inconvénient est qu'il est un peu plus complexe et contraignant à réaliser. Cependant, on préférera cette méthode.

2-2-2 Dépôt d'aimants par pulvérisation cathodique (PVD) :

Maintenant que nous disposons de motifs creusés sur le wafer, la couche d'aimants peut être déposée uniformément. Nous utiliserons pour cela la pulvérisation cathodique (ou sputtering) épaisse triode. C'est une méthode de dépôt de couche mince qui fait partie des méthodes PVD (Physical Vapour Deposition). Il s'agit d'une technique qui va permettre le dépôt simultané de plusieurs matériaux à partir de la condensation d'une vapeur métallique issue d'une source solide, que l'on appellera la cible, sur un substrat : notre wafer. Les cibles sont des disques faits du matériau que l'on souhaite déposer. L'application d'une différence de potentiel entre la cible et les parois du réacteur au sein d'une atmosphère raréfiée d'Argon va permettre la création d'un plasma froid, composé d'électrons, d'ions argon, de photons et de neutrons dans un état fondamental ou excité. Sous l'effet du champ électrique, les espèces positives du plasma se retrouvent attirées par la cathode (cible) et entrent en collision avec cette dernière. Elles communiquent alors leur quantité de mouvement, provoquant ainsi la pulvérisation des atomes de la cible sous forme de particules neutres qui se condensent sur le substrat. La formation du film s'effectue selon plusieurs mécanismes qui dépendent des forces d'interactions entre le substrat et le film.

La décharge est auto-entretenu par les électrons secondaires émis de la cible. En effet, ceux-ci, lors de collisions inélastiques, transfèrent une partie de leur énergie cinétique en énergie potentielle aux atomes d'argon qui peuvent s'ioniser.

Les conditions de dépôt sont ici une pression de 10^{-3} mbar d'argon avec une tension de 900V. Ceci permet d'obtenir une vitesse de dépôt de 15 μm par heure, ce qui nous permettra de déposer des films de 20 à 50 μm d'épaisseur sur des wafers précédemment gravés au Centre Interuniversitaire de Micro-Electronique (CIME). Les cibles sont composées de NdFeB enrichi en Nd. Toute la difficulté repose dans la rapidité du dépôt, les fortes épaisseurs obtenues et les problèmes qui en résultent, comme les contraintes mécaniques.

Différents procédés de dépôt d'aimants par PVD :

Les dépôts sont réalisés à l'Institut Néel [references] par N. Dempsey, F. Dumas-Bouchiat et D. O'Brien qui ont mis au point deux procédés novateurs. Le premier est réalisé en une seule étape à 650°C. Le second est effectué en deux étapes avec un dépôt à 400°C et un recuit à 750°C pendant 10 minutes. Lors du procédé composé d'une seule étape, la cristallisation se fait en même temps que le dépôt, alors que 'en deux étapes, le NdFeB est déposé amorphe, puis la cristallisation a lieu lors du recuit. Dans les deux cas, les cristaux de Nd₂Fe₁₄B sont orientés hors du plan (perpendiculaires au substrat), comme le montre la Fig. 3.4.A.2. Cette anisotropie cristalline correspond à la direction de facile aimantation.

2-3 Autre méthode : Obtention d'aimants par TMP :

Il existe une autre méthode pour réaliser des aimants à aimantation multipolaire, méthode inventée par, et en cours d'optimisation à l'Institut Néel. Il s'agit tu Thermo-Magneto-Patterning ou TMP. Elle consiste à réaliser une couche continue d'aimants sur un wafer plat, puis à aimanter toute la surface uniformément. Ensuite, on va chauffer localement l'aimant là où l'on veut une aimantation de sens différent, grâce à un laser à travers un masque. Le fait de chauffer va permettre de diminuer localement le champ coercitif de l'aimant le rendant ainsi moins coercitif donc plus sensible à un champ magnétique. On applique alors globalement un second champ magnétique de sens différent tout et en veillant à ce que ce champ soit inférieur au champ coercitif de l'aimant non chauffé de manière à inverser le champ uniquement là où c'est chauffé. Nous nous retrouvons donc avec une surface d'aimants plats aimantée tantôt dans un sens et tantôt dans l'autre sens (Fig. 3.3). On notera que le sens des aimantations peut être quelconque. Il dépend en effet essentiellement du sens du champ magnétique appliqué. Cela est parfaitement exact si la couche aimantée est isotrope ce qui peut être facilement obtenu (matériau amorphe sans recuit). Cela est plus difficile avec le NdFeB lorsque celui-ci est cristallisé puisqu'il présente alors une direction d'aimantation privilégiée hors du plan. D'autres matériaux, lors de la cristallisation acquièrent de même une direction privilégiée lors de l'étape de cristallisation, celle-ci pouvant, être dans le plan ou hors du plan, suivant le matériau considéré.

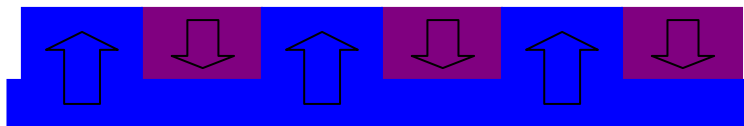


Fig. 3.3 : Aimant multipolaire NdFeB réalisé par inversion laser

Cette méthode possède deux gros avantages. Le premier est de supprimer toutes les étapes technologiques avant le dépôt d'aimants, car la réalisation de motifs n'est plus obligatoire. Le second avantage est qu'il est plus facile de réaliser rapidement des motifs différents, car le laser passe à travers un masque utilisé classiquement dans la lithographie avec cependant une précision de l'ordre du micromètre.

La méthode TMP présente encore, à ce jour, un inconvénient majeur qui empêche son utilisation pour nos applications à la lévitation. En effet, bien que l'Institut ait amélioré ce procédé, ils est aujourd'hui encore limité à une inversion du champ local par échauffement sur des épaisseurs par trop limitées de l'ordre de 1 à 5 µm. Ce qui est très insuffisant pour faire léviter une goutte de 40 µm ou une particule dans un milieu liquide. Cependant, il a été

démontré que cette technique était suffisante pour l'attraction de micro particules superparamagnétique dans un milieu liquide (voir chapitre IV). On espère pouvoir améliorer les épaisseurs obtenues pour l'inversion d'aimantation.

2-4 Exemple de réseaux d'aimants réalisés :

Voici quelques exemples d'aimants réalisés (Fig. 3.4).

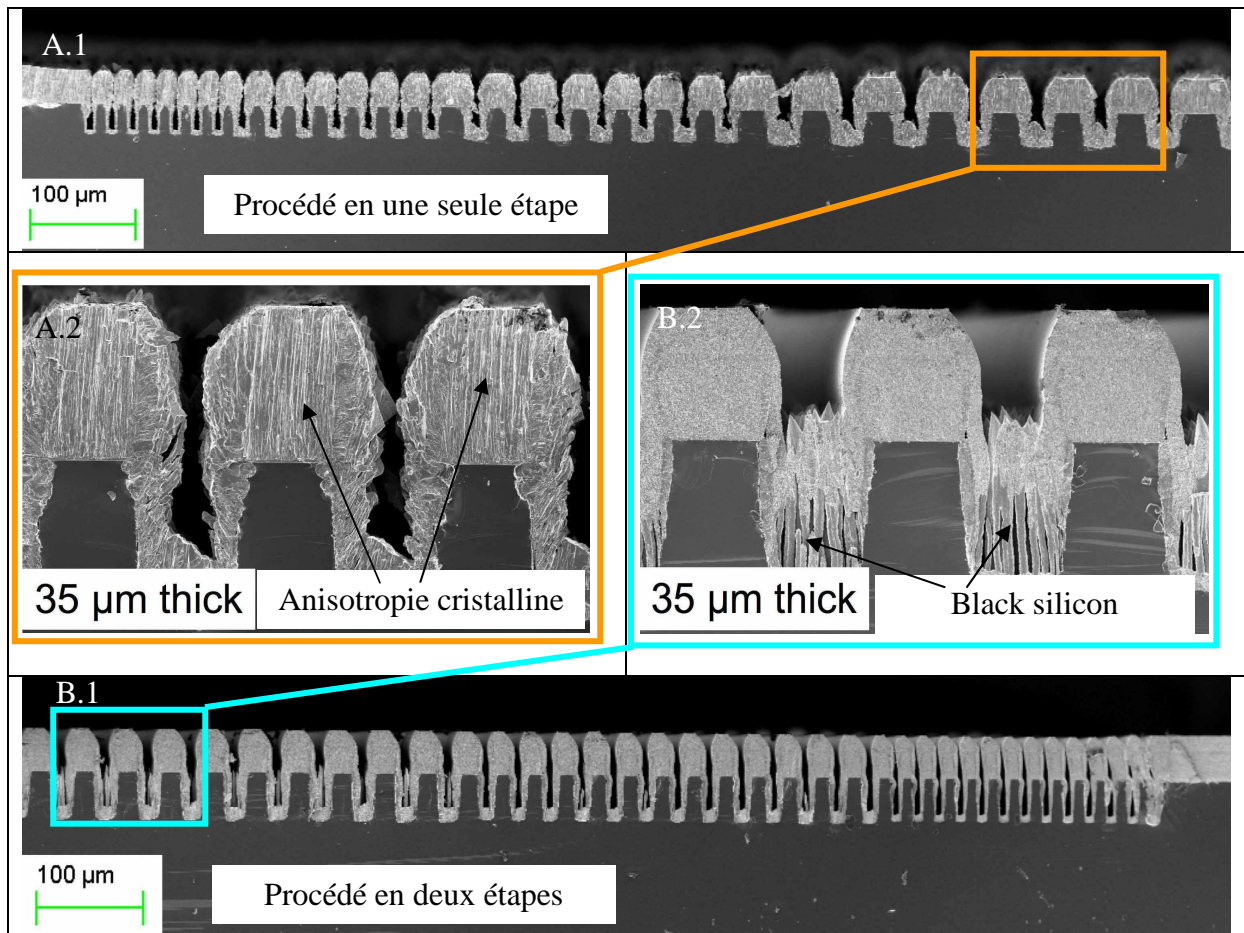


Fig. 3.4 : Photos MEB, vues en coupe de bandes magnétiques de différentes tailles :

A. Procédé "1 étape" : dépôt à chaud à 650°C.

B. Procédé "2 étapes" : dépôt à 400°C puis recuit à 750°C.

On observe ci-dessus la coupe des deux techniques de dépôt d'aimants après gravure profonde. Ces deux procédés engendrent des différences topologiques et magnétiques. Pour ce qui est des différences topologiques, on observe une rugosité accrue des films d'aimants déposés en une seule étape (Fig. 3.4.A, Fig. 3.5.A). Le matériau se cristallisant au fur et à mesure du dépôt, la surface est modifiée en fonction de l'agencement et de la taille des cristaux. *A contrario*, dans un dépôt en deux étapes, le NdFeB est amorphe lors du dépôt, ce qui permet d'avoir une couche moins rugueuse. Lors du recuit, les cristaux se forment, le réagencement se fait avec une certaine souplesse à cause des phénomènes de diffusion, permettant ainsi d'obtenir une surface relativement plate (Fig. 3.4.B et Fig. 3.5.B). Notons que juste en dessous de la température de recuit obtenue à 750°C, un nuage riche en Néodyme dans la couche déposée se forme. Ce dernier passe à l'état liquide, tend à remonter à la surface et peut y constituer de petites ondulations.

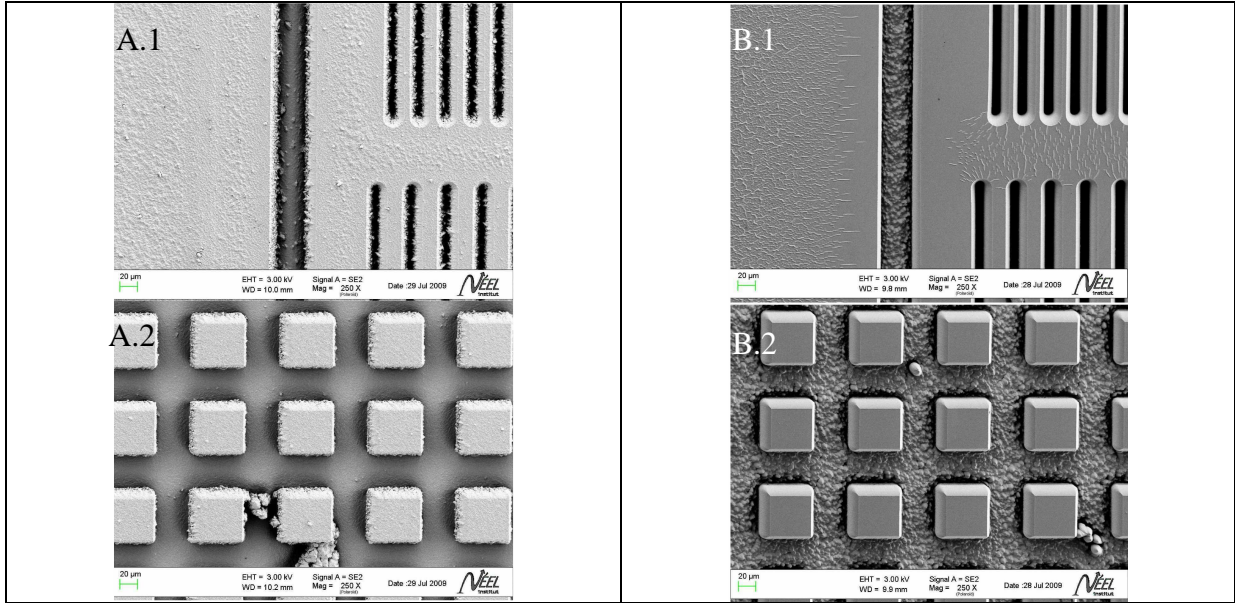


Fig. 3.5 : Photos MEB : réseaux d'aimants déposés vus du dessus
 A. Procédé en une seule étape. B. Procédé en deux étapes

Dans les deux cas, on trouve du black silicon au fond et sur les côtés du puits. Ceci est très gênant, car il sera également aimanté et va donc aussi créer du champ magnétique qui peut, dans certains cas, détériorer significativement la qualité de la lévitation.

D'après les mesures réalisées sur ces aimants, nous nous sommes rendu compte que la coercivité pour les dépôts en deux étapes était plus élevée, ce qui pourrait éventuellement s'expliquer selon l'équipe de l'Institut Néel par la présence de grains plus fins ainsi que la présence aux joints de grains d'une phase riche en néodyme. Nous privilégierons donc le procédé en deux étapes puisqu'il est aussi plus « propre ».

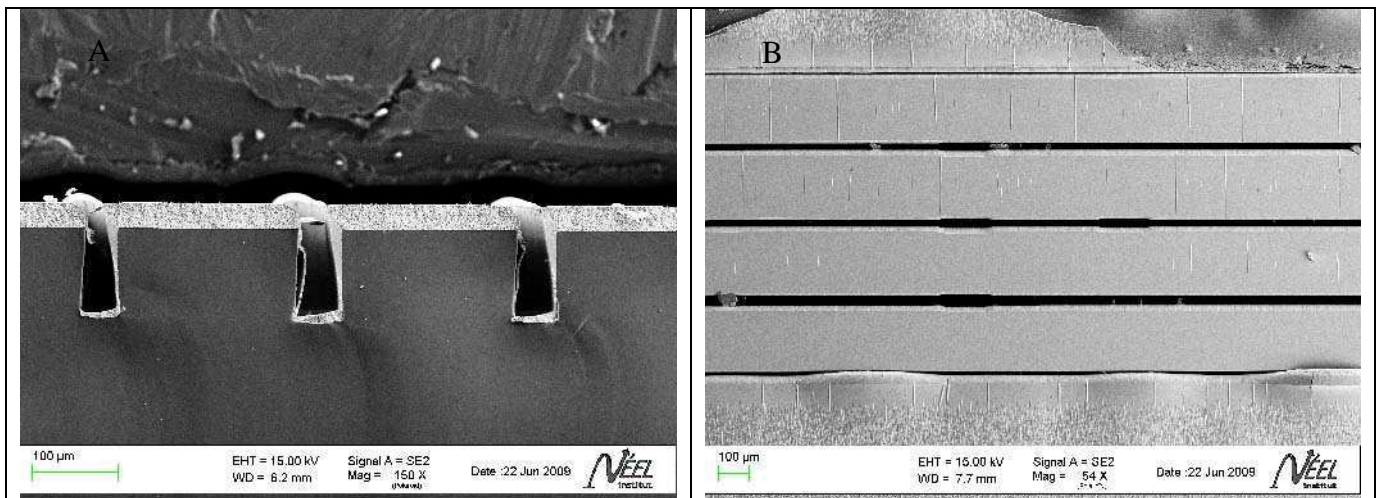


Fig. 3.6 : Photos MEB : Aimants réalisés, compatibles avec les électrodes.
 A. Vue de coupe. B. Vue du dessus.

Nous montrons sur la Fig. 3.6 une vue en coupe et du dessus des aimants que nous avons réalisés pour notre système. Le dépôt d'aimants a été effectué avec le procédé en deux étapes.

Noter que l'on voit les élargissements locaux pour les électrodes comme expliquées dans le chapitre II 6-3 Réalisation du masque, qui proviennent des tous premiers aimants réalisés mais qui ont été supprimé par la suite.

3- Fabrication des électrodes en ITO :

Dans cette partie, le but va être de trouver le bon emplacement des électrodes, nous expliquerons pourquoi nous avons choisi de l'ITO, puis nous expliquerons comment elles sont fabriquées.

3-1 Configurations possibles des électrodes :

Différentes configurations sont possibles :

Le problème est de trouver le moyen de combiner les électrodes avec les aimants. Plusieurs solutions seraient à priori possibles pour leur position par rapport au système de lévitation par micro-aimants.

- sous les aimants,
- sur les aimants,
- en face des aimants,
- les aimants aux mêmes utilisés comme électrodes.

3-1-1 électrodes sous les aimants :

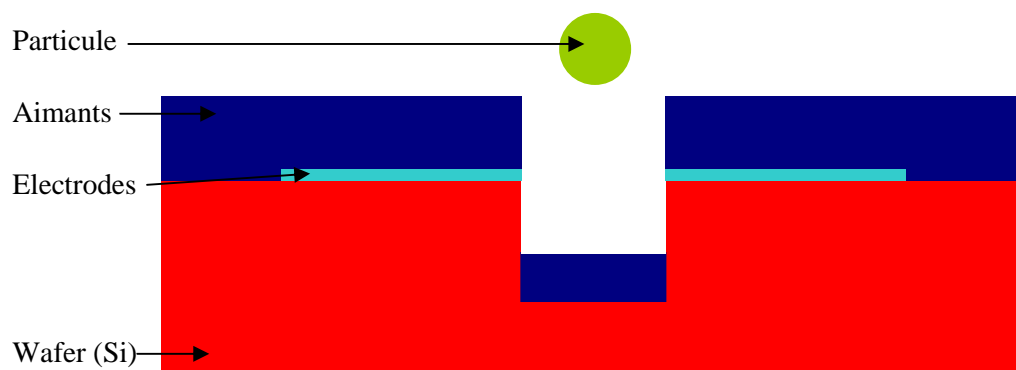


Fig. 3.7 : Coupe d'un wafer avec les électrodes et les aimants par-dessus, ainsi qu'une particule en lévitation.

Cette configuration a déjà été réalisée par Lyuksyutov [LYU87]. Elle est certainement plus simple au niveau réalisation que de mettre les électrodes au dessus des aimants. On peut en effet facilement déposer les électrodes sur le wafer et réaliser les trous et les dépôts d'aimants par la suite (Fig. 3.7). Cependant, l'épaisseur des aimants affaiblirait la portée des électrodes. Ceci dit, P. Kauffmann [KAU09] a montré que les forces générées pourraient être trop importantes et rompre la lévitation. Il peut donc être favorable de les placer en dessous, une étude spécifique serait alors nécessaire. Notons que la présence des aimants par-dessus les électrodes modifierait également la force du champ généré par les électrodes, d'où une étude complexe, les propriétés, en particulier la conduction de tels aimants en couche mince dans et hors du plan n'étant pas connus. Autre inconvénient si elles sont en dessous des aimants, il sera difficile de les voir et donc de faire des tests. Il sera aussi d'autant plus difficile de réaliser les contacts électriques des électrodes au système de commande. En effet, pour réaliser les contacts il faudrait creuser les aimants sur les bords ce qui à été très peu étudié voir pas du tout, à l'heure actuelle. Et de plus pour cela, il faudrait réaliser une lithographie, ce qui est très difficile sur une surface non plane. Rajoutons à cela que les aimants sont

conducteurs et qu'il est donc nécessaire de rajouter une couche isolante entre les électrodes et les aimants. Ces nombreux inconvénients justifient que nous n'ayons pas retenu cette solution technologique pour nos travaux.

3-1-2 Electrodes sur les aimants :

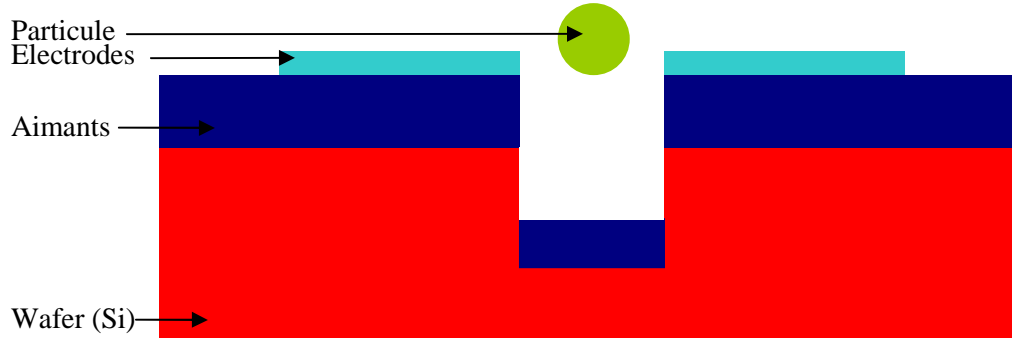


Fig. 3.8 : Coupe d'un wafer avec les électrodes sur les aimants.

Cette configuration est plus envisageable que la configuration précédente dans la mesure où les électrodes sont beaucoup plus accessibles (Fig. 3.8). Elles sont en effet visibles pour les essais et il est facile de réaliser des accès pour les contacts électriques. De plus, les électrodes se retrouvent bien plus près de la particule ou goutte d'eau qui lévite et sans obstacle entre elles. La fabrication est cependant loin d'être simple. En effet, déposer un conducteur sur un aimant dont la surface n'est pas parfaitement plane n'est pas évident. Les électrodes seront en effet déposées partout même dans les puits magnétiques et seront difficilement enlevables par les techniques classiques de lithographie (voir partie 2-2-1 Gravure profonde :). En effet la résine ne pourrait se répandre sur un wafer avec des trous. Sans compter le fait qu'il est nécessaire de rajouter une couche d'isolant entre les aimants et les électrodes.

Cependant, la réalisation des aimants par TMP comme expliqué ci-dessus (voir partie 2-3 Autre méthode : Obtention d'aimants par TMP :) permet d'avoir des aimants parfaitement plats. Cela permettrait de rendre le dépôt des électrodes au dessus des aimants bien plus facile. Cependant, actuellement l'épaisseur des aimants réalisable par cette technologie ne dépasse pas $5\ \mu\text{m}$ et leur inversion magnétique est limitée à $1,5\ \mu\text{m}$, ce qui est très insuffisant pour faire léviter une microgoutte de $30\ \mu\text{m}$ de diamètre, pour laquelle il faut une épaisseur d'aimants de $50\ \mu\text{m}$. Notons enfin, qu'avec un aimant plat, on pourrait placer les électrodes par-dessus le guide magnétique alors qu'avec les aimants avec puits, les électrodes ne peuvent être placées que sur les côtés.

3-1-3 Electrodes en face des aimants :

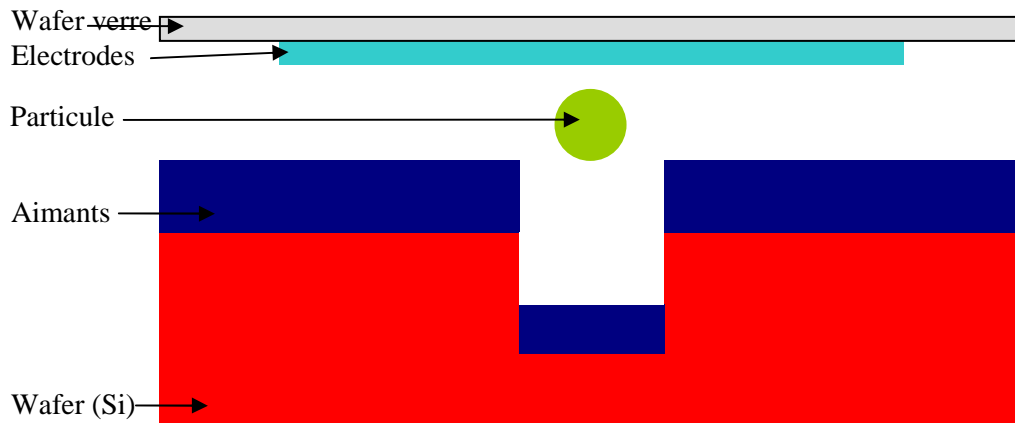


Fig. 3.9 : Coupe d'un wafer avec les électrodes face aux aimants sur une plaque de verre.

Le fait de mettre les électrodes en face des aimants sur un autre wafer, et donc au-dessus de la particule qui lévite, et non pas collés sur eux permettrait de résoudre les problèmes de dépôt des électrodes sur les aimants. Cela limiterait également la distance entre les électrodes et la particule. Cependant pour réaliser un tel système il faut que les électrodes soient sur une plaque de verre de manière à pouvoir voir ce qui se passe à l'intérieur. L'ITO étant transparent, nous n'aurons pas de problème de ce côté là. De plus, il faut trouver un moyen pour que la plaque de verre avec les électrodes ne vienne pas se coller aux aimants. Il faut donc une couche intermédiaire entre les deux wafers. Cette couche permettra de réaliser les canaux et l'espace permettant le déplacement des particules en lévitation. Pour cela, il existe différentes techniques pour ajouter une couche sur les électrodes. Cette technique permet également de placer une électrode de part et d'autre du puits magnétique, ce qui est impossible en mettant les électrodes en dessous ou sur les aimants. De plus, la force diélectrophorétique d'une goutte d'eau dans l'air étant généralement attractive, cela augmenterait la lévitation, mais également pourrait rompre cette lévitation. En effet si la force est trop importante, la goutte viendrait se coller sur les électrodes. Il y a également un autre avantage avec cette technique, c'est l'encapsulation du système permettant ainsi de se soustraire au problème d'évaporation des gouttes.

3-1-4 Les aimants utilisés comme électrodes :

Afin de pallier au problème de dépôt des électrodes, on pourrait imaginer d'utiliser les aimants eux même comme électrodes. Cependant, il serait nécessaire que les aimants ne soient pas reliés entre eux comme c'est le cas des aimants actuels. Cela, pour un guidage en canal créerait des inhomogénéités du guidage magnétique voire des « portes » bloquant la progression des objets en lévitation. Cette technique n'est, de plus, pas encore maîtrisée vu le principe utilisé pour le dépôt d'aimant qui fait qu'il bave un peu latéralement et donc les aimants se touchent. Voir partie 2 pour plus de précision sur les techniques de fabrication d'aimants.

Suite aux configurations que l'on vient de voir, la solution la plus judicieuse semble de réaliser les électrodes sur une surface de verre que l'on met au-dessus des aimants et de la particule en lévitation. Cette technique, bien que relativement complexe, a un argument de poids en sa faveur. En effet, le LTM, laboratoire sur Grenoble, travaille déjà sur cette technologie. Nous les avons donc contactés pour un partenariat. T. Honegger a sur la

diélectrophorèse et possède déjà un système utilisant des électrodes en ITO (Indium Tin Oxide : Conducteur transparent) sur une plaque de verre couplée à un canal micro fluidique en PDMS (Fig. 3.10). Il maîtrise donc bien la technologie des électrodes transparentes, mais également celle du PDMS permettant de créer un canal (Thèse soutenu le 17/11/2011).

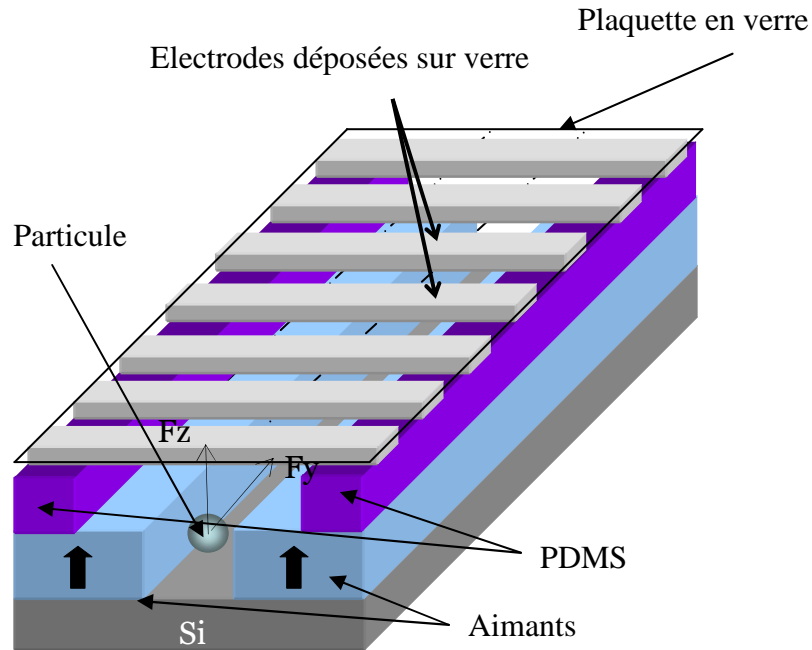


Fig. 3.10 : Système monté des aimants avec les électrodes sur plaquette de

Bien que ces électrodes aient été initialement développées pour travailler sur la diélectrophorèse appliquée à des colloïdes dans un canal microfluidique, le système est directement adaptable à nos applications. On peut en effet coller la plaque de verre sur un réseau d'aimants qu'il faudra bien évidemment adapter.

3-2 Pourquoi de l'ITO :

Tous d'abord, ITO signifie : Indium Tin Oxide. C'est donc tout simplement un conducteur électrique. Alors, pourquoi l'avoir choisi plutôt que du cuivre par exemple. Pour différentes raisons :

La première, et certainement la plus importante, est que c'est un conducteur transparent. Donc très pratique vu que nos électrodes sont situées par-dessus notre système d'aimant et que nos billes passeront sous nos électrodes.

La deuxième raison est que l'ITO est très utilisé en recherche ce qui permet d'avoir de nombreuses informations pour sa mise en oeuvre. On peut par exemple très facilement le graver en salle blanche à l'aide d'une IBE (Ion Beam Etch) qui grave par une propulsion d'ion.

La troisième raison est que l'on trouve sur le marché, des plaques de verre avec déjà une couche d'ITO parfaite pour notre application, qu'il ne reste qu'à graver aux motifs désirés.

Le seul inconvénient de l'ITO est sa résistivité qui est plus importante que celle de matériaux tels que le cuivre. Cependant, la diélectrophorèse est ce que l'on appelle une commande en

tension. Les courants demeurant généralement faibles, la forte résistivité n'est pas un verrou majeur.

Voici quelques caractéristiques de nos plaques de verre avec l'ITO :

Dimension de la plaque : 26*76mm

Epaisseur de la plaque de verre : 1,1mm

Epaisseur de l'ITO : 150nm

Résistivité : 12 à 15 Ohms/cm²

Il y a également une couche 25nm de SiO₂ entre le verre et l'ITO pour servi d'accroche.

3-3 Fabrication des électrodes :

La fabrication des électrodes demande un certain nombre d'étapes que nous allons détailler (Fig. 3.11). La couche de SiO₂ n'intervenant pas dans la fabrication de nos électrodes nous ne la représenterons pas.

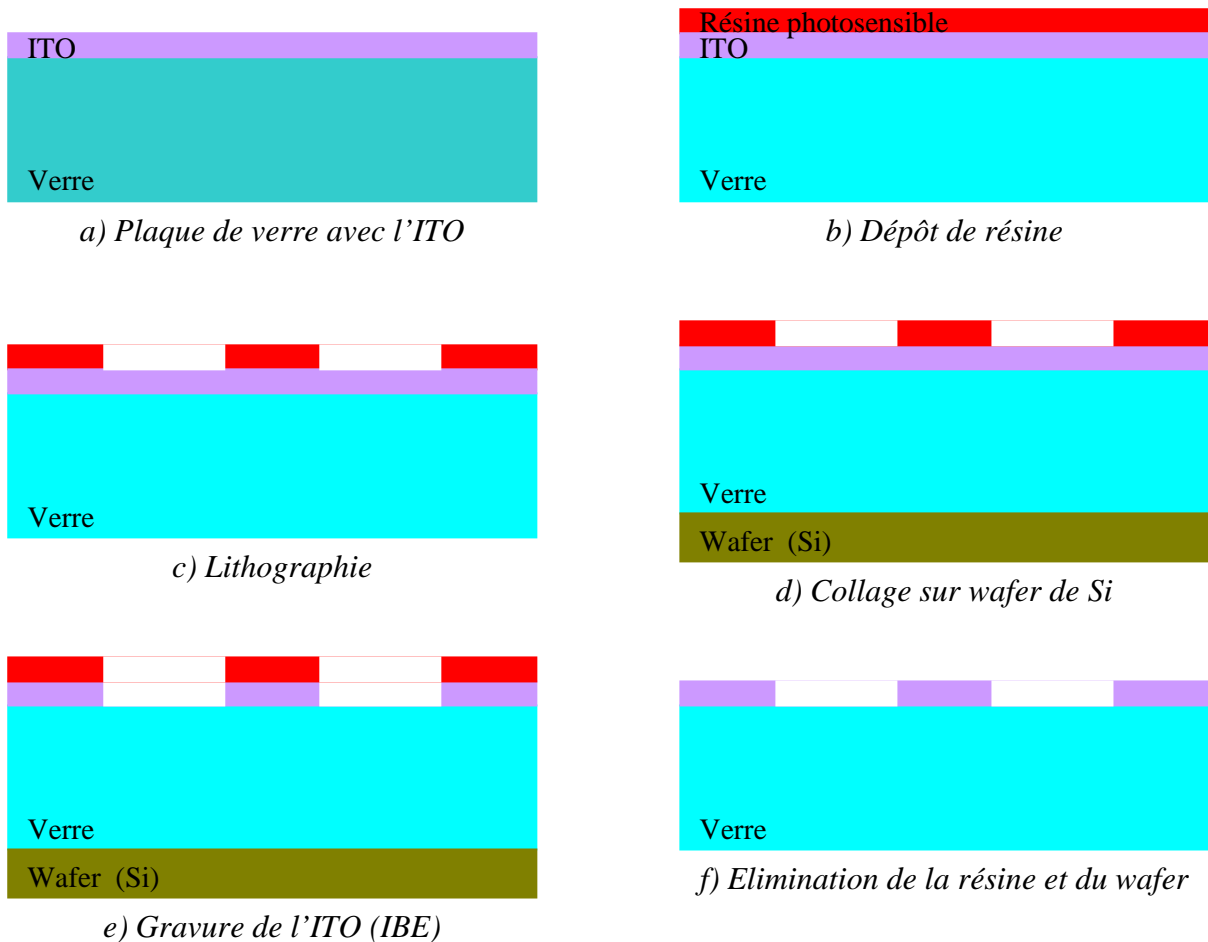


Fig. 3.11 : différentes étapes pour réaliser une gravure profonde et préparer le wafer à recevoir une couche d'aimants.

Pour rappel, nous achetons directement les plaques de verre avec l'ITO déjà déposé, c'est ce qui est représenté sur l'étape a.

Etape b)

Comme pour toute lithographie il faut utiliser une résine photosensible. Pour déposer cette couche, on utilise une tournette qui va simplement répartir le liquide sur la plaque en la faisant tourner. On utilisera une résine utilisée couramment, l'AZ1512. L'épaisseur de la couche ça dépendre de la sélectivité lors du gravage entre l'ITO et la résine qui est de l'ordre de 10 pour 1. L'épaisseur de notre conducteur étant de 150 nm, on déposera une couche de résine supérieure à 2 μm pour être tranquille. Une fois le dépôt réalisé, nous chauffons la résine à 90 °C pendant 1 minute et 30 secondes.

Etape c)

La lithographie consiste à insoler la résine à travers un masque pour reproduire les motifs de ce masque sur celle-ci. Pour cela, nous utilisons une insoleuse dans laquelle nous plaçons le masque puis le wafer avec la résine en dessous du masque. Nous faisons un alignement succinct entre le masque et le wafer puis nous réglons les paramètres tels que la durée de l'insolation et le type de contact. Une fois l'insolation terminée, la résine insolée change d'aspect. Ceci nous permet de voir les motifs sur le wafer.

Après avoir fait une première insolation avec les motifs de nos électrodes, il est nécessaire de refaire une deuxième avec un autre masque afin de pallier aux effets de bord de la résine. En effet lors du dépôt de la résine une couche plus épaisse apparaît sur les bords de la plaque de verre. Celle-ci ne sera pas suffisamment insolée pour être enlevée. Alors, pourquoi ne pas l'insoler plus longtemps ? Tous simplement, car cela ferait une sous gravure sur nos électrodes. Donc pour enlever cette résine sur les bords, on fait une deuxième insolation avec un masque qui cache toute la plaque sauf les bords que l'on souhaite éliminer. Et là on pourra faire une insolation plus longue sans risque de sous gravure pour les électrodes.

Ensuite, il va falloir enlever la résine qui a été insolée. Pour cela, nous devons placer le wafer dans le révélateur afin qu'il dissolve la résine non insolée. En effet, les UV ont durci la résine et le produit n'arrive plus à l'enlever. Une fois ceci fait, on se retrouve avec nos motifs sur la résine.

Etape d)

Cette étape est nécessaire car l'IBE ne peut prendre que des wafers entiers. En effet, son plateau tourne en étant penché et le système d'accroche est prévu pour un wafer de 4 pouces. Il va donc falloir coller notre plaque sur un wafer : on va utiliser du cristal bond. C'est une sorte de colle qui devient molle si on la chauffe et qui peut s'enlever facilement à l'acétone. Pour l'appliquer, il suffit de chauffer le wafer à 80 °C et de venir appliquer notre bâton de cristal, comme un stylo, qui va donc devenir mou et rester sur le wafer. Ensuite, on viendra mettre notre plaque dessus. Puis on arrête de chauffer, et en refroidissant, les deux parties restent collées.

Etape e)

La gravure à l'IBE va permettre d'enlever l'ITO là où il n'y a plus de résine. L'avantage de notre IBE est que l'on peut voir en direct les éléments qui sont gravés. Pour cela on lui donne le nom des éléments que l'on souhaite graver, à savoir dans notre cas, l'étain

et l'indium. Cela nous permet de savoir quand la gravure de l'ITO est finie pour ne pas sous graver. Dans notre cas nous regarderons l'indium et l'étain.

Etape f)

Pour éliminer la résine, on utilisera de l'acétone qui a pour particularité de dissoudre la résine même insolée. De même, l'acétone permet d'éliminer le cristal bond et donc de décoller notre plaque du wafer.

3-4 Le masque final :

Maintenant que notre masque a été réalisé et nos électrodes fabriquées, voyons comment elles se présentent (Fig. 3.12).

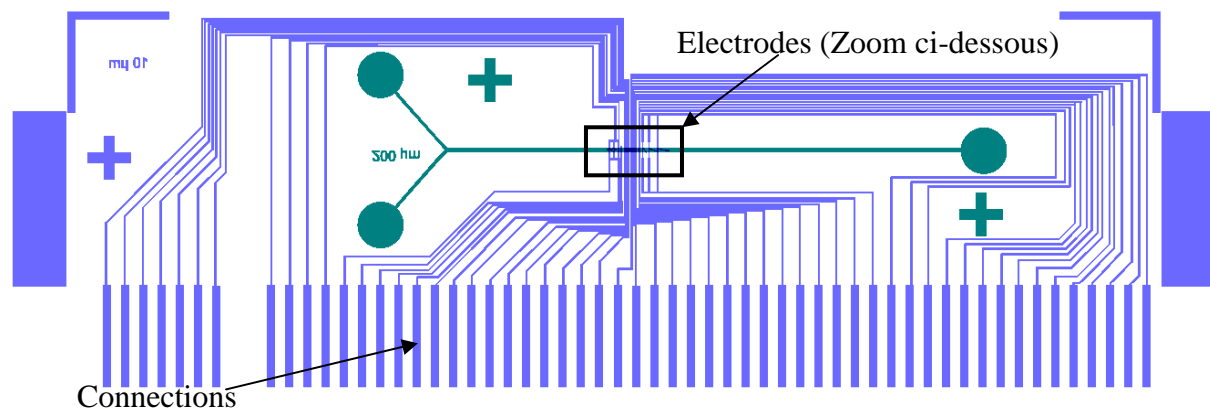


Fig. 3.12 : Masque réalisé dimensionné pour une plaque de verre de microscope

Remarquons différents points :

- Le premier est que les connexions présentes en bas du masque permettent de réaliser la connectique entre les différentes électrodes et le système de commande.
- Le second est que le canal microfluidique est réalisé pour son utilisation première (Par T. Honegger du LTM). Cependant pour nous, le principal est que les électrodes ne viennent pas toucher les aimants. Donc la forme du canal n'est pas forcément très importante, mais doit quand même être suffisamment large. On peut voir aux extrémités du canal des cercles qui permettront de faire rentrer le fluide et donc dans notre cas les particules en milieu fluide ou non. Il y a bien entendu à cet endroit un trou réalisé dans la plaque de verre.
- Le troisième point qu'il faut remarquer est que les électrodes en elles-mêmes sont bien trop petites pour être vues à cette échelle. Afin de mieux voir à quoi elles ressemblent, effectuons un zoom dessus (Fig. 3.13) :

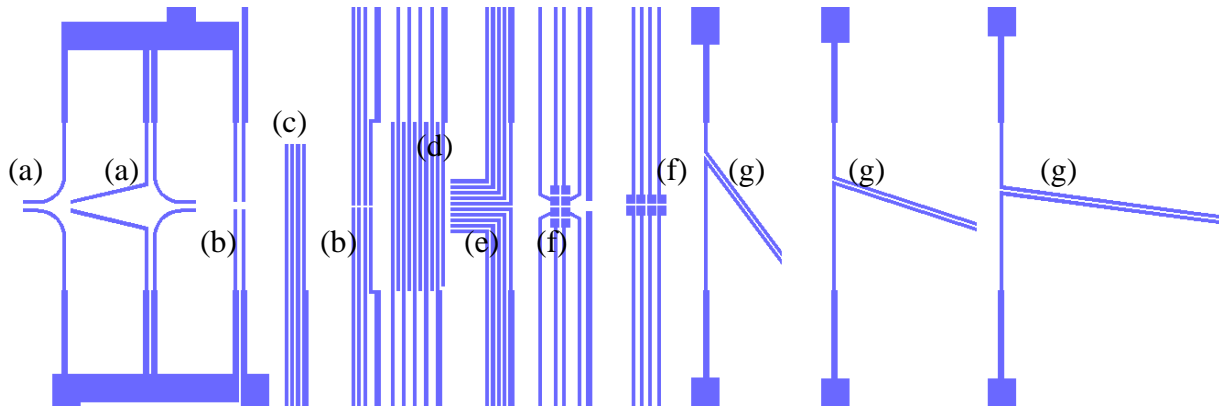


Fig. 3.13 : Zoom sur nos électrodes. DIMENSIONS

On constate qu'il y a différentes fonctions prévues pour les électrodes :

Les électrodes nommées (a) sont prévues pour placer les colloïdes au centre des électrodes, ce qui est très utilisé lors des essais sans les canaux magnétiques. Les électrodes (g) doivent permettre de décaler les colloïdes sur un autre canal magnétique. Elles pourront également servir comme aiguillage en les plaçant au dessus d'un canal magnétique adapté.

Les électrodes (b) et (c) doivent assurer la fonction principale, à savoir l'arrêt de notre particule, mais également son positionnement là où on le souhaite. C'est ce que l'on appellera la fonction piégeage. Cette deuxième fonction est également remplie par les électrodes (f) conçues en fonction.

Les électrodes (d) et (e) vont permettre de tester une autre fonction qui servira une fois le flux du milieu arrêté. Il s'agira de déplacer les particules soit parallèlement (e) au canal microfluidique, soit perpendiculairement (d).

Nous allons donc devoir réaliser des aimants compatibles avec ces électrodes. Dans le chapitre II, nous avons expliqué comment nous avons choisi la forme des aimants. Pour savoir comment les aimants sont fabriqués, reportez-vous à la partie 2 de ce chapitre.

4- Les micro-canaux en PDMS :

4-1 Qu'est ce que le PDMS :

Le PDMS, ou PolyDiMéthylSiloxane, fait partie du groupe des silicones, ou polysiloxanes, qui sont des composés inorganiques formés d'une chaîne silicium-oxygène (...-Si-O-Si-O-Si-O-...). Le PDMS fait partie d'un groupe spécifique organique qui peuvent être utilisés pour relier entre elles plusieurs de ces chaînes (...-Si-O-...).

Le choix de l'utilisation du PDMS vient de la facilité d'utilisation de celui-ci. En effet, il est à la base sous forme liquide et peut être donc utilisé avec un moule. Il est suffisamment liquide pour remplir des trous très fins de 10 µm de large, voir moins (voir partie 4-3). On peut également facilement coller le PDMS sur lui-même et sur du verre (voir partie 4-4). Or je rappelle que les électrodes sont déposées et gravées sur du verre. Il existe également du PDMS photosensible qui peut être très utile pour faire des canaux très fins (30 µm de large), mais nous ne l'avons finalement pas utilisé pendant cette thèse.

Le principal critère pour le choix du PDMS provient de sa grande utilisation dans le monde de la recherche et donc d'avoir à portée de main toutes les informations pour son utilisation. De plus le PDMS est bio compatible.

4-2 Réalisation du moule pour les microcanaux :

4-2-1 Quelques techniques de réalisation de moule :

Voyons d'abord quelques techniques pour la réalisation de moule dans des dimensions inférieures au millimètre (Fig. 3.14) qui permet de voir rapidement la résolution horizontale et l'épaisseur de chaque technique. Ce sont bien évidemment les meilleurs résolutions de chacune de ces techniques.

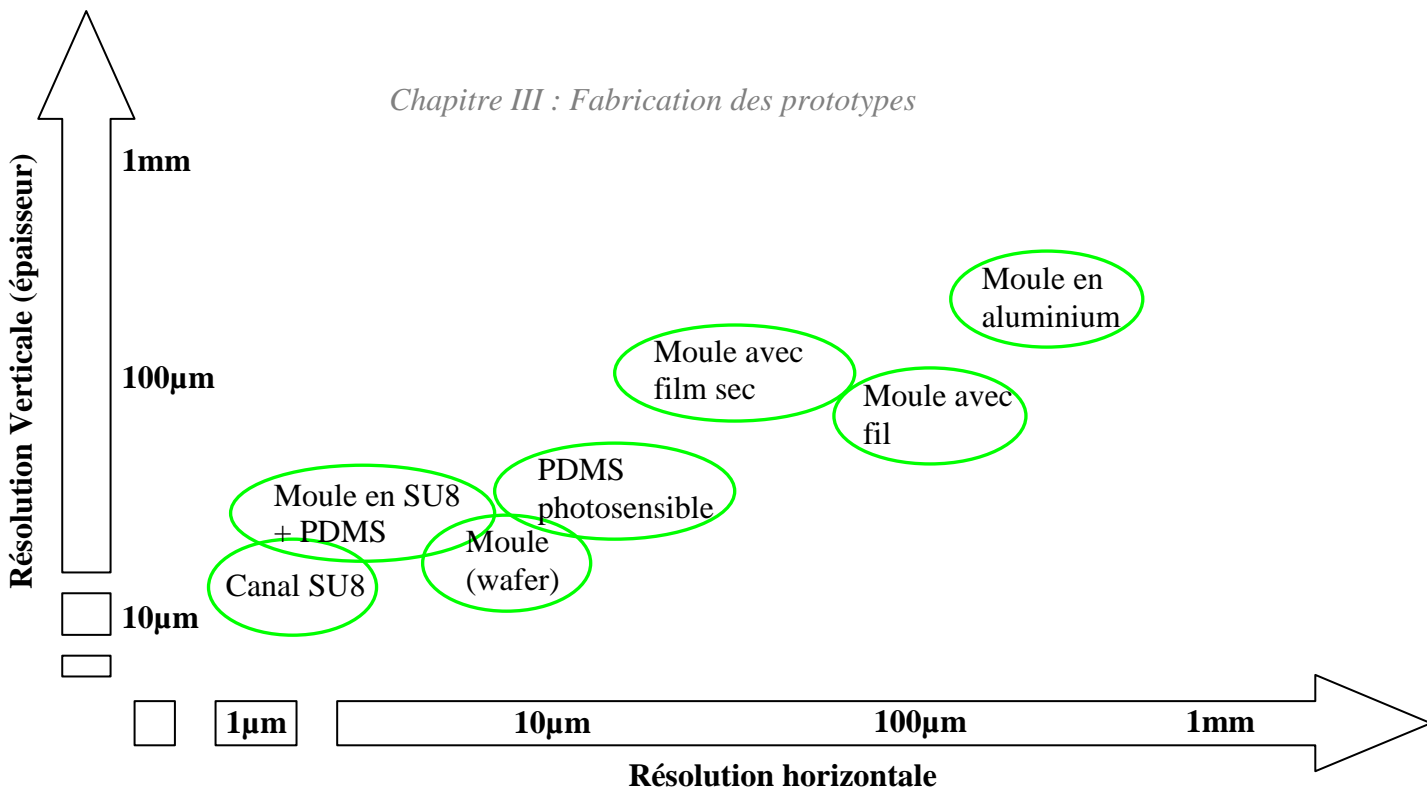


Fig. 3.14 : Epaisseur et résolution horizontale en fonction de la technique de fabrication

Comme on peut le constater il existe un grand nombre de techniques pour réaliser un moule. Dans notre cas on souhaite réaliser un canal inférieur à 100 µm de hauteur, mais supérieur à la dizaine de µm. La résolution horizontale n'est pas très importante, mais souhaitant avoir des canaux allant de 200 µm à 500 µm voir un peu plus, une résolution un peut meilleure que 100 µm est suffisent. Cependant il faut également qu'il soit facile d'utilisation car on a besoin d'avoir plusieurs moules.

Détaillons maintenant ces techniques :

- Le moule en aluminium : Certainement la plus utilisée dans l'industrie (n'importe quel autre métal peu être utilisé mais l'aluminium est relativement facile à usiner). Cependant les résolutions ne sont pas suffisamment bonnes pour l'utilisation que l'on souhaite en faire. De plus, leur fabrication nécessite de l'usinage qui, pour nous, est assez contraignant.

- Moule avec fil : Cette technique consiste à placer un capillaire dans un plastique liquide et de laisser sécher. Ensuite, on retire le capillaire et on retrouve donc notre canal. Cependant, la technique est très peu précise et très peu reproductible.

- PDMS photosensible : Comme nous l'avons vu dans la précédente, il existe du PDMS photosensible qui permet d'avoir des résolutions horizontales assez bonnes. Cependant les épaisseurs réalisables facilement avec ce procédé sont trop faibles dans notre cas (<40 µm).

- Moule avec un wafer micro-usiné : Parfait pour les dimensions que l'on a, mais cela nécessite une réalisation en salle blanche avec la réalisation de masque adapté ce qui s'avère comparativement long et coûteux.

- Canal en SU8 : La SU8 est une résine épaisse. Comme pour le PDMS photosensible, bien qu'il soit épais, reste cependant encore trop fin pour nous. De plus, il nécessite également l'utilisation de salle blanche et de masque adapté.

- Moule avec du film sec : Ce que l'on appelle film sec est un film photosensible qui s'utilise de la même manière que la résine. Il se présente sous la forme de film, comme un ruban adhésif- que l'on vient coller. L'épaisseur de ce film est connue et on a donc une épaisseur connue correspondant à ce que l'on cherche. Dans notre cas, on utilisera un film sec d'une épaisseur de 37 µm que l'on doublera pour avoir un canal de 74 µm. Il nécessite cependant une technique de développement utilisée en salle blanche et il faut utiliser un

masque. Cependant, nous avons à notre disposition la possibilité de réaliser un masque dit en plastique à la place du masque en chrome utilisé classiquement en salle blanche. Celui-ci est plus rapide à obtenir (sous traitance) vu qu'il s'agit d'une impression sur une feuille plastique, mais avec une encre très opaque. Bien que la précision et l'opacité soient moindres que lors de l'utilisation d'un masque en chrome, de l'ordre de quelques dizaines de μm , elle reste cependant suffisante et bien plus facile à mettre en œuvre. C'est pour cette raison que nous l'avons choisi.

4-2-2 Réalisation par film sec :

Comme décrit rapidement dans les quelques lignes précédentes, le film sec est un film photosensible d'épaisseur connue. Nous allons voir les différentes étapes de réalisation du moule avec ce film sec :

Réalisation du masque plastique :

Pour insoler le film sec, comme pour une lithographie classique, il est nécessaire d'utiliser un masque. Cependant, le masque type utilisé est en chrome et, ne pouvant être fait sur place, doit être commandé. Ceci peut prendre du temps.

Maintenant au vu de notre résolution, de l'ordre de la dizaine de μm , il n'est pas nécessaire d'utiliser un masque en chrome. En effet, il existe une astuce qui consiste à utiliser un masque en plastique, puis à le coller sur une plaque de verre identique à celle utilisée pour les masques en chrome. L'intérêt de ce type de masque est la rapidité pour le faire réaliser. En effet, une simple imprimante et une feuille de plastique suffisent. Il faut cependant utiliser une encre plus opaque que celle utilisée dans les imprimantes classiques, et ceci afin d'arrêter les rayons de la lampe UV. C'est pour cette raison qu'on les fait imprimer par une imprimerie. Cependant, les délais sont de deux jours contre plusieurs semaines pour un masque en chrome, avec de sur croit, un coût bien plus faible.

Après avoir vu comment il est fabriqué, intéressons nous maintenant aux motifs que nous souhaitons sur ce masque (Fig. 3.15) :



Fig. 3.15 : Masque d'un canal microfluidique de $400\ \mu\text{m}$ de large adapté à une lame de verre

Nous avons donc notre canal microfluidique avec à chaque extrémité un réservoir permettant les connexions du fluide avec l'extérieur. Le canal représenté fait $400\ \mu\text{m}$ de large, mais on en a réalisé de différentes largeurs.

Il est en forme de « Y » dans un but de faire des essais sur «l'aiguillage» des billes utilisées.

Collage du film plastique :

Maintenant que notre masque plastique est fait, on peut passer au film sec. Il se présente en rouleaux avec un film protecteur de part et d'autre du film pour protéger la colle. Celui utilisé à une épaisseur de 37 μm mais d'autres épaisseurs sont commercialisées. .

Pour l'appliquer, on le découpe à la dimension voulue, donc en l'occurrence, aux dimensions de notre plaque de verre. Ensuite, on enlève le film protecteur du côté qui colle le mieux (en effet, une des deux faces du film colle plus que l'autre) et l'on vient le coller sur notre plaque de verre en faisant en sorte d'éliminer les bulles d'air.

Ensuite pour avoir une épaisseur plus importante on peut mettre une deuxième couche. De fait, on souhaite avoir une épaisseur de l'ordre de 80 μm , donc vu que deux couches nous donnent 74 μm , nous en mettrons deux en faisant également attention à éliminer les bulles d'air. Nous n'oublierons pas d'enlever les films protecteurs de la colle si l'on ne veut pas avoir de problème de décollement.

Insolation et développement :

Une fois que nos deux couches de film sec sont collées on peut passer à l'étape suivante qui consiste à réaliser l'insolation puis le développement de notre canal.

Pour l'insolation, comme pour une insolation classique, on place la plaque de verre avec notre masque plastique collé dessus, dans l'insoleuse avec le masque plastique en bas de manière à ce que le wafer et le masque plastique viennent se toucher et suppriment donc l'espace entre les deux, espace qui augmenterait la sous gravure. Puis nous plaçons notre lame de verre avec le film sec dessous en utilisant les réglages de la machine pour qu'elle soit alignée avec le masque. Puis on l'insole.

Ensuite, on retire notre lame de verre avec notre film sec insolé et on fait le développement. Pour cela, on utilise du bicarbonate de soude en poudre dilué à 1 % en poids. Le temps de développement va dépendre du nombre de couches et, dans le cas où il y en a deux, il est de l'ordre de 4 minutes. Une fois fini, on rince à l'eau sans trop de pression afin d'éviter que le canal ne se décroche (surtout pour les plus fins inférieur à 200 μm).

4-3 Obtention de fines couches de PDMS sur les micro-aimants :

Nos aimants étant topographiques, nous avons donc des motifs profonds en forme de rainures. Il peut être intéressant d'avoir une surface plate. Cela peut même être essentiel pour la biologie. Notamment pour les essais sur les billes superparamagnétiques. Nous allons donc réaliser des essais afin de trouver une méthode pour « planariser » nos aimants. Pour cela nous utiliserons du PDMS

4-3-1 Tests avec tournette sur des structures d'une profondeur supérieure à 90 μm :

Je rappelle que les aimants topographiques utilisés ont des motifs profonds de 90 μm minimum et que leur largeur peut aller de 20 à 100 μm .

Les essais par tournette ont vite été abandonnés, car ils ont donné une épaisseur au dessus des aimants trop importante. De plus des défauts de planarité trop importants ($>15 \mu\text{m}$) restent en surface, causés par les canaux des aimants d'une profondeur supérieure à $90 \mu\text{m}$.

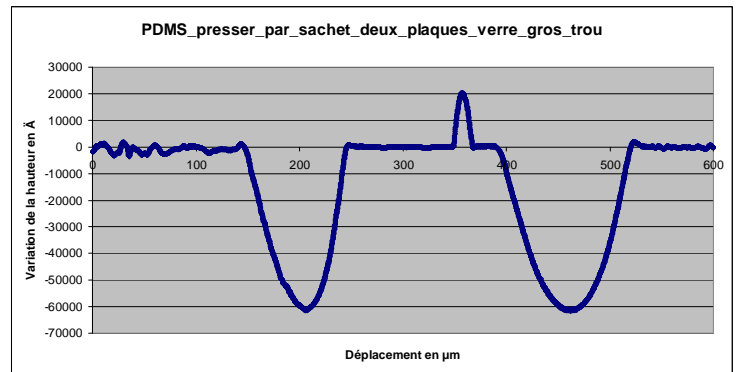
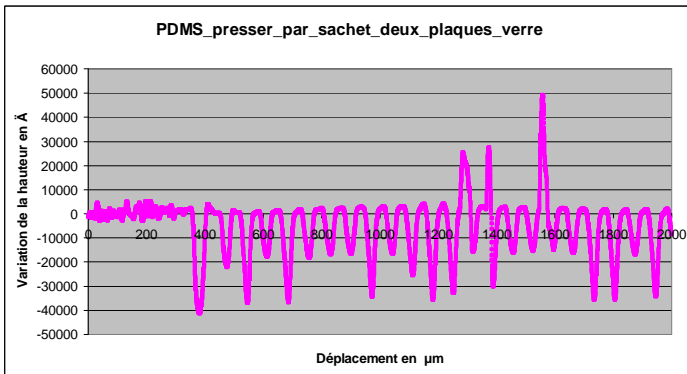
4-3-2 Tests sous pression sur aimant :

Les premiers essais par pression du PDMS en appuyant simplement avec les doigts sur un corps plat et sans forcer ont donnée une épaisseur de PDMS au dessus du canal de l'ordre de $50 \mu\text{m}$. Ce qui nous a encouragés à réaliser d'autres essais avec des pressions plus importantes.

Deux plaques de verre compriment un aimant avec du PDMS sous vide :

Pour réaliser cet essai, nous avons simplement placé notre aimant sur une plaque de verre sur lequel on va déposer une petite quantité de PDMS. Puis nous recouvrons le tout avec une autre plaque de verre. Les deux plaques de verre servent ici uniquement à appliquer une pression bien répartie sur tout l'échantillon. Le tout est placé dans un sachet en plastique mis sous vide ce qui permet d'exercer la pression.

Voici le profil mesuré en utilisant un profilomètre au centre de l'échantillon :



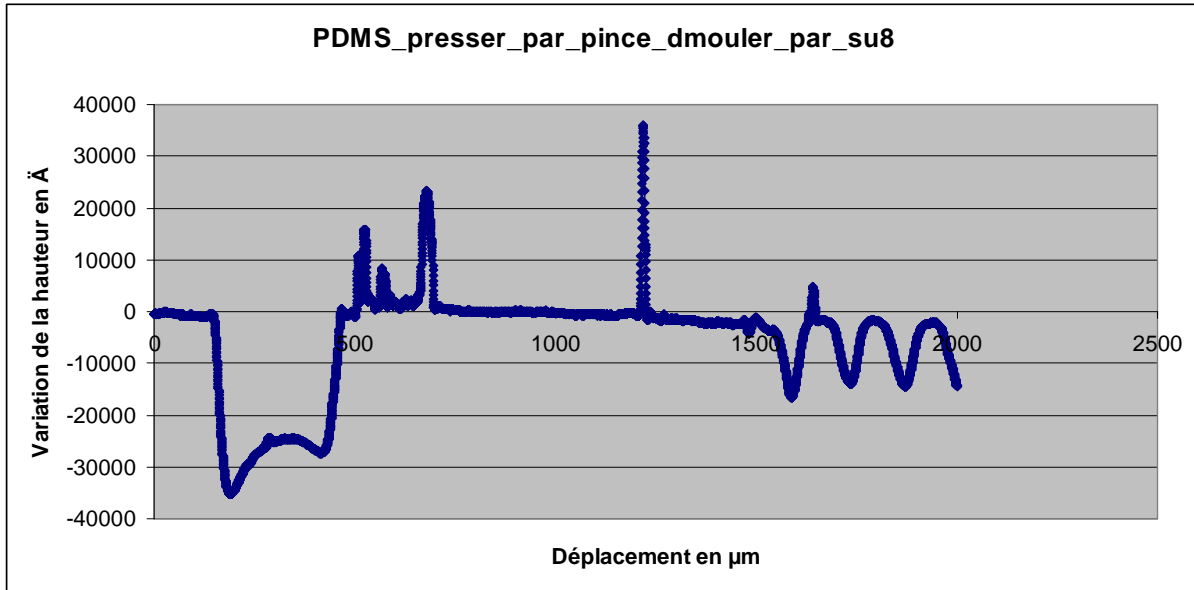
On peut constater que l'on a une variation de la hauteur très faible de l'ordre de $6 \mu\text{m}$ maximum même sur des trous larges. Nous avons également mesuré la hauteur du PDMS sur l'aimant et nous avons trouvé une valeur de l'ordre de $4 \mu\text{m}$ ce qui est très bon.

La variation suivant la position sur l'échantillon est très faible voir négligeable. C'est pour cette raison que nous avons montrée un seul profil.

Deux plaques de verre compriment un aimant avec du PDMS par pince :

Cet essai est le même que précédemment sauf que la pression est ici appliquée à l'aide de deux pinces. Notons que décoller les plaques de verre de l'aimant et du PDMS nous avons d'abord effectué un dépôt de résine SU8 sur le verre. Ceci nous a permis de le démouler sans appliquer de force sur l'échantillon. En effet la SU8 se désagrège dans de l'acétone et se décroche donc sans force du PDMS. Je rappelle que l'acétone n'attaque pas (ou négligemment) le PDMS une fois sec.

Voici les profils mesurés :



Ici la variation de la hauteur est encore plus faible que précédemment. En effet on trouve une variation de 3 μm maximum sur une surface très large. De plus l'épaisseur de la couche mesurée est de l'ordre de 2 μm ce qui est encore plus faible.

Deux plaques de verre compriment un aimant avec du PDMS sous vide (SU8) :

Dans ces deuxièmes essais sous vide, nous avons utilisé la technique de la résine SU8 pour réaliser un démoulage sans force et donc sans risque de détériorer l'échantillon.

Ici, les résultats sont équivalents à ceux obtenus sans utilisation de SU8 à savoir une variation de la hauteur inférieure à 6 μm quelques soit la largeur des trous et une hauteur de PDMS de l'ordre de 5 μm . Ce qui est donc très bon.

Autres essais :

Nous avons également réalisé d'autres essais par pression sous vide et par pince en utilisant une plaque de plastique au lieu du verre pour faciliter le démoulage. Cependant le plastique étant plus mou quand on le chauffe, la pression l'a déformé et nous n'avons donc pas de résultat. Cependant, il pourrait être intéressant de refaire ses essais, mais en mettant l'échantillon entre deux plaques de verre pour avoir une pression plus uniforme et de ne pas déformer le plastique.

Conclusion partielle :

Pour conclure sur cette partie de planarisation des micro-aimants par dépôt de PDMS et pression, on a réussi à obtenir une couche très fine de PDMS, de l'ordre de 5 μm au dessus de la partie supérieure des micro-aimants, les motifs gravés, profonds de 90 à 150 μm ayant été correctement remplis. Soit par sac sous vide, soit en utilisant des pinces pour réaliser cette pression et une hauteur de PDMS de l'ordre de 5 μm , ce qui est très bon. On a également vu une technique permettant de décoller facilement le PDMS du verre en utilisant de la résine SU8.

4-3-3 Tests sous pression de moulage sur verre :

Dans une optique de réaliser le moule d'un canal sur une plaque de verre sur laquelle des électrodes auront été déposées au préalable, nous avons réalisé des essais de moulage par pression sous vide et par pince. Ces échantillons sont de la taille d'une lame de microscope soit 76 * 26 mm. Cependant, nous avons eu de grandes difficultés à faire sécher les échantillons. Ceci s'explique très bien par l'épaisseur du PDMS entre les deux plaques de verre (l'un est le moule et l'autre celle avec les électrodes). En effet au vu des autres tests on peut penser que la hauteur du PDMS entre les deux plaques est de l'ordre du μm alors que la profondeur des motifs remplis de PDMS est de 37 μm ou 2x37 μm . Donc si l'on prend en compte le fait que la surface à sécher est très fine et bien plus grande on comprend cette difficulté à sécher le PDMS. Donc nous sommes obligé de les laisser plusieurs jour au four pour qu'il sèche convenablement.

4-3-4 Conclusion sur la planarisation avec obtention de couche fine :

Comme on a pu le voir dans cette partie, l'utilisation de la tournette pour déposer sur une surface présentant des motifs profonds (de l'ordre de 100 μm) s'avère très délicate, voire inappropriée surtout si les dimensions de ces trous ne sont pas uniformes ou avec des formes et directions différentes. Cependant, cette technique permet d'avoir facilement de fines couches (<6 μm) sur une surface lisse, comme une lame en verre de microscope. Voir encore plus fine en utilisant du PDMS dilué avec du Toluène pour le rendre plus liquide.

En ce qui concerne les essais sous pressions nous avons pu tester différentes techniques. Parmi elles, l'utilisation de la pression atmosphérique en utilisant un sachet plastique sous vide ou l'utilisation de pinces pour effectuer cette pression. Avec les valeurs obtenues nous avons pu déterminer que les deux techniques étaient, à 2 μm près, équivalentes, mais avec cependant de meilleurs résultats sur l'utilisation des pinces. Les résultats ont cependant très bon par rapport à ce que l'on pouvait espérer. Cependant la technique de pression, et notamment celle en utilisant le vide, nécessite un temps de séchage important donc nous privilégierons la technique utilisant des pinces pour réaliser la pression. De plus pour démouler la lame de verre nous avons essayé une technique qui consiste à réaliser une fine couche de résine SU8 pour démouler facilement en plongeant simplement notre échantillon dans de l'acétone qui dissous la résine. Ainsi l'élément de pression est décollé de la plaque de verre sans contrainte mécanique.

4-4 Tests de collage :

4-4-1 Différents essais :

Voici les résultats des essais de collage afin de permettre de coller du PDMS sur du verre, des aimants ou du PDMS :

PDMS sur PDMS :

Le PDMS, une fois sec, ne colle plus même sur du PDMS. Donc, pour réaliser ce collage, nous avons fait des essais en utilisant d'un côté du PDMS sec et de l'autre, du PDMS suffisamment sec pour pouvoir le manipuler, mais pas totalement de manière à ce qu'il colle encore. Pour ce faire, on l'a placé dans le four une vingtaine de minutes puis on l'a collé sur notre PDMS sec et on a remis le tout dans le four.

Ce principe ne fonctionne pas trop mal vu que l'on arrive à un collage suffisant pour soutenir une légère surpression due au pousse seringue lors des essais de microfluidique. Cependant, il ne faudra pas lui demander de soutenir une pression plus importante.

PDMS sur Verre :

Pour cet essai, on va reprendre le principe précédent, à savoir, utiliser du PDMS pas totalement sec. Mais ici, il sera plus simple de réaliser une très fine couche ($< 6 \mu\text{m}$) de PDMS sur la plaque de verre en utilisant la tournette. Et de placer ensuite le PDMS par-dessus et de mettre le tout dans le four. Ici, le collage est un peu meilleur que le précédent, mais la pression dans notre canal ne doit cependant toujours pas dépasser une pression donnée pour éviter toute « explosion » de celui-ci.

PDMS sur aimant :

Toujours avec la même technique que précédemment on va réaliser une couche de PDMS, et notre canal microfluidique, sur une plaque de verre pas totalement sèche et on va l'appliquer sur notre aimant. Par ce procédé, on a obtenu des résultats satisfaisants pour la pression envisagée dans notre canal.

4-4-2 Collage par plasma d'oxygène :

En mettant le PDMS que l'on souhaite coller dans un plasma d'oxygène, on casse les liaisons atomiques en surface. Ensuite si on place cet échantillon sur une autre surface comme du verre, les liaisons vont se reformer avec le verre et le collage sera donc au niveau moléculaire et donc très performant.

Pour y arriver, nous allons utiliser la fonction plasma d'oxygène de la RIE qui est à la base utilisée pour « attaquer » et donc éliminer les résines. Dans notre cas nous y placerons notre échantillon de PDMS à coller.

Alors, que ce soit le collage PDMS sur PDMS ou PDMS sur verre le résultat est meilleur que ce que l'on pensait obtenir. En effet, il est impossible de décoller sans déchirer le PDMS. C'est collé à un tel point que sur un collage PDMS sur PDMS on ne voit plus la jonction où il y a eu le collage.

Grâce à son efficacité et sa facilité de mise en œuvre, nous utiliserons cette technique en priorité. La technique du PDMS pas totalement sec sera utilisée uniquement pour le collage PDMS sur aimants, là où le collage plasma ne fonctionne pas de par la fine couche de Tantale déposée sur les aimants afin d'éviter leur oxydation.

4-5 Dépôts de couches fines PDMS sur PDMS :

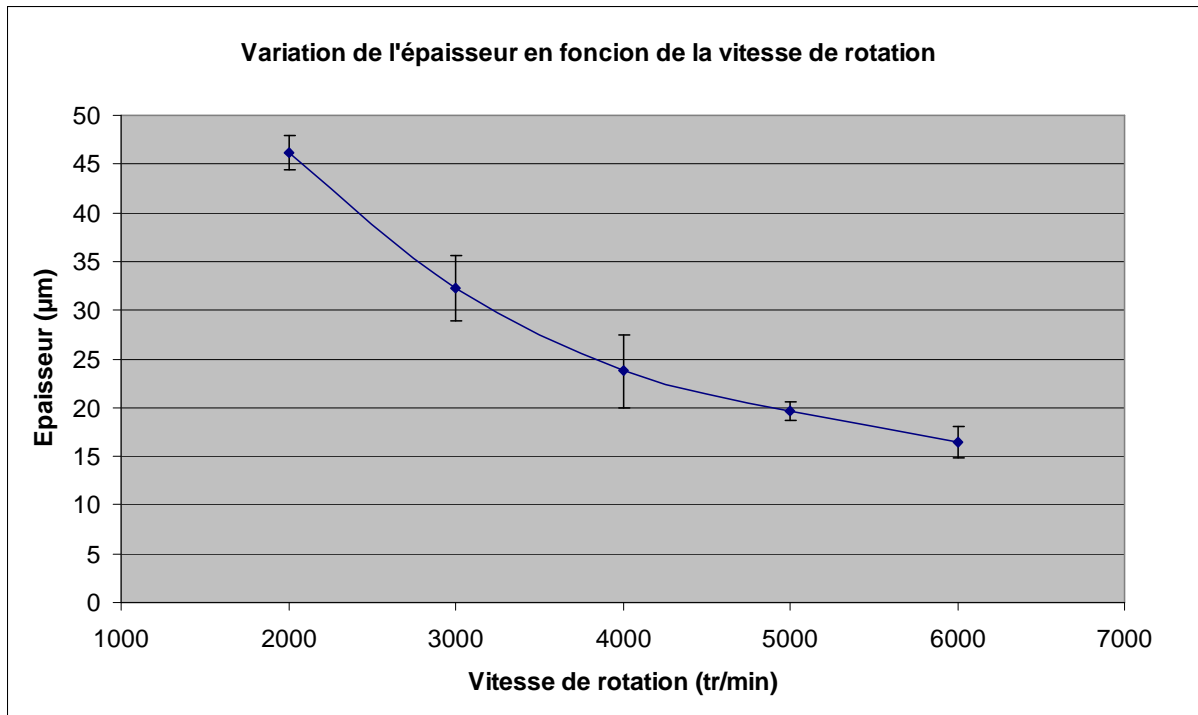
La couche de PDMS déposée par pression sur les aimants est très fine, de l'ordre de quelques μm , ce qui est très bien pour la lévitation. Cependant, on travaille également sur l'attraction de billes superparamagnétiques. Or, il a été démontré qu'une fois ces billes attirées par les micro-aimants, qu'ils soient topographiques ou thermo-patternés (Voir partie 2- Fabrication des aimants NdFeB par PVD :), il était très difficile de les décoller. Par conséquent, on peut supposer que l'effet de la diélectrophorèse risque de ne pas être assez forte pour rompre l'attraction des aimants. Pour résoudre ce problème, l'augmentation de l'épaisseur de PDMS pour réduire l'attraction sur les billes en les éloignant des micro-aimants est une des réponses possibles. Ne pouvant se faire lors du dépôt par pression il est nécessaire de le faire après. On va donc rajouter par-dessus la première couche une seconde. Le plus simple dans ce cas, vu que la surface est suffisamment plate grâce à la technique de la pression et de rajouter cette seconde couche par tournette. Donc nous devons réaliser deux types d'essais : Etablir la courbe de l'épaisseur déposée en fonction de la vitesse et vérifier les variations de la surface une fois cette deuxième couche déposée.

4-5-1 Essais d'épaisseur par dépôt avec une tournette :

Pour réaliser ces essais, nous avons déjà déposé une couche fine sur plusieurs plaques de verre qui serviront à simuler la couche de PDMS déposée sur les micro-aimants. Nous garderons une plaque avec seulement la première couche de PDMS afin d'avoir le témoin de l'épaisseur de cette couche.

Ensuite on mesure l'épaisseur des deux couches, celle qui est toujours de même épaisseur et celle que l'on veut mesurer et l'on soustrait l'épaisseur de la première couche. Pour information, la première couche a été déposée par tournette avec une vitesse de 6000 tr/min pendant 30 secondes ce qui nous a donné une épaisseur de $11,8\mu\text{m}$.

Donc voici la variation de l'épaisseur en fonction de la vitesse de rotation obtenue :



Nous avons également fait deux autres essais en augmentant le temps de rotation afin d'essayer de diminuer encore l'épaisseur ne pouvant pas aller au-delà de 6000 tr/min pour la vitesse. Nous avons donc obtenu pour une vitesse de 6000tr/min une épaisseur de 11,4 µm pour 60 secondes et 9,8 µm pour 90 secondes.

5- Assemblage :

Dans cette partie nous allons passer en revue les différentes parties de notre système complet. En premier nous monterons comment les assembler, puis nous verrons comment faire la connexion avec le monde extérieur, donc, d'une part, avec la microfluidique et, d'autre part, avec l'alimentation de nos électrodes.

5-1 Assemblage des différents éléments :

Avant de réaliser l'assemblage de nos divers éléments, passons les en revue :

- Nos électrodes en ITO sur une plaque de verre.
- Notre canal microfluidique en PDMS
- Notre aimant topographique.

A ce stade il existe déjà deux systèmes différents pour la position de notre canal. Soit il se situe sur la plaque de verre avec les électrodes, soit il se situe directement sur les aimants. Reportez vous à la partie 4- Les micro-canaux en PDMS : pour plus de détail sur la réalisation du canal microfluidique.

Voyons pourquoi ces deux positions pour le canal sont intéressantes :

Pour le canal sur la plaque de verre : Cette technique est utilisée si on veut pouvoir contrôler l'épaisseur de la couche de PDMS sur les aimants, voir qu'il n'y en ai pas du tout. Cependant il peut y avoir un léger résidu de PDMS sur les électrodes au niveau du canal. Seule l'expérience pourra nous dire si c'est problématique ou non. Nous ferons donc des essais avec les deux techniques.

Pour le canal sur les aimants : Cette technique à surtout l'avantage de ne laisser aucun résidu de PDMS sur les électrodes ce qui évite de perturber le champ diélectrophorétique car le matériaux que les électrodes « verraient » serait du PDMS et non le milieu liquide (eau déionisé).

Nous utiliserons principalement le canal réalisé sur les électrodes. Notamment car cela donne la possibilité de ne pas utiliser de couche de PDMS sur les aimants. Ceci peut être intéressant pour voir ce qui se passe si les billes sont toutes près des aimants. On pourra également voir ce qui se passe si des billes se retrouvent dans le canal de l'aimant et notamment pour les billes superparamagnétiques.

Maintenant on va réaliser le collage entre les différents éléments. Comme on a pu le voir dans la partie 4-4 Tests de collage :, on utilisera la technique du plasma d'oxygène pour coller la plaque de verre sur laquelle a été réalisé le canal PDMS et notre aimant recouvert d'une fine couche de PDMS pour «planariser» sa surface. On utilisera également le plasma pour coller notre aimant avec le canal microfluidique et notre plaque de verre. Ensuite, pour la version sans PDMS sur notre aimant, on utilisera la technique du PDMS pas totalement sec du côté de la plaque de verre avec le canal en PDMS.

Dans tous les cas il faudra faire attention à l'alignement entre le canal, l'aimant et les électrodes.

5-2 Circuit microfluidique et contrôle en débit :

Voyons comment on va réaliser les connectiques pour la microfluidique.

5-2-1 Pousse seringue et contrôleur en pression :

Tous d'abord voyons comment réaliser le flux. Pour cela, on va utiliser deux méthodes : Un pousse seringue et un contrôleur en pression. Regardons de plus près chaque appareil :

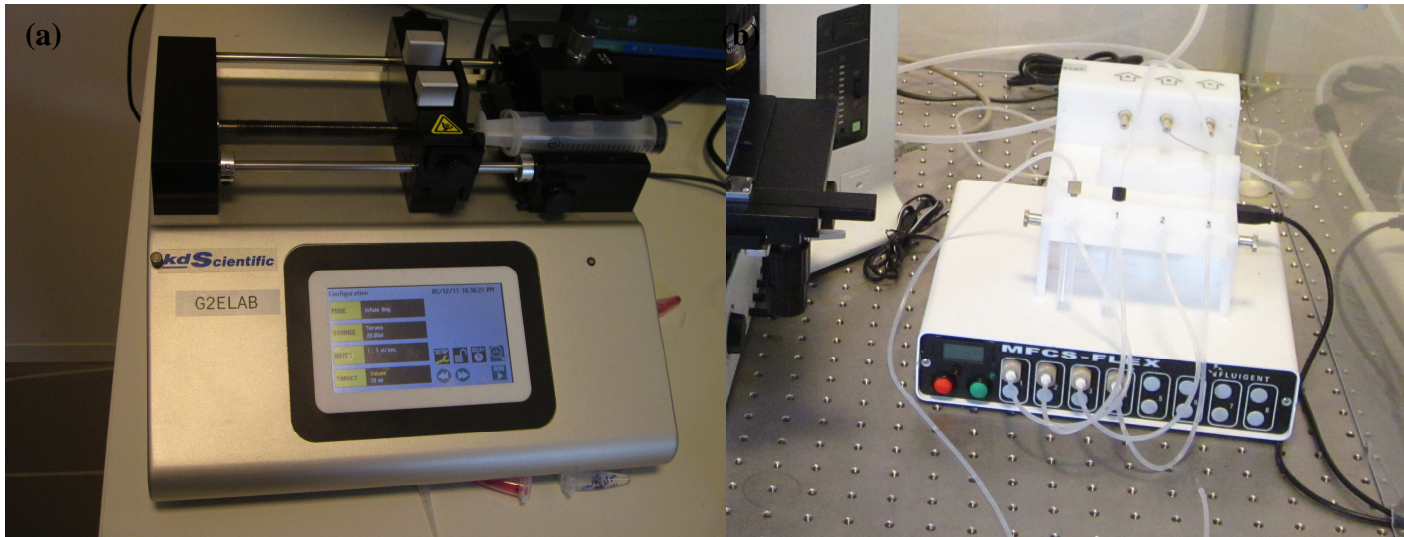


Fig. 3.16 : Photo du pousse seringue (a) et du contrôleur en pression (b).

Le pousse seringue :

Le pousse seringue est, comme son nom l'indique, un appareil qui va permettre de pousser une seringue (Fig. 3.18 (a)). L'intérêt est d'avoir un débit constant en sortie de la seringue. Ce type d'appareil est très utilisé dans les hôpitaux pour, par exemple, administrer en continu un anesthésique. Son inconvénient vient justement du fait qu'il génère un débit constant. En effet, dans notre cas, bien que l'on cherche effectivement à régler le débit, avoir un débit constant en entrée du système est problématique par le fait que notre canal est très fin et peu donc se boucher par endroits. De ce fait, le débit en entrée étant constant, la vitesse dans notre micro canal peut varier. Notre canal peut même exploser si le bouchon est trop important. De plus à faible débit il va générer des à-coups. En effet, il utilise une vis sans fin pour pousser la seringue. Or, s'il la pousse très lentement il va donner un à-coup puis s'arrêter et recommencer quelques secondes, voire quelques minutes après. De plus, les changements de vitesses, bien que l'appareil les réalise rapidement, le temps de réponse dans le canal est très lent. Cependant, il est très facile d'utilisation et une simple prise électrique suffit pour le faire fonctionner.

Le contrôleur en pression :

Le contrôleur en pression (Fig. 3.18 (b)) va mettre un débit qui ne sera pas constant, mais la pression qu'il exercera, sera constante. De cette manière, notre canal ne peut exploser sous la pression comme avec pousse seringue. De plus même si le canal se bouche légèrement, le

débit va effectivement baisser, mais si la pression reste constante, la vitesse restera elle aussi constante. De plus, il permet d'obtenir des vitesses plus faibles que sur le pousse seringue et bien plus linéaires à faible vitesse. Cependant, il nécessite une alimentation en air comprimé. Il nécessite également un ordinateur pour le contrôler. Le contrôleur de pression, plus coûteux est plus long à mettre en œuvre, mais une fois ceci fait, il se révèle plus souple et plus performant à l'utilisation. Malgré ces inconvénients, nous l'utiliserons donc en priorité pour les faibles vitesses bien contrôlées.

5-2-2 Liaison entre le canal microfluidique et le tube extérieur:

Il est bien évident qu'il va falloir relier le contrôleur en pression et notre canal. Pour ce faire on utilisera un système de tube qui d'un côté sera relié au contrôleur en pression et de l'autre à notre canal. Cependant le canal étant fermé il a donc été nécessaire de faire percer la plaque de verre ou il y a les électrodes. Ces trous ont été réalisés par entreprise extérieure spécialisée dans le perçage du verre.

5-3 Alimentation des électrodes :

Une fois que le système complet est monté, il faut alimenter les électrodes afin de pouvoir générer la diélectrophorèse. La tension doit pouvoir monter à la dizaine de Volt et la fréquence au MHz.

5-3-1 L'amplificateur par AOP :

Pour que cette alimentation soit la plus rapide à développer, on va partir d'un générateur basse fréquence qui nous génèrera notre signal alternatif. Ensuite, il va falloir l'acheminer vers nos électrodes. On va également créer un signal en opposition de phase qui sera envoyé à l'électrode adjacente pour augmenter le champ généré. Pour faire cela, le plus simple est d'utiliser des amplificateurs opérationnels.

Voyons d'abord le schéma électrique (Fig. 3.17) puis nous l'expliquerons :

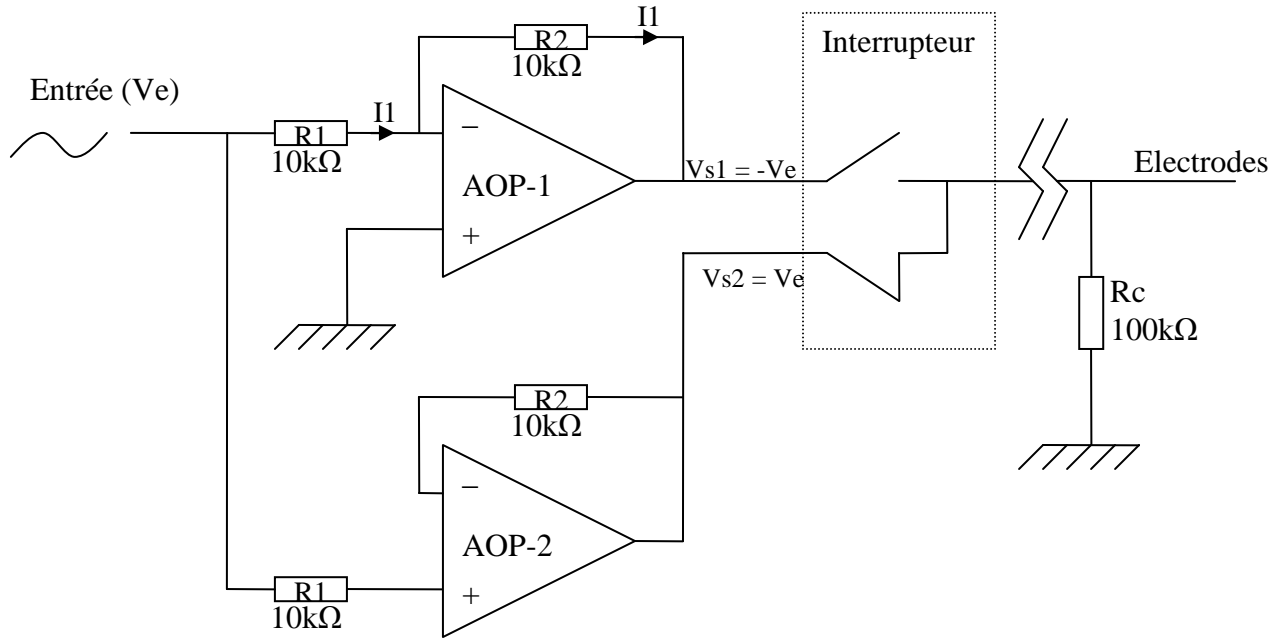


Fig. 3.17 : Schéma électrique de l'alimentation des électrodes.

On voit que l'on a donc bien notre signal alternatif en entrée issue de notre GBF. Celui-ci est reporté sur deux amplis qui vont générer chacun leur signal. Le premier sera identique à celui d'entrée tandis que le second sera en opposition de phase. En sortie, un interrupteur permet de sélectionner soit la tension initiale, soit la tension en opposition de phase.

Je rappelle que nous avons 56 électrodes différentes et qu'il y aura donc 56 interrupteurs. Les interrupteurs étant encombrant nous utiliserons des cavaliers (voir Fig. 3.18).

Faisons un peu de calcul :

Pour l'ampli AOP-1 :

$$V_e = R_1 \times I_1$$

$$V_{s1} = -R_2 \times I_1$$

$$\text{Donc : } V_{s1} = -V_e \times \frac{R_2}{R_1}$$

$$\text{Ici : } R_1 = R_2 = 10k\Omega$$

$$\text{Donc : } V_{s1} = -V_e$$

Pour rappel, un ampli opérationnel monté en amplificateur (donc avec la sortie relié à l'entrée négative), a une tension entre ces deux entrées nulle. De plus le courant d'entrée est nul. J'entends par là que ces deux paramètres ne sont pas parfaitement égaux à 0, mais que leurs valeurs sont suffisamment faibles pour qu'on les considère comme nulles. Donc le courant dans R1 est le même que dans R2 (si l'on prend l'ampli AOP-1 comme exemple).

Pour l'ampli AOP-2 :

Il est câblé en suiveur de tension. Les résistances permettent uniquement de limiter les courants et les parasites, mais il fonctionnera de la même manière si on remplace les résistances par des fils.

Donc : $V_{s2} = V_e$

Au regard du schéma, trois questions se posent :

La première est pourquoi utiliser un AOP pour générer le même signal. Tous simplement pour dissocier le GBF de nos électrodes, c'est-à-dire que le courant dans les électrodes ne provient pas (ou très peu) de notre GBF. Il permet également de garantir que le temps de retard dû à l'AOP (qui n'est pas parfait) sera le même que pour le signal inversé issu d'un autre AOP identique ceci pour garder les phases cohérentes entre les signaux.

La deuxième question est pourquoi utilise-t-on des résistances de 10 k Ω partout. Il est vrai que pour l'AOP-1, monté en ampli inverseur, il suffit que les résistances soient égales. On aurait même pu ne pas mettre du tout de résistance. Le choix de 10 k Ω permet, comme pour l'AOP-2, de limiter le courant provenant du GBF, ce qui par la même occasion permet de limiter les parasites principalement dus aux bruits thermiques.

La troisième est pourquoi ne pas se servir de l'ampli pour également amplifier le signal. Simplement parce qu'ils sont alimentés en +15 et -15 et que le GBF est également capable de sortir des tensions de 30V crête à crête. Il est donc plus intéressant d'utiliser le GBF dans ses gammes de fréquences, car il est plus précis et génère moins de parasites.

Une résistance R_c de 100 k Ω a été rajoutée en parallèle sur chaque électrode, car j'ai remarqué que cela permettait de limiter les parasites. Ceci est sûrement dû à l'ajout d'un léger courant permettant ainsi de supprimer une partie des parasites.

5-3-2 Le système d'alimentation des électrodes complet :

Maintenant que l'ampli est fait, on va l'implémenter dans une boîte permettant de faire la liaison avec l'ampli, le GBF et les électrodes.

Voyons d'abord la boîte (Fig. 3.18) dans laquelle il y a l'ampli et qui permet de faire la liaison avec le GBF.

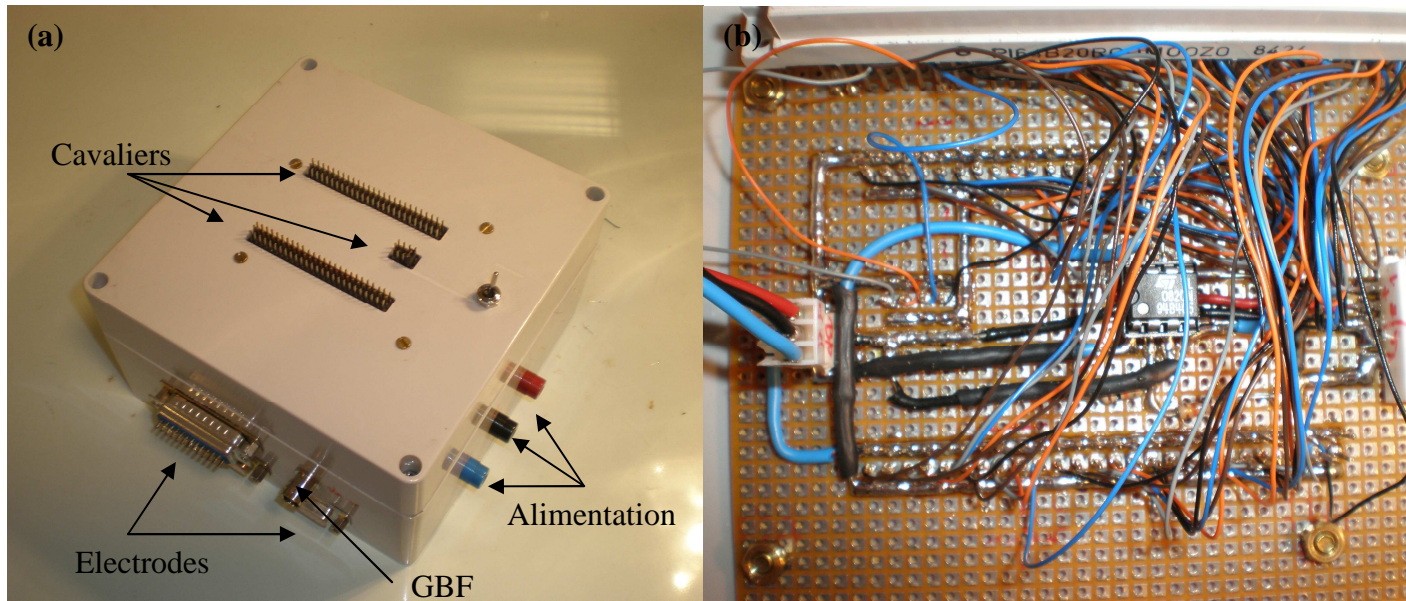


Fig. 3.18 : Boîtier réalisé contenant l'amplificateur et permettant de choisir la tension à appliquer aux électrodes. Fermé à gauche (a) et circuit imprimé à droite (b).

La Fig. 3.18 (a) permet de voir la connectique de notre boîte. Il y a plusieurs types de connectique :

Des connecteurs bananes de 5 mm pour l'alimentation de notre amplificateur opérationnel. Donc on a du +15v, 0v et -15v. Ces tensions sont issues d'une alimentation de laboratoire.

Des cavaliers vont permettre de choisir quelles tensions appliquer aux électrodes. On aura donc le choix entre V_s et $-V_s$.

Un connecteur BNC pour amener le signal issu de notre GBF.

Les connecteurs SUB-D permettent de connecter les électrodes par l'intermédiaire d'un câble que l'on peut sur la **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** coupler a son support de plaque.

Maintenant que notre système de commande est complet, on va pouvoir l'utiliser.

5-4 Support de plaques :

Pour que nos plaques avec nos aimants puissent être utilisés il faut réaliser un support. En effet le connecteur empêche de poser la plaque à plat sous le microscope. Pour cela j'ai réalisé un support avec une plaque de plexiglas (Fig. 3.19). Il a été réalisé avec une fraiseuse numérique disponible au laboratoire.

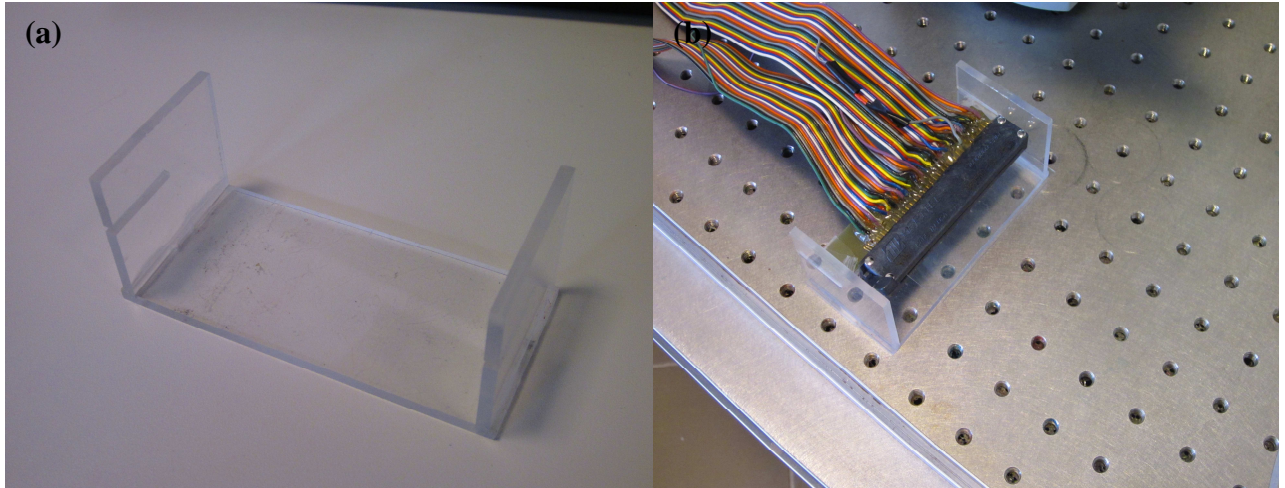


Fig. 3.19 : Support pour venir accueillir notre plaque est le connecteur pour les électrodes. Support seul (a) et avec une plaque et le connecteur pour les électrodes (b)

5-5 Système complet avec les différents appareils :

Dans ce chapitre, nous évoquerons les différents essais de diélectrophorèse réalisés. Les étapes successives seront présentées jusqu'aux essais finaux avec le système complet, c'est-à-dire avec des électrodes combinées aux aimants en flux.

Dans une première partie nous traiterons des premiers essais réalisés sans aimant et sans flux avec une goutte déposée entre les électrodes et une lamelle de verre. Pendant chacun des test, Les lamelle de verre seront séparées par une fine couche de PDMS de 74 μm . On conservera par la suite cette épaisseur dans les essais suivants.

Dans la seconde partie, nous utiliserons le système complet avec ou sans aimants sous flux. Pour cela, nous monterons le système comprenant les deux plaques de verre avec ou sans aimants et toute la partie microfluidique comprenant entre autre le pousse seringue (ou contrôleur en pression).

Voyons maintenant le système complet une fois monté (Fig. 3.20). Pour plus de détails sur chaque partie, vous pouvez vous reporter au chapitre précédent.

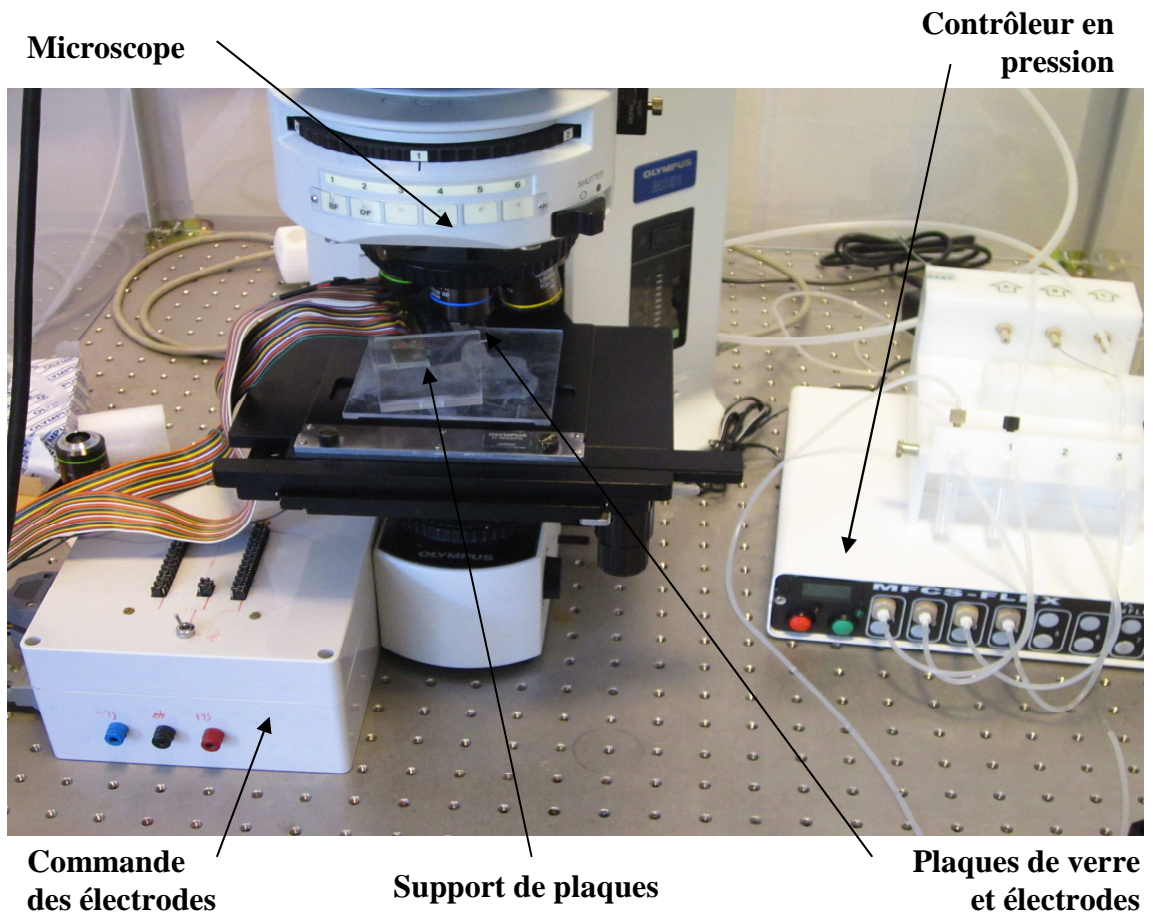


Fig. 3.20: Photographie du système complet.

. Le système est composé :

- d'un microscope muni d'un appareil photo-caméra(non visible ici).
- d'un contrôleur en pression pour contrôler la vitesse du flux. Comme vu précédemment, un pousse-seringue peut aussi être utilisé. (La connectique microfluidique n'a pas été réalisée sur la photographie).
- d'un boîtier de commande des électrodes permettant de contrôler la tension et la fréquence appliquée aux électrodes.
- d'un support permettant de maintenir la plaque sous les objectifs du microscope, comprenant un connecteur pour les électrodes.
- d'une plaque de verre électrodes, située sous les objectifs du microscope.

Ces différents éléments ont été présentés et expliqués dans les parties précédentes de ce chapitre.

6- Premiers essais, sans aimants et sans flux

Cette partie sera consacrée aux premiers essais de diélectrophorèse réalisés. Ces essais seront effectués sans aimant et sans flux à l'aide d'électrodes fournies par le LTM et sur deux modèles de billes. Ils permettront ainsi de valider cette technique avec des billes superparamagnétiques et diamagnétiques.

6-1 Billes super-paramagnétiques :

Les billes super-paramagnétiques sont plongées dans de l'eau déionisée. La tension alternative appliquée pour ces essais est de 10 V.

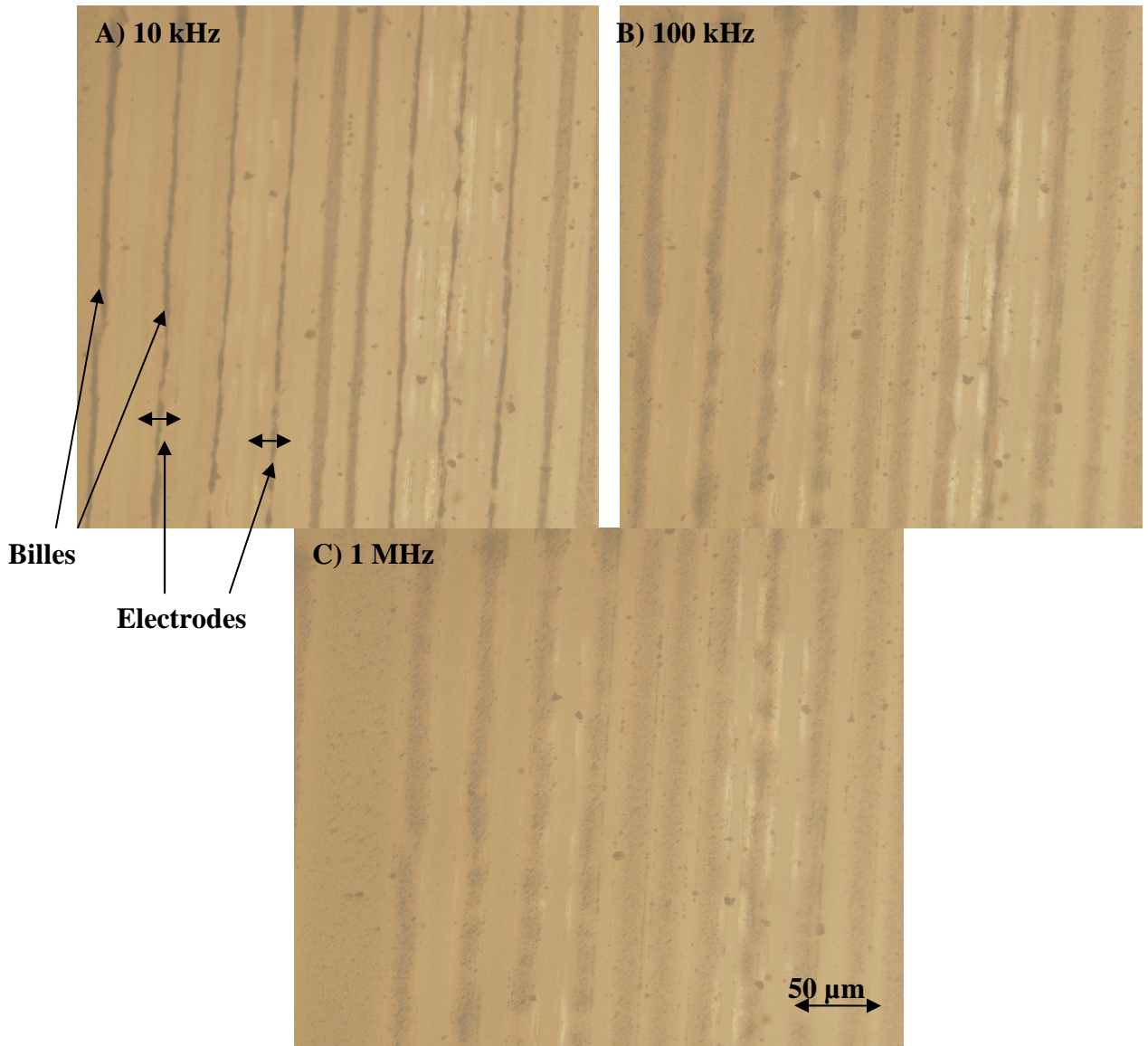


Fig. 3.21: Diélectrophorèse avec des billes super-paramagnétiques à une fréquence de A) 10 kHz, B) 100 kHz et C) 1 MHz.

Comme le montre la Fig. 3.21, plus la fréquence est basse et mieux les billes se placent au centre des électrodes. Cependant en-dessous de 10 kHz, un phénomène est observé. Un courant est créé par l'apparition d'une tension moyenne non nulle. En effet, lorsque la fréquence devient faible, la tension varie plus lentement et de ce fait la tension moyenne que l'on pourrait qualifier d'instantanée n'est plus nulle. Ceci a pour conséquence de permettre aux charges électrique de circuler d'une électrode à l'autre. C'est ce que l'on appelle l'électrolyse de l'eau [PER09]. Ce courant électrique va décomposer l'eau en dioxygène et dihydrogène gazeux. D'où l'apparition de bulle d'hydrogène que l'on a pu observer (non représentée ici). Ceci a également pour conséquence de détériorer les électrodes. En effet celles-ci s'oxydent très rapidement lors de l'apparition de ces bulle d'hydrogène et donc, détruisant les électrodes. Il ne faudra donc pas descendre dans les basses fréquences afin

d'éviter ce phénomène. La fréquence constatée la plus « efficace », que l'on utilisera, sera de l'ordre de 10 kHz.

Maintenant pour confirmer ces résultats, regardons d'un peu plus près le phénomène observé.

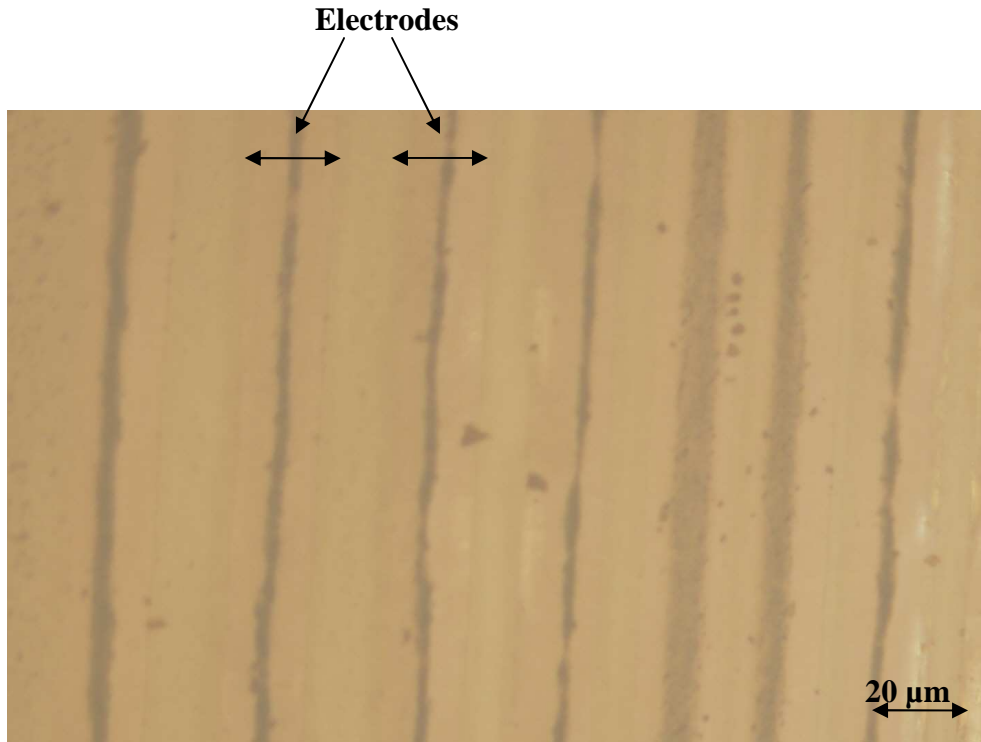


Fig. 3.22 : Diélectrophorèse négative à 10 kHz sur des billes paramagnétiques d'un diamètre de $1\mu\text{m}$ (largeur d'électrodes = $20\mu\text{m}$)

Ainsi, il est plus facile d'observer la diélectrophorèse. Celle-ci est clairement négative (Fig. 3.22). Les billes sont en effet poussées au centre des électrodes. Le champ diélectrophorétique le plus fort étant situé aux bords des électrodes, dans le cas d'une diélectrophorèse positive, les billes seraient venues se placer à ces bords (Fig. 3.23). Ce phénomène semble identique quelle que soit la fréquence testée, variant de 1 kHz à 1 MHz bien que plus marquant à 10 kHz.

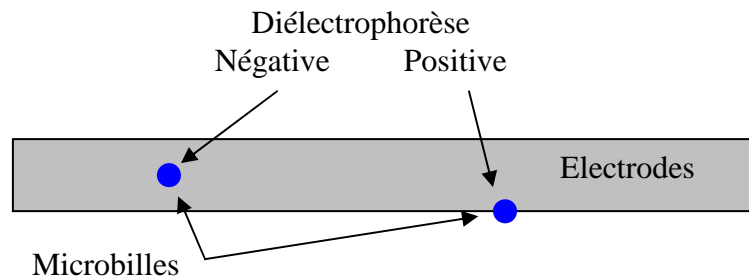


Fig. 3.23 : Position d'une microbille sur une électrode, suivant si on est en présence d'une diélectrophorèse positive ou négative.

6-2 Billes diamagnétiques :

Cette expérience a également été reproduite avec des billes diamagnétiques. La Fig. 3.24 présente le résultat obtenu.

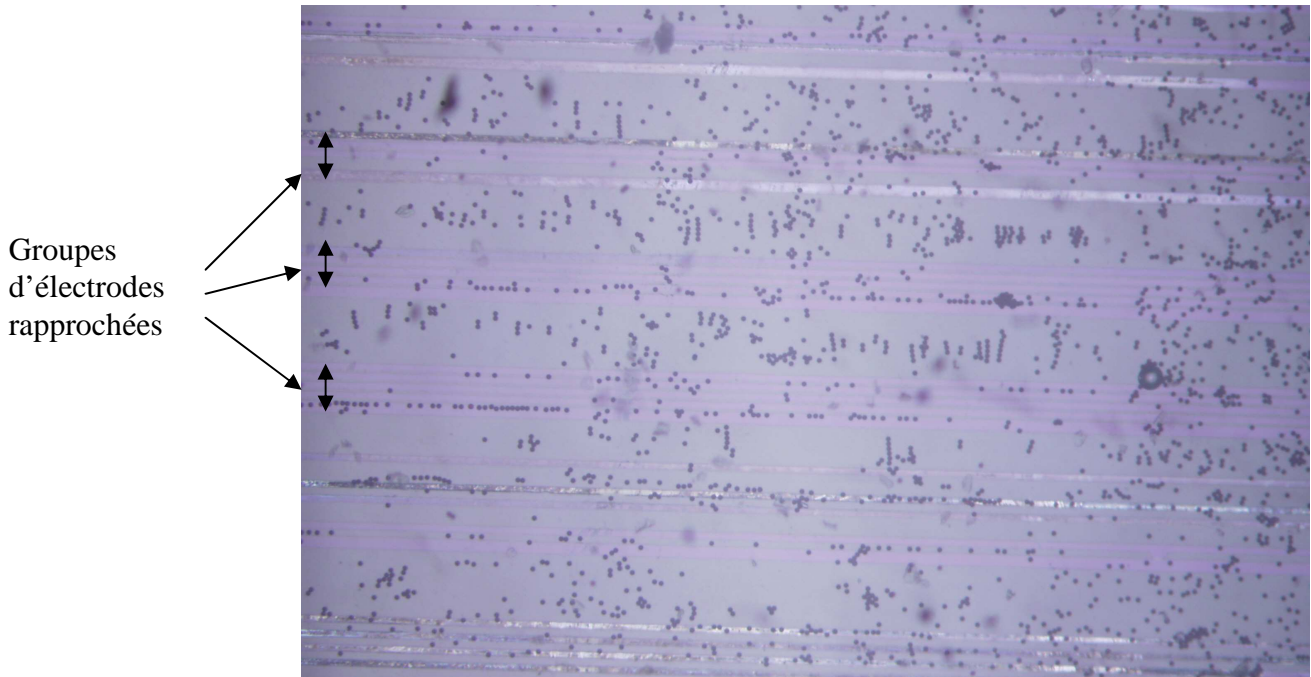


Fig. 3.24 : Diélectrophorèse négative à 10 kHz sur des billes diamagnétiques d'un diamètre de $10\mu\text{m}$, et une largeur par électrodes de $10\mu\text{m}$.

Sur cette photographie nous observons que les billes sont situées entre deux électrodes, que ce soit au niveau des électrodes rapprochées où entre chaque groupe d'électrodes. De plus, entre les électrodes éloignées, les billes s'alignent perpendiculairement aux électrodes prouvant la présence d'un phénomène de répulsion.

6-3 Vérification par le calcul :

Pour vérifier et discuter ces expériences, il nous faut estimer le facteur de Clausius Mossotti K . Comme présenté dans le chapitre I, la partie réelle de ce facteur détermine le caractère attractif ou répulsif de la diélectrophorèse suivant si ce facteur est respectivement positif ou négatif. On parle alors de diélectrophorèse positive ou négative. Dans notre cas, pour réaliser ce calcul, nous avons besoin de la permittivité relative (ϵ) et de la conductivité (σ) en S.m^{-1} des billes et du milieu. Pour rappel, le milieu choisi est de l'eau déionisée.

La formule du facteur de Clausius Mossotti vue dans le chapitre I est la suivante :

$$K = \frac{\bar{\sigma}_p - \bar{\sigma}_m}{\bar{\sigma}_p + 2\bar{\sigma}_m} \text{ avec } \bar{\sigma} = \sigma + i\omega\epsilon$$

Les billes diamagnétiques sont principalement composées de polystyrène (C_8H_8), et les super-paramagnétiques de Maghemite (Fe_2O_3). Le milieu est principalement de l'eau déionisée. Les valeurs de conductivité et des permittivités relatives de ces matériaux sont indiquées dans le tableau ci-dessous :

	Conductivité	Permittivité
Eau	0,055 μ S/cm	78
Super-para	82 à 237 S/cm	5
Dia	10 S/cm	2,5

Dans le cas d'une bille diamagnétique, le facteur de Clausius Mossotti est quasiment constant et égal à -0,47 sur la gamme de fréquences utile. La diélectrophorèse est donc négative, confirmant de façon théorique les observations faites lors des essais.

Dans le cas d'une bille super-paramagnétique, le facteur de Clausius Mossotti est toujours inférieur à -0,4 sur toute la gamme de fréquences utiles. De même que pour les billes diamagnétiques, la diélectrophorèse est donc négative, confirmant les observations faites lors des essais.

7- Diélectrophorèse en flux sans aimant :

Ici seront présentés les essais réalisés en présence d'un flux mais toujours sans aimant. Cela nous permettra de voir si les forces diélectrophorétiques, observées dans la partie précédente en absence de flux, sont suffisantes pour contrôler les billes et combattre la force du flux.

7-1 Billes super-paramagnétiques :

Penchons-nous sur le cas de billes superparamagnétiques de $6\mu\text{m}$ de diamètre dans un canal de $400\mu\text{m}$ de large (Fig. 3.25). Les billes sont plongées dans de l'eau déionisée.

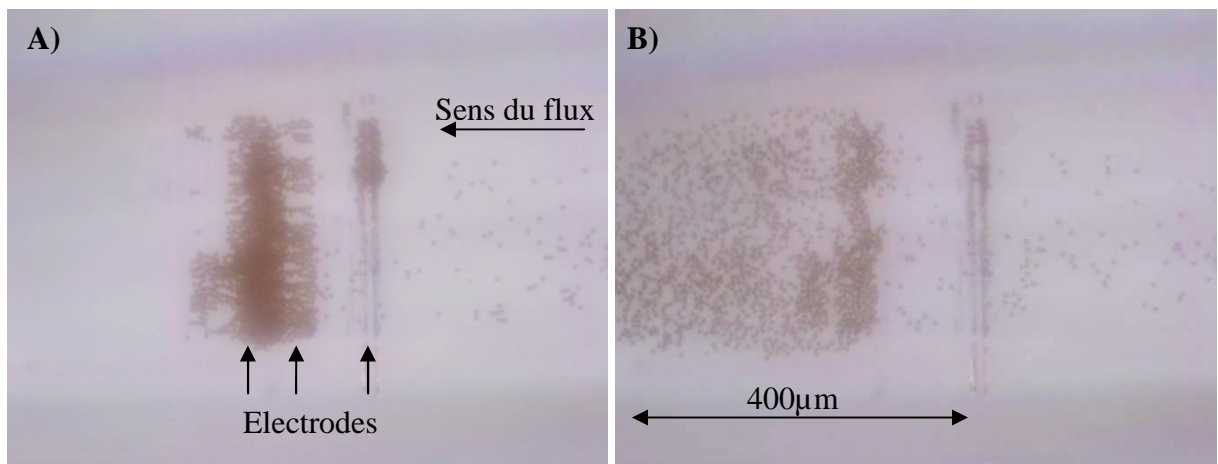


Fig. 3.25: Diélectrophorèse avec des billes super-paramagnétiques de $6\mu\text{m}$ de diamètre dans un canal avec flux. A) Les électrodes sont activées, B) Les électrodes viennent d'être désactivées.

Sur la Fig. 3.25.A) les électrodes sont actives. La fréquence utilisée est de 10 kHz, correspondant à la fréquence à laquelle la meilleure efficacité est observée. Les électrodes bloquent donc les billes. Tandis que sur la Fig. 3.25.B) les électrodes viennent d'être désactivées. L'amas de billes se décroche des électrodes et repart dans le flux.

La vitesse du flux est ici de l'ordre de $200\mu\text{m/s}$. Ceci dit, il a été constaté que les billes restent capturées jusqu'à 1mm/s .

7-2 Billes diamagnétiques :

Intéressons nous maintenant au cas de billes diamagnétiques de $1\mu\text{m}$ de diamètre toujours dans un canal de $400\mu\text{m}$ de large (Fig. 3.26). Le milieu est également de l'eau déionisée.

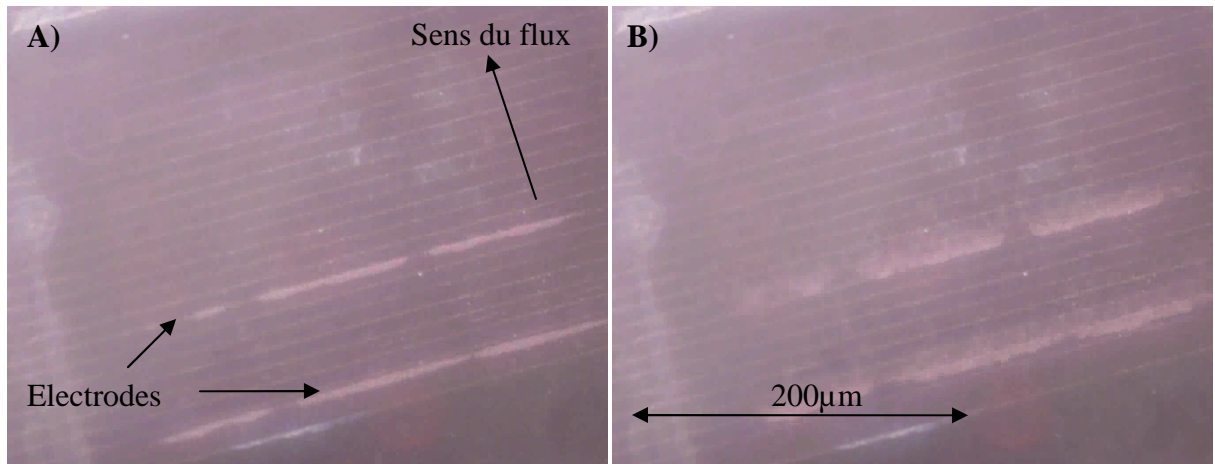


Fig. 3.26 : Diélectrophorèse avec des billes diamagnétiques de $1\mu\text{m}$ de diamètre dans un canal avec flux. A) Les électrodes sont activées, B) Les électrodes viennent d'être désactivées.

Les essais exposés ici reposent sur le principe présenté dans le paragraphe précédent. La fréquence de la diélectrophorèse est de 10 kHz et la vitesse du flux est de l'ordre de $200\mu\text{m/s}$. Sur la Fig. 3.26.A), les électrodes sont actives et bloquent les billes à leur niveau. De même, sur la Fig. 3.26.B) où les électrodes sont désactivées l'amas de billes reprend sa place dans le flux.

Cependant dans ce cas, un phénomène non visible pour les billes super-paramagnétiques, est à noter. En effet, contrairement aux observations du paragraphe 3-1 où toutes les billes de $6\mu\text{m}$ de diamètre étaient bloquées même à vitesse élevée, toutes les billes de $1\mu\text{m}$ ne sont pas bloquées. Ce phénomène peut s'expliquer par la taille des billes :

- Elle influence sur la force diélectrophorétique en r^3 , cette dernière étant une force volumique. La force diélectrophorétique est 216 fois moins importante pour les billes diamagnétiques que pour les billes super-paramagnétiques.
- Elle influence le poids qui lui aussi varie en r^3 . Le poids est donc 216 fois moins important pour les billes dia. La sédimentation des billes sera moins rapide. Se situant potentiellement plus loin des électrodes, la force qui varie exponentiellement en fonction de la hauteur sera donc d'autant plus faible.
- Et elle influence bien entendu la force hydro, en r^2

Pour améliorer l'efficacité d'un système à électrode unique, il serait envisageable de placer les électrodes en-dessous et au-dessus du canal, comme l'a élégamment montré Thibaut Honnegger au LTM, avec qui nous avons collaboré. Cependant dans notre cas, le but final étant de combiner ces électrodes aux micro-aimants, celles-ci seront par la suite placées au dessus du canal (cf partie 4 chapitre III pour plus de détails).

8- Diélectrophorèse combinée aux micro-aimants avec flux :

Voyons ici comment se comportent les billes diamagnétiques lorsque l'on combine la diélectrophorèse et le magnétisme. Pour se faire le canal micro-fluidique sera placé sur des aimants TMP (cf partie 2 chapitre III pour plus de détails).

Des billes diamagnétiques de $1\mu\text{m}$ de diamètre seront utilisées :

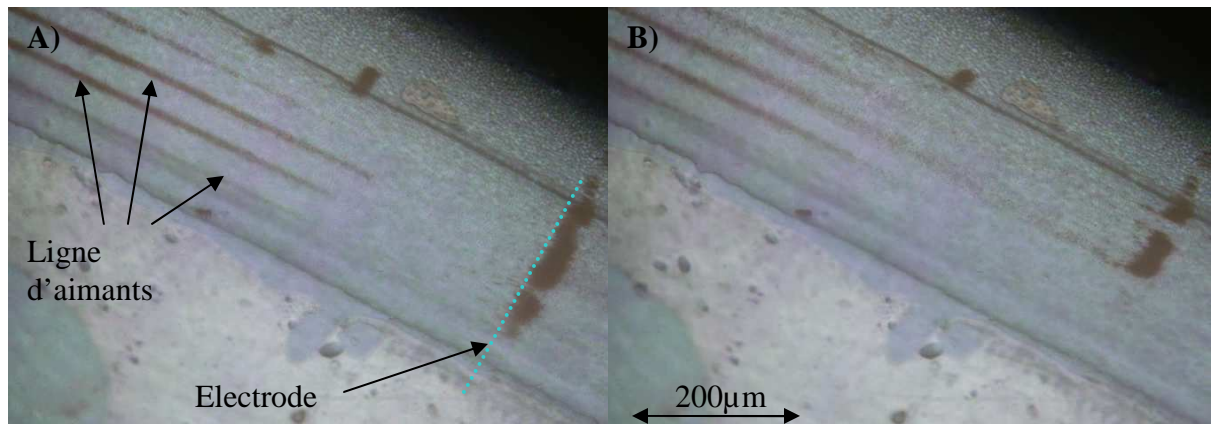


Fig. 3.27: Diélectrophorèse combinée aux aimants avec des billes diamagnétiques de $1\mu\text{m}$ dans un canal avec flux A) Les électrodes sont activées, B) Les électrodes viennent d'être désactivées. Sens du flux ?

Les aimants TMP sont constitués de lignes de $50\mu\text{m}$ de largeur. Chaque ligne possède une aimantation inversée avec sa voisine directe. Les billes étant diamagnétiques, elles viendront se placer au milieu de ces lignes. En effet, ces billes sont repoussées loin des gradients de champ les plus importants, contrairement aux billes super-paramagnétiques qui elles sont attirées par les sources de champs.

La Fig. 3.27 montre très nettement l'alignement des billes sur les aimants, même si ces aimants ne sont pas visibles. Le flux est ici très léger, de manière à bien visualiser l'alignement des billes. Sur la Fig. 3.27.A), les électrodes sont activées alors que sur la Fig. 3.27.B), elles viennent juste d'être désactivées. On constate sur cette dernière image que les billes sont relâchées et reprennent leur place dans l'alignement des aimants. Cependant quelques billes restent encore sur les électrodes mais ceci est dû au faible flux. En effet, en augmentant le temps d'observation ou le flux, elles sont également emportées et reprennent leur place sur les aimants.

L'expérience avec des billes paramagnétiques n'a pu être réalisée par manque de temps.

Conclusion :

Le début de ce chapitre nous a permis d'expliquer, étape par étape la fabrication du système et de justifier les choix technologiques faits. Pour les aimants, on a montré les différentes techniques à notre disposition ainsi que les matériaux disponibles et pourquoi nous avons choisi le NdFeB déposé par PVD à l'Institut Néel. Pour les électrodes nous avons expliqué les raisons du choix de l'ITO comme matériau utilisé. Le dessin des électrodes et les fonctions attendues a été passé en revue. Entre les micro-aimants et le wafer portant les électrodes en ITO une couche de PDMS au moins est nécessaire pour définir le canal. Le choix du PDMS a été justifié, sa mise en œuvre détaillée ainsi que son insertion et collage dans le système.

La commande des électrodes par une tension alternative de fréquence et tension variable, a également du être réalisée. De même, les techniques de microfluidique permettant de faire passer le liquide en particulier l'utilisation d'un pousse seringue et l'utilisation d'un contrôleur en pression ont été comparées.

Nous disposons donc d'un ensemble de microsystèmes microfluidiques complets associant des forces magnétiques et diélectrophorétiques combinées, chacun des paramètres, en forme, épaisseur, dimensions, flux, pouvant être facilement modifié.

La dernière partie expose les essais préliminaires réalisés avec les électrodes. Ces essais ont porté sur le contrôle de billes diamagnétiques et super-paramagnétiques dans un flux couplé ou non à des aimants.

Les premiers essais ont démontré la possibilité de contrôler les billes diamagnétiques ou super-paramagnétiques dans un flux par diélectrophorèse. Seule la possibilité de bloquer les billes a pour le moment été démontrée. Mais il est fort probable que l'on puisse aussi les déplacer dans un flux comme un aiguillage par exemple. (cf les différentes fonctions partie 3-4, chapitre III)

Quelques essais ont été réalisés avec les aimants combinés aux électrodes. Ces essais ont permis de vérifier qu'il était toujours possible de manipuler les billes soumises à un champ magnétique sans perturber la diélectrophorèse.

Chapitre IV : Vers la micro-fluidique digitale dans l'air

1- Génération de microgouttes d'eau :	124
1-1 Les différentes techniques de génération de microgouttes d'eau :	124
1-2 Les buses piézo-électriques :	125
1-2-1 Présentation de la buse :	125
1-2-2 Alimentation en eau de la buse :	127
1-2-3 Alimentation électrique de la buse :	131
1-2-4 Vision stroboscopique :	132
1-3 Problème lié à la génération des gouttes :	134
1-4 Quelques techniques envisagées de génération de microgouttes :	135
2- Répulsion de gouttes en lévitation :	136
2-1 Aimant utilisé :	136
2-2 Lévitation de gouttes en répulsion :	136
2-3 Etalonnage du puits magnétique : capteur de force	139
2-4 Force de rappel diamagnétique appliquée sur une goutte :	142
2-5 Force de répulsion électrostatique :	142
3- Premiers essais :	144
3-1 Aimant cylindrique aimanté radialement :	144
3-2 Aimant électro-érodé :	145
3-3 Micro-aimants fabriqués en salle blanche :	146
3-3-1 Concentration du milieu :	146
3-3-2 Essais sur les micro-aimants :	146
3-3-3 Essais sur d'autres micro-aimants :	149
4- Conclusion et perspective de lévitation sur micro-aimants :	151
4-1 Problème de lévitation sur micro-aimants :	151
4-1-1 Générer les gouttes là où l'on souhaite :	151
4-1-2 Vitesse des gouttes trop élevée :	151
4-1-3 La taille des gouttes :	151
Conclusion :	153

1- Génération de microgouttes d'eau :

Une grande partie de cette thèse va se focaliser sur la lévitation de microgouttes d'eau dans l'air. Cependant avant de les faire léviter, il va nous falloir les générer de façon suffisamment reproductible. Pour générer ces gouttes, nous avons à notre disposition plusieurs techniques que nous allons par la suite détailler, et allons sélectionner la plus adaptée à notre système. Le but final est de faire léviter des microgouttes sur des micro-aimants possédant des canaux inférieurs à 100 μm de largeur. Dans un premier temps, nous allons travailler avec un macro-aimant (voir partie 2-1 Aimant utilisé :). Comme nous souhaitons qu'elles lévitent sur les micro-aimants que nous réaliserons pour la thèse, elles doivent parfaitement léviter sur un aimant plus performant.

Actuellement, l'épaisseur maximale de la couche d'aimant qui peut être atteinte avec les dimensions des micro-aimants utilisés est de 50 μm . Des simulations précédemment réalisées montrent qu'une goutte de diamètre de 40 μm ne peut pas léviter sur les aimants utilisés.

Nous devons également prendre en compte que le système qui génère les gouttes devra pouvoir être intégrable pour intéresser d'éventuelles entreprises de Lab-on-Chip.

1-1 Les différentes techniques de génération de microgouttes d'eau :

De la plus simple à la plus complexe, voyons ce qui existe et ce que l'on pourrait imaginer pour créer de telles gouttes.

Pulvérisateur du commerce :

Les sprays du commerce que l'on peut trouver principalement dans les parfums sont très simples d'utilisation. Et étant répandus, ils sont également peu chers. Cela dit, avant même de faire des tests, il est prévisible que les gouttes ne seront pas reproductibles et qu'il nous sera difficile de contrôler où elles se poseront. Il s'est avéré qu'après les essais, il nous était effectivement difficile de connaître le lieu où les gouttes retombent. Nous avons eu également des difficultés à les faire léviter en raison de leurs grandes tailles. En effet, en mesurant les quelques rares gouttes qui ont lévité, nous nous sommes aperçus qu'elles faisaient plus de 50 μm de diamètre et que leurs vitesses et leurs dispositions aléatoires les rendaient difficiles à mettre en lévitation. Ceci a été confirmé par les calculs. Cette technique est de plus non intégrable donc nous l'avons abandonnée.

Buse piézo-électrique :

La buse piézoélectrique est constituée d'un microcanal dont le diamètre peut changer rapidement grâce à un élément piézoélectrique qui exerce une pression sur la paroi. Celui-ci permet de créer une dépression ou une surpression dans le canal et ainsi générer une goutte à la sortie du microcanal. Les tailles des gouttes générées et leurs vitesses sont théoriquement compatibles avec les premiers calculs que nous avons effectués. C'est cette technique que nous avons choisie d'utiliser et que nous détaillerons dans le paragraphe suivant.

Tête d'impression à jet d'encre :

Aujourd'hui, les têtes d'impression à jet d'encre sont couramment utilisées et leur fabrication est parfaitement maîtrisée. Ce serait donc un bon choix d'un point de vue intégration, d'autant plus qu'elles sont fabriquées dans du silicium. Il existe sur le marché deux grandes familles de têtes d'impression :

Le procédé thermique :

La technologie des imprimantes à jet d'encre (nommé *Bubble jet printers*), inventée par Canon, repose sur le principe qu'un fluide chauffé produit des bulles.

Le chercheur qui a découvert ce principe aurait mis accidentellement en contact une seringue remplie d'encre et un fer à souder. Cela créa une bulle dans la seringue qui fit jaillir de l'encre de celle-ci.

Les buses sont chauffées entre 300 et 400°C plusieurs centaines de fois par seconde. Chaque buse produit une bulle minuscule qui fait s'éjecter une gouttelette extrêmement fine. Le vide engendré par la baisse de pression aspire un nouveau volume d'encre liquide qui vient compenser le volume de la gouttelette éjectée, tout en refroidissant la buse.

Le procédé piézo-électrique :

Développé par Epson, le réservoir d'encre est en contact avec un cristal piézo-électrique qui va convertir les impulsions électriques en impulsions mécaniques. La paroi va se déformer suite à une excitation électrique. La surpression due au cristal provoque l'éjection d'une goutte.

Problèmes pour la lévitation :

Quelle que soit la technologie utilisée, le diamètre des gouttes générées actuellement ne peut être inférieur à 35 μm (généré avec une buse piézo-électrique de 30 μm).

Mais le problème le plus important est que les gouttes ont une vitesse initiale supérieure à 5 m/s qui selon nos premiers calculs rendent impossible l'arrêt de la goutte par les micro-aimants.

1-2 Les buses piézo-électriques :

1-2-1 Présentation de la buse :

Les buses utilisées sont des buses piézo-électriques fabriquées par la société MicroFab Technologies (Plano, Etats-Unis). Elles sont constituées d'une céramique piézo-électrique enroulée autour d'un tube de quartz (Fig. 4.1 et Fig. 4.2). L'étanchéité entre le corps en inox et le tube en quartz est réalisée avec une résine époxy. Lorsqu'une tension électrique est appliquée sur la buse, la céramique piézoélectrique se déforme et modifie la section du capillaire, donc le volume du tube en verre, créant ainsi une surpression ou une dépression du fluide dans le tube. Des ondes de pression se propagent le long du capillaire en verre. À l'orifice, le rétrécissement du tube permet de concentrer les ondes de pression et ainsi d'éjecter une gouttelette.

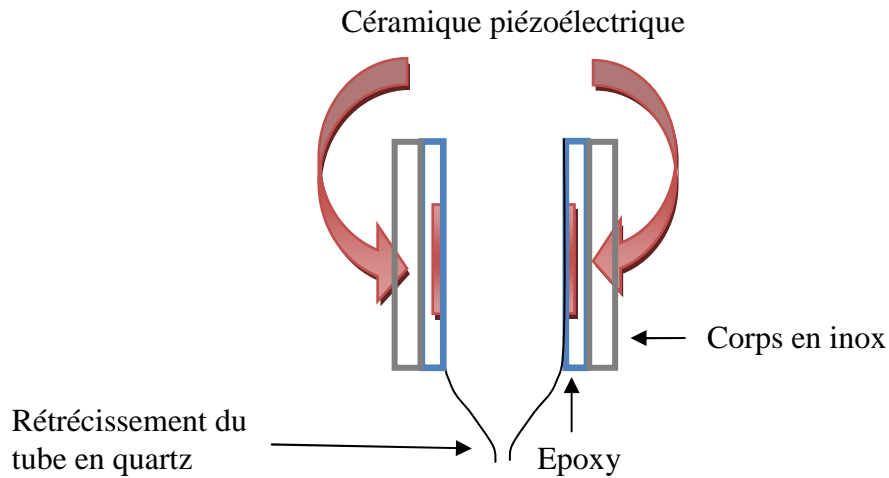


Fig. 4.1 : Structure d'une buse piézo-électrique de la société MicroFab Technologies (Plano, USA).

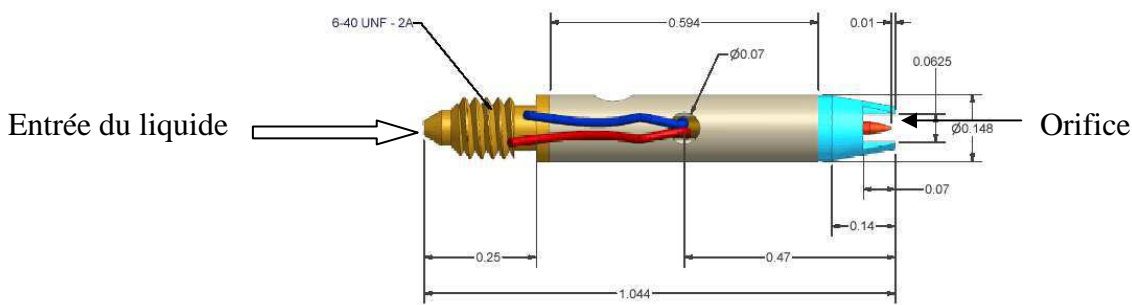


Fig. 4.2 : Schéma d'une buse MicroFab.

Les buses utilisées possèdent des diamètres d'orifice de 15, 30 et 60 μm . De manière classique, les gouttes générées ont cependant un diamètre légèrement plus large que l'orifice, environ 30, 38 et 65 μm respectivement. Certaines buses sont équipées de protections métalliques (pièce bleu clair sur la Fig. 4.2) autour de l'embout en quartz afin d'éviter de casser l'extrémité des buses lors d'un choc mécanique.

La tension électrique qui pilote la déformation de la céramique piézo-électrique et qui permet ainsi la génération d'une goutte est délivrée par un contrôleur électronique. Le signal électrique typique est donné sur la Fig. 4.3.

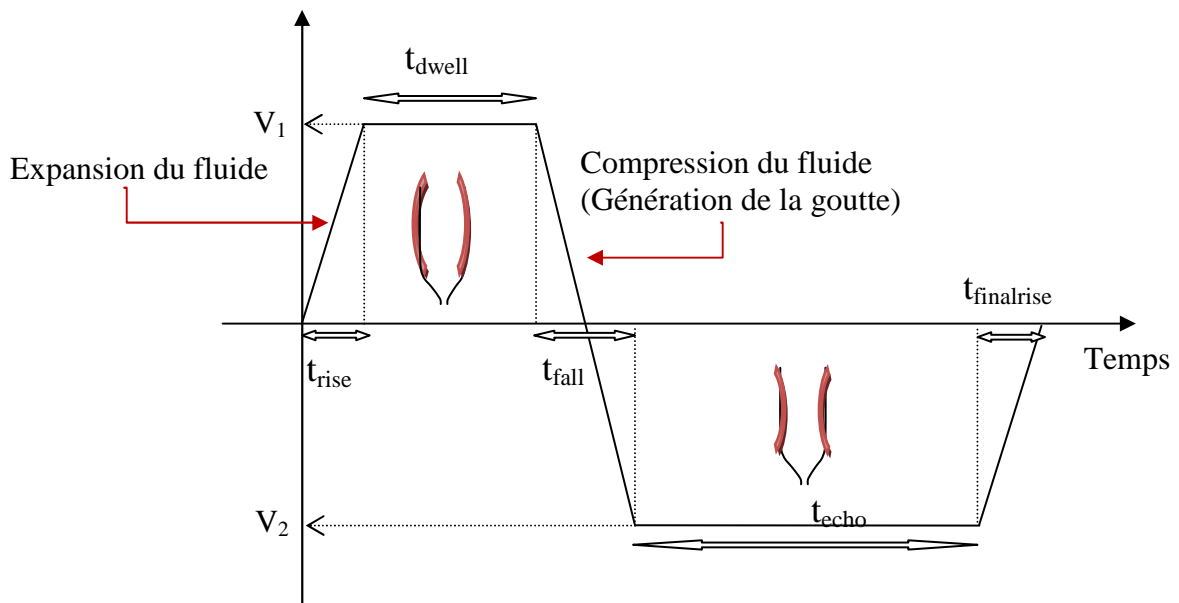


Fig. 4.3 : Tension électrique utilisée pour piloter la buse piézoélectrique.

La tension positive V_1 augmente la section du tube, créant une dépression à l'intérieur du tube en quartz. Puis, la tension V_2 contracte le tube, ce qui crée la gouttelette. Le retour à la tension de repos (généralement 0 V) pendant t_{final_rise} permet une bonne séparation de la goutte de l'orifice. Les temps caractéristiques pour les phases de transition et les plateaux en tension sont de quelques μs et de quelques dizaines de μs , respectivement.

Remarque :

Pour avoir une bonne éjection de gouttelette le constructeur recommande de prendre : $V_2 = -V_1$, $t_{echo} = 2t_{dwell}$ et $t_{rise} = t_{finalrise} = 1/2t_{fall}$. Cependant, les variations de tension ne peuvent être supérieures à 30 V/ μs sans risquer de claquer le générateur.

1-2-2 Alimentation en eau de la buse :

Contrôle en pression de la buse :

La buse est alimentée en eau à partir d'un réservoir dont le niveau est réglé à l'aide d'une seringue (Fig. 4.4 : Réglage de la pression dans la buse. Fig. 4.4). Le niveau du réservoir est important pour l'éjection, car sa hauteur permet de contrôler la pression à l'extrémité de la buse.

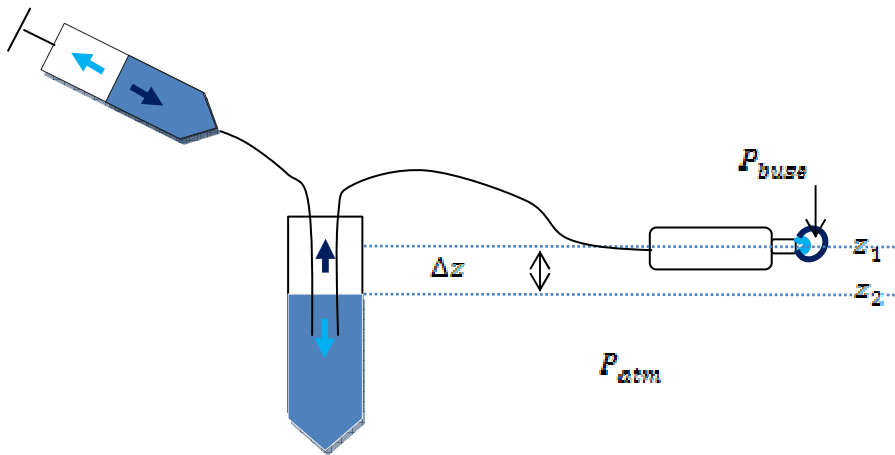


Fig. 4.4 : Réglage de la pression dans la buse.

En effet, d'après les équations de Bernoulli, on en déduit que :

$$\Delta z = z_1 - z_2 \propto P_{buse} - P_{atm} \quad (11)$$

Donc $z_1 > z_2 \Rightarrow P_{atm} > P_{buse}$

Et $z_1 < z_2 \Rightarrow P_{atm} < P_{buse}$

Lorsque l'on modifie le niveau du réservoir, on modifie la pression dans la buse. Une montée du niveau d'eau dans le réservoir accroît la pression dans la buse et inversement. La pression de la buse sera égale à la pression atmosphérique lorsque l'on aura $z_1 = z_2$.

Remarque :

D'après le théorème de la pression de Laplace, on a :

$$P_{buse} - P_{atm} = \frac{2\gamma}{R} \quad (12)$$

Si $P_{buse} > P_{atm}$, $R > 0$ (le ménisque est sortant)

Si $P_{buse} < P_{atm}$, $R < 0$ (le ménisque est rentrant)

Idéalement, il faut avoir un ménisque légèrement rentrant avant l'éjection de la goutte d'eau. Cela correspond, d'après l'équation (11), à un niveau d'eau du réservoir légèrement supérieur au niveau de la buse (Fig. 4.5).

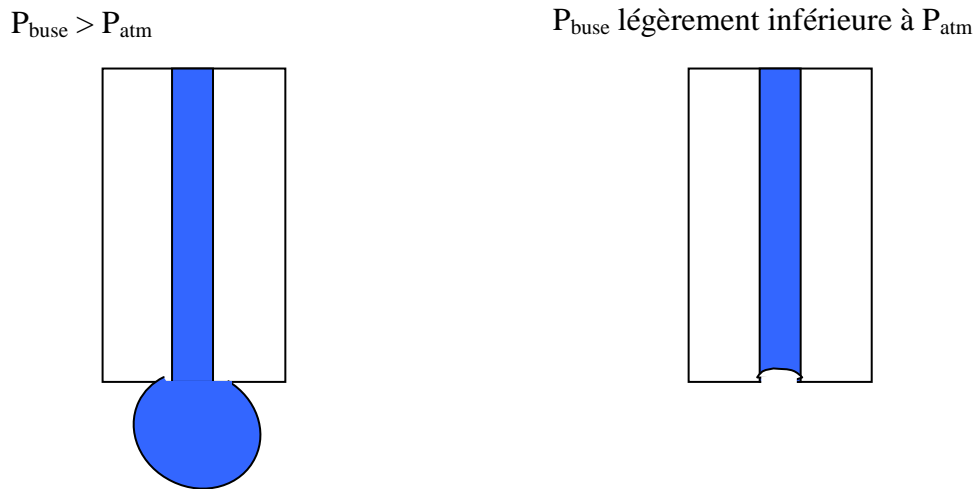


Fig. 4.5 : ménisque sortant (gauche) ou rentrant (droite) dans la buse piézoélectrique. Le deuxième cas est préféré pour générer des gouttelettes.

Protocole de génération de micro goutte d'eau :

→ On règle le niveau d'eau du réservoir légèrement au-dessus du niveau de l'orifice de la buse. Ce niveau sera ensuite à ajuster en fonction du ménisque à l'orifice de la buse.

→ Purge de la buse (Fig. 4.6) : la buse est alimentée avec de l'eau à partir d'une seringue afin de chasser toutes les bulles d'air, car la présence de bulles d'air dans la buse empêche toute éjection.

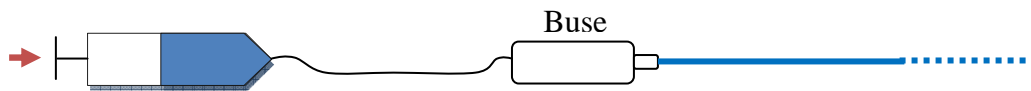


Fig. 4.6 : Purge de la buse.

On peut vérifier par la même occasion si la buse est bouchée ou non et si le jet est droit ou pas. Lorsque la purge est arrêtée, le capillaire alimentant la buse est plongé dans le réservoir d'eau.

Une goutte se forme à l'embout de l'orifice de la buse (Fig. 4.5). Cette goutte permet le réglage de la pression dans la buse en ajustant la hauteur du liquide dans le réservoir. Il faut ainsi ajuster la pression en sortie de la buse afin d'avoir un ménisque légèrement rentrant.

Remarque :

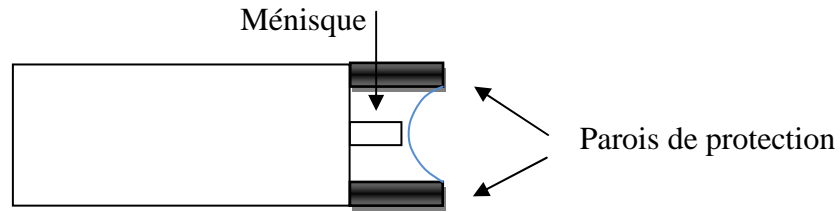


Fig. 4.7 : Un problème fréquent : ménisque sortant fusionné avec les parois de protection.

Lorsque la purge est arrêtée, un ménisque se forme parfois entre les deux parois de protection de l'embout. Ce phénomène devient plus présent lorsque la buse est inclinée. Dans ces conditions On ne peut pas régler de manière précise la pression dans la buse. Le ménisque est alors aspiré avec un papier sans peluche, pour éviter de salir l'embout, puis la pression dans la buse est ajustée en fonction de la trajectoire de la goutte d'eau.

Le schéma complet du montage est le suivant (Fig. 4.8 et Fig. 4.9) :

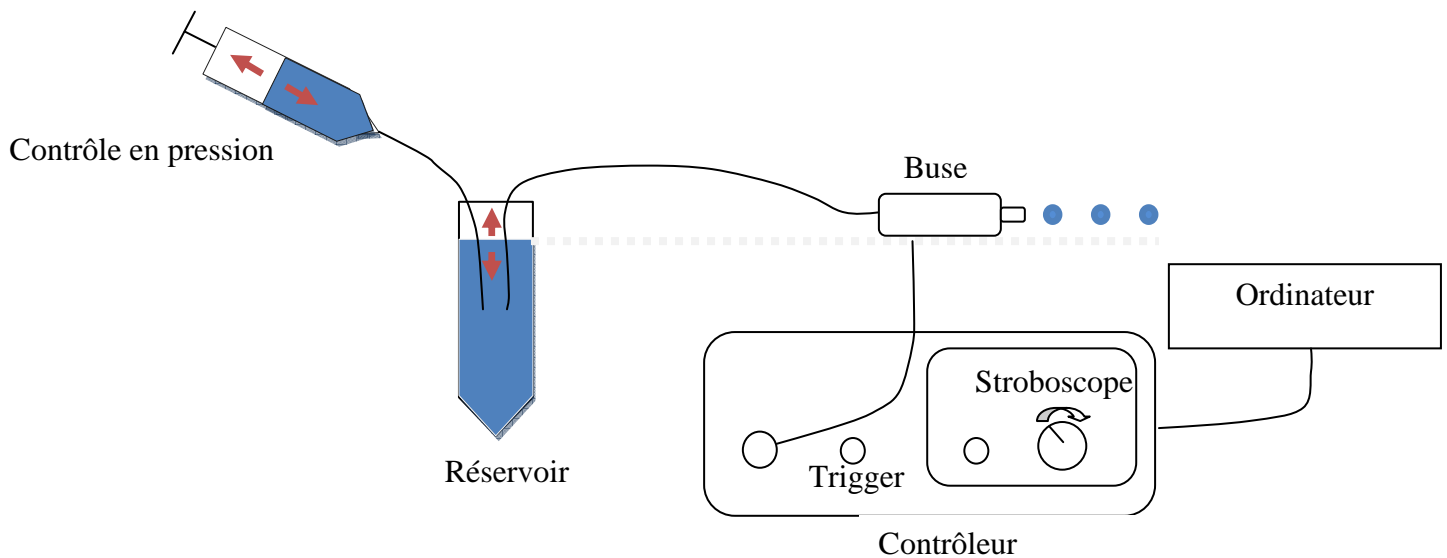


Fig. 4.8 : Schéma du montage pilotant la génération de goutte.

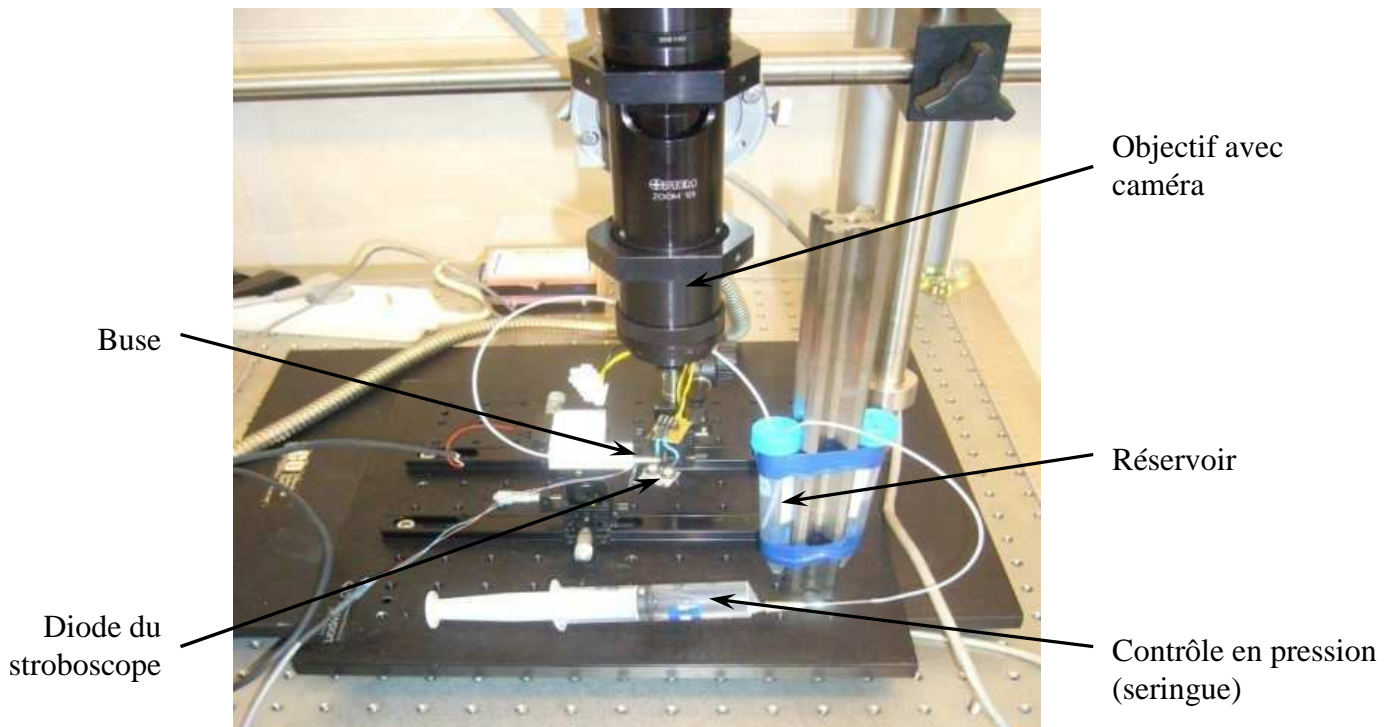


Fig. 4.9 : Montage pilotant la génération de goutte.

1-2-3 Alimentation électrique de la buse :

Un logiciel pilote le déclenchement de la tension électrique délivrée par le contrôleur électronique ainsi que l'éclairage stroboscopique pour la visualisation des gouttes générées par la buse (voir partie 1-2-4 Vision stroboscopique).

L'interface graphique du logiciel fourni par MicroFab Technologies est présentée Fig. 4.10. On distingue sur cette interface le signal V_{Buse} dont on peut modifier les paramètres.

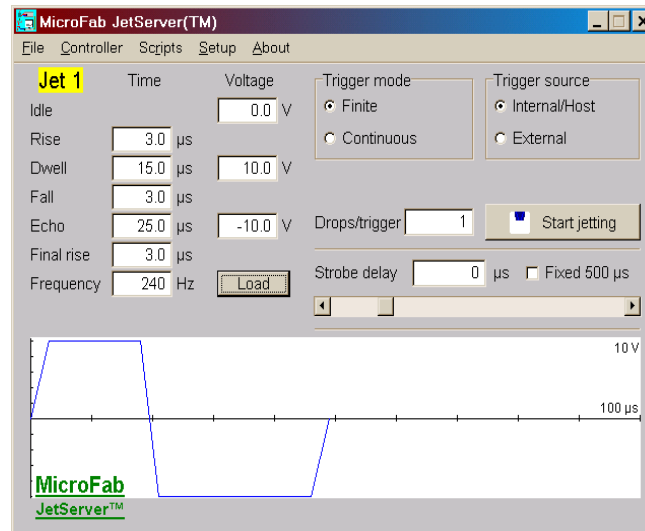


Fig. 4.10 : Logiciel de pilotage du contrôleur électronique.

Le mode « Finite » ou « Continuous » définit si l'on veut générer une seule goutte ou un jet continu de gouttelettes. On peut choisir de déclencher le signal V_{buse} par l'ordinateur (« Internal/Host »). On peut aussi commander l'éjection par un signal externe (« External »). Dans les expériences décrites plus loin, la synchronisation en externe a été choisie avec un signal carré délivré par un générateur de fonction.

1-2-4 Vision stroboscopique :

La vitesse de la goutte est bien trop grande pour qu'on observe sa trajectoire avec une caméra. C'est pour cela que l'on utilise la vision stroboscopique : une diode électroluminescente éclaire la buse à la fréquence ($F_{synchrono} = F_{buse} = 1/T$) d'éjection de la buse (Fig. 4.11). De cette manière, la caméra enregistre la superposition des gouttelettes successives.

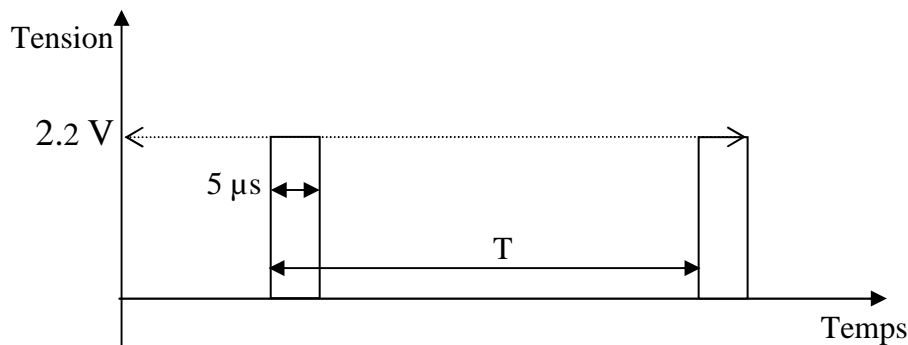


Fig. 4.11 : Tension en entrée de la diode pour la vision stroboscopique.

Sur la Fig. 4.12, la goutte 1 est éjectée à l'instant t_0 . À l'instant t_0+T , la goutte 2 est à la même position que la goutte 1 à l'instant t_0 , car le phénomène d'éjection d'une goutte d'eau par une buse est un phénomène reproductible.

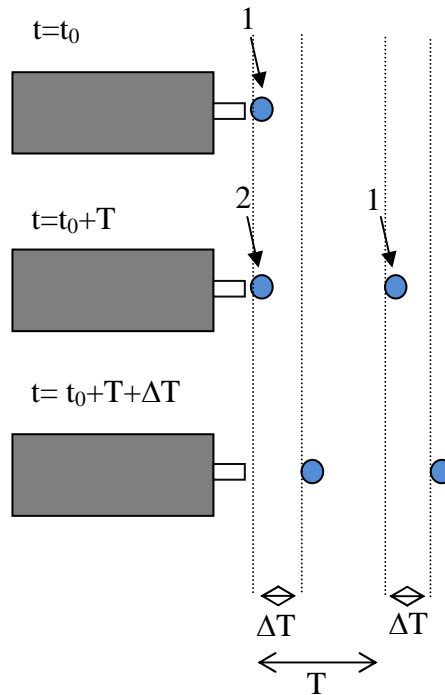


Fig. 4.12 : Principe de la vision stroboscopique.

Si on insère un retard ($\Delta T < T$) dans l'éclairage de la diode, on observe la goutte avec un retard ΔT . Ainsi, en faisant varier ce retard, on observe la trajectoire de la goutte. Le retard ΔT peut être contrôlé avec un potentiomètre sur le contrôleur ou depuis le logiciel (paramètre « Strobe delay » sur la Fig. 4.10).

La Fig. 4.13 montre une vue de dessus de la caractérisation stroboscopique :

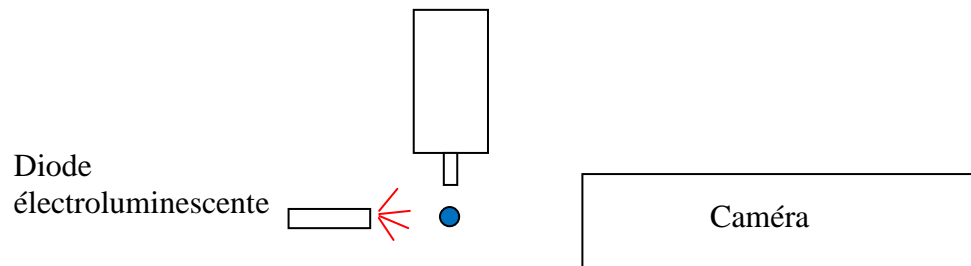


Fig. 4.13: Montage de la vision stroboscopique.

Les deux images de droite sur la Fig. 4.14 ont été capturées avec un retard de $200 \mu s$. Ceci nous permet de calculer la vitesse de la goutte.

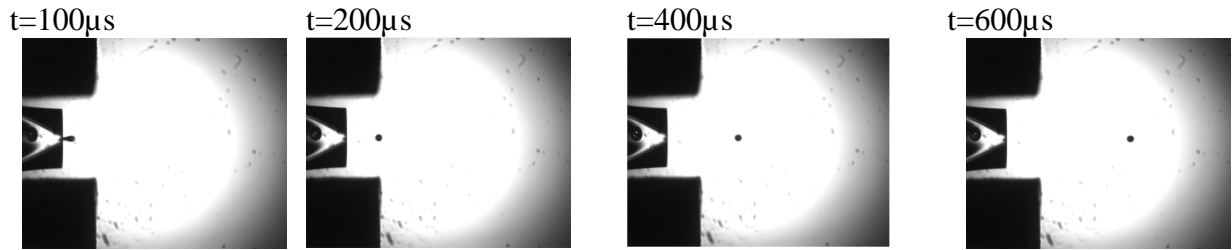


Fig. 4.14 : Trajectoire d'une goutte éjectée par une buse piézoélectrique.

Ce que nous souhaitons obtenir, c'est l'éjection d'une seule goutte dont la vitesse et le volume sont contrôlés. Nous allons donc jouer avec ces paramètres afin d'obtenir une goutte la plus petite possible avec une vitesse initiale faible tout en maintenant une reproductibilité du jet de gouttes.

1-3 Problème lié à la génération des gouttes :

Lors de ces expériences, nous avons rencontré plusieurs difficultés qu'il a fallu tenter de résoudre. En effet, rares sont les fois où la buse ne s'est pas encrassée et où il n'y a pas eu de bulle d'air, venant stopper l'éjection. Dans le cas de bulles d'air, la solution a été bien évidemment de purger le tube en quartz et le capillaire d'alimentation. Cependant, ne travaillant pas dans une salle blanche, les problèmes de poussières ont certainement été les plus gênants. Au fur et à mesure de nos expérimentations, nous avons compris que la poussière pouvait provenir tant de l'air ambiant que du liquide. Nous avons filtré l'eau à l'aide de filtres dotés de pores de 0,2 et de 0,8 μm de diamètre. Cependant, le filtrage ne résout pas entièrement le problème. En effet, la poussière peut très bien provenir de l'extérieur. Jérémie Nussbaumer et moi-même avons réalisé une cage en plexiglas sur laquelle était connectée une arrivée d'air comprimé et filtré, afin de créer une surpression destinée à limiter l'arrivée de poussières sur le plan de travail (Fig. 4.15).



Fig. 4.15 : Photo de la cage en surpression destinée à limiter la poussière dans l'air.

La cage n'est bien évidemment pas hermétiquement close. Il ne nous a donc pas été possible de contrôler l'humidité, ni la pression. Le contrôle de ces derniers paramètres reste un enjeu fondamental pour une meilleure maîtrise de l'éjection de goutte. À l'heure actuelle, le transfert du banc expérimental en salle blanche est envisagé, mais reste encore au stade de

l'étude, étant donné le coût d'une telle opération. De la même manière, l'usage d'une boîte parfaitement hermétique reste une solution peu pratique pour des raisons d'accessibilité à l'équipement.

Rappelons que l'objectif visé dans cette partie est de générer des gouttes pour les mettre en lévitation sur des micro-aimants en vue d'une intégration future sur des laboratoires sur puce. L'intégration dans un système packagé devrait résoudre automatiquement tous ces problèmes de poussières qui apparaissent dans nos manipulations. L'intégration ultime est donc, non seulement possible avec les choix qui ont été faits, mais devrait résoudre une partie des difficultés rencontrées.

Le principal défi reste de trouver un moyen de ralentir la goutte sur une distance très petite afin de la piéger dans un puits diamagnétique voisin.

1-4 Quelques techniques envisagées de génération de microgouttes :

Après les difficultés à générer des gouttes suffisamment petites et lentes pour être ralenties et piégées par nos micro-aimants, nous avons cherché à imaginer d'autres techniques non encore testées.

Rebond sur surface hydrophobe :

Toujours en utilisant les buses piézo-électriques, mais cette fois-ci sur une surface plate et hyper hydrophobe afin que la goutte rebondisse dessus. Ceci permettrait d'éliminer la vitesse de la goutte. Cependant, actuellement les micro-aimants utilisés sont fabriqués avec des puits dans lesquels les gouttes sont censées léviter. Donc la surface au fond du puits est bien trop petite et trop rugueuse pour qu'une goutte y rebondisse.

Fusion in situ en lévitation :

Au lieu de chercher à mettre en lévitation une microgoutte que nous aurions créée ailleurs, pourquoi ne pas la créer directement en lévitation? Pour cela, nous avons pensé à mettre une microparticule de glace en lévitation puis à la faire fondre. Cependant, même si générer une microparticule de glace peut paraître facile, ça l'est beaucoup moins de la manipuler. On pourrait imaginer d'utiliser un micro refroidisseur à effet Peltier au bout d'une pointe en atmosphère humide.

2- Répulsion de gouttes en lévitation :

Lors de nos essais sur un macro-aimant, nous nous sommes rendu compte que les gouttes générées par la buse piézo-électrique, une fois en lévitation, ne se regroupaient pas et même restaient à une certaine distance entre elles parfaitement reproductible. Ceci allait en contradiction avec la géométrie de l'aimant utilisé, qui aurait plutôt eu tendance à les ramener en son centre. Nous commencerons par voir de quoi est constitué l'aimant, ensuite nous essaierons d'expliquer ce phénomène.

2-1 Aimant utilisé :

Ce dispositif a été conçu par Christian Jeandey pour le piégeage en lévitation de corps de quelques centaines de micromètres (Fig. 4.16). Il a été conçu à partir d'un aimant NdFeB cylindrique, dans lequel un trou traversant de 1,6 mm a été élaboré. Ensuite, l'aimant a été découpé en huit portions identiques, puis aimantées séparément d'une manière radiale (Fig. 4.16.c). Les portions aimantées ont été ensuite assemblées mécaniquement à l'aide d'un support de maintien (socle cylindrique de laiton), pour reconstituer la forme cylindrique. Enfin, une pièce polaire de 3 mm d'épaisseur a été posée au-dessus. Son rôle est le guidage et la concentration du champ magnétique dans la zone de lévitation. Cette pièce polaire est ferromagnétique, elle possède le même rayon que le cylindre d'aimants et également un trou traversant de 1,6 mm de diamètre.

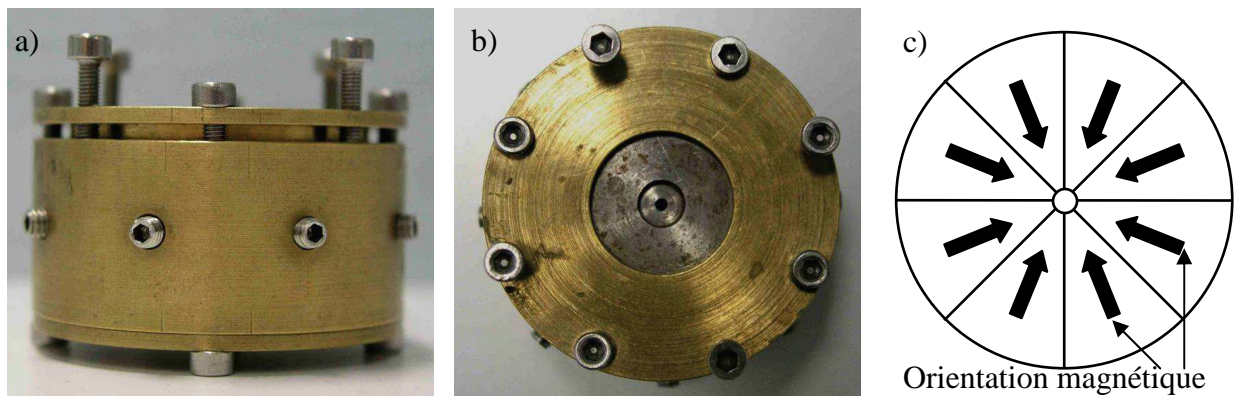


Fig. 4.16 : Aperçu de la macro-structure fabriquée par la technique de l'assemblage mécanique, (a) vue de côté, (b) vue de dessus ainsi qu'une vue schématique interne (c) de l'orientation magnétique des huit portions. Le trou au centre de (b et c) fait 1,6 mm de diamètre.

2-2 Lévitation de gouttes en répulsion :

Les gouttes éjectées avec un spray ne montrent aucune répulsion : quel que soit l'endroit où elles tombent sur l'aimant, elles viennent toutes coalescer au centre du puits magnétique.

En revanche, alors que nous éjections des gouttes d'eau déionisée avec une buse piézo-électrique MicroFab, nous avons observé plusieurs gouttes en lévitation se repoussant les unes les autres (Fig. 4.17). Plusieurs configurations ont été visualisées, suivant des géométries tantôt planaires (Fig. 4.17.a), tantôt tridimensionnelles (Fig. 4.17.b). En utilisant la buse piézoélectrique, certaines gouttes tombaient au centre du puits, d'autres tombaient de manière plus ou moins aléatoire sur les bords du puits magnétique. Les gouttes arrivant sur le

bord du puits magnétique tendent effectivement à revenir au centre, mais se trouvent repoussées les unes par les autres par une force suffisante pour empêcher la coalescence des gouttes. En revanche, celles qui tombent au même endroit et au même moment se touchent et coalescent, ce qui explique dans certains cas la présence de gouttes plus grosses.

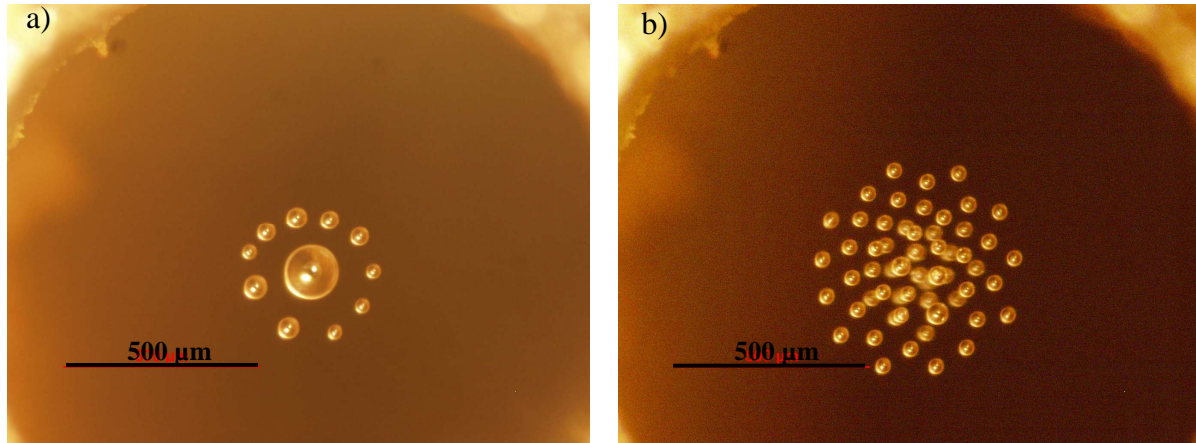


Fig. 4.17 : Différentes configurations de gouttes en lévitation.

Sur la Fig. 4.17.a, nous observons une grosse goutte de $140\ \mu\text{m}$ située au centre du puits magnétique autour de laquelle lévitent des gouttes faisant entre 40 et $70\ \mu\text{m}$ de diamètre. La grosse goutte est le produit de la coalescence de nombreuses gouttes éjectées s'étant touchées, tandis que les gouttes "satellites" se sont posées à des endroits différents du puits magnétique et se sont rapprochées en son milieu, autour de la grosse goutte.

La taille des gouttes satellites semble être corrélée à leur éloignement du puits magnétique. Les petites gouttes satellites sont les plus excentrées tandis que les plus grosses se trouvent beaucoup plus proches de la goutte centrale. Sur la Fig. 4.17.b, nous remarquons un nuage tridimensionnel de gouttes monodisperses. Contrairement à la Fig. 4.17.a, aucune goutte spécifique n'occupe le centre sur la Fig. 4.17.b. Malgré les perturbations dues à des courants d'air, ces dernières oscillent ensemble en gardant leur distance les unes par rapport aux autres. Sur la Fig. 4.17.a, toutes les gouttes lévitent sur la même orbite autour de la grosse goutte centrale, tandis que sur la Fig. 4.17.b certaines gouttes situées au centre du puits se situent au-dessus d'autres gouttes. Remarquons qu'aux extrémités du nuage, les gouttes se situent sur le même plan et observe un agencement régulier.

L'agencement des gouttes est plus probant lorsque l'on observe l'évaporation des gouttes. Les gouttes restantes se ré-agencent suivant des motifs réguliers, comme le montre la Fig. 4.18.

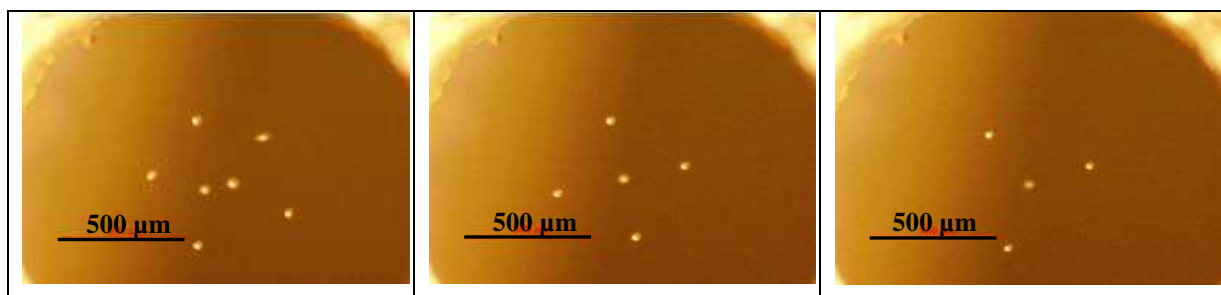


Fig. 4.18 : Réagencement de gouttes suivant des motifs réguliers après l'évaporation complète de certaines gouttes.

Mouvement et évaporation des gouttes :

Les gouttes les plus petites s'évaporent le plus rapidement. Lors de leur évaporation, elles s'éloignent du centre du puits magnétique (Fig. 4.19), confortant ainsi l'observation faite dans la partie précédente. Etant toutes en équilibre les unes avec les autres, le mouvement de l'une entraîne un réagencement des autres, ce qui donne ainsi l'idée d'une révolution autour de la goutte centrale. À une distance critique du centre du puits magnétique, la goutte est subitement éjectée contre la paroi (ou hors du puits) (Fig. 4.19).

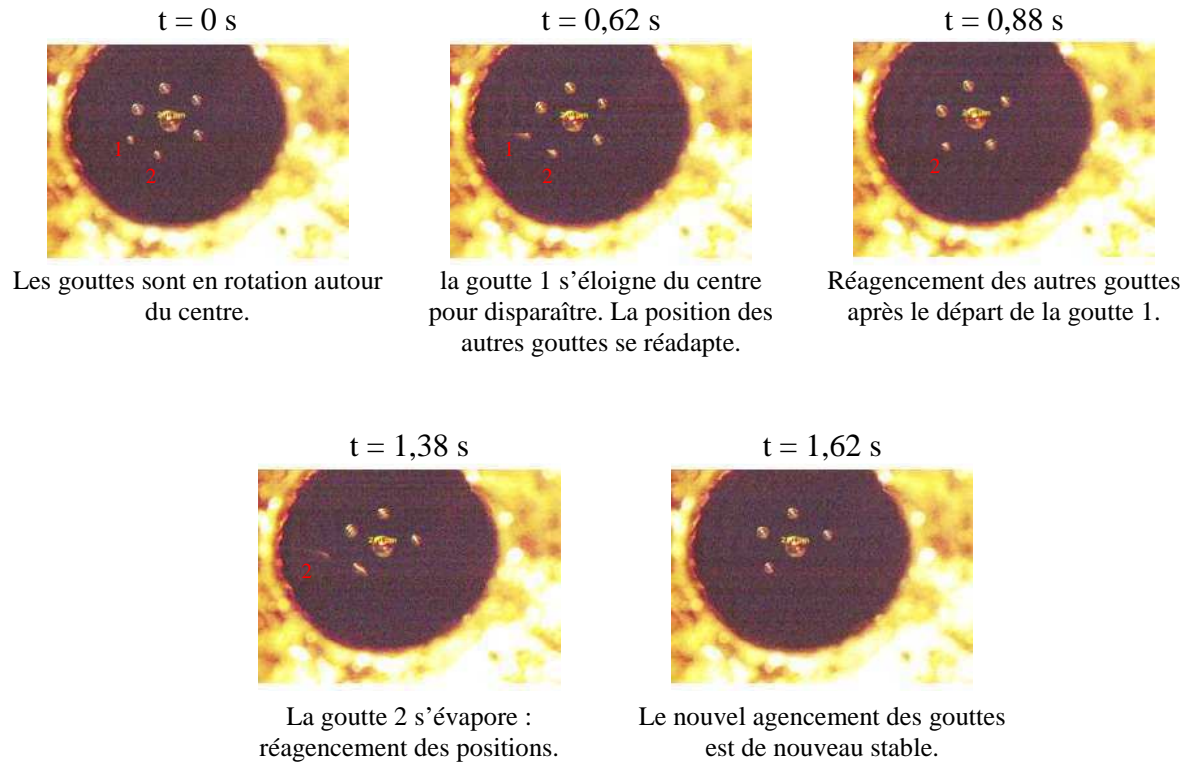


Fig. 4.19 : Evaporation et réagencement des gouttes dans un plan asymétrique.

NB : Nous observons par ailleurs que toutes les petites gouttes s'échappent du même côté. Ceci peut s'expliquer par un défaut magnétique ou par un problème d'horizontalité de l'aimant. Le réglage de l'horizontalité reste toutefois une opération délicate étant donné la précision requise. L'horizontalité a été réglée avec un niveau placé sur l'aimant, lui-même placé sur deux goniomètres orientés perpendiculairement l'un par rapport à l'autre.

Discussion du phénomène :

Nous tentons d'apporter une explication physique aux phénomènes observés. Nous chercherons dans un premier temps à décrire le puits magnétique et donc la force de rappel magnétique. Nous étalonnerons notamment cette dernière en inclinant l'aimant. Fort de l'estimation de la force de rappel magnétique, nous pourrions tenter de donner notre hypothèse sur la nature de la force de répulsion.

2-3 Etalonnage du puits magnétique : capteur de force

Pour être capable de déterminer la nature de la force de répulsion, il faut avant tout pouvoir la quantifier. Pour ce faire, nous avons étalonné le puits magnétique en l'inclinant et en mesurant le déplacement d'une goutte unique.

Description du protocole d'étalonnage :

L'aimant est incliné au moyen d'un goniomètre. En inclinant progressivement l'aimant, la goutte est petit à petit excentrée. Elle disparaît au-delà d'un angle critique α_{lim} , à une distance limite du centre r_{lim} . Cet angle et cette distance limite caractérisent tous deux l'extrémité de notre puits magnétique. En effet, lorsque nous inclinons l'aimant, nous imposons une force égale à la composante du poids dans le plan de lévitation, dite composante radiale P_r :

	$P_r(\alpha) = mg \sin \alpha \sim mg\alpha$	(4.1)
--	--	---------

Où m , g et α représentent respectivement la masse de la goutte, la constante de gravitation et l'angle d'inclinaison de l'aimant par rapport à l'axe vertical. Nous expliquons le principe d'une telle mesure à l'aide de la Fig. 4.20. Sur cette figure est représentée en bleu la force de rappel diamagnétique exercée sur la goutte en fonction de la distance. En vert, rouge, cyan et violet est représentée la composante radiale du poids de la goutte pour différentes inclinaisons.

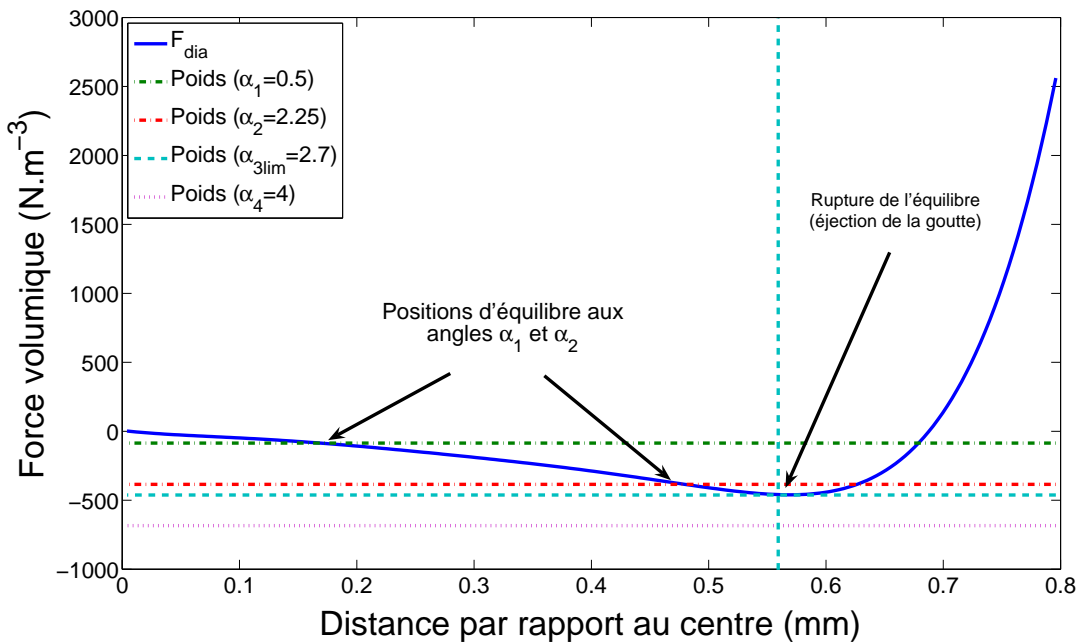


Fig. 4.20 : Position du point d'équilibre de la goutte suivant l'inclinaison de l'aimant. Les angles sont indiqués en degrés.

L'équilibre est atteint lorsque la composante radiale du poids compense parfaitement la force de rappel diamagnétique :

	$P_r(\alpha) = mg\alpha = F_{dia}$	(4.2)
--	------------------------------------	---------

Sur la Fig. 4.20, l'équilibre correspond à l'intersection de la courbe représentative de la force de rappel diamagnétique F_{dia} et de la droite horizontale représentant la composante radiale du poids $P_r(\alpha)$ de la goutte. Plus l'aimant est incliné, plus la composante P_r augmente, déplaçant ainsi l'équilibre de la goutte à une distance r mesurée.

À l'équilibre, le déplacement de la goutte est mesuré grâce à l'angle indiqué par le goniomètre. $P_r(\alpha)$ est déduit de cet angle par le biais de l'équation (4.1), on obtient alors F_{dia} (Eq.(4.2)). Ceci nous permet d'associer au déplacement de la goutte la composante de la force de rappel diamagnétique.

Deux remarques peuvent être faites sur cette méthode :

- ⇒ Cette méthode ne permet de retrouver que la partie stable de la courbe de rappel. Au-delà d'une certaine force obtenue pour une inclinaison d'angle α_{lim} , le poids devenant supérieur à la force maximale de rappel diamagnétique, la goutte est éjectée hors du puits magnétique.
- ⇒ Lors de notre étalonnage, nous n'avons pas eu à nous préoccuper de l'évaporation, car la condition d'équilibre est indépendante du volume. En effet, les gouttes ayant une taille près de dix fois inférieure à celle du puits magnétique, nous pouvons nous placer dans le cadre d'une approximation ponctuelle. La relation (4.12) nous permet d'écrire :

$$\rho V g \sin(\alpha) = \frac{\chi}{\mu_0} V (\vec{B} \cdot \vec{\nabla}) \vec{B} \quad (4.3)$$

Les deux forces étant toutes deux proportionnelles au volume, l'égalité précédente se réduit à l'expression suivante :

$$\rho g \sin(\alpha) = \frac{\chi}{\mu_0} (\vec{B} \cdot \vec{\nabla}) \vec{B} \quad (4.4)$$

En première approximation, l'équilibre ne dépend pas du volume de la goutte. Pour de petites gouttes devant l'aimant, quelle que soit leur taille, le déplacement mesuré sera le même. On a donc un capteur de force volumique. La force pourra être retrouvée en mesurant la taille de la goutte.

Résultats :

Grâce à la méthode expérimentale expliquée ci-dessus, nous étalonnons notre capteur de force en l'inclinant. Nous pouvons tracer sa courbe d'étalonnage qui représente le déplacement de la goutte mesuré en fonction de la force de rappel volumique (la mesurande).

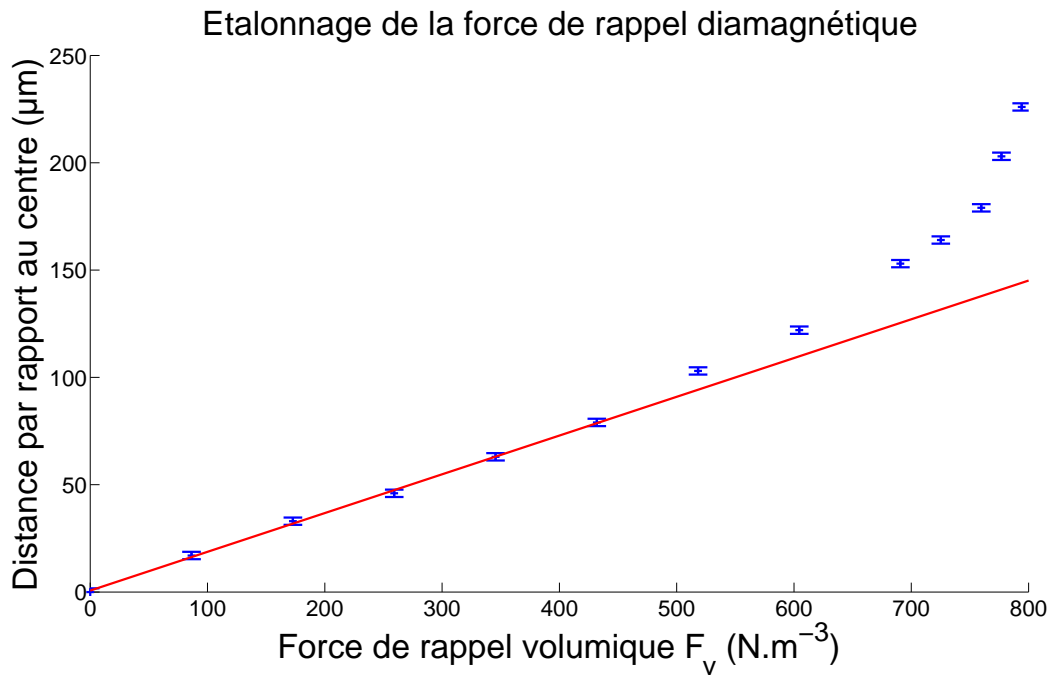


Fig. 4.21 : Etalonnage de la force volumique de rappel diamagnétique.

La courbe affichée en Fig. 4.21 a été obtenue en faisant varier l'angle de 0 à 4,6°. Pour un angle de 4,7°, la goutte est sortie du puits magnétique. La courbe montre que le capteur de force est linéaire sur une distance de 100 μm correspondant à une force volumique de 450 $N \cdot m^{-3}$. Nous avons ainsi un capteur à force volumique qui possède les caractéristiques suivantes :

Caractéristique	Grandeur	Commentaires
Etendue de mesure	450 $N \cdot m^{-3}$	L'étendue de mesure est directement liée au réglage du puits magnétique avec l'entrefer.
Sensibilité	0,18 $\mu m \cdot (N \cdot m^{-3})^{-1}$	La sensibilité dépend de la raideur volumique de la force de rappel.
Erreur de précision	6 %	L'imprécision est liée à la résolution de la caméra et au grossissement des images.
Offset	3 μm	L'offset par rapport au centre provient d'un défaut d'horizontalité

Tableau 4.1 : Caractéristiques du capteur de force volumique à lévitation diamagnétique.

La sensibilité du capteur s'exprime en $\mu m / (N \cdot m^{-3})$. Ceci veut dire que le capteur mesure des forces d'autant plus faibles que l'objet en lévitation est petit. Cependant, diminuer la taille des particules se fait au détriment de 2 paramètres :

➔ La résolution : la mesure étant réalisée optiquement, plus l'objet est petit, plus il est difficile de le distinguer et de mesurer sa position correctement. L'emploi d'un objectif plus fort sur la caméra impose une réduction du champ de vision et donc une visualisation incomplète de l'aimant.

→ la robustesse du capteur : plus la particule est petite, plus elle est soumise aux courants d'air, ce qui dans le meilleur des cas rend la mesure imprécise et dans le pire des cas peut rompre la lévitation.

2-4 Force de rappel diamagnétique appliquée sur une goutte :

Maintenant que le capteur de force est étalonné, nous pouvons estimer la force de rappel diamagnétique appliquée sur une goutte située à une distance r du centre du puits magnétique. La Fig. 4.22.a montre deux gouttes (1 et 2) en répulsion de diamètres respectifs $d_1 = 34 \pm 1 \mu\text{m}$ et $d_2 = 84 \pm 1 \mu\text{m}$, séparées par une distance $r = 238 \pm 1 \mu\text{m}$. Ces distances ont été étalonnées à l'aide d'une lamelle micrométrique fournie par la société Olympus.

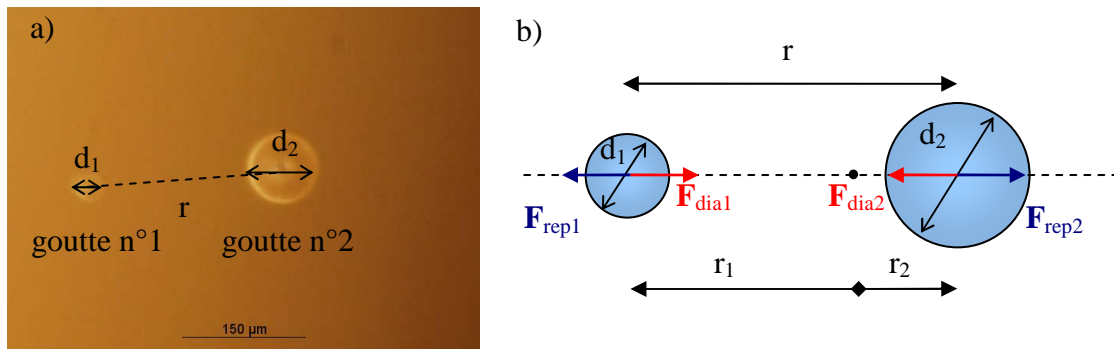


Fig. 4.22 : a) Répulsion de deux gouttes en lévitation, b) Bilan des forces appliquées sur les deux gouttes.

Les deux gouttes étant en équilibre, deux forces s'appliquent sur chacune d'entre elles : la force de rappel diamagnétique F_{dia} et la force de répulsion F_{rep} (Fig. 4.22.b). En première approximation, la goutte n°2, dont le volume est 15 fois supérieur à celui de la goutte n°1, peut être considérée comme étant au centre du puits magnétique. La goutte n°1 se situe donc à une distance approximative de $238 \mu\text{m}$ du centre du puits, en dehors de la zone de linéarité du capteur. Toutefois, en interpolant la courbe d'étalonnage représentée en Fig. 4.21, la force de rappel diamagnétique exercée sur la goutte n°1 peut être estimée à $F_{dia} = 16 \pm 2 \text{ pN}$. La principale incertitude réside dans la mesure des différentes distances. Une autre source provient de l'interpolation du fait de la non-linéarité du capteur avec la distance où se trouve la goutte. Cette erreur est toutefois moindre, compte tenu de la courbure de la pente qui converge vers une force limite [KAU11].

2-5 Force de répulsion électrostatique :

Christian Pigot dans sa thèse avait attribué la répulsion de microparticules de bismuth en lévitation diamagnétique à une répulsion coulombienne [PIG08]. En effet, des particules chargées et de mêmes signes se repoussent par interaction coulombienne. Dans le cadre d'une approximation ponctuelle, cette interaction s'exprime sous la forme suivante :

	$F = \frac{1}{4\pi\epsilon_0} \frac{q_1 q_2}{r^2}$	(4.5)
--	--	-------

où q_1 et q_2 représentent les charges respectives des deux gouttes, r la distance qui les sépare, et $\epsilon_0 = 8,854 \times 10^{-12} \text{ m}^3 \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{s}^4 \cdot \text{A}^2$ la permittivité du vide. Si on prend le cas de la Fig. 4.22,

l'hypothèse d'assimiler les gouttes à des points peut être discutée, compte tenu de la taille des gouttes par rapport à la distance qui les sépare. Cependant, par souci de simplification, nous nous contentons dans un premier temps de ce modèle.

Si l'hypothèse de la répulsion coulombienne nous semble la plus probable, c'est parce qu'elle est la seule à expliquer l'éloignement de la goutte au fur et à mesure de son évaporation. En effet, les charges contenues dans la goutte restent constantes lors de son évaporation. Ainsi, tandis que la force de rappel gravitationnelle dans le puits diamagnétique diminue au fur et à mesure de l'évaporation de la goutte, la force électrostatique reste constante. Elle peut donc expliquer l'éloignement progressif de la goutte à de telles distances.

3- Premiers essais :

Pendant que nous effectuons les essais sur la répulsion de gouttes en lévitation, nous avons également réalisé d'autres types d'essais que nous allons voir dans cette partie.

3-1 Aimant cylindrique aimanté radialement :

Pour ces premiers essais réalisés en collaboration avec P. Kauffmann et J. Nussbaumer, l'aimant réalisé par Christian Jeandey, évoqué dans la partie 2 de ce chapitre, a été utilisé.

Avec cet aimant nous avons donc réalisé différents essais dont les premiers étaient simplement de vérifier la lévitation des gouttes générées. Ces essais ont donné divers résultats, dont la répulsion électrostatique des gouttes générées par les buses (voir la partie 2 de ce chapitre pour plus de détails).

Cependant, afin de compenser l'évaporation des gouttes en lévitation, il a fallu trouver un moyen pour la réduire. Pour limiter l'évaporation problématique des gouttes, nous utilisons une éponge gorgée d'eau chaude que nous plaçons par-dessus l'aimant afin de saturer l'atmosphère. On aura auparavant réalisé un trou suffisamment grand dans l'éponge pour pouvoir placer les gouttes en lévitation et les visualiser. Cependant, après avoir mis en place cette éponge, un phénomène intéressant est apparu (Fig. 4.23).

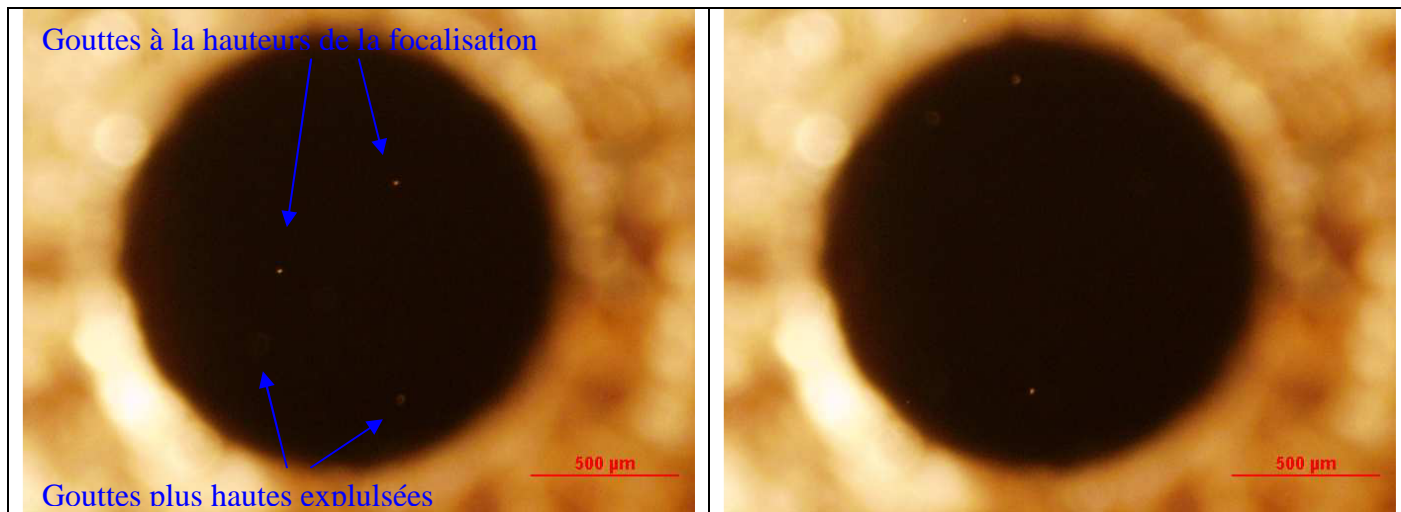


Fig. 4.23 : Effet d'évaporation de gouttes auto-générée par condensation. Celles-ci se retrouvent expulsées du puits magnétique

Nous observons des gouttes se former par condensation et remonter au-dessus du puits. Ceci a été montré en utilisant la focalisation de la caméra. Ce phénomène peut être expliqué par le fait que l'eau chaude contenue dans l'éponge s'évapore et va venir s'envelopper autour d'une poussière créant ainsi une microgoutte suffisamment petite pour être repoussée par l'aimant et soulevée. Vous pouvez voir Fig. 4.23 des points au-dessus du puits correspondant aux gouttes d'eau. Ces gouttes sont dans un mouvement très fluide parfaitement visible en vidéo. L'intérêt de ceci est limité dans la mesure où les gouttes formées se trouvent expulsées du puits de par leur trop petite taille.

3-2 Aimant électro-érodé :

Les essais suivants ont été réalisés avec un aimant de NdFeB massif électro-érodé réalisé par C. Jeandey. Cette technique permet d'effectuer des tranchées dans l'aimant. La taille des tranchées est de 150 μm de large environ bien que la largeur visée était de 100 μm . Leur profondeur est comprise entre 1 mm et 1,5 mm. Il est, cela dit, très délicat de gérer parfaitement la largeur avec cette technique. Nous avons choisi plusieurs valeurs de pas entre les rainures comme on peut le voir sur la Fig. 4.24. À la fin du procédé d'électroérosion, la structure a été aimantée à son aimantation rémanente de 1,2 T dirigé vers le haut.

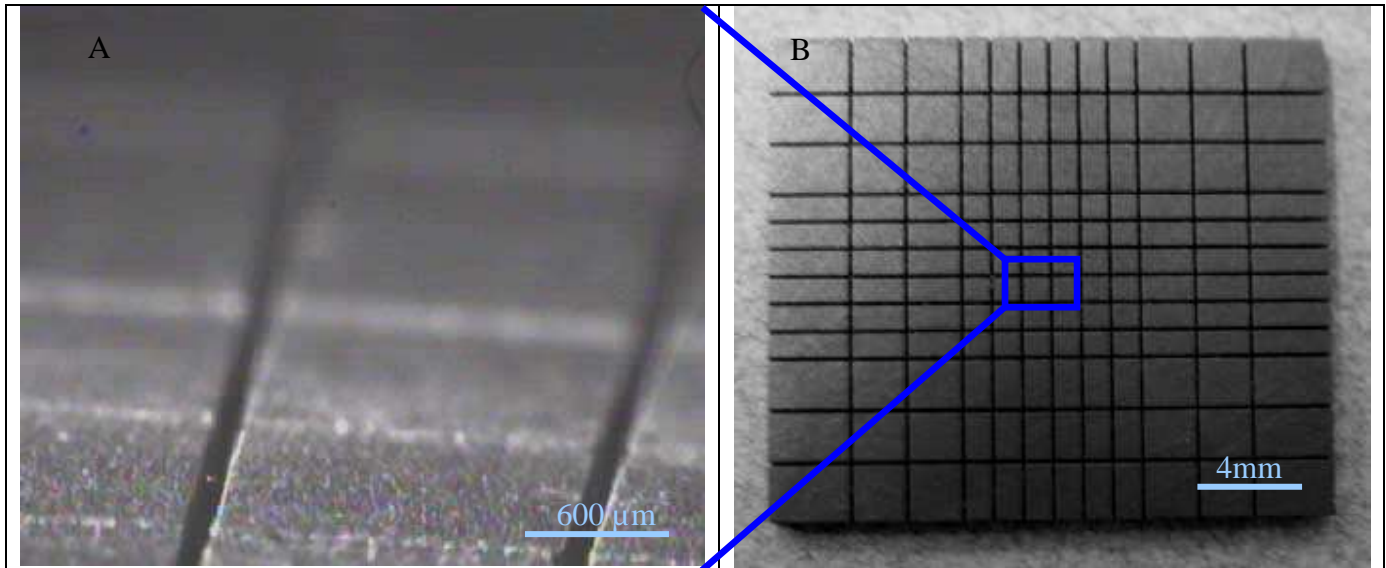


Fig. 4.24 : Aimant réalisé par électroérosion.

Mettre en lévitation des gouttes sur celui-ci s'est avéré plus difficile que prévu. Ceci est dû à la génération de gouttes qui devient relativement compliquée en dessous de 60 μm .

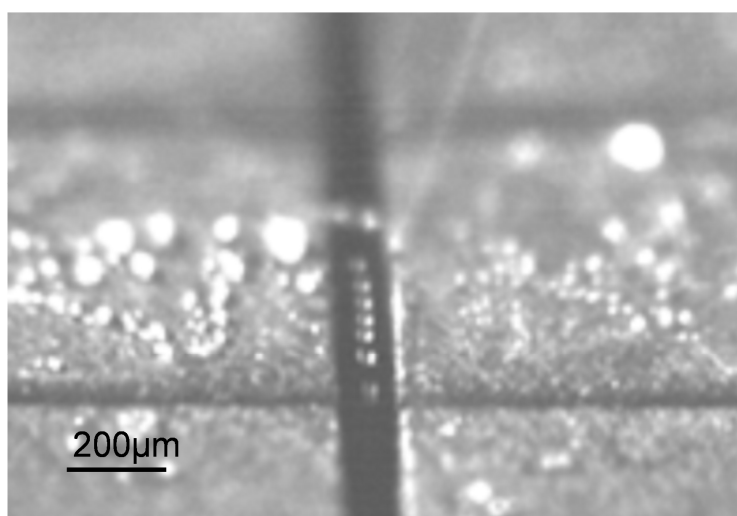


Fig. 4.25 : Gouttes de 40 μm de diamètre générées par une buse, mises en lévitation dans des tranchées réalisées par électroérosion dans un aimant massif

Cependant après de nombreux essais réalisés par H. Chetouani [CHE06], nous avons réussi à obtenir des gouttes en lévitation (Fig. 4.25) en utilisant des buses de 30 μm , mais après un paramétrage assez long à obtenir et une reproductibilité difficile (voir partie 1 de ce chapitre).

3-3 Micro-aimants fabriqués en salle blanche :

Comme nous l'avons vu précédemment, des difficultés à générer des gouttes adaptées aux macro-aimants électro-érodés sont apparues. Il était donc à prévoir qu'avec les micro-aimants, cela soit encore plus difficile. En effet les essais de diminution de la taille de la goutte et de sa vitesse afin de la mettre en lévitation sur ces micro-aimants ont été consommateurs de temps.

Cependant bien que la lévitation des microgouttes n'a pas encore été obtenue avec notre système d'aimant, nous pouvons effectuer des essais avec des microbilles de latex dans un milieu liquide.

3-3-1 Concentration du milieu :

Pour ce faire, rappelons que les billes de latex sont diamagnétiques de même que l'eau. La densité des billes est de l'ordre de 1050 kg.m^{-3} contre 1000 kg.m^{-3} pour l'eau soit des billes 5% plus lourdes. Contrairement à l'utilisation de billes super paramagnétiques, le contraste de la susceptibilité magnétique entre l'eau et les billes est très faible. Il va donc falloir modifier le milieu afin d'augmenter ce contraste. Pour obtenir cela, nous mélangerons à l'eau un produit paramagnétique : le Gd (concentration de Gadolinium). Cependant la densité de la concentration de Gadolinium est de l'ordre de 1217 kg.m^{-3} (valeurs fournies par le fabricant à 0,5 mmol/ml qui est en réalité de l'acide gadotérique (Gd-BOPTA). Vu sa densité élevée, il est impossible de l'utiliser pure sans quoi les billes flotteraient sans aucune lévitation. Il faudra donc trouver le bon compromis dans le mélange de l'eau avec le Gd pour avoir une bonne lévitation, mais sans non plus supprimer la sédimentation. L'idéal serait d'avoir une densité du milieu ainsi obtenue, comprise entre celle de l'eau et des billes de latex soit entre 1000 et 1050 kg.m^{-3} .

3-3-2 Essais sur les micro-aimants :

Pour nos premiers essais, nous avons utilisé une concentration en Gd de 3%. Ce qui correspond à une densité du milieu de l'ordre de 1010 kg.m^{-3} . Les billes sont introduites dans le même milieu que les aimants.

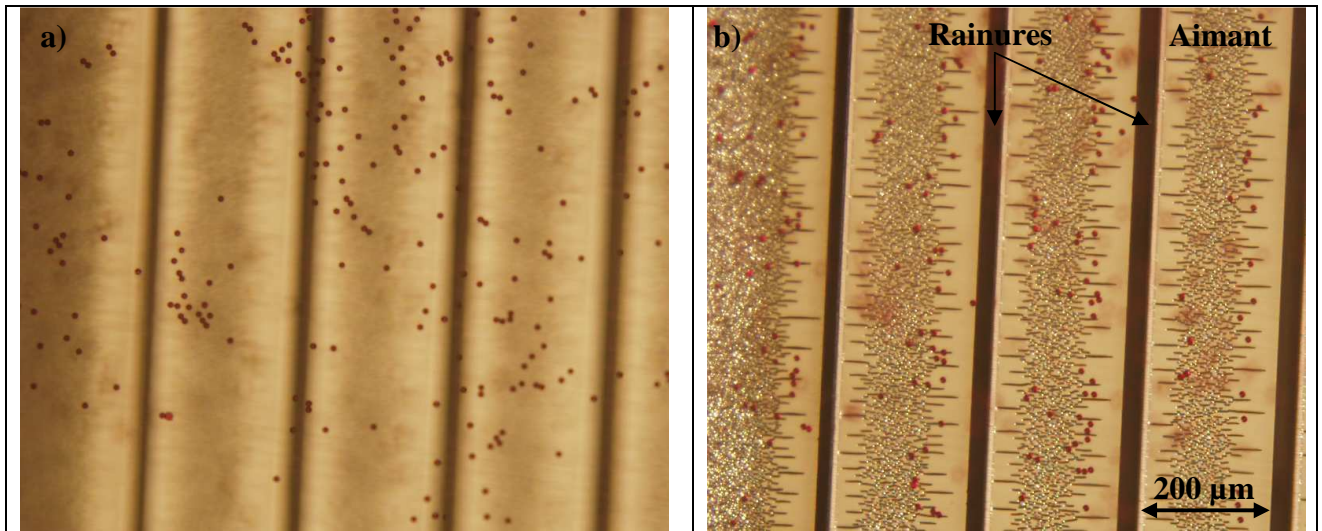


Fig. 4.26 : Vues de billes en lévitations focalisées (a) au-dessus des aimants et (b) au niveau de la surface supérieure des aimants.

Nous remarquons tout d'abord (Fig. 4.26) que les billes sédimentent donc que la quantité de Gd n'est pas trop élevée. Cependant, on peut voir qu'elles sédimentent partout sauf au niveau du gap. Même si elles étaient trop lourdes pour léviter il devrait y en avoir aux fonds des gaps. Or il se trouve qu'il n'en est rien.

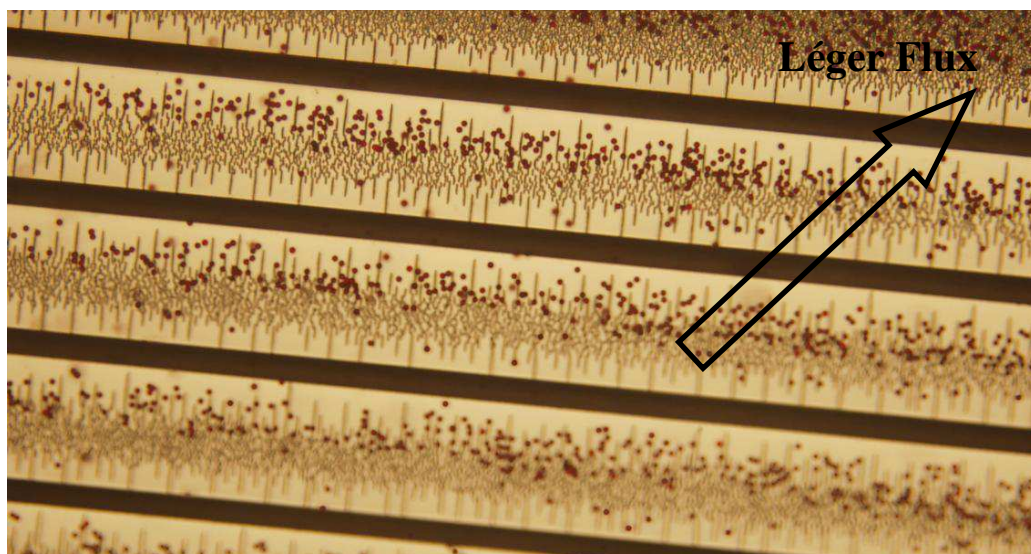


Fig. 4.27 : Billes sédimentant sur des aimants avec un léger flux.

Ici (Fig. 4.27), un léger flux a été rajouté. Cela nous a permis d'observer que les billes, après sédimentation, se bloquaient au bord des aimants et ne tombaient donc pas dans les puits.

La première explication à ce phénomène peut venir du champ magnétique. Pour ce faire, nous allons nous intéresser à l'induction pour ces aimants.

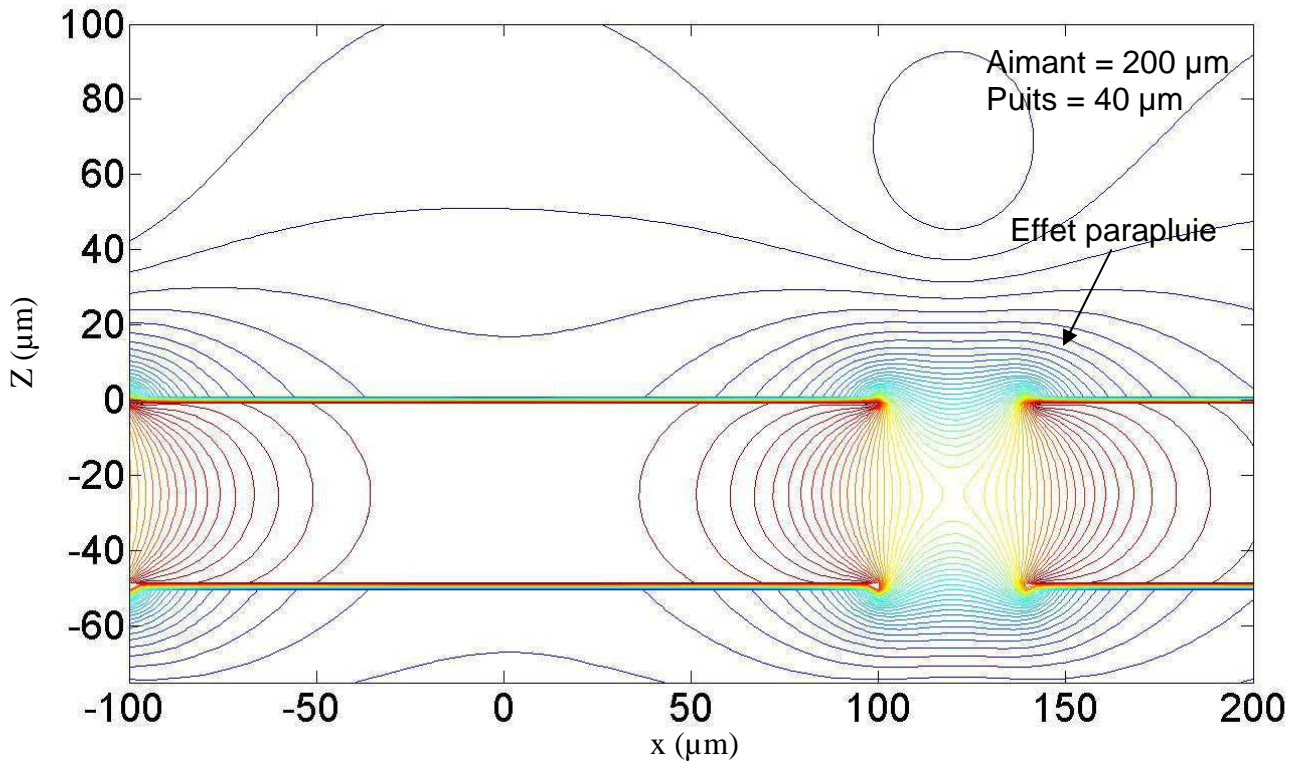


Fig. 4.28 : Simulation du module de l'induction pour les aimants fabriqués.

Nous constatons qu'il y a un effet « parapluie » au-dessus du gap (Fig. 4.28) de même qu'une barrière magnétique au niveau du bord des aimants ce qui pourrait expliquer pourquoi les billes restent bloquées à cet endroit. Comme un puits magnétique au-dessus des aimants, plus large que le gap, est observé, on peut en déduire que si cela était l'inverse, le puits magnétique se retrouverait au-dessus du gap. Le but est donc de voir à partir de quel rapport entre la largeur des aimants et du gap, nous avons un puits au-dessus de ce dernier.

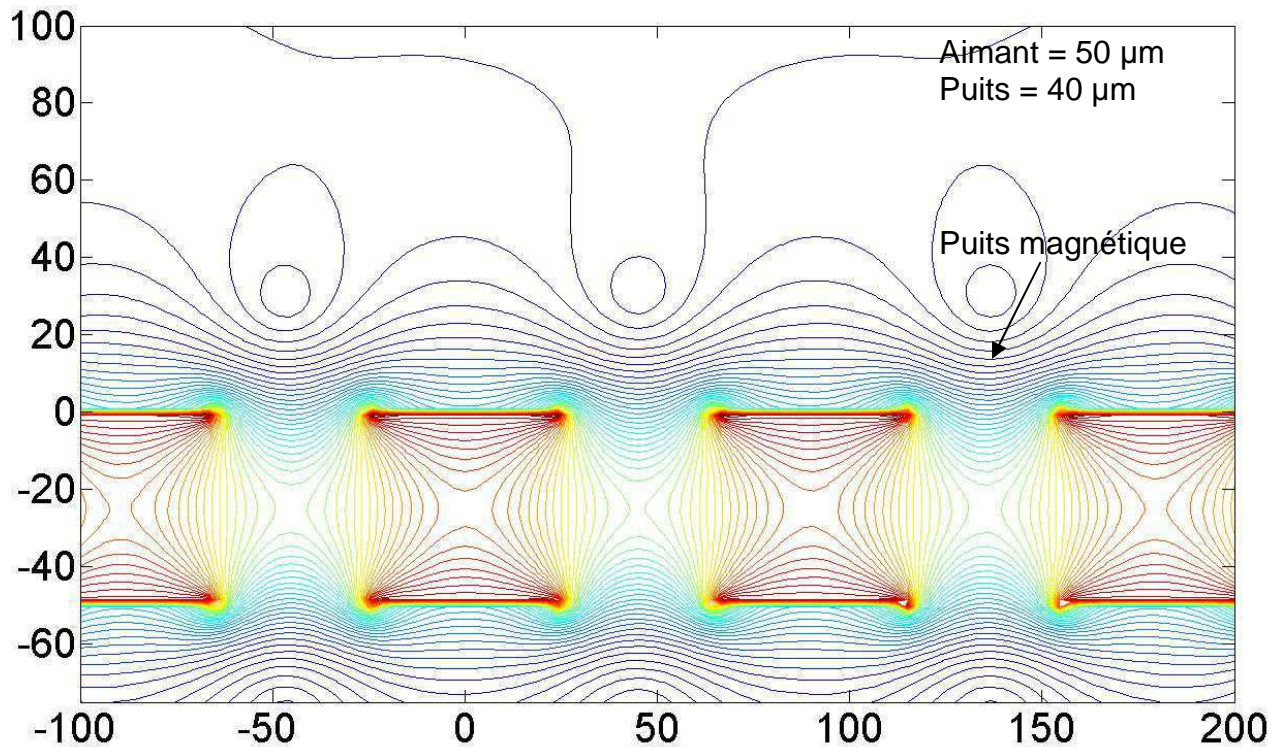


Fig. 4.29 : Simulation du module de l'induction pour des aimants de taille identique aux puits.

Dans la Fig. 4.29 nous avons utilisé un gap de $40\ \mu\text{m}$ et une largeur d'aimants de $50\ \mu\text{m}$. Contrairement au calcul précédent, nous observons un puits magnétique au-dessus des aimants sans parapluie. Donc il va falloir fabriquer des aimants adaptés aux électrodes, mais avec une largeur de l'ordre de celle du gap.

3-3-3 Essais sur d'autres micro-aimants :

Au vu de l'inadaptation des aimants existants à nos besoins, nous avons décidé de réaliser des essais pour d'autres micro-aimants. Ces aimants ont la particularité de présenter différents motifs dont des plots carrés de $50\ \mu\text{m}$ de côté qui seront parfaitement adaptés pour de premiers essais de lévitation.

Lors de nos premiers essais avec P. Kauffmann [KAU09], pour une concentration de $100\ \text{mM}$, les billes étaient bien en répulsion diamagnétique, mais n'étaient cependant pas stables. Elles semblent en effet flotter à une hauteur comprise entre 70 et $90\ \mu\text{m}$, mais tout en étant repoussées vers le bord des aimants. Donc elles sont repoussées au plus loin du champ magnétique. Un amas de billes au bord des aimants devient par ailleurs visible ce qui permet de confirmer ce phénomène.

En diminuant progressivement cette concentration ($66-50-33-17\ \text{mM}$), nous arrivons à faire apparaître les puits magnétiques. Les billes trouvent leur position de lévitation dans les puits entre les aimants tout en évitant soigneusement les intersections (Fig. 4.30).

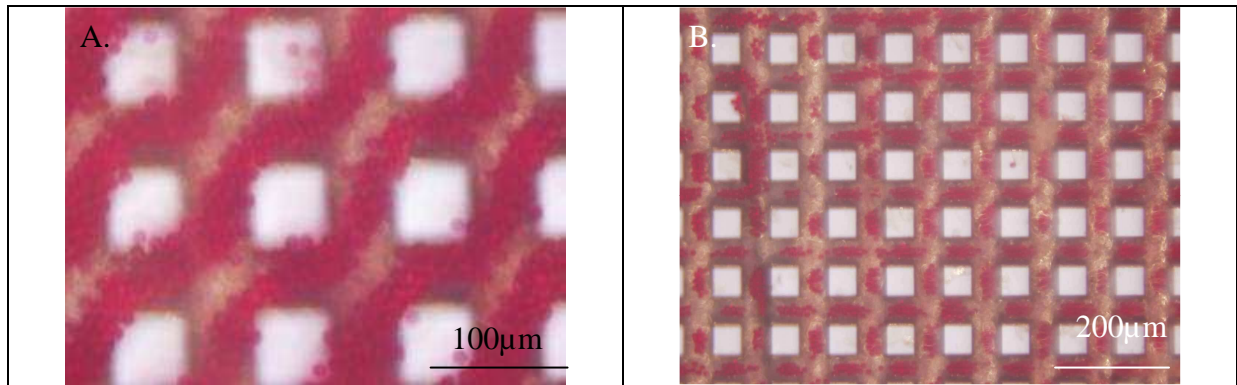


Fig. 4.30 : Billes rouges de polystyrène piégées diamagnétiquement en présence de 66 mM (A.) et de 16 mM (B.) de Gd. Les billes sont localisées principalement entre les aimants.

À d'encore plus faibles concentrations (8 et 6 mM), les billes se placent distinctement au centre des intersections comme au centre des rainures séparant les aimants (Fig. 4.31). Ce qui laisse présager la présence de deux puits magnétiques bien distincts.

En dessous de ces concentrations (3 mM), les billes sédimentent exclusivement dans les intersections.

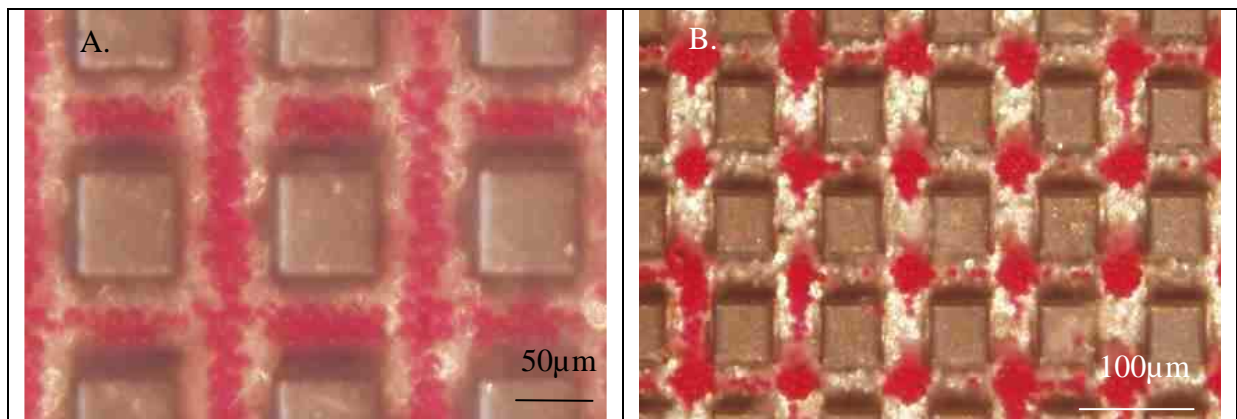


Fig. 4.31 : A. Les billes rouges de polystyrène sont piégées diamagnétiquement en présence de 6,6 mM de Gd. B. En présence de 3 mM de Gd, les billes rouges sédimentent aux intersections des rainures.

Tout ceci nous montre bien que le piégeage est parfaitement possible en choisissant bien la concentration de Gd pour avoir un bon compromis entre la force magnétique et la force de sédimentation. Mais elle dépend également bien du rapport de forme des aimants.

4- Conclusion et perspective de lévitation sur micro-aimants :

Dans cette dernière partie, nous allons développer les difficultés majeures rencontrées, difficultés qui justifient que les travaux sur la lévitation de microgouttes sur micro-aimants, n'aient, dans ce travail, pas été poussés plus avant. Puis nous ferons une brève conclusion sur ce chapitre.

4-1 Problème de lévitation sur micro-aimants :

Comme on a pu le voir très rapidement dans la partie 3-2 Aimant électro-érodé :, il est difficile de générer des gouttes pour les faire léviter sur un aimant électro-érodé. Donc, les faire léviter sur un micro-aimant devient quasiment impossible avec cette technique de génération de microgouttes qui est pourtant la plus utilisée actuellement dans le monde de la recherche.

Voyons un peu les raisons qui expliquent cela par ordre d'importance :

4-1-1 Générer des gouttes où et quand on le souhaite :

La principale raison qui empêche cette lévitation est de pouvoir envoyer nos gouttes, qui sont générées par nos buses, là où on le souhaite. En effet, nous n'avons pas réussi à générer deux gouttes de suite au même endroit. Ceci est dû notamment au problème externe et à la répétitivité du jet. En effet, le moindre petit vent ou petite poussière modifie significativement le jet des gouttes et donc leur position dans l'espace. Autant ce problème n'est pas trop gênant sur un aimant massif possédant un puits de 1,6 mm, il le devient déjà beaucoup plus sur un aimant électro-érodé ayant un canal magnétique de 200 μm . Donc ne parlons même pas d'un canal de 40 μm .

4-1-2 Vitesse des gouttes trop élevée :

La deuxième est la vitesse des gouttes générées. En effet, pour que les gouttes viennent léviter, il faut que le puits magnétique ait la force pour arrêter leur chute avant qu'elles traversent le puits. Or cette force, mais surtout la distance sur laquelle elle va s'appliquer, sera d'autant plus faible que le puits est petit. Cette vitesse ne peut en aucun cas être nulle en sortie des buses, car cette vitesse est due à la technique d'éjection des gouttes de la buse (voir partie 1-2 Les buses piézo-électriques : pour plus de détails).

4-1-3 La taille des gouttes :

La troisième raison qui nous empêche de réaliser cette lévitation est la taille des gouttes générées. En effet, le puits magnétique fait dans les 40 μm . Alors pourquoi ne pas le réaliser plus grand ? Tout simplement, car l'épaisseur de NdFeB déposé est de 40 μm et qu'il faut avoir un aimant avec des dimensions de même ordre de grandeur pour avoir le maximum de

force (voir chapitre II). Donc faire léviter une goutte de 40 μm de diamètre dans un puits du même ordre de grandeur et très difficile.

Conclusion :

Dans ce chapitre nous avons vu le principe physique de la lévitation diamagnétique grâce notamment à des rappels sur les principes du magnétisme. Nous avons également montré comment générer des gouttes d'eau notamment grâce à des buses piézo-électriques. Des gouttes suffisamment reproductibles furent difficiles à obtenir. Nous avons montré qu'il était impossible, avec les techniques actuelles étudiées ici, de faire léviter des microgouttes d'eau sur nos micro-aimants.

On a cependant pu constater un effet remarquable en faisant nos essais de lévitation : la répulsion électrostatique. Bien que l'origine de la charge ne soit pas très bien connue, cela peut venir de la buse en elle-même ou des charges contenues dans le tuyau de raccordement entre la buse et le réservoir. La répulsion électrostatique pourrait nous permettre de contrôler la coalescence des gouttes. En effet, en contrôlant la charge, on pourrait facilement empêcher deux gouttes de coalescer, voire même d'entrer en contact. Ce qui pourrait nous permettre lors de l'intégration, de faire passer des gouttes de composés différents sans aucune contamination des unes envers les autres.

De plus, les premiers essais sur nos micro-aimants avec des microbilles diamagnétiques dans un milieu liquide ont montré que nos premiers micro-aimants n'étaient pas compatibles pour la lévitation dans les puits magnétique. En effet, ils repoussaient les particules en dehors du puits. Comme nous avons pu le voir, ce phénomène est dû au rapport de forme des aimants qui doit être de 1 pour 1 soit un gap de largeur identique à la largeur des aimants tout en étant de même ordre de grandeur que l'épaisseur de nos aimants.

Conclusion et Perspectives

1- Conclusion :

Nos travaux réalisés entre le G2elab, l'Institut Néel et le LTM, contribuent à l'étude de la lévitation diamagnétique de gouttes d'eau dans l'air ainsi que le confinement de particules diamagnétiques, dans un milieu paramagnétique. La lévitation de particules diamagnétiques sur des macro-aimants a été étudiée depuis une vingtaine d'années à l'échelle macroscopique, mais cela requiert des inductions magnétiques exceptionnelles ce qui en limite l'intérêt pratique. Par contre, de simples micro-aimants permettent d'assurer cette lévitation à l'échelle microscopique. Nous sommes parvenus à mettre ces particules 'lévitantes' en mouvement, grâce à la diélectrophorèse qui permet d'attirer ou de repousser ces mêmes particules grâce à leurs propriétés diélectriques intrinsèques. Pour cela, il a fallu combiner, au sein d'un même microsystème, des micro-aimants et des électrodes pour générer des gradients de champs électriques commandés.

Le premier chapitre nous a permis de préciser l'état de l'art des différentes applications du diamagnétisme aujourd'hui, que ce soit au niveau des capteurs, ou des actionneurs. Nous avons également présenté les principes de lévitation les plus courants ainsi que les techniques principales de micromanipulation avec ou sans contact. L'intérêt de micromanipuler des particules en lévitation est ainsi mis en avant et la diélectrophorèse s'y prête tout particulièrement. Ce premier chapitre se termine donc par une explication rapide de son fonctionnement et de son intérêt.

Le second chapitre commence par des rappels théoriques sur le magnétisme et les matériaux magnétiques et se focalise sur les forces diamagnétiques. Il se poursuit par la démonstration de l'intérêt du diamagnétisme à petite échelle. Différentes simulations ont permis de montrer l'influence des rapports de forme et des échelles des aimants sur les forces exercées sur nos particules. Des simulations spécifiques ont porté sur les aimants utilisés dans le cadre du contrat ANR Emergent dans lequel notre équipe est impliquée pour la conception de microsystèmes à base de micro-aimants, pour la biologie.

Le troisième chapitre est composé de plusieurs parties qui présentent les divers composants technologiques puis l'assemblage du système complet. Il commence par la présentation des principaux types de micro-aimants utilisés. Deux procédés de fabrication y sont détaillés. La technologie utilisée en salle blanche y est exposée. Les défauts et qualités de ces micro-aimants sont mis en évidence par le biais d'images issues d'un MEB.

Puis, dans le cadre du contexte de la thèse le choix de l'actionnement par diélectrophorèse des gouttes en lévitation diamagnétique est justifié. De même pour la position des électrodes par rapport au système. La technologie de fabrication en salle blanche est également détaillée. Les différentes formes d'électrodes sont présentées ainsi que les fonctions spécifiques qu'elles devraient permettre de réaliser.

Ce chapitre se poursuit par la réalisation des micro canaux. Diverses techniques de réalisation sont passées en revue pour aboutir au choix du PDMS qui présente de nombreux avantages pour nos applications. De nombreux essais pour réaliser ces micro-canaux en PDMS sont présentés, notamment pour contrôler l'épaisseur de PDMS qui recouvre les micro-aimants et pour optimiser le collage qui assemble les canaux et les micro-aimants.

La dernière partie présente les tests réalisés à l'aide de ces micro systèmes micro-fluidiques. Les premiers essais, sans aimant et sans flux sont décrits. Ils ont permis de caractériser la diélectrophorèse et de valider les études théoriques. Puis les essais ont été réalisés avec ajout du flux puis le système complet avec les micro-aimants, le flux et les électrodes. Tous ces essais ont permis de valider le principe et l'intérêt de la diélectrophorèse combinée aux micro-aimants. Un phénomène annexe observé, l'électrothermie, sera discutée.

Le quatrième et dernier chapitre présente diverses techniques de génération de microgouttes et explique les raisons et difficultés qui ont conduit à retenir celle utilisée par la suite. En effet, les travaux de thèse d'Hichem Chetouani ont permis d'établir la nécessité, pour la micro-lévitation, de générer des gouttes ayant un diamètre inférieur à 30 μm et une vitesse suffisamment faible pour que le piégeage sur des micro-aimants soit possible. Nous développerons donc les moyens mis en œuvre pour y arriver par l'utilisation de buses piézoélectriques et par l'optimisation des paramètres d'éjection.

Cependant, les premiers essais ont été réalisés sur un macro-aimant optimisé au LETI par Ch. Jeandey. Cet aimant nous a permis de découvrir un phénomène intéressant : l'observation de la répulsion électrostatique entre des gouttes en lévitation diamagnétique. Après un étalonnage des forces de rappel du puits magnétique, nous avons même pu déterminer les forces qui s'exerçaient entre ces gouttes, forces de l'ordre de la dizaine de pN. Ceci nous a permis de calculer la charge électrostatique de chaque microgoutte.

Nous avons vu que l'intérêt de la diélectrophorèse réside dans le fait de pouvoir manipuler nos gouttes en lévitation sans aucun contact et sans rompre la lévitation. De plus la diélectrophorèse fonctionne par tension avec des électrodes et donc quasiment sans courant et donc sans échauffement, ce qui est un atout pour les applications biologiques.

Pour résumer, nous avons non seulement démontré mais également testé :

- La possibilité de déplacer des gouttes d'eau dans l'air et des microbilles de latex dans un milieu liquide le long de rainures magnétiques.
- La possibilité de manipuler des microbilles diamagnétiques et super-paramagnétiques dans un milieu liquide combiné à des rainures magnétiques.
- La possibilité de manipuler des gouttes d'eau chargées dans l'air et de mesurer les forces coulombiennes, permettant par calcul de trouver la charge des gouttes.

Ces travaux démontrent clairement l'intérêt de combiner, au sein d'un microsysteme, la lévitation diamagnétique et l'actionnement par diélectrophorèse pour des applications biologiques, chimiques ou médicales. Elles ouvrent d'intéressantes perspectives qu'il restera à développer.

2- Perspectives :

L'une des difficultés majeure de ces recherches sur la lévitation, est la difficulté de générer de manière propre et répétitive des microgouttes sans vitesse initiale. Or, lors des essais présentés au chapitre IV, nous avons constaté que se produisait un phénomène par ailleurs bien connu : la condensation. En effet, lors de nos essais sur le macro-aimant de Ch. Jeandey, pour limiter l'évaporation trop rapide des gouttes en lévitation nous avons saturé l'atmosphère en utilisant une éponge imbibée d'eau et placée au bord du puits de lévitation. Lors d'un simple essai, on a vu se former de minuscules gouttes d'eau immédiatement éjectées du puits. Nous supposons que ces gouttes se forment par nucléation sur des

poussières en suspension, et sont ensuite éjectées du puits. Cette éjection pourrait être due à la « force magnétique » du puits trop importante pour des microgouttes qui sont nettement plus petites que celles générées par notre buse piézoélectrique. Il serait très intéressant de parvenir à contrôler ce phénomène pour générer des microgouttes petites et sans vitesse initiale ; en utilisant des réseaux de micro-aimants qui ont des forces plus faibles, on peut espérer que la formation par condensation de gouttes immobiles, puisse être contrôlée pour une mise en lévitation sans que les gouttes ne soient éjectées.

Ces travaux ne portaient clairement pas sur la diélectrophorèse, phénomène complexe, bien étudiée par ailleurs. Dans la poursuite de ces travaux, il pourrait être intéressant d'approfondir les calculs afin de vérifier que les forces générées ne rompent pas la stabilité de la goutte ni la lévitation. Si l'on fait des choix technologiques et topologiques différents, il faudra également calculer ce qui se passe si nous plaçons les électrodes directement sur les aimants ou sous les aimants, et éventuellement déterminer la couche d'isolant entre les électrodes et les aimants.

Avoir démontré la faisabilité de diriger des billes diamagnétiques ou superparamagnétiques avec des électrodes est un premier pas. Cependant, seule la possibilité de stopper ces billes a été expérimentée. Or, nos travaux ouvrent la porte à de nombreuses autres possibilités. Comme par exemple la possibilité de faire dévier les billes d'une ligne d'aimant à une autre ou encore réaliser un « aiguillage ». Toutes ces fonctions restent à tester. Des électrodes ont d'ailleurs été dessinées dans ce sens ; elles sont décrites dans la partie 3-4 du chapitre III. Le test de ces différentes fonctions permettrait de confirmer le grand intérêt de combiner lévitation diamagnétique et diélectrophorèse et, ainsi, d'ouvrir la voie de Lab-On-Chips plus complexes.

Bibliographie :

- [BRU39] W. Brunbeck, "Freies schweben diamagnetischer Körper im Magnetfeld," *Zeitschrift für Physik*, vol. 112, p. 753-763, 1939.
- [WAL66] R. D. Waldron, "Diamagnetic Levitation Using Pyrolytic Graphite," *Review of Scientific Instruments*, vol. 37, n° 1, p. 29-35, 1966.
- [WAL71] R. D. Waldron, "Diamagnetic levitation and/or stabilizing device," U.S. Patent brevet US 3 597022 1971.
- [SIM69] I. Simon, "Diamagnetic accelerometer," U.S. Patent brevet US 3 465 598 1969.
- [BEA01] E. Beaunon, D. Fabregue, D. Billy, J. Nappa, et R. Tournier, "Dynamics of magnetically levitated droplets," *Physica B*, vol. 294, p. 715-720, Mar. 2001.
- [BEA91] E. Beaunon et R. Tournier, "Levitation of water and organic substances in high static magnetic fields," *Journal de Physique III*, vol. 1, p. 1423-1428, 1991.
- [PEL95] R. E. Pelrine, "Magnetic field levitation," U.S. Patent brevet US 5 396136 1995.
- [ROL01] M. Roland, J. Standtner, et H. Bleuler, "Diamagnetic suspension system for small rotors," *Journal of Micromechatronics*, vol. 1, n° 2, p. 131-137, 2001.
- [BOU03] M. Boukalell, J. Abadie, et E. Piat, "Levitated micro-nano force sensor using diamagnetic materials," in *Proceedings of the 2003 IEEE/RSJ*, p. 529-534, 2003.
- [LYU04] I. F. Lyuksyutov, D. G. Naugle, et K. D. D. Rathnayaka, "On-chip manipulation of levitated femtodroplets," *Applied Physics Letters*, vol. 85, n° 10, p. 1817-1819, 2004.
- [CHE06] H. Chetouani, C. Jeandey, V. Haguët, H. Rostaing, C. Dieppedale, et G. Reyne, "Diamagnetic levitation with permanent magnets for contactless guiding and trapping of microdroplets and particles in air and liquids," *IEEE Transactions on Magnetics*, vol. 42, n° 10, p. 3557-3559, 2006.
- [SIM71] I. Simon, "Apparatus for measuring small deviations from a true horizontal plane," U.S. Patent 3 552 028, 1971.
- [SIM68] Ivan Simon, Alfred G. Emslie, Peter F. Strong, et Robert K. McConnell, "Jr. Sensitive tiltmeter utilizing a diamagnetic suspension," *Rev. Sci. Instrum.*, 39(11) :, p. 1666-1671, 1968.
- [GEI01] A. K. Geim et H. A. M. S. ter Tisha, "Detection of earth rotation with a diamagnetically levitating gyroscope," *Physica B: Condensed Matter*, vol. 294, p. 736-739, Jan. 2001.
- [KIM06] Q. Li, K. Kim, et A. Rydberg, "Lateral force calibration of an atomic force microscope with a diamagnetic levitation spring system," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 77, n° 6, p. 065105-13, 2006.
- [MIK81] A. E. Mikelson et Y. K. Karklin, "Control of crystallization processes by means of magnetic fields," *Journal of Crystal Growth*, vol. 52, n° 2, p. 524-529, Avr. 1981.
- [NAK02] Yasuo Nakaoka, Ryutaro Takeda, et Kikuo Shimizu, "Orientation of paramecium swimming in a dc magnetic field," *Bioelectromagnetics*, 23, p. 607-613, 2002.
- [MIN04] A. Winkleman, K. L. Gudiksen, D. Ryan, G. M. Whitesides, D. Greenfield, et M. Prentiss, "A magnetic trap for living cells suspended in a paramagnetic buffer," *Applied Physics Letters*, vol. 85, n° 12, p. 2411-2413, 2004.
- [KAW92] S. Kawata et T. Sugiura, "Movement of micrometer-sized particles in the evanescent field of a laser beam," *Optics Letters*, vol. 17, n° 11, p. 772-774, 1992.

- [YAH10] R. Yahiaoui, R. Zeggari, J. Malapert, et J. Manceau, "A New Two-Dimensional Actuator for Air Flow Micro-manipulation," *Hardware and Software Implementation and Control of Distributed MEMS*, Workshop on, p. 11-15, 2010.
- [TAN05] M. Tanase, E. J. Felton, D. S. Gray, A. Hultgren, C. S. Chen, et D. H. Reich, "Assembly of multicellular constructs and microarrays of cells using magnetic nanowires," *Lab on a Chip*, vol. 5, p. 569-696, 2005.
- [ROS07] H. Rostaing, H. Chetouani, M. Gheorghe, et P. Galvin, "A micromagnetic actuator for biomolecule manipulation," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 135, n° 2, p. 776-781, Avr. 2007.
- [ASH70] A. Ashkin, "Acceleration and Trapping of Particles by Radiation Pressure," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 24, n° 4, p. 156-159, Jan. 1970.
- [POH51] H. A. Pohl, "The motion and precipitation of spheruloids in divergent electric field," *J. Apply. Phys.*, vol. 22, p. 869-871, 1951.
- [POH78] H. A. Pohl, "Dielectrophoresis the behavior of neutral matter in nonuniform electric fields," Cambridge University Press, 1978.
- [MOR03] H. Morgan et N. Green, "AC electrokinetics: colloids and nanoparticles," 2003.
- [FRE03] M. Frénéa-Robin, "Micromanipulation de particules par diélectrophorèse : application au rangement matriciel et au tri de cellules sur puces.," thèse, Ecole Nationale Supérieure de Cachan, 2003.
- [MOR01] H. Morgan, A. G. Izquierdo, D. Bakewell, N. G. Green, et A. Ramos, "The dielectrophoretic and travelling wave forces generated by interdigitated electrode arrays: analytical solution using Fourier series," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 34, n° 10, p. 1553-1561, 2001.
- [PER09] Alexandre Persat, Matthew E. Suss, and Juan G. Santiago, "Basic principles of electrolyte chemistry for microfluidic electrokinetics. Part II: Coupling between ion mobility, electrolysis, and acid-base equilibria." *Lab on a Chip* vol. 9, n° 17, 2454-2469, 2009