



**HAL**  
open science

# Microfluxmètre réalisé par des procédés de gravure et d'électrodéposition : vers une application à la microscopie thermique

Erwan Lennon

► **To cite this version:**

Erwan Lennon. Microfluxmètre réalisé par des procédés de gravure et d'électrodéposition : vers une application à la microscopie thermique. Physique [physics]. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2003. Français. NNT : . tel-00004247

**HAL Id: tel-00004247**

**<https://theses.hal.science/tel-00004247>**

Submitted on 21 Jan 2004

**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.



## Remerciements

Ce mémoire présente le travail effectué au Centres de Recherches sur les Très Basses Températures durant les années universitaires 2000 à 2002. Je tiens à remercier Bernard Hébral et Henri Godfrin, directeurs successifs de cette unité, de m'y avoir accueilli.

J'ai bénéficié pendant trois ans de l'encadrement constant et attentif de Frédéric Ayela, qui a su me conseiller et orienter mes efforts. Ce « coaching » a été déterminant pour maintenir constante ma motivation. Messieurs les professeurs B. Cretin et P. Tabourier ont accepté de relire ce manuscrit en tant que rapporteurs. Je leur sais gré de l'aspect constructif de leurs remarques et questions. Je remercie Monsieur le professeur A. Bsiesy qui est venu présider le jury lors de la soutenance de cette thèse. Je remercie également Jacques Chaussy de s'être intéressé à ce travail et de m'avoir accueilli dans son environnement. J'ai été sensible aux encouragements de chacun des membres de ce jury.

La qualité et la disponibilité des membres du service de microfabrication m'ont permis de me former à nombre de techniques de salle blanche. Je tiens à remercier Thierry (Fournier), Thierry (Crozes), Bruno et Christophe pour leurs conseils.

J'ai également bénéficié du support du service d'électronique dirigé par Jean-Louis Bret, et tiens à assurer Jean-Luc Mocellin de ma gratitude en raison de son investissement dans notre projet.

Je n'oublie pas les mécaniciens qui m'ont aidé à résoudre les petites difficultés inhérentes à tout montage expérimental : Pierre, Joël, Gérard...

Abdel m'a régulièrement approvisionné en produits chimiques divers et variés.

Je salue également toute l'équipe pour le soutien logistique qu'elle m'a offert, en particulier Pierre et Manu pour les dépôts par pulvérisation et les attaques ioniques, et Jean-Luc et Oliver pour des discussions toujours enrichissantes.

Enfin, je remercie chaleureusement l'ensemble des personnels, thésards et ex-thésards pour leur présence et leur bonne humeur, qui ont contribué à maintenir une ambiance de travail agréable au cours de ces trois années passées au BT. Liste non exhaustive : Wiebke, Gilles, Thomas, Roland, Samuel, Maurice, Anne, Valentina, Cécile, Yannick, Gilbert, Estelle, Frank, Anthony, Thierry... C'est aussi grâce à eux que je garderai un bon souvenir de mon passage à Grenoble.

## Table des matières

<b><u>Introduction</u></b>	<b><u>6</u></b>
<b><u>Partie I - La microscopie thermique de proximité</u></b>	<b><u>9</u></b>
1. Intérêt de la microscopie thermique	10
2. Les modes opératoires des microscopes thermiques	13
3. Échanges thermiques pointe-échantillon	17
4. Traitement analytique	20
5. Conclusion	26
<b><u>Partie II - Conception du dispositif</u></b>	<b><u>29</u></b>
1. Introduction	30
2. Principe de fonctionnement	32
3. Aspect micromécanique	38
4. Aspect microthermique	43
5. Régulation thermique	45
<b><u>Partie III – Procédé d'élaboration de micropointes à partir de dépôts électrolytiques</u></b>	<b><u>51</u></b>
1. Electrodéposition de microstructures - introduction	52
2. Principe	53
3. Moule en résine	55
4. Dépôts électrolytiques de chrome	59
5. Réalisation de micropointes par usinage chimique	66
6. Conclusion	70
<b><u>Partie IV - Microfabrication du dispositif</u></b>	<b><u>73</u></b>
1. Principe général de la microfabrication d'un prototype	74
2. Usinage du support en Pyrex	77
3. Scellement anodique et amincissement du silicium	78
4. Masques au chrome	81
5. Mise en place des structures	85
6. Fabrication d'une micropointe intégrée	90
7. Attaque ionique réactive profonde du silicium	91
<b><u>Partie V - Développement de l'électronique associée au microsystème</u></b>	<b><u>99</u></b>

---

1.Introduction	100
2.Régulation thermique de la membrane	101
3.Commande et mesure du déplacement	105
4.Interface PC / Électronique	114
<b>Partie VI – Caractérisation des prototypes</b>	<b>117</b>
1.Introduction	118
2.Caractérisation thermique	118
3.Caractérisation électromécanique	122
3.Conclusion	124
<b>Conclusion générale</b>	<b>127</b>
<b>Appendice : présentation des techniques de lithographie</b>	<b>129</b>
1.Principes	129
2.Procédures standards	130
3.Masques	130
<b>Communications afférentes</b>	<b>133</b>
<b>Bibliographie</b>	<b>135</b>

## Introduction

Les micro et nanotechnologies, en repoussant les limites de la miniaturisation d'objets ou de systèmes, offrent de nouvelles perspectives de recherche et sont une grande richesse pour l'expérimentateur.

Aux techniques de dépôts et de lithographie permettant la reproduction à petite échelle de structures planes de quelques nanomètres d'épaisseur, il faut adjoindre les techniques de gravure et plus récemment d'électrodéposition à l'origine de l'élaboration de systèmes à fort rapport d'aspect. Ces structures tridimensionnelles relèvent de la micromécanique mais sont en fait les éléments essentiels au développement de nouveaux systèmes destinés à des applications plus variées.

L'intégration sur un même microsystème de capteurs et d'actionneurs a conduit au développement de micro- ou nano-ateliers où peuvent s'effectuer localement plusieurs des étapes associées à une mesure : par exemple le déplacement d'une sonde, son interaction avec l'entité physique considérée, la détection d'un signal et son traitement électronique préliminaire. Cette multiplication des tâches augmente la complexité de la conception et de la réalisation de ces dispositifs; aux aspects purement micromécaniques se greffent les contraintes liées à la spécificité intrinsèque de la thématique abordée et à l'électronique de détection. Cette interdisciplinarité rend nécessaire non seulement la maîtrise des techniques de microfabrication, mais encore l'acquisition d'un savoir faire de mesure et de caractérisation à petite échelle.

Ces micro ou nano-ateliers sont les supports permettant l'évolution vers les nanosciences. Les techniques de microscopie dites en champ proche ont permis cette transition dans des domaines très variés de la physique, de la chimie ou de la biologie. La physique du solide a largement bénéficié des outils que sont les STM ou AFM. Ce n'est que plus récemment que des investigations sur les phénomènes de transfert de chaleur à petite échelle ont amené le développement de la microscopie thermique. Cette approche est délicate, à cause de la diffusion de la chaleur qui induit des résultats plus qualitatifs que quantitatifs, et à cause des différents modes de transferts couplés. Elle est néanmoins intéressante par la diversité de ses applications, que ce soit par exemple pour l'étude de la répartition de la chaleur dans des circuits micro-électronique, pour l'étude et la caractérisation de couches minces ou pour l'adaptation vers des échelles microscopiques des techniques macroscopiques

de caractérisations thermiques.

Le travail présenté dans ce mémoire est une contribution pour progresser vers des mesures thermiques plus quantitatives. Il s'est agi de concevoir et de réaliser un microfluxmètre destiné à mesurer à l'échelle nanométrique la conductivité thermique d'échantillons solides. L'idée générale, qui sera développée dans le manuscrit, est d'exploiter la faible capacité calorifique de la partie mobile d'un actionneur en silicium. Cette membrane, munie d'une micropointe, est régulée pour maintenir sa température constante, que la pointe soit en contact ou non avec un échantillon. Le principe est de mesurer le flux thermique évacué par la micropointe, flux qui dépend des propriétés thermiques locales de l'échantillon en contact.

Ce projet couple des problèmes micromécaniques, thermiques et électroniques, l'optimisation des uns étant souvent incompatible avec celle des autres. La précision du déplacement de ce micro-atelier dans les trois directions de l'espace détermine celle de toute cartographie thermique ultérieure. La conductance thermique de la sonde est un paramètre important et nous a amené à développer un nouveau procédé d'élaboration de micropointe.

La première partie, dresse un état de l'art de la microscopie thermique et la deuxième partie décrit la conception du dispositif, conception qui doit prendre en compte la conjugaison des aspects mécaniques, thermiques et électroniques du problème considéré.

Les troisième et quatrième parties illustrent la microfabrication du dispositif. Un effort important a été consacré au développement d'une nouvelle technique de fabrication de micropointe à partir de structures électrodéposées, ainsi qu'à l'intégration de ce procédé dans la réalisation totale d'un prototype.

La cinquième partie est consacrée au système de commande et de mesure électronique du déplacement de l'actionneur, et souligne le soin apporté à la détection capacitive de déplacements subnanométriques. Cette partie comprend également le chapitre traitant de la régulation thermique du système. Enfin, la sixième partie présente les premières caractérisations thermiques du microfluxmètre. Le temps nous a malheureusement manqué pour vérifier concrètement la fiabilité du système sur des échantillons de référence, et les résultats présentés ne concernent que les propriétés intrinsèques du microsysteme.

Les perspectives de ce projet sont détaillées en conclusion.



## Partie I - La microscopie thermique de proximité

### Table des matières

<b>1. Intérêt de la microscopie thermique</b>	<b>8</b>
<b>2. Les modes opératoires des microscopes thermiques</b>	<b>11</b>
2.1. Mode passif	11
2.2. Mode actif	12
<b>3. Échanges thermiques pointe-échantillon</b>	<b>15</b>
3.1. Échanges par conduction	16
3.2. Échanges convectifs	17
3.3. Échanges radiatifs	17
3.4. Conclusion	18
<b>4. Traitement analytique</b>	<b>18</b>
4.1. Travail en régime permanent	19
4.2. Travail en courant alternatif : méthode $3\omega$	22
<b>5. Conclusion</b>	<b>24</b>

Cette partie présente d'abord les raisons de l'émergence de la microscopie thermique à balayage (En anglais, SThM pour Scanning Thermal Microscopy). Le second chapitre décrit les techniques de la SThM et leur mise en œuvre. Les différents phénomènes d'échanges thermiques impliqués dans cette technique seront détaillés dans le troisième chapitre. Le quatrième chapitre expose les traitements analytiques des échanges thermiques par conduction à l'échelle microscopique.

## **1. Intérêt de la microscopie thermique**

Une thématique importante de la recherche est l'étude des événements et structures microscopiques. Travailler à des échelles de plus en plus réduites a poussé au développement de nouveaux outils d'investigations mettant à profit les avancées de microtechnologies liées au domaine des MEMS (Micro Electro Mechanical Systems, micro-systèmes électromécaniques en français). Ainsi, on en est arrivé à travailler sur des structures de dimensions comparables, voire même inférieures, à celles de certaines grandeurs caractéristiques de la physique (les longueurs de diffusion par exemple) dans des domaines aussi variés que le magnétisme, la biologie, les matériaux supraconducteurs ou la microfluidique.

Cependant, les masses analysées pour l'étude de grandeurs thermiques ou de phénomènes thermiquement activés restent encore souvent de l'ordre du milligramme. Les résultats des mesures représentent alors la somme des contributions de chacun des constituants du spécimen et sont souvent dominés par la réponse de la matrice ou du substrat. Alors que l'on cherche de plus en plus à contrôler les propriétés et les structures micro- et nanoscopiques des matériaux, ces limitations deviennent rédhibitoires. D'autant plus qu'à des échelles mésoscopiques, les longueurs de diffusion des phonons deviennent comparables aux grandeurs géométriques des structures et les propriétés thermiques d'un matériau peuvent donc être significativement différentes de ce qu'elles sont à l'échelle macroscopique. Dans le cadre du développement et de l'utilisation de nouveaux matériaux, des mesures quantitatives des paramètres thermiques pourraient s'avérer extrêmement utiles. En microélectronique en particulier, la fiabilité et les performances des composants sont étroitement liées aux mécanismes de dissipation de la chaleur à des échelles réduites. Un exemple est l'étude des défauts de couches minces de diamant obtenues par CVD (Chemical Vapour Deposition), couches hautement conductrices de la chaleur [I-1]. Une solution prometteuse pour repousser

les limites actuelles des analyses thermiques est d'adapter à ce champ disciplinaire les techniques de microscopies en champ proche en utilisant des sondes conçues pour des mesures thermiques. Les STM (Scanning Tunneling Microscope) et autres AFM (Atomic Force Microscope) ont déjà très largement démontré les possibilités de ce type d'approche. En 1982, Binnig a rapporté la première expérience réussie de mesure tunnel dans le vide par une pointe mobile avec une distance pointe-échantillon ajustable [I-2]. Une pointe de tungstène solidaire d'un système de déplacement par éléments piézoélectriques et déplacée à proximité d'une plaque électriquement conductrice a permis de détecter un courant tunnel. Les piézoélectriques permettaient un déplacement sur quelques milliers d'Angström avec une sensibilité d'environ  $2\text{\AA}/V$ . Cet ensemble constitue le premier STM. En 1986, Binnig présente un instrument dérivé du STM : le microscope à force atomique (AFM) dont la sonde est constituée d'une pointe fixée à l'extrémité d'un levier flexible permettant la mesure de forces de l'ordre de  $10^{-18}N$  [I-3]. Le principe de fonctionnement d'un AFM est le suivant : une pointe située à l'extrémité d'un micro-levier est balayée très près de la surface d'un échantillon au moyen d'un système de positionnement par piézoélectriques. L'ensemble est sensible aux forces inter-atomiques s'exerçant entre la pointe et l'échantillon, provoquant une déflexion du levier détectée optiquement par un faisceau laser réfléchi sur ce dernier vers une cellule photo-électrique. La déflexion est maintenue constante par un système d'asservissement qui fournit les données nécessaires à l'établissement de la carte topographique. Toujours en 1986, Williams et Wickramasinghe reprennent le système de déplacement et de contrôle du STM pour obtenir un profilomètre thermique à balayage [I-4]. Une sonde thermique chauffée constituée d'un thermocouple formant une pointe est déplacée au-dessus (hors contact) de l'échantillon à observer. Le couplage thermique dû à la conduction par l'air entre la sonde et l'échantillon entraîne une chute de température de la sonde ne dépendant que de la distance la séparant de l'échantillon, ce qui permet de maintenir constante cette distance et de reconstituer la topographie de l'échantillon à partir du déplacement de la pointe. C'est en fait le premier microscope thermique. La résolution latérale atteignait 100nm et la résolution verticale 3nm.

Ces percées technologiques ont favorisé l'apparition et le développement d'outils dédiés aux cartographies et aux analyses thermiques. Le fonctionnement de la grande majorité de ces outils est basé sur l'utilisation d'un AFM, où une sonde thermique se substitue à la pointe conventionnelle de ces microscopes. L'un des principaux intérêts de tels montages réside dans la possibilité d'acquérir simultanément une carte topographique et la carte

thermique correspondante, comme l'attestent de nombreuses publications pour des observations de surface [I-5,6,7,8] ou pour la détection d'inclusions sous-surfaciques [I-9,10]. Le SThM est ainsi un outil tout indiqué pour la détermination de paramètres thermiques locaux comme la conductivité thermique et la chaleur spécifique [I-1,11,12]. Mais en plus de déterminer la topographie et les grandeurs thermiques, il est également possible de procéder à une analyse thermique locale sur une zone choisie d'un échantillon, ce qui laisse le choix quant à la phase étudiée et évite d'altérer l'ensemble du spécimen, parfois difficile à obtenir. Ainsi, les propriétés des phases minoritaires et leur répartition au sein d'un échantillon peuvent être parfaitement définies [I-13]. En fait, les aspects cartographiques (topographie et thermique) sont extrêmement complémentaires : dans un premier temps, des cartes thermiques et topographiques sont réalisées. Ensuite, des analyses thermiques sont effectuées localement à des emplacements choisis sur les cartes précédemment établies, le tout avec le même appareillage et sans déplacer l'échantillon.

La référence [I-13] dresse un récapitulatif complet des applications de la microscopie thermique. Parmi celles-ci nous citerons la distinction de différents constituants d'un matériau hétérogène, la distinction pour un même constituant de phases amorphes et cristallines, la détection d'agents contaminants en surface, des applications en biologie et bien sûr en microélectronique. Il est possible de détecter des événements thermiques tels que la transition vitreuse ou la fusion de zones cristallines lorsqu'une rampe de température est appliquée à l'échantillon, souvent un polymère. La microscopie thermique a engendré des variantes locales des analyses thermiques classiques, qu'il s'agisse de calorimétrie, de thermorhéométrie, ou bien encore d'analyses thermo-mécaniques<sup>1</sup> [I-13,14]. L'aspect chimique est présent également puisque des analyses locales par chromatographie en phase gazeuse ou par spectrométrie de masse ont déjà été effectuées [I-13].

---

<sup>1</sup> Lors, par exemple, d'une analyse thermo-mécanique, une charge mécanique (oscillante ou continue) est appliquée en un point de l'échantillon par l'intermédiaire d'une sonde de petites dimensions qui impose, dans le même temps, une rampe de température. La réponse mécanique perçue par le système de positionnement de la sonde met en évidence les transitions de phase du matériau étudié.

## **2. Les modes opératoires des microscopes thermiques**

L'enregistrement des déplacements verticaux de la sonde d'un SThM déplacée à une altitude constante au-dessus de la surface d'un échantillon fournit une image topographique de la surface explorée, indépendamment du processus de mesure thermique. Simultanément, une image de contraste thermique peut être obtenue à partir des différents modes d'échanges qui seront détaillés en I-3. L'information physique contenue dans cette image varie avec le type de mesures effectuées. La diffusion de la chaleur rend difficile leur interprétation. L'amélioration de la résolution spatiale des mesures thermiques impose la réalisation de sondes miniaturisées possédant en particulier un faible rayon de courbure à leur extrémité. En conséquence, de gros efforts ont été faits sur la mise au point de sondes adaptées aux mesures thermiques locales, aboutissant à toute une variété de sondes dont l'utilisation peut se classer en deux modes, actif ou passif, selon que la source de chauffage provient de la sonde elle-même ou d'une source extérieure.

### **2.1.Mode passif**

Dans le mode de mesure passif, la sonde mesure la distribution de la température à la surface d'un échantillon chauffé sur sa face arrière par un laser [I-5] ou par une résistance chauffante [I-11]. Dans la mesure en contraste de conductivité thermique, ce n'est plus l'échantillon, mais la sonde qui est chauffée par l'intermédiaire d'un laser frappant son support. Il s'établit alors un flux de chaleur de la sonde vers l'échantillon qui dépend de la conductivité thermique de ce dernier au point de contact avec la sonde. Plus la conductivité thermique sera grande, et moins la température de la sonde sera élevée. Le contraste de l'image obtenue sera directement lié aux variations de la conductivité thermique à la surface de l'échantillon.

Il est possible d'utiliser une sonde résistive parcourue par un courant constant suffisamment faible pour éviter un dégagement de chaleur parasite, mais ce sont généralement des sondes constituées d'un micro-thermocouple que l'on emploie pour ce type d'application. De conceptions variées, elles sont généralement fabriquées à partir de métaux déposés sur des structures tridimensionnelles. Ainsi, Mills et ses collaborateurs sont parvenus à fabriquer des

thermocouples de rayons de courbures de 50 nm et d'angle d'ouverture macroscopique de 70° sur un cantilever de nitrure de silicium  $\text{Si}_3\text{N}_4$  [I-5]. Le processus d'élaboration, relativement complexe, fait intervenir des attaques humides anisotropes, des étapes d'attaque ionique réactive, plusieurs niveaux de lithographie électronique et optique ainsi que des dépôts métalliques et un dépôt par LPCVD (Low Pressure Chemical Vapor Deposition, dépôt chimique en phase vapeur à basse pression) de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Cette pointe a permis d'obtenir des images thermiques de résolution d'environ 40 nm.

Une autre méthode, proposée par Luo [I-6], consiste à utiliser des pointes d'AFM montées à l'extrémité d'un micro-levier, disponibles dans le commerce. Le principe est simple : la pointe est recouverte d'un métal (métal 1), d'un isolant, puis d'un second métal. Une pulsation électrique entre l'extrémité de la pointe et une surface conductrice provoque un trou d'une centaine de nanomètre de diamètre dans la couche du second métal (métal 2). L'isolant, désormais visible, est alors attaqué, dégageant localement le métal 1. Un nouveau dépôt du métal 2 forme la jonction thermocouple. Les dimensions caractéristiques de la jonction sont comprises entre 100 et 500 nm. Le choix des métaux et de leurs épaisseurs est fondamental. En effet, seules certaines combinaisons éviteront l'apparition d'un stress thermique, en particulier au moment des dépôts, qui provoquerait la torsion du micro-levier. Avec une sonde de ce type comprenant une jonction Pt-Cr, Li Shi a observé des nanotubes de carbone avec une résolution correspondant au rayon de courbure de la pointe, c'est-à-dire 50 nm [I-7].

## 2.2.Mode actif

Dans ce mode, la sonde thermique dégage un flux de chaleur. Elle est formée d'un élément résistif métallique miniature de forme adéquate intégré dans un pont de Wheatstone. Lorsque la sonde, de température supérieure à celle de l'échantillon, entre en contact avec lui, le flux de chaleur qui s'établit refroidit la sonde, abaissant sa résistance et déséquilibrant le pont. Une boucle d'asservissement ajuste alors le courant traversant la sonde de manière à maintenir constante sa résistance, et donc sa température. Ce sont les variations de la tension d'asservissement appliquée au pont qui permettent, tout au long du balayage, d'obtenir le contraste des images. Il faut distinguer la température de la sonde de celle de l'échantillon (et donc estimer la nature des échanges thermiques entre la pointe et l'échantillon), et comparer la

longueur de diffusion thermiques  $\lambda = \sqrt{\frac{D}{2\omega}}$  (où  $D$  est la diffusivité thermique du matériau et  $2\omega$  la pulsation thermique) au rayon de courbure de la sonde (noté  $a$  par la suite). La modulation thermique est obtenue par la dissipation par effet Joule dans la résistance électrique de la sonde d'un courant alternatif de pulsation  $\omega$ . Les temps de réponse thermique des sondes sont de l'ordre de quelques dizaines de nanosecondes. Ainsi, des fréquences de modulation thermique jusqu'à plusieurs centaines de kilohertz sont envisageables. Pour la plupart des matériaux, on trouve ainsi  $\lambda > 1\mu\text{m}$ .

En régime continu, les variations mesurées de la température de la sonde ne fournissent, quelle que soit sa taille, des informations que sur la conductivité thermique de l'échantillon.

En régime alternatif, la diffusion de la chaleur dans l'échantillon sera sensible à la présence de défauts ou d'inclusions sous-surfaciques. A basse fréquence, la longueur de diffusion est toujours supérieure au rayon de courbure de la sonde et les signaux restent dominés par la valeur de la conductivité thermique. A plus haute fréquence, ou dès que  $\lambda < a$ , l'épaisseur étudiée diminue mais la contribution de la chaleur spécifique devient prépondérante [I-13].

En pratique, quatre images d'un même échantillon peuvent donc être obtenues. L'une représente la topographie de l'échantillon. Une seconde correspond au contraste de conductivité thermique (travail en courant continu). Les deux dernières sont obtenues lors d'un travail en modulation de température et sont basées sur l'amplitude et la phase de la tension de contrôle appliquée au pont de Wheatstone. Des travaux tentent de modéliser le couplage thermique entre la sonde et l'échantillon dans le cas d'une modulation de la température de la pointe [I-15], mais ne permettent pas encore d'exploiter quantitativement les images obtenues.

Pour de nombreux matériaux, les transitions thermiques ont plus d'impact sur le coefficient de dilatation que sur la conductivité thermique ou la capacité calorifique, ce qui peut aider à la détection de ces transitions. Un mode d'utilisation des SThM exploite ce fait en utilisant plus encore que les autres la combinaison d'une pointe chauffante et d'un AFM. Son principe est le suivant : la sonde, parcourue par un courant alternatif, balaie l'échantillon à force constante. La modulation de température provoquée par la sonde entraîne une dilatation

de la surface de l'échantillon à une fréquence double de celle du courant, dilatation mesurée par la déflexion du micro-levier de l'AFM. Ainsi, trois images sont obtenues simultanément : la topographie de l'échantillon, l'amplitude et la phase de la dilatation périodique de sa surface [I-13].

Les sondes résistives dont je viens de donner les principales techniques d'applications sont largement utilisées, surtout depuis la mise sur le marché de microscopes thermiques basés sur un AFM équipé d'une sonde résistive dite « sonde de Wollaston ». Présentée par Dinwiddie *et al* en 1994 [I-13], elle tire son nom du fil de Wollaston composé d'une âme de platine à 10% de rhodium de 5  $\mu\text{m}$  de diamètre entourée d'une gaine d'argent de 75  $\mu\text{m}$  de diamètre (Figure I.1)

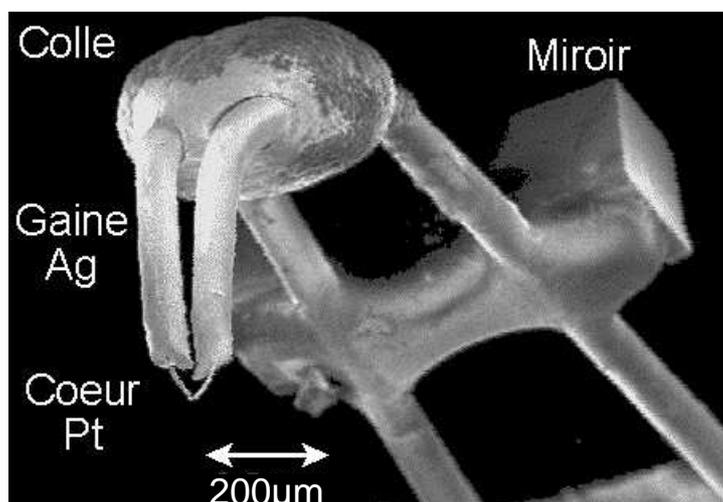


Figure I.1 : sonde Wollaston, photo MEB d'après [I-13]

Le fil est suffisamment raide pour être recourbé de manière à obtenir une boucle et une poutre rigide. Une fois la boucle convenablement cintrée et orientée, la gaine d'argent est attachée à son extrémité pour dénuder l'âme de platine sur quelques 200  $\mu\text{m}$  environ, formant l'extrémité de la sonde intégrée sur un AFM. Pour un courant électrique circulant dans le fil, la résistance se situe principalement au niveau du filament dénudé de platine, ce qui permettra, selon le mode de mesure, de chauffer directement la pointe ou de mesurer sa température. Même si cela peut paraître étonnant avec un fil de platine de 5  $\mu\text{m}$  de diamètre, des résolutions largement sub-micrométriques ont été annoncées : Balk présente des images dont les plus petits détails visibles ne dépassent pas les 30 nm [I-13].

Plus récemment, des sondes dites sondes « bow-tie » en raison de leur aspect en nœud-papillon ont été développées [I-17]. Elles peuvent être obtenues en série à partir de wafers de silicium. La méthode de fabrication, qui comprend des techniques de lithographie optique, d'attaque à la potasse ainsi que plusieurs lithographies électroniques, consiste à faire passer une piste de palladium sur une pyramide de silicium. Même si la pointe de la pyramide possède une dimension caractéristique d'une centaine de nanomètres, la piste de palladium (l'élément sensible de la sonde) peut être rétrécie jusqu'à ne mesurer que quelques dizaines de nanomètres au niveau de cette pointe (Figure I.2). Une utilisation comparative montre que les sondes bow-tie montrent des détails plus fins que les sondes Wollaston, tant en topographie qu'en thermique [I-13].

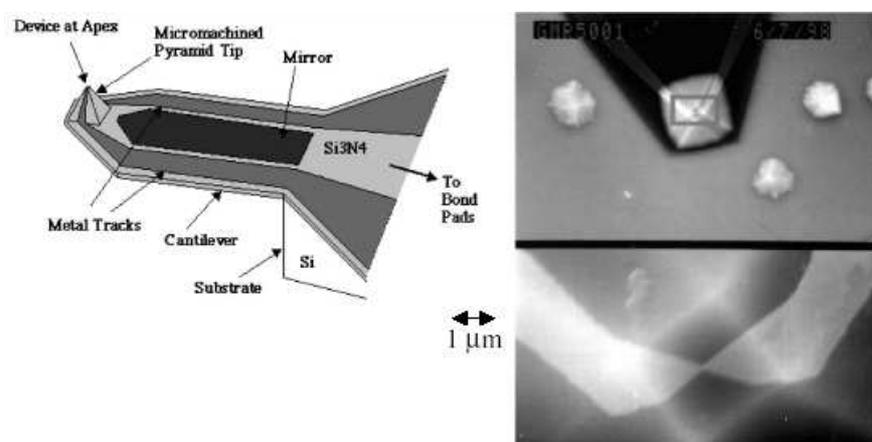


Figure I.2 : sonde « bow tie », schéma et photos MEB, d'après [1.17]

### 3. Échanges thermiques pointe-échantillon

La connaissance des échanges thermiques entre la pointe et l'échantillon étudié conditionne l'interprétation des mesures expérimentales. Il faut considérer les transferts de chaleur par conduction, convection et radiation. Dans les conditions habituelles de mesure, définies par rapport à la pression et à la température de la sonde, certaines de ces contributions sont négligeables ou tout au moins non prépondérantes.

### 3.1.Échanges par conduction

Il existe trois modes d'échange conductif entre la pointe et l'échantillon qu'elle balaie : par conduction directe solide-solide en cas de contact ponctuel, par conduction gazeuse via une couche d'air les séparant, ou par l'intermédiaire d'un ménisque d'eau liant la sonde à l'échantillon.

En 1999, Gomes *et al* ont étudié les contributions respectives de ces modes d'échange avec un dispositif muni d'une sonde de Wollaston [I-16]. A pression ambiante et pour une température de sonde inférieure à 100°C, la présence d'un ménisque liquide à l'extrémité de la sonde se manifeste de la manière suivante : à l'approche de la sonde, le flux thermique passant de la pointe vers l'échantillon augmente continûment jusqu'au "saut au contact" (connu en microscopie à force atomique) provoqué par les forces capillaires d'un film liquide qui attire brutalement la sonde vers l'échantillon, ce qui augmente tout aussi brutalement le flux de chaleur. Lorsque la sonde est éloignée, on note au départ une faible diminution du flux due à la diminution de la surface de contact solide-solide et à l'étirement du ménisque d'eau liant thermiquement et mécaniquement la pointe à l'échantillon. Lorsque le ménisque cède, la pointe libérée quitte la surface et le signal thermique diminue fortement. Les mesures réalisées sous vide ou sous air sec sont quant à elles, quelle que soit la température de la sonde, similaires à celles réalisées en atmosphère humide pour une température de pointe élevée : le flux de chaleur évacué de la pointe vers l'échantillon augmente continûment lorsque la distance les séparant diminue, aucun ménisque liquide ne s'étant formé.

Les effets de la conduction gazeuse entre la sonde et l'échantillon sont difficiles à quantifier. Il a cependant été observé que lors d'un contact mécanique entre la pointe et un échantillon, les variations du signal ne dépendaient que de la nature de l'échantillon et restaient indépendantes de la nature du gaz environnant, au moins lorsque l'échantillon est bon conducteur. Ceci laisse penser que la conduction gazeuse n'est alors pas un paramètre prépondérant, ce qui a été confirmé par Luo *et al* qui ont montré au moyen d'une démarche calculatoire que la conduction gazeuse n'expliquait pas à elle seule les valeurs des conductances thermiques  $K$  observées expérimentalement [I-18]. Cette conductance thermique s'écrit

$$K = \frac{kA}{l} \quad (I.1)$$

où  $k$  est la conductivité thermique du gaz ( de l'ordre de 20mW.m<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup>),  $A$  est la surface de la pointe en vis-à-vis de l'échantillon et  $l$  le libre parcours moyen des molécules, égal ici à la

distance pointe-échantillon (de l'ordre de 100 nm). Les valeurs expérimentales mesurées de  $K=10^{-5}W/K$  sont 20 fois supérieures à celles attendues par le seul modèle de la conduction gazeuse.

Le mode de conduction solide domine les échanges thermiques, quel que soit l'environnement de l'échantillon si ce dernier est un bon conducteur de la chaleur. En atmosphère humide, la formation d'un ménisque d'eau apporte une contribution supplémentaire à l'échange thermique. La conduction gazeuse n'a une influence significative que sous atmosphère sèche avec un matériau isolant.

### 3.2.Échanges convectifs

Des mesures de contraste de conductivité thermique montrent que des variations quantitatives ont lieu selon la nature du gaz environnant la sonde [I-16]. Celles-ci peuvent avoir deux causes : conduction à travers la couche de gaz séparant la pointe et la surface de l'échantillon ou échange convectif entre la pointe et le gaz ambiant. Si la pointe est loin de l'échantillon, la conduction gazeuse ne peut être que négligeable. On observe cependant dans ces conditions un signal thermique d'autant plus important que le gaz dans l'environnement de la pointe est bon conducteur thermique. Un échange convectif entre une sonde thermique et l'atmosphère ambiante a un impact significatif, de l'ordre de 30%, sur le signal thermique dans le cas d'une sonde de Wollaston. Cette contribution est généralement ignorée, son apport étant essentiellement une composante continue et stable du signal thermique et pris en compte lors des étalonnages.

### 3.3.Échanges radiatifs

Il existe deux modes d'échanges de chaleur radiatifs : l'un suit la loi de Stefan-Boltzmann et le second, moins connu est dû à des effets de proximité. Tant que la distance  $d$  entre deux surfaces reste supérieure à la longueur d'onde thermique principalement rayonnée  $\lambda_{th}$ , le flux thermique entre les surfaces suivra la loi de Stefan-Boltzmann et ne variera donc pas avec la distance. Lorsque la distance  $d$  devient inférieure à  $\lambda_{th}$  (proche de 10  $\mu m$  à température ambiante), certains modes de propagation disparaissent, diminuant le flux de

chaleur transmis [I-19]. En revanche, une particule ou un solide pénétrant le volume des modes non propagatifs peut en extraire de l'énergie. Il s'agit d'un effet tunnel thermique analogue à l'effet tunnel électrique. D'après Xu, ces échanges deviennent perceptibles lorsque la distance pointe-échantillon est réduite à moins de 1 micron [I-19]. Précisons qu'il utilisait lors de ses expériences une aiguille d'indium dont la pointe aplanie couvrait un diamètre de 100 microns et qu'elle était chauffée à 40 K au-dessus de la température du thermocouple constituant l'échantillon.

D'un point de vue quantitatif, il faut retenir qu'en atmosphère ambiante et dans la géométrie décrite plus haut, les échanges radiatifs ont une contribution inférieure de plusieurs ordres de grandeur à tous les autres types d'échanges thermiques, estimée à  $10^{-1} \text{ W.cm}^{-2}.\text{K}^{-1}$ , soit de l'ordre de quelques pourcents de l'échange par conduction par l'air.

### **3.4.Conclusion**

Nous venons de passer en revue les cinq possibilités d'échanges thermiques au niveau d'une pointe de SThM. Connaître leurs particularités permet de déterminer des conditions adéquates de travail. Ainsi, les échanges par convection, par conduction gazeuse et par radiation sont généralement négligeables ou n'introduisent qu'un décalage constant. Dans les conditions habituelles de mesures, la conduction à travers un ménisque d'eau et la conduction solide-solide seront largement prépondérantes. Connaître les chemins empruntés par le flux thermique étudié est déjà important pour pouvoir analyser et comparer des résultats qualitatifs entre eux, mais cela est aussi décisif pour toute tentative d'application quantitative.

## **4. Traitement analytique**

Ce chapitre développe les traitements analytiques permettant l'extraction d'une information physique à partir des effets phénoménologiques décrits précédemment. On ne considérera que la conduction solide-solide. La première partie traite le problème particulier de l'évacuation ponctuelle de la chaleur en régime permanent. Ses conséquences sur la mesure locale d'une conductivité thermique concernent directement le sujet traité ici. Pour compléter cette présentation, la deuxième partie aborde le régime alternatif qui fournit une information sur la valeur de la chaleur spécifique massique.

## 4.1. Travail en régime permanent

Nous sommes amenés à considérer le problème de l'évacuation ponctuelle d'une puissance calorifique  $P$  dans un échantillon semi-infini de masse volumique  $\rho$ , chaleur spécifique  $c$  et conductivité thermique  $k$ . Cette évacuation se fait par le contact d'une pointe dont l'extrémité est schématisée par un disque de diamètre  $2a$  (Figure I.3)

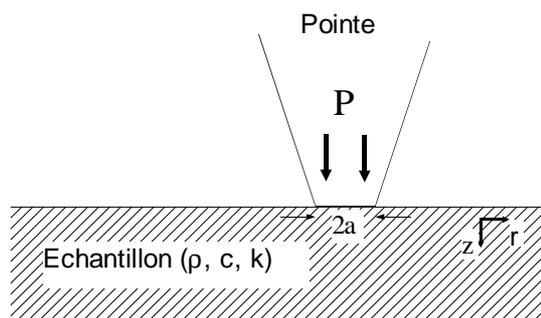


Figure I.3 : contact pointe-échantillon

L'équation de la chaleur dans l'échantillon s'écrit :

$$\rho c \frac{\partial T}{\partial t} = -\text{div } \vec{J} + p \quad (\text{I.2})$$

avec  $\vec{J} = -k \vec{\nabla} T$  flux de chaleur ( $\text{W}/\text{m}^2$ )  
 $p$  densité volumique de puissance dans l'échantillon ( $\text{W}/\text{m}^3$ )

En régime permanent, l'équation I.2 devient :

$$\nabla^2 T = -\frac{p}{k} \quad (\text{I.3})$$

Comment exprimer  $P$  en fonction de  $p$  ? La conservation du flux de chaleur impose  $P = -\int p dV$ . On suppose une décroissance exponentielle de  $p$  suivant  $z$ , et la symétrie cylindrique du problème fait que  $p$  est indépendant de  $\theta$ .

Ainsi :

$$p = p(r, z) = p_0 e^{-z/\lambda} f(r/a) \quad (\text{I.4})$$

- si la fonction de distribution obéit à  $\begin{cases} f(r) = 1 & \text{si } r \leq a \\ f(r) = 0 & \text{si } r > a \end{cases}$

$$P = -p_0 \int_0^{\infty} e^{-z/\lambda} dz \int_0^a 2\pi r \cdot dr = -p_0 \pi a^2 \lambda \quad (\text{I.5})$$

- si la fonction est gaussienne  $f(r) = e^{-r^2/a^2}$

$$P = -2\pi \lambda p_0 \int_0^{\infty} e^{-r^2/a^2} \cdot dr = -p_0 \pi a^2 \lambda \quad (\text{I.6})$$

Ces deux distributions fournissent la même densité de puissance à l'interface  $z = 0$  en  $r = 0$

$$p_0 = -\frac{P}{\pi a^2 \lambda} \quad (\text{I.7})$$

Quelle est l'élévation de température à la surface de l'échantillon ? Les équations I.3 et I.4 fournissent :

$$\nabla^2 T = -\frac{p_0}{k} e^{-z/\lambda} f(r/a) \quad (\text{I.8})$$

avec, en coordonnées cylindriques :  $\nabla^2 = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial}{\partial r} \right) + \frac{\partial^2}{\partial z^2}$

On cherche une solution  $T(r, z) = e^{-z/\lambda} u(r)$ . L'équation I.8 fournit :

$$\frac{d^2 u}{dr^2} + \frac{1}{r} \frac{du}{dr} + \frac{1}{\lambda^2} u = -\frac{p_0}{k} f(r/a) \quad (\text{I.9})$$

que le changement de variables  $R = r/a$  et  $W = a/\lambda$  simplifie en :

$$\frac{d^2 u}{dR^2} + \frac{1}{R} \frac{du}{dR} + W^2 u = -\frac{P_0 a^2}{k} f(R) \quad (\text{I.10})$$

- Si  $R \gg 1$ ,  $f(R)=0$  et l'équation I.10 a pour solution une combinaison de fonction de Bessel.
- Si  $R \leq 1$ , l'hypothèse  $f(R)=1$  et celle que  $u(R)=\text{constante}$  (température de l'échantillon uniforme sous la pointe) fournissent :

$$u = \frac{P \lambda}{\pi k a^2} \quad (\text{I.11})$$

La longueur caractéristique  $\lambda$  dépend de la dimension de l'extrémité de la pointe, et on peut raisonnablement estimer que  $\lambda \approx a$  (ce qui correspond à une distribution sphérique de  $p$  sous la pointe). Ainsi, si  $T_0$  est la température de l'échantillon, la température  $T_j$  de la jonction pointe-échantillon est :

$$T_j = T_0 + \frac{P}{\pi k a} \quad (\text{I.12})$$

L'équation I.12 a été initialement établie par Lax [I-20] lors de l'étude de la répartition thermique induite par un faisceau laser. Elle servira à comprendre le principe du dispositif présenté dans la deuxième partie. La mesure directe ou indirecte de  $T_j$  permet de déduire la conductivité thermique locale de l'échantillon, connaissant  $P$  et  $a$ . Nous voyons déjà que  $T_j$  sera d'autant plus éloignée de  $T_0$  que la puissance dissipée  $P$  sera grande, et la conductivité thermique  $k$  de l'échantillon et le rayon de courbure  $a$  de la pointe petits. Ceci va déjà nous orienter dans notre travail quant aux caractéristiques de notre prototype et au domaine d'étude envisageable.

## 4.2. Travail en courant alternatif : méthode $3\omega$

La méthode  $3\omega$  utilise un même dépôt métallique comme élément chauffant et thermomètre. Parcouru par un courant  $I$  à la pulsation  $\omega$ , ce dépôt dégage par effet Joule une puissance calorifique en  $2\omega$  et sa température est modulée à cette même pulsation. La résistance électrique  $R$ , proportionnelle à la température, est donc également modulée à  $2\omega$  et la tension  $U=RI$  à ses bornes comprend un terme à la pulsation  $3\omega$  dépendant des caractéristiques thermiques du substrat du dépôt.

La variation de la résistance électrique du dépôt peut s'écrire :

$$R(T) = R_0(1 + \alpha \Delta T \cos(2\omega t - \phi)) \quad (\text{I.13})$$

où  $\alpha$  est le coefficient de température de la résistance :  $\alpha = \frac{1}{R_0} \cdot \frac{dR}{dT}$ ,  $\Delta T$  l'amplitude de l'oscillation de la température et  $\phi$  le déphasage entre l'oscillation de température et la puissance de chauffage. La tension  $U(t)$  aux bornes du dépôt peut s'exprimer sous la forme :

$$U(t) = R(t) \cdot I(t) = I_0 R_0 \left[ \cos \omega t + \frac{\alpha \Delta T}{2} [\cos(\omega t - \phi) + \cos(3\omega t - \phi)] \right] \quad (\text{I.14})$$

L'amplitude de la troisième harmonique est directement proportionnelle à celle de l'oscillation thermique  $\Delta T$ , indépendante de  $T$  et de ses fluctuations. Il s'agit maintenant d'exprimer  $\Delta T$  dont la valeur, résultante de l'interaction entre le dépôt et son substrat, dépend des propriétés thermiques de ce dernier. Considérons la Figure I.4. Le dépôt de largeur  $2b$  et de longueur infinie dégage une puissance par unité de longueur  $P/l$  absorbée par le matériau.

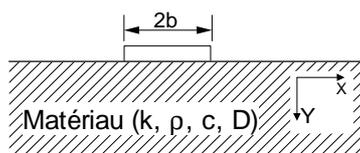


Figure I.4 : ligne chauffante et échantillon étudié en coupe

L'équation d'évolution de la chaleur dans le substrat est donnée par l'équation I.2. La symétrie semi-cylindrique du problème permet de comprendre que  $T$  n'est fonction que de  $r = \sqrt{x^2 + y^2}$  et fait apparaître dans son traitement des fonctions de Bessel. La solution donnée par Carslaw et Jaeger [I-21] s'écrit :

$$\Delta T(r) = \frac{P}{1\pi k} K_0(j^{1/2}qr) \quad (\text{I.15})$$

où  $K_0$  est la fonction de Bessel modifiée à l'ordre 0,  $j = \sqrt{-1}$  et  $q = \sqrt{\frac{2\omega}{D}} = \frac{1}{\lambda}$  où  $D$  est la diffusivité du matériau et  $\lambda$  correspond à une longueur de diffusion thermique. Pour de faibles valeurs du produit  $qr$  (grande diffusivité du matériau ou faible fréquence de modulation thermique), la solution I.15 peut se développer en :

$$\Delta T(r) = \frac{P}{1\pi k} \left[ \frac{1}{2} \ln \frac{D}{r^2} + \ln 2 - 0,5772 - \frac{1}{2} \ln(2\omega) - \frac{i\pi}{4} \right] \quad (\text{I.16})$$

Rappelons qu'il s'agit ici de l'expression de l'élévation de température du matériau alors que la méthode citée ici mesure celle du dépôt source de chaleur. Il faut prendre en compte les dimensions finies de l'élément chauffant et travailler en  $y = 0$ . Dans ce cas, si  $b \ll 1/q$  (réalisable par lithographie), on démontre que l'élévation de température de l'élément chauffant obéit à [I-22] :

$$\Delta T(\omega) = \frac{P}{1\pi k} \left( A - \frac{1}{2} \ln \omega \right) \quad (\text{I.17})$$

où  $A$  est une constante. La conductivité thermique  $k$  s'obtient à partir de deux mesures de  $\Delta T$  effectuées à deux fréquences différentes.

Notons (mais cela nous écarte du sujet) qu'un traitement où  $b \gg 1/q$  (travail en hautes fréquences) fournit directement la valeur de la chaleur spécifique du substrat [I-23], comme cela a été notifié en chapitre I.2.

## **5. Conclusion**

Aujourd'hui, la microscopie thermique offre l'opportunité d'améliorer la résolution de mesures non destructrices à des échelles submicroniques. La principale difficulté est de savoir extraire correctement une information physique à partir d'événements thermiques couplés et diffusés dans une matrice de taille macroscopique. Il est encore difficile de s'affranchir de l'incertitude expérimentale quant à la surface de contact entre la sonde et l'échantillon (à cause d'une part de la rugosité et de la dureté de l'échantillon, et d'autre part, dans le cas du système « Wollaston », à cause de la souplesse du fil chauffant). Les techniques associées à ces mesures sont difficiles à mettre en oeuvre et nécessitent un étalonnage extrêmement rigoureux à chaque nouvelle sonde et à chaque type d'échantillon utilisé. De plus, les étalons utilisés pour la calibration doivent être de même dureté et de même rugosité que l'échantillon étudié afin de tenir compte des déformations de la pointe et de la surface de l'échantillon lorsqu'ils entrent en contact mécanique. Les conditions de travail, en particulier l'hygrométrie du milieu, doivent être précisément contrôlées. Enfin, l'utilisation d'une sonde active renforce au niveau de l'interface de mesure les difficultés de la convection et du rayonnement. Tous ces paramètres font qu'il est aujourd'hui encore difficile de comparer quantitativement les résultats de différentes équipes.

L'amélioration des mesures passe par une diminution de la taille de la sonde afin d'affiner la résolution spatiale. Nous devons également chercher à augmenter la sensibilité du positionnement du dispositif de mesure. La dernière priorité est l'amélioration de l'évaluation quantitative du flux de chaleur passant effectivement dans l'échantillon via la pointe. Ce dernier point implique une connaissance précise des chemins d'évacuation de la puissance calorifique dissipée, que ce soit par la pointe ou par son support.

Pour progresser dans ce domaine, j'ai développé au cours de ma thèse un microfluxmètre capable de dissiper une puissance calorifique précise sur une surface extrêmement réduite, au sein d'un dispositif dont les caractéristiques thermiques sont précisément connues. Il est envisagé de travailler dans un vide secondaire afin de s'affranchir des fuites thermiques peu contrôlables que sont la convection et la conduction gazeuses, et la conduction à travers un ménisque d'eau. En utilisant des écarts thermiques suffisamment faibles, il est également possible de négliger les pertes par rayonnement. Pour ce nouveau

type de microscope thermique, une sonde passive originale a été développée afin de transmettre une quantité de chaleur déterminée vers un échantillon étudié. Un système de positionnement tridimensionnel basé sur un actionnement électrostatique et une détection capacitive du déplacement, lui aussi original, a été conçu. Le principe de fonctionnement de ce dispositif et la conception de ses paramètres électromécaniques et thermiques sont exposés dans la partie suivante.



## Partie II - Conception du dispositif

### Table des matières

<b>1.Introduction</b>	<b>30</b>
<b>2.Principe de fonctionnement</b>	<b>32</b>
2.1.Mesures thermiques	32
2.2.Actionnement électrostatique	34
2.3.Détection capacitive	37
<b>3.Aspect micromécanique</b>	<b>38</b>
<b>4.Aspect microthermique</b>	<b>43</b>
4.1.La membrane	43
4.2.La pointe	43
4.3.Ordre de grandeur des puissances thermiques	45
<b>5.Régulation thermique</b>	<b>45</b>
5.1.Résistance de chauffage	46
5.2.Thermomètre « 4 fils »	47

## 1. Introduction

Avant mon arrivée au CRTBT, E. Ménégaz avait développé un actionneur bidimensionnel (Figure II.1) à commande électrostatique et détection capacitive [II-1]. Ce dispositif en silicium permettait le déplacement d'une membrane sur une plage de  $10\mu\text{m}$  dans les deux directions X et Y du plan horizontal. Ce simple prototype possède une sensibilité mécanique inférieure à  $1 \text{ \AA}/\sqrt{\text{Hz}}$ . Sa conception symétrique exempte d'élément piézo-électrique l'affranchit de tout hystérésis mécanique et dérive en température. Ces performances se prêtaient à une poursuite du développement de ce système dans le domaine de la microscopie en champ proche, ce qui a motivé ce travail.

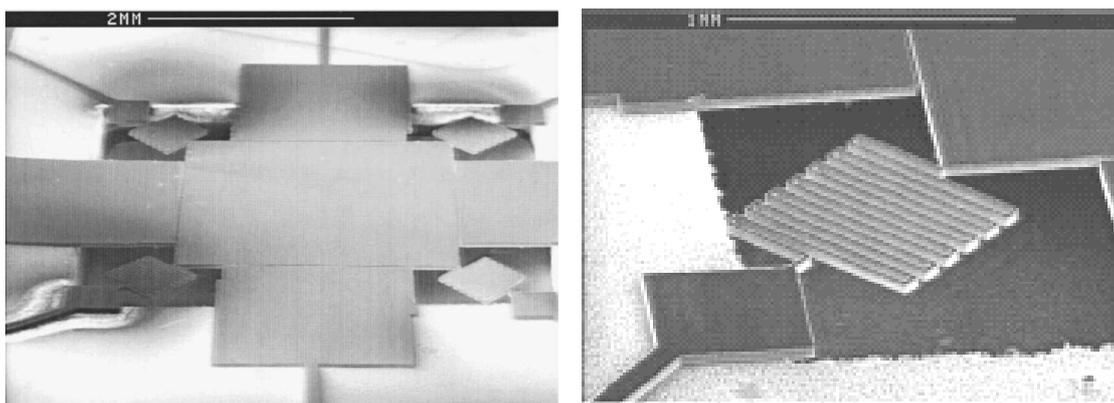


Figure II.1 : vue globale et détail d'un ressort de suspension

Considérons cet ensemble du point de vue de la conduction thermique. Il s'agit d'un système de faible capacité calorifique (la membrane) relié au milieu extérieur par quatre résistances thermiques en parallèle (les ressorts de suspension). La membrane mobile offre une importante surface de travail ( $3 \times 3 \text{ mm}^2$ ) capable d'accueillir divers éléments tels une micropointe et un système de chauffage et de thermométrie lithographié. Le dégagement sur la membrane d'une faible puissance calorifique provoquera une augmentation conséquente de sa température, qui dépendra du fait que la micropointe est en contact ou non avec un échantillon. On retrouve donc une configuration propice au développement d'un « micro-atelier » tel que présenté en introduction de ce manuscrit.

Un tel microfluxmètre intégré sur un actionneur très sensible permettrait de progresser vers des mesures thermiques plus quantitatives. L'intégration sur la membrane isolée d'un élément chauffant et d'un thermomètre offre une connaissance exacte du chemin suivi par le flux de chaleur. D'autre part, on attribue ainsi à la sonde (la micropointe) un rôle passif de conductance thermique auxiliaire et la résolution spatiale est limitée par le rayon de courbure de l'extrémité de la pointe. La Figure II.2 donne l'aspect global du dispositif.

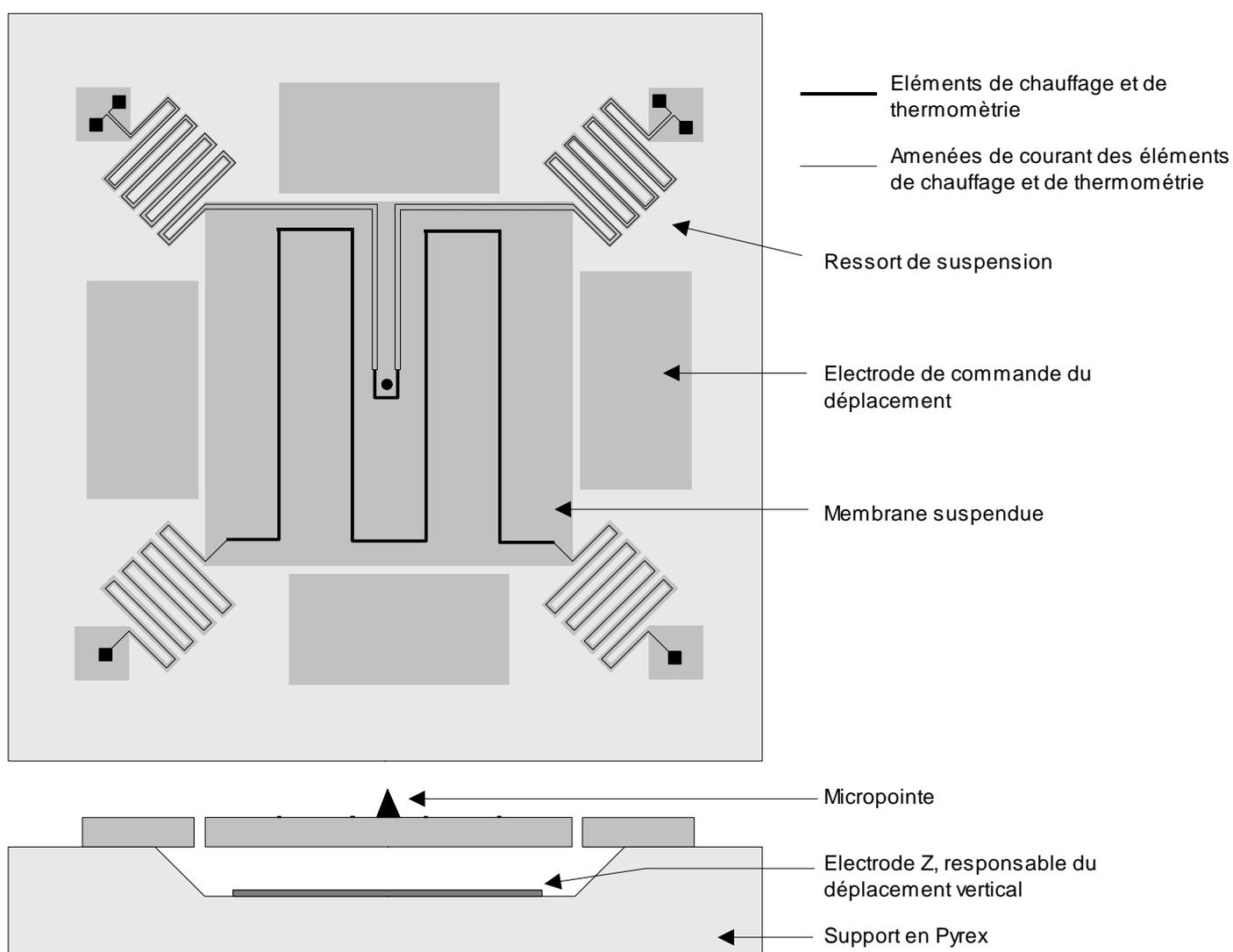


Figure II.2 : schématisation globale du dispositif

La géométrie de l'actionneur à l'origine de ce projet résultait d'un compromis électromécanique. Il faut maintenant redimensionner tout ou partie des éléments de l'actionneur pour lui conférer des propriétés thermiques compatibles avec les contraintes électro-mécaniques, et réfléchir à l'intégration d'une micro-pointe comme sonde thermique.

La conception définitive a résulté d'adaptations et modifications fréquentes imposées par l'expérience. Par souci de clarté, et bien que tous les aspects du problème aient été étudiés concomitamment, ceux-ci sont détaillés séparément dans les chapitres suivants.

## 2. Principe de fonctionnement

### 2.1. Mesures thermiques

L'idée est de mesurer quantitativement un flux thermique traversant la pointe intégrée sur la membrane mobile et diffusant dans un échantillon quelconque en contact. Imaginons qu'une puissance constante  $P_0$  soit dégagée sur la membrane isolée (Figure II.3-a). Il apparaît alors un différentiel thermique  $\Delta T$  entre celle-ci et son support à température  $T_0$  tel que :

$$\Delta T = \frac{P_0}{K} \quad (\text{II.1})$$

où  $K$  est la conductance thermique due aux ressorts de suspension. Si la pointe entre en contact avec un échantillon, il apparaît une nouvelle fuite thermique (Figure II.3-b). Maintenir constant le différentiel thermique  $\Delta T$  impose de fournir une puissance de chauffage supplémentaire  $P_1$  compensant la nouvelle fuite.

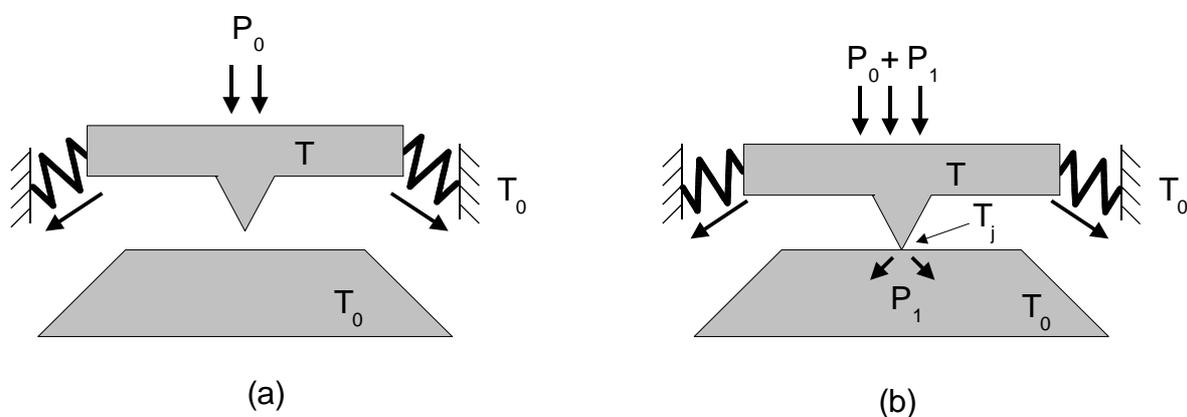


Figure II.3 : principe de la mesure thermique

La puissance  $P_1$  renseigne sur la conductivité thermique locale  $k$  de l'échantillon. Comme indiqué en chapitre I.4.1, nous avons affaire à une évacuation ponctuelle d'un flux de chaleur. D'après l'équation I.12 et les notations de la Figure II.3, la jonction entre la pointe et l'échantillon est à une température  $T_j$  telle que :

$$T_j = T_0 + \frac{P_1}{\pi k a} \quad (\text{II.2})$$

L'égalité précédente et la loi de conservation du flux thermique permettent d'écrire :

$$\begin{cases} P_1 = \pi (T_j - T_0) k a & (\text{a}) \\ P_1 = (T - T_j) K_{\text{pointe}} & (\text{b}) \end{cases} \quad (\text{II.3})$$

où  $K_{\text{pointe}}$  est la conductance thermique de la pointe. Ce système aux deux inconnues  $T_j$  et  $k$  fournit :

$$T_j = \frac{K_{\text{pointe}} \cdot T + \pi k a T_0}{K_{\text{pointe}} + \pi k a} \quad (\text{II.4})$$

On en déduit l'expression littérale du supplément de puissance  $P_1$  :

$$P_1 = \frac{\pi k a \Delta T}{1 + \frac{\pi k a}{K_{\text{pointe}}}} \quad (\text{II.5})$$

où  $\Delta T = T - T_0$ . Cette égalité permet *a priori* d'accéder à la valeur de  $k$  connaissant la puissance  $P_1$  de régulation de l'écart  $\Delta T$  et les caractéristiques de la pointe. Son sens physique s'éclaircit lorsque nous considérons deux situations extrêmes quant aux conductances thermiques de la pointe et de la zone étudiée :

- Si  $K_{\text{pointe}} \ll k.a$ ,  $T_j \approx T_0$  et  $P_1 \approx K_{\text{pointe}} \cdot \Delta T$ . Une trop grande résistance thermique de la pointe ou la grande diffusivité thermique de la zone étudiée ne permettent pas de mesurer  $k$  par l'intermédiaire de  $P_1$ .
- Si  $K_{\text{pointe}} \gg k.a$ ,  $T_j \approx T$  et  $P_1 \approx \pi.a.k.\Delta T$ . Une grande conductance thermique de la pointe par rapport à celle de la zone étudiée permet une quasi-thermalisation de l'ensemble mobile et se traduit par un saut thermique au niveau du contact. Il y a alors une relation très simple entre  $P_1$  et  $k$ .

On se rapproche de ces situations extrêmes selon la nature de l'échantillon mais aussi de la sonde thermique. On comprend que l'on a intérêt à bénéficier d'une sonde de rayon de

courbure aussi faible que possible mais avec une conductance thermique la plus élevée possible. Ce point sera traité au chapitre II-4.

## 2.2. Actionnement électrostatique

Les mesures thermiques doivent s'effectuer en plusieurs points de l'échantillon. Il faut donc déplacer la membrane supportant la micro-sonde dans les trois directions de l'espace à petite échelle. Ce chapitre rappelle les notions élémentaires de l'actionnement électrostatique utilisé dans ce projet.

La diffusion des techniques de microfabrication a permis la conception et la fabrication de nombreux dispositifs comme les actionneurs [II-2]. Ceux-ci sont constitués d'une armature fixe exerçant une force sur une partie mobile généralement suspendue par des liens élastiques ayant une réponse linéaire pour de petits déplacements. Les moyens d'action les plus fréquemment employés sont d'origine magnétique, piézoélectrique, thermique ou électrostatique [II-3]. C'est le dernier cas qui nous intéresse ici. Les systèmes électrostatiques ont pour avantages la simplicité d'utilisation et la possibilité d'être associés à une détection capacitive du déplacement (point que nous verrons plus en détail en chapitre II.2.3). Nous avons choisi de travailler avec du silicium très fortement dopé P ( $10^{19}$  atomes de bore par  $\text{cm}^3$  dans notre cas) afin d'obtenir le comportement conducteur nécessaire à l'utilisation de la force électrostatique. La force attractive qui s'exerce entre deux surfaces planes conductrices  $S$  en vis-à-vis, distantes de  $d$  et entre lesquelles s'exerce une différence de potentiel  $\Delta V$  s'écrit :

$$F = \frac{1}{2} \epsilon_0 S \left( \frac{\Delta V}{d} \right)^2 \quad (\text{II.6})$$

où  $\epsilon_0$  est la permittivité diélectrique du vide.

On démontre qu'une position stable est atteinte à la condition que le déplacement n'excède pas le tiers de la distance inter-électrode au repos  $d_0$ . Au-delà, la réponse linéaire des liens élastiques n'est plus capable d'équilibrer la force attractive électrostatique et la partie mobile vient brutalement se coller contre l'armature fixe [II-4]. Cette condition d'équilibre définit le déplacement maximal autorisé, soit  $d_0/3$ .

## Déplacement horizontal

La géométrie de notre dispositif nous autorise à placer deux électrodes fixes face à deux côtés opposés de la membrane carrée et permet d'obtenir une plage de  $2d_0/3$  dans chacune des deux directions horizontales, X et Y, comme l'illustre la Figure II.4.

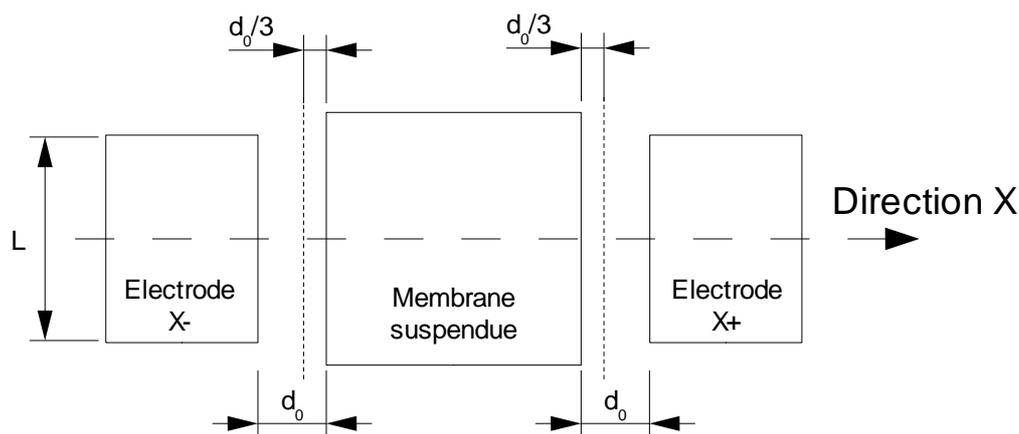


Figure II.4 : amplitude de déplacement

L'intensité de la force appliquée dépend de la surface de l'électrode responsable du déplacement. Dans le cas du déplacement horizontal, cette surface  $S_{X,Y}$  est définie par la longueur  $L$  de l'électrode et son épaisseur  $e$ . Nous avons fixé la valeur de ce paramètre à  $e=50\mu m$ . Cette valeur résulte d'un premier compromis électromécanique. Les considérations électroniques invitent à bénéficier d'une valeur  $S_{X,Y}$  la plus grande possible puisque nous verrons que cette surface joue également un rôle crucial dans la détection du déplacement. Les considérations micromécaniques invitent à limiter la valeur de  $e$  pour conserver pendant la gravure de l'ensemble des flancs aussi verticaux que possible. L'épaisseur  $e = 50 \mu m$  résulte de ce compromis. De plus, une plus forte épaisseur augmenterait la masse et la capacité calorifique du système sans augmenter de façon conséquente la capacité électrique.

De même, nous avons retenu la valeur  $L = 2400\mu m$ . Une valeur inférieure réduirait celle de  $S_{X,Y}$ . Une valeur supérieure compliquerait la réalisation générale du dispositif micromécanique en le situant dans un champ trop étendu. Ainsi :

$$S_{X,Y} = L \cdot e = 0,12 \text{ mm}^2 \quad (\text{II.7})$$

La raideur de la suspension doit équilibrer la force électrostatique. Nous pouvons

calculer la valeur  $V_{Max}$  de la tension à appliquer pour bénéficier de l'amplitude de déplacement maximale  $\Delta d_{Max} = d_0/3$  en égalant la force électrostatique exercée à la force de rappel mécanique de la suspension de raideur horizontale  $K_{X,Y}$  :

$$\frac{1}{2} \varepsilon_0 S_{X,Y} \left( \frac{V_{Max}}{d_0 - \Delta d_{Max}} \right)^2 = K_{X,Y} \Delta d_{Max} \quad (II.8)$$

soit

$$V_{Max} = \sqrt{\frac{8 K_{X,Y} d_0^3}{27 \varepsilon_0 S_{X,Y}}} \quad (II.9)$$

Nous réutiliserons cette équation au chapitre II-3 après avoir modélisé les ressorts.

### Déplacement vertical

Le déplacement vertical est commandé par une électrode, située sous la membrane, d'une surface plus importante que dans le cas horizontal. L'électrode Z a une forme carrée de  $2400\mu\text{m}$  de côté, soit une surface  $S_Z = 5,76\text{mm}^2$ . Le même raisonnement que pour le cas horizontal permet d'écrire l'expression de la différence de potentiel maximale à appliquer entre l'électrode et la membrane :

$$V_{Max} = \sqrt{\frac{8 K_Z d_{0Z}^3}{27 \varepsilon_0 S_Z}} \quad (II.10)$$

où  $K_Z$  est la raideur globale verticale et  $d_{0Z}$  la distance inter-électrode au repos. La valeur de  $K_z$  conditionnera aussi la force de contact pointe-échantillon.

Ainsi, l'actionnement 3D de la membrane mobile est assuré par 5 électrodes imposant une force attractive. Quatre sont situées dans le plan de la membrane et chargées du déplacement horizontal : X+, X-, Y+ et Y-. Une cinquième, Z, située sous la membrane, impose un déplacement vertical. La raideur de l'ensemble sera déterminée par la géométrie des attaches micromécaniques, géométrie qui détermine également la résistance thermique du système. L'estimation de ces paramètres sera donnée au chapitre II-3.

### 2.3.Détection capacitive

Il est pratique d'associer les actionneurs électrostatiques à une détection capacitive du déplacement : la capacité des condensateurs plans formés par les électrodes de la structure fixe et de la structure mobile ont une capacité  $C$  fonction de la position de cette dernière :

$$C = \frac{\epsilon_0 S}{d_0 - \delta d} \quad (\text{II.11})$$

où  $\delta d$  est le déplacement de la partie mobile. Pour des déplacements  $\delta d$  petits devant la distance inter-électrode initiale  $d_0$ , nous avons la relation :

$$\frac{\Delta C}{C_0} = \frac{\delta d}{d_0} \quad (\text{II.12})$$

Une mesure de déplacement revient à mesurer une variation de capacité.

#### Déplacement horizontal

Toujours pour des raisons de compromis électromécanique, nous avons choisi  $d_0 = 20 \mu\text{m}$ . Cela confère une plage de déplacement de  $13 \mu\text{m}$  mais se traduit par des valeurs de capacité électrique  $C_{x,y} = 5 \cdot 10^{-14} \text{F}$ . Si nous voulons bénéficier d'une dynamique mécanique sur six ordres de grandeur (détection de déplacement de l'ordre de  $10^{-11} \text{m}$ ), nous devons donc être capable de mesurer des variations de capacité  $\Delta C \simeq 10^{-20} \text{F}$ . Une telle sensibilité ne peut être atteinte par une mesure directe. En revanche, l'exploitation de la symétrie du dispositif dans une direction donnée nous a permis de monter un pont capacitif extrêmement sensible. Cette détection électronique sera développée dans le chapitre V.3 qui lui est consacré. Nous n'en donnons ici que le principe.

Initialement au repos, la membrane relie deux capacités identiques  $C_0$ . Les électrodes  $Y_{\pm}$  sont polarisées à une même tension alternative  $v$  mais en opposition de phase. Aucun courant de fuite n'est issu de la membrane (voir Figure II.5-a). Un déplacement de la membrane déséquilibre ce montage capacitif (Figure II.5-b) et, pour de petits déplacements, le courant de fuite sera proportionnel à  $\delta d$ . Ce courant est injecté à l'entrée d'un amplificateur et la tension préamplifiée  $v_s$  obéit à :

$$v_s = \frac{2C_0}{C} \frac{\delta d}{d_0} v \cos \omega t \quad (\text{II.13})$$

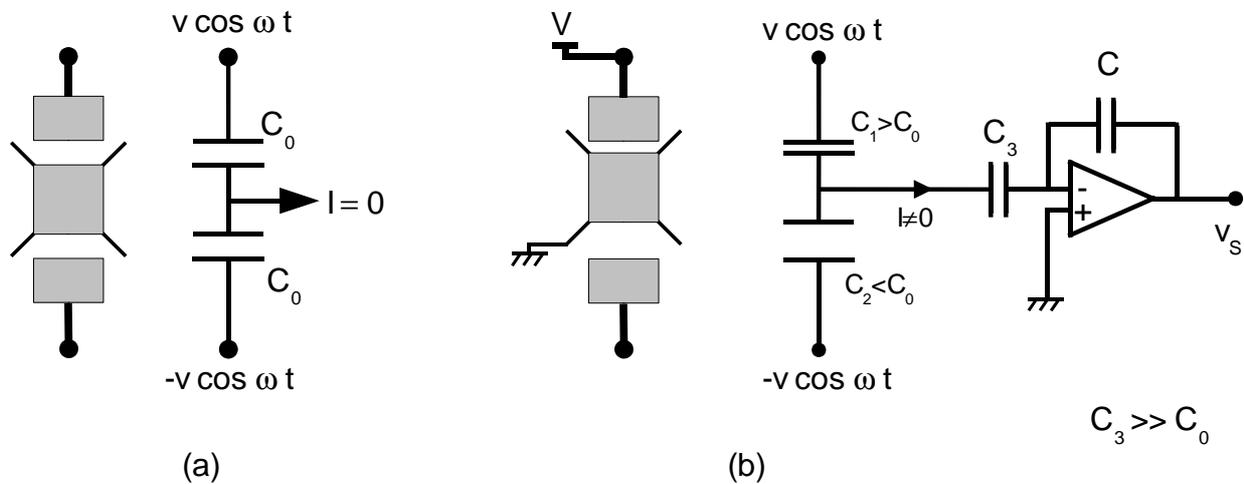


Figure II.5 : principe de la mesure du déplacement horizontal

### Déplacement vertical

Le rôle de l'électrode Z est essentiellement d'établir et d'interrompre le contact thermique entre la sonde et l'échantillon ; son positionnement est moins crucial que pour les directions horizontales. Nous souhaitons une amplitude de déplacement de l'ordre de la dizaine de microns. Alors le gap initial  $d_{0z}$  entre la surface inférieure de la membrane et l'électrode de commande du déplacement vertical est d'environ  $30 \mu\text{m}$ . La détection capacitive est plus aisée que dans les directions horizontales en raison de l'importance de la surface active,  $S_z$  (près de 50 fois plus importante que pour le déplacement horizontal) et de la capacité associée  $C_z = 2 \cdot 10^{-12} \text{F}$ . Une capacité fixe intégrée à un montage électronique permet une mesure par pont capacitif.

### 3. Aspect micromécanique

Les considérations précédentes ont fixé l'épaisseur de la feuille de silicium à partir de laquelle le microsystème est usiné à  $50 \mu\text{m}$ . Cette valeur va influencer les autres paramètres du problème. De plus, le microsystème est inscrit dans un champ d'environ  $5 \text{mm} \times 5 \text{mm}$ , ce qui impose une certaine compacité.

La détermination de la géométrie des ressorts de suspension est un des aspects les plus sensibles de ce problème. Leur rôle est triple :

- définition de la raideur globale de la suspension mécanique tant dans le plan horizontal que dans la direction verticale.
- isolation thermique de la membrane par rapport au milieu ambiant
- accueil des pistes électriques des amenées de courant (chauffage et thermomètre) dont les connexions seront situées hors de la membrane.

### Cas horizontal :

Nous pouvons modéliser les ressorts. Concernant l'aspect mécanique, l'amplitude des déplacements de la membrane reste très faible face aux dimensions des ressorts. Nous pouvons considérer que l'allongement sera supporté par la flexion des  $n$  plus grands bras de longueur  $l_r$  et que la déviation transversale le sera par la flexion d'une poutre droite de longueur équivalente à la longueur à vide  $l_0$  des ressorts (voir Figure II.6-a). Au vu des hypothèses précédentes, et en négligeant le caractère mécanique anisotrope du silicium monocristallin, la force  $F_r$  induite par l'allongement  $\varepsilon_r$  sur chacun des ressorts est, dans ce modèle :

$$F_r = \frac{3EI}{nl_r^3} \cdot \varepsilon_r \quad (\text{II.14})$$

La force de flexion  $F_\vartheta$  provoquée par un déplacement transversal  $\varepsilon_\vartheta$  est :

$$F_\vartheta = \frac{3EI}{l_0^3} \cdot \varepsilon_\vartheta \quad (\text{II.15})$$

$E$  est le module d'Young du silicium ( $2 \cdot 10^{11} \text{ N.m}^{-2}$ ) et  $I$  est le moment quadratique d'une poutre de hauteur  $e$  et de largeur  $b$  (voir Figure II.6) :

$$I_{X,Y} = \frac{eb^3}{12} \quad (\text{II.16})$$

Intéressons nous à un déplacement unidimensionnel correspondant par exemple à  $\varepsilon_Y = 0$ . On a alors  $\varepsilon_r = \varepsilon_\vartheta$  et :

$$\varepsilon_X^2 = \varepsilon_r^2 + \varepsilon_\vartheta^2 = 2\varepsilon_r^2 \quad (\text{II.17})$$

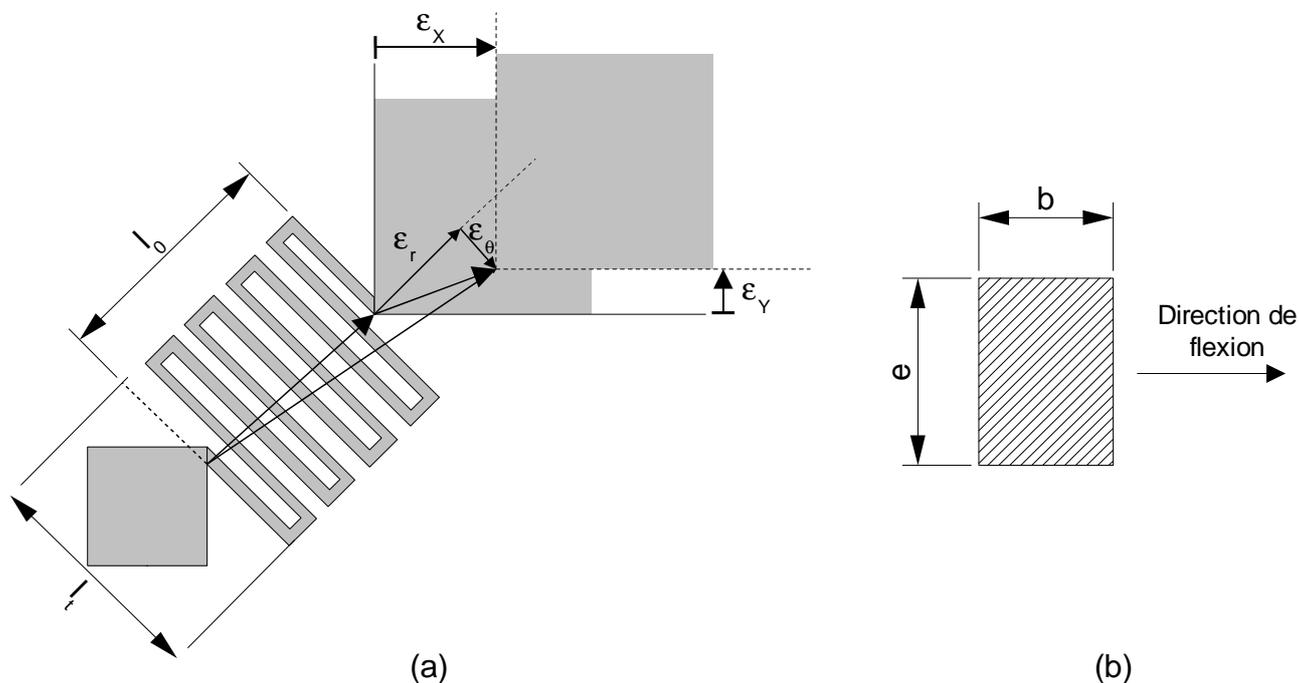


Figure II.6 : modélisation du déplacement horizontal à l'échelle d'un ressort de suspension (a) et nomenclature d'une section de poutre constituant les ressorts (b).

Enfin, en considérant que les suspensions restent à 45° des directions X et Y, ce qui est justifié par la faiblesse des déplacements face aux dimensions du dispositif, la projection sur X de  $F_r$  et  $F_\vartheta$  fournit :

$$F_x = \frac{1}{\sqrt{2}} (F_r + F_\vartheta) = \frac{3}{2} E \cdot I_{x,y} \left( \frac{1}{n \cdot l_t^3} + \frac{1}{l_0^3} \right) \cdot \varepsilon_x \quad (\text{II.18})$$

La raideur totale de la suspension pour des déplacements horizontaux correspond à celle de 4 ressorts en parallèle :

$$K_{x,y}(\text{suspension}) = 4 K_{x,y}(\text{ressort}) = E \frac{e \cdot b^3}{2} \left( \frac{1}{n \cdot l_t^3} + \frac{1}{l_0^3} \right) \quad (\text{II.19})$$

### Cas vertical :

Nous pouvons aussi calculer la raideur verticale de la suspension en considérant que le déplacement selon Z se fait en déformant 4 ressorts en parallèle, eux-même constitués d'un assemblage de poutres en série. Dans ce cas, le moment quadratique des poutres à prendre en compte est :

$$I_z = \frac{e^3 b}{12}$$

Vu le faible déplacement vertical de la membrane (quelques microns) devant la longueur d'un ressort ( $l_0 = 840\mu m$ ), l'allongement  $a$  (voir Figure II.7) des ressorts est négligeable. Le mouvement total peut se modéliser comme la résultante des flexions en série des  $n$  bras de longueurs  $l_i$  et de leur liaison de longueur totale  $l_0$ .

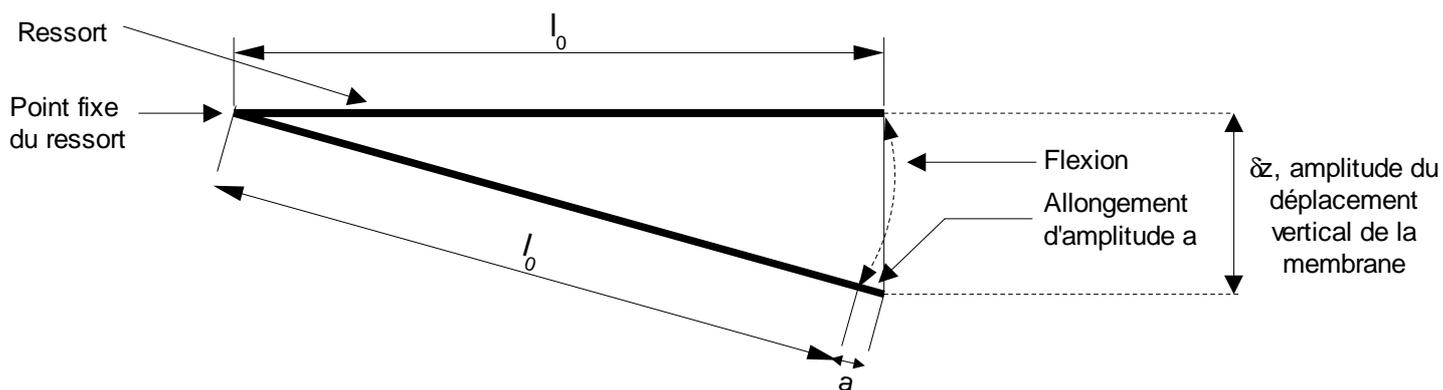


Figure II.7 : modélisation du mouvement d'un ressort au cours d'un mouvement vertical de la membrane : la figure représente les droites passant par le centre de chacun des bras d'un ressort au repos, et en flexion ;  $a$  reste très petit face à  $\delta z$ .

Alors la raideur verticale  $K_Z$  s'écrit :

$$K_Z(\text{suspension}) = 4 K_Z(\text{ressort}) = E \frac{e^3 \cdot b}{2} \left( \frac{1}{n \cdot l_i^3 + l_0^3} \right) \quad (\text{II.20})$$

### Conclusion :

Nous avons dû aboutir à un compromis entre les aspects d'actionnement électrostatique et de détection capacitive, de thermique, de compacité et de faisabilité. Les caractéristiques géométriques résultantes sont indiquées sur la Figure II.8. Avec ces valeurs, la raideur horizontale de la suspension  $K_{x,y} = 617 \text{ N/m}$  et sa raideur verticale  $K_Z = 105 \text{ N/m}$ .

Ces résultats appliqués aux équations II.9 et II.10 entraînent :

$$\begin{cases} V_{\text{Max X,Y}} = 1170 \text{ V} \\ V_{\text{Max Z}} = 130 \text{ V} \end{cases}$$

$V_{\text{Max } i}$  indique la tension maximale à appliquer pour atteindre le déplacement maximal  $d_0/3$  dans la direction  $i$ .

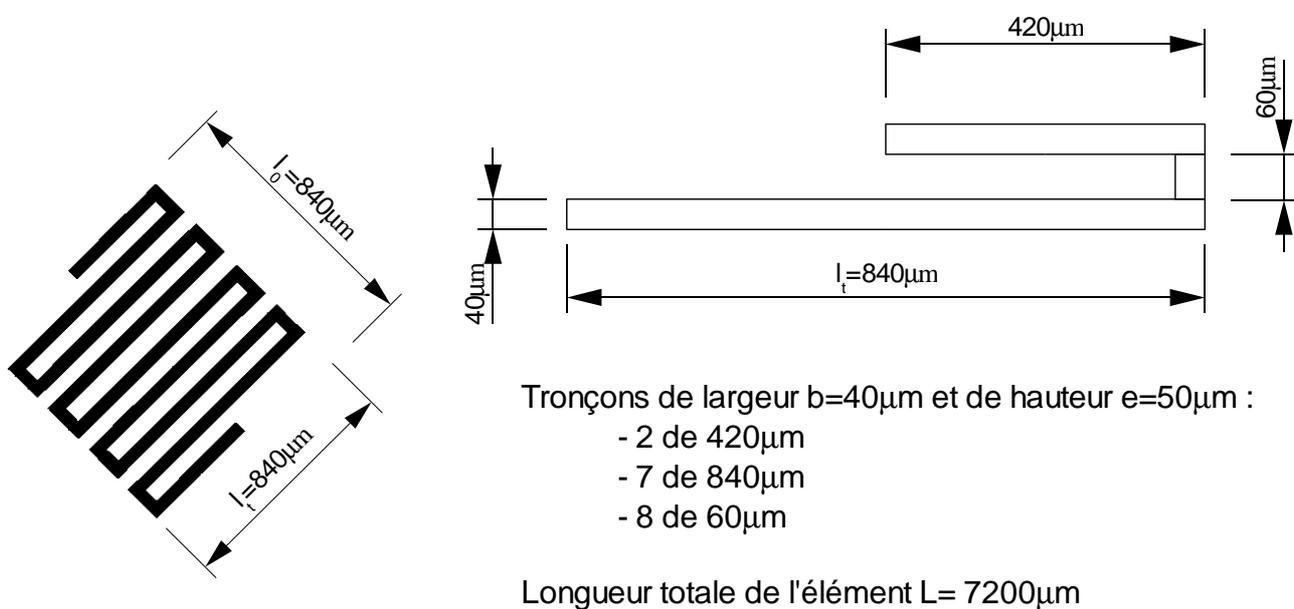


Figure II.8 : caractéristiques géométriques des ressorts de suspension

## 4. Aspect microthermique

### 4.1. La membrane

La chaleur spécifique  $c$ , la masse volumique  $\rho$  et la conductivité thermique  $\lambda$  du silicium à température ambiante sont :

$$c = 710 \text{ J.K}^{-1}.\text{kg}^{-1}$$

$$\rho = 2330 \text{ kg.m}^{-3}$$

$$\lambda = 150 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$$

Ces valeurs intrinsèques associées aux paramètres géométriques déterminés pour notre application nous permettent de calculer les principales caractéristiques thermiques de l'actionneur : la conductance thermique  $K$  de la suspension et la capacité calorifique  $C$  de la membrane. On trouve :

$$K = 160 \mu\text{W/K}$$

$$C = 760 \mu\text{J/K}$$

ce qui correspond à un temps de réponse de quelques secondes.

### 4.2. La pointe

La sonde de mesure thermique doit répondre à deux contraintes a priori contradictoires : avoir à son extrémité un rayon de courbure très faible, et posséder une relativement forte conductance thermique. Pour répondre à ces deux aspects, nous avons été amenés à développer une nouvelle technique d'élaboration de micropointes, à partir de microstructures de chrome électrodéposées. Ce procédé sera détaillé dans la partie III. Il conduit à une structure facilement schématisable par la révolution d'un quart de cercle autour d'un axe (voir Figure II.9).

Avec les notations de la Figure II.9-a et en notant  $\lambda_{cr}$  la conductivité thermique du chrome, l'élément de résistance thermique  $dR$  suivant l'axe de révolution s'écrit :

$$dR = \frac{1}{\lambda_{cr}} \frac{dz}{\pi r^2(\vartheta)} = \frac{1}{\lambda_{cr}} \frac{r_0 \sin \vartheta}{\pi (a + r_0 - r_0 \sin \vartheta)^2} d\vartheta \quad (\text{II.21})$$

Le résultat de l'intégration de cet élément différentiel est fourni par des tables d'intégration [II-5]. On a finalement :

$$R = \frac{r_0}{\lambda_{Cr} \pi} \left[ \frac{a+r_0}{((a+r_0)^2 - r_0^2) \cdot (a+r_0)} + \frac{r_0}{(a+r_0)^2 - r_0^2} \frac{2}{\sqrt{(a+r_0)^2 - r_0^2}} \arctan \frac{a \tan \frac{\pi}{4}}{\sqrt{(a+r_0)^2 - r_0^2}} \right] \quad (\text{II.22})$$

Un calcul analytique plus simple basé sur la Figure II.9-b fournit :

$$\left\{ \begin{array}{l} dR = \frac{1}{\pi \lambda_{Cr} r_0} \frac{\sin \vartheta}{(1 - \sin \vartheta)^2} d\vartheta \quad \vartheta \in \left[ 0; \frac{\pi}{2} - \varepsilon \right] \\ a + r_0 \cos \varepsilon = r_0 \end{array} \right. \quad (\text{II.23})$$

$$a + r_0 \cos \varepsilon = r_0 \quad (\text{II.24})$$

où  $\varepsilon \simeq \sqrt{\frac{2a}{r_0}}$ . Le changement de variable  $t = \tan \frac{\vartheta}{2}$  amène, après intégration :

$$R = \frac{4}{\pi \lambda_{Cr} r_0} \left[ \frac{3t-1}{6(1-t)^3} \right]_{t=0}^{t=1-\varepsilon} \quad (\text{II.25})$$

et la conductance thermique  $K_{\text{pointe}}$  de la pointe s'écrit :

$$K_{\text{pointe}} \simeq \frac{3}{2} \pi \lambda_{Cr} a \sqrt{\frac{2a}{r_0}} \quad (\text{II.26})$$

La comparaison numérique des formules II.22 et II.26 avec des paramètres caractéristiques  $a = 100.10^{-9} \text{ m}$  et  $r_0 = 15.10^{-6} \text{ m}$ , et  $\lambda_{Cr} = 94 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  montre un écart numérique de moins d'un pourcent pour une valeur  $K_{\text{pointe}} \approx 5 \mu\text{W.K}^{-1}$ , ce qui nous permet de conserver pour la suite la formule II.26 d'expression littérale plus simple.

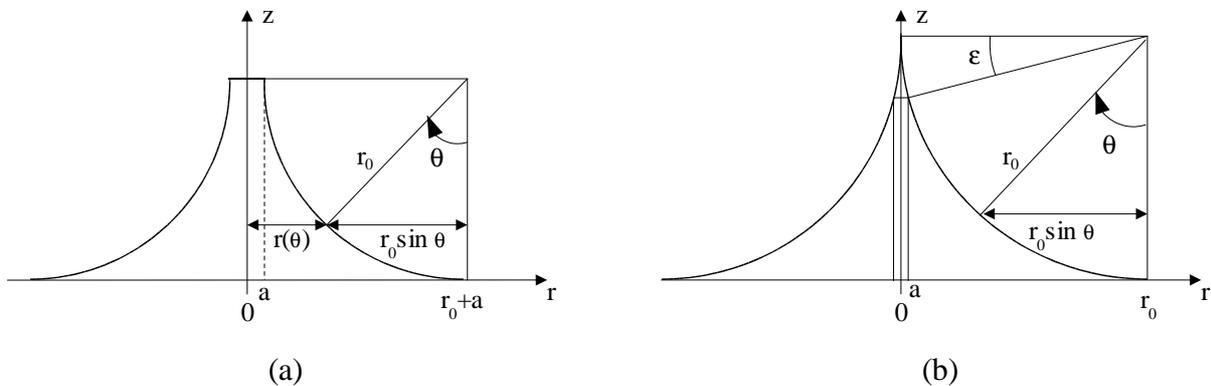


Figure II.9 : modélisation de la pointe, vue transversale. (a) pour un calcul rigoureux, (b) pour un calcul analytique et une solution approchée.

### 4.3.Ordre de grandeur des puissances thermiques

Nous suivons l'hypothèse que le système est dans un vide suffisamment poussé pour s'affranchir de la conduction due à l'air entre la membrane et l'échantillon. Pour pouvoir négliger la contribution du rayonnement, nous limitons le différentiel thermique entre la membrane et son environnement à  $\Delta T = 40 K$ .

A partir de la conductance thermique  $K$  déterminée au chapitre 4.1 nous obtenons la valeur de la puissance  $P_0$  à dissiper dans la membrane lorsqu'elle n'est pas en contact avec l'échantillon :  $P_0 \approx 6 mW$ .

Pour estimer l'ordre de grandeur de la puissance  $P_I$  supplémentaire à dégager lors d'un contact de la pointe avec l'échantillon, nous pouvons dresser un tableau de valeurs pour différents couples de valeurs  $(a, k)$ . L'application numérique des équations II.5 et II.26 fournit les valeurs numériques  $P_I$  du Tableau II.1 pour un large éventail de valeurs de  $a$  et  $k$ .

a (nm) \ k (W/m/K)	20	50	100	200	500
1	2,2	5,8	11,8	24,1	61,1
10	10,6	33,6	77,8	175,4	492,8
50	16,0	58,6	154,0	397,0	1322,7
100	17,1	64,6	157,6	471,0	1675,5
150	17,5	66,9	184,1	502,9	1838,9

Tableau II.1 : valeurs de  $P_I$  en  $\mu W$  pour des couples de valeurs  $(a, k)$  avec  $r_0 = 15 \mu m$

## 5. Régulation thermique

La régulation thermique relie un élément chauffant dissipant  $P_0$  et  $P_I$  et un thermomètre « 4 fils ». Ces résistances sont lithographiées à partir d'un même dépôt de platine. Il aurait été souhaitable que l'élément chauffant fût constitué d'un matériau à résistivité électrique stable en température, mais cette solution aurait rajouté des complications à un procédé de fabrication déjà complexe (voir Partie IV). La résistivité du platine  $\rho_{Pt}$  en couche mince obtenu au CRTBT par pulvérisation magnétron est comprise à la température ambiante entre 15 et  $20 \mu\Omega.cm$ .

## 5.1. Résistance de chauffage

La puissance  $P_1$  est délivrée à partir d'une incrémentation du courant  $I_0$  traversant l'élément chauffant :

$$P_0 + P_1 = R_{Ch} \cdot (I_0 + \delta I)^2 \simeq R_{Ch} I_0^2 \left( 1 + \frac{2 \delta I}{I_0} \right) \quad (\text{II.27})$$

soit

$$\delta I \simeq \frac{I_0}{2} \frac{P_1}{P_0} \quad (\text{II.28})$$

Les estimations numériques du chapitre 4.3 fournissent  $\frac{P_1}{P_0}$ . En fixant la valeur  $I_0 = 2 \text{ mA}$ , nous avons  $0,5 \mu\text{A} < \delta I < 300 \mu\text{A}$ . Cette valeur  $I_0$  détermine également celle de  $R_{Ch} = 1500 \Omega$ . Les variations relatives de  $\delta I$  sont égales à celles de  $P_1$  et détermineront la sensibilité relative de la mesure de  $k$ .

L'alimentation du chauffage nécessite deux connexions, chacune passant par un ressort. Nous cherchons à minimiser la puissance dissipée sur ce dernier et donc à avoir des pistes aussi larges que possible. En utilisant au maximum la largeur des ressorts,  $40 \mu\text{m}$ , nous pouvons lithographier des pistes de  $28 \mu\text{m}$  de large en gardant  $6 \mu\text{m}$  de marge de chaque côté, le principal obstacle étant ici les difficultés d'alignement, comme nous le verrons en chapitre IV.2.3.

En fixant l'épaisseur du dépôt de platine à  $300 \text{ nm}$ , la résistance électrique au niveau d'un ressort de longueur  $7 \text{ mm}$  vaut donc  $145 \Omega$ , soit  $10\%$  de la résistance totale. L'élément chauffant chemine donc sur une longueur totale d'environ  $84 \text{ mm}$ .

Notons que des valeurs de flux thermiques trop importantes peuvent mener à la destruction des pistes métalliques. Le flux thermique surfacique à évacuer est ici de l'ordre de  $3 \text{ kW.m}^{-2}$ , valeur compatible avec les matériaux employés.

## 5.2. Thermomètre « 4 fils »

La mesure de la température s'effectue au centre de la membrane, à la base de la micropointe, par une méthode « 4 fils » : 2 amenées de courant et 2 prises de tension. La résistivité électrique du platine varie linéairement avec la température et le coefficient

$\alpha = \frac{1}{R_0} \frac{dR}{dT}$  du platine vaut  $\alpha = 2.10^{-3} K^{-1}$  à température ambiante pour nos dépôts.

Pour des raisons liées au montage électronique utilisé, la résistance de la partie sensible du thermomètre doit valoir une centaine d'ohm :  $R_0 = 100 \Omega$ . Les 4 fils de connexion à cette résistance doivent passer par les deux ressorts encore disponibles, ce qui mène à deux pistes sur la largeur d'un ressort. Le chemin parcouru par le courant sera constituée d'une piste de platine d'épaisseur 300 nm, de longueur  $L = 22 \text{ mm}$  et de largeur  $l = 9 \mu\text{m}$ . Le courant de mesure  $i$  traversera donc une résistance totale  $R_{Totale}$  de 1400  $\Omega$ .

Les pistes considérées sont étroites et susceptibles d'être détruites si un courant trop fort les traverse. L'échange thermique avec leur substrat peut être insuffisant pour permettre l'évacuation du flux thermique dégagé, en particulier en cas de présence de défaut au niveau de ces pistes. Par sécurité, nous posons la condition restrictive que la valeur du flux n'excède pas  $1 \text{ kW.m}^{-2}$ , soit  $I < 500 \mu\text{A}$ .

Nous devons aussi éviter de dissiper une puissance susceptible de perturber le système. Nous pouvons imposer à la puissance dissipée dans les amenées de courant du thermomètre de rester inférieure au pourcent de celle dissipée dans l'élément de chauffage, soit  $6.10^{-5} \text{ W}$  selon l'hypothèse précédente. Ceci nous fournit  $I < 200 \mu\text{A}$ .

La variation de tension aux bornes du thermomètre conséquence d'une variation de température  $dT$  s'écrit :

$$dU = \alpha i_0 R_0 dT \quad (\text{II.29})$$

où  $i_0$  est le courant parcourant le thermomètre. Nous constatons que pour  $i_0 = 100 \mu\text{A}$ , une sensibilité électronique  $du = 100 \text{ nV}$  est compatible avec une sensibilité en température  $dT = 5 \text{ mK}$ .

Cette sensibilité est compatible avec le principe de fonctionnement décrit plus haut. Nous pouvons déterminer la baisse de température  $\Delta T'$  de la membrane lors d'un contact de la pointe avec un échantillon en l'absence de la puissance régulatrice  $P_I$  :

$$\Delta T' \simeq \frac{P_0}{K} \frac{\pi k a}{K} \frac{K_{\text{pointe}}}{2K_{\text{pointe}} + \pi k a} \quad (\text{II.29})$$

Avec les paramètres numériques suivants :  $a = 50 \text{ nm}$ ,  $r_0 = 15 \text{ }\mu\text{m}$ ,  $P_0 = 6 \text{ mW}$ ,  $k = 10 \text{ W.K}^{-1}.\text{m}^{-1}$ .  $K_{\text{pointe}} = 1,8.10^{-6} \text{ W.K}^{-1}$  la chute de température  $\Delta T'$  est de 130 mK.





---

## Partie III – Procédé d'élaboration de micropointes à partir de dépôts électrolytiques

### Table des matières

<b>1.Electrodéposition de microstructures - introduction</b>	<b>52</b>
<b>2.Principe</b>	<b>53</b>
<b>3.Moule en résine</b>	<b>55</b>
3.1.Premiers essais	56
3.2.Procédé retenu	58
<b>4.Dépôts électrolytiques de chrome</b>	<b>59</b>
4.1.Préparation des échantillons	59
4.2.Montage expérimental	60
4.3.Protocole expérimental	61
4.4.Conditions optimales de dépôt et réalisations	61
<b>5.Réalisation de micropointes par usinage chimique</b>	<b>66</b>
5.1.Principe	66
5.2.Résultats expérimentaux	67
<b>6.Conclusion</b>	<b>70</b>

## **1. Electrodeposition de microstructures - introduction**

La fabrication du microfluxmètre nécessite l'intégration d'une micropointe sur la membrane mobile de l'actionneur. Nous avons souligné l'importance de cet élément : son extrémité doit avoir un très faible rayon de courbure, sa conductance thermique doit être conséquente et il faut un bon contact thermique entre sa base et la membrane de silicium qui le supporte. Plutôt que d'envisager la manipulation et la fixation plus ou moins hasardeuses d'un pointe préalablement élaborée, nous avons exploité ce cahier des charges pour développer un procédé original de fabrication de micropointes à partir de structures électrodéposées localement sur leur substrat définitif. Nous avons retenu le chrome comme matériau constitutif pour trois raisons :

- sa conductivité thermique et sa dureté mécanique conviennent au cahier des charges présenté en Partie II
- son usinage chimique est relativement aisé
- il est compatible avec la procédure globale de microfabrication du dispositif

Bien que largement exploitée industriellement dans le domaine des traitements de surfaces [III-1,2], la pratique des dépôts électrolytiques est relativement récente en micromécanique. C'est pourtant une alternative originale et complémentaire aux procédés de gravure pour la microfabrication de microstructures tridimensionnelles. Elle possède de nombreux atouts, comme sa compatibilité avec les autres techniques de microfabrication, sa vitesse de dépôt élevée, sa fiabilité dans l'élaboration de motifs tridimensionnels et son grand éventail d'applications, puisque de très nombreux types de métaux et d'alliages peuvent être utilisés. Nous pouvons citer les connexions d'indium ou d'alliage plomb-étain par « flip-chip » [III-3], les interconnexions tridimensionnelles par dépôt de cuivre [III-4], les dépôts magnétiques de cobalt-nickel [III-5] ou encore la fabrication de microbobines de cuivre [III-6]. Aussi assiste-t-on à une multiplication des publications consacrées au développement de ce procédé dans le domaine de la microphysique [III-7,8,9].

En microfabrication, on distingue deux étapes dans le procédé électrolytique :

- l'élaboration d'un moule de résine abritant la croissance du dépôt et protégeant la surface de l'échantillon non concernée par le dépôt
- la définition des paramètres électrolytiques et l'exécution de dépôt

Pour notre application, une troisième étape intervient :

- l'usinage final de la microstructure déposée

Chacune de ces étapes sera décrite, et les essais effectués, la recherche et l'optimisation des paramètres seront détaillés.

## 2. Principe

Rappelons le principe général du dépôt électrolytique. L'échantillon sur lequel doit s'effectuer le dépôt constitue la cathode d'un montage électrolytique. Il baigne dans un électrolyte, solution chimique contenant des ions métalliques  $M^{n+}$  de charge positive (Figure III.1). La polarisation des électrodes va provoquer une migration de ces ions vers la cathode, c'est-à-dire vers l'échantillon. L'ion métallique  $M^{n+}$  est neutralisé par les électrons  $e^-$  fournis par la cathode et se dépose sur celle-ci sous forme de métal  $M$ , suivant la réaction :

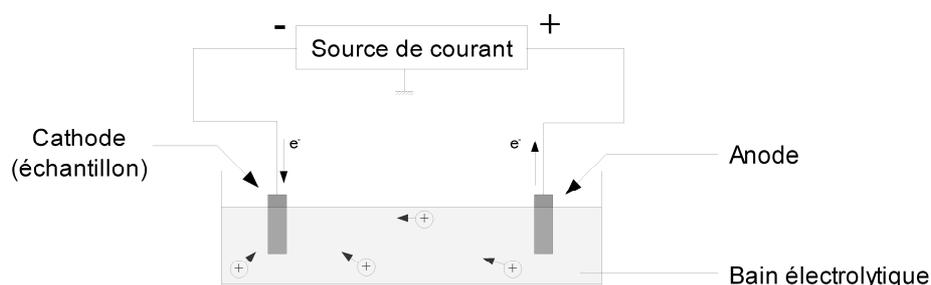
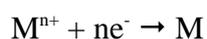


Figure III.1 : principe du dépôt électrolytique

Dans le cas du chrome hexavalent que nous utilisons, la réaction est la suivante :



Elle ne peut avoir lieu qu'en présence d'un catalyseur, l'acide sulfurique. Un bain industriel standard est une solution aqueuse de composition :

- 250 g/l d'oxyde de chrome  $\text{CrO}_3$
- 2,5 g/l d'acide sulfurique  $\text{H}_2\text{SO}_4$

Le rapport en masse  $\text{CrO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$  doit rester voisin de 100 afin d'optimiser le rendement [III-1,2]. Cette solution présente un pH voisin de 1,3. Les vitesses de dépôt annoncées varient de  $10\mu\text{m/h}$  à  $30^\circ\text{C}$  pour une densité de courant  $i = 10 \text{ A/dm}^2$  à  $40 \mu\text{m/h}$  à  $80^\circ\text{C}$  pour  $i = 70 \text{ A/dm}^2$ .

Plusieurs paramètres agissent sur la qualité et la vitesse du dépôt :

- la concentration du bain en ions
- les proportions relatives de ses constituants
- sa température
- la densité surfacique de courant au niveau de la cathode
- la nature et la qualité du substrat (cathode)
- le positionnement, la forme et la nature de l'anode
- la géométrie de l'ensemble

L'agitation de la solution est nécessaire afin d'éviter l'appauvrissement en ions au voisinage de la cathode. Les difficultés que l'on rencontrera sont dues à l'échelle à laquelle nous travaillons : des surfaces de quelques dizaines ou centaines de microns de côté et des épaisseurs de l'ordre de la dizaine de microns. Le premier point, des surfaces très réduites, rend difficile le contrôle rigoureux de la densité de courant effectivement vue par la surface de dépôt. Le second point amène des difficultés au niveau des contraintes internes au dépôt de chrome. Ici, les épaisseurs recherchées sont de l'ordre de la vingtaine de microns.

Nous voyons donc qu'il est important de contrôler précisément le procédé d'élaboration de la microstructure de base en étudiant l'influence respective de chaque paramètre.

### 3. Moule en résine

A la différence des applications industrielles, nous cherchons ici à ne déposer du chrome que sur une surface précisément délimitée, et sur une épaisseur importante. Nous avons donc besoin d'un moule isolant, au moins aussi épais que le dépôt envisagé, de préférence à parois verticales et compatible avec les conditions de dépôts. Les résines photosensibles utilisées en microfabrication répondent à ces critères, mais doivent être utilisées avec des paramètres différents de ceux utilisés habituellement. En effet, les résines sont généralement étalées sur des épaisseurs inférieures à 6 microns. La résine Shipley AZ4562 par exemple, est habituellement traitée de la manière suivante :

- étalement par 30 s de rotation à 4000 tours/mn pour une épaisseur de 6  $\mu\text{m}$
- recuit de durcissement de 2 mn à 95°C
- insolation aux UV de 56  $\text{mJ}/\text{cm}^2$  selon le motif à réaliser
- développement de 30 s en bain chimique, puis rinçage à l'eau déionisée

L'épaisseur obtenue est dans ces conditions très insuffisante pour notre application. Il a donc fallu reconsidérer la vitesse et la durée d'étalement, l'énergie d'insolation (elle augmente avec l'épaisseur de résine), le temps et la température de recuit et les conditions de développement avec l'objectif d'obtenir un rapport d'aspect des flancs du moule élevé (voir Figure III.2).

Plusieurs méthodes de travail sont décrites dans la littérature. Des résines commerciales épaisses comme la SU-8 ou l'AZ4562 permettent la réalisation de moules de dimensions micrométriques et d'épaisseurs atteignant jusqu'à plusieurs centaines de microns [III-10, 11], éventuellement en procédant à plusieurs cycles d'étalement et de recuit. L'inconvénient de la résine SU-8 est d'être difficile à travailler. J'ai donc utilisé la résine positive Shipley AZ4562, plus simple à manipuler et disponible au laboratoire.

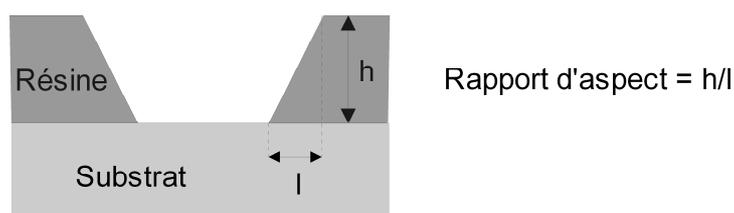


Figure III.2 : définition du rapport d'aspect d'un moule en résine

### 3.1.Premiers essais

Le premier paramètre à maîtriser dans la fabrication des moules est l'épaisseur de résine déposée, conditionnée par la vitesse et le temps de rotation. Nous cherchons à obtenir une hauteur d'au moins 20  $\mu\text{m}$ . Quelques essais d'étalement réalisés en jouant sur la vitesse et la durée de la rotation m'ont permis d'obtenir les courbes suivantes :

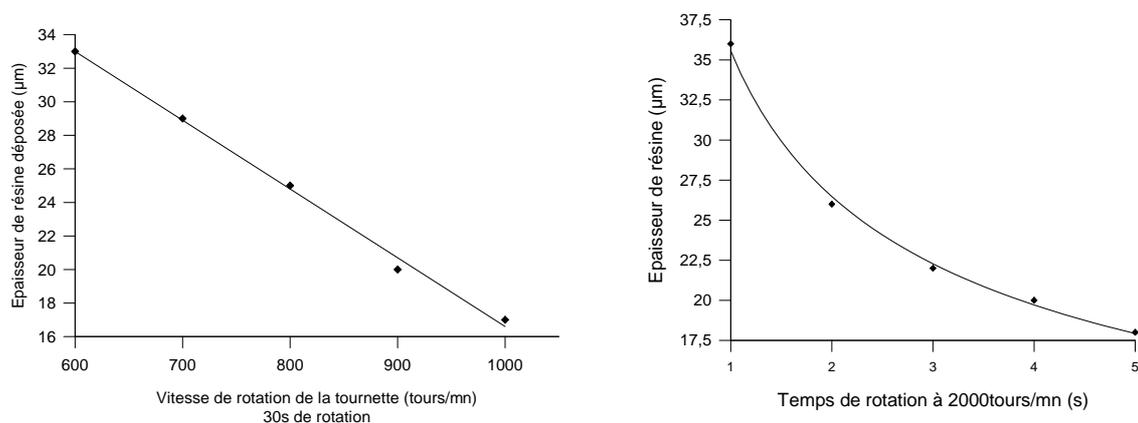


Figure III.3 : détermination des paramètres d'étalement de la résine, accélération : 2000tours/mn/s

Les effets de bord se traduisent par une forte surépaisseur de résine sur la périphérie des échantillons et doivent être pris en compte lors de leur élaboration. Deux options sont envisageables : soit utiliser des échantillons suffisamment grands pour nettoyer leurs bords sans altérer la qualité de la résine au centre, soit utiliser un substrat de grande taille (wafer...), et le cliver après traitement thermique de la résine, en laissant de côté les échantillons non satisfaisants. Pour la mise au point du procédé d'élaboration du moule de résine, c'est la seconde option qui a été retenue, avec un étalement de 2s à 2000 tours/mn (épaisseur de résine proche de 26  $\mu\text{m}$ ). Une vitesse de rotation rapide est préférable car à épaisseur de résine déposée égale, les effets de bords sont moins prononcés que dans le cas d'une vitesse de rotation lente. Ce point sera important lorsque nous travaillerons sur les prototypes de microfluxmètre en raison de leurs dimensions réduites par rapport à la surface affectée par les effets de bord.

Après étalement, je procède à un unique recuit constitué d'une rampe de chauffage de 5°C/mn jusqu'à 90 °C suivie d'un plateau de 120 mn à cette température et se terminant par

une redescende douce à température ambiante. Une diminution brutale de la température se solde par une fissuration importante de la couche de résine, allant jusqu'à sa destruction.

Pour les essais de lithographie (voir Appendice), j'ai utilisé un masque comprenant des disques de tailles variées (de 15 à 300  $\mu\text{m}$  de diamètre) ainsi qu'un carré de 40  $\mu\text{m}$  de côté. Les meilleurs développements des motifs sont obtenus après des insolation de 2500 à 3000  $\text{mJ}/\text{cm}^2$  (dans cette gamme d'énergie, la dose exacte semble n'avoir qu'une importance marginale). Dans ces conditions, le développement au Microposit Developer pur prend 3mn. Plusieurs phénomènes dégradant la qualité de la lithographie peuvent intervenir, causés par la diffraction et amplifiés par un mauvais placage du masque et une surinsolation (Figure III.4).

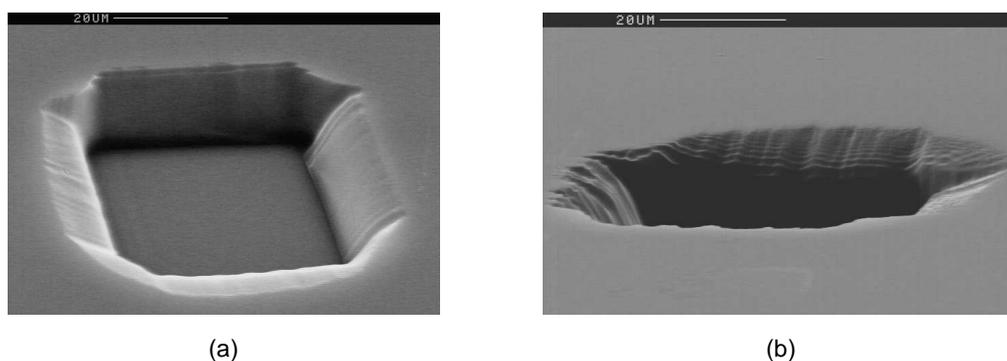


Figure III.4-a et -b : effets sur la résine d'un mauvais placage du masque et d'une surinsolation : les bords du motif (un carré) sont mal définis et les flancs insuffisamment verticaux.

Un placage correct du masque sur l'échantillon résout en grande partie ces difficultés et permet un résultat satisfaisant avec des rapports d'aspects de l'ordre de 7 (Figure III.5). Des tentatives de développement utilisant du Microposit Developer dilué ou par fractionnement n'ont pas été probantes. S. Roth rapporte la possibilité de rapports d'aspects de 10 sur 40  $\mu\text{m}$  [III-12]. Cependant, j'estime les résultats obtenus satisfaisants pour l'application visée : le procédé de réalisation d'une micropointe de chrome ne nécessite pas un dépôt à flancs rigoureusement verticaux.

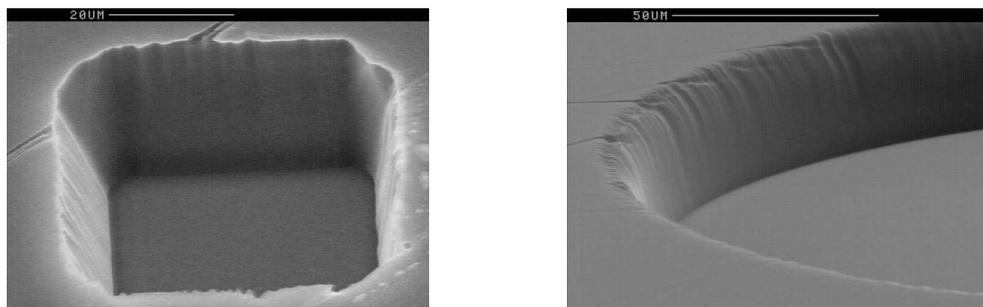


Figure III.5 : moules en résine au rapport d'aspect satisfaisant après développement

### 3.2.Procédé retenu

Les élaborations de moules en résine présentées au paragraphe précédent sont intéressantes, mais j'ai constaté que cette procédure ne permet pas à la résine de résister à l'agressivité du bain électrolytique, contenant des acides chromique et sulfurique, à la température de dépôt (65°C). Des essais supplémentaires ont montré qu'un recuit à haute température (>110°C) était nécessaire. Ce recuit ne peut avoir lieu avant l'insolation, car il rend la résine impossible à lithographier, sans doute en raison de la dégradation des éléments photosensibles suite à une exposition à une température trop élevée [III-11]. Je l'effectue donc après le développement, en dépit de la dégradation des flancs des moules qu'il cause (voir Figure III.6).

Le procédé d'élaboration d'un moule en résine de taille micrométrique est donc le suivant :

- Étalement de résine Shipley AZ4562 : 2000 tour/mn, 2s, accélération de 2000tours/mn/s
- Recuit sur plaque chauffante : rampe de 5°/mn jusqu'à 90 °C, plateau de 2 h, redescente douce à température ambiante
- Insolation UV, 2500 mJ/cm<sup>2</sup>
- Développement : 3mn dans une solution Microposit Developer pur, rinçage à l'eau déionisée et séchage au jet d'azote.
- Recuit sur plaque chauffante : rampe de 5 °C/mn jusqu'à 120 °C, plateau de 30 mn, redescente douce à température ambiante

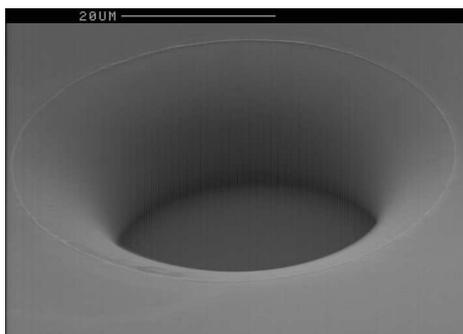


Figure III.6 : dégradations des flancs du moule, initialement un disque, après un recuit post-développement à 120°C

## 4. Dépôts électrolytiques de chrome

### 4.1. Préparation des échantillons

Les tests destinés à élaborer le procédé d'électrodéposition de microstructures en chrome ont été faits sur des échantillons constitués de pièces de silicium nitruré de quelques cm<sup>2</sup> dont la partie centrale comporte une bicouche de 4000 Å d'aluminium et 1000 Å de chrome déposée à 150 °C par pulvérisation magnétron. Des dépôts effectués par évaporation ont conduit à des résultats décevants : la qualité d'adhérence était insuffisante pour résister aux contraintes apparaissant lors de l'électrodéposition.

La présence de l'aluminium nous place dans des conditions proches de celles que l'on retrouvera lorsqu'il faudra fabriquer une pointe sur un prototype. La couche de chrome sert de surface d'adhérence à la croissance du plot de chrome lors du dépôt électrolytique. Le moule de résine doit recouvrir la totalité de la surface métallisée plongeant dans l'électrolyte afin d'éviter tout contact électrique non désiré (Figure II.7).

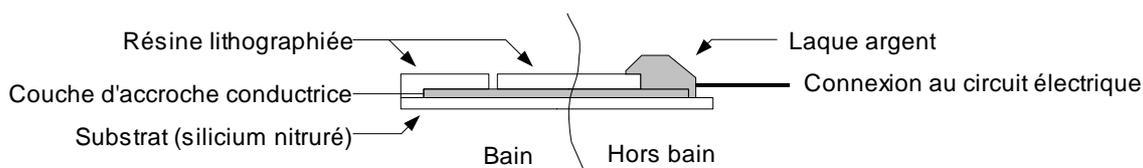


Figure II.7 : configuration d'un échantillon

## 4.2.Montage expérimental

L'échantillon plongé dans l'électrolyte doit être maintenu dans une position fixe, particulièrement vis-à-vis de l'anode. Un porte-échantillon rigide constitué de Téflon maintient l'anode et la cathode, fixant leurs positions et orientations. L'anode est constituée d'un fil de tungstène, matériau résistant à l'agressivité de l'électrolyte. Un autre point important est la régulation de la température, assurée par une boucle comprenant une plaque chauffante et une sonde de température plongeant directement dans le bain, comme l'indique la Figure III.8. Un fil de masse en alliage plomb-étain améliore la stabilité du courant débité. Un agitateur magnétique homogénéise la solution en température et en composition.

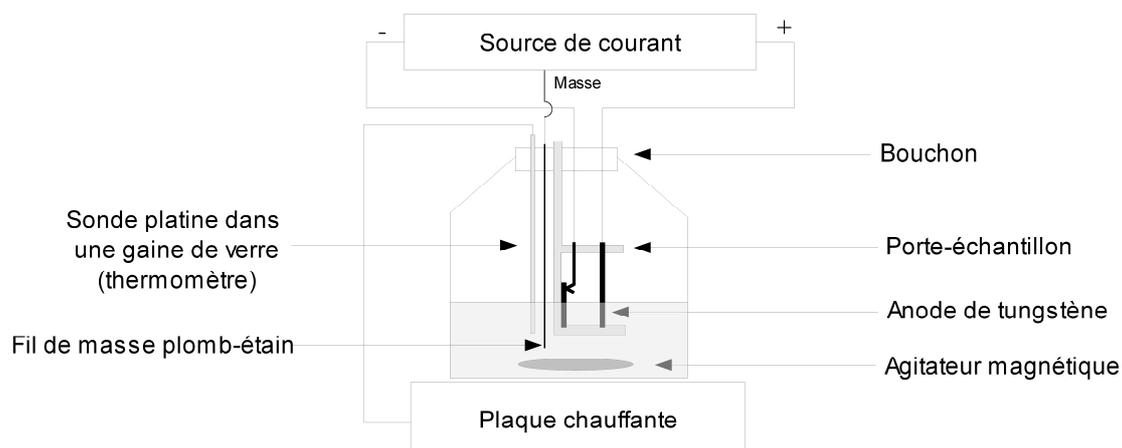


Figure III.8 : dispositif expérimental de dépôt électrolytique

### 4.3. Protocole expérimental

Un cycle complet de test s'établit ainsi :

- découpe par clivage dans un wafer de silicium nitruré
- dépôts métalliques par pulvérisation magnétron, échantillon chauffé à 150°C : 4000 Å d'aluminium puis 1000 Å de chrome
- élimination par lithographie et attaque chimique des dépôts métalliques en périphérie d'échantillon
- fabrication du moule de résine
- dépôt électrolytique et rinçage à l'eau déionisée
- élimination de la résine par acétone, éthanol et eau déionisée
- séchage au jet d'azote
- observation

J'ai choisi, pour une composition de bain fixée, de faire varier les paramètres que sont le courant et la température. Les caractéristiques du bain utilisé sont :

- 100 g d'eau déionisée H<sub>2</sub>O
- 20 g d'oxyde de chrome CrO<sub>3</sub> (soit 200 g/l)
- 0,2 g d'acide sulfurique H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Nous voyons que le rapport en masse CrO<sub>3</sub>/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> est de 100.

### 4.4. Conditions optimales de dépôt et réalisations

Dans le cas des dépôts industriels, la température du bain électrolytique varie de 20 à 80 °C, pour des densités de courant comprises entre 10 et 80 A/dm<sup>2</sup>. Selon les couples de valeurs (température, densité de courant), diverses qualités de chrome (chrome mat, laiteux, brillant, givré ou brûlé) sont obtenues. En partant de ces couples de valeurs valables pour les bains industriels [III-1,2], j'ai procédé à des essais systématiques en faisant varier les valeurs de ces paramètres.

Travail à température  $T = 55^{\circ}\text{C}$  constante.

J'effectue un large balayage en densité de courant à température fixée. Pour des densités de courant élevées, 200 et 600  $\text{A}/\text{dm}^2$ , j'ai obtenu, en 5 mn de dépôts un ensemble disparate de grains de chrome. En 10 mn, les grains forment un amalgame irrégulier de moins d'un micron d'épaisseur, comme le montre la Figure III.9-a. A 50  $\text{A}/\text{dm}^2$ , le dépôt est homogène et de faible granulométrie. En revanche, il n'adhère pas toujours bien à la surface : il a tendance à se décoller. Le plus souvent, une mince couche adhère bien à la couche d'accroche tandis que la partie supérieure se replie (Figure III.9-b). L'utilisation de bains neufs améliore rapidement les résultats pour des densités de courant allant de 25 à 60  $\text{A}/\text{dm}^2$ . La qualité d'accroche est meilleure au-dessous de 40  $\text{A}/\text{dm}^2$ . En dessous de 25  $\text{A}/\text{dm}^2$ , les dépôts sont peu satisfaisants, tant en qualité qu'en épaisseur. De 25 à 40  $\text{A}/\text{dm}^2$ , les qualités du dépôt sont stables avec une vitesse de dépôt passant de 15  $\mu\text{m}/\text{h}$  pour 25  $\text{A}/\text{dm}^2$  à 20  $\mu\text{m}/\text{h}$  à 40  $\text{A}/\text{dm}^2$ . La Figure III.10-a montre 3 dépôts réalisés consécutivement à 40  $\text{A}/\text{dm}^2$  en 10, 20, et 30 mn. Jusqu'ici, les surfaces des dépôts étaient importantes (disque de 300  $\mu\text{m}$  de diamètre). Si l'on passe à des surfaces plus faibles (carrés de 50  $\mu\text{m}$  de côté par exemple), la reproductibilité devient incertaine. Un moyen de contourner ce problème est la lithographie de deux surfaces : l'une « grande » dont le rôle est de diminuer les incertitudes sur la densité de courant, et l'autre « petite », qui représente le motif qui nous intéresse. Cette méthode donne des résultats satisfaisants : la Figure III.10-b montre au premier plan un carré de 50  $\mu\text{m}$  et, en arrière-plan, une galette de 300  $\mu\text{m}$  déposée au cours de la même opération. De cette série de test, je retiens que la densité de courant doit rester comprise entre 25 et 40  $\text{A}/\text{dm}^2$ . Il s'agit à présent, pour ces densités de courants, de poursuivre ces tests en agissant sur la température du bain.

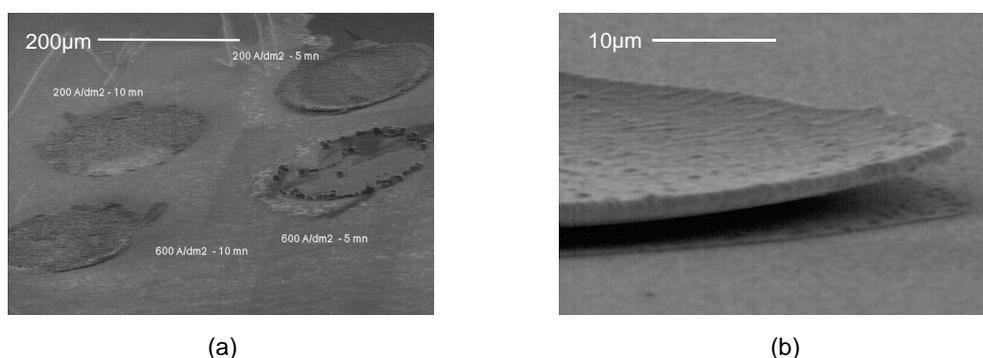


Figure III.9 : dépôts obtenus à  $55^{\circ}\text{C}$  pour des densités de courants de 200 et 600  $\text{A}/\text{dm}^2$ , (a) et de 50  $\text{A}/\text{dm}^2$  (b)

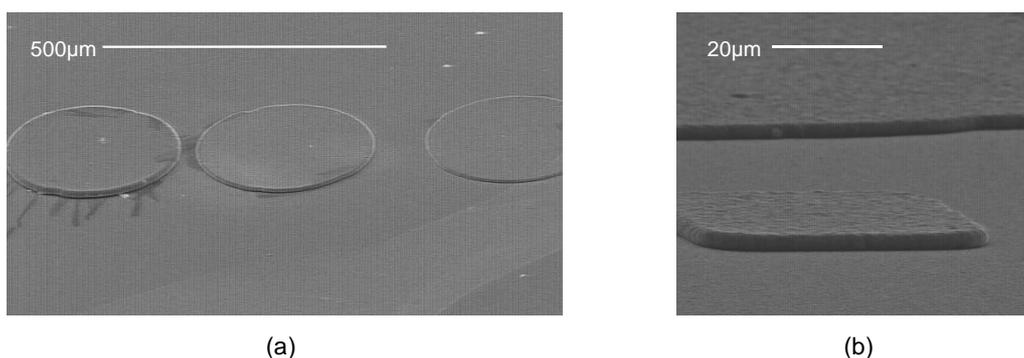


Figure III.10 : dépôts réalisés à 55 °C avec une densité de courant de 40 A/dm<sup>2</sup>. En (a), trois dépôts consécutifs obtenus en 10, 20 et 30 mn de droite à gauche. En (b) : un carré de 50 μm de côté et à l'arrière-plan, un disque de 300 μm de diamètre déposé simultanément.

#### Travail à densité de courant I de 25 A/dm<sup>2</sup>

J'effectue un balayage en température à densité de courant fixée. Travailler à une température inférieure à 50 °C accroît les défauts des dépôts (granulométrie, mauvaise adhérence...). En revanche, une température plus élevée est favorable à tout point de vue : vitesse de dépôt, adhérence, aspect. Nous sommes pourtant limités à 65 °C : au-delà, et malgré les traitements thermiques, la résine du moule est violemment attaquée par le bain. Un exemple de résultat est donné Figure III.11. Il s'agit de dépôts effectués à 65 °C sur quatre échantillons différents en 11, 22, 44 et 66 mn.

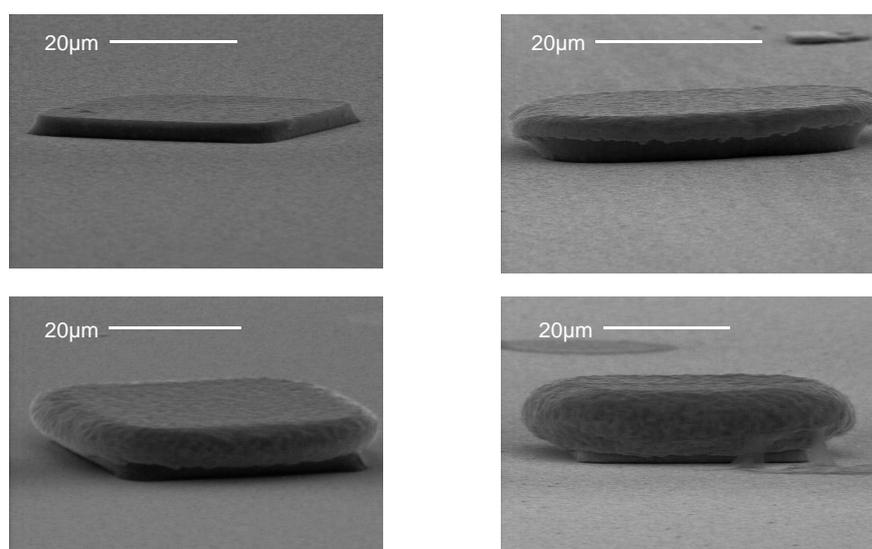
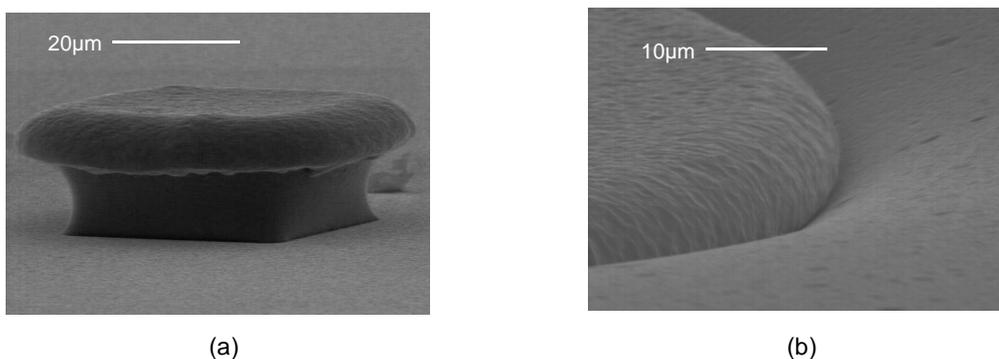


Figure III.11 : dépôts effectués à 65 °C, 40 A/dm<sup>2</sup>, en 11, 22, 44 et 66 mn

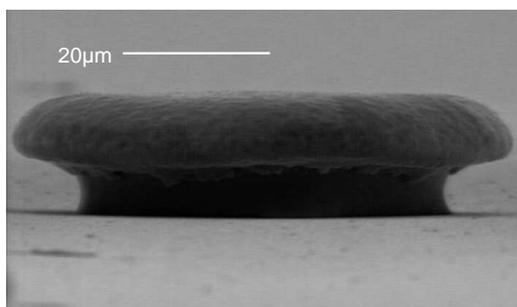
Travail à densité de courant I de 40 A/dm<sup>2</sup>

Le même type de balayage en température qu'à densité de courant de 25 A/dm<sup>2</sup> donne des résultats identiques : c'est à 65 °C que les résultats sont les plus satisfaisants. Cependant, la vitesse du dépôt est légèrement plus élevée et son apparence plus satisfaisante. Un exemple est donné figure Figure III.12-a : on y voit le résultat d'un dépôt d'une durée de 45 mn à 40 A/dm<sup>2</sup>. La partie inférieure du plot reproduit parfaitement le moule, à la différence de la partie supérieure. La figure Figure III.12-b représentant un dépôt avant retrait du moule montre qu'au-delà d'une certaine hauteur, là où le moule perd sa verticalité, le chrome cesse de l'épouser et poursuit sa croissance pour donner cet aspect de champignon.



*Figure III.12 : dépôts à effectués à 65 °C, 45 A/dm<sup>2</sup>, mise en évidence du débordement du moule*

En raison de la forme en champignon que prend le dépôt, la surface conductrice augmente (voir Figure III.13), diminuant la densité de courant et ralentissant la croissance. Sur la figure, l'augmentation de la section, et donc de la surface conductrice où s'effectue le dépôt est très nette.



*Figure III.13 : mise en évidence de l'augmentation de la section du dépôt*

S'il semble difficile d'obtenir directement un plot de 20  $\mu\text{m}$  ou plus, il reste la possibilité d'en superposer deux de 10 comme le montre la Figure III.14.

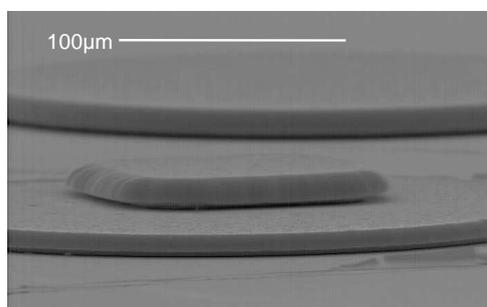


Figure III.14 : superposition de 2 dépôts

Il arrive fréquemment que la qualité des dépôts soit décevante en dépit de réglages adéquats. Les problèmes rencontrés sont généralement liés à l'état du bain et à la surface des échantillons.

La qualité et la propreté de la surface d'accroche semblent en effet jouer un rôle fondamental. Les Figure III.15-a et -b montrent les conséquences d'une surface d'accroche non satisfaisante : un défaut d'adhérence combiné aux tensions internes du dépôt rendent celui-ci totalement inutilisable. Il est donc important de travailler dans des conditions de propreté rigoureuse et de n'utiliser les échantillons qu'à trois ou quatre reprises : au-delà, la surface d'adhérence est trop dégradée pour un travail de qualité. De même, utilisé à de multiples reprises, le bain voit sa composition évoluer : pollution et évaporation sont les principaux facteurs de dégradation. Il ne faut donc pas hésiter à changer le bain régulièrement.

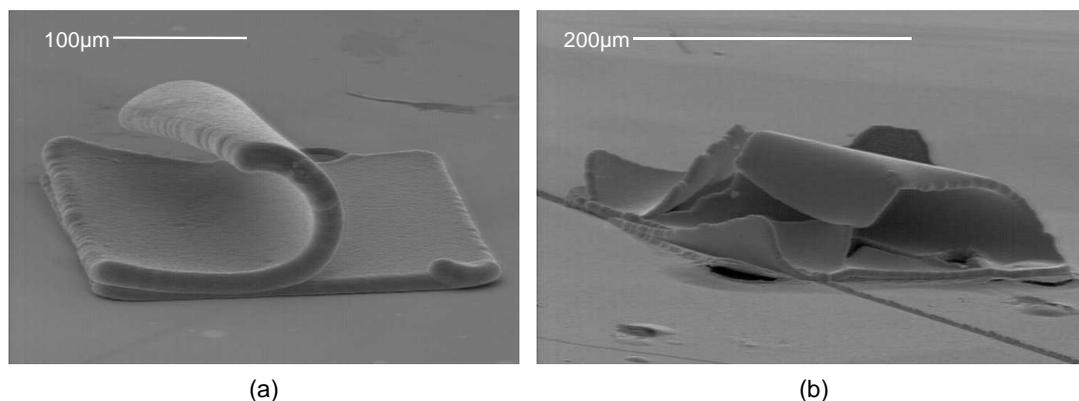


Figure III.15 : dépôt inexploitable, surfaces d'accroches polluées

En conclusion, le bain dont la composition est mentionnée en chapitre 4.3 offre les meilleurs dépôts à une température d'utilisation de 65  $^{\circ}\text{C}$  avec une densité de courant de 40  $\text{A}/\text{dm}^2$ .

## 5. Réalisation de micropointes par usinage chimique

### 5.1.Principe

Il s'agit maintenant de sculpter une pointe dans la masse de la structure déposée par voie électrolytique, de hauteur  $h$ . Le principe de cette opération est schématisé sur la Figure III.16. Une couche de résine photosensible S1818 (épaisseur  $2\mu\text{m}$ ) est étalée sur la structure et un disque de diamètre  $\phi \approx 2h$  (Figure III.16-a) est lithographié.

L'ensemble est immergé dans une solution d'attaque du chrome (Chrome Etch commercialisé par Shipley). La vitesse d'attaque horizontale entraînant la surgravure sous le masque de résine est égale à la vitesse d'attaque verticale et la structure présente au cours du temps les allures des Figure III.16-b, c et d.

Lorsque le chrome situé sous le disque en résine a été éliminé, le disque se détache et la pointe est révélée (Figure III.16-e). Du fait de l'isotropie de l'attaque, cette pointe obéit à la représentation en quart de cercle présentée en chapitre II-4-2.

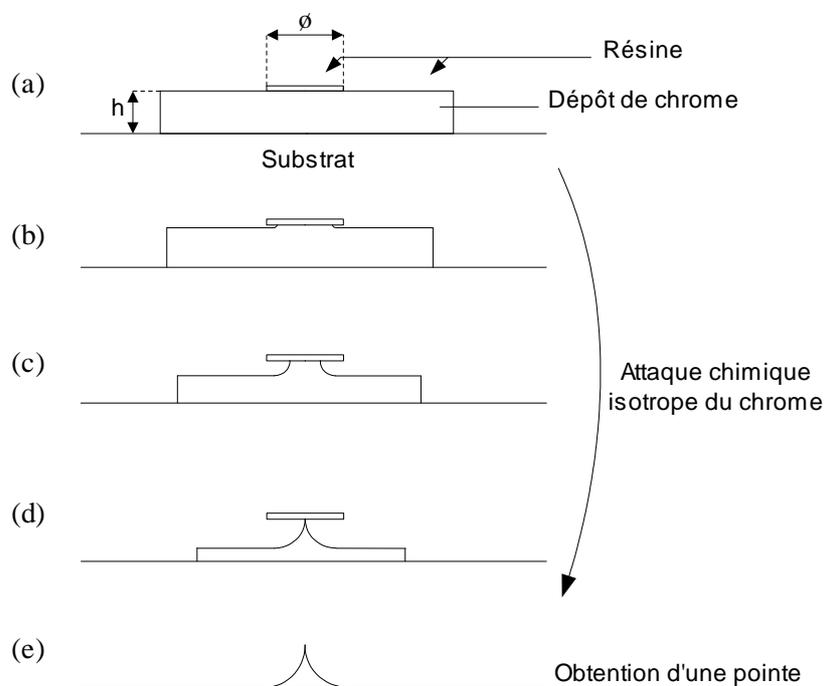


Figure III.16: principe de la fabrication d'une pointe par attaque chimique isotrope

## 5.2.Résultats expérimentaux

La durée d'attaque jusqu'à formation d'une pointe est d'environ 4 h pour un dépôt de 15  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, soit une vitesse d'attaque de 4  $\mu\text{m}/\text{h}$ . L'observation de l'attaque sous une loupe binoculaire permet de distinguer l'évolution de la gravure sous le masque translucide en résine et la « révélation » de la pointe. La Figure III.17 montre que le principe de l'attaque chimique décrit Figure III.16 est globalement bien respecté.

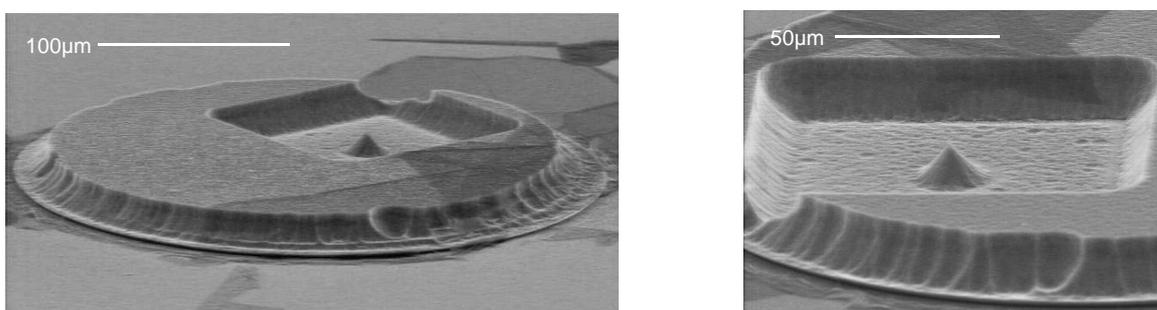


Figure III.17 : exemple de formation d'une pointe sur un dépôt de grande taille. (a) vue générale et (b) détail.

En revanche, j'ai constaté que la hauteur de la pointe est inférieure à la hauteur  $h$  du dépôt de chrome attaqué. Ceci pourrait vouloir dire que la pointe a été surgravée, mais je retiens une seconde hypothèse : sous le masque de résine, la solution d'attaque chimique se sature en chrome, ce qui ralentit localement la vitesse de gravure, et modifie donc le profil d'attaque, comme l'atteste la Figure III.18. Elle représente une pointe non finalisée : l'attaque du chrome a été interrompue avant l'obtention d'une pointe pour illustrer le phénomène.

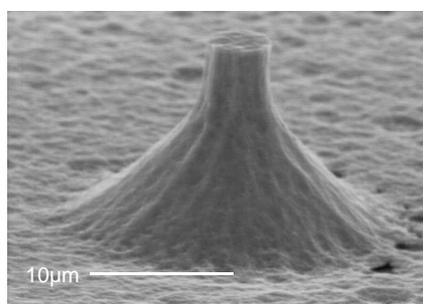


Figure III.18 : illustration du profil d'attaque dû à la saturation de la solution d'attaque du chrome sous un masque en résine

Schématiquement, la pointe se forme donc en fait de la façon décrite Figure III.19 :

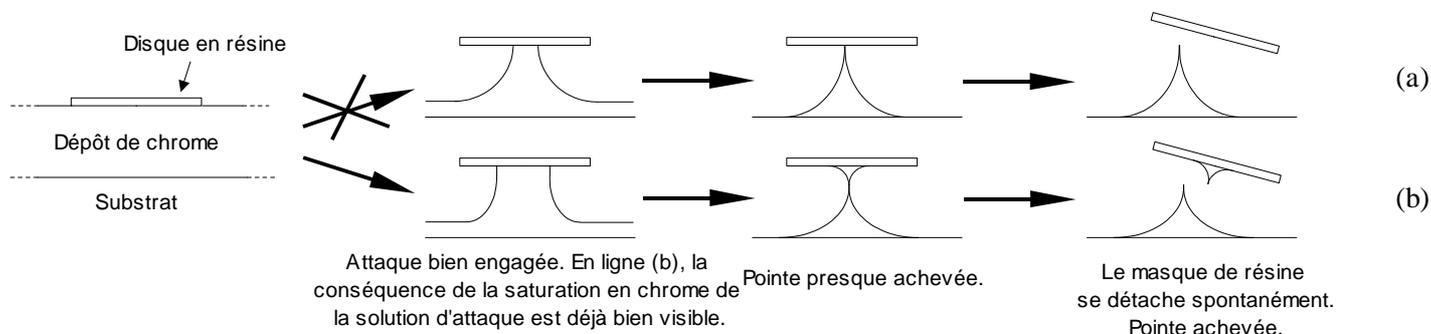
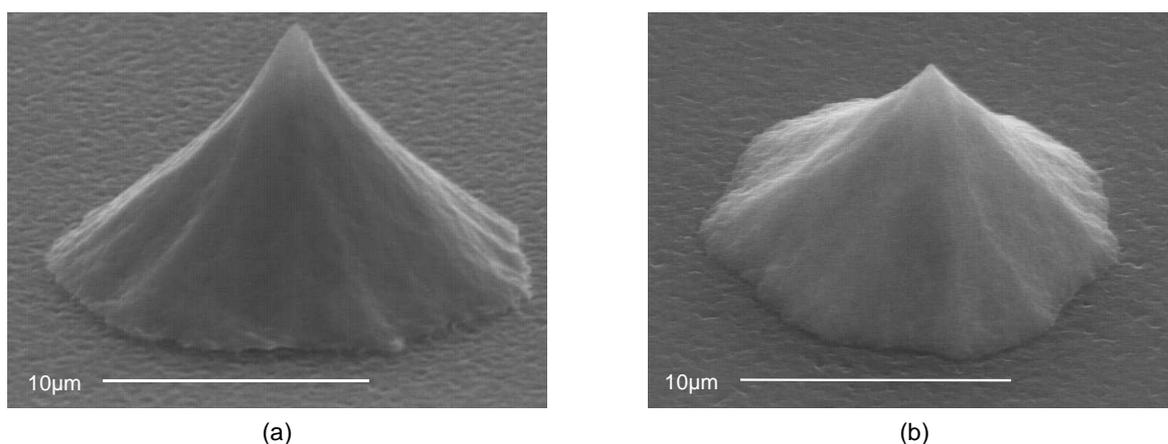


Figure III.19 : Mécanisme de formation de la pointe par attaque chimique. En (a), la situation "idéale". En (b), le phénomène effectivement observé.

En pratique, la hauteur de la pointe est donc légèrement inférieure à la hauteur initiale  $h$  du dépôt. On peut jouer sur la valeur du rapport  $\phi/h$  pour se rapprocher ou s'éloigner du profil de gravure idéal. Il est nécessaire de veiller à ne pas laisser la gravure se prolonger au-delà du strict nécessaire. Les Figures III.20-a et b montrent que la surgravure a pour effet d'émousser la pointe et d'arrondir sa forme alors que nous cherchons à obtenir un rayon de courbure du sommet aussi faible que possible.



Figures III.20-a et b: influence de la surgravure sur l'allure des pointes

Lorsque les paramètres d'attaque sont bien maîtrisés, l'allure des pointes obtenues est en revanche tout-à-fait satisfaisante [III-13]. L'illustration de la Figure III.21 a été obtenue à partir d'un dépôt de hauteur initial  $h = 17 \mu\text{m}$  avec un masque en résine de diamètre  $\phi = 30 \mu\text{m}$ . La hauteur de la pointe et le rayon de courbure de son extrémité ont été mesurés respectivement à  $13 \mu\text{m}$  et  $50 \text{ nm}$ .

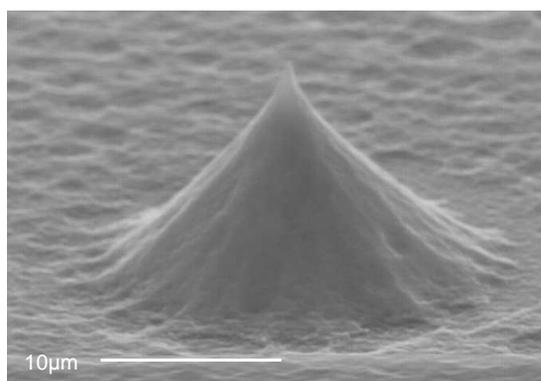


Figure III.21 : pointe de  $13 \mu\text{m}$  de hauteur

Un dernier exemple est reproduit sur la Figure III. 22. Cette structure a été obtenue à partir du même masque de diamètre  $\phi = 30 \mu\text{m}$  et d'un plot de chrome de hauteur  $h = 20 \mu\text{m}$ . La pointe a une hauteur de  $15 \mu\text{m}$  et l'observation de son extrémité au MEB permet d'estimer le rayon de courbure de son sommet à  $25 \text{ nm}$ .

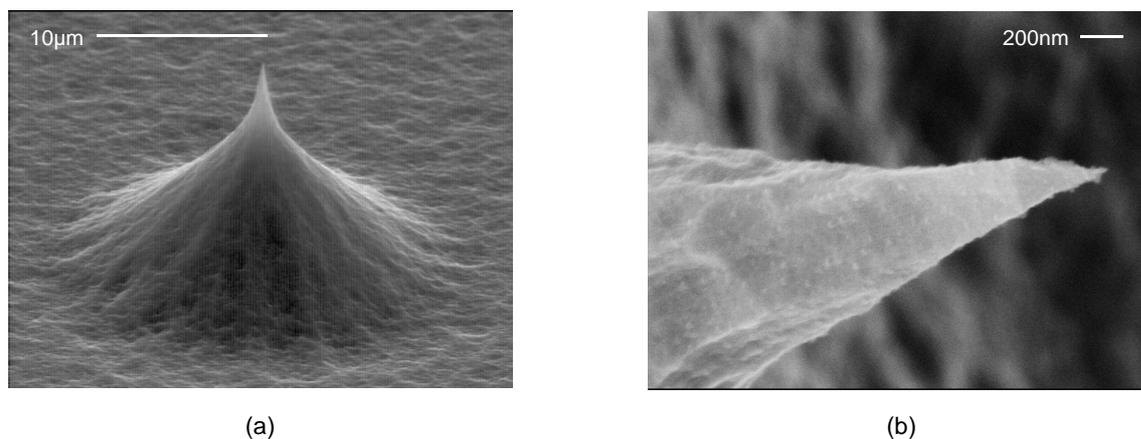


Figure III. 22 : pointe de chrome, vue générale (a) et détail de son sommet (b)

## **6. Conclusion**

L'étude présentée dans ce chapitre complète celles consacrées jusqu'à présent aux dépôts électrolytiques épais structurés sur de petites échelles. A notre connaissance, le chrome n'avait jamais été électrodéposé dans ces conditions et il a fallu déterminer les paramètres nécessaires à la réussite de cette opération. Enfin, la méthode d'usinage de la micropointe fournit une sonde à la géométrie conforme à celle attendue par notre cahier des charges. On peut aussi imaginer l'élargissement de cette procédure à la croissance de réseaux de microstructures et de micropointes, mais cela nous écarte du sujet présenté ici.

La partie suivante traite des différentes étapes de microfabrication du dispositif et de l'intégration de la microsonde de chrome.





## Partie IV - Microfabrication du dispositif

### Table des matières

<b>1.Principe général de la microfabrication d'un prototype</b>	<b>74</b>
<b>2.Usinage du support en Pyrex</b>	<b>76</b>
2.1. Préparation du Pyrex.	77
2.2. Usinage de l'électrode Z	78
<b>3.Scellement anodique et amincissement du silicium</b>	<b>78</b>
3.1. Principe	79
3.2. Aspects expérimentaux du scellement	79
3.3.Amincissement du silicium	80
<b>4.Masques au chrome</b>	<b>81</b>
4.1.Thermométrie	81
4.2.Actionneur	83
4.3.Commentaires	84
<b>5.Mise en place des structures</b>	<b>85</b>
5.1.Étage thermométrie	85
5.2.Étage actionneur	87
<b>6. Fabrication d'une micropointe intégrée</b>	<b>90</b>
<b>7.Attaque ionique réactive profonde du silicium</b>	<b>90</b>
7.1. Principe de la RIE	91
7.2. Conditions pratiques	92

## 1. Principe général de la microfabrication d'un prototype

Le microfluxmètre est formé d'un actionneur muni d'une pointe et d'un système de régulation thermique. L'actionneur est constitué d'une membrane carrée de silicium suspendue par quatre ressorts, de quatre électrodes (X+, X-, Y+ et Y-) planes verticales situées en vis-à-vis des quatre flancs verticaux de la membrane et d'une cinquième électrode (Z) placée sous celle-ci. La pointe intégrée, localisée au centre de la membrane, est fabriquée in situ et la partie thermométrie résulte d'un processus classique de lithographie. La Figure II.2 montre l'aspect global du dispositif. Ce chapitre décrit la séquence des étapes suivie pour la fabrication de ce microfluxmètre. Chacune des étapes sera détaillée ultérieurement.

La première étape (a) consiste à préparer un substrat de Pyrex. Gravé, il permettra à la membrane d'être effectivement suspendue. De plus, il accueille l'électrode Z, responsable du déplacement suivant l'axe vertical (Figure IV.1)

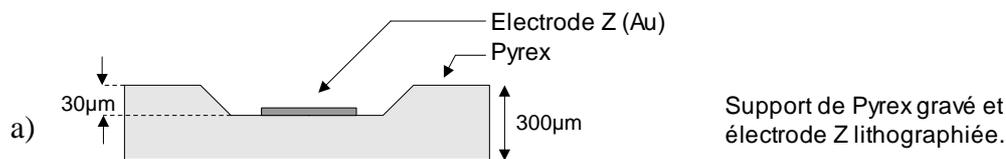


Figure IV.1

Ensuite, une plaquette de silicium est scellée sur le substrat et amincie jusqu'à l'épaisseur souhaitée pour la membrane suspendue et les électrodes de commande des déplacements horizontaux (Figure IV.2).

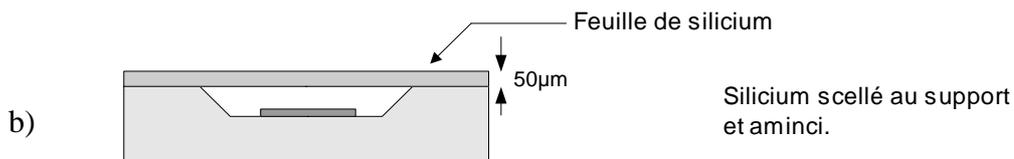


Figure IV.2

Les couches nécessaires à la suite du processus de microfabrication sont alors déposées sur la totalité de la surface de l'échantillon (Figure IV.3). Ces couches seront utilisées pour l'usinage de l'étage comprenant un thermomètre et un élément chauffant.

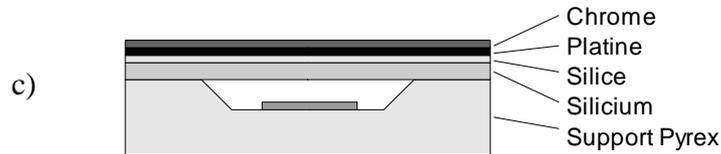


Figure IV.3

Une couche de silice  $\text{SiO}_2$  isole électriquement l'étage de thermométrie de l'actionneur en silicium dopé dans lequel seront usinés la membrane, les électrodes horizontales et les ressorts de suspension. A l'issue d'une première lithographie suivie d'attaques chimiques et ioniques, nous obtenons un thermomètre quatre fils et un élément chauffant en platine (Figure IV.4).

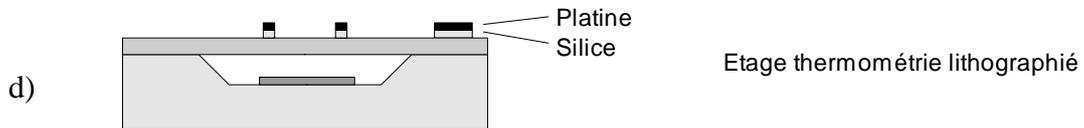


Figure IV.4

Nous utilisons un procédé tricouche pour déposer des couches métalliques d'aluminium et de chrome selon le motif de l'actionneur. Ces dépôts recouvrent l'étage de thermométrie (Figure IV.5).

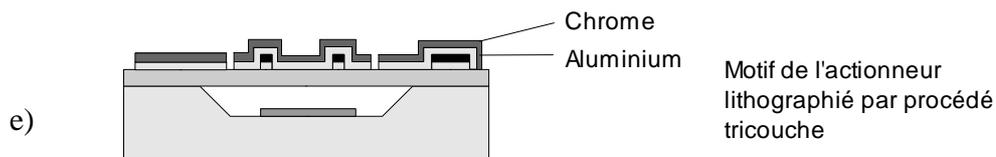


Figure IV.5

L'antépénultième étape consiste à déposer une microstructure de chrome par voie électrolytique, puis à l'usiner chimiquement pour former une pointe (Figure IV.6). Le dépôt initial de chrome est éliminé pendant la gravure de la pointe.

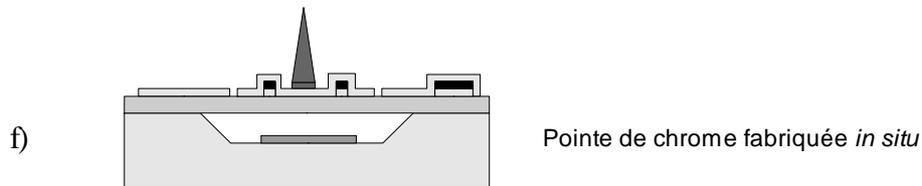


Figure IV.6

Une attaque verticale par RIE (Reactive Ion Etching, attaque ionique réactive en français) reproduit le motif de l'actionneur à partir de la couche d'aluminium dans toute l'épaisseur de la feuille de silicium, libérant la membrane (Figure IV.7).

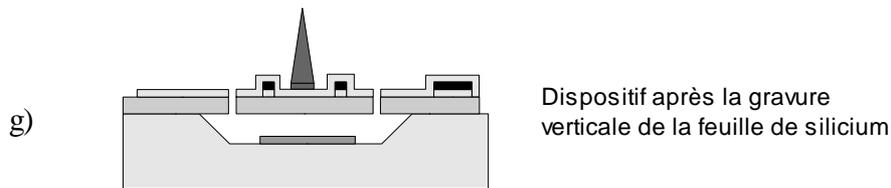


Figure IV.7

La couche d'aluminium court-circuitant l'étage thermométrie est éliminée chimiquement. Le dispositif est achevé (Figure IV.8). Un rinçage soigneux élimine les impuretés sous la membrane.

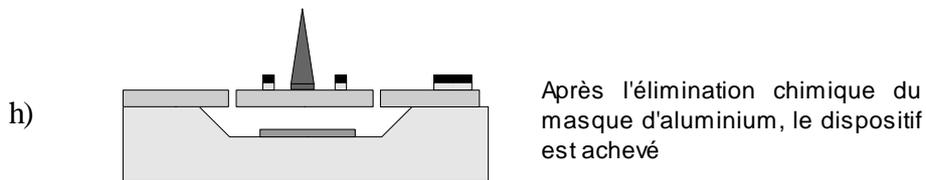


Figure IV.8

## 2. Usinage du support en Pyrex

Il nous faut placer une électrode au fond d'une dépression creusée dans une plaquette de Pyrex. Deux étapes de lithographie sont nécessaires : la première pour la gravure du Pyrex, la seconde pour l'usinage de l'électrode.

### 2.1. Préparation du Pyrex.

Une plaquette de 25x30 mm<sup>2</sup> est découpée à la scie diamantée dans un wafer de Pyrex de 300 µm d'épaisseur protégé par une couche de résine. Un nettoyage soigneux s'ensuit : rinçage à l'acétone, puis à l'alcool et enfin à l'eau déionisée. Le séchage est effectué par jet d'azote. Une couche d'adhérence de 25 nm de chrome, puis une couche de 400 nm d'or sont déposées par évaporation sur la plaquette chauffée à 150°C. J'applique alors le Procédé litho-1 détaillé en Appendice avec le masque Gravure Pyrex (Figure IV.9-a).

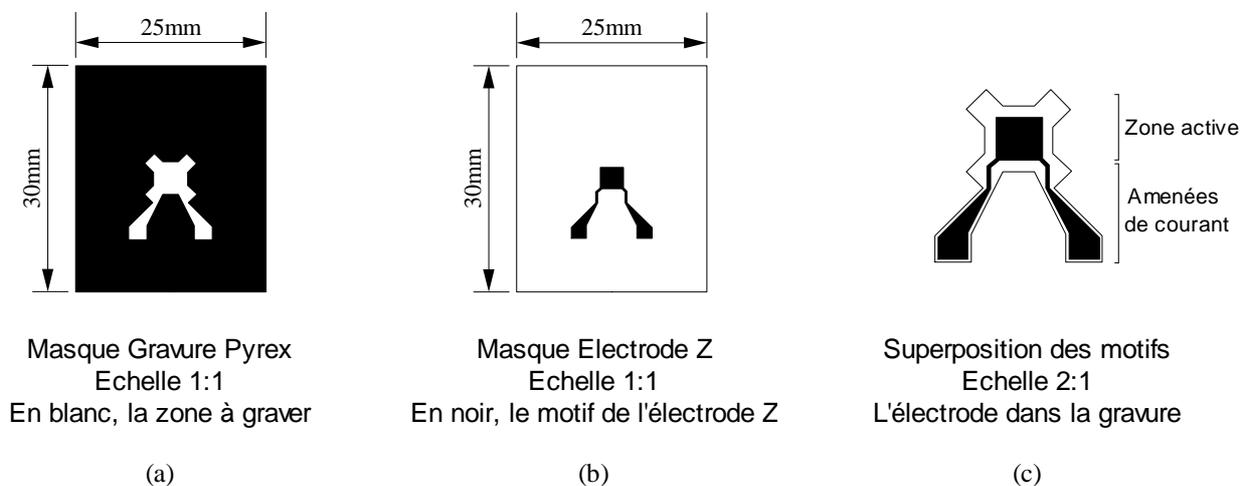


Figure IV.9 : (a) et (b), masques employés pour la fabrication du support Pyrex, échelle 1:1. (c), superposition des motifs.

L'or dégagé de la résine est attaqué à l'aide d'une solution KI/I<sub>2</sub> (attaque chimique, 100 nm/mn) et le chrome par une solution Microposit Chrome Etch (attaque chimique, 100 nm/mn). L'or préservé masque la partie de Pyrex que l'on souhaite préserver. Ainsi préparée, la plaquette est plongée dans une solution d'acide fluorhydrique (composition en volume : 11HF/88H<sub>2</sub>O) attaquant le Pyrex à la vitesse d'environ 15 µm/h. Une fois la profondeur de

gravure désirée atteinte (typiquement  $25\ \mu\text{m}$ ), l'attaque est stoppée et les traces de résine, l'or et le chrome restants sont éliminés chimiquement. La Figure IV.10 résume cette première étape.

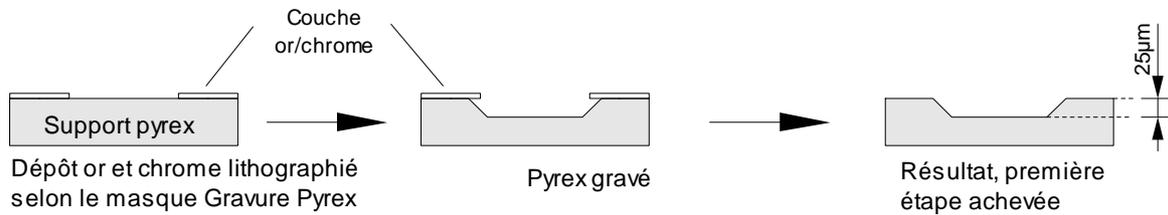


Figure IV.10 : préparation du support de pyrex

## 2.2. Usinage de l'électrode Z

Une couche d'accroche de chrome et une couche d'or sont évaporées dans les mêmes conditions qu'en 2.1 sur la plaquette de Pyrex. Une étape de lithographie utilisant le masque Electrode Z est effectuée (voir Figure IV.9). Nous obtenons finalement une électrode en or au fond de la gravure du Pyrex (Figure IV.11).

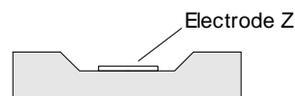


Figure IV.11 : support en Pyrex

Les masques (« Info Elec ») sont représentés en taille réelle Figure IV.9-a et -b. Leurs alignements lors des étapes de lithographie se font par rapport aux bords de la plaquette de Pyrex. Une marge d'erreur conséquente (de l'ordre de la centaine de microns) est conservée afin de se prémunir contre d'éventuels défauts d'alignement lors des étapes ultérieures.

## 3. Scellement anodique et amincissement du silicium

La décision d'utiliser un support de Pyrex dans la fabrication du microscope est motivée par la méthode du scellement anodique entre le Pyrex et le silicium. Cette technique est incompatible avec le fait de travailler directement avec une feuille de silicium de  $50\ \mu\text{m}$

qui, trop souple, se déchirerait au niveau du gap lors du scellement. Aussi, nous scellons une plaquette rigide de 300  $\mu\text{m}$  qui sera amincie par la suite. Après avoir rappelé le principe du scellement, j'en détaillerai les aspects expérimentaux.

### 3.1. Principe

Le principe du scellement est simple [IV.1 et 2] : deux échantillons, l'un de Pyrex, l'autre de silicium sont mis en contact intime. Le silicium est relié à l'anode d'un circuit électrique dont la cathode est appliquée au Pyrex. Le Pyrex est riche en ions sodium  $\text{Na}^+$ , mobiles à haute température (quelques centaines de degrés centigrades). A l'application d'une tension de polarisation, ils migrent vers la cathode où ils sont neutralisés, laissant une zone négativement polarisée à l'interface avec le silicium (Figure IV.12). La force électrostatique résultante permet une mise en contact intime entre le Pyrex et le silicium. Il apparaît alors un phénomène d'oxydation liant le silicium au Pyrex grâce à des liaisons chimiques type  $-\text{OH}$  et  $\text{Si-O}$  [IV-2]. Après l'oxydation, le scellement est définitif.

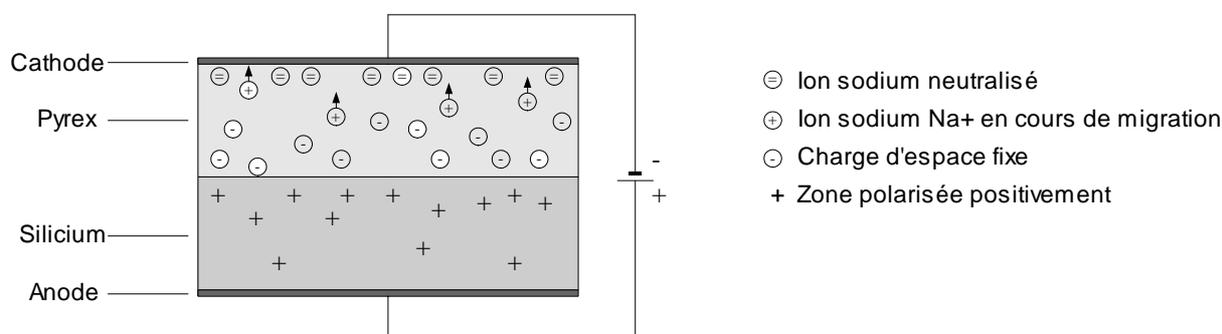


Figure IV.12 : principe du scellement anodique

### 3.2. Aspects expérimentaux du scellement

La réussite du scellement dépend de la réunion de plusieurs conditions :

- Les propriétés de dilatation thermique du Pyrex et du silicium doivent être équivalentes. Un trop grand différentiel induirait des contraintes mécaniques rédhibitoires lors du refroidissement. Le Pyrex de type 7740 souscrit à cette

obligation.

- Les surfaces en contact doivent être propres et lisses. Lors des étapes de découpe, elles sont protégées des éclats par une couche de résine et par la suite, le travail est entièrement réalisé en salle blanche sur des échantillons soigneusement nettoyés à l'acide nitrique chaud et rincés à l'eau déionisée.
- Le choix des paramètres de scellement est lui aussi primordial. Les paramètres en jeu sont les valeurs de la tension de polarisation, de la température de chauffage et de la pression de maintien.

En pratique, le substrat de Pyrex est pressé par un ressort taré sur une plaquette de silicium de mêmes dimensions ( $25 \times 30 \text{ mm}^2$ ) et de  $300 \mu\text{m}$  d'épaisseur, le tout reposant sur une plaque chauffante reliée à la masse. Après thermalisation à  $460^\circ\text{C}$ , une tension de  $-600\text{V}$  est appliquée sur la face supérieure du Pyrex (Figure IV.13-a). On peut alors observer la disparition des franges d'interférence dues à l'air emprisonné entre le Pyrex et le silicium. Ceci prouve que l'air a été chassé et indique la réussite du scellement. Lorsque le courant de fuite, initialement de  $15 \text{ mA}$ , devient nul, la tension est coupée. Elle aura été appliquée une dizaine de minutes, scellant définitivement les deux éléments (Figure IV.13-b).

Notons au passage que la thermalisation à  $460^\circ\text{C}$  explique le choix de l'or comme matériau de l'électrode Z : il résiste à la chaleur et à l'oxydation.

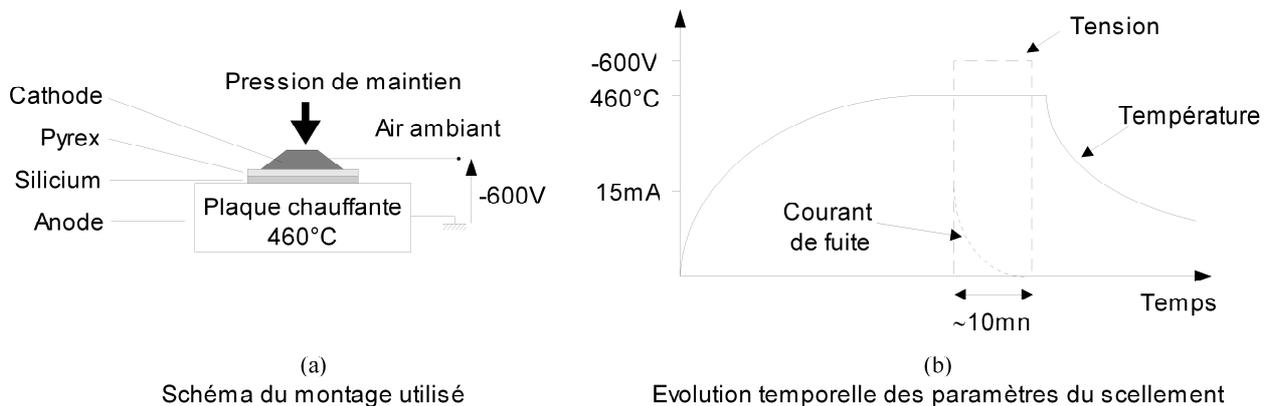


Figure IV.13 : scellement anodique : montage (a) et paramètres (b)

### 3.3. Amincissement du silicium

L'ensemble Pyrex-silicium est plongé (Figure IV.14) dans une solution de potasse chauffée à 82 °C (proportions en masse KOH/Eau déionisée : 0,8/1). Nous utilisons du silicium (100). Avec ces paramètres, la vitesse de gravure du silicium est de 60  $\mu\text{m/h}$ . En fin d'attaque, l'échantillon est abondamment rincé à l'eau déionisée chaude. La surface du silicium présente une texture en peau d'orange, de rugosité cependant suffisamment faible pour ne pas prêter à conséquence dans la suite des opérations. Le scellement Pyrex/silicium doit avoir été parfaitement réussi, sous peine de voir la potasse s'infiltrer via l'interface bien plus rapidement qu'elle n'attaque le silicium en surface.

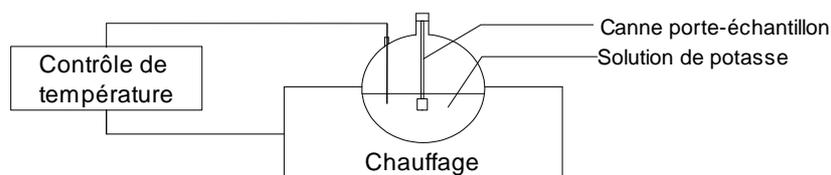


Figure IV.14 : montage d'attaque à la potasse

## 4. Masques au chrome

Les étapes de fabrication du microfluxmètre nécessitent une étape préliminaire incontournable : la fabrication des masques utilisés lors des étapes de lithographie optique. Au vu de la finesse des détails, ils seront réalisés par insolation électronique, sur des plaques de quartz recouvertes d'une couche de chrome sur une face. Le principe est globalement le même que la lithographie optique, mais diffère en pratique sur deux points fondamentaux :

- La résine est électro-sensible.
- On n'insole pas la totalité de la surface considérée en une fois, mais un étroit faisceau d'électrons contrôlé par voie informatique balaie l'échantillon selon un motif préprogrammé.

## 4.1. Thermométrie

Le motif incorpore deux éléments indépendants usinés simultanément dans les mêmes couches minces :

- un thermomètre 4 fils
- une résistance de chauffage (2 fils)

Ceci nous amène à six amenées de courant et autant de plots de contacts électriques. Pour le thermomètre, deux ressorts de suspensions seront parcourus chacun par deux amenées de courant. La présence d'éléments de faibles dimensions impose le recours à l'insolation électronique. En raison de la taille globale du motif (15mm de côté), plusieurs champs d'insolation seront nécessaires, notre microscope électronique à balayage (MEB), un LEO1530, ne pouvant travailler sur des champs de plus de 5mm. Le découpage s'effectue de la manière suivante :

- 1 champ central contenant les éléments sensibles
- 4 champs périphériques pour les plots de connexions, les amenées de courant et les prises de tension

Afin de se prémunir contre les défauts de raccordement, les champs et les motifs qu'ils contiennent se recouvrent sur 50  $\mu\text{m}$ , marge qui s'avère amplement suffisante après la calibration des déplacements de la platine du MEB. Les motifs ne couvrant qu'une faible partie des champs, j'emploie une résine négative (UVN2).

### **Procédure :**

- Étalement de la résine
  - Étalement de Microposit Primer: 30 s à 2700 tours/mn, accélération 2000tours/mn/s.
  - Étalement de résine UVN2 : 30 s à 6000 tours/mn, accélération 6000tours/mn/s.
  - Recuit sur plaque chauffante : 1 mn à 130°C.
- Insolation, dose  $4\mu\text{C}/\text{cm}^2$
- Développement
  - Recuit sur plaque chauffante : 2 mn à 110°C.

- Développement : 30 s dans du Microposit LDD26W pur
- Rinçage abondant à l'eau déionisée

En cours d'insolation, un contact à la masse par laque d'argent permet l'évacuation des charges électriques. Leur accumulation dévierait le faisceau électronique et compromettrait la qualité de l'insolation.

Après développement de la résine, la plaque est plongée dans une solution d'attaque du chrome pendant 3 mn, puis rincée à l'eau déionisée. La résine restante est dissoute à l'acétone. Le masque, à nouveau rincé à l'eau déionisée et séché, est prêt à l'emploi. La Figure IV.15-a représente une vue d'ensemble (hors marques d'alignement). Les figures Figure IV.15-b et -c montrent des détails du masque : les amenées de courant et les prises de tension du thermomètre au niveau d'un ressort (b) et la partie sensible du thermomètre (c).

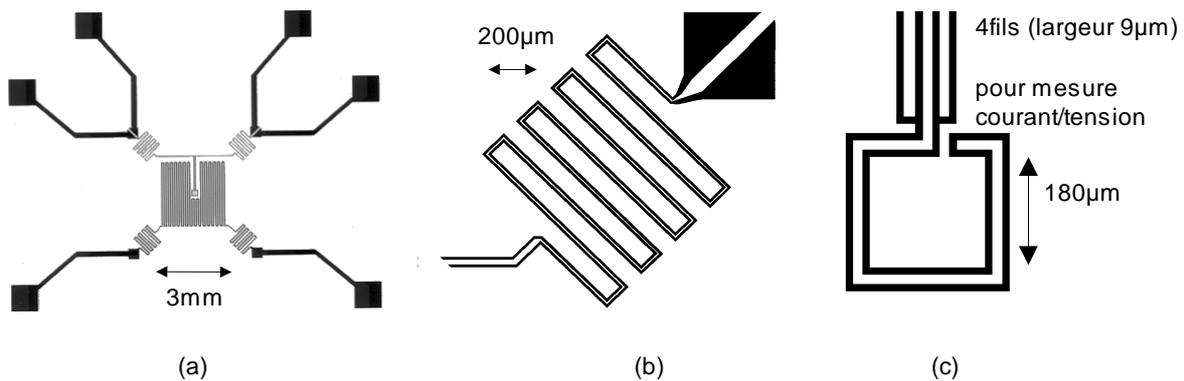


Figure IV.15 : masque de thermométrie

## 4.2.Actionneur

Le motif de l'actionneur comprend la membrane, les ressorts de suspension, les électrodes de commande et de détection du déplacement horizontal et les plots de connexion. Comme dans le cas précédent, la finesse d'une partie des motifs impose le recours à la lithographie électronique. Cependant, seule la partie centrale (membrane-ressort-électrode) sera réalisée de cette manière. La zone périphérique, plus grossière et comportant des surfaces importantes, sera réalisée dans un second temps par lithographie optique à l'aide d'un masque Info Elec complémentaire de la partie centrale.

Cette fois, la majeure partie du champ central est occupée par le motif. Aussi, nous utilisons une résine positive, la Shipley UV3. Le motif insolé représente le négatif du motif que l'on souhaite obtenir dans le chrome.

### **Procédure :**

- Étalement de la résine
  - Étalement de Microposit Primer: 30 s à 2700 tours/mn, accélération 2000tours/mn/s.
  - Étalement de résine UVN2 : 30 s à 6000 tours/mn, accélération 6000tours/mn/s.
  - Recuit sur plaque chauffante : 1 mn à 130 °C.
- Insolation, dose 8  $\mu\text{C}/\text{cm}^2$
- Développement
  - Recuit sur plaque chauffante : 2 mn à 110°C.
  - Développement : 1 mn dans du Microposit LDD26W pur
  - Rinçage abondant à l'eau déionisée

A la suite de ces opérations, le chrome est attaqué de la même manière qu'en 2.1. Le motif obtenu est présenté Figure IV.16-a. Une seconde étape de lithographie, optique et selon la procédure litho-1, à l'aide d'un masque Info-Elec adéquat, achève le motif et donc le masque (Figure IV.16-b et c).

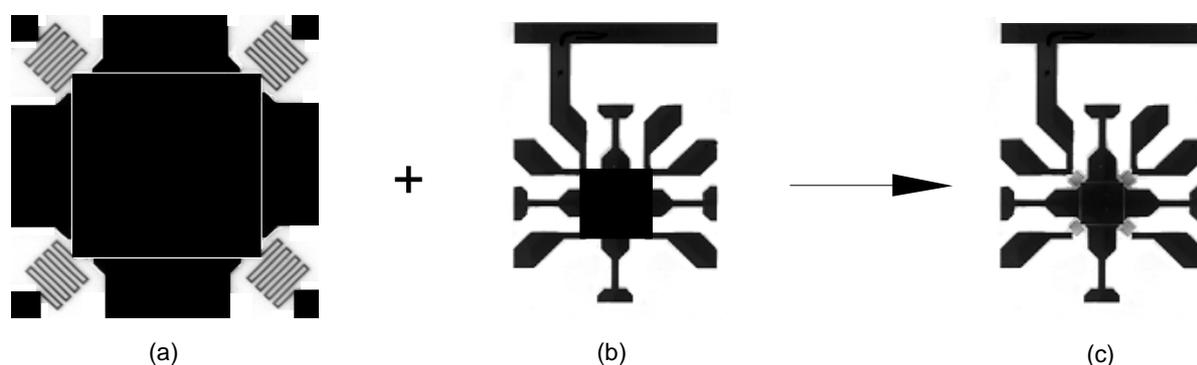


Figure IV.16 : masques de l'actionneur

### 4.3. Commentaires

L'un des points délicats rencontrés lors de la fabrication de ces masques a été la calibration du grandissement du MEB. Les motifs des deux étages (thermométrie et actionneur) doivent se recouvrir très précisément au niveau des ressorts sur lesquels passent les amenées de courant du thermomètre et du chauffage : la marge n'est que de quelques microns (voir Figure IV.17) sur un champ de 5 mm. Le grandissement au cours des deux insolations doit donc être le même à moins d'un pour mille près.

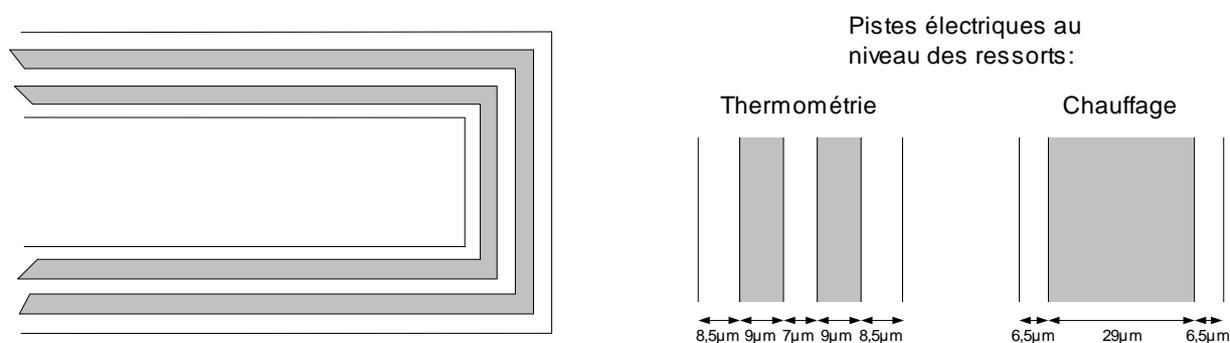


Figure IV.17 : détails des pistes électriques en platine sur les ressorts

## 5. Mise en place des structures

### 5.1. Étage thermométrie

Le thermomètre et l'élément chauffant sont usinés dans une tricouche WTi/Pt/Cr isolée électriquement de l'actionneur par une couche de silice  $\text{SiO}_2$ . Il est important que cette couche recouvre uniformément l'actionneur et ne comporte pas de défauts (impuretés, trous...) susceptibles de détériorer ses propriétés isolantes. Plusieurs essais ont été nécessaires avant de déterminer les paramètres adéquats du dépôt. Des tests nous ont montré que les couches que nous obtenons répondent aux critères demandés. La couche tungstène/titane sert d'intermédiaire favorisant l'adhérence entre le platine et le verre de silice  $\text{SiO}_2$ . Le platine est

l'élément sensible du thermomètre. Il s'agit du métal le plus utilisé en thermométrie : sa résistance à la corrosion confère à ses caractéristiques une grande stabilité dans le temps. Le chrome protège le platine lors d'une étape de gravure ionique ultérieure.

La Figure IV.18 représente l'ensemble des étapes nécessaires à la microfabrication des éléments résistifs constituant le chauffage et le thermomètre de notre dispositif.

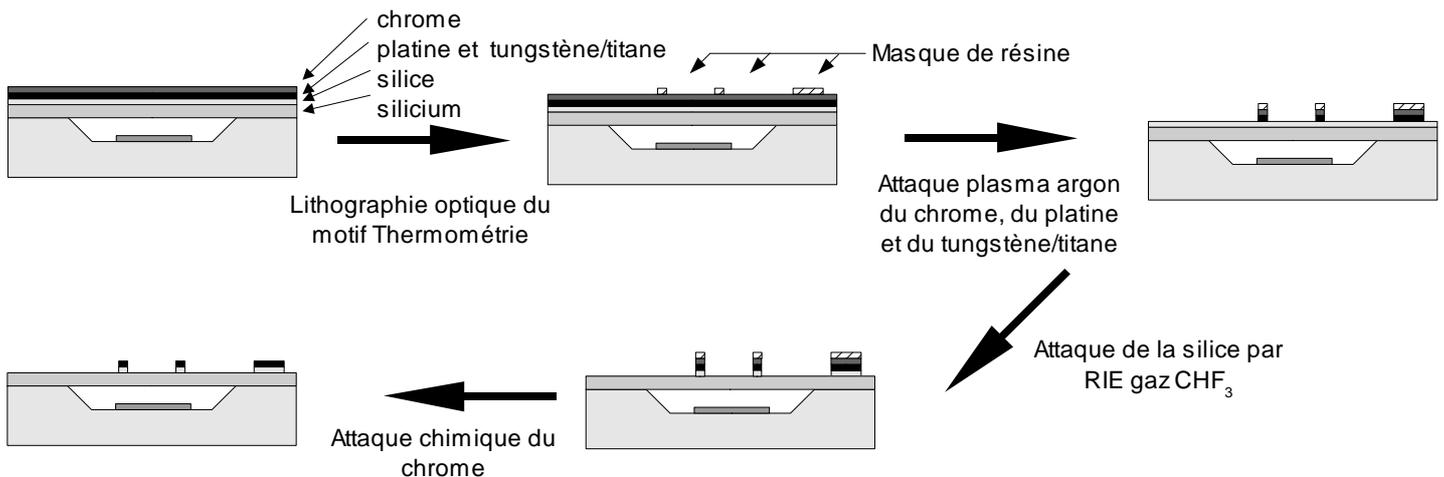


Figure IV.18 : usinage de l'étage thermométrique

Une application de la procédure Litho-2 (voir Appendice) avec le masque au chrome élaboré précédemment produit un masque de résine correspondant à l'étage de thermométrie. Une gravure argon reproduit le motif dans les couches de chrome, platine et tungstène/titane (12 mn, 200 V d'accélération,  $3 \cdot 10^{-4}$  mbar), puis une attaque sélective par plasma  $\text{CHF}_3$  (30mn, 50 W,  $2 \cdot 10^{-2}$  mbar) reproduit à nouveau le motif, cette fois dans la couche de silice  $\text{SiO}_2$ . Le chrome de protection est alors éliminé chimiquement. Cette opération permet aussi d'éliminer la couche de résine par « lift-off ».

La Figure IV.19 est une photo MEB montrant l'élément sensible du thermomètre sur la membrane de silicium. De part et d'autre, nous voyons aussi des pistes métalliques constituant une partie de la résistance de chauffage.

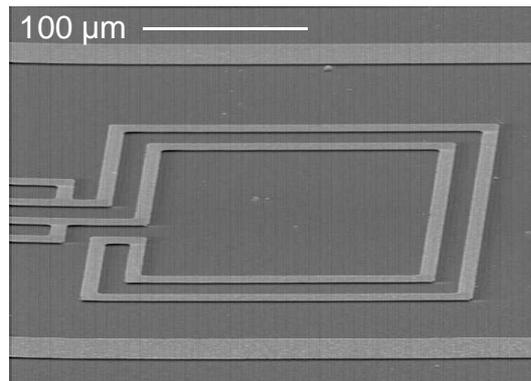


Figure IV.19 : élément sensible du thermomètre sur la membrane de silicium

Le Tableau IV.1 donne les paramètres des dépôts effectués. Le gaz utilisé est l'argon.

Dépôt	Type	Pression (mbar)	Température substrat (°C)	Épaisseur (nm)
SiO <sub>2</sub>	Pulvérisation	$4 \cdot 10^{-3}$	20	500
W/Ti		$8 \cdot 10^{-3}$		5
Pt	magnétron	$3 \cdot 10^{-2}$	150	300
Cr		$8 \cdot 10^{-3}$		100

Tableau IV.1 : caractéristiques des dépôts en couches minces (thermométrie)

## 5.2.Étage actionneur

La lithographie du motif de l'actionneur suit la réalisation de l'étage de thermométrie. L'intérêt de procéder dans cet ordre est que le masque d'aluminium que nous réalisons pour structurer la membrane de silicium et les électrodes protégera les pistes de platine lors de l'attaque profonde du silicium en RIE.

Les premiers essais de fabrication de ce masque ont consisté en un dépôt d'aluminium suivi d'une lithographie classique suivant le motif de l'actionneur. Cette méthode s'est avérée peu fiable en raison d'un mauvais recouvrement par la résine des marches au niveau des motifs du thermomètre. L'attaque chimique de l'aluminium, au lieu de révéler uniquement le motif de l'actionneur, induisait de nombreux défauts au niveau de ces marches. Nous avons alors employé le procédé tricouche décrit ci-dessous qui, bien que plus complexe, s'est avéré extrêmement fiable.

Un procédé « lift-off » confère un rôle de masque mécanique à une couche de résine

lithographiée. Un dépôt métallique ultérieur ne recouvre le substrat que sur sa partie dégagée. Le métal déposé sur la résine est éliminé avec cette dernière lors d'une dissolution par un solvant. L'un des avantages de la méthode est qu'elle n'est pas agressive vis-à-vis du substrat : pas de structuration chimique ou ionique de la couche. Mais appliquer directement ce procédé est ici impossible : en raison de sa forte épaisseur (400 nm), la couche d'aluminium recouvrirait les flancs de la résine, empêchant la dissolution de cette dernière par le solvant. Une manière de contourner ce problème est d'utiliser un procédé tricouche : une « casquette » métallique empêche le métal de se déposer sur les flancs de gravure de la résine. Le solvant peut alors attaquer la résine par ces flancs.

Le procédé que nous avons utilisé est le suivant (Figure IV.21) : une couche de résine de PolyMéthylMétachrylate (PMMA) est étalée sur l'échantillon, une couche de germanium est évaporée sur ce PMMA, puis une résine négative, la Shipley Ui310, est étalée à son tour sur le germanium (Figure IV.21-a). Une étape de lithographie UV (voir Appendice) élimine la Ui310 selon le motif de l'actionneur. Une attaque par un plasma constitué de SF<sub>6</sub> attaque le germanium selon ce motif (Figure IV.21-b). Une attaque directionnelle par plasma O<sub>2</sub> ouvre alors le PMMA jusqu'au silicium et aux motifs de thermométrie, et élimine la résine Ui310 (Figure IV.21-c). Enfin, une seconde attaque par plasma oxygène vient surgraver le PMMA sous le germanium (Figure IV.21-d).

La Figure IV.20 montre un échantillon en fin d'étape (*d*), les amenées de courant du thermomètre sont bien visibles, dégagés de la résine et du germanium.

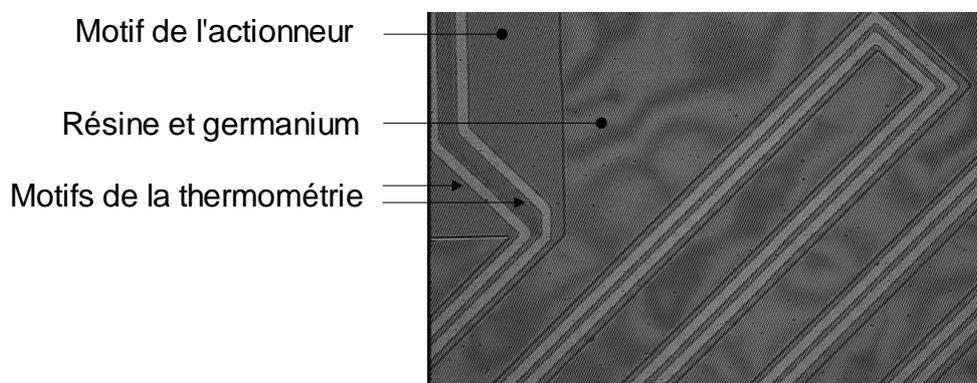


Figure IV.20 : échantillon en fin de procédé tricouche, avant de les dépôts d'aluminium et de chrome (photo prise au microscope optique)

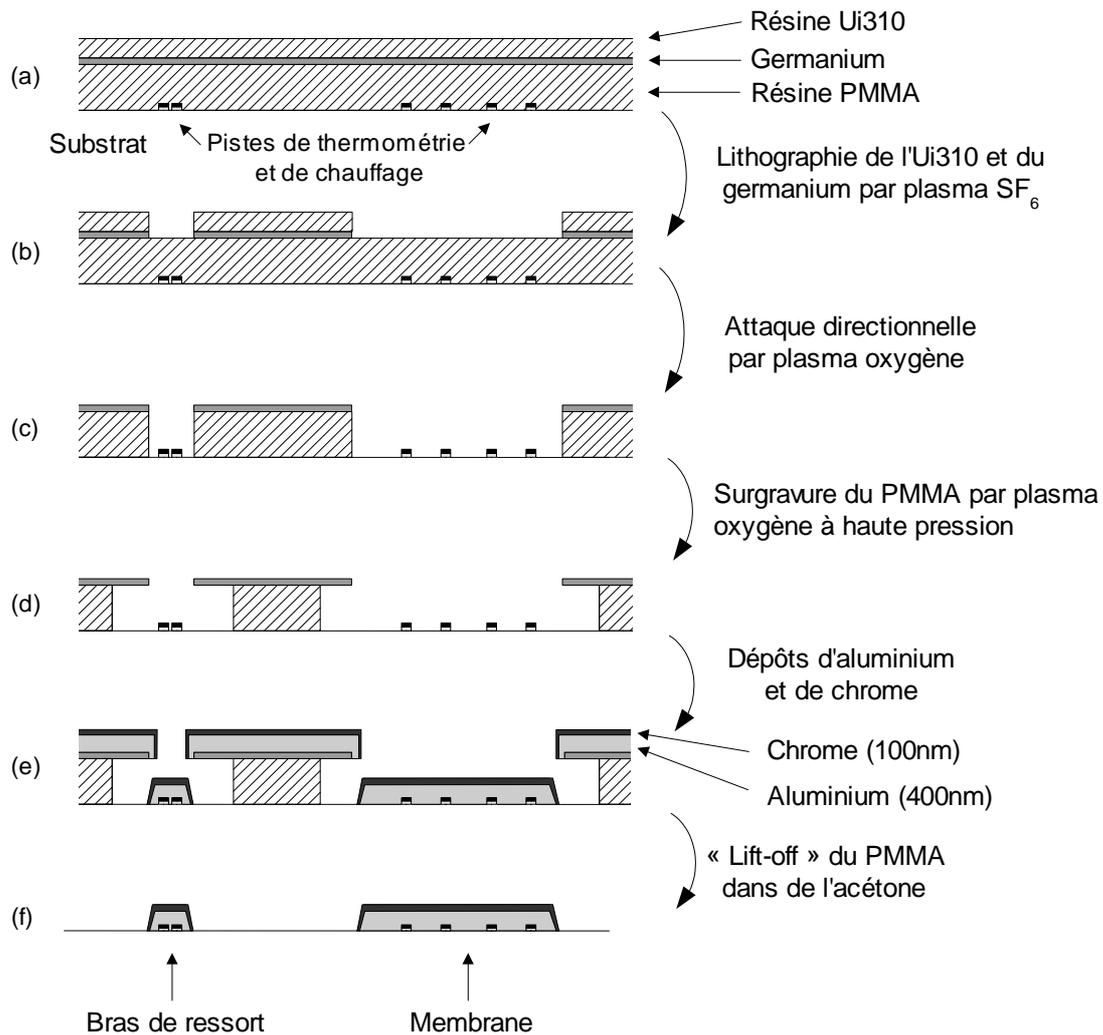


Figure IV.21 : détails du procédé tricouche

A l'issu de ce procédé, l'échantillon est recouvert par pulvérisation magnétron de deux couches d'aluminium et de chrome déposées selon les paramètres donnés dans le Tableau IV.2 (Figure IV.21-e). Un passage de 3h dans de l'acétone permet d'éliminer la résine et de germanium (Figure IV.21-f). Après ces opérations, l'état d'avancement du dispositif est le suivant, Figure IV.22 :

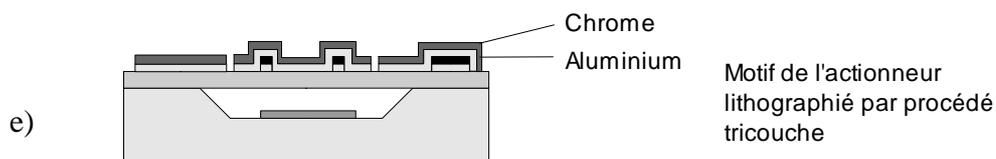


Figure IV.22

Les paramètres de dépôt de couches d'aluminium et de chrome sont donnés dans le Tableau IV.2. La couche de chrome sert de surface de départ pour le dépôt électrolytique détaillé en Partie III. La couche d'aluminium aura le rôle de masque lors de l'attaque RIE du silicium qui sera évoquée au chapitre suivant.

Dépôt	Type	Pression (mbar)	Température substrat (°C)	Épaisseur (nm)
Al	Pulvérisation magnétron	$8 \cdot 10^{-3}$	150	500
Cr				100

Tableau IV.2 : caractéristiques des dépôts en couches minces

#### Protocole du procédé tricouche :

- Étalement promoteur d'adhérence : Primer Shipley 2700 tour/mn, 30 s
- Étalement PMMA (PolyMéthylMétachrylate) dilué à 4% dans de l'éthyl-lactate : 2000 tour/mn, 30 s (430 nm d'épaisseur)
- Recuit 200 °C, 5 mn
- Dépôt par évaporation de 40 nm de germanium, substrat à température ambiante
- Litho motif « mécanique » dans résine négative Ui310
- Attaque RIE :
  - Ge attaqué par plasma SF<sub>6</sub>
  - PMMA attaqué par plasma O<sub>2</sub> (10<sup>-1</sup> mbar)
  - Surgravure du PMMA par plasma O<sub>2</sub> haute pression (4.10<sup>-1</sup> mbar)

## **6. Fabrication d'une micropointe intégrée**

A la suite des étapes décrites dans les chapitres précédents, un prototype en cours de fabrication est prêt pour l'intégration d'une micropointe de chrome. Cette opération est précisément décrite en Partie III. Cette intégration est suivie par la gravure verticale profonde du silicium.

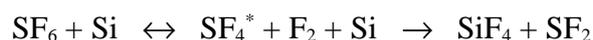
## 7. Attaque ionique réactive profonde du silicium

L'étape la plus importante dans la réalisation de l'actionneur est l'usinage de la membrane de silicium pour former les capacités électriques et la suspension indispensables à son fonctionnement. Le motif doit être gravé sur la totalité de l'épaisseur de la membrane (soit 50  $\mu\text{m}$ ) de façon aussi anisotrope que possible afin d'obtenir des électrodes planes verticales distantes de 15  $\mu\text{m}$  sur 2400  $\mu\text{m}$  de longueur. La RIE (Reactive Ion Etching pour attaque ionique réactive) est la méthode la plus adaptée à ce cahier des charges.

### 7.1. Principe de la RIE

Un plasma de gaz chimiquement réactif avec le silicium est constitué en dissociant des molécules relativement stables. Les espèces réactives sont amenées en contact avec le silicium et les produits de réactions volatiles sont évacués. Un dépôt d'aluminium, résistant au plasma, masque les surfaces de silicium que l'on souhaite préserver. Une tension radiofréquence imposée au gaz introduit dans un réacteur le dissocie grâce à l'impact d'électrons en espèces positives, négatives, en radicaux actifs ainsi qu'en électrons et en composés neutres. Un couplage capacitif entre le plasma et l'électrode support de l'échantillon provoque une polarisation négative de cette dernière en raison de la mobilité des électrons, supérieures à celles des ions. Les ions positifs du plasma, accélérés par cette tension négative bombardent la surface à graver. Les espèces neutres ne viennent au contact du silicium que par diffusion.

Les radicaux actifs s'adsorbent à la surface du matériau et réagissent. Le plasma est formé à partir de gaz  $\text{SF}_6$  et d' $\text{O}_2$ . Le composant  $\text{SF}_6$  va permettre l'attaque du silicium selon la réaction chimique suivante :



Les composés  $\text{SF}_4^*$  attaquent le silicium et créent le composé très volatil  $\text{SiF}_4$  ou ses précurseurs  $\text{SiF}_x$  ( $x < 4$ ). Le bombardement ionique directionnel permet une bonne anisotropie de l'attaque, cependant insuffisante pour obtenir des flancs de gravure verticaux. La verticalité est très nettement améliorée par l'introduction d'oxygène dans le plasma : il permet la création

d'une couche de passivation  $\text{Si}_x\text{O}_y\text{F}_z$  sur les surfaces attaquées. Une autre réaction crée un film de protection d' $\text{AlF}_3$ . En fond de gravure, le bombardement ionique est suffisamment intense pour détruire ces couches, ce qui permet la poursuite de l'attaque. En revanche, sous le masque d'aluminium, elles sont à l'abri d'une attaque directe et résistent à la gravure. Ces phénomènes aboutissent au profil décrit Figure IV.23.

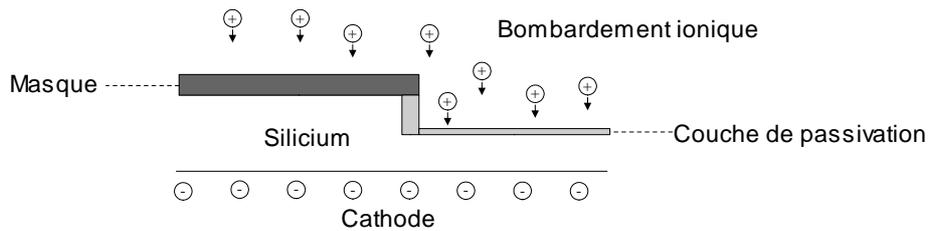


Figure IV.23 : principe de la verticalité de l'attaque RIE

Enfin, les espèces désorbées diffusent de la surface du silicium dans le plasma et sont évacuées afin d'éviter de les voir se redéposer. La Figure IV.24 résume la situation.

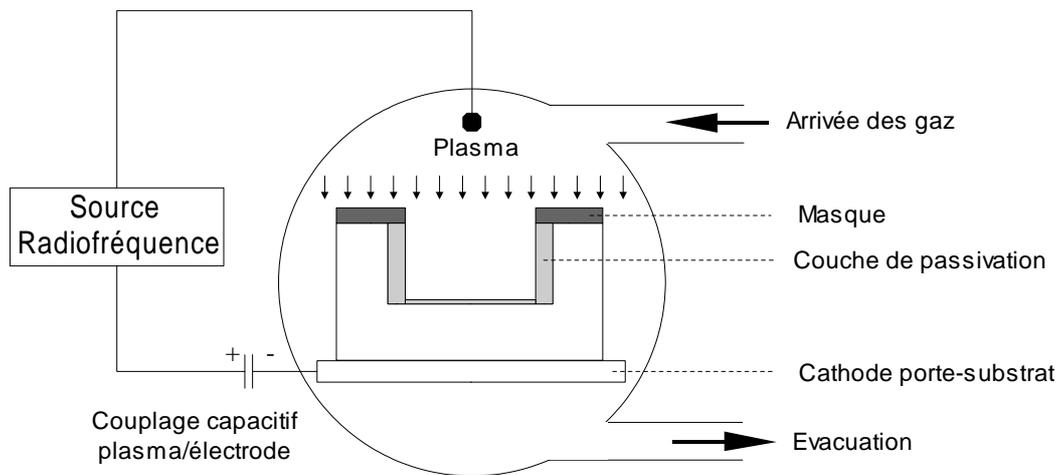


Figure IV.24 : schéma du dispositif d'attaque RIE

## 7.2. Conditions pratiques

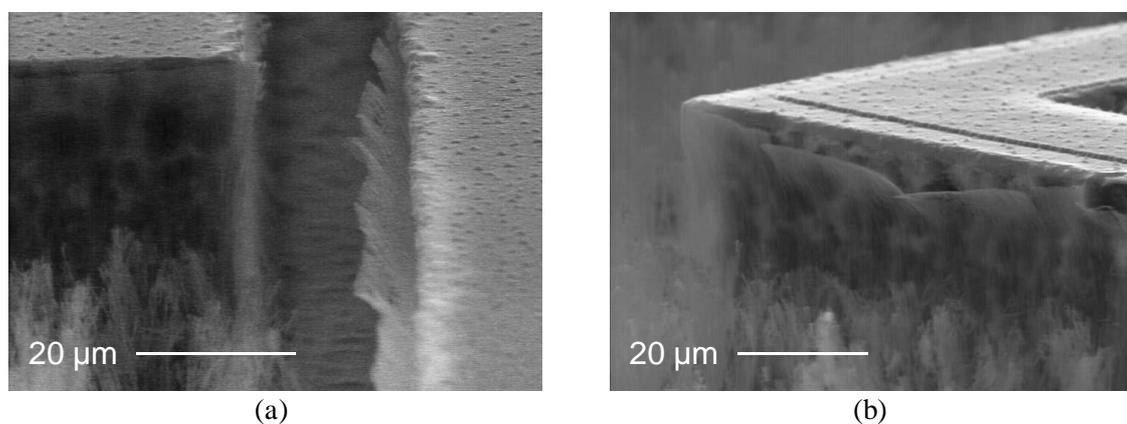
L'échantillon, comportant un masque d'aluminium de 450 nm, est placé dans le réacteur sur une large plaquette de silicium afin d'homogénéiser la répartition des espèces chimiques en cours de réaction et de régulariser l'attaque. Le porte-substrat est thermalisé à 5°C par circulation d'eau afin de stabiliser la température de l'échantillon en cours de gravure,

les réactions chimiques de surfaces (adsorption et désorption) étant fortement dépendantes de la température. Avant mon arrivée au CRTBT, E. Ménégaz avait procédé à des essais de gravures profondes anisotropes du silicium par RIE et avait déterminé la procédure d'attaque suivante :

- Gaz constituant le plasma avant ionisation et apparition des produits de réactions :
  - O<sub>2</sub>, 4 sccm (standard cubic centimeter per minute), 2 bars de pression amont
  - SF<sub>6</sub>, 7 sccm, 2 bars de pression amont
- Puissance radiofréquence : 40 W
- Pression : 5.10<sup>-2</sup> mbar
- Séquence : 5 mn d'attaque, 2 mn de pause pour refroidissement

Cette procédure représente une optimisation de plusieurs paramètres. La quantité de l'O<sub>2</sub> face à celle du SF<sub>6</sub> est importante : trop faible, elle ne permet pas la formation de la couche protectrice en Si<sub>x</sub>O<sub>y</sub>F<sub>z</sub>, alors que trop élevée, le phénomène de passivation devient prépondérant et la vitesse d'attaque décroît de façon rédhibitoire.

La Figure IV.25 montre des photos MEB d'un échantillon en cours d'attaque RIE. Le film protecteur d'AlF<sub>3</sub> est bien visible, sous le masque en aluminium, sous la forme d'une pellicule tendant à se décoller des flancs de gravure. Après l'attaque RIE, un rinçage à l'alcool suivit d'un séchage doux au jet d'azote suffit à s'en débarrasser.



*Figure IV.25 : échantillon en cours d'attaque RIE profonde. Le film d'AlF<sub>3</sub> est bien visible sous le masque en aluminium. En (a), au niveau d'un gap entre une électrode et la membrane et en (b) au niveau d'un ressort portant une piste de chauffage.*

La Figure IV.26-a montre les amenées de courant de la thermométrie au niveau d'un ressort juste avant la gravure profonde RIE. En b, la gravure a débuté.

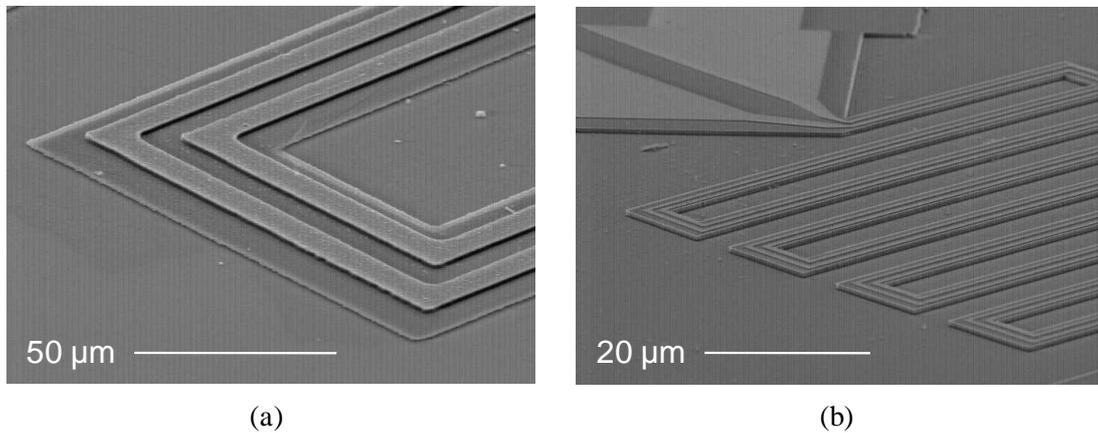


Figure IV.26 :photo (a) : détail d'un ressort supportant les amenées de courant de la themométrie juste avant l'attaque profonde RIE et photo (b) : vue du ressort en tout début de gravure.

Les Figure IV.27-a et -b montrent un échantillon en cours de gravure profonde RIE au niveau d'un ressort et au niveau de l'espace séparant la membrane et une électrode de commande.

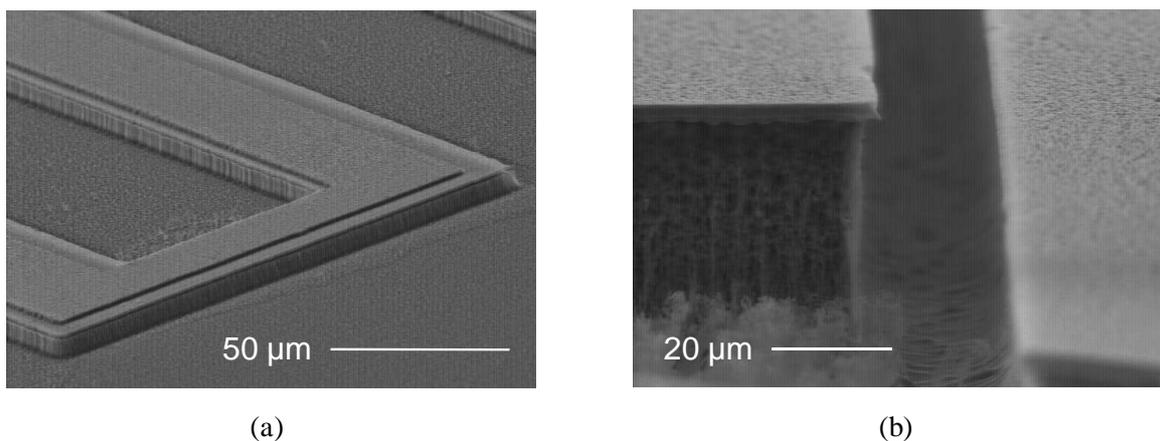


Figure IV.27 : détails du motif en cours d'attaque RIE. Partie (a), ressort supportant une amenée de courant pour le chauffage et partie (b), espace entre la membrane et une électrode.

La feuille de silicium ( $50\ \mu\text{m}$ ) est entièrement gravée après 6 h d'attaque ( $8,3\ \mu\text{m/h}$ ). Le platine constitutif du thermomètre et de l'élément chauffant est protégé par le masque de  $400\text{nm}$  d'aluminium. Ce dernier est éliminé chimiquement en 30 s par une solution Microposit MF319 portée à  $42\ ^\circ\text{C}$ . La Figure IV.28 donne une vue globale d'un échantillon finalisé.

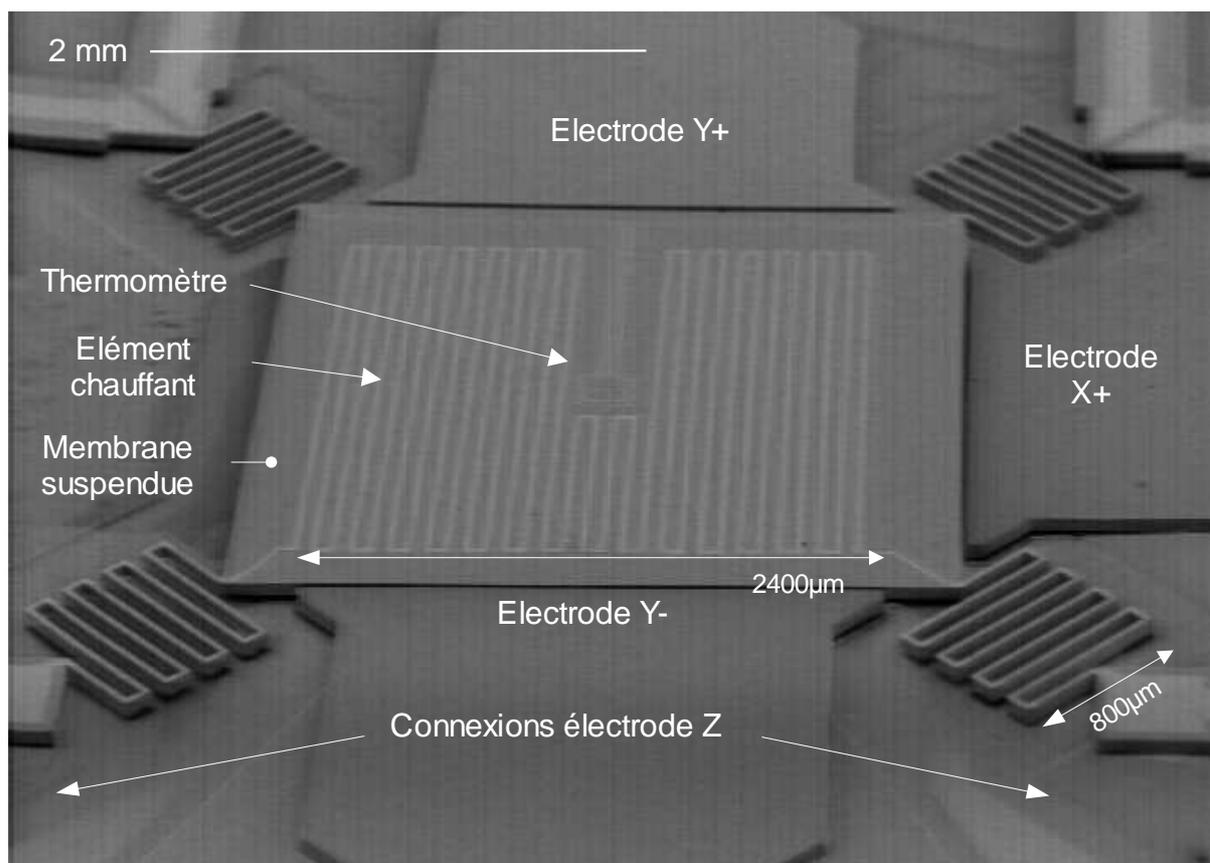


Figure IV.28 : dispositif après gravure profonde RIE et élimination du masque en aluminium

Les Figure IV.29 et Figure IV.30 montrent des détails de la Figure IV.28. La suspension des ressort y est clairement visible, ainsi que le passage des amenées de courant de l'élément chauffant. Nous distinguons également une piste de connexion à l'électrode Z.

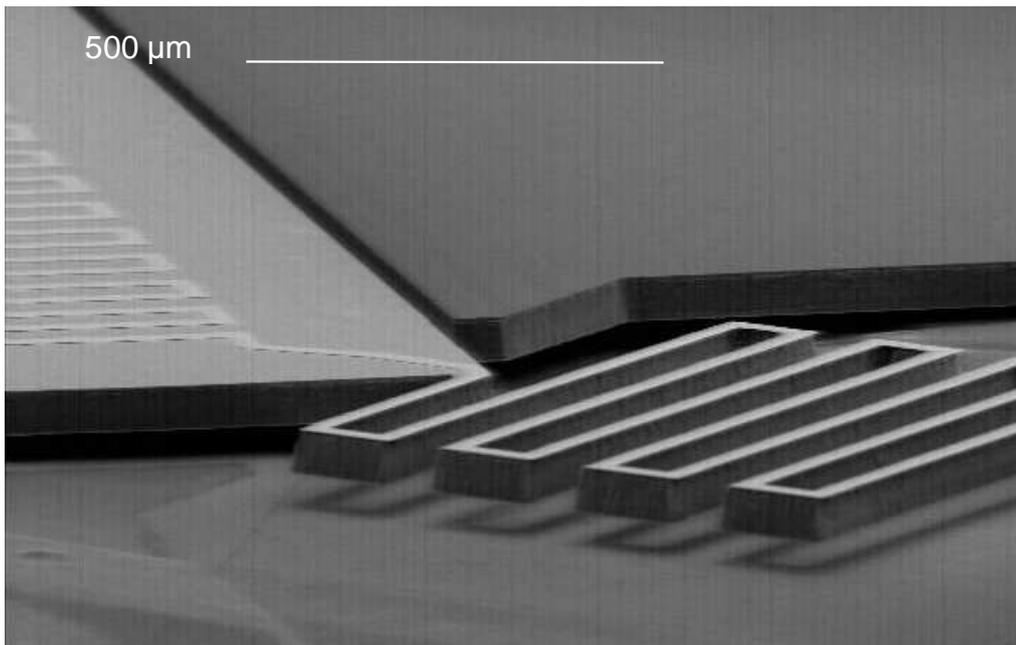


Figure IV.29 : détail de la Figure IV.28, suspension mécanique et passage de la piste de chauffage

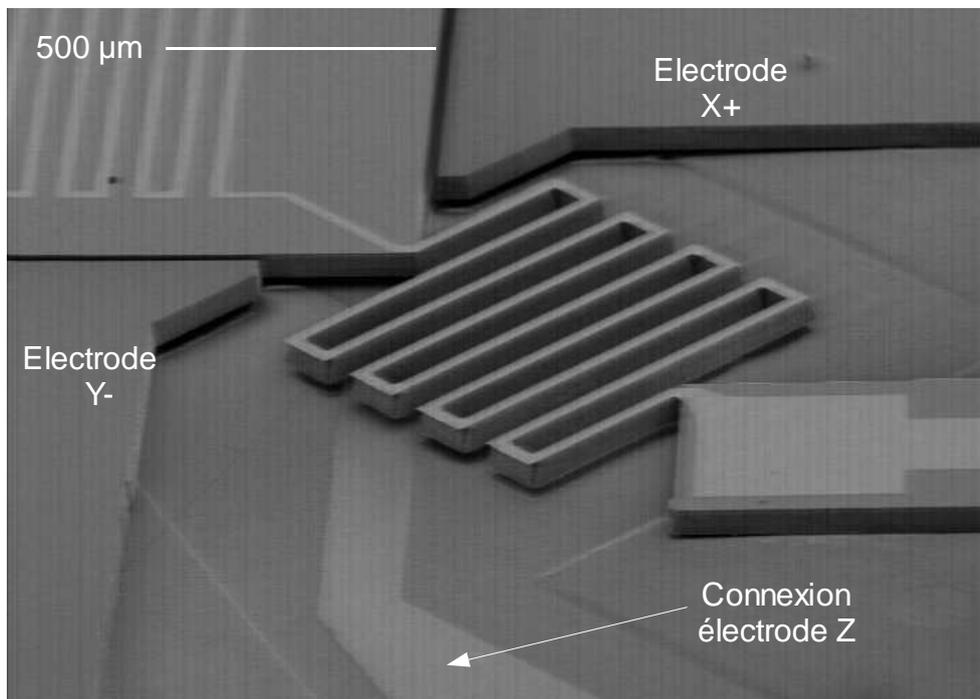


Figure IV.30 : détail de la Figure IV.28, ressort suspendu au-dessus d'une amenée de courant de l'électrode Z.

La microfabrication du dispositif a fait l'objet d'un développement long et complexe faisant appel à une large gamme de techniques : gravures chimiques, ioniques ou par plasma, dépôts par évaporation ou pulvérisation magnétron, ou encore technique du scellement anodique. Le nombre et l'imbrication des étapes ont induit de multiples difficultés nécessitant à plusieurs reprises un travail de remise en question de l'ensemble de la procédure de fabrication.

La Partie suivante est consacrée au développement de l'électronique associée au microsystème dont la microfabrication vient d'être décrite.



---

## Partie V - Développement de l'électronique associée au microsystème

### Table des matières

<b>1.Introduction</b>	<b>100</b>
<b>2.Régulation thermique de la membrane</b>	<b>101</b>
2.1.Introduction	101
2.2.La source de courant du thermomètre	101
2.3.La régulation PID	102
<b>3.Commande et mesure du déplacement</b>	<b>105</b>
3.1.Introduction	105
3.2.Commande du déplacement	105
3.2.1.Principe	105
3.2.2.Résolution	106
3.3.Détection capacitive du déplacement	107
3.3.1.Introduction	107
3.3.2.Oscillateur	108
3.3.3.Amplificateur	110
3.3.4.Détection synchrone	112
<b>4.Interface PC / Électronique</b>	<b>114</b>

## **1. Introduction**

L'électronique associée au microsysteme décrit dans les chapitres précédents doit répondre aux exigences suivantes :

- Maintien de la température de la membrane à une température constante, suivant que la sonde est en contact ou non avec l'échantillon étudié. On a vu que, dans ces conditions, l'information recherchée, la conductivité thermique locale, dépend directement de l'excédent de puissance calorifique à fournir lorsque la sonde joue le rôle de fuite thermique entre la membrane et l'échantillon. Il faut être en mesure d'assurer une régulation et d'extraire en temps réel l'information recherchée en fonction de la puissance fournie.
- Contrôle du déplacement de la partie mobile de l'actionneur pour obtenir une cartographie locale de l'échantillon étudié. Il s'agit de contrôler la force électrostatique à l'origine de ces déplacements.
- Détection simultanée dans les trois directions de l'espace des déplacements imposés à la membrane. Ceci d'une part pour s'assurer de la relation entre la force électrostatique exercée et le déplacement induit; d'autre part pour associer à la cartographie thermique une cartographie topographique de la surface balayée. Nous avons déjà signalé que cette détection requiert une sensibilité électronique extrême en raison de la sensibilité mécanique désirée.
- Centralisation et traitement des données précédentes à l'aide d'une interface permettant un contrôle informatique des opérations effectuées.

Cette partie expose les solutions retenues pour chacune de ces opérations.

## **2. Régulation thermique de la membrane**

### **2.1.Introduction**

La température est déterminée par la mesure de la résistance d'un dépôt de platine autour de la base de la sonde (Partie II). Cette mesure en quatre fils (deux pistes d'amenées de courant et deux pistes de lecture de tension) s'affranchit de la valeur de la résistance des amenées électriques. La largeur et l'épaisseur du dépôt de platine ont été choisies de manière à ce que sa résistance avoisine  $100 \Omega$  à température ambiante. La tension aux bornes de cette résistance est lue par un système PID (Proportionnel Intégrale Dérivée) qui la comparera à une valeur de consigne et régulera le courant injecté dans l'élément chauffant (une seconde résistance de platine) en conséquence.

Par commodité, l'élément chauffant et le thermomètre sont réalisés à partir d'un même dépôt de platine. La régulation de la puissance doit intégrer la variation de la résistance de chauffage avec la température.

### **2.2.La source de courant du thermomètre**

Elle doit assurer le débit d'un courant stable et faible dans les pistes d'amenées du capteur en platine. La puissance dissipée par effet Joule dans ces pistes doit être négligeable devant les valeurs de puissance mises en jeu dans la régulation. Un courant  $i = 10 \mu\text{A}$  débitant dans une résistance de typiquement  $1400 \Omega$  dissipe une puissance de  $140 \text{ nW}$  négligeable face aux autres puissances considérées (voir chapitre II.4.3), d'autant plus qu'il s'agit là d'une grandeur constante.

La stabilité du courant, importante pour la précision et la fiabilité de la mesure est assurée par une source de tension de  $5 \text{ V}$  de haute précision LTC1027 de Linear Technology débitant dans une résistance de référence de  $500 \text{ k}\Omega$  en série avec la résistance de platine. Cette source de tension est stable à  $2 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$ , précise à  $\pm 0,04\%$  avec un bruit de sortie de  $3 \mu\text{Vpp}$ . Un amplificateur monté en suiveur de tension régule la tension de grille d'un transistor pour que le potentiel aux bornes de la résistance de référence reste toujours à  $5 \text{ V}$ . Un schéma de principe du montage est donné Figure V.1.

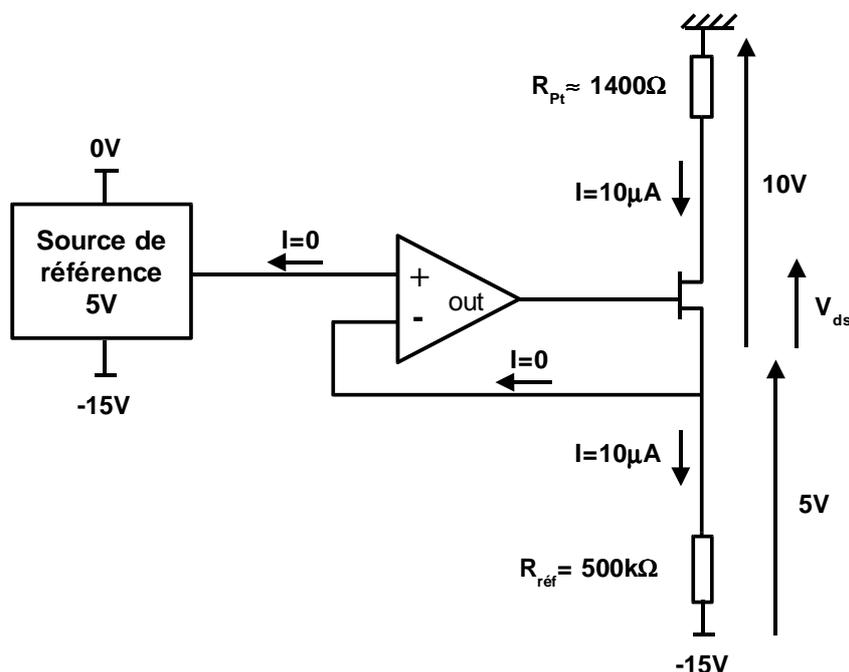


Figure V.1 : source de courant du thermomètre

### 2.3.La régulation PID

La température de la membrane est régulée par un système PID contrôlant le courant injecté dans la résistance de chauffage. Ce système comporte deux entrées : l'une pour la consigne et la seconde provenant du thermomètre. Il compare les valeurs de ces deux entrées et ajuste la tension aux bornes de la résistance de chauffage de manière à réduire l'écart entre elles jusqu'à l'annuler :

$$\text{Consigne} - \text{Mesure} = \text{Erreur} \rightarrow 0$$

Trois termes corrigent la tension aux bornes de la résistance :

- Terme proportionnel : directement proportionnel à l'erreur. Il peut être utilisé seul si la précision n'est pas importante. Il laisse souvent une erreur statique et sa réponse est souvent oscillante.
- Terme intégral : son amplitude varie dans le temps, il est donc intéressant pour le réglage de paramètres dynamiques. De plus, il permet d'annuler l'erreur statique. Une façon de décrire le fonctionnement de ce terme est que son amplitude augmente tant que

l'erreur ne se réduit pas. S'il devient trop important, il peut induire une instabilité du système mais correctement pondéré, il le stabilise.

- Terme dérivée : il amplifie les variations brutales de l'erreur et peut réduire le temps de réponse du système

La tension de sortie peut s'exprimer sous la forme suivante :

$$U = K_p(C - E) + K_I \int_0^t (C - E) dt + K_D \frac{d(C - E)}{dt} \quad (V-1)$$

où  $C$  et  $E$  sont la Consigne et l'Erreur, et  $K_p$ ,  $K_I$  et  $K_D$  sont les coefficients de pondération associés à chacun des trois termes, respectivement Proportionnel, Intégrale et Dérivée.

La lecture de la tension aux bornes du capteur se fait par l'intermédiaire d'un amplificateur d'instrumentation ADS620. Il permet d'adapter l'impédance entre le capteur et le PID et d'amplifier le signal par un gain de 1000. Avant amplification, la tension aux bornes du capteur n'est en effet que de 1 mV. La Figure V.2 représente un schéma logique de la régulation et la Figure V.3 une vue de la façade du PID assemblé.

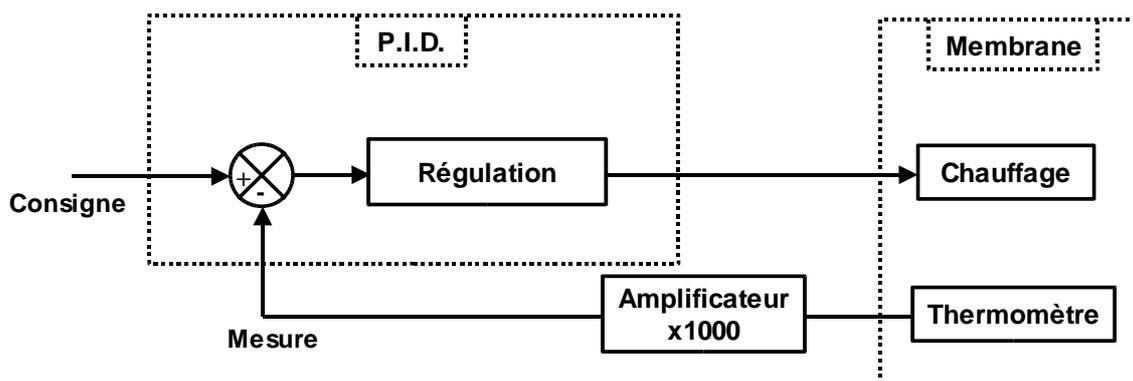
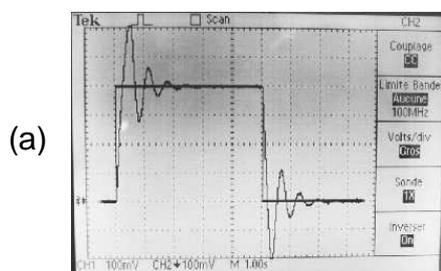


Figure V.2 : schéma logique de la régulation de température de la membrane

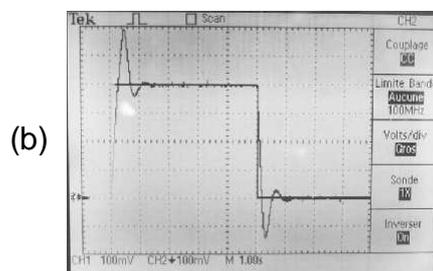


Figure V.3 : vue de la façade du régulateur PID assemblé

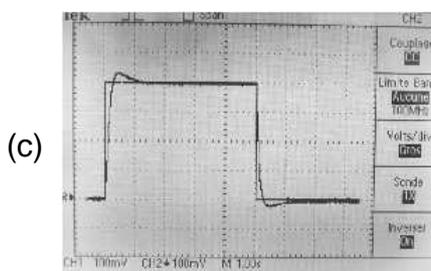
Un réglage des trois paramètres – proportionnel, intégrale et dérivée – est nécessaire pour optimiser la réponse et la vitesse de convergence de la mesure vers la consigne tout en évitant toute oscillation autour de cette dernière. La Figure V.4 illustre la réponse d'un système modèle pour différents réglages.



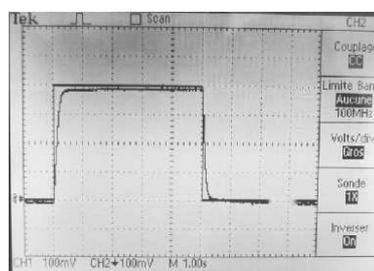
(a) On remarque les oscillations autour de la valeur de consigne.  
Réglages : P=20, I=20, D=0



(b) En ajoutant du gain, les oscillations diminuent  
Réglages : P=60, I=20, D=0



(c) Les oscillations ont presque disparu  
Réglages : P=80, I=5, D=0



Il n'y a plus de dépassement de la consigne  
Réglages : P=90, I=2, D=0  
Notons que la trace 2 a été décalé pour mieux distinguer la régulation.

Figure V.4 : réponse d'un système modèle pour différents paramètres de réglage (P, I, D)

La tension aux bornes de la résistance de chauffage est lue et renvoyée à un logiciel de contrôle sur PC via une carte d'interface National Instruments. Sa valeur et celle de  $R_{ch}$  nous permettent de remonter au flux thermique diffusant dans l'échantillon. Associée à la localisation 2D de la mesure, il induira le contraste de la carte thermique : une forte tension correspondra à une forte fuite thermique via la pointe et donc à une forte conductivité thermique de l'échantillon au point de contact avec la pointe. Notons qu'il est nécessaire de tenir compte des variations de  $R_{ch}$  avec la température.

### **3. Commande et mesure du déplacement**

#### **3.1.Introduction**

La mesure et le contrôle du déplacement de la membrane sont les aspects les plus délicats à réaliser du point de vue de l'électronique. Détecter des déplacements de 10 pm revient dans notre système à mesurer des variations de capacité de  $10^{-20}$  F, ce qui demande une électronique complexe à très bas bruit. La carte d'interface NI évoquée au chapitre précédent fait partie intégrante de la chaîne de mesure : ses caractéristiques conditionnent les possibilités ultimes du montage électronique.

Après avoir détaillé le contrôle de l'actionnement de la membrane, je décrirai le système de mesure de sa position.

#### **3.2.Commande du déplacement**

##### **3.2.1.Principe**

Les estimations numériques développées dans la Partie II indiquent qu'un déplacement horizontal de 5  $\mu\text{m}$  est consécutif à l'application d'une tension de l'ordre du kilovolt.

Un PC commande, par l'intermédiaire d'une carte NI, un amplificateur haute tension avec une tension de commande allant de -10V à +10V. Nous avons fixé le gain de l'amplificateur à 30 et pouvons appliquer sur les électrodes une tension allant jusqu'à 300 V. L'amplificateur est alimenté entre -15 V et +300 V, les tensions négatives pouvant servir au réglage du 0 V de sortie. Notons que nous ne sommes limités à 300 V que par l'alimentation haute tension. Cependant, cette tension est suffisante pour la phase de validation du dispositif.

La Figure V.5 présente un schéma de principe du montage.

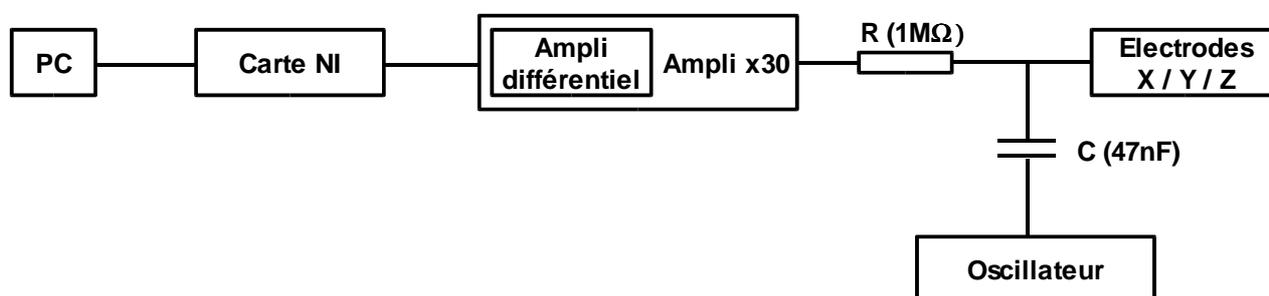


Figure V.5

La résistance  $R$  de  $1\text{ M}\Omega$  et la capacité  $C$  de  $47\text{ nF}$  ponctuent la liaison entre l'amplificateur haute tension et l'oscillateur, source du signal utilisé pour la mesure du déplacement. Ces deux composants passifs assurent une isolation bidirectionnelle entre la tension continue issue de l'amplificateur et le signal sinusoïdal issu de l'oscillateur. La résistance  $R$  a aussi pour rôle de prévenir tout danger lié au passage d'un courant important en cas de court-circuit entre l'une des électrodes et la membrane. Nous étudierons le rôle exact du signal sinusoïdal issu de l'oscillateur dans le chapitre consacré à la mesure du déplacement, mais il est important de prévoir l'isolation entre les sorties de l'amplificateur et de l'oscillateur.

Le rôle de l'amplificateur différentiel à l'entrée de l'amplificateur haute tension est d'isoler la masse du PC de celle de l'alimentation de l'amplificateur haute tension.

### 3.2.2. Résolution

La carte NI peut fournir une tension comprise entre  $-10\text{ V}$  et  $+10\text{ V}$ . Les composants de cette carte sont des convertisseurs numérique-analogique 16 bits. La résolution en sortie de carte est donc :

$$\text{Résolution} = \frac{20}{2^{16}} = 305\ \mu\text{V} \quad (\text{V.2})$$

La plus petite incrémentation de tension que l'on peut alors appliquer à une électrode est alors :

$$\Delta V_{\text{Min}} = 305 \cdot 10^{-6} \cdot 30 = 9,15\text{ mV} \quad (\text{V.3})$$

On peut vérifier, avec les valeurs numériques des paramètres mécaniques établis en

Partie II, que cette incrémentation minimale induit un déplacement toujours inférieur à 0,1nm, quelle que soit la position de la membrane.

### **3.3.Détection capacitive du déplacement**

#### **3.3.1.Introduction**

Le principe de la mesure du déplacement a été exposé en Partie II. Nous allons ici aborder la mise en œuvre de ce principe et décrire les éléments électroniques nécessaires.

Pour les deux directions horizontales, les électrodes entourant la membrane sont polarisées par un courant alternatif produit par un oscillateur. Le courant de fuite issu des déséquilibres des ponts capacitifs que forment les couples d'électrodes sera converti en tension amplifiée et mesurée à l'aide d'une détection synchrone. Pour la direction Z, qui ne possède pas d'électrode symétrique, une capacité équivalente sera intégrée dans le circuit électronique. La Figure V.6 représente un schéma fonctionnel de l'ensemble de l'électronique de la mesure du déplacement.

Nous allons à présent étudier chacun des éléments électroniques nécessaires :

- trois oscillateurs (pour chacune des trois directions X, Y et Z)
- un amplificateur très bas bruit pour convertir le courant de fuite en tension à la fréquence d'excitation.
- trois détections synchrones pour s'affranchir du bruit électronique
- un filtre passe-bas lié aux détections synchrones pour ne récupérer que la composante continue du signal après traitement, proportionnelle au déplacement
- un dispositif de conversion analogique-numérique pour traiter les informations par PC
- un dispositif de communication entre l'électronique de mesure et le PC

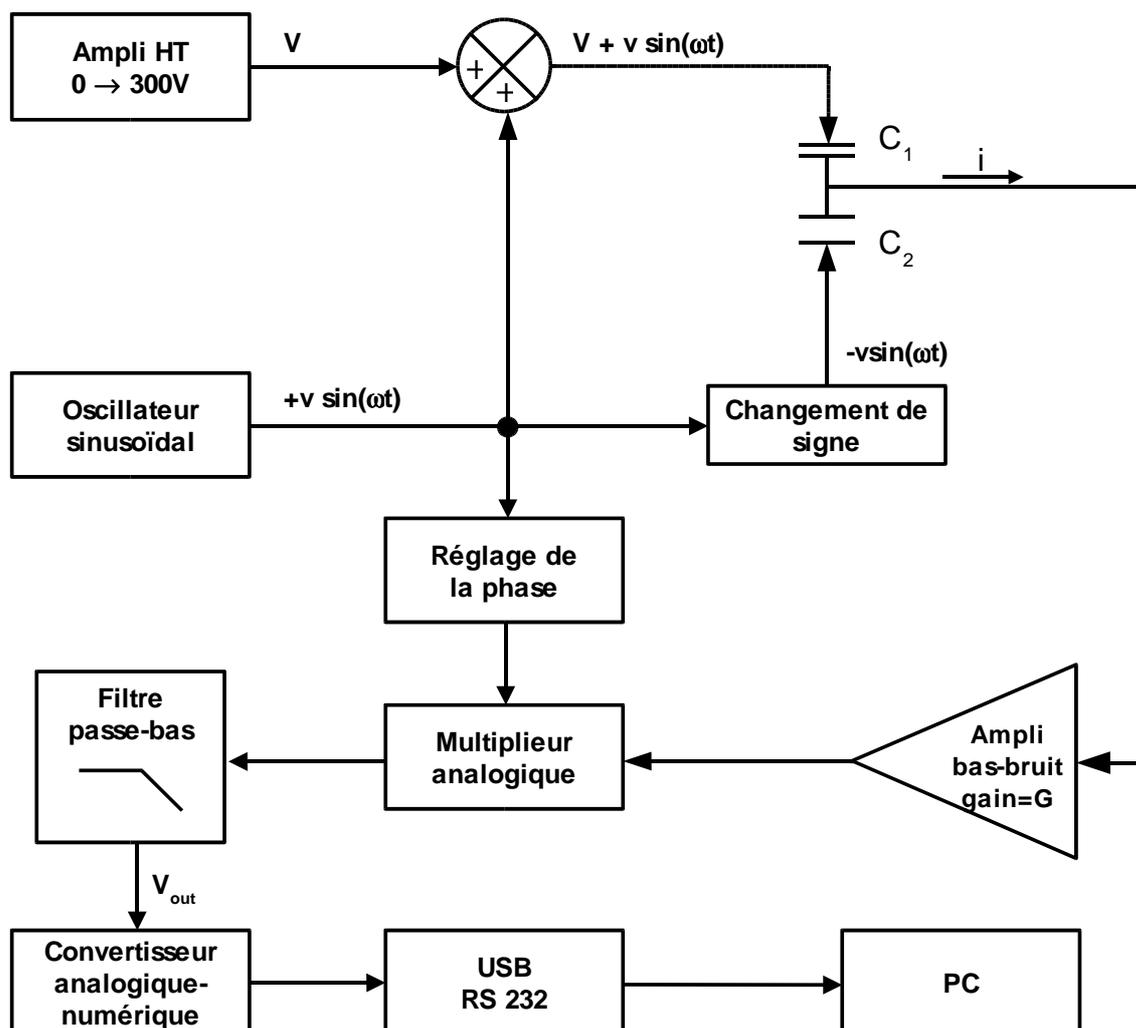


Figure V.6 : schéma fonctionnel de l'électronique de mesure du déplacement

### 3.3.2. Oscillateur

Comme les autres éléments de la chaîne de mesure, ses caractéristiques doivent être très stables en température. La solution retenue consiste en la réalisation d'un oscillateur numérique pour obtenir une grande stabilité de l'amplitude. L'idée est d'écrire un sinus sur 8 bits dans une mémoire, de l'adresser avec des compteurs et de convertir les données avec un convertisseur numérique-analogique (CNA) (Figure V.7).

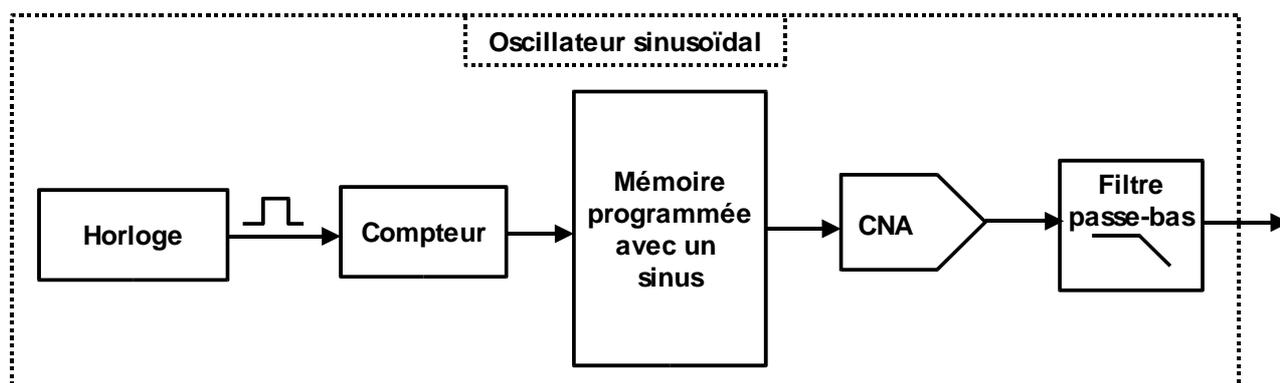


Figure V.7 : chaîne de fabrication du signal sinusoïdal

Nous voulons un sinus de fréquence voisine de 80 kHz, soit une période de 12,5  $\mu$ s. Le nombre de points est 256 (8 bits). Il faudra une mémoire à accès rapide :

$$\frac{12,5 \mu s}{256} = 48,8 \text{ ns}$$

La vitesse d'adressage de la mémoire doit être plus rapide que 48ns. Nous utilisons un M27C512, EPROM (Erasable Programmable Read Only Memory) de chez STMicroelectronics avec un temps d'accès maximal de 45 ns. Pour la direction X, l'horloge est constituée d'un circuit oscillant de fréquence 20 MHz (50 ns de période). La fréquence du sinus est donc :

$$\frac{1}{50 \text{ ns} \times 256} = 78,125 \text{ kHz}$$

Ce sinus numérique est ensuite converti par un convertisseur numérique-analogique 8 bits de précision, le HI5660. Son intérêt est d'avoir une stabilité du niveau de sortie comprise entre 50 et 100 ppm/°C, ce qui reste acceptable. Ce convertisseur a aussi le grand avantage de générer, avec le même mot binaire, deux sinusoïdes parfaitement identiques, de même niveau, de même période, mais de signes opposés, propriété utilisée pour la détection capacitive du déplacement. Cette propriété est importante car elle évite d'induire un changement de phase avec une électronique supplémentaire, ce qui entraînerait un déphasage supplémentaire non acceptable pour la détection synchrone.

Ce dispositif est reproduit deux fois avec des fréquences différentes pour les directions Y et Z. Pour Y et Z, nous prenons des circuits oscillants de 18,432 MHz et 16 MHz respectivement. Les fréquences des sinusoïdes sont alors de 72 kHz pour Y et 62,5 kHz pour Z.

La sortie du convertisseur numérique-analogique se fait en courant sur une résistance de  $50 \Omega$  et possède une dynamique de 1 V. Un amplificateur double l'amplitude du signal et adapte l'impédance entre l'oscillateur et l'étage suivant. Notons qu'à ce niveau, les signaux ont un signe (positif ou négatif) fixe. Il ne s'agit pas encore de signaux alternatifs. Un condensateur élimine leurs composantes continues pour en faire les signaux alternatifs centrés sur 0 dont nous avons besoin. Le gain est modifiable en changeant les résistances de contre-réaction. Ces résistances sont précises à 0,01% et stables à  $2 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$ , ce qui permet d'avoir un gain lui aussi précis et stable.

Nous avons procédé à des mesures de la tension efficace du signal sinusoïdal en fonction de la température. Nous avons mesuré une dérive du niveau de tension de  $60 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$  correspondant à celle du convertisseur numérique-analogique.

### 3.3.3. Amplificateur

Son rôle est d'amplifier le courant issu du capteur capacitif lorsqu'un déplacement est effectué, et de convertir ce courant en une tension. Cette tension est fonction du déplacement de la membrane. En raison de la faiblesse des grandeurs à mesurer et par conséquent des faibles niveaux mis en œuvre, cet amplificateur devra être très peu bruyant du point de vue électronique. Afin de limiter les couplages capacitifs, il est situé à proximité du capteur.

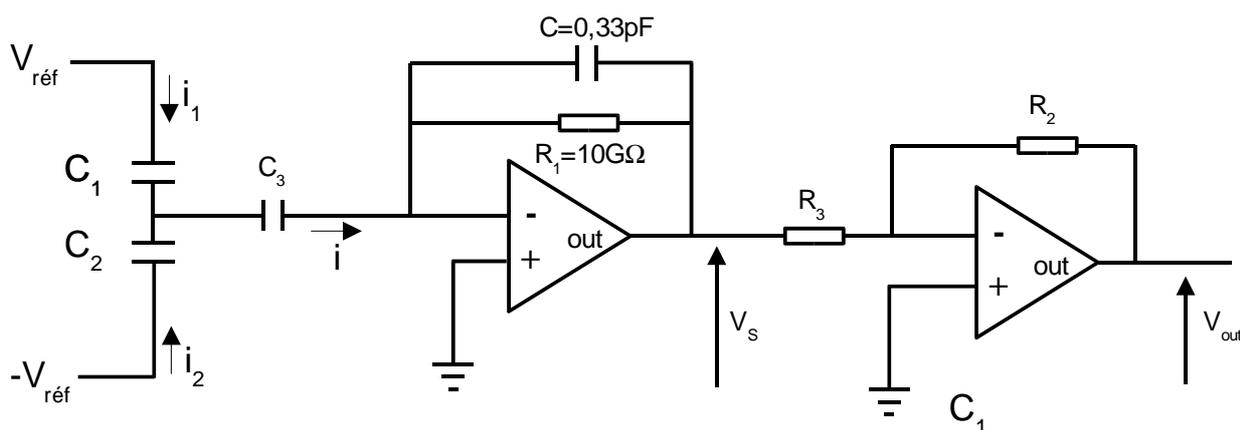


Figure V.8 : schéma de principe du système d'amplification du signal du au déséquilibre du pont capacitif

Le gain  $G$  du second étage vaut  $G = -\frac{R_2}{R_3}$  et le signal de référence  $V_{Ref} = v \sin \omega t$ .

$C_1$  et  $C_2$  représentent le capteur capacitif constitué de la membrane et des électrodes.

$C_3 \gg C_{1,2}$ .  $C_3 = 470 \text{ pF}$  et  $C_{1,2} \approx 0,06 \text{ pF}$ . Avec les notations de la Figure V.8 nous avons :

$$\begin{cases} i = i_1 + i_2 \\ i \approx -V_s j \omega C \end{cases} \quad (\text{V.4})$$

$$\begin{cases} i_1 \approx v j C_1 \omega \\ i_2 \approx -v j C_2 \omega \end{cases} \quad (\text{V.5})$$

$$i = v (j C_1 \omega - j C_2 \omega) = -V_s j C \omega \quad (\text{V.6})$$

d'où

$$\frac{V_s}{v} = \frac{C_1 - C_2}{C} \quad (\text{V.7})$$

et

$$V_{\text{out}} = G \cdot \frac{C_1 - C_2}{C} v \quad (\text{V.8})$$

avec le gain  $G = 20$ ,  $v = 2 \text{ V}$  et  $C = 0,33 \text{ pF}$ .

En tenant compte du bruit  $B(t)$  en sortie du premier étage, nous aurons en sortie de l'amplificateur bas bruit :

$$V_{\text{out}} = G \cdot \left[ \frac{C_1 - C_2}{C} v \sin \omega t + B(t) \right] \quad (\text{V.9})$$

L'amplitude  $v$  du signal sinusoïdal d'excitation doit être parfaitement stable afin de ne pas fausser la mesure du déplacement, d'où la réalisation de l'oscillateur numérique.

Une application numérique de cette formule avec les paramètres précédemment cités montre que la sensibilité mécanique du déplacement sera limitée essentiellement par le bruit  $B(t)$ , et par la différence d'amplitude de la tension d'excitation à chaque borne du pont capacitif, différence susceptible de produire la circulation d'un courant même quand la membrane est au repos.

Le bruit mesuré en sortie de l'amplificateur pour une fréquence de 78 kHz est de  $27 \mu \text{Vrms} / \sqrt{\text{Hz}}$ . La mesure est effectuée en connectant l'entrée de  $C_3$  à la masse. Le gain du premier étage vaut alors  $C_3/C = 28484$ , et le bruit ramené à l'entrée du premier étage d'amplification est  $0,95 \text{ nVrms} / \sqrt{\text{Hz}}$ , ce qui est inférieur au bruit maximum du transistor

d'entrée selon les spécifications du fabricant. Du point de vue mécanique, ce bruit est équivalent à un déplacement de la membrane inférieur à  $5.10^{-15}$  m. Or, le bruit mécanique dû à l'agitation thermique est de l'ordre de  $5.10^{-12}$  m, mille fois plus important. A ce niveau, le bruit d'origine électronique est donc parfaitement négligeable pour l'application visée.

### 3.3.4. Détection synchrone

La fonction d'une détection synchrone est l'extraction d'un signal utile à fréquence fixe. Ce signal est ensuite converti en une grandeur continue. Dans le cas qui nous occupe, nous souhaitons obtenir une tension continue proportionnelle au déplacement de la membrane. Cette tension continue sera finalement numérisée pour être traitée par PC. La Figure V.9 donne un schéma logique des actions de la détection synchrone.

En sortie de l'amplificateur bas bruit nous avons, en tenant compte des sources de bruit B, un signal  $V_{out}$  d'expression :

$$V_{out} = G \cdot \left[ \frac{C_2 - C_1}{C} v \sin \omega t + \sum_{\omega} B_{\omega} \sin \omega t \right] \quad (V.12)$$

avec

$$v \sin \omega t = V_{Ref} \text{ signal sinusoïdal de référence}$$

En sortie du multiplieur analogique (ma) de tension de référence  $V_m = 10$  V, et après passage par le filtre passe bas de second ordre de fréquence de coupure à 5 Hz, il ne reste que la composante continue proportionnelle au déplacement et une composante fréquentielle du bruit notée  $B_{\omega}$  nous avons :

$$V_{ma} = \frac{V_{Ref} \cdot V_{out}}{V_m} = \frac{G}{2V_m} \frac{C_1 - C_2}{C} v^2 + \frac{G}{2V_m} v \cdot B_{\omega} \quad (V.13)$$

L'intensité du bruit en amont du multiplieur est faible devant celle de cet appareil, annoncée comme égale à  $1,4 \mu V / \sqrt{Hz}$ . Cette valeur limite la détection capacitive à  $\delta C = 5.10^{-20} F$  soit à un déplacement de  $0,2 \text{ \AA} / \sqrt{Hz}$ .

L'électronique de détection des déplacements de la membrane atteint ses limites pour la détection d'un déplacement de 10 pm. Une amélioration de ce point est en cours de réalisation : il s'agit de jouer sur la valeur du gain  $G$  de l'amplificateur bas bruit en en faisant un gain non plus fixe, mais variable, afin de profiter au mieux de la dynamique du système.

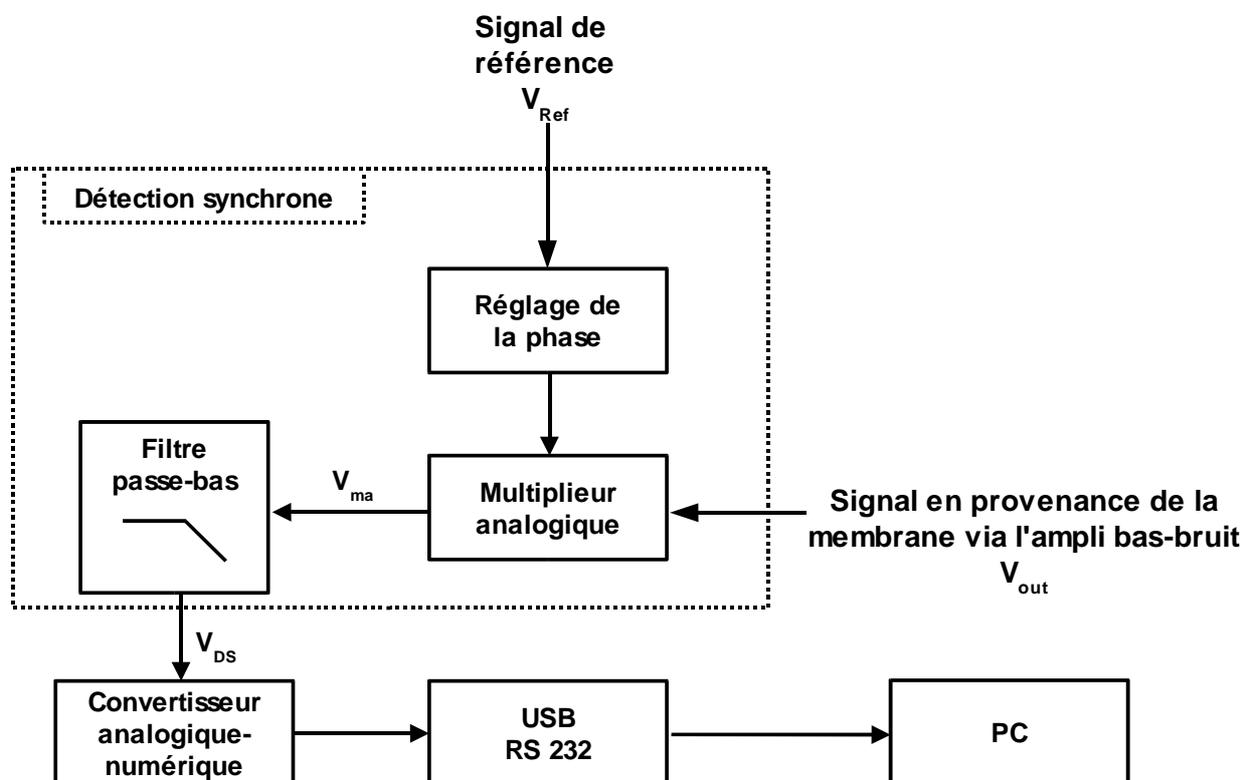


Figure V.9 : schéma logique des actions de la détection synchrone

## 4. Interface PC / Électronique

Les signaux que l'on souhaite enregistrer et traiter par le PC sont amenés à un multiplexeur qui, adressé par la PC via la carte NI, les redirigera vers un convertisseur analogique-numérique. La chaîne de transmission de l'information entre le convertisseur et le PC est constituée d'un optocoupleur, d'une adaptation du port standard RS232 vers le port USB et, finalement d'un port USB relié au PC. La carte National Instrument (NI) joue donc un rôle important dans la commande des tensions induisant le déplacement par force électrostatique comme expliqué dans le chapitre précédent, et dans l'adressage du multiplexeur. La Figure V.8 représente un schéma fonctionnel des chaînes de commande et de mesure.

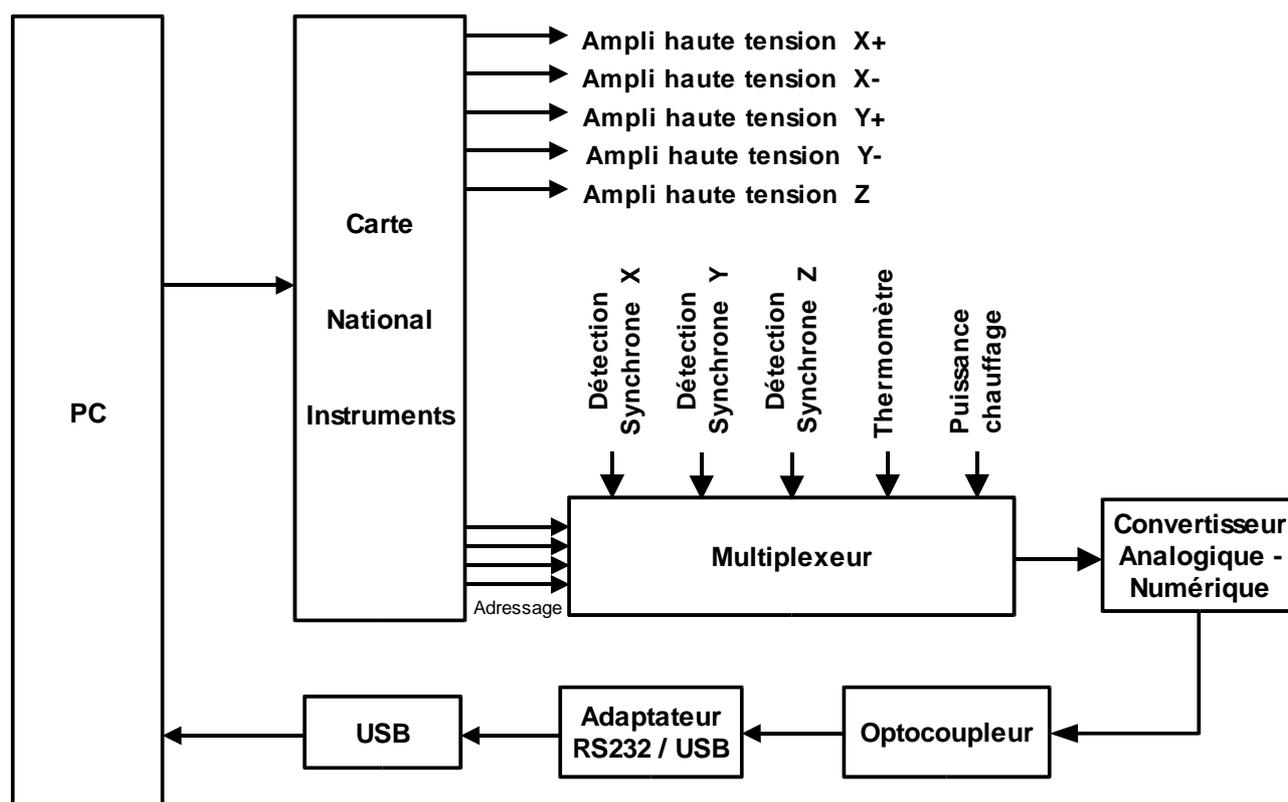


Figure V.10

La principale raison pour passer du port RS232 au port USB est que ce dernier possède sa propre alimentation. Cette alimentation permet d'intégrer un optocoupleur au dispositif, ce qui permet d'éviter l'apparition d'une boucle de masse entre le PC et l'électronique de mesure.





---

## Partie VI – Caractérisation des prototypes

### Table des matières

<b>1.Introduction</b>	<b>118</b>
<b>2.Caractérisation thermique</b>	<b>118</b>
2.1.Étalonnage du thermomètre et de l'élément chauffant	119
2.2.Mesures en régime continu	119
2.3.Mesures en régime alternatif	120
<b>3.Caractérisation électromécanique</b>	<b>122</b>
3.1.Introduction	122
<b>3.Conclusion</b>	<b>124</b>

## 1. Introduction

La procédure de microfabrication développée en partie IV et l'électronique décrite dans la partie précédente nous fournissent des dispositifs fonctionnels (Figure VI.1). Il est alors possible de vérifier la validité de nos calculs préparatoires et les caractéristiques effectives de ces dispositifs.

Le temps nous a malheureusement manqué pour concevoir un dispositif intégrant le positionnement d'un échantillon et permettant l'étude effective du flux thermique à travers la pointe. Cette partie expose les résultats des caractéristiques thermiques et électromécaniques de l'actionneur.

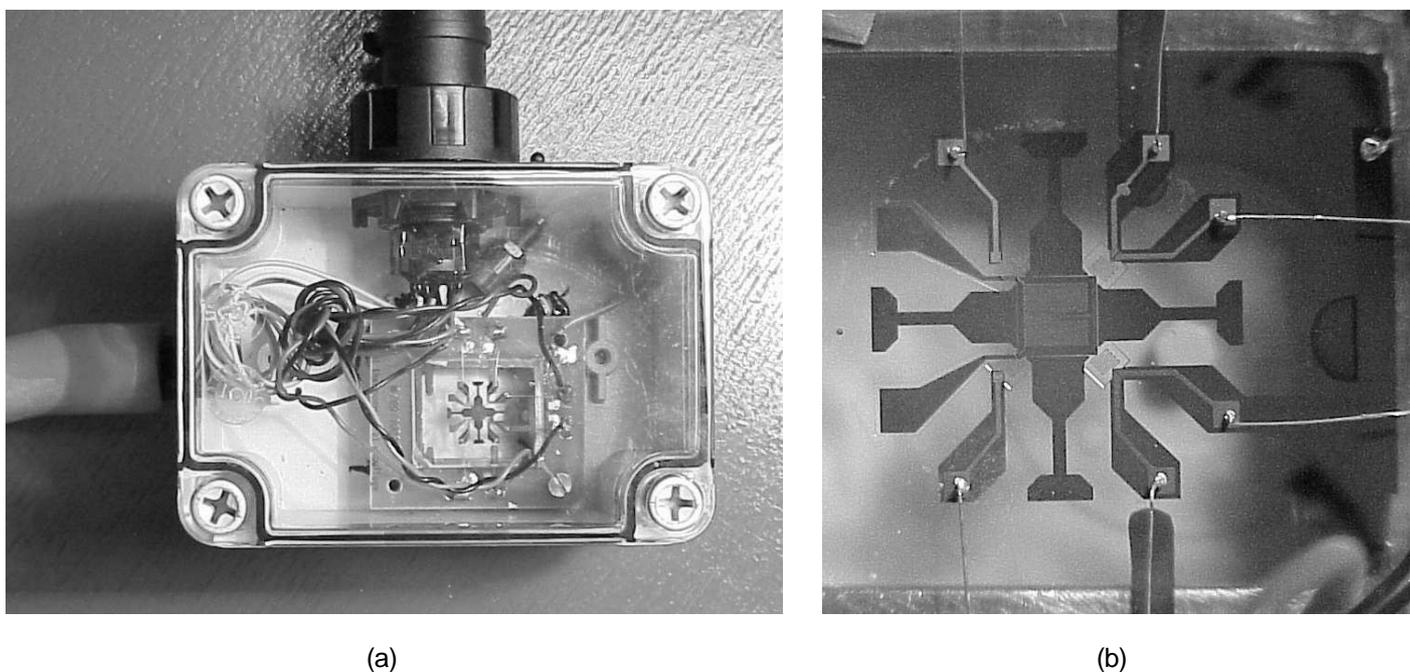


Figure VI.1 : prototype en test dans sa boîte étanche. (a), vue générale et (b), détail du prototype.

## 2. Caractérisation thermique

Elle consiste en une évaluation des paramètres thermiques caractéristiques de nos prototypes :

- la capacité calorifique  $C$  de la membrane
- la conductance thermique  $K$  de la suspension

## 2.1.Étalonnage du thermomètre et de l'élément chauffant

L'étalonnage du thermomètre et de l'élément chauffant en platine s'effectue en plaçant le prototype considéré dans une étuve thermostatée (de 20 à 80 °C). Les résultats, linéaires avec la température et reproductibles, sont présentés dans le Tableau IV.1. La valeur du coefficient  $\alpha$  est calculée à partir d'une valeur de référence des résistances à 0°C.

	R ( $\Omega$ ), 20°C	dR/dT ( $\Omega/^\circ\text{C}$ )	$\alpha$ ( $^\circ\text{C}$ )	$\rho$ ( $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ )
Élément chauffant	1550	3,2	0,0021	15,4
Thermomètre	104	0,22	0,0021	15,2

Tableau VII : caractéristique électriques des éléments en platine

## 2.2.Mesures en régime continu

On dissipe dans l'élément chauffant une puissance continue  $P_0$ . L'étalonnage précédent permet de relever l'élévation de température  $\Delta T$  de la membrane et d'en déduire sa conductance thermique avec le milieu extérieur par la relation  $P_0 = K \cdot \Delta T$ . Le calcul de  $P_0$  intègre la variation de la résistance de chauffage avec la température et le fait que 80% de la puissance dissipée par effet Joule l'est au niveau de la membrane. Le courant continu circulant dans le thermomètre vaut  $\pm 10 \mu\text{A}$ . Les mesures ont été effectuées pour différentes valeurs  $P$  de pressions. Si  $P < 2 \text{ mbar}$ , on se situe dans le régime moléculaire avec un coefficient d'échange surfacique proportionnel à la pression [VI-1]. Nous avons observé cette décroissance linéaire de la conductance thermique globale qui converge, lorsque  $P$  tend vers zéro, vers la valeur due uniquement à la conduction solide par les ressorts. L'extrapolation à  $P = 0$  des mesures effectuées sur une plage de  $20 \cdot 10^{-2}$  à  $80 \cdot 10^{-2}$  mbar fournit  $K = 170 \mu\text{W}\cdot\text{K}^{-1}$ . Sous un vide secondaire de  $5 \cdot 10^{-6}$  mbar, on mesure  $K = 140 \mu\text{W}\cdot\text{K}^{-1}$ . Ces résultats sont à comparer à la valeur calculée dans la partie II, à savoir  $160 \mu\text{W}\cdot\text{K}^{-1}$ .

### 2.3. Mesures en régime alternatif

Ces mesures permettent d'affiner l'évaluation de la valeur de la conductance thermique  $K$ , et de déterminer la capacité calorifique  $C$  de la membrane.

L'application d'une tension alternative  $V$  à la pulsation  $\omega_2$  aux bornes de l'élément chauffant de résistance  $R_{ch}$  dissipe une puissance  $P = P_0 + P_0 \cos 2 \omega_2 t$ , avec  $P_0 = \frac{V^2}{2R_{ch}}$ . La réponse en température de la membrane est  $T = T_0 + \Delta T + \delta T \cos(2 \omega_{ch} t + \phi)$ , avec :

$\Delta T = \frac{P_0}{K}$  élévation continue de la température consécutive à la dissipation continue de  $P_0$ .

$\delta T = \frac{P_0}{K \sqrt{1 + \omega^2 \tau^2}}$  amplitude de la modulation thermique de pulsation  $\omega = 2 \omega_2$

$\tau = \frac{C}{K}$  est le temps de réponse thermique [VI-2,3].

Le thermomètre de platine est parcouru par un courant  $i$  alternatif à la pulsation  $\omega_1$ . La tension  $V$  à ses bornes obéit alors à :

$$v = \underbrace{R_0(I + \alpha T_0) i \cos \omega_1 t}_{v_1} + \underbrace{R_0 \alpha \cdot i \cdot \Delta T \cos \omega_1 t}_{v_2} + \underbrace{R_0 \alpha \cdot i \cdot \delta T \cos(2 \omega_2 t + \phi) \cos \omega_1 t}_{v_3} \quad (\text{VI.1})$$

Le premier terme  $V_1$  est celui mesuré en l'absence de chauffage.

Le second terme  $V_2$ , à la même pulsation  $\omega_1$ , est l'augmentation due à  $\Delta T$ .

Le troisième terme  $V_3$  comporte l'information sur  $\delta T$  et donc sur  $C$ . Il se décompose en :

$$v_3 = \frac{R_0 \alpha \cdot i \cdot \delta T}{2} \left[ \cos((\omega_1 + 2 \omega_2) t + \phi) + \cos((\omega_1 - 2 \omega_2) t - \phi) \right] \quad (\text{VI.2})$$

On doit observer une décomposition spectrale du signal en deux termes d'amplitude identique à  $\omega_1 \pm 2 \omega_2$  qui permet la déduction de  $\delta T$ .

Une résistance stable en température, de valeur égale à 110 k $\Omega$ , est montée en série avec le thermomètre pour assurer le débit d'un courant  $i = 10 \mu A$  d'amplitude stable sous une

polarisation de 1,115 V à 111 Hz. Les deux prises de tension du thermomètre sont reliées aux entrées d'un amplificateur différentiel pour éviter les court-circuits par la masse. Le signal amplifié est envoyé à un analyseur de spectre HP 3562A (0 → 100 kHz). Les variations de  $R_{ch}$  avec la température sont prises en compte pour le calcul de  $P_0$ . Quatre fréquences  $f = 2\omega_2/2\pi$  ont été testées : 0,1 Hz, 0,2 Hz, 1 Hz et 2 Hz. Les mesures sont effectuées sous vide secondaire poussé (de l'ordre de  $10^{-6}$  mbar).

L'exploitation du spectre à  $\omega_1$  (mesure de  $\nu_1$  sans chauffage, de  $\nu_1 + \nu_2$  avec chauffage et déduction de  $\nu_2$ ) a permis de vérifier l'évolution linéaire de  $P_0$  en fonction de  $\Delta T$  et de déduire  $K = 132 \text{ W.K}^{-1}$ , en conformité avec la mesure réalisée en régime continu.

L'exploitation des spectres à  $\omega_1 \pm 2\omega_2$  a permis l'obtention de  $\delta T(\omega_2, P_0)$ . La Figure VI.2 souligne la décroissance de  $\delta T$  avec l'augmentation de la fréquence.

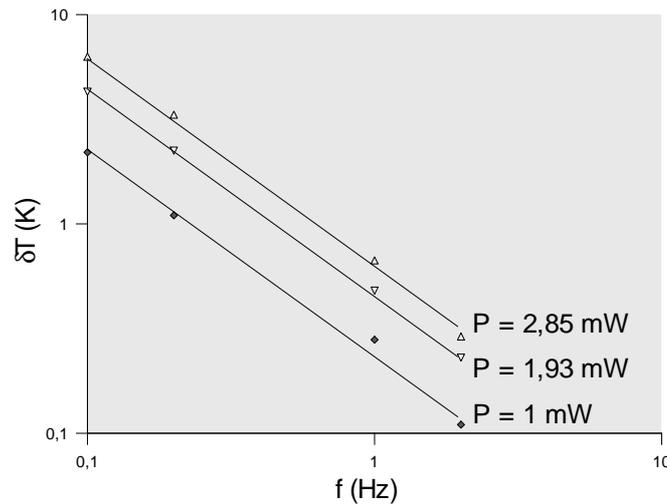


Figure VI.2 : variations de  $\delta T$  avec  $f$ , échelles logarithmiques

La détermination de  $C$  provient de la relation :

$$1 + \omega^2 \tau^2 = \left( \frac{\Delta T}{\delta T} \right)^2 \quad (\text{VI.3})$$

Le tracé expérimental de  $\left( \frac{\Delta T}{\delta T} \right)^2$  en fonction de  $\omega$  ( $\omega = 2\omega_2$ ) est reporté Figure VI.3.

La pente de la droite fournit  $\tau = C/K = 4,9 \text{ s}$  et  $C = 650 \mu\text{J.K}^{-1}$ , valeur cohérente avec celle ( $760 \mu\text{J.K}^{-1}$ ) calculée à partir des dimensions géométriques de la membrane.

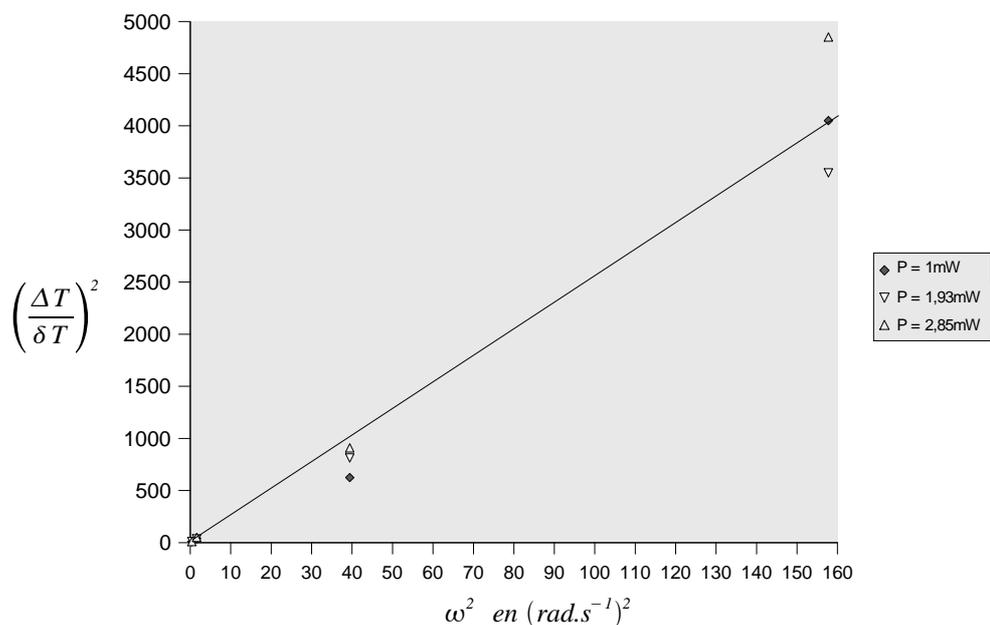


Figure VI.3 : tracé expérimental pour la détermination de  $\tau$

### 3. Caractérisation électromécanique

#### 3.1. Introduction

La caractérisation électromécanique de notre dispositif a trois objectifs :

- vérifier que la membrane réagit à l'application d'une tension de commande de la manière attendue
- vérifier la fiabilité du système de détection capacitive
- déterminer la raideur effective  $K$  de la suspension

Le déplacement  $\delta d$  de la membrane résulte de l'équilibre entre la force électrostatique et la force mécanique de rappel des suspensions. Pour de petits déplacements, on peut assimiler la force électrostatique initialement appliquée à celle exercée à l'équilibre. Ainsi :

$$\delta d \simeq \frac{\varepsilon_0 S_i}{2K_i} \left( \frac{V}{d_0} \right)^2 \quad (\text{VI.4})$$

où l'indice  $i$  représente la direction du déplacement,  $K$  est la raideur mécanique et  $V$  la tension continue appliquée sur l'électrode considérée.

Le déséquilibre capacitif induit par ce déplacement dans une direction donnée est :

$$\delta C = 2 \frac{\delta d}{d_0} C_0 \quad (\text{VI.5})$$

où  $C_0$  est la capacité au repos.

On rappelle que la tension en sortie du premier étage d'amplification s'écrit (chapitre V.3.3) :

$$V_{out} = G \frac{\delta C}{C} v \quad (\text{VI.6})$$

avec  $G = 20$ ,  $C = 0,33 \text{ pF}$ ,  $v = 2 \text{ V}$ .

Ainsi :

$$V_{out} = Gv \frac{C_0^2}{C K_i} \left( \frac{V}{d_0} \right)^2 \quad (\text{VI.7})$$

avec  $d_0 = 20 \text{ }\mu\text{m}$  et  $C_0 = 0,053 \text{ pF}$ .

Le relevé de cette tension en fonction de  $V^2$  doit présenter une évolution linéaire qui permet la déduction de  $K_i$ . Si la raideur ainsi déterminée est compatible avec celle estimée selon la formule II.19, nous sommes assurés de la fiabilité du système de détection électronique et de notre calcul de la raideur. La Figure VI.4 regroupe quatre mesures correspondant aux directions  $X_{\pm}$  et  $Y_{\pm}$ .

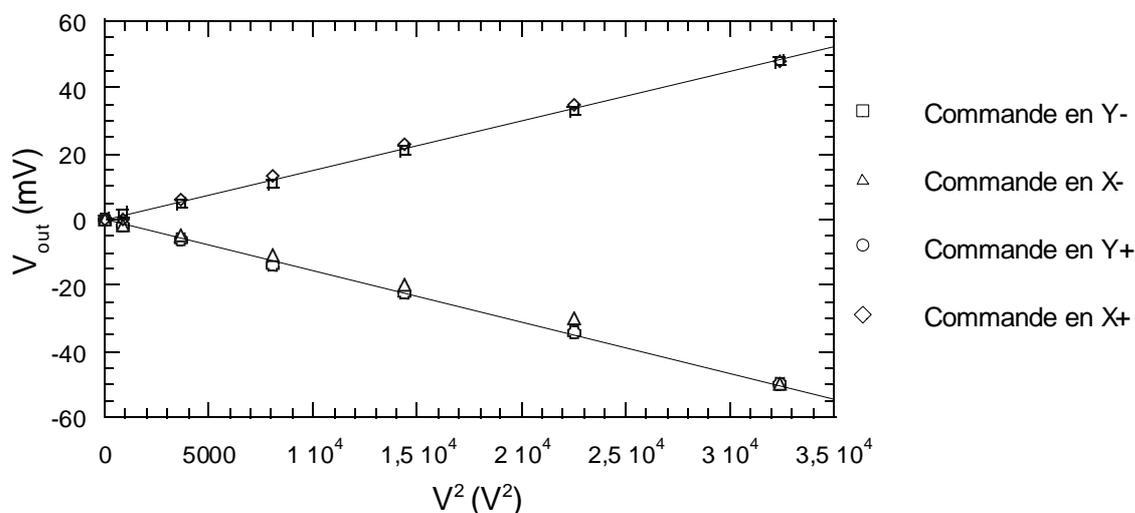


Figure VI.4 : signal de sortie en fonction du carré de la tension de commande appliquée

En raison d'un signal résiduel constant, l'origine des courbes a été recentrée sur zéro. Cependant, l'évolution quadratique du signal est confirmée. Les pentes tirées de la Figure VI.4 fournissent :  $562 \text{ N.m}^{-1} < K_{X,Y} < 581 \text{ N.m}^{-1}$ . Rappelons que le modèle simplifié de l'évaluation numérique de  $K_{X,Y}$  avait fourni  $K_{X,Y} = 617 \text{ N.m}^{-1}$ . Ces résultats sont satisfaisants, tant du point de vue de la micromécanique que d'un point de vue de l'électronique.

### **3. Conclusion**

Nous avons procédé aux caractérisations thermiques et électromécaniques d'échantillons achevés. Les caractéristiques expérimentales ont été comparées aux calculs effectués avant la fabrication des prototypes. Les écarts observés entre les valeurs expérimentales et les valeurs calculées sont de l'ordre de 10%. En dépit des imprécisions indissociables de tout procédé de microfabrication, nous voyons que les prototypes possèdent les caractéristiques attendues.





## Conclusion générale

La recherche d'une approche originale pour évoluer vers des mesures thermiques quantitatives à petites échelles est à l'origine du projet dans lequel je me suis investi. Le développement d'un micro-atelier isolé thermiquement et intégré à un actionneur offre une alternative intéressante pour progresser dans ce domaine.

Si le principe général du microfluxmètre est intrinsèquement simple, sa réalisation micromécanique et la mise au point de l'électronique qui lui est associée ont vu se multiplier les difficultés expérimentales. La microfabrication de l'actionneur a nécessité la levée de nombreux verrous technologiques. Il a fallu exploiter au maximum les possibilités offertes par la plate-forme « Nanofab » du CRTBT pour répondre aux exigences imposées par le cahier des charges et par les nombreuses étapes de microfabrication. Le procédé d'élaboration de ce microfluxmètre est maintenant maîtrisé. Ce travail a permis également le développement d'un procédé d'électrodéposition de microstructures tridimensionnelles qui devrait trouver naturellement un prolongement dans d'autres applications comme par exemple la réalisation de réseau de micropointes.

L'électronique associée à ce microsystème, développée à l'aide du service électronique du laboratoire, doit continuer à être étudiée. Il faut déterminer l'origine du signal résiduel qui empêche de bénéficier de la pleine sensibilité mécanique attendue. Néanmoins, la fiabilité du principe de la détection des déplacements a été vérifiée.

Le système de thermométrie et de régulation thermique est opérationnel. Il est certes frustrant de ne pas avoir pu tester le comportement du microfluxmètre dans des conditions réelles d'exploitation, mais toutes les conditions sont désormais réunies pour que cette finalisation aboutisse prochainement.



## Appendice : présentation des techniques de lithographie

D'abord développée et employée intensivement en micro-électronique pour la fabrication des « puces », puis en micromécanique pour les MEMS (Micro Electro Mechanical Systems, micro-systèmes électro-mécaniques), la lithographie permet de reproduire dans des couches minces de matériaux divers des motifs de toutes tailles, y compris micro- et nano-métriques.

### 1. Principes

La lithographie optique, la plus employée, comprend l'ensemble des procédés de gravure photochimique consistant à réaliser des circuits intégrés et/ou des MEMS. Le principe en est le suivant : dans un premier temps, une couche de résine photosensible est étalée par centrifugation sur la couche mince que l'on souhaite usiner et subit un recuit de durcissement. Elle est ensuite insolée par un rayonnement ultra-violet, certaines zones étant protégées par un masque représentant le motif que l'on souhaite obtenir dans la couche mince (ou son négatif si l'on utilise une résine dite « négative »). Le rayonnement UV va briser des liens chimiques, fragilisant la résine (ou la renforçant dans le cas d'une résine « négative » en créant des liens chimiques). Un développement dans un bain chimique adéquat élimine la résine insolée (ou, au contraire, la résine protégée par le masque si elle est négative). La résine restante servira elle-même de masque lors d'une attaque chimique ou ionique, après un éventuel second recuit de durcissement, et préservera la partie de la couche mince qu'elle recouvre, y reproduisant le motif initial (ou son négatif dans le cas d'une résine négative). La dernière étape consiste à dissoudre la résine désormais inutile au moyen de solvants ou de solutions chimiques spécifiques. La Figure A.1 résume l'ensemble de ces étapes.

## **2. Procédures standards**

Ce chapitre expose les procédures de lithographie les plus fréquemment utilisées durant la mise au point et de la fabrication de notre dispositif.

### Processus « litho-1 »

- Résine Shipley 1818
- Étalement : 30 s à 4000 tours/mn, accélération 2000 tours/mn/s
- Recuit : 1mn sur plaque chauffante à 115 °C
- Insolation UV : 35 mJ/cm<sup>2</sup>
- Développement : 25 s dans une solution Microposit Developer Concentrate/eau déionisée, proportions 1 : 1
- Attaque chimique de la couche mince
- Nettoyage de la résine restante à l'acétone, rinçage à l'eau déionisée et séchage au jet d'azote

### Processus « litho-2 »

La seule différence par rapport à « litho 1 » est l'ajout d'un second recuit de 5mn sur plaque chauffante à 130 °C après développement, ceci afin de durcir la résine en prévision des attaques ioniques et certaines attaques chimiques

## **3. Masques**

Dans le cadre de mon travail de thèse, j'ai utilisé deux types de masques. D'une part, des masques constitués d'une couche de chrome déposée sur une plaque de quartz dont je détaille la fabrication par lithographie électronique en chapitre IV-4. D'autre part, des masques dits « Info Elec » dont la fabrication est sous traitée à la société Info Elec : à partir des caractéristiques géométriques du motif, le masque est obtenu par impression laser d'une encre opaque aux UV sur une feuille de plastique. La méthode de fabrication de ces masques est simple et rapide, mais peu adaptée lorsque les motifs possèdent des détails de dimensions inférieures à 20 µm.

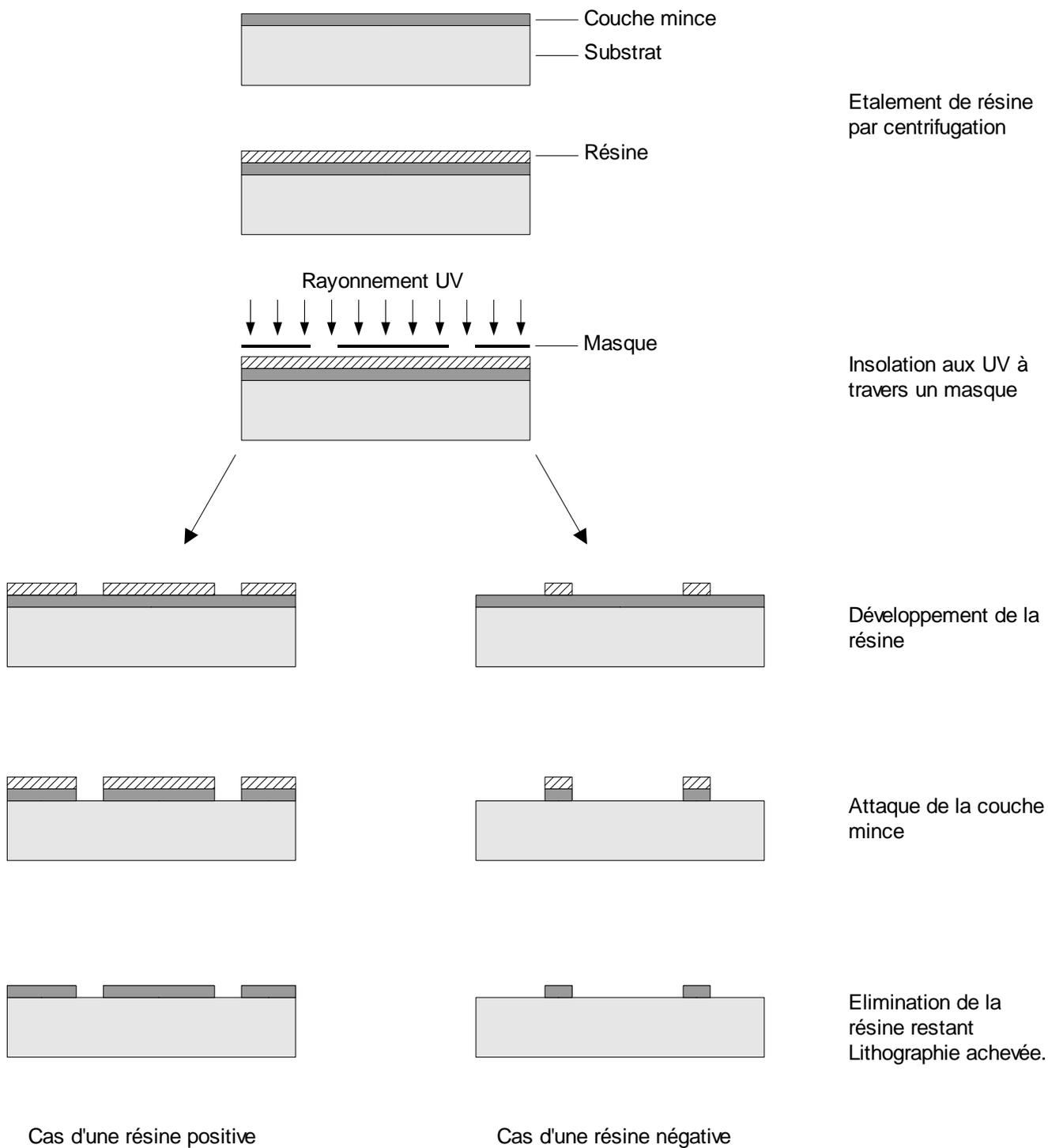


Figure A.1 : principe générale de photo-lithographie



## Communications afférentes

### Articles parus dans des revues scientifiques

- *Electrodeposition through thick photoresist moulds for the fabrication of a sharp chromium microtip*  
E. Lennon and F. Ayela  
J. Micromech. Microeng. **12** (2002) 122-127
- *Déplacements sub-nanométriques tridimensionnels imposés à une membrane en silicium et application future à la microscopie thermique*  
E. Lennon, J. Chaussy, F. Ayela  
Nano et Micro Technologies. Vol 1 – n°3-4/2000-2001, 439-455 Hermès Science Publications

### Actes de congrès nationaux et internationaux

- DTIP 2003, Mandelieu 05-07 mai 2003. E. Lennon and F. Ayela : *Microfabrication of electroplated integrated chromium tips onto a silicon actuator*, in 2003 Design, Test, Integration and Packaging of MEMS/MOEMS, IEEE Catalog Number 03EX713, p353-355 (communication invitée)
- Actes du Congrès Français de Thermique : Thermique & Microtechnologies, Grenoble 03-06 juin 2003. E. Lennon, J.L. Mocellin, J. Chaussy, T. Fournier et F. Ayela : *Microsystème destiné à mesurer la conductivité thermique à l'échelle nanométrique*. Elsevier Ed. p901-906 (**2003**)
- DTIP 2001, Cannes 25-27 avril 2001. E. Lennon, T. Fournier, J. Chaussy and F. Ayela : *Electrostatic actuator designed for capacitive detections of orthogonal displacements of a few micrometers with a subnanometric sensitivity*, in Design, Test, Integration and Packaging of MEMS/MOEMS 2001, Proceedings of SPIE Vol. 4408, p543-547 (**2001**)

### Présentation par poster :

- MINATEC 2001, Grenoble 2-6 avril 2001. *A silicon actuator for nanopositioning in three dimensions*



## Bibliographie

- [I-1] G. B. M. Fiege, A. Altes, R. Heiderhoff and L. J. Balk.  
J. Phys. D: Appl. Phys. **32** (1999) L13-L17
- [I-2] G. Binnig, H. Roher, Ch. Gerber, E. Weibel.  
Appl. Phys. Lett. **40**(2) (1982) 178-180
- [I-3] G. Binnig, F. C. Quate, Ch. Gerber.  
Phys. Rev. Lett. **56**(9) (1986) 930-933
- [I-4] C. C. Williams, H. K. Wickramasinghe.  
Appl. Phys. Lett. **49**(23) (1986) 1587-1589
- [I-5] G. Mills, H. Zhou, A. Midha, L. Donaldson, and J. M. R. Weaver.  
Appl. Phys. Lett., Vol. **72**, No. 22 (1998) 2900-2902
- [I-6] K. Luo, Z. Shi, J. Lai, and A. Majumdar.  
Appl. Phys. Lett. **68** (3), (1996) 325-327
- [I-7] Li Shi, S. Plyasunov, A. Bachtold, P. L. McEuen, A. Majumdar.  
Appl. Phys. Lett., Vol. **77**, No. 26, 25 (2000) 4295-4297
- [I-8] R. Dekhter, E. Khachatryan, Y. Kokotov, A. Lewis, S. Kokotov, G. Fish, Y. Shambrot,  
and K. Lieberman.  
Appl. Phys. Lett., Vol. **77**, No. 26, 25 (2000) 4425-4427
- [I-9] M. Nonnenmacher, H. K. Wickramasinghe.  
Appl. Phys. Lett. **61** (2) (1992) 168-170

- [I-10] A. Hammiche, H. M. Pollock, M. Song and D. J. Hourston.  
Meas. Sci. Technol. **7** (1996) 142–150
- [I-11] R. Forster and E. Gmelin.  
Rev. Sci. Instrum. **67** (12) (1996) 4246-4255
- [I-12] F. Ruiz, W. D. Sun, and F. H. Pollak, C. Venkatraman.  
Appl. Phys. Lett. **73**, No. 13, 28 (1998) 1802-1804
- [I-13] H. M. Pollock and A. Hammiche.  
J. Phys. D: Appl. Phys. **34** (2001) R23–R53
- [I-14] A. Hammiche, M. Reading, H. M. Pollock, M. Song, D. J. Hourston.  
Rev. Sci. Instrum. **67** (12) (1996) 4268-4274
- [I-15] S. Gomès, F. Depasse and P. Grossel.  
J. Phys. D: Appl. Phys. **31** (1998) 2377–2387
- [I-16] S. Gomès, N. Trannoy and P. Grossel.  
Meas. Sci. Technol. **10** (1999) 805–811
- [I-17] Zhou H, Mills G, Chong B K, Midha A, Donaldson L and Weaver J M R  
J. Vac. Sci. Technol. (1999) A **17** 2233
- [I-18] K. Luo, Z. Shi, J. Varesi and A. Majumdar  
J. Vac. Sci. Technol. B **15**(2) (1997)
- [I-19] J.-B. Xu, K. Lauger, R. Moller, K. Dransfeld and I. H. Wilson.  
J. Appl. Phys. **76** (11) (1994)
- [I-20] M.Lax.  
Journal of Applied Physics, Vol **48**, N°9 (1977)

- [I-21] H. S. Carslaw and H. S. Jaeger  
Conduction of Heat in Solids, Oxford University Press.
- [I-22] D. G. Cahill.  
Rev. Sci. Instrum. **61** (2) (1990)
- [I-23] I. K. Moon and Y. H. and S. I. Kwun.  
Rev. Sci. Instrum. **67** (1) (1996)
- [II-1] F. Ayela, J.L.Bret, J.Chaussy, T.Fournier, and E.Menegaz  
Rev. Sci. Instrum. **71**, (5) (2000)
- [II-2] Micro-actionneurs électroactifs  
Traité EGEM sous la direction de O. Cugat, Ed. Hermes (2002)
- [II-3] Bong-Hwan Kim and Kukjin Chun  
J. Micromech. Microeng. **11** (2001) 1–6
- [II-4] R. Puers, D. Lapadatu  
Sensors and Actuators, A **56** (1996) 203-210
- [II-5] Bronstein, Semendjajev  
Taschenbuch der Mathematik,  
18. Aufl., Verlag Harri Deutsch, Thun und Frankfurt/M.1979
- [III-1] L. Arbellot  
Manuel pratique des dépôts électrolytiques, Ed. Dunod, 1957.
- [III-2] L. Lacourcelle  
Traité de galvanotechnique, Galva-Conseils éditions, 1996.

- [III-3] W. Ruythooren, K. Attenborough, S. Beerten, P. Merken, J. Fransaer, E Beyne, C Van Hoof, J De Boeck and J P Celis  
J. Micromech. Microeng. **10** (2000) 101–107.
- [III-4] N. T. Nguyen, E. Boellaard, N. P. Pham, V. G. Kutchoukov, G. Craciun and P. M. Sarro  
J. Micromech. Microeng. **12** (2002) 395–399
- [III-5] M. Duch, J. Esteve, E. Gómez, R. Pérez-Castillejos and E. Vallés  
J. Micromech. Microeng. **12** (2002) 400–405
- [III-6] M. Brunet, T. O'Donnell, J. O'Brien, P. McCloskey and S. C. Ó Mathuna  
J. Micromech. Microeng. **12** (2002) 444–449
- [II-7] K. I. Jolic, M. K. Ghantasala, J. P. Hayes and H. Jin  
J. Micromech. Microeng. **13** (2003) 782–789
- [III-8] Seok Hwan Oh, Kwang-Cheol Lee, Jaechul Chun, Moohwan Kim and Seung S Lee  
J. Micromech. Microeng. **11** (2001) 221–225
- [III-9] J-M. Quemper, E. Dufour-Gergam, N. Frantz-Rodriguez, J-P Gilles, J-P Grandchamp and A. Bosseboeuf  
J. Micromech. Microeng. **10** (2000) 116–119.
- [III-10] J. O'Brien, P. J. Hughes, M. Brunet, B. O'Neill, J. Alderman, B. Lane, A. O'Riordan and C. O'Driscoll  
J. Micromech. Microeng. **11** (2001) 353–358
- [III-11] B.Loechel  
J. Micromech. Microeng. **10** (2000) 108–115.
- [III-12] S. Roth, L. Dellmann, G-A. Racine and N. F. de Rooij  
J. Micromech. Microeng. **9** (1999) 105–108.

- [III-13] E. Lennon and F. Ayela  
J. Micromech. Microeng. **12** (2002) 122-127
- [IV.1] G. Wallis and D. I. Pomerantz  
Journal of Applied Physics **40** (1969) 3946
- [IV-2] Duck-Jung Lee, Byeong-Kwon Ju, Jin Jang, Kwang-Bae Lee and Myung-Hwan Oh  
J. Micromech. Microeng. **9** (1999) 313–318.
- [VI-1] P. Neveu  
<http://neveu.pierre.free.fr/enseign/thcg/chp456.htm>
- [VI-2] P. F. Sullivan, G. Seidel  
Phys. Rev. **173** (1968) 173
- [VI-2] P. Manuel, H. Niedoba, J. J. Veysie  
Rev. Phys. Appl. **7** (1972) 107