

Conception et élaboration de microstructures en technologie hybride couche épaisse pour des applications MEMS

Patrick Ginet

▶ To cite this version:

Patrick Ginet. Conception et élaboration de microstructures en technologie hybride couche épaisse pour des applications MEMS. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Sciences et Technologies - Bordeaux I, 2007. Français. NNT: . tel-00399523

HAL Id: tel-00399523 https://theses.hal.science/tel-00399523

Submitted on 26 Jun 2009

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.

N° d'ordre : XXXX

THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITÉ BORDEAUX I

ÉCOLE DOCTORALE DE SCIENCES PHYSIQUES ET DE L'INGENIEUR

Par Patrick GINET

POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR

SPÉCIALITÉ: ELECTRONIQUE

Conception et élaboration de microstructures en technologie hybride couche épaisse pour des applications MEMS

Après avis de :

Mme E. DUFOUR-GERGAM	Professeur a l'Université Paris XI	Rapporteur
M. T. MAEDER	Professeur à l'EPFL de Lausanne	Rapporteur

Devant la commission d'examen formée par :

M. M. de LABACHELERIE	Directeur de recherches CNRS (Besançon)	Examinateur
M. L. BUCHAILLOT	Directeur de recherches CNRS (Lille)	Examinateur
M. M. MAGLIONE	Directeur de recherches CNRS (Bordeaux)	Examinateur
M. J-L. BATTAGLIA	Professeur à l'Université Bordeaux 1	Examinateur
Mme V. VIGNERAS	Professeur à l'ENSCPB (Bordeaux)	Examinateur
M. C. LUCAT	Directeur de recherches CNRS (Bordeaux)	Directeur de thèse

Table des matières

Tab	le des	matières	2
Intr	oducti	on générale	7
CHA	APITRE	1 Etude et mise en œuvre d'un nouveau procédé de libération de c	ouches
épa	isses		11
Part	tie 1.	Etat de l'art des techniques de microfabrication	12
l.	Fabri	cation basée sur la technologie silicium	12
А	. Mi	cro-usinage de surface	12
	1.	Le dépôt des couches	13
	2.	Transfert des formes	14
	3.	Gravure	15
В	. Mi	cro-usinage de volume	17
	1.	DRIE	18
	2.	Micro-moulage : HEXSIL	18
II.	Proce	édés de fabrication alternatifs au silicium	18
А	. LIG	GA	18
В	. Te	chnologie SU8	20
C	. Mi	crostéréolithographie	20
D	. Co	-cuits basse température ou LTCC	21
III.	Trava	aux antérieurs sur les couches épaisses sacrificielles	22
Part	tie 2.	Microfabrication de composants par sérigraphie	25
I.	Géné	ralités sur la technologie couche épaisse sérigraphiée " standard "	26
А	. L'e	encre de sérigraphie	26
	1.	Phase minérale	26
	2	Phase organique	28

E	3.	Le d	dépôt par sérigraphie	. 28
	1.	•	Propriétés rhéologiques de l'encre	. 29
	2.	•	L'écran de sérigraphie	. 31
(<u>.</u>	Tra	itement thermique des couches épaisses	. 33
	1.		L'étuvage	. 33
	2.		La cuisson	. 33
[).	Cor	nclusion	. 35
II. tec			eau procédé de fabrication de microstructures partiellement libérées e couche épaisse	
ļ	١.	Des	scription du procédé	. 36
E	3.	Rôl	e de la couche sacrificielle	. 36
(<u>.</u>	Cho	pix de la base polymère	. 37
	1.		Rappels sur les résines époxy	. 37
	2.		Caractérisation physique de la résine	. 40
[).	Cho	pix de la partie minérale	. 40
	1.		Critères d'élimination de la couche sacrificielle	. 40
	2.		Choix du matériau	. 44
E		Etu	de de faisabilité de couches épaisses libérées	. 46
	1.		Elaboration de l'encre de la couche sacrificielle	. 46
	2.		Dépôts de la couche sacrificielle et des couches structurales d'or	. 49
	3.		Cuisson et élimination de la couche sacrificielle	. 51
III.	0	ptim	nisation du procédé	. 54
СН	٩PI٦	TRE	2 Réalisation d'un microactionneur thermique	. 64
Par	tie	1.	Travaux antérieurs	. 66
l.	Et	tat d	le l'art	. 66
II.	Ва	ases	théoriques pour le fonctionnement de l'actionneur thermique asymétrique	. 73

	A.	Т	ransferts thermiques dans l'actionneur	73
	В.	С	ouplage entre les phénomènes physiques	78
		1.	Couplage électrique/thermique	78
		2.	Couplage mécanique/thermique	79
Pa	rti	ie 2.	Microactionneurs thermiques en technologie couche épaisse	80
l.		Etuc	de de faisabilité	80
	A.	С	hoix des matériaux	80
	В.	F	ormes et dimensions des actionneurs	81
	C.	Е	aboration	83
		1.	Choix de l'encre du matériau structural	83
		2.	Dépôt des couches	83
	D.	С	aractérisation microstructurale	86
II.		Cara	actérisation fonctionnelle et modélisation	86
	A.	E	tude du déplacement latéral de l'actionneur	86
		1.	Mesures de déplacement	86
		2.	Simulations analytiques	90
	В.	С	aractérisation thermique	92
		1.	Mesures par thermographie infrarouge	92
		2.	Modélisation par éléments finis	93
		3.	Comparaison des résultats expérimentaux et de simulation FEM	. 101
	C.	E	tude de la force délivrée par l'actionneur	. 105
Ш.		Opt	imisations potentielles de l'actionneur thermique	. 108
	A.	0	ptimisation des dimensions et des matériaux	. 108
		1.	Paramètres fondamentaux du matériau structural	. 108
		2.	Paramètres géométriques	. 110
	R	0	ntimisation du principe de fonctionnement de l'actionneur	112

Bib	lio	grap	hie	119
СН	API	ITRE	3 Potentialités du procede : microstructures pour MEMS hybrides	. 123
Par	tie	1.	Réalisation de micro-résistances chauffantes libérées	. 125
l.	T	rava	ux antérieurs	125
,	۹.	Me	sure de la pression	. 126
I	3.	Me	sure du débit	. 127
(С.	Cap	oteur d'accélération	. 128
I	Ο.	Dé	termination d'une composition gazeuse	. 128
I	Ξ.	Coi	nclusions	133
II.	E	tude	de faisabilité de microrésistances chauffantes libérées	. 133
,	۹.	Ela	boration des microrésistances	. 133
I	3.	Cai	actérisation structurale	. 135
(С.	Car	actérisation fonctionnelle	. 135
Par	tie	2.	Fabrication de composants pour la microfluidique	. 139
l.	T	rava	ux antérieurs	140
II.	E	tude	de faisabilité de microcanaux en technologie couche épaisse	. 141
,	۹.	Ela	boration des microcanaux	. 141
I	3.	Car	actérisation structurale des microcanaux	. 144
Par	tie	3.	Réalisation de composants piézoélectriques libérés du substrat	. 146
I.	T	rava	ux antérieurs	146
,	۹.	Gé	néralités	146
	1		La piézoélectricité	. 146
	2	·	Détermination des paramètres piézoélectriques	. 148
	3	.	Composés du type Pb(Zr, Ti)O ₃	. 151
ı	3	Δn	nlications des microcomposants niézoélectriques libérés	152

II.	Etude	e de faisabilité de composants piézoélectriques libérés en technologie couche
épa	isse	
Α	. Ch	oix des matériaux156
	1.	Matériau piézoélectrique
	2.	Electrodes
В	. Ch	oix de la géométrie156
С	. Ela	boration des composants
	1.	Préparation de la poudre de PZT
	2.	Encres sérigraphiables
	3.	Procédé d'élaboration des composants
D	. Ca	ractérisation structurale162
Е	. Ca	ractérisation fonctionnelle166
Con	clusio	າ
Bibl	iograp	hie
Con	clusio	n générale 177
Ann	exe 1.	
Ann	exe 2.	
Ann	exe 3.	
Ann	exe 4.	
Ann	exe 5.	
Ann	exe 6.	
Pub	licatio	ns et communications 192

Introduction générale

nombreux composants présentant des dimensions micrométriques ou millimétriques sont utilisés pour l'élaboration de divers microsystèmes notamment dans les domaines de la microélectronique, de la microrobotique, de la micromécanique, de la microfluidique, du micromagnétisme, de la microthermique, de la microoptique, ou de la microchimie. Les différents secteurs économiques concernés sont ceux de l'automobile, du spatial, de l'aéronautique, de la domotique, de la santé, de la biologie, de la chimie, de l'agroalimentaire, de l'environnement, etc. Ces composants sont utilisés dans des microsystèmes désignés généralement par MEMS (MicroElectroMechanicalSystem ou système microélectromécanique) issus à l'origine de la transposition des technologies de microusinage du silicium à la réalisation de circuits intégrés pour la libération de couches mobiles. Les MEMS comportent généralement une partie mobile susceptible d'être actionnée et/ou un capteur, associés à une électronique de commande et de traitement. Parmi les MEMS qui sont commercialisés, on peut citer les microcapteurs (d'inertie, de pression, ou chimiques), les microactionneurs (microvalve, microrelais, micropompes, ...) dont les principes d'actionnement présentent des densités d'effort (actionnement électrostatique) ou des dynamiques (actionnement électrothermique) faibles. Par ailleurs, la réalisation de microstructures à l'aide de la technologie silicium est de plus en plus demandée dans le domaine des capteurs chimiques et biochimiques et celui de la microfluidique.

La fabrication de composants monocouche ou multicouches dédiés aux MEMS par des procédés indirects autres que la technologie silicium est également connue. A titre d'exemple, on peut citer la technique PCB (Printed Circuit Board ou carte de circuit imprimé), la technologie LIGA (Lithographie, Galvanoformung, Abformung), la technique LTCC (Low Temperature Cofired Ceramic ou céramique co-cuite à basse température), etc. Ces procédés, également longs et coûteux, comprennent de nombreuses étapes de microusinage (masquage, gravure, dépôts, etc.). L'utilisation des procédés directs tels que les techniques de prototypage (jet d'encre, extrusion, microstéréolithographie, ...) pour l'élaboration de microcomposants monocouche ou multicouches est également connue.

Cependant, ces techniques sont encore difficilement adaptables à la fabrication collective de composants. Des travaux récents font également état de résultats encourageants obtenus avec des microsystèmes " mixtes " à base de matériaux piézoélectriques en combinant la technologie de microusinage du silicium et la technologie couche épaisse sérigraphiée.

La sérigraphie, technique de fabrication collective de microcomposants à faible coût, est largement utilisée en microélectronique hybride. Elle permet également de valoriser les propriétés de nombreux matériaux et de développer des applications dans le domaine des composants passifs (varistances, éléments chauffants, ...) et des capteurs. Outre sa complémentarité à la technologie silicium, la technologie "couche épaisse" peut présenter plusieurs avantages pour l'élaboration de microsystèmes comme le choix varié de la nature du substrat et du matériau structural, la température de fonctionnement, etc. De plus, le volume plus important des couches épaisses par rapport à celui des couches minces reportées sur le silicium, devrait permettre de générer des forces ou des énergies plus grandes.

En revanche, à ce jour la technologie " couche épaisse sérigraphiée " seule ne permettait pas de réaliser des microsystèmes dont l'actionneur constituait " l'élément bloquant " pour leur développement futur.

L'objectif de la présente étude est donc de transposer la technologie " microélectronique hybride standard " à la libération de couches épaisses au-dessus d'un substrat d'alumine, de nitrure d'aluminium, de SiC, de verre... Il s'agit de mettre au point un procédé de fabrication de microstructures sérigraphiées, entrant dans la réalisation de MEMS hybrides et pouvant être actionnées indépendamment du substrat sur lequel elles sont fabriquées. Nous avons choisi de mettre en œuvre la méthode de la "couche épaisse sacrificielle" utilisée avec succès en technologie silicium pour la fabrication des microsystèmes. Elle doit permettre de désolidariser partiellement une couche épaisse du support sur lequel elle est fabriquée en utilisant une couche temporaire d'épaisseur calibrée qui, après frittage de l'ensemble, peut être enlevée par dissolution et/ou traitement thermique et/ou ultrasons, etc. Cette couche temporaire encore appelée "couche sacrificielle" doit servir de surface d'appui, chimiquement et mécaniquement stable, à des dépôts ultérieurs constituant les couches

structurales. Nous nous sommes appuyés sur les premiers résultats obtenus par G. Stecher lors de la fabrication d'un capteur de pression sérigraphié à base de membrane libérée par la méthode de la couche épaisse sacrificielle. Cette dernière consiste à déposer par sérigraphie sur une zone du substrat une couche provisoire constituée par un matériau carboné qui est ensuite éliminé par combustion. Plus récemment, des travaux similaires ont également été réalisés avec la technologie LTCC en utilisant une couche sacrificielle à base de graphite ou de verre dont l'élimination en fin de procédé n'est pas toujours aisée si l'on veut conserver les propriétés des matériaux constituant les couches structurales. Dans le cas de l'utilisation d'un matériau carboné et lorsque la couche structurale doit être traitée à haute température en vue de sa consolidation (ce qui est souvent le cas des céramiques), il est nécessaire de travailler sous atmosphère neutre afin d'éviter la dégradation de la couche provisoire avant la consolidation sans trop de déformation de la couche structurale. Mais cette atmosphère peut être rédhibitoire lors de l'utilisation de matériaux instables sous cette atmosphère, certains oxydes en particulier. En conséquence, la "couche sacrificielle" doit être réalisée à partir de matériaux adaptés à l'atmosphère et au traitement thermique des couches structurales à base de métaux, céramiques, composites ou verres, ayant une géométrie variée -poutre, pont, tunnel, etc-.

Ce travail de thèse est divisé en trois chapitres.

Le premier chapitre traite de la problématique liée au procédé. Ainsi, après un bref rappel des travaux antérieurs sur les procédés de microsusinage des MEMS, les besoins et les impératifs liés au nouveau procédé de microfabrication ont été définis. Le choix des matériaux constituant la couche sacrificielle est présenté, accompagné de la description des étapes fondamentales de la microfabrication et de l'étude de faisabilité d'une couche d'or partiellement libérée.

Le second chapitre décrit la première application de ce procédé, la réalisation d'un actionneur thermique, considéré comme un démonstrateur de faisabilité de cette nouvelle technique de microfabrication. La conception et la fabrication du microactionneur thermique sont décrites. Après avoir effectué des caractérisations structurales et thermiques et afin de valider le principe de fonctionnement, des simulations analytiques et par éléments

finis ont été entreprises et comparées à des résultats d'analyse fonctionnelle du microactionneur. Des voies d'optimisations pour la réalisation d'actionneurs thermiques à l'aide de ce nouveau procédé sont proposées.

Enfin, des potentialités de microfabrication offertes par le nouveau procédé sont explorées dans le troisième chapitre au travers de la fabrication de démonstrateurs choisis dans des domaines d'applications extrêmement variés. Trois exemples sont présentés : le premier porte sur la fabrication et le test de résistances chauffantes libérées du substrat pour des applications de type microréacteur, capteur ou actionneur. Le second aborde la fabrication de microcanaux dans lesquels peuvent être à priori intégrés les résistances présentées dans le premier exemple ou bien des composants piézoélectriques libérés dont la fabrication, la caractérisation et le test fonctionnel sont traités dans le troisième exemple.

CHAPITRE 1

NOUVEAU PROCEDE DE LIBERATION DE COUCHES EPAISSES

Introduction

Le premier **MEMS** (**M**icro**E**lectro**M**echanical **S**ystems) fut un résonateur en silicium à actionnement électrostatique fabriqué en 1968 par Dr. Harvey Nathanson [1]. Vingt ans plus tard, Howe et Muller développaient l'usinage de surface du silicium, une des principales techniques employées aujourd'hui pour les MEMS commercialisés [2]. Ceci montre bien le lien très étroit qui existe entre la notion même de MEMS et la technologie silicium. Cependant, depuis le début des années 90, d'autres techniques (LIGA, SU8, LTCC...) sont venues compléter les possibilités offertes par le silicium. C'est dans cette optique que nous proposons une méthode de microfabrication complémentaire pour la réalisation de MEMS. Dans une première partie, nous aborderons les techniques de microfabrication les plus connues et utilisées dans l'industrie. Dans la seconde partie nous présenterons la technique de sérigraphie "standard" qui permet de faire le lien avec le nouveau procédé mis au point au laboratoire et autour duquel s'articule ce travail. Enfin, la dernière partie de ce chapitre traitera de la nouvelle méthode de fabrication basée sur la couche épaisse sacrificielle pour la réalisation de microsystèmes.

Partie 1. Etat de l'art des techniques de microfabrication

I. Fabrication basée sur la technologie silicium

Il existe deux voies de fabrication des MEMS en technologie silicium [3] :

- le micro-usinage de surface où certaines couches " classiques " du procédé de fabrication des circuits intégrés sont utilisées comme couches sacrificielles
- l'usinage de volume du silicium

A. Micro-usinage de surface

C'est la technique de microfabrication la plus directement dérivée de la technologie du circuit intégré. Comme dans cette dernière, il s'agit de superposer des couches dont la géométrie est obtenue par photolithographie. Par rapport aux techniques de fabrication des circuits intégrés, la vraie révolution est l'utilisation de certaines couches comme " couches

sacrificielles " destinées à être éliminées en fin de procédé afin de libérer du substrat des microstructures en silicium. Le principe de base du micro-usinage de surface du silicium est présenté Figure I. 1. Il fait appel à trois étapes de fabrication fondamentales, le dépôt des couches, le transfert de forme et la gravure.

1. **Le dépôt des couches**

Il fait appel aux techniques classiques de dépôt en couche mince qui peuvent être regroupées en deux catégories :

- les dépôts chimiques en phase vapeur (CVD, épitaxie, oxydation thermique...) où le principe est basé sur une réaction chimique.
- les dépôts physiques en phase vapeur (PVD) dans lesquels aucune réaction chimique n'intervient.

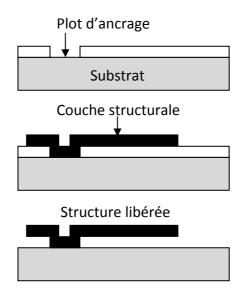


Figure I. 1. Fabrication de MEMS par micro-usinage de surface du silicium

a) Dépôts chimiques en phase vapeur

Le substrat est placé dans une enceinte à atmosphère contrôlée dans laquelle on apporte, sous forme gazeuse, des précurseurs du matériau que l'on veut déposer. Le substrat est chauffé et sous l'action de cette chaleur, les précurseurs réagissent entre eux pour former un dépôt solide à la surface du substrat.

Les deux techniques de CVD les plus utilisées dans les technologies MEMS sont :

(1) LPCVD (Low Pressure Chemical Vapor Deposition)

Le dépôt est effectué sur un substrat chauffé à T<600°C dans une enceinte portée à basse pression (~10⁻³mbar). Par rapport à la technique de CVD classique, l'utilisation de basses pressions pour les gaz précurseurs permet d'obtenir de meilleurs rendements.

(2) PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition)

L'utilisation d'un plasma provoque l'apparition d'espèces chimiques très réactives comme des radicaux qui réagissent à de plus faibles températures que les gaz précurseurs utilisés en LPCVD. A titre d'exemple, des dépôts de nitrure de silicium peuvent être obtenus dès 300°C.

b) Dépôts physiques en phase vapeur

Les deux techniques de PVD les plus utilisées sont l'évaporation et la pulvérisation cathodique.

- Evaporation

Le principe est basé sur l'évaporation d'un matériau source, placé dans une enceinte sous vide, sous l'action d'un chauffage qui peut être effectué par effet Joule ou au moyen d'un faisceau d'électrons. Le matériau évaporé se recondense à la surface du substrat sur lequel le dépôt est effectué. Le chauffage par effet Joule est le plus simple à mettre en œuvre mais la pureté des couches n'est pas garantie à cause des interactions avec le substrat sous l'effet de la température. L'utilisation d'un faisceau d'électrons permet de palier à ce problème tout en augmentant la vitesse de dépôt.

- Pulvérisation cathodique

La pulvérisation cathodique consiste à utiliser des ions présents dans un plasma afin de bombarder une cible. Les atomes éjectés se condensent ensuite sur le substrat où est effectué le dépôt. Cette technique est notamment très utile pour les dépôts de matériaux à haut point de fusion, difficiles à réaliser par évaporation.

2. Transfert des formes

Le procédé le plus utilisé pour appliquer des motifs aux couches minces déposées est la photolithographie dont le principe est donné Figure I. 2. Une résine polymère photosensible

est exposée à un rayonnement UV, à travers un masque (typon), pour modifier localement sa microstructure afin :

- de la rendre insensible à une attaque ultérieure par un agent chimique (révélateur), il s'agit alors d'une résine " négative "

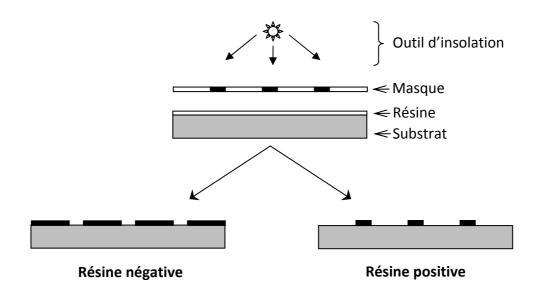


Figure I. 2. Procédé de lithographie

- de la rendre sensible à une attaque ultérieure par un agent chimique, il s'agit alors d'une résine " positive "

Cette "forme" donnée à la résine peut ensuite être utilisée de deux façons :

- comme "moule" pour déposer une couche supplémentaire (Figure I. 3a),
 correspondant au procédé par "lift-off"
- comme protection pour effectuer une attaque chimique sélective (Figure I.
 3b), correspondant au procédé de gravure (ou " etching ")

Dans tous les cas, la résine est éliminée chimiquement en fin de cycle.

3. **Gravure**

Pour libérer du substrat une microstructure fabriquée en utilisant la technologie silicium, la dernière étape est donc la gravure c'est-à-dire l'attaque par voie humide ou sèche d'une couche déposée (couche sacrificielle) ou du substrat lui-même.

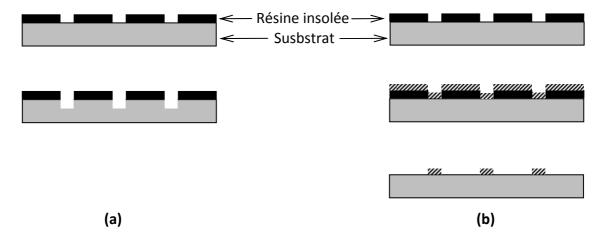


Figure I. 3. Utilisation de la résine formée par lithographie (a) procédé "lift-off", (b) procédé de gravure

a) Gravure humide

C'est la technique de gravure la plus simple, elle consiste à immerger le substrat silicium dans une solution où les zones du substrat non masquées sont attaquées. On peut distinguer deux types d'attaque :

- L'attaque isotrope où la vitesse d'attaque ne dépend pas de la direction (Figure I. 4a). Le couple couche sacrificielle/solution d'attaque qui reste le plus utilisé jusqu'à maintenant est le couple silice/acide fluorhydrique (SiO₂/HF). Le problème le plus souvent rencontré est la "sous-gravure" ("underetching" en anglais). Il s'agit de l'attaque isotrope du substrat ou de la couche sacrificielle qui provoque une dégradation non-souhaitée du matériau placé sous la résine insolée sensée le protéger. Ceci explique l'utilisation de plus en plus répandue de la gravure anisotrope.
- L'attaque anisotrope où la vitesse d'attaque dépend de l'orientation cristalline du matériau (Figure I. 4b). Le couple le plus connu est ici le silicium monocristallin attaqué par l'hydroxyde de potassium (KOH). En effet, ce dernier attaque préférentiellement les plans <100> du silicium par rapport aux plans <111>, un facteur 400 entre les vitesses d'attaque de ces deux familles de plans a pu être mis en évidence [3].

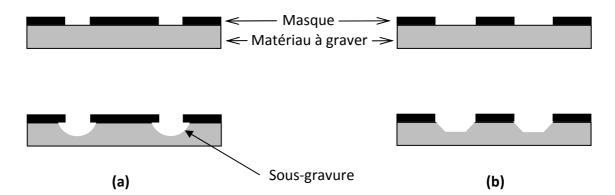


Figure I. 4. Gravure humide des couches minces (a) isotrope, (b) anisotrope

b) Gravure sèche

Pour palier aux problèmes liés à la gravure humide (sous-gravure, compatibilité des couches...) des procédés d'attaque par voie sèche se sont développés depuis quelques années. Ils peuvent être classés en deux catégories :

- la gravure sèche qui n'utilise pas de plasma. Des gaz de type fluorures (XeF₂, BrF₃+ClF₃...) réagissent avec le silicium pour former du tétrafluorure de silicium gazeux. La réaction est contrôlée via la température et les pressions partielles des gaz réactifs.
- les gravures sèches utilisant un plasma. Des plasmas radiofréquence (RF) sont utilisés pour graver des substrats en silicium au moyen d'ions et d'atomes soit réactifs (gravure chimique) soit non-réactifs (gravure physique) soit en combinant les deux comme dans la technique RIE (Reactive Ion Etching).

B. Micro-usinage de volume

Par rapport au micro-usinage de surface, le micro-usinage de volume fait du substrat silicium une partie intégrante du composant final. Cette méthode est notamment utilisée :

- pour fabriquer des microstructures ayant un haut rapport de forme (rapport hauteur/largeur)
- pour la fabrication de membranes silicium en effectuant un usinage de volume par la face arrière d'un wafer

Deux techniques sont principalement utilisées pour l'usinage en volume du silicium : le procédé DRIE (**D**eep **R**eactive **I**on **E**tching) et le micro-moulage (HEXSIL).

1. **DRIE**

Ce procédé a été mis au point par la société Robert Bosch Corporation en 1995 [4]. Elle prolonge la technique RIE présentée précédemment et permet un usinage en profondeur (plusieurs centaines de microns) du silicium grâce à un faisceau d'ions réactifs. La très bonne anisotropie est obtenue grâce à l'utilisation en alternance d'un plasma C₄F₈ pour passiver les parois de la cavité silicium et celle d'un plasma SF₆ pour usiner le fond de la cavité. Ce type d'usinage est indépendant de l'orientation cristalline et il permet d'obtenir de hautes parois verticales.

Depuis son développement en 1995, cette technique a été utilisée pour la fabrication de MEMS dans divers domaines : MOEMS [5, 6], composants pour la microfluidique [7], ou encore capteurs [8, 9].

2. **Micro-moulage : HEXSIL**

Ce procédé de micro-moulage couple l'usinage du silicium par DRIE avec des dépôts de couches minces classiques incluant une couche sacrificielle permettant de libérer les microstructures silicium de leur moule en fin de procédé [10, 11]. L'originalité est donc l'utilisation d'une microstructure en silicium qui sert de moule pour fabriquer des parties d'un composant MEMS qui sont ensuite reportées sur un autre substrat, le moule en silicium étant ensuite réutilisable pour un autre moulage. Cette technique a été utilisée pour fabriquer des outils de micropositionnement tels que des micropinces [12, 13]

II. Procédés de fabrication alternatifs au silicium

Plusieurs techniques de microfabrication présentant une solution alternative au silicium ont été envisagées depuis une vingtaine d'années. Ainsi, les technologies LIGA (Lithografie Galvanoformung Abformung), SU8, PDMS et LTCC sont aujourd'hui les plus développées.

A. LIGA

La technologie LIGA a été développée à la fin des années 70 mais elle n'a commencé à être utilisée qu'au début des années 90 [14].

Par rapport à l'usinage de surface du silicium, elle permet d'aboutir à un rapport de forme (RF= hauteur/largeur) très élevé. Le principe du procédé est décrit Figure I. 5. La première étape est le dépôt d'une résine photosensible très épaisse (> 1mm) qui ne peut être insolée qu'au moyen d'un rayonnement X à haute énergie (rayonnement synchrotron). La longueur d'onde du rayonnement, de quelques dixièmes de nanomètre, permet d'obtenir une très bonne résolution ce qui est le principal atout de cette technologie. La deuxième étape est le développement de la résine insolée (dissolution chimique). L'étape suivante est le dépôt électrolytique d'un métal dans le moule polymère. Ce dépôt métallique peut ensuite luimême constituer un outil pour fabriquer des microstructures par emboutissage ou injection de polymères ou d'autres métaux.

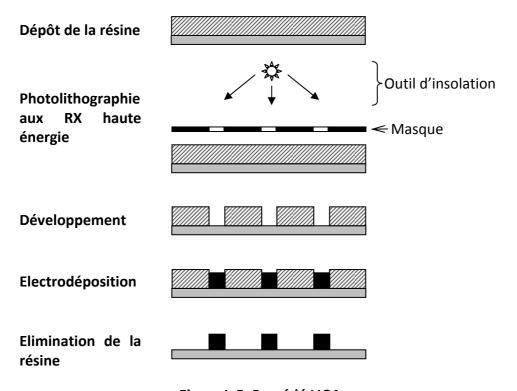


Figure I. 5. Procédé LIGA

Comme la technologie HEXSIL, le procédé LIGA a été utilisé par Ballandras et al. [15] pour fabriquer des micropinces. D'autres applications basées sur la technologie LIGA ont également été mises au point : accéléromètre [16], guide d'onde en polymère [17], micromoteurs ou parties de micromoteurs [18-20] et enfin des relais pour l'électronique [21].

B. Technologie SU8

Cette technique, développée à partir de 1995 pour trouver une alternative à l'utilisation de sources RX dans la technologie LIGA connait un essor remarquable. Le principe est le même que celui décrit dans le paragraphe précédent. En revanche, la résine épaisse SU-8 est insolée à l'aide d'une source UV classique et non plus avec un rayonnement X synchrotron [22].

Les microsystèmes fabriqués grâce à cette technologie ont des domaines d'application variés : composants optiques [23], micromoteur [24], composants pour la microfluidique [25, 26] ou encore capteur de pression [27].

C. Microstéréolithographie

Cette technique de prototypage rapide dérive de la stéréolithographie, apparue à la fin des années 80 [3]. Le procédé consiste à déposer et polymériser couche par couche une résine polymère chargée avec une poudre (céramique, métal) assurant la fonctionnalité de la pièce finale. Un frittage à haute température permet de consolider la pièce en fin de procédé. La microstéréolithographie repose sur le même principe que la stéréolithographie utilisée pour la fabrication de macro-objets mais elle a nécessité une adaptation afin de gagner en résolution. La technique de base, dite fabrication vectorielle, consiste à utiliser un faisceau fixe et vertical puis à déplacer la cuve de résine pour créer la microstructure voulue (Figure I. 6). Des résolutions inférieures au micron peuvent être obtenues à condition de s'en tenir à des objets ayant une taille globale très inférieure au millimètre. Le principal inconvénient de cette technique est la durée nécessaire pour la fabrication d'une pièce. Ce problème peut être résolu en utilisant la deuxième variante du procédé de microstéréolithographie : la fabrication par masque dynamique. Les micro-objets sont toujours fabriqués couche par couche mais ces dernières sont irradiées en une seule fois grâce à l'utilisation d'un masque comme en photolithographie. Outre un gain de temps, cette variante permet d'obtenir une très bonne résolution latérale. En revanche, la résolution longitudinale, uniquement contrôlée par l'absorption du matériau, est beaucoup moins bonne que lors d'une fabrication vectorielle. La faisabilité de composants pour la micromécanique ou l'horlogerie avec la microstéréolithographie comme outil de fabrication a plusieurs fois été démontrée [28, 29].

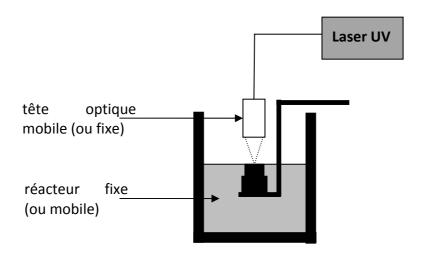


Figure I. 6. Procédé de microstéréolithographie

Par ailleurs, la microstéréolithographie par masque a été utilisée pour la fabrication de micropinces [30] et de composants pour la microfluidique [31].

D. Co-cuits basse température ou LTCC

La technologie LTCC est une technique de fabrication dérivée de la technologie couche épaisse qui est apparue dans les années 90 afin d'apporter une solution au problème technologique posé par l'augmentation du nombre de composants par unité de surface dans les circuits électroniques. Le principe de ce procédé de fabrication est d'associer par laminage à chaud plusieurs "feuilles" céramiques fines (50µm<e<320µm) sur lesquelles des couches de matériaux (conducteurs, résistances...) ont été préalablement déposées par sérigraphie selon le protocole qui sera détaillé dans le paragraphe suivant. Les principales étapes du procédé sont :

- le découpage des feuilles céramiques (ou bandes) à partir de grandes plaques ou de rouleaux
- la mise en forme individuelle et le perçage des vias pour les connexions électriques sur chaque feuille céramique (par découpage laser ou poinçonnage)
- le remplissage des vias à l'aide d'une pâte conductrice
- le dépôt par sérigraphie des couches conductrices et résistives sur chaque feuille et un étuvage à 120°C

- le laminage à chaud des feuilles céramiques c'est-à-dire leur empilement sous pression (classiquement 200 bars) et à chaud (T=70°C) pendant 10 min
- la cuisson de l'assemblage à haute température (classiquement 875°C) sous air pour donner aux couches leurs propriétés fonctionnelles et pour fritter les différentes feuilles sous forme d'un monobloc
- l'éventuelle post-cuisson des circuits
- le découpage individuel des circuits

Ce procédé a ainsi été largement utilisé pour la fabrication de circuits hautes fréquences pour des applications dans le domaine des télécommunications [32, 33]. Depuis quelques années la technologie LTCC a également été appliquée à la fabrication de composants de type MEMS [34] notamment pour des applications en microfluidique. En effet, l'usinage individuel puis l'assemblage des feuilles céramiques permet la fabrication relativement simple de structures de type microcanal à l'aide de matériaux céramiques pouvant difficilement être mis en forme par une autre voie de fabrication.

III. Travaux antérieurs sur les couches épaisses sacrificielles

La possibilité de désolidariser partiellement une couche épaisse de son substrat a été introduite dans les travaux de G. Stecher [35] qui décrivent le procédé d'élaboration d'un capteur de pression par sérigraphie. Ce procédé, potentiellement utilisable pour la fabrication de structures de type cavité fermée, se décompose en quatre étapes essentielles :

- le dépôt et le traitement thermique d'une encre polymère chargée au carbone qui joue le rôle de couche sacrificielle
- le dépôt d'une couche structurale poreuse de type diélectrique vitrocéramique recouvrant partiellement le substrat et en totalité la couche sacrificielle
- la cuisson sous azote afin de ne pas oxyder la couche sacrificielle et consolider la couche structurale
- la cuisson sous air du composant afin d'éliminer la couche sacrificielle au carbone grâce à la porosité de la couche structurale

- le dépôt d'une couche structurale vitreuse sur la couche diélectrique poreuse afin d'étanchéifier et de renforcer mécaniquement cette dernière
- le dépôt de couches structurales supplémentaires pour fonctionnaliser le capteur
- la cuisson sous air pour consolider le capteur

La première application dérivée de ce procédé a été la fabrication d'un capteur de pression utilisant une cavité formée par le substrat et une membrane circulaire étanche de 5 mm de diamètre sur laquelle quatre piézorésistances en pont de Wheastone ont été sérigraphiées (Figure I. 7).

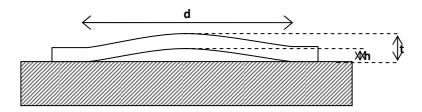


Figure I. 7. Schéma d'une coupe transversale de la cavité fabriquée par Stecher (d=5mm, t=100μm, h=60μm)

Le capteur de pression présente une sensibilité de 18 mV/100 kPa pour une tension d'alimentation de 5V.

Plus récemment, Sippola et al. [36] ont mis en œuvre un procédé de fabrication de capteur de pression basé également sur l'utilisation d'une couche sacrificielle. Ce capteur est une cavité étanche formée par une membrane diélectrique sérigraphiée sur un substrat d'alumine. Ce volume étanche a été obtenu par sérigraphie de la couche diélectrique sur une couche sacrificielle d'or préalablement déposée sur le substrat d'alumine puis éliminée en solution acide grâce à une ouverture pratiquée dans le substrat.

Le principe de la couche épaisse sacrificielle a par la suite été repris pour résoudre un problème lié à la fabrication de microsystèmes en technologie LTCC introduite au paragraphe précédent qui est l'affaissement des structures ou cavités lors du laminage à chaud et/ou la cuisson finale. Plusieurs solutions ont été envisagées pour palier à ce problème [37] :

- le dépôt d'une couche épaisse à l'aide d'une encre résistive traditionnelle ayant un coefficient de dilatation supérieur à celui des feuilles céramiques utilisées en LTCC et permettant ainsi de compenser la déformation de la feuille céramique lors du laminage à chaud
- l'utilisation d'une couche sacrificielle de type verre (système PbO-SiO₂) usinée en fin de procédé à l'aide d'une solution d'acide fluorhydrique
- l'utilisation d'une couche sacrificielle au carbone que l'on peut éliminer facilement en fin de procédé grâce à une cuisson sous air pendant laquelle le carbone est oxydé

Ce principe a été repris par Birol et al. qui utilisent une couche sacrificielle époxy/carbone dans la fabrication de microstructures en céramique pour la microfluidique. Ils ont montré que la complexité du procédé dépendait des spécifications du dispositif final (dimensions, propriétés mécaniques et fonctionnelles) [38]. En particulier, ils ont mis en évidence l'influence de la composition de la couche sacrificielle, de la granulométrie de la poudre de carbone et du traitement thermique sur les caractéristiques géométriques de la microstructure. Cette étude soulève le problème de déformation de la microstructure lié au départ des produits carbonés qui doit s'effectuer avant l'élimination de la porosité de la céramique.

Ces travaux antérieurs ont permis de dégager deux types de composition de couche sacrificielle :

- une composition basée sur un verre ou un métal qui nécessite, comme en technologie silicium, un usinage chimique en solution d'acide fort ou de base forte en fin de procédé
- une composition de type polymère+carbone qui simplifie le problème de l'élimination de la couche sacrificielle en fin de procédé mais qui nécessite une mise en œuvre du procédé plus complexe

En conservant le principe de la couche sacrificielle, le but principal de notre travail a été de mettre au point un procédé basé sur une nouvelle composition de couche sacrificielle assurant une simplicité d'utilisation et une compatibilité avec un maximum de matériaux structuraux entrant dans la réalisation de microstructures en forme de poutre, pont, cavité, etc.

Partie 2. Microfabrication de composants par sérigraphie

La sérigraphie, technique de fabrication collective de microcomposants à faible coût, est largement utilisée en microélectronique hybride pour la réalisation d'interconnexions, de composants passifs (conducteurs, résistances, isolants...) en couche épaisse et l'encapsulation de circuits hybrides. Elle permet également de valoriser les propriétés de nombreux matériaux et de développer des applications dans le domaine des composants passifs (varistances, éléments chauffants, ...) et des capteurs [39, 40].

Outre sa complémentarité à la technologie silicium, la technologie "couche épaisse" peut présenter les avantages suivants :

- facilité d'accès à la microfabrication : empilements successifs de couches de nature, géométrie et dimensions variées
- pour de petites séries, les coûts de fabrication d'un "microsystème couche épaisse "s'avèrent plus attractifs que ceux d'un microsystème silicium
- prototypage rapide
- souplesse dans le choix du substrat (Al₂O₃, AlN, SiC, AlSiC, ZrO₂, verre, métal, etc.)
- mise en œuvre d'une large gamme de matériaux (céramique, verre, composite, métaux,..)
- élaboration de composants électroactifs divers (ferroélectrique, magnétique, résistif, ...)
- volumes de couches plus importants que pour les couches minces,
 permettant de générer des efforts ou des énergies plus grandes
- gamme de température d'utilisation plus étendue de ces microsystèmes
- intégrés sur un même substrat, le dispositif et son électronique de commande peuvent néanmoins être optimisés indépendamment

En revanche, la technologie "couche épaisse" seule ne permet pas de réaliser des microsystèmes dont l'actionneur constitue "l'élément bloquant " pour leur développement

futur. Avant d'aborder le nouveau procédé basé sur le principe de la couche sacrificielle et permettant désormais d'envisager la fabrication de microstructures partiellement libérées en technologie couche épaisse, il apparaît nécessaire de présenter le procédé "standard" de sérigraphie.

I. Généralités sur la technologie couche épaisse sérigraphiée " standard "

La technique de sérigraphie comporte plusieurs étapes :

- la fabrication d'une encre sérigraphiable généralement par mélange d'une poudre donnant la fonctionnalité finale de la couche et d'un mélange de liants organiques assurant les propriétés rhéologiques indispensables au dépôt de la couche
- le dépôt de l'encre par sérigraphie, s'apparentant à la technique du
 "pochoir "où l'encre sérigraphiable est déposée sur un substrat à travers des motifs créés sur un écran de sérigraphie
- l'étuvage des couches sérigraphiées ayant pour but d'éliminer les solvants incorporés au moment de la fabrication de l'encre
- la cuisson, qui confère aux couches sérigraphiées leurs propriétés fonctionnelles

Chaque étape est détaillée dans les prochains paragraphes.

A. L'encre de sérigraphie

Il existe deux types d'encre: les encres dites "minérales" dont la cuisson s'effectue généralement entre 500 et 1100°C et les encres dites "polymères", développées pour des applications basse température, dont la consolidation par polymérisation s'effectue en dessous de 200°C. Nous ne détaillerons pas ici la composition des encres polymères mais plutôt celle des encres minérales composées d'une phase minérale et d'une phase organique dont la composition et le rôle sont résumés Figure I. 8 [41].

1. Phase minérale

C'est la partie qui différencie chaque encre puisqu'elle définit la fonction finale de la couche sérigraphiée. Elle contient :

- le matériau actif sous forme de poudre calibrée généralement de 0,1 à 10 microns. Il confère à la couche sérigraphiée ses propriétés (isolant, conducteur, magnétique...). Les encres conductrices commerciales les plus utilisées aujourd'hui sont fabriquées à partir de poudres d'argent, d'or, de platine et très souvent d'alliages de ces métaux (Ag-Pt, Ag-Pd, Ag-Pd-Pt, Au-Pt...). Les encres diélectriques sont généralement basées sur des verres de type borosilicate ou aluminosilicate. Enfin, les encres résistives sont généralement constituées de verres auxquels on ajoute des oxydes de ruthénium, de rhodium, de bismuth, etc.
- les ajouts ou dopants : introduits en faible quantité sous forme de poudre ils peuvent avoir plusieurs rôles dont ceux de modifier les propriétés physicochimiques de la couche, de favoriser l'adhérence, etc.

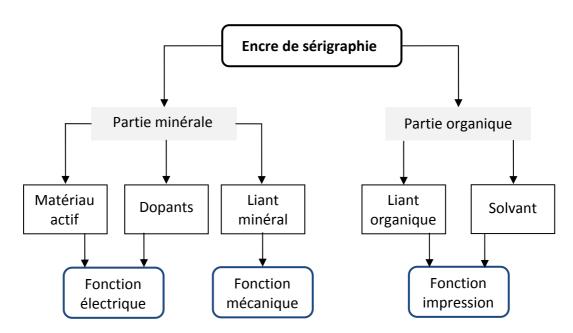


Figure I. 8. Composition d'une encre de sérigraphie

les liants minéraux sont généralement des frittes de verre qui se ramollissent à l'approche de la température de palier. Leur faible viscosité permet alors d'une part de mouiller les grains afin d'assurer leur cohésion et d'autre part de combler les vides laissés par le départ des liants organiques. De plus, ils assurent au refroidissement l'adhérence de la couche avec le substrat.

2. **Phase organique**

Dans une encre minérale, la phase organique doit remplir plusieurs fonctions :

- ✓ assurer de bonnes propriétés rhéologiques à l'encre de sérigraphie. Ceci est réalisé
 principalement grâce à des solvants de type terpinéol ou acétate de butyl carbitol
 permettant de dissoudre les liants organiques et d'ajuster la viscosité de l'encre. Ces
 solvants sont éliminés pour la majeure partie lors de l'étuvage des couches
 sérigraphiées à 120°C.
- ✓ assurer la cohésion de la partie minérale après étuvage. Ceci est réalisé grâce à des liants organiques tels que l'éthylcellulose ou des résines acryliques. Ces liants sont éliminés en début de cuisson à des températures comprises entre 150 et 550°C.

Dans une encre dite "polymère", les liants organiques sont remplacés par une résine thermodurcissable qui a pour but d'assurer la cohésion de la couche. Par rapport aux encres classiques la différence majeure est la polymérisation de la résine donnant ainsi à la couche sérigraphiée sa structure définitive. Plusieurs types de résines sont actuellement utilisés par les principaux fabricants d'encres :

- les résines phénoliques ayant de très bonnes propriétés diélectriques mais qui sont également utilisées comme encres conductrices quand elles sont chargées avec des poudres métalliques
- les résines époxy qui ont des propriétés semblables à celles des résines phénoliques mais qui peuvent être utilisées sur des substrats flexibles
- les résines polyimides qui, par rapport aux deux premières, résines affichent une plus grande résistance à la température

B. Le dépôt par sérigraphie

La sérigraphie consiste à déposer l'encre de sérigraphie sur un substrat à travers un écran sur lequel des motifs ont été obtenus par photolithographie d'un film polymère photosensible (Figure I. 9).

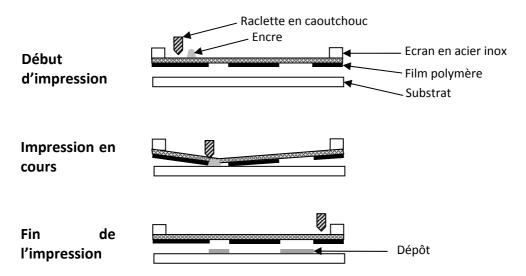


Figure I. 9. Principe du dépôt par sérigraphie

Plusieurs paramètres déterminent la qualité du dépôt final :

- les propriétés rhéologiques de l'encre
- l'écran de sérigraphie
- les réglages de la sérigraphieuse : vitesse de la raclette, distance écransubstrat (hors-contact), etc.

1. Propriétés rhéologiques de l'encre

La rhéologie, science qui décrit les écoulements de la matière, permet de décrire et de comprendre le comportement d'une encre de sérigraphie.

a) Quelques rappels de rhéologie

Considérons un élément de matière (liquide, solide ou gazeux) compris entre un plan fixe A et un plan B rendu mobile par l'application d'une force F (Figure I. 10) : cet élément se déforme et chaque "couche" qui le compose se déplace à une vitesse différente de la couche voisine. On peut alors définir un gradient de vitesse D qui est la dérivée de la vitesse par rapport à la position z:

$$D = \frac{dv}{dz}$$

Si l'écoulement est la minaire, la contrainte de cisaillement τ s'exprime par la relation :

$$\tau = \frac{F}{S}$$

où F est la force tangentielle appliquée à la surface S du corps sous contrainte. On peut alors définir un coefficient de viscosité η :

$$\eta = \frac{\tau}{D}$$

Ceci est la définition de la viscosité introduite par Isaac Newton pour décrire l'écoulement d'un liquide. La viscosité s'exprime en Pa.s et à titre d'illustration, quelques ordres de grandeur de viscosité peuvent être donnés pour plusieurs fluides :

- l'eau : η ≈ 10⁻³ Pa.s

- I'huile : $\eta \approx 10^{-1}$ Pa.s

- le miel : $\eta \approx 10 \text{ Pa.s}$

- encre de sérigraphie : $\eta \approx 10^2$ Pa.s

- le cirage : $\eta \approx 10^3$ Pa.s

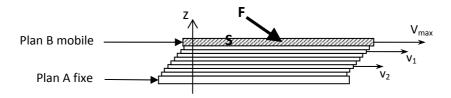


Figure I. 10. Corps sous contraintes

Plusieurs comportements rhéologiques peuvent être observés selon la vitesse de cisaillement :

- comportement "Newtonien": la viscosité est indépendante de la vitesse de cisaillement
- comportement "pseudo-plastique": la viscosité diminue avec la vitesse de cisaillement
- comportement "rhéoépaississant ": la viscosité augmente avec la vitesse de cisaillement

b) Rhéologie d'une encre de sérigraphie

Les propriétés rhéologiques d'une encre sérigraphiable doivent assurer plusieurs fonctions :

- ✓ un passage aisé à travers les mailles de l'écran
- √ après dépôt, le respect dimensionnel des motifs dessinés sur l'écran
- ✓ après nappage, un bon état de surface du dépôt final

Pour répondre à ces critères, l'encre "idéale" doit avoir un comportement pseudo-plastique. La viscosité de l'encre varie avec la vitesse de cisaillement. Cette dernière diffère d'une étape à l'autre lors du dépôt par sérigraphie comme décrit Figure I. 11. Les principales étapes, lors desquelles le gradient de vitesse (en s⁻¹) varie fortement, sont les suivantes :

- avant l'emploi, homogénéisation de l'encre à l'aide d'une spatule (10⁻²<D<1)
- déplacement imposé par la raclette à la surface de l'écran (1<D<10)
- passage de l'encre à travers les mailles de l'écran (10<D<1000)
- nappage (10⁻¹<D<1)

La dernière étape de nappage est primordiale pour obtenir un bon état de surface : puisque c'est à ce moment du dépôt que l'encre doit retrouver une viscosité suffisamment importante pour ne pas "s'étaler" et donc respecter les motifs de l'écran. Si le comportement pseudo-plastique suppose une réversibilité totale et immédiate de la viscosité du fluide, les encres de sérigraphies ont généralement un comportement thixotrope c'est-à-dire que leur viscosité est totalement mais pas immédiatement réversible. Cette dernière varie avec le temps que ce soit avec un gradient de vitesse constant ou lorsque ce dernier est interrompu.

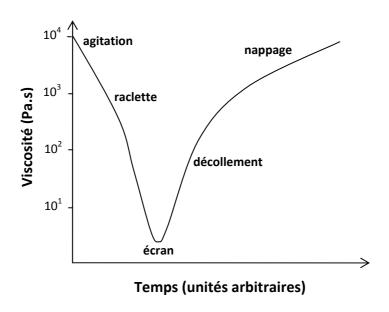


Figure I. 11. Variation de la viscosité de l'encre au cours d'un dépôt par sérigraphie

2. L'écran de sérigraphie

Les écrans de sérigraphie les plus couramment utilisés en technologie hybride sont

constitués d'un tissage en acier inoxydable ou en nylon monté sur un cadre en acier. Il existe plusieurs paramètres intrinsèques aux écrans permettant de les différencier :

- le pas du maillage c'est-à-dire le nombre de fils par pouce exprimé en
 " mesh "
- le diamètre du fil utilisé pour tisser l'écran qui dépend du type de toile utilisé (standard, forte ou ultra-mince)
- le vide de maille, c'est à dire la distance entre deux fils, est la zone de passage de l'encre. On considère que cette valeur doit être de 3 à 5 fois supérieure au diamètre maximal des particules solides présentes dans l'encre afin de ne pas obstruer l'écran

Les caractéristiques des écrans les plus utilisés en microélectronique sont présentées Tableau I. 1.

Tableau I. 1. Caractéristiques des écrans les plus utilisés dans l'industrie

Type d'écran	Diamètre du fil	Vide de maille	Epaisseur de	Epaisseur du dépôt
(meshs)	(µm)	(μm)	la toile (μm)	humide (μm)
70	51	266	211	185-230
105	75	160	162	144-178
200	41	86	94	81-97
325	30	51	66	58-71
400	25	38	56	50-61

Afin de réaliser des motifs sur les écrans de sérigraphie, des films polymères photosensibles (ou émulsions solides) dont l'épaisseur est comprise entre quelques microns et 100 μm sont utilisés. L'opération consiste à déposer un film préalablement humidifié sur la toile d'un écran afin que la zone solubilisée du film permette un bon accrochage sur les mailles après insolation. Une insolation aux ultraviolets est ensuite effectuée en disposant au préalable le film des motifs désirés (typon) entre la source UV et le film photosensible. Après insolation, la révélation de la résine non insolée s'effectue dans l'eau pour obtenir une structure finale de l'écran présentée Figure I. 12.

Une approximation de l'épaisseur déposée à l'aide d'un écran à tissage en acier recouvert d'un film polymère (Figure I. 12) est e_d [41] :

$$e_d = 0.5E_t + E_f$$

Une fois la qualité du dépôt humide assurée, la qualité finale d'une couche sérigraphiée ne dépend plus que du traitement thermique.

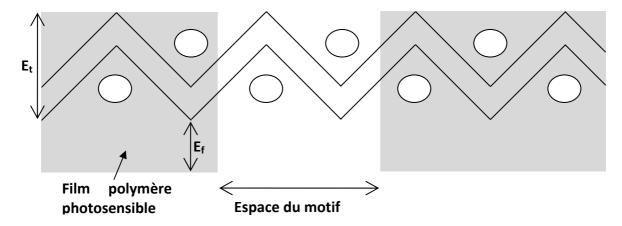


Figure I. 12. Vue en coupe d'une toile d'épaisseur $E_{\rm t}$ recouverte d'un film polymère de surépaisseur $E_{\rm f}$

C. Traitement thermique des couches épaisses

Le traitement thermique d'une couche épaisse est en général composé de deux étapes distinctes :

- pour une encre polymère, l'étuvage et la polymérisation
- pour une encre minérale, l'étuvage et la cuisson

1. **L'étuvage**

L'étuvage, effectué après une étape de nappage d'environ 15 minutes à température ambiante, a pour but l'élimination des solvants présents dans l'encre. Ces derniers, commençant à s'évaporer en faible quantité dès la fin du dépôt disparaissent lors d'un étuvage de 15 minutes à 120°C dans une étuve ventilée. Dans tous les cas et particulièrement dans celui de dépôts très épais, la montée en température doit être contrôlée pour éviter l'apparition de fissures au sein des couches.

2. La cuisson

Cette ultime étape confère à une couche épaisse sérigraphiée ses propriétés fonctionnelles.

Elle est généralement réalisée dans un four à passage comportant plusieurs zones de chauffe (Figure I. 13a). Ce four, de type industriel, ne permet toutefois pas une grande souplesse d'utilisation. Un autre type de four, possédant une zone de chauffe à gradient vertical de température, a été développé au laboratoire dans le cadre de nos travaux afin d'assurer (Figure I. 13b) :

- une plus grande souplesse d'utilisation, compatible avec du prototypage,
- un meilleur contrôle des profils de température grâce au pilotage en temps réel du déplacement des échantillons,
- un meilleur contrôle des atmosphères de cuisson.

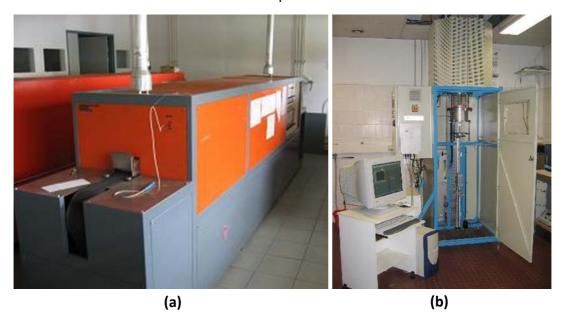


Figure I. 13. Photographies de fours de cuisson de couches épaisses : a) four à passage, (b) four à gradient vertical

Généralement, un cycle de cuisson classique dure environ une heure et comprend trois étapes principales (Figure I. 14):

- une montée en température à une vitesse comprise entre 30 et 50°C/min jusqu'à la température de palier. De la température ambiante à 500°C, l'élimination des liants organiques se fait sous condition d'un apport suffisant en oxygène et d'une bonne circulation gazeuse pour éliminer les produits du déliantage. Entre 500°C et la température de palier les processus de ramollissement du verre et de frittage s'amorcent.

- un palier de cuisson de 10 à 15 minutes à une température comprise entre 850 et 950°C pour des encres " classiques ". Lors de cette étape, le frittage se poursuit tandis qu'une interaction chimique entre le substrat et la couche est initiée par la présence des liants vitreux ou oxydes.
- une descente en température à une vitesse comprise entre 30 et 50°C/min
 Durant cette dernière étape, la phase vitreuse se solidifie progressivement et assure le scellement de la couche sur le substrat.

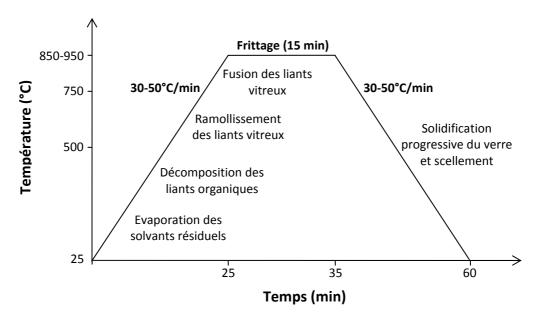


Figure I. 14. Cycle de cuisson classique d'une encre de sérigraphie " minérale "

D. Conclusion

La technique de sérigraphie "standard" que nous venons de décrire permet de fabriquer des composants mono ou multicouches dont l'adhérence au substrat est souhaitée. D'abord utilisée comme simple outil de fabrication de composants passifs, la couche épaisse a connu une première évolution vers la mise en valeur des propriétés de matériaux par la fabrication de composants divers (capteurs, varistances, éléments chauffants, etc). Une autre évolution a consisté à ajouter une étape supplémentaire au procédé standard : un pressage mécanique de la couche avant cuisson afin d'augmenter sa compacité [42].

En revanche, il est à noter que le composant partiellement libéré pour être actionné indépendamment du substrat, constitue "l'élément bloquant" pour le développement futur

de microsystèmes sérigraphiés. Nous nous proposons d'adapter la technologie couche épaisse "standard" à la fabrication de couches libérées ou "suspendues".

II. Nouveau procédé de fabrication de microstructures partiellement libérées en technologie couche épaisse

Le principe est de désolidariser partiellement une couche épaisse "structurale" de son support en y déposant préalablement une couche temporaire d'épaisseur calibrée appelée couche sacrificielle qui, après frittage ou cofrittage de l'ensemble, est enlevée par dissolution, traitement thermique, ultrasons, etc. ou combinaison de ces procédés. Dans un premier temps, l'optimisation du procédé nécessite de prendre en compte le rôle joué par la couche sacrificielle et sa préparation. Dans un deuxième temps, une étude de faisabilité de couches structurales d'or libérées a été entreprise.

A. Description du procédé

Le nouveau procédé comporte trois étapes fondamentales (Figure I. 15) :

- le dépôt et la consolidation de la "couche épaisse sacrificielle"
- le dépôt et la cuisson des couches structurales d'or
- l'élimination de la "couche sacrificielle"

B. Rôle de la couche sacrificielle

Afin de répondre aux exigences de la technologie couche épaisse, la couche sacrificielle doit :

- servir de support mécaniquement stable pendant les dépôts ultérieurs des couches structurales
- se comporter comme un support mécanique stable pendant toute la durée de la cuisson des couches structurales
- présenter une compatibilité chimique avec les couches structurales, notamment pendant la cuisson
- avoir des propriétés thermomécaniques compatibles avec celles des couches structurales et du substrat
- posséder un bon état de surface

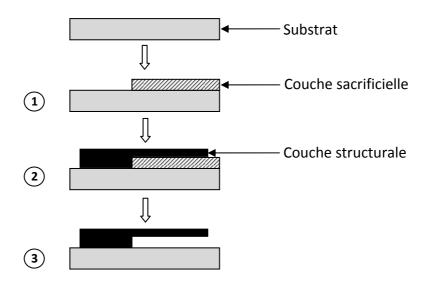


Figure I. 15. Etapes du procédé de la couche sacrificielle

De plus, les différents constituants de la couche sacrificielle doivent pouvoir être mis sous forme d'encre sérigraphiable et être éliminés le plus facilement possible par voie chimique et/ou physique en fin de procédé sans altération des couches structurales.

Compte tenu de ces différents critères, nous nous sommes orientés vers le mélange d'une encre polymère thermodurcissable avec une poudre minérale. En effet, quelle que soit la base polymère choisie, sa température de décomposition thermique ne peut dépasser 550°C ce qui signifie qu'un tel matériau ne peut pas, seul, répondre au critère de support mécaniquement stable lors de la cuisson des couches structurales qui a lieu entre 750 et 950°C. La phase minérale, incluse dans la composition de l'encre sacrificielle, doit alors rester stable jusqu'à ces températures.

C. Choix de la base polymère

Parmi les polymères thermodurcissables pouvant servir de base à une encre de sérigraphie, une résine époxy offre le meilleur compromis entre :

- une bonne compatibilité chimique avec les autres matériaux
- la facilité d'application par sérigraphie
- une bonne tenue en température

1. Rappels sur les résines époxy

Les résines époxy font partie de la famille des résines thermodurcissables c'est-à-dire des polymères qui doivent être mis en forme avant d'être polymérisés à l'inverse des

thermoplastiques. Une fois polymérisées, les résines thermodurcissables ne peuvent plus être fondues mais seulement décomposées thermiquement. En général, leur état liquide visqueux les rend parfaitement compatibles avec la technique de sérigraphie.

a) Composition

Les résines époxy, comme la plupart des résines thermodurcissables, sont composées [43] :

- d'un prépolymère qui est la base moléculaire de la résine
- d'un agent durcisseur qui va permettre la réticulation de la résine lui donnant ainsi sa forme finale

Généralement, les résines époxy utilisées dans l'industrie sont basées sur le prépolymère **DiG**lycidyl**E**ther de **B**isphénol **A** (DGEBA), premier constituant à être apparu sur un marché dont il occupe encore 95% des parts. Sa formule développée est présentée Figure I. 16. Il existe plusieurs types de durcisseurs : amines aliphatiques, amines aromatiques et anhydrides d'acide. Par rapport aux autres durcisseurs, ce dernier possède plusieurs avantages :

- polymérisation faiblement exothermique
- très faible retrait lors de la polymérisation
- faible viscosité
- longue durée de conservation
- bonne compatibilité chimiques avec les autres matériaux
- bonne tenue en température

b) Réticulation

La réticulation (ou polymérisation) par des anhydrides d'acides des résines époxy basées sur le prépolymère DGEBA est controversée car elle met en jeu des réactions qui sont en compétition, l'importance de chacune dépendant entre autres du degré de polymérisation du prépolymère DGEBA et du rapport prépolymère/durcisseur [44]. Cependant, il est communément admis que les deux réactions prépondérantes lors de cette réticulation sont de type esthérification et étherification.

Le mécanisme réactionnel complet est présenté Figure I. 17, la première étape est la

Figure I. 16. Formule semi-développée du diglycidyléther de bisphénol A (DGEBA)

formation d'un ester à partir d'une fonction époxy du DGEBA et d'un alcool secondaire également présent grâce à la fonction alcool localisée sur la molécule DGEBA (réaction 1).

Figure I. 17. Mécanismes réactionnels de la réticulation par un anhydride d'acide d'une résine époxy basée sur le prépolymère DGEBA

Ce demi-ester réagit ensuite avec une autre fonction époxy pour donner un diester (réaction 2). Des réactions d'éthérification mettant en jeu des fonctions époxy et des alcools secondaires (réaction 3) peuvent rentrer en compétition avec les esthérifications. La réaction globale de polymérisation d'un prépolymère DGEBA par un anhydride d'acide peut être catalysée notamment par des composés du type base de Lewis.

a) Choix de la résine utilisée dans le procédé

Parmi les différents produits commercialisés, notre choix s'est porté sur une résine époxy

monocomposante que nous appellerons EPO1 dans la suite de cette étude. Cette dernière contenant le prépolymère DGEBA et un durcisseur de type anhydride d'acide, présente des propriétés rhéologiques compatibles avec la sérigraphie.

2. Caractérisation physique de la résine

Afin de comprendre et de localiser les étapes fondamentales de la décomposition thermique de la résine époxy, une analyse thermogravimétrique sous air (ATG)¹ a été réalisée à l'aide d'une thermobalance SETARAM TAG 2400 sur des échantillons de résine polymérisés à 125°C pendant 25 minutes. Le résultat, présenté Figure I. 18, laisse apparaître un début de décomposition thermique de la résine à partir de 275°C après un départ des solvants vers 100°C.

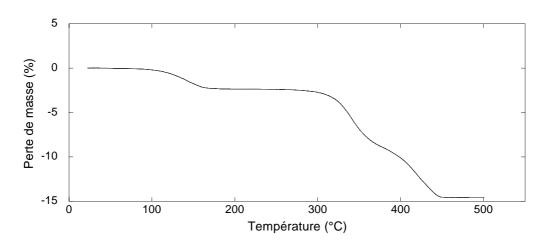


Figure I. 18. Analyse thermogravimétrique sous air de la résine époxy EPO 1 polymérisée

D. Choix de la partie minérale

Les deux principaux critères qui interviennent principalement dans le choix de la partie minérale contenue dans la couche sacrificielle sont :

- sa facilité d'élimination en fin de procédé
- sa stabilité physico-chimique (réactivité, point de fusion...) lors du traitement thermique à l'issue de laquelle peut être effectué le choix du matériau

1. Critères d'élimination de la couche sacrificielle

Comme en technologie silicium, deux types d'élimination de la couche sacrificielle peuvent

٠

¹ Réalisée à l'ICMCB par M. Dominique DENUX

être envisagés :

- une élimination par voie humide : dissolution en milieu liquide (acide, basique...)
- une élimination par voie sèche : plasma réactif ou non (ou combinaison des deux)

Pour des raisons de coût et de simplicité de mise en œuvre, la voie humide a été privilégiée dans ce travail.

a) Mécanismes de dissolution par voie humide

Plusieurs mécanismes peuvent intervenir lors de la dissolution d'un matériau solide dans un milieu liquide. Nous pouvons classer ces mécanismes en deux catégories :

- solubilisation du solide (ou soluté) dans le liquide (ou solvant)
- réaction entre le solide et les ions réactifs présents dans le liquide (réaction acido-basique ou d'oxydoréduction)

La première catégorie ne peut concerner que des solides ioniques c'est-à-dire des matériaux dont la cohérence est assurée par l'interaction électrostatique entre les ions dont ils sont constitués. Ce n'est pas ce type de mécanisme qui est mis en jeu dans les procédés de gravure humide appliqués en technologie silicium où les couches sacrificielles les plus courantes sont des composés à liaisons covalentes ou métalliques. Le deuxième type de mécanisme est celui employé aujourd'hui en gravure humide notamment en fabrication silicium. Deux types de réactions peuvent être utilisés, une réaction acido-basique ou une oxydo-réduction. Lorsque le matériau à éliminer est un métal, ce sont généralement des réactions d'oxydoréduction qui interviennent même si la solution utilisée est un acide. En effet, les ions H⁺ présents dans une solution acide interviennent en tant qu'oxydant dans le couple oxydant/réducteur H⁺/H₂ dont le potentiel, pris comme référence dans l'échelle des potentiels d'oxydoréduction, est fixé à zéro (Figure I. 19). Ainsi, des métaux comme le fer, le nickel ou l'aluminium, qui participent à des couples dont le potentiel standard d'oxydoréduction est inférieur à 0, seront, en solution acide, dissouts par des phénomènes d'oxydoréduction.

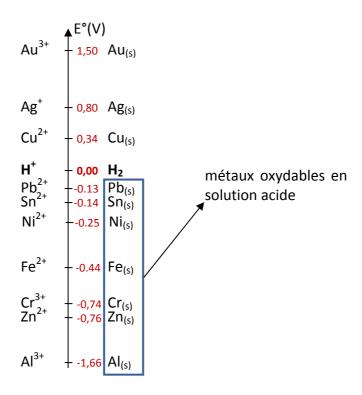


Figure I. 19. Potentiels d'oxydoréduction standards de quelques couples mettant en jeu les principaux métaux

Dans le cas de matériaux isolants, c'est plus souvent une réaction de type acide-base qui permet la dissolution car il ne peut pas y avoir d'échange d'électrons à la surface. L'exemple le plus significatif est la dissolution de la silice (SiO₂) par l'acide fluorhydrique (HF) où successivement la dissociation de HF et la recombinaison du fluor avec le silicium permet, sans transfert d'électrons, de dissoudre la silice. Plus généralement l'acide fluorhydrique est largement utilisé, seul ou mélangé à d'autres acides, pour dissoudre tout type de couche sacrificielle. Cependant, l'utilisation de solutions aussi agressives nécessite l'incorporation de masques pour protéger les couches structurales ce qui rajoute des étapes et complique le procédé. La solution qui peut donc être envisagée dans un premier temps est l'utilisation d'un matériau que l'on peut dissoudre par solubilisation dans l'eau.

b) Matériaux solubles dans l'eau

Les sels ioniques peuvent être décrits comme l'association d'un cation et d'un anion tous deux mono ou polyatomiques. La solubilité de ces composés dans l'eau peut être prévue par des règles s'appuyant sur le caractère acido-basique des ions constituants le solide [45]. La tendance acide d'un cation est sa capacité à attirer à lui les paires d'électrons libres de l'atome d'oxygène des molécules d'eau. En effet, pour compenser la diminution de densité

électronique autour de l'atome d'oxygène, les électrons des autres liaisons O-H formant la molécule d'eau vont être déplacés vers celui-ci allant jusqu'à provoquer la rupture d'une liaison O-H. Cette "hydrolyse" de l'eau provoque la recombinaison d'un ion H⁺ avec une autre molécule H₂O pour finalement former l'ion H₃O⁺ caractéristique d'une solution acide. De même lorsqu'un anion est mis en solution il s'entoure de molécules d'eau et attire cette fois-ci à lui l'extrémité positive du dipôle qu'est l'eau (atome d'hydrogène) allant encore une fois jusqu'à provoquer une rupture de la liaison O-H pour s'approprier l'atome d'hydrogène. La molécule restante en solution est donc HO⁻ ce qui est caractéristique cette fois-ci d'une solution basique. Ainsi, les cations peuvent être groupés en 6 catégories : cations non acides, cations très faiblement acides, cations fortement acides et cations très fortement acides. De même les anions peuvent être regroupés en 4 catégories : anions non basiques, anions très faiblement basiques, anions modérément basiques et anions très fortement basiques. Cette répartition permet de dresser un tableau où, en croisant ces différentes catégories, on peut définir des règles de solubilité. Ainsi, les composés solubles sont à rechercher parmi les combinaisons suivantes :

- association entre un cation non acide et un anion appartenant aux catégories très faiblement basique, modérément basique ou très fortement basique.
- association entre un anion non basique et cation appartenant aux catégories très faiblement acide, faiblement acide, modérément acide, fortement acide ou très fortement acide.

Quelques règles générales peuvent être déduites de cette classification :

- les sels de sodium Na⁺, de potassium K⁺ et d'ammonium NH₄⁺ sont solubles
- les acétates CH₃COO, les perchlorates ClO₄ et les nitrates NO₃ sont solubles
- les sels d'argent (I), de mercure (I) et de plomb (II) sont très peu solubles
- les chlorures, les bromures et les iodures sont très peu solubles
- les carbonates CO_3^{2-} , les sulfures S^{2-} , les oxydes et les hydroxydes sont très peu solubles
- les sulfates sont solubles sauf BaSO₄ et CaSO₄

Les solides ioniques solubles en milieu aqueux sont donc nombreux mais dans cette étude, le deuxième principal critère de sélection du matériau " sacrificiel " à savoir sa stabilité physicochimique avec la température, restreint fortement le choix.

2. Choix du matériau

Etant fortement solubles dans l'eau, tous ces composés présentent l'inconvénient d'être hygroscopiques. L'humidité contenue dans la poudre et dans l'atmosphère peuvent ensuite avoir un effet néfaste sur le comportement rhéologique de la résine époxy. En effet, l'agent durcissant de type anhydride utilisé dans notre résine époxy est extrêmement sensible à la présence d'eau avec laquelle il réagit fortement. Des essais de fabrication d'encre ont été effectués avec NaCl et MgSO₄. Fortement hygroscopiques, ces poudres ont permis de vérifier l'impact de l'humidité sur le comportement de la résine époxy à travers des mesures de viscosité présentées Figure I. 20. Dans les deux cas (époxy/NaCl et époxy/MgSO₄) on peut voir que le comportement de l'encre est de type rhéoépaississant : la viscosité de l'encre augmente drastiquement avec la vitesse de cisaillement jusqu'à atteindre une valeur infinie rendant impossible toute utilisation de cette encre en sérigraphie. Ceci nous amène à envisager l'utilisation de composés moins sensibles à l'humidité qualifiés de "très faiblement solubles " dans le paragraphe précédent mais dont on peut, dans certains cas, facilement augmenter la solubilité. Parmi ces composés, les carbonates et les oxydes sont les seules familles où l'on trouve des matériaux à haut point de fusion. Dans le cas des carbonates, seuls les carbonates de métaux alcalins sont fortement solubles dans l'eau mais en revanche leurs températures de fusion dépassent difficilement 800°C. Pour trouver des carbonates ayant de plus hauts points de fusion, il faut se tourner vers les carbonates d'alcalino-terreux MCO₃ (M=Mg, Ca, Sr ou Ba) dont les températures de fusion sont données dans le Tableau I. 2. Par rapport à d'autres matériaux plus réfractaires comme les oxydes, l'intérêt de ces composés apparaît à l'étape de dissolution.

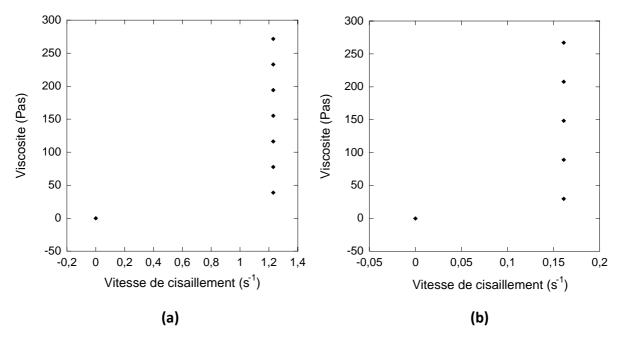


Figure I. 20. Mesures de viscosité d'une encre de sérigraphie préparée à partir de (a) NaCl et (b) MgSO₄

Tableau I. 2. Température de fusion des principaux carbonates d'alcalino-terreux

Carbonate	Température de		
Carbonate	fusion (°C) [46]		
MgCO ₃	350		
CaCO ₃	850		
SrCO₃	1100		
BaCO₃	1740		

$$HCO_3^- + H_3^0 \Leftrightarrow H_2CO_3 + H_2^0$$
 (2)

$$H_2CO_3 \Leftrightarrow CO_{2(g)} + H_2O$$
 (3)

dont le bilan global est :

$$MCO_{3(s)} + 2H_3O \stackrel{+}{\Leftrightarrow} M \stackrel{2+}{\longleftrightarrow} + CO_{2(g)} + 3H_2O$$
 (4)

Selon le principe de Le Chatelier, l'évaporation continue du dioxyde de carbone provoque un déplacement de l'équilibre (4) vers la droite et contribue ainsi à maintenir une vitesse de réaction constante jusqu'à l'élimination totale du carbonate.

Parmi les carbonates présentés dans le Tableau I. 2, notre choix s'est porté sur le carbonate de strontium dont la température de fusion est compatible avec les applications envisagées (T<1000°C).

E. Etude de faisabilité de couches épaisses libérées

Après avoir défini les différents composants de l'encre utilisée pour la réalisation de la couche sacrificielle résine époxy EPO1 + carbonate de strontium, nous nous proposons d'étudier la faisabilité de couches libérées avec le procédé de dépôt décrit précédemment. Cette étude comporte :

- une étape de mise en encre
- une étape de dépôt et de polymérisation de la couche sacrificielle
- une étape de dépôt de la couche structurale
- une cuisson finale

1. Elaboration de l'encre de la couche sacrificielle

La mise en encre fait intervenir deux constituants, la poudre minérale et la phase organique, devant être traités avec la même attention.

a) Préparation de la poudre

La poudre minérale choisie est le carbonate de strontium SrCO₃ (Carlo Erba reagenti, pureté : 99%). Pour respecter le critère de support mécanique évoqué précédemment, la couche sacrificielle doit présenter la meilleure compacité possible pendant la cuisson et particulièrement après le départ de la phase organique. En effet, l'efficacité de l'élimination finale n'est pas basée sur la morphologie de la couche mais sur la nature du matériau. Ainsi, la poudre doit être préparée à la mise en encre en s'attachant à respecter les conditions requises pour toute poudre incorporée dans une encre de sérigraphie [41] :

- des formes de grain sphériques ou sphéroïdales doivent être favorisées
- pour traverser l'écran facilement, les particules ne doivent pas dépasser 15 $$\mu m$$

- les agglomérats doivent être évités pour des raisons de facilité d'impression et pour ne pas nuire à l'état de surface de la couche sacrificielle après polymérisation

Une étude granulométrique a été effectuée sur la poudre de carbonate de strontium à l'aide d'un granulomètre laser Malvern Mastersizer 2000^2 dont la longueur d'onde est de 630 μ m. Les résultats sont reportés Figure I. 21a. On peut noter que plusieurs populations de particules coexistent :

- la poudre d'origine présente une répartition bimodale. Une population de particules est centrée autour de 0.7 μ m et l'autre autour de 5.5 μ m.
- des agglomérats de particules dont la taille est centrée autour de 580 μ m Pour supprimer les agglomérats, un tamisage à 31 μ m a été effectué sur la poudre de départ. L'analyse granulométrique montre alors la disparition des agglomérats (Figure I. 21b). Si l'on rajoute des ultrasons pendant l'analyse on peut même observer un décalage du pic correspondant à la population initialement centrée autour de 5.5 μ m (Figure I. 21c). Ceci signifie qu'il reste encore des agglomérats dans la poudre tamisée. La poudre finale présente donc une répartition granulométrique quasi unimodale centrée autour de 3 μ m parfaitement compatible avec la préparation d'une encre de sérigraphie (Figure I. 21c).

a) Mise en encre du carbonate SrCO₃

Le mélange des phases organique et minérale s'effectue dans un mortier en ajoutant progressivement la poudre de SrCO₃ à la résine époxy EPO1. A la fin de cette étape, les agglomérats existant encore dans l'encre sacrificielle sont éliminés en passant l'encre au broyeur à boule pendant 12h. Cette opération permet également d'homogénéiser l'encre sérigraphiable. Les mesures de viscosité réalisées à l'aide d'un viscosimètre plan-cône CARRIMED et présentées Figure I. 22 ont été effectuées sur l'encre "SrCO₃ sacrificielle" optimisée contenant 55% massique de SrCO₃. A titre de comparaison avec le comportement rhéologique d'une encre commerciale, nous avons également reporté Figure I. 22 les mesures de viscosité effectuées sur deux encres commerciales : une encre d'argent (ESL9912A, Annexe 1) et une encre d'or (ESL8836, Annexe 1). Pour qu'une encre soit sérigraphiable, sa viscosité doit devenir inférieure ou égale à 50 Pa.s sous un cisaillement

-

² réalisée à l'ICMCB par M. Jean-Louis BOBET

supérieur ou égal à 100 s^{-1} qui correspond au passage de l'encre à travers les mailles de l'écran.

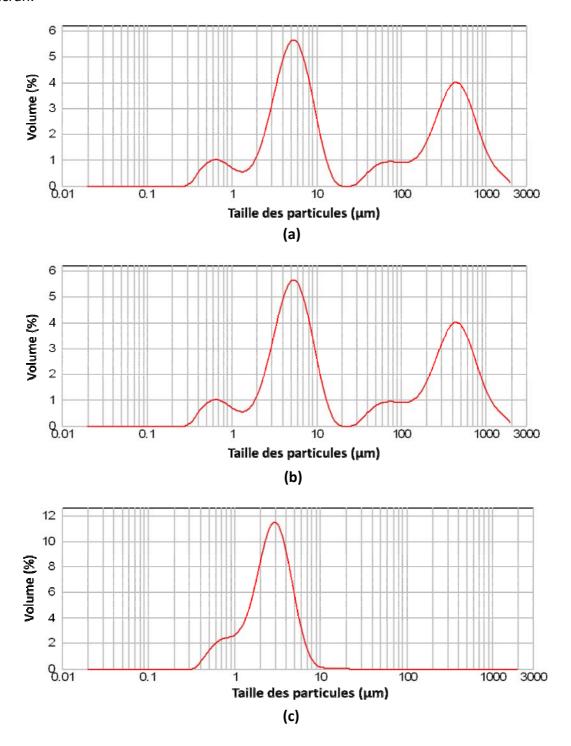


Figure I. 21. Analyses granulométriques de la poudre $SrCO_3$ (a) avant traitement, (b) après tamisage à 31 µm, (c) après tamisage à 31 µm et avec ultrasons

Cette zone a été hachurée Figure I. 22 et on peut constater que l'encre "SrCO₃ sacrificielle", comme les deux encres commerciales, présente une viscosité à l'intérieur de cette zone au-

delà d'un cisaillement égal à 100 s⁻¹. La proportion de 55% massique de SrCO₃ a été optimisée par des essais visant à minimiser la quantité de phase organique qui peut provoquer, par son départ lors du traitement thermique, l'apparition de porosité résiduelle dans les couches structurales. A la fin de cette étape, l'encre de la couche sacrificielle est alors prête à être employée.

2. Dépôts de la couche sacrificielle et des couches structurales d'or

Afin de tester la faisabilité du procédé, nous avons dans un premier temps réalisé des échantillons en utilisant le protocole et les motifs représentés schématiquement Figure I. 23. Le composant choisi pour ce premier test de faisabilité est une simple languette en or en forme de poutre. La première étape est le dépôt de la couche sacrificielle à travers un écran de 70 mesh, permettant ainsi de déposer une couche épaisse de dimensions 3mm×8mm×40µm. L'étape suivante est la polymérisation de la couche sacrificielle qui s'effectue en étuve avec un palier de 25 minutes à 125°C. Afin de connaître l'état de surface de la couche sacrificielle après la polymérisation, des cartographies ont été réalisées à l'aide d'un profilomètre laser Altisurf 5 (Altiprobe).

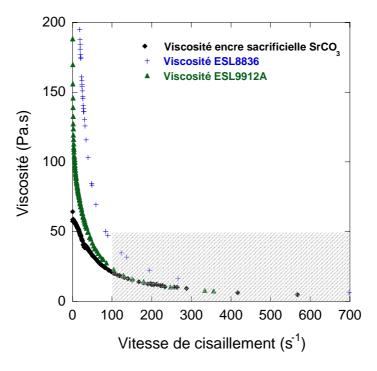


Figure I. 22. Mesure de viscosité des encres "SrCO₃ sacrificielle", Ag ESL9912A et Au ESL8836

Le principe du profilomètre est basé sur la focalisation d'un faisceau laser à la surface de l'échantillon. Le déplacement de la lentille utilisée pour cette focalisation permet de remonter à la topologie de surface des échantillons pour des aspérités de hauteur comprise entre quelques centaines de nanomètres et 300 μm, ce avec un pas inférieur ou égal à 1 μm. Les résultats des cartographies effectuées sur des couches "SrCO₃ sacrificielles" préparées à partir des poudres de SrCO₃ non broyées et broyées, puis polymérisées, sont présentées respectivement Figure I. 24 et Figure I. 25. Les relevés de profil montrent nettement l'influence favorable du broyage et du tamisage de SrCO₃ sur la rugosité des couches sacrificielles. La dernière étape est le dépôt de la couche structurale en or de dimensions 1mm×9,5mm×15μm pour laquelle un écran 325 mesh a été utilisé.

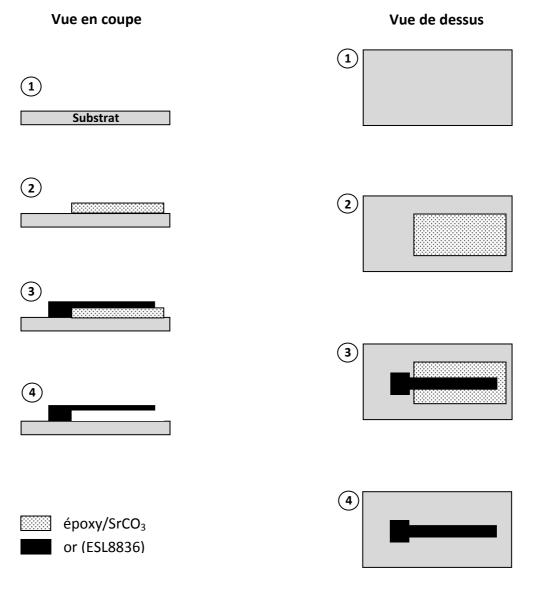
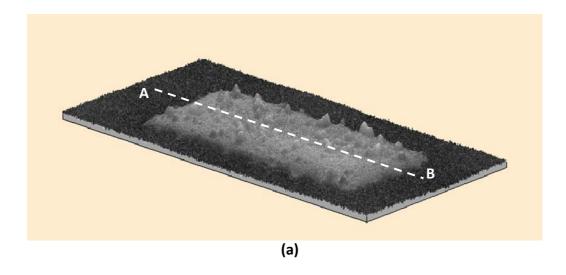


Figure I. 23. Premier test de faisabilité de microstructure libérée



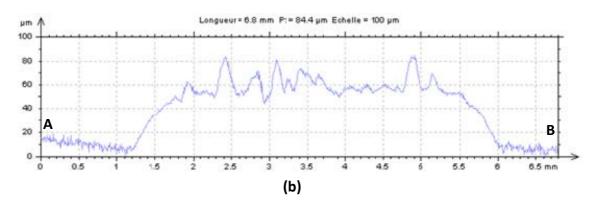
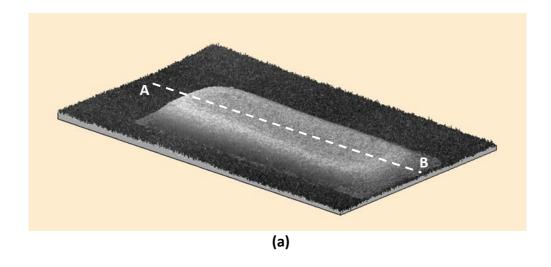


Figure I. 24. Mesures de profilométrie effectuées sur une couche sacrificielle déposée à partir d'une encre [SrCO₃ (non tamisé)/résine EPO1] non broyée : (a) image de synthèse reconstituée à partir du profil de surface, (b) profil AB

3. Cuisson et élimination de la couche sacrificielle

Après étuvage de la couche structurale d'or pendant 20 minutes à 125°C, la cuisson du composant est effectuée en suivant le profil de température décrit Figure I. 26. La première rampe de température de l'ambiante à 450°C se fait à une vitesse de montée de 10°C/min. Ainsi, la décomposition thermique de la résine se produit le plus lentement possible pour ne pas dégrader les couches structurales. Un palier de 10 min est ensuite effectué à 450°C, température à laquelle le taux de décomposition de la résine époxy est maximal. Une rampe de 20°C/min permet ensuite d'atteindre 850°C où un palier de 15 minutes est effectué avant une descente à 20°C/min. Après cuisson, le carbonate SrCO₃ contenu dans la couche sacrificielle est éliminé en 5 minutes dans une solution d'acide phosphorique de concentration 0,5 mol.L⁻¹.



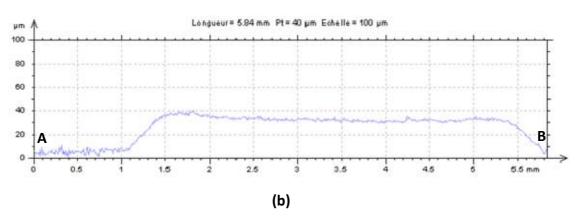


Figure I. 25. Mesures de profilométrie effectuées sur une couche sacricielle déposée à partir d'une encre [SrCO₃ (tamisé)/résine EPO1] broyée pendant 12h (broyeur à boule) : (a) image de synthèse reconstituée à partir du profil de surface, (b) profil AB

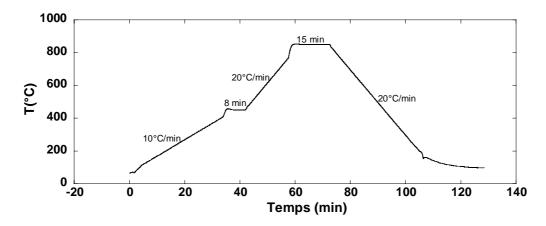


Figure I. 26. Profil de cuisson de la couche structurale en or

La concentration de cette solution acide peut être choisie en fonction du calcul de l'influence du pH sur la solubilité du carbonate de strontium (Annexe 2). On peut ainsi montrer qu'en dessous de pH=3, la solubilité dépasse 870 g/mol. Nous avons donc choisi d'utiliser une solution d'acide phosphorique à 0.5 mol.L⁻¹ (pH=1,2) de manière à éliminer le carbonate sans attaque apparente des couches structurales.

Les Figure I. 27a et b montrent respectivement une photographie de la micropoutre d'or obtenue et une coupe MEB attestant de l'élimination complète de la couche sacrificielle.

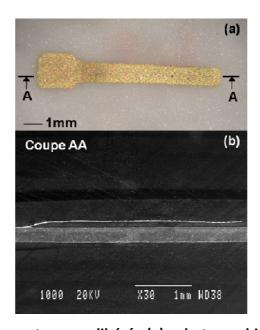


Figure I. 27. Micropoutre en or libérée (a): photographie, (b) coupe MEB

Comme il a été rappelé au paragraphe Partie 2.II.E.1, un des paramètres clefs du procédé est la qualité de surface de la couche sacrificielle qui doit être la plus proche possible de celle d'un substrat classique. Afin d'évaluer l'effet de la topologie de surface de la couche sacrificielle sur la couche structurale d'or nous avons effectué des mesures de profilométrie sur les surfaces inférieure et supérieure de la languette en or (Figure I. 28). A partir des profils 2D présentés Figure I. 28c et Figure I. 28d il est possible de calculer le paramètre de rugosité R_a des surfaces supérieure et inférieure de la languette en or. Le principe de calcul de ce paramètre, très utilisé pour quantifier la rugosité, est reporté en Annexe 3. Les résultats suivant :

- $Ra = 1.0 \ \mu m$ pour la surface inférieure de la languette
- $Ra = 1.2 \mu m$ pour la surface supérieure de la languette

montrent la faible rugosité des surfaces de la languette d'or notamment celle de la surface inférieure qui confirme le bon état de surface de la couche sacrificielle observé Figure I. 25a.

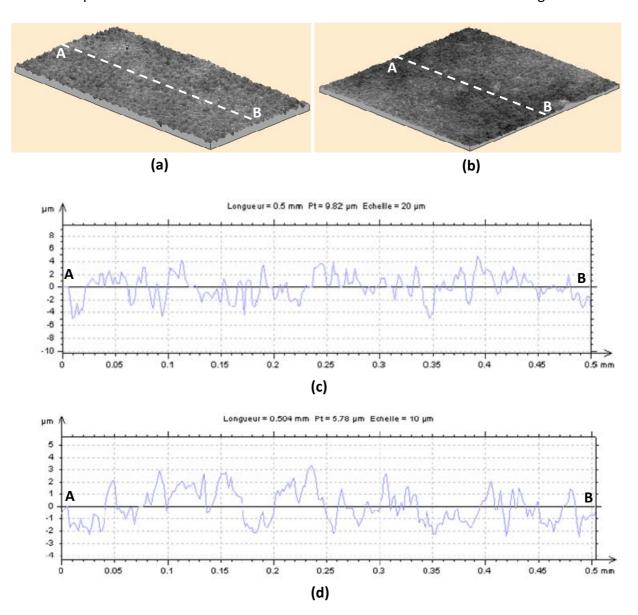


Figure I. 28. Mesures de profilométrie effectuées sur la languette d'or (a) image de synthèse reconstituée à partir du profil de la surface supérieure, (b) image de synthèse reconstituée à partir du profil de la surface inférieure, (c) profil AB (surface supérieure), et (d) profil AB (surface inférieure)

III. Optimisation du procédé

Nous avons vu dans le paragraphe précédent que la couche sacrificielle pouvait être utilisée sans problème jusqu'à une température de 850°C sous air. Il est en réalité possible d'utiliser le carbonate de strontium jusqu'à la température de décarbonatation du carbonate de

strontium (~900°C). Ce phénomène bien connu apparaît lorsqu'un carbonate est porté à haute température, la réaction est la suivante :

$$MCO_3 \longrightarrow MO + CO_{2(g)}$$

Lorsque M est choisi parmi les familles de métaux alcalins et alcalino-terreux la température de début de décomposition varie très fortement en fonction de la nature du métal. En effet, les carbonates sont des solides ioniques donc la structure dépend de l'interaction entre l'ion M²⁺ et l'ion CO₃²⁻. Selon sa densité de charge, l'ion M²⁺ va ainsi plus ou moins délocaliser les électrons des paires non-liantes d'un atome d'oxygène de l'ion CO₃²⁻ créant avec lui une liaison plus ou moins forte. A haute température c'est donc préférentiellement une liaison C-O qui va être détruite pour former CO₂ d'une part et MO d'autre part, la température à laquelle aura lieu cette cassure dépend de la polarisation de l'ion CO₃²⁻. Ainsi, des cations de petites tailles qui ont une densité de charge importante délocalisent les électrons d'un atome d'oxygène affaiblissant de cette façon considérablement la liaison C-O qui devient facile à casser à relativement basse température. En revanche pour de gros cations ayant une faible densité de charge, les électrons de l'atome d'oxygène sont peu délocalisés. La liaison C-O du carbonate reste forte et nécessite donc de plus hautes températures pour être rompues. On peut donc comprendre aisément qu'au sein des groupes I et II de la classification périodique des éléments, la température de décomposition des carbonates augmente au fur et à mesure que l'on descend dans la colonne. A titre d'exemple, nous avons reporté Tableau I. 3 les températures de décarbonatation des carbonates de métaux alcalino-terreux, composés qui nous intéressent plus particulièrement dans cette étude.

Tableau I. 3. Température de décarbonatation des carbonates de métaux alcalino-terreux

Carbonate	Température de décarbonatation (°C)		
MgCO ₃	400		
CaCO ₃	600		
SrCO₃	850		
$BaCO_3$	1050		

Dans notre cas, la plupart des études montrent que SrCO₃ commence à subir une décarbonatation à environ 950°C [46] même si cette température reste difficile à déterminer

avec précision. La réaction qui nous intéresse est donc :

$$SrCO_3 \rightarrow SrO + CO_{2(g)} \tag{1}$$

La formation de SrO n'est pas gênante d'un point de vue procédé car bien qu'insoluble dans l'eau, l'oxyde de strontium, qui associe un cation (Sr²⁺) très faiblement acide (selon la classification de Wulfsberg [45]) et un oxoanion modérément basique ${\rm CO_3}^{2-}$, voit sa solubilité nettement améliorée dans une solution acide. Cependant, la formation de SrO peut favoriser l'interaction chimique avec les couches structurales en contact. Un moyen de contrôler la réaction de décarbonatation est d'introduire du dioxyde de carbone (CO₂) dans l'atmosphère. En effet, la présence de CO₂ modifie l'équilibre de la réaction de décarbonatation de SrCO₃. Ainsi, V. L'vov [47] a étudié l'influence de la pression partielle de CO₂ sur la décomposition des carbonates et il a pu montrer que le taux de décomposition des carbonates est proportionnel à l'inverse de la pression partielle de CO2. Cette hypothèse a été vérifiée pour CaCO₃ dans les travaux de Hyatt et al. [48]. Bien que cela n'ait pas réellement été étudié la quantité de CO2 influe également fortement sur la température de début de décomposition des carbonates. Pour trouver les meilleures conditions de frittage de nos composants, nous avons effectué des analyses thermogravimétriques de la couche sacrificielle époxy/SrCO₃ sous différents mélanges air+CO₂ allant de l'air ambiant (0.038% de CO₂) jusqu'à CO₂ pur. Bien que cette étude ait déjà été réalisée par Michel et al. [49] nous avons estimé nécessaire de refaire quelques analyses en utilisant notre propre poudre de carbonate de strontium mélangée à la résine époxy. Les résultats des analyses sont présentés Figure I. 29.

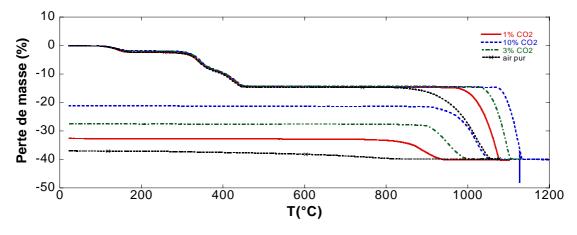


Figure I. 29. Analyses thermogravimétriques de la couche sacrificielle époxy/SrCO₃ sous différents mélanges air+CO₂

On note tout d'abord :

- une perte de masse correspondant au départ de la résine époxy à partir de 310°C constituant un décalage de 35°C par rapport aux études antérieures.
- sous air, la température de début de décomposition du carbonate de strontium est environ 850°C et non 950°C. Lorsque l'on passe de l'air ambiant à une atmosphère contenant 1% de CO₂, on voit que la température de début de décomposition est fortement décalée de 850°C à 975°C. Cette variation est moins importante lorsque l'on passe 1% à 3% de CO₂ dans l'air, quantité pour laquelle la température de début de décomposition est environ 1035°C. Enfin pour un mélange à 10% de CO₂, cette température passe à 1070°C.

Ainsi, dans la plupart de nos applications où la température de frittage n'excède pas 1000°C, un ajustement de la proportion de CO₂ entre 1 et 3% peut suffire à éviter la transformation du carbonate en oxyde et par voie de conséquence à réduire son interaction chimique hypothétique avec les couches structurales.

Conclusion

Afin d'offrir une solution complémentaire aux techniques de microfabrication existantes, notamment celles basées sur la technologie silicium, un nouveau procédé de fabrication de microsystèmes à été mis au point à partir de la technologie couche épaisse standard.

Ce procédé repose sur l'utilisation d'une couche sacrificielle composée d'une résine de type époxy chargée avec une poudre de carbonate de strontium. Cette composition mixte permet une bonne qualité de dépôt des couches structurales, un bon support mécanique à haute température et une élimination aisée de la partie minérale en fin de procédé. Le départ de cette dernière permet de libérer partiellement une couche épaisse de son substrat en créant un espace pouvant aller de quelques microns à plusieurs centaines de microns.

Ce procédé, utilisé pour libérer partiellement une languette en or du substrat, peut être optimisé grâce au contrôle de l'atmosphère. A haute température, la décarbonatation de SrCO₃ peut en effet être contrôlée en ajoutant à l'atmosphère de cuisson une quantité de CO₂ comprise entre 1 et 10%.

Bibliographie

- [1] H.C. NATHANSON, W.E. NEWELL, R.A. WICKSTROM et J.R. DAVIS JR, "The resonant gate transistor", IEEE Transactions on Electron Devices, vol. 14 (3), pp. 117-133, 1967.
- [2] R.T. HOWE et R.S. MULLER, "Resonant-microbridge vapor sensor", IEEE Trans. Electron Devices, vol. 33, pp. 499–506, 1986.
- [3] M. DE LABACHELERIE, "Techniques de fabrication des microsystèmes 1", traité EGEM, Ed. Lavoisier, 2004.
- [4] J. K. BHARDWAJ et H ASHRAF, "Advanced silicon etching using high-density plasmas", Proc. SPIE, vol. 2639, pp. 224-233, 1995.
- [5] J. LI, Q. X. ZHANG et A. Q. LIU, "Advanced fiber optical switches using deep RIE (DRIE) fabrication", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 102 (3), pp. 286-295, 2003.
- [6] G. PERREGAUX, S. GONSETH, P. DEBERGH, J.P. THIEBAUD et H. VUILLIOMENET, "Arrays of addressable high-speed optical microshutters", Proc. MEMS 2001, pp. 232-235, 2001.
- [7] H. ANDERSSON, W. VAN DER WIJNGAART, P. GRISS, F. NIKLAUS et G. STEMME, "Hydrophobic valves of plasma deposited octafluorocyclobutane in DRIE channels", Sensors and Actuators B: Chemical, vol. 75 (1-2), pp. 136-141, 2001.
- [8] J. AEBERSOLD, K. WALSH, M. CRAIN, M. VOOR, M. MARTIN, W. HNAT, J. LIN, D. JACKSON et J. NABER, "Design, modeling, fabrication and testing of a MEMS capacitive bending strain sensor", J. Phys.: Conf. Ser., vol. 34, pp. 124-129, 2006.
- [9] J. JANG et S. T. WERELEY, "Gaseous slip flow analysis of a micromachined flow sensor for ultra small flow applications", J. Micromech. Microeng., vol.17 (2), pp. 229-237, 2007.

- [10] C. KELLER et M. FERRARI, "Milli-scale polysilicon structures", Solid-State Sensor and Actuator Workshop Technical Digest, Hilton Head Island, USA, pp. 132-137, 1994.
- [11] E. H. KLAASSEN, K. PETERSEN, J. M. NOWOROLSKI, J. LOGAN, N. I. MALUF, J. BROWN, C. STORMENT, W. MCCULLEY et G. T. A. KOVACS, "Silicon fusion bonding and deep reactive ion etching; a new technology for microstructures", Proc. Int. Solid-State Sensors and Actuators Conf., Stockholm, pp. 556-559, 1995.
- [12] C.G. KELLER, "Microfabricated silicon high aspect ratio flexures for in-plane motion", Ph.D. Thesis, Dept. of Materials Science and Mineral Engineering, Univ. of Calif. at Berkeley, 1998.
- [13] C.G. KELLER et R.T. HOWE, "Hexsil tweezers for teleoperated micro-assembly", Proceedings IEEE Tenth Annual International Workshop on Micro Electro Mechanical Systems, pp. 72-77, 1997.
- [14] P. BLEY, W. BACHER, W. MENZ et J. MOHR, "Description of microstructures in LIGA-technology", Microelectronic Engineering, vol. 13 (1-4), pp. 509-512, 1991.
- [15] S. BALLANDRAS, S. BASROUR, L. ROBERT, S. MEGTERT, P. BLIND, M. ROUILLAY, P. BERNÈDE et W. DANIAU, "Microgrippers fabricated by the LIGA technique", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 58 (3), pp. 265-272, 1997.
- [16] W. QU, C. WENZEL et G. GERLACH, "Fabrication of a 3D differential-capacitive acceleration sensor by UV-LIGA", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 77 (1), pp. 14-20, 1999.
- [17] H-D. BAUER, W. EHRFELD, M. HARDER, T. PAATZSCH, M. POPP et I. SMAGLINSKI, "Polymer waveguide devices with passive pigtailing : an application of LIGA technology", Synthetic Metals, vol. 115 (1-3), pp. 13-20, 2000.

- [18] H. GUCKEL, K.J. SKROBIS, T.R. CHRISTENSON, J. KLEIN, S. HAN, B. CHOI, E.G. LOVELL et T.W. CHAPMAN, "Fabrication and testing of the planar magnetic micromotor", J. Micromech. Microengng., vol. 1 (3), pp. 135-138, 1991.
- [19] H. LEHR, S. ABEL, J. DOEPPER, W. EHRFELD, B. HAGEMANN, K-P. KAEMPER, F. MICHEL, C. SCHUL et C. THEURIGEN, "Microactuators as driving units for microrobotic systems" SPIE Proc., vol. 2906, pp. 202-210, 1996.
- [20] T.R. OHNSTEIN, J.D. ZOOK et J.B. STARR, "Micromechanical stepper motor", US patent 5,929,542, 1999.
- [21] E. TABAT et H. GUCKEL, "Single coil bistable, bidirectional micromechanical actuator", US patent 5,803,385, 1998.
- [22] C. G. KHAN MALEK, "SU8 resist for low-cost X-ray patterning of high-resolution, high-aspect-ratio MEMS", Microelectronics Journal, vol. 33 (1-2), pp.101-105, 2002.
- [23] J. HAGERHORST-TREWHELLA, J.D. GELORME, B. FAN, A. SPETH, D. FLAGELLO et M.M. OPRYSKO, "Polymeric optical waveguides", in Integrated optics and Optoelectronics, Proc. SPIE, vol. 1777, pp. 379-386, 1989.
- [24] V. SEIDEMANN, J. EDLER, S. BUTTGENBACH et H-D. STOLTING, "Linear variable reluctance (VR) micro motor with horizontal flux guidance: concept, simulation, fabrication and test TRANSDUCERS", International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, 12th, vol. 2, pp. 1415-1418, 2003.
- [25] S. TUOMIKOSKI et S. FRANSSILA, "Free-standing SU-8 microfluidic chips by adhesive bonding and release etching", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 120 (2), pp. 408-415, 2005.

- [26] J.C. RIBEIRO, G. MINAS, P. TURMEZEI, R.F. WOLFFENBUTTEL et J.H. CORREIA, "A SU-8 fluidic microsystem for biological fluids analysis", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 123-124, pp. 77-81, 2005.
- [27] G.C. HILL, R. MELAMUD, F.E. DECLERCQ, A.A. DAVENPORT, I.H. CHAN, P.G. HARTWELL et B.L. PRUITT, "SU-8 MEMS Fabry-Perot pressure sensor", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 138 (1), pp. 52-62, 2007.
- [28] M. FARSARI, F. CLARET-TOURNIER, S. HUANG, C. R. CHATWIN, D. M. BUDGETT, P. M. BIRCH, R. C. D. YOUNG et J. D. RICHARDSON, "A novel high-accuracy microstereolithography method employing an adaptive electro-optic mask", Journal of Materials Processing Technology, vol. 107 (1-3), pp. 167-172, 2000.
- [29] T. NAKAMOTO, K. YAMAGUCHI, P.A. ABRAHA et K. MISHIMA, "Manufacturing of three-dimensional micro-parts by UV laser induced polymerization", J. Micromech. Microeng., vol.6, pp. 240-253, 1996.
- [30] V. LOUBERE, S. MONNERET ET S. CORBEL, "Microstéréolithographie utilisant un écran générateur de masques", Revue Internationale de CFAO et d'Informatique Graphique, vol. 13, pp. 31-43, 1998.
- [31] S. L. JACESKO, T. JI, J. K. ABRAHAM, V. K. VARADAN et J. W. GARDNER, "Design of a microfluidic cell using microstereolithography for electronic tongue applications", Proc. SPIE, vol. 5055, pp. 147-153, 2003.
- [32] M. LAHTI et V. LANTTO, "Passive RF band-pass filters in an LTCC module made by fine-line thick-film pastes", Journal of the European Ceramic Society, vol. 21 (10-11), pp. 1997-2000, 2001.
- [33] M. MATTERS-KAMMERER, U. MACKENS, K. REIMANN, R. PIETIG, D. HENNINGS, B. SCHREINEMACHER, R. MAUCZOK, S. GRUHLKE et C. MARTINY, "Material properties and RF

applications of high k and ferrite LTCC ceramics", Microelectronics and Reliability, vol. 46 (1), pp. 134-143, 2006.

- [34] M. GONGORA-RUBIO, L. M. SOLÁ-LAGUNA, P. J. MOFFETT et J. J. SANTIAGO-AVILÉS, "The utilization of low temperature co-fired ceramics (LTCC-ML) technology for meso-scale MEMS a simple thermistor based flow sensor", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 73 (3), pp. 215-221, 1999.
- [35] G. STECHER, "Free supporting structures in thick film technology: a substrate integrated sensor", Proc. 8th European Microelectronics Conf., Stuttgart, pp. 421-427, 1987.
- [36] C.B. SIPPOLA et C.H. AHN, "A thick-film screen-printed ceramic capacitive pressure microsensor for high temperature applications", Journal of Micromechanics and Microengineering, vol. 16, pp. 1086-1091, 2006.
- [37] P. ESPINOZA-VALLEJOS, J. ZHONG, M. GONGORA-RUBIO, L. SOLA-LAGUNA et J.J. SANTIAGO-AVILES, "The measurement and control of sagging in meso electromechanical LTCC structures and systems", MRS Conf. Proc., vol. 518, pp. 73-79, 1998.
- [38] H. BIROL, T. MAEDER et P. RYSER, "Processing of graphite-based sacrificial layer for microfabrication of low temperature co-fired ceramics (LTCC)", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 130-131, pp. 560-567, 2006.
- [39] F. MENIL, H. DEBEDA et C. LUCAT, "Screen-printed thick-films: from materials to functionnal devices", Journal of European Ceramic Society, vol. 25, pp. 2105-2113, 2005.
- [40] M. PRUDENZIATI, "Thick film sensors", Handbook of sensors and actuators 1, ed. Elsevier Science BV, Amsterdam, 1994.
- [41] CHABLE Y., "Circuits hybrides à couches épaisses", ed. Masson, Paris, 1993.

- [42] S. GOUVERNEUR, C. LUCAT, F. MENIL et J.L. AUCOUTURIER, "New densification process of thick-films", IEEE Trans. Comp. Hyb. Manuf. Techno., CHMT 16, pp. 505-510, 1993.
- [43] Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, Volume 10, 5th Edition, 2005.
- [44] J. ROCKS, G. A. GEORGE et F. VOHWINKEL, "Curing kinetics and thermomechanical behaviour of co-anhydride cured aminoglycidyl epoxy resins", Polymer International, vol. 52 (11), pp. 1758-1766, 2003.
- [45] G. WULFSBERG, "Chimie inorganique: théories et applications", Dunod, 2002.
- [46] M. I. ZAKI, G. A. M. HUSSIEN et R. B. FAHIM, "A thermogravimetric study of the solid-state reaction between alumina and strontium carbonate", Journal of Thermal Analysis, vol. 30, pp. 129-134, 1985.
- [47] B. V. L'VOV, "Mechanism of thermal decomposition of alkaline-earth carbonates", Thermochimica Acta, vol. 303, pp. 161-170, 1997.
- [48] E. P. HYATT, I. B. CUTLER et M. E. WARDSWORTH, "Calcium carbonate decomposition in carbon dioxide atmosphere", Journal of American Ceramic Society, vol. 41, pp. 70-74, 1958.
- [49] A. MICHEL et J. BENARD, "Chimie minérale", Masson et Cie Ed., Paris, 1964.

CHAPITRE 2

REALISATION D'UN MICROACTIONNEUR THERMIQUE

Ce chapitre est consacré à la première application du nouveau procédé décrit dans le premier chapitre : l'actionneur thermique. Faisant partie des premiers MEMS fabriqués dans les années 90, ce composant a été largement étudié et constitue un parfait démonstrateur de la faisabilité du nouveau procédé de microfabrication. Après avoir présenté les travaux antérieurs dans la première partie du chapitre, la seconde partie traite de la réalisation d'actionneurs thermiques sérigraphiés à l'aide du procédé décrit dans le premier chapitre. Des caractérisations structurales de l'actionneur effectuées par imagerie optique et électronique sont également présentées. Une caractérisation fonctionnelle de l'actionneur thermique est ensuite effectuée par comparaison des déplacements mesurés de l'actionneur avec ceux simulés à partir d'un modèle analytique développé à l'origine pour des actionneurs thermiques en polysilicium. Cette étude du déplacement est complétée par une cartographie de la température dans l'actionneur réalisée d'une part en modélisation par éléments finis (FEM) et d'autre part grâce à des mesures par thermographie infrarouge. Enfin, des voies d'optimisation de ces nouveaux composants sont présentées en fin de chapitre.

Ces travaux ont fait l'objet d'une collaboration avec le Laboratoire Transferts Ecoulements Fluides Energétique (TREFLE) de l'Université Bordeaux 1 (MM. J.L. Battaglia et C. Pradère).

Partie 1. Travaux antérieurs

I. Etat de l'art

Parmi les MEMS, les actionneurs thermiques ont été développés pour combler certaines lacunes notamment celle de la force générée par les actionneurs électrostatiques. Parmi les principes d'actionnement thermique on trouve l'effet bilame, les alliages à mémoire de forme et l'actionnement thermopneumatique. A ces trois modes d'actionnement thermique, dont le principe est décrit succinctement dans les paragraphes suivants, vient s'ajouter celui de la dilatation thermique de géométries asymétriques qui est plus particulièrement décrit ici.

• Effet bilame

L'effet bilame est un des modes d'actionnement thermique les plus utilisés à l'heure actuelle [1-5]. Le principe est d'associer deux matériaux ayant des coefficients de dilatation différents puis de les soumettre à une élévation de température (Figure II. 1). La différence de dilatation entre les deux matériaux provoque une mise en compression de l'un des matériaux et finalement un mouvement global du composant destiné à relaxer les contraintes. Plus la différence entre les coefficients de dilatation des 2 matériaux est grande plus le déplacement est grand.

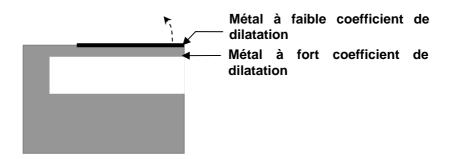


Figure II. 1. Actionneur thermique utilisant l'effet bilame

• Alliages à mémoire de forme

Certains alliages métalliques (Ni-Ti, Cu-Zn-Al, Cu-Al-Ni...) ont la propriété de retrouver leur forme originale lorsqu'ils sont chauffés après avoir été déformés à froid ce qui en fait de bons candidats pour l'actionnement thermique [6]. L'effet mémoire de forme repose sur l'existence d'une transformation de phase réversible de type martensitique thermoélastique

entre un état structural haute température appelé *austénite* et un état structural basse température appelé *martensite*.

• Actionnement thermopneumatique

Le principe est ici de chauffer, grâce à une résistance, un gaz ou un liquide placé dans une enceinte fermée par une membrane étanche (Figure II. 2). La déformation de cette dernière peut notamment être utilisée comme élément actif dans les micropompes [7].

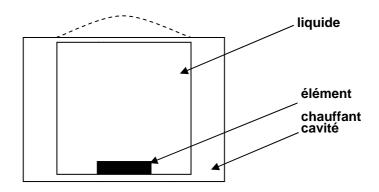


Figure II. 2. Principe de l'actionnement thermopneumatique

Dilatation thermique de géométries asymétriques

Directement dérivé de l'effet bilame, cet effet présente l'intérêt de n'utiliser qu'un seul matériau. Le principe est basé sur l'effet Joule et la géométrie la plus simple pour illustrer cet effet est celle imaginée par Guckel [8] et présentée Figure II. 3.

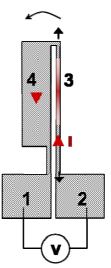


Figure II. 3. Actionneur thermique à dilatation asymétrique

L'application d'une tension entre les plots de l'actionneur induit un courant et donc un effet Joule qui est plus important dans la partie la plus fine de l'actionneur que l'on appelle bras chaud (3) par opposition à la partie la plus large que l'on appelle bras froid (4). Le bras chaud se dilate donc plus que le bras froid et cela provoque un déplacement de l'actionneur du côté du bras froid. Ce type d'actionneur peut générer des forces de quelques dizaines de µN en technologie silicium, potentiellement utilisables pour déplacer des micro-objets [9-12]. Initialement développé en technologie LIGA cet actionneur a depuis essentiellement été repris en technologie silicium. De nombreuses variantes de la géométrie de Gückel ont été étudiées depuis une dizaine d'année, notamment les actionneurs thermiques à " double bras chaud " [13,14] dont la géométrie est présentée Figure II. 4.

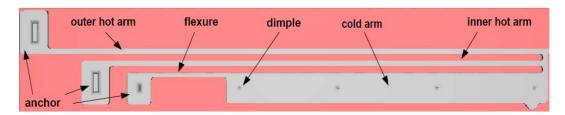


Figure II. 4. Actionneur thermique à " double bras chaud "

La tension est ici appliquée aux bornes des deux bras chauds, cette géométrie tend donc à favoriser la différence de dilatation entre le bras chaud et le bras froid en évitant toute circulation du courant et donc tout effet Joule dans ce dernier.

Pour aller du démonstrateur vers les applications, deux limites importantes de l'actionneur asymétrique silicium ont été mises en évidence par Comtois et Bright [9] :

- La non-linéarité du déplacement de l'extrémité de l'actionneur
- Le manque de force disponible pour des applications de type micro-positionnement Pour palier à ces deux inconvénients, des assemblages horizontaux d'actionneurs thermiques asymétriques ont été conçus (Figure II. 5) [9], modélisés et enfin appliqués, notamment dans le domaine des MOEMS.

Le principe de joindre l'extrémité de deux actionneurs thermiques asymétriques qui se font face permet donc deux avancées majeures :

- la linéarisation du déplacement qui au départ est de type circulaire pour chacun des actionneurs. En effet, la jonction par leur extrémité de deux actionneurs qui se font face permet d'annuler la composante radiale du déplacement de chaque actionneur.

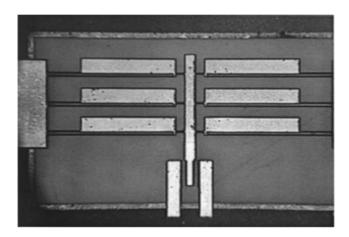


Figure II. 5. Réseau d'actionneurs thermiques

l'augmentation de la force disponible en extrémité de l'assemblage puisqu'en effet,
 les forces individuelles de chaque actionneur s'ajoutent et sont récupérées à
 l'extrémité de l'assemblage.

A partir de cette évolution structurale de la fabrication des actionneurs thermiques, les composants silicium ont pu être appliqués notamment dans le domaine de l'optoélectronique et particulièrement dans la conception d'atténuateurs optiques variables (VOA) qui est actuellement l'un des principaux domaines d'utilisation des actionneurs thermiques. Parmi les VOA, trois configurations sont possibles mais pour chacune d'elles l'actionnement thermique peut être mis à profit :

- actionneur thermique utilisé pour déplacer un obturateur entre 2 fibres optiques [15]
- actionneur thermique utilisé pour déplacer un composant optique (ex : micromirroir)
 qui permet de coupler deux fibres optiques fixes [16]. Dans cette configuration les
 actionneurs thermiques verticaux sont le plus souvent préférés pour leur large déplacement (détaillé plus loin)
- actionneur thermique utilisé pour déplacer directement une fibre optique mobile par rapport à une autre fixe [17]

Dans ce dernier cas, un actionneur thermique en nickel électrodéposé a été utilisé afin d'obtenir une épaisseur supérieure à celle généralement obtenue avec le silicium et ce, dans le but de développer des forces supérieures.

En effet, si toutes les applications décrites précédemment concernaient des actionneurs thermiques en polysilicium, les métaux ont également été utilisés [8, 18] pour leurs plus grands coefficients de dilatation. Luo et al. [19] ont pu établir la relation suivante :

$$d \propto \frac{\alpha \Delta T_{moy}}{E} = \frac{QPL}{12 A} \tag{1}$$

Où:
$$Q = \frac{\alpha}{kE}$$
 (2)

Avec:

d : déplacement de l'actionneur

 α : coefficient de dilatation

 ΔT_{mov} : température moyenne au sein du bras chaud

k: conductivité thermique

E: module de Young

P : puissance consommée

L: longueur du bras chaud de l'actionneur

A: section du bras chaud

Q est considéré comme un facteur de qualité du matériau choisi pour constituer l'actionneur, il ne dépend donc que des propriétés du matériau et on peut voir que ce facteur augmente avec la dilatation mais diminue avec la conductivité puisque cette dernière tend à uniformiser la température au sein de l'actionneur.

Selon ces critères Luo et al. ont pu comparer ce facteur de qualité pour plusieurs matériaux (Tableau II. 1).

Tableau II. 1. Facteurs de qualité du polysilicium et du nickel selon les critères Luo et al.

Matériau	10 ⁶ .α (K ⁻¹)	10 ⁸ .ρ (Ω.m)	k (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	E (GPa)	10 ¹⁹ .Q (m.W ⁻¹ .Pa ⁻¹)
Poly-Si	2,6	~1000	34	160	4,75

Ni 12,7 6,84 83 210 **7,65**

Grâce à un coefficient de dilatation supérieur à celui du polysilicium, le nickel se révèle être un meilleur choix pour la fabrication d'un actionneur thermique asymétrique.

Lors du test des actionneurs dont la forme et les dimensions sont présentées Figure II. 6, la température maximale a été estimée grâce à la mesure de la résistance des actionneurs en fonction de la température. En effet, connaissant le coefficient de variation de la résistivité β du nickel (β =3000 K⁻¹, [19]) on remonte à la température grâce à la relation :

$$R = R_0 (1 + \beta \Delta T) \tag{3}$$

R est la résistance d'un actionneur en nickel à la température T , R_0 est la résistance d'un actionneur en nickel à la température T_0 et $\varDelta T = (T-T_0)$

Ainsi, pour des puissances comprises entre 4 mW et 15 mW:

- 220°C < T_{mov} (température moyenne) < 390°C
- 330°C < T_{max} (température maximale) < 590°C
- 1 μm < d (déplacement) < 8 μm

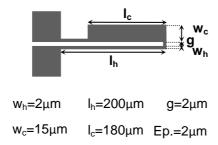


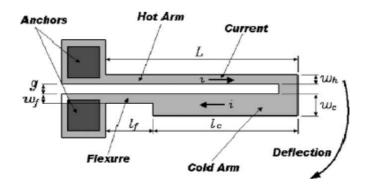
Figure II. 6. Forme et dimensions des actionneurs thermiques fabriqués par Luo et al.

Les applications étudiées pour ces actionneurs thermiques en nickel électrodéposé sont :

- les micro-interrupteurs pour des applications microélectroniques
- les micro-pinces destinées à la micro-manipulation

Dans les deux cas, le plus grand coefficient de dilatation du nickel électrodéposé peut permettre de réduire la température maximale atteinte par le composant. Il est donc possible d'envisager une baisse de sa consommation électrique lors des phases de fermeture (interrupteur ou micro-pince) pendant lesquelles l'actionneur, en fonctionnement, reste en régime statique.

Pour cette même raison, le nickel électrodéposé a également été étudié par Enikov et al. [18] qui ont travaillé un support PCB où la couche de cuivre a été utilisée comme couche sacrificielle. La géométrie et les dimensions de ces actionneurs sont présentées Figure II. 7. Le déplacement a été évalué à 13 µm pour une puissance injectée de 44 mW.



$$L = 600 \mu m; I_f = 200 \mu m; w_h = w_f = g = 15 \mu m;$$
 $w_c = 25 \mu m;$

Figure II. 7. Forme et dimensions des actionneurs thermiques fabriqués par Enikov et al.

L'application visée étant ici les "switchs RF", une étude du régime thermique transitoire a été menée. En particulier, l'évolution temporelle de la température au sein des actionneurs a été étudiée grâce à la variation de résistivité avec la température. Ainsi, des échelons de tensions ont été appliqués à un actionneur entre une valeur $U=U_0$ conduisant à une température proche de l'ambiante et une valeur $U=U_1$ portant l'actionneur à haute température. La température modifie la résistance de l'actionneur donc la différence de potentiel à ses bornes lorsque l'on travaille à courant constant. On peut donc suivre et mesurer le temps nécessaire pour revenir à la tension de départ U_0 dont on sait qu'elle correspond à la température ambiante au sein de l'actionneur.

En modélisant cette évolution temporelle grâce à grâce à une fonction exponentielle du type :

$$V(t) = V_0 + V_a e^{\frac{-t}{\tau}} \tag{4}$$

Enikov et al. trouvent une constante de temps τ d'environ 10 ms qui correspond à la valeur prévue analytiquement grâce à la relation :

$$\tau = \frac{4L^2}{\alpha \pi^2} \tag{5}$$

où L est la longueur de l'actionneur et α le coefficient de dilatation du nickel.

Ainsi, des fréquences d'actionnement comprises entre 100 et 1000 Hz peuvent être envisagées.

Les travaux menés sur des actionneurs thermiques en nickel ont donc montré le principal intérêt d'utiliser un métal comme matériau structural à savoir l'abaissement de la température maximale au sein du composant. Les actionneurs thermiques, à l'origine développés pour des applications de micropositionnement et microrobotique sont difficilement passés du stade de la recherche à celui du développement, freinés pour certaines applications par le manque de force disponible. Une solution pourrait être de concevoir la fabrication de tels dispositifs grâce à la technique de sérigraphie qui permettrait en un seul dépôt de déposer des épaisseurs supérieures à celles utilisées jusqu'à maintenant.

II. Bases théoriques pour le fonctionnement de l'actionneur thermique asymétrique

Le fonctionnement d'un actionneur thermique fait appel à des principes physiques issus de plusieurs disciplines : l'électricité, les transferts thermiques et la mécanique, ces dernières étant largement couplées lors du fonctionnement du microsystème. Les parties électriques et mécaniques ne nécessitent pas d'approfondissement puisqu'il s'agit seulement d'une part de la répartition de potentiel dans un métal et de la circulation du courant qui y est associée et d'autre part de la dilatation. La partie thermique nécessite quelques bases théoriques qui vont être décrites dans ce paragraphe avant d'aborder brièvement le couplage entre les différents phénomènes physiques.

A. Transferts thermiques dans l'actionneur

Le principe de l'actionneur thermique asymétrique, déjà décrit au paragraphe précédent, est donc basé sur l'échauffement par effet Joule d'un bras fin conducteur suite à l'application d'une tension entre les plots du composant. Le déplacement global de l'actionneur est basé sur la différence de température entre la "partie chaude" et la "partie froide" de l'actionneur thermique. Il est par conséquent impératif de comprendre le profil de

température qui s'établit au sein de l'actionneur pour prévoir le comportement et les performances de ce dernier.

On peut considérer un actionneur thermique comme la mise en série de trois ponts : le bras chaud, le bras froid et le bras de flexion comme décrit Figure II. 8. Pour simplifier le problème on considèrera par la suite que ce dernier est à une dimension, approximation qui se justifie par la très grande longueur du composant devant sa section que ce soit pour les actionneurs thermiques en polysilicium abordés précédemment ou pour les actionneurs métalliques sérigraphiés qui font l'objet de ce travail et qui seront détaillés par la suite.

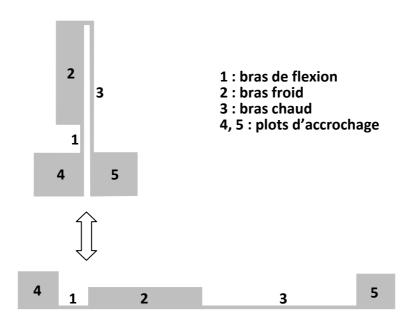


Figure II. 8. Equivalence configuration réelle – système simplifié à une dimension

Le profil de température est lié aux transferts thermiques qui apparaissent et qui peuvent être de trois types :

transfert thermique par conduction c'est-à-dire par échange de chaleur entre deux points (d'un point chaud vers un point froid) d'un solide, d'un liquide ou d'un gaz (Figure II. 9). La conduction est décrite par l'équation de Fourier qui définit la densité de flux thermique $\phi_{conduction}$ comme étant proportionnelle au gradient de température. L'équation à une dimension est la suivante :

$$\varphi_{conduction} = -k \frac{\partial T}{\partial x} \tag{6}$$

où k est la conductivité thermique du milieu (en W.m⁻¹.K⁻¹), T la température (en K) et x la variable d'espace dans la direction du flux (en m).

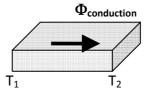


Figure II. 9. Transfert de chaleur par conduction

transfert thermique par convection c'est-à-dire par échange de chaleur entre la surface d'un solide et un fluide (Figure II. 10). Le transport de l'énergie se fait tout d'abord par conduction de la surface du solide vers les molécules du fluide adjacent puis grâce aux mouvements du fluide. On peut donc distinguer deux types de convection : la convection naturelle où le mouvement du fluide est uniquement provoqué par le gradient thermique et la convection forcée où le mouvement du fluide est provoqué par une action externe (ventilateur, pompe...). La densité de flux thermique échangée par convection $\phi_{convection}$ s'exprime comme suit :

$$\varphi_{convection} = h(T_1 - T_2) \tag{7}$$

où h est le coefficient de transfert thermique par convection (W.m⁻².K⁻¹), T_1 et T_2 les températures respectives du solide (surface) et du fluide loin de sa surface (K) ($T_1 < T_2$).

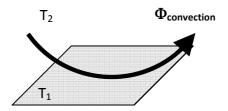


Figure II. 10. Transfert de chaleur par convection

Dans l'étude de l'actionneur le transport de chaleur par convection intervient notamment au sein de la couche d'air comprise entre la partie mobile chaude et le substrat. Dans ce cas, le transport du fluide étant de type laminaire, on peut assimiler

le transport par convection à un transport par conduction à travers une résistance thermique R_t :

$$\varphi_{\text{convection}} = S \frac{\Delta T}{R_t}$$
 (8)

transfert thermique par rayonnement c'est-à-dire par échange de type électromagnétique entre deux surfaces (Figure II. 11). La densité de flux thermique $\phi_{rayonnement}$ échangée par rayonnement s'exprime comme suit :

$$\varphi_{rayonnement} = \sigma \varepsilon (T_1^4 - T_2^4) \tag{9}$$

où σ est la constante de Stefan (σ = 5,67.10⁻⁸ W.m⁻².K⁻⁴), ϵ le facteur d'émission de la surface, T_1 et T_2 les températures respectives du solide (surface) et du milieu environnant (en K) ($T_2 < T_1$).

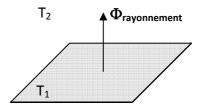


Figure II. 11. Transfert de chaleur par rayonnement

Les différents modes de transfert thermique décrits précédemment permettent de calculer la répartition de température dans l'actionneur par application du principe de conservation de l'énergie. Nous verrons ultérieurement que les études faites sur des actionneurs thermiques en polysilicium [20, 21] peuvent être reprises pour des dimensions et des matériaux différents. Le principe du calcul de la répartition de température reste le même que dans la plupart de études thermiques, il est effectué ici en considérant le problème comme un problème à une dimension, l'épaisseur de l'actionneur étant largement inférieure à sa longueur. Le calcul est donc basé sur un bilan des échanges thermiques dans une portion de l'actionneur comprise entre x et $x+\Delta x$, c'est-à-dire en considérant d'un côté le flux thermique entrant et de l'autre côté le flux thermique sortant (Figure II. 12). En égalant ces deux quantités au nom du principe de conservation du flux thermique et sans tenir compte des pertes par rayonnement, considérées dans ce modèle comme négligeables

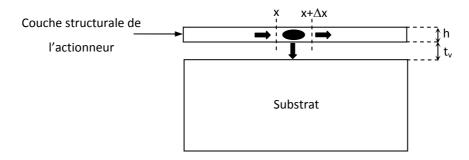


Figure II. 12. Schéma de la section de l'actionneur pour le bilan thermique

par rapport aux autres pertes (nous justifierons cette hypothèse plus loin en intégrant ces échanges dans le coefficient d'échange global convection+rayonnement), on obtient :

$$-kwh\left[\frac{dT}{dx}\right]_{x} + J^{2}\rho wh\Delta x = -kwh\left[\frac{dT}{dx}\right]_{x+\Delta x} + F_{S}\Delta xw\frac{T-T_{S}}{R_{T}}$$
(10)

où:

- k est la conductivité du matériau structural
- w la largeur de la portion considérée
- *h* l'épaisseur de l'actionneur
- T la température (T_S: température du substrat)
- *J* la densité de courant
- ρ la résistivité du matériau structural
- ullet F_S un facteur de forme qui permet de prendre en compte l'impact de la forme de l'élément considéré sur la conduction de chaleur vers le substrat
- R_T la résistance thermique entre la couche structurale de l'actionneur et le substrat Dans l'équation (10), les deux termes du membre de gauche traduisent respectivement le flux thermique entrant par conduction et celui généré par effet Joule. Les deux termes du membre de droite représentent respectivement le flux thermique sortant par conduction et celui sortant par convection vers le substrat. On peut établir dans un second temps une équation différentielle de second ordre en prenant la limite $\Delta x \to 0$. Ces calculs, détaillés dans des travaux antérieurs [20], permettent finalement d'aboutir à l'expression

mathématique de la température dans chaque partie ide l'actionneur (i: bras chaud, bras froid ou bras de flexion):

$$T_i(x) = T_i + c_1 e^{m_i x} + c_2 e^{-m_i x}$$
(11)

où c_1 et c_2 sont des constantes et :

$$T_i = T_S + \frac{J^2 \rho_0}{km_i^2} \tag{12}$$

(ρ_0 : résistivité du matériau structural à la température T_0)

$$m_i^2 = \frac{F_S}{khR_T} - \frac{J^2\rho_0\beta}{k} \tag{13}$$

(β : coefficient de variation de la résistivité avec la température)

B. Couplage entre les phénomènes physiques

Nous verrons quand nous aborderons la modélisation du microsystème que les couplages entre les phénomènes physiques et notamment ceux qui mettent en jeu la température sont très importants pour la compréhension globale du fonctionnement de l'actionneur. En effet, deux couplages conditionnent essentiellement le fonctionnement du microsystème :

- le couplage électrique/thermique essentiellement assuré par la variation de la résistivité avec la température
- le couplage mécanique/thermique autrement dit le phénomène de dilatation

1. Couplage électrique/thermique

La résistivité d'un matériau (conducteur électrique) est fonction de la température car cette dernière modifie l'amplitude des vibrations thermiques des ions autour de leur position d'équilibre, augmentant ainsi le nombre de chocs entre ions, électrons et autres imperfections du réseau [22]. En s'appuyant sur la règle de Matthiessen qui définit la résistivité comme la somme d'une résistivité dite " idéale " liée aux vibrations des ions et d'une résistivité due aux défauts du réseau nous pouvons préciser l'interaction de la température sur la résistivité d'un matériau conducteur. En effet, seule la résistivité relative aux vibrations des ions varie avec la température tant que celle-ci n'est pas suffisamment élevée pour avoir une influence sur les défauts du réseau cristallin. L'expérience montre

qu'au-delà de $0.2\theta_D$, θ_D étant la température de Debye de l'élément, la résistivité croît linéairement en fonction de la température T selon l'équation :

$$\rho = \rho_0 (1 + \beta \Delta T) \tag{14}$$

où ρ_0 est la résistivité à $T_0 > \theta_D$, ΔT la différence de température entre T et T_0 et β le coefficient de variation de la résistivité en fonction de la température.

Pour ce qui est des métaux courants, le coefficient β est en général peu différent de 4000 K¹. En effet, β dépend de la vibration des ions autour de leur position d'équilibre donc il dépend de la taille des atomes qui diffère relativement peu d'un métal usuel à un autre. Cela signifie que pour une augmentation de température de 500°C on obtient une résistivité trois fois supérieure à celle d'origine.

$$\rho = \rho_0 (1 + 4.10^{-3} \times 500) = 3\rho_0 \tag{15}$$

Ceci montre l'importance prise par le couplage électrique/thermique dans la compréhension et la prévision du fonctionnement d'un actionneur thermique.

2. Couplage mécanique/thermique

La dilatation thermique est le principe de base qui assure le fonctionnement de l'actionneur. Elle est en général expliquée de manière simple grâce au modèle électrostatique où l'on considère, en fonction de la distance interatomique d, l'énergie interne U d'un système de deux atomes comme la somme des potentiels attractifs et répulsifs liés à la proximité des atomes. A T=0K, l'énergie potentielle de chaque atome se situe à son minimum U_0 en revanche dès que la température augmente, l'énergie cinétique W_T vient s'ajouter à U_0 (Figure II. 13) et provoque l'oscillation de l'atome entre deux positions a_m et a_M .

On peut donc définir pour chaque température une position moyenne a_1 qui vaut :

$$a_1 = \frac{(a_M + a_m)}{2} \tag{16}$$

La courbe U=f(d) étant asymétrique, la moyenne a_1 donnée pour une température T>0K ne se situe pas sur la verticale passant par a_0 position d'équilibre de l'atome à 0K et on a toujours $a_1 > a_0$. Ceci est la définition du phénomène de dilatation que l'on peut désormais quantifier grâce au coefficient de dilatation linéique α :

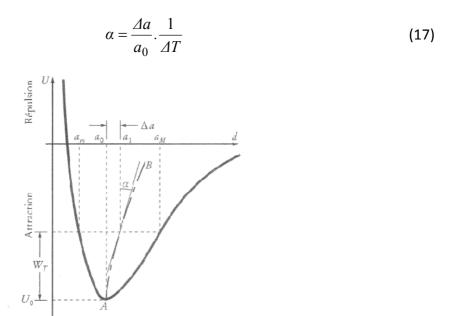


Figure II. 13. Interprétation de la dilatation thermique d'un solide grâce au modèle électrostatique

Partie 2. Microactionneurs thermiques en technologie couche épaisse

La mise au point d'un procédé de libération partielle des couches épaisses permet d'envisager désormais la fabrication de composants ayant une partie mobile comme les actionneurs thermiques. Dans cette partie nous détaillerons donc la réalisation d'actionneurs thermiques de type asymétrique.

I. Etude de faisabilité

Si la faisabilité du procédé de libération de couche épaisse a été démontrée dans le chapitre précédent par la fabrication d'une simple languette partiellement libérée, l'étude de faisabilité d'un microsystème fonctionnel passe elle par une étude des formes, des dimensions et par un choix des matériaux.

A. Choix des matériaux

Le principe même de l'actionneur, à savoir la circulation d'un courant dans un composant et l'effet Joule qui y est associé, impose le choix d'un matériau structural de type conducteur.

De plus, les métaux sont les matériaux qui paraissent les mieux adaptés car ils ont de bonnes propriétés thermomécaniques. Les propriétés que doit posséder le matériau structural sont les suivantes :

- conduction électrique
- coefficient de dilatation élevé (pour favoriser le déplacement)
- module d'Young élevé pour limiter le flambage
- bonne résistance à l'oxydation à chaud
- bonne aptitude au frittage

Tableau II. 2. Critères de sélection du matériau structural

Critère	Métaux répondant au critère	
Conduction électrique	Tous les métaux	
Coefficient de dilatation élevé (≥20.10 ⁻⁶ °C ⁻¹)	Al, Ag, Cd, Sn, Mg, Mn, Pb, Zn	
Module d'Young élevé (≥125 GPa)	Be, Cr, Co, Cu, Fe, Ir, Mn, Mo, Ni, Pt, Rh,	
Module a Toding eleve (2125 di a)	Ru, Ta, W, U, V	
Bonne résistance à l'oxydation à chaud	Al, Ni, Au, Cr et alliages	
Bonne aptitude au frittage	Cu, Ag, Au, Al	

L'aptitude du métal à être fritté est le critère le plus sélectif dans ce choix. En effet, le frittage d'une poudre métallique se fait en général à une température comprise entre 80 et 85% de la température de fusion du métal. Si l'on veut fritter à 1100°C maximum, cela limite le point de fusion à environ 1300°C. En recoupant les différents critères présentés Tableau II. 2, on voit que Ag et Cu sont les métaux qui répondent le mieux à nos attentes mêmes s'ils sont peu résistants à l'oxydation à chaud.

B. Formes et dimensions des actionneurs

La forme des actionneurs (Figure II. 14a) est guidée par le choix du type de fonctionnement basé ici sur l'asymétrie entre deux bras conducteurs reliés à une de leurs extrémités.

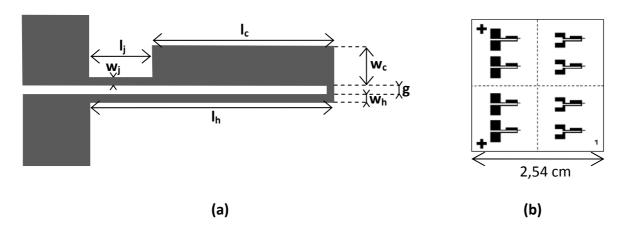


Figure II. 14. Actionneur thermique asymétrique (a) géométrie, (b) typon utilisé en fabrication

En revanche, les dimensions de base des actionneurs (Tableau II. 3) ont été choisies de manière à être compatibles avec les limites dimensionnelles imposées par la technique de sérigraphie.

Tableau II. 3. Dimensions de bases de l'actionneur thermique

Paramètres	Valeurs
Longueur du bras chaud, I _h	3270 μm
Longueur du bras froid, l _c	2360 μm
Longueur du bras de flexion, l _f	910 μm
Largeur du bras chaud, w _h	190 μm
Largeur du bras froid, w _c	680 μm
Largeur du bras de flexion, w _f	190 μm
Espacement entre les deux bras, g	2 50 μm

Les actionneurs ont été fabriqués par série de 8 éléments sur des substrats $1"\times1"$ (2,54 cm \times 2,54 cm) grâce au typon présenté Figure II. 14b.

C. Elaboration

Nous avons choisi dans un premier temps d'utiliser le cuivre pour fabriquer les premiers actionneurs thermiques. Nous détaillerons ici les différentes étapes de fabrication puis les différentes caractérisations microstructurales effectuées sur les premiers échantillons.

1. Choix de l'encre du matériau structural

L'encre QP153 de chez DuPont a été utilisée dans cette étude pour la réalisation des actionneurs en cuivre. D'usage général, cette encre assure :

- une bonne adhérence sur l'alumine
- une bonne conductivité
- une bonne soudabilité et aptitude au câblage

Quelques unes des principales caractéristiques de l'encre QP153 sont présentées Tableau II. 4.

Tableau II. 4. Caractéristiques de l'encre du matériau structural

Caractéristiques	Encre QP153 (Dupont)
Résistivité dépôt sérigraphié (ép. 25μm) (mΩ/□)	1,52
Viscosité (Pa.s) (25°C) ¹	120-180
Retrait (%)	46
Température de cuisson (°C)	900

⁽Mesurée à l'aide d'un viscosimètre rotatif Brookfield HBT à v=10 rpm)

2. **Dépôt des couches**

Le cycle de fabrication (Figure II. 15) des actionneurs est établi suivant le procédé présenté au paragraphe Partie 2.II.E.2. du premier chapitre et comprend :

 le dépôt des plots d'ancrage. Ce dépôt, effectué à l'aide d'un écran 70 mesh sur lequel trois épaisseurs de film ont été appliquées, est suivi d'un étuvage à 125°C (20 min). le dépôt de la couche sacrificielle à l'aide d'un écran 70 mesh puis polymérisation en étuve à 125°C (25 min). L'épaisseur déposée en un passage est environ 50 μm après polymérisation.

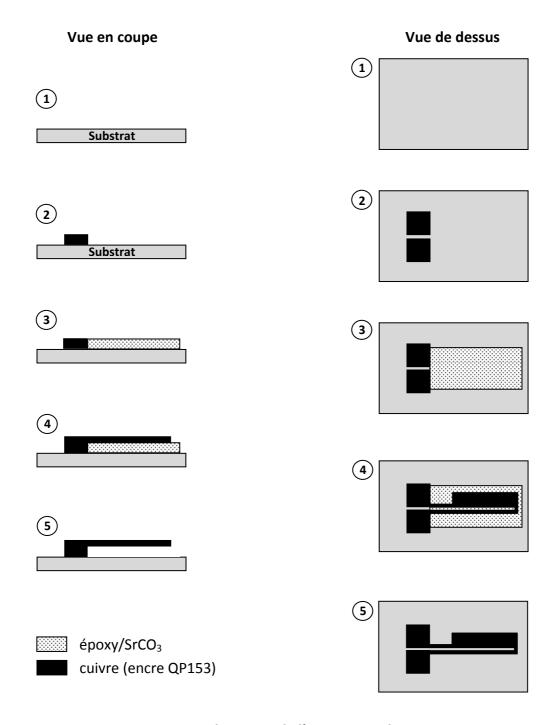


Figure II. 15. Fabrication de l'actionneur thermique

le dépôt de la couche structurale de cuivre (encre QP 153), à l'aide d'un écran 400 mesh suivi d'un étuvage de 20 min à 125°C. Un seul passage permet d'obtenir une épaisseur de 25μm après étuvage.

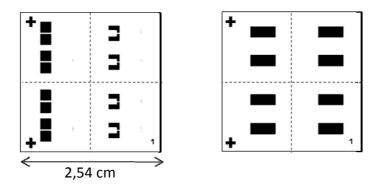


Figure II. 16. Typons utilisés pour le dépôt (a) des plots d'ancrage, (b) de la couche sacrificielle

- la cuisson finale de la couche structurale de cuivre qui est effectuée sous flux d'azote selon le profil reporté Figure II. 17.
- l'élimination complète de la couche sacrificielle dans une solution d'acide phosphorique diluée, selon le mode opératoire présenté au paragraphe Partie 2.II.E.3.

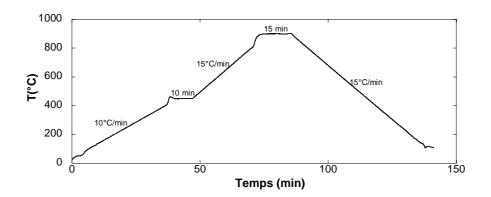


Figure II. 17. Profil de cuisson des actionneurs en cuivre

D. Caractérisation microstructurale

La caractérisation structurale des actionneurs a été faite par imagerie optique (Figure II. 18a), imagerie électronique (Figure II. 18b et Figure II. 18c) et microsonde de Castaing³. On peut voir sur les figures précédentes la régularité de l'espace créé entre le substrat et l'actionneur après l'élimination totale de la couche sacrificielle.

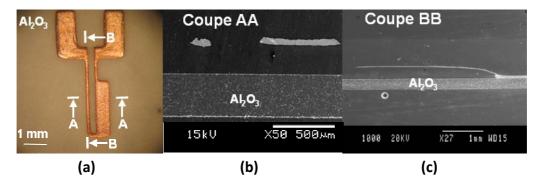


Figure II. 18. Actionneur en cuivre (a) photographie, (b) coupe MEB transversale, (c) coupe MEB longitudinale

Des analyses par microsonde de Castaing ont été effectuées sur des coupes transversales de l'actionneur (Figure II. 19). Aucune trace de strontium n'est observée, ni dans le substrat ni dans l'actionneur où l'on retrouve uniquement du cuivre.

Par ailleurs, l'analyse à l'aide du profilomètre laser Altisurf 5 (Altiprobe) révèle un état de surface régulier de faible rugosité des surfaces inférieure ($Ra_{inf}=0.5~\mu m$) et supérieure ($Ra_{sup}=1.6~\mu m$) de l'actionneur.

II. Caractérisation fonctionnelle et modélisation

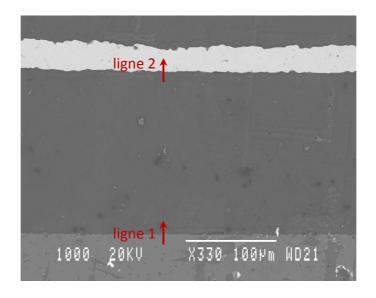
Après avoir vérifié la faisabilité de la partie structurale de l'actionneur avec le procédé de fabrication, le deuxième paramètre de l'actionneur pouvant être caractérisé est son déplacement. Ce dernier peut également être simulé analytiquement et comparé au déplacement mesuré pour valider le fonctionnement de l'actionneur.

A. Etude du déplacement latéral de l'actionneur

1. Mesures de déplacement

_

³ Réalisées par Michel LAHAYE (CeCaMA)



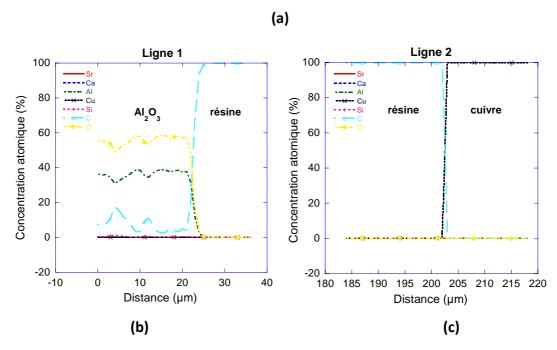


Figure II. 19. Analyse à la microsonde de Castaing d'une coupe transversale d'un actionneur thermique en cuivre (a) coupe MEB, (b) profil des concentrations atomiques le long de la ligne 1 et (c) profil des concentrations atomiques le long de la ligne 2

Les mesures de déplacements ont été effectuées sur des actionneurs en cuivre en utilisant le montage expérimental présenté Figure II. 21. Le déplacement des actionneurs a été suivi grâce à un microscope optique (grossissement 20×) couplé à une caméra CCD, l'ensemble étant relié à un système de mesure calibré pour chaque grossissement. Des mesures de déplacement effectuées sur cinq actionneurs présentant des dimensions très proches montrent une bonne reproductibilité des résultats (Tableau II. 5, Figure II. 22).

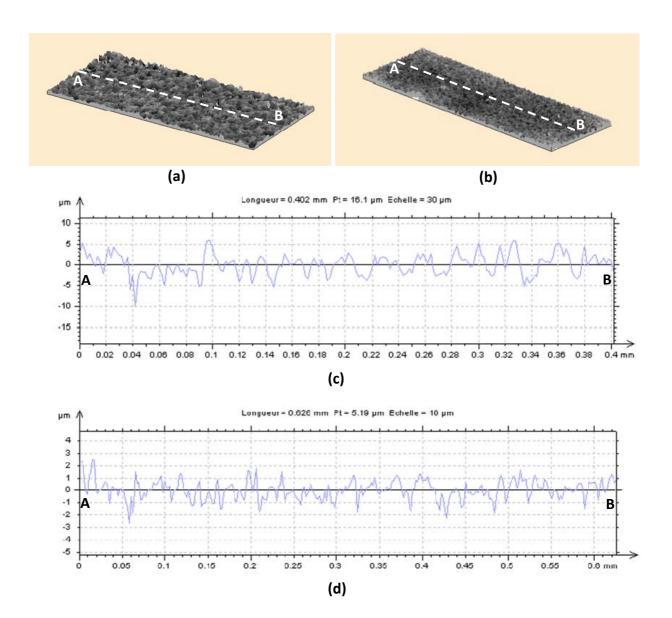


Figure II. 20. Mesures de profilométrie effectuées sur un actionneur en cuivre (a) image de synthèse reconstituée à partir du profil de la surface supérieure, (b) image de synthèse reconstituée à partir du profil de la surface inférieure, (c) profil AB (surface supérieure), et (d) profil AB (surface inférieure)

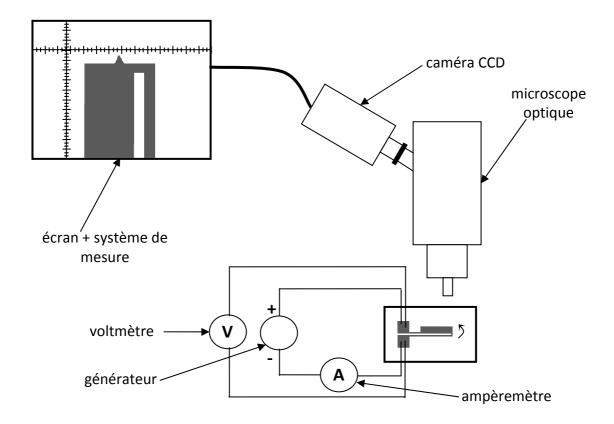


Figure II. 21. Dispositif expérimental pour la mesure du déplacement latéral des actionneurs

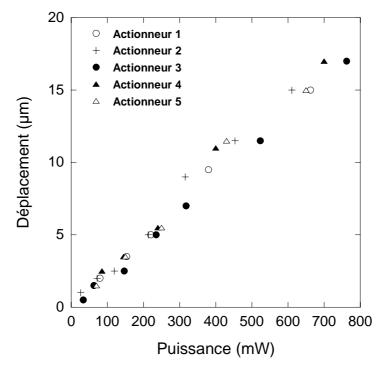


Figure II. 22. Mesures du déplacement des actionneurs thermiques

On note une bonne reproductibilité dans le comportement des actionneurs avec des déplacements compris entre 0 et 17 μ m, obtenus pour des puissances inférieures à 700 mW.

Tableau II. 5. Dimensions réelles des actionneurs testés

Actionneur	w _h (μm)	w _c (μm)	l _h (μm)	l _c (μm)	g (μm)
1	194	690	3267	2370	251
2	190	685	3280	2390	235
3	192	660	3260	2370	230
4	190	670	3280	2375	240
5	195	685	3260	2370	235

2. Simulations analytiques

Afin de valider le fonctionnement de l'actionneur en comparant des déplacements mesurés à des déplacements calculés, nous avons effectué des simulations analytiques (Matlab) basées sur un modèle développé dans des travaux antérieurs [23]. Les calculs à la base de ce modèle peuvent être séparés en deux parties :

- une analyse thermique dont le point de départ est l'application de la conservation du flux de chaleur dans un élément de volume de l'actionneur
- une analyse thermomécanique qui s'appuie sur le calcul de la température précédent et qui permet d'aboutir au déplacement latéral de l'actionneur

Afin que le lecteur puisse comprendre comment sont calculés les déplacements simulés, l'ensemble du modèle analytique est reporté en Annexe 4. Par ailleurs les simulations analytiques ont été effectuées à l'aide des paramètres technologiques présentés Tableau II. 6. Dans la suite de ce paragraphe, les déplacements mesurés sont ceux de l'actionneur n°1 du Tableau II. 5. Les résultats des simulations analytiques sont comparés aux mesures faites dans le paragraphe précédent pour des puissances comprises entre 80 et 670 mW (Figure II. 23).

Tableau II. 6. Paramètres technologiques utilisés dans les simulations analytiques⁽¹⁾

Paramètres	Valeur		
E (module d'Young du cuivre)	110 GPa		
γ (coefficient de Poisson du cuivre)	0,367		
ρ_0 (résistivité électrique du cuivre à T_0 =20°C)	$2,9\times10^8~\Omega.m$		
k _{Cu} (conductivité thermique du cuivre)	401 W.m ⁻¹ .K ⁻¹		
$\boldsymbol{\alpha}$ (coefficient de dilatation du cuivre)	18×10 ⁻⁶ K ⁻¹		
$\boldsymbol{\beta}$ (coefficient de variation de la résistivité du cuivre avec	3668×10 ⁻⁶ K ⁻¹		
la température)	3668×10°K		
k _{air} (conductivité thermique de l'air)	0,026 W.m ⁻¹ .K ⁻¹		
k _{alumine} (conductivité thermique de l'alumine)	30 W.m ⁻¹ .K ⁻¹		
e _{Al} (épaisseur du substrat d'alumine)	250 μm		
e _{vide} (épaisseur du vide)	150μm		
T _S (température du substrat d'alumine)	20 °C		

⁽¹⁾ les valeurs inscrites en rouge sont des valeurs mesurées à partir des couches épaisses fabriquées au cours de ce travail, celles en noires ont été trouvées dans la littérature

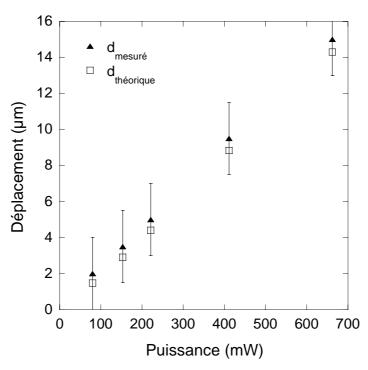


Figure II. 23. Comparaison entre déplacements mesurés et déplacements calculés analytiquement pour un actionneur en cuivre

On constate une bonne corrélation entre les valeurs mesurées et les valeurs des déplacements simulées analytiquement.

Si l'on s'intéresse à la partie mécanique du modèle analytique on peut voir que le déplacement calculé est proportionnel à la différence entre la moyenne des températures dans le bras chaud et la moyenne des températures dans le bras froid. Cela signifie que la bonne corrélation observée Figure II. 23 n'est pas suffisante pour conclure à une bonne modélisation thermomécanique de l'actionneur à cause de l'incertitude sur le profil de température au sein de l'actionneur.

B. Caractérisation thermique

Afin de compléter l'étude du déplacement latéral et de vérifier la bonne modélisation thermique du microsystème nous avons effectué une caractérisation thermique s'appuyant d'une part sur des mesures par thermographie infrarouge et d'autre part sur des simulations par éléments finis (FEM). En effet, par rapport à une modélisation de type analytique, une modélisation par éléments finis permet de modéliser de façon plus rigoureuse les échanges thermiques. En particulier, ils permettent dans les paragraphes suivants de vérifier la bonne modélisation des échanges par convection entre la surface inférieure de l'actionneur et le susbstrat qui, dans le modèle analytique, sont considérés comme des échanges par conduction à travers une résistance thermique qu'est la couche d'air entre l'actionneur et le substrat. La modélisation par éléments finis permet de plus une prise en compte de la géométrie exacte de l'actionneur et donc une cartographie plus précise de la température facilement comparable aux résultats de thermographie infrarouge.

1. Mesures par thermographie infrarouge

Nous avons choisi de mesurer la température à l'aide de la thermographie infrarouge (IR) qui permet de ne pas interagir avec l'objet sur lequel l'analyse est réalisée, ce qui est primordial dans l'étude des microsystèmes [24]. Afin d'augmenter et d'uniformiser l'émissivité des actionneurs en cuivre, une couche de carbone de 150 nm d'épaisseur a été déposée par évaporation avant les mesures IR. Compte-tenu de son épaisseur et des ses propriétés, cette couche n'a à priori aucune influence sur le fonctionnement nominal de l'actionneur. Ainsi recouverts, l'émissivité des actionneurs est considérée comme égale à 1, on peut donc

estimer que les mesures infrarouges sont effectuées avec une incertitude de 15%. Le montage expérimental est présenté Figure II. 24. Les mesures ont été faites en régime stationnaire à l'aide d'une caméra infrarouge CEDIP de type J550M travaillant dans la gamme de longueur d'onde (2-12) µm.

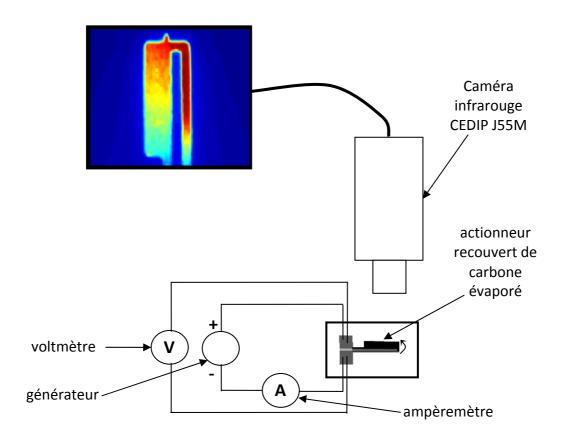


Figure II. 24. Dispositif expérimental pour les mesures infrarouges

2. Modélisation par éléments finis

La modélisation des actionneurs par éléments finis a été faite grâce à l'aide du logiciel de modélisation multiphysique Comsol 3.2 prenant en compte à la fois les dimensions de l'actionneur (Tableau II. 3) et le substrat d'alumine de dimensions 1,27 cm×1,27 cm×250 μm (Figure II. 25). L'actionneur a été considéré comme un film sans épaisseur c'est-à-dire qu'il n'y a pas de gradient de température selon l'axe z perpendiculaire à l'actionneur en cuivre.

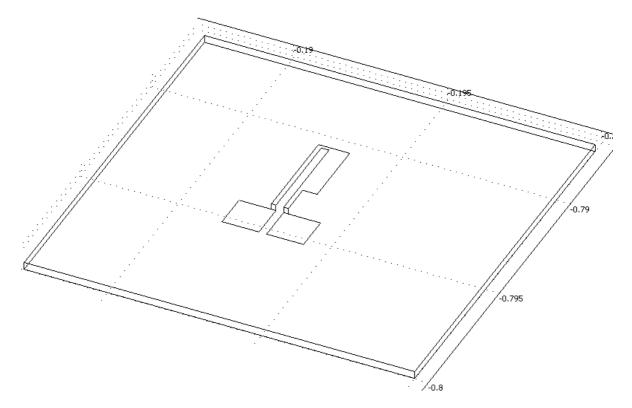


Figure II. 25. Géométrie utilisée dans la modélisation FEM

Quatre modèles ont été bâtis en parallèle :

- coque, milieu conducteur DC (modèle électrique appliqué à l'actionneur)
- coque mince conductive (modèle thermique appliqué à l'actionneur)
- transfert de chaleur général (modèle thermique appliqué à l'alumine)
- coques (modèle mécanique appliqué à l'actionneur)

La modélisation électrique est basée sur la loi d'Ohm (forme vectorielle) :

$$\mathbf{J} = \sigma \mathbf{E} \tag{18}$$

où $\bf J$ est la densité de courant, $\bf E$ le champ électrique considéré comme tangentiel au plan $\bf xy$ et $\bf \sigma$ la conductivité électrique. La forme statique de l'équation de continuité est donc la suivante :

$$\nabla .d(\sigma(T)\nabla V) = 0 \tag{19}$$

où *d* est l'épaisseur de l'actionneur.

Le couplage entre la modélisation électrique et la modélisation thermique est assurée par la dépendance en température de la conductivité électrique qui intervient dans le calcul de l'effet Joule :

$$\sigma(T) = \frac{1}{\rho_0 (1 + \beta (T - T_0))} \tag{20}$$

où ρ_0 est la résistivité à la température de référence T_0 , β est le coefficient de variation de la résistivité avec la température. Les conditions aux limites en tension sont l'application d'un potentiel V sur un plot et 0 sur l'autre ainsi que l'isolation électrique du reste de l'actionneur.

En considérant la température comme uniforme selon l'épaisseur de l'actionneur, l'équation régissant les transferts thermiques dans l'actionneur en régime stationnaire est la suivante :

$$\nabla \cdot (k_c \nabla T) + Q_j + \frac{h}{d} (T_\infty - T) + \frac{\varepsilon \sigma_S}{d} (T_\infty^4 - T^4) = 0$$
 (21)

Le premier terme, où k_c est la conductivité thermique du cuivre, correspond au transfert thermique par conduction. Le second terme, Q_j , correspond au terme source à savoir la création de chaleur par effet Joule. Le troisième terme correspond au transfert thermique par convection. h est le coefficient de transfert thermique par convection entre l'actionneur et le milieu ambiant à $T\infty$ et d est l'épaisseur de l'actionneur. Le quatrième terme, où ϵ est le coefficient d'émission du cuivre et σ_S la constante de Stefan-Boltzmann, correspond au transfert thermique par rayonnement. Dans le substrat d'alumine, les transferts thermiques se font essentiellement par conduction, ils sont donc bien modélisés par l'équation suivante :

$$\nabla . (k_a \nabla T) = 0 \tag{22}$$

où k_a est la conductivité thermique de l'alumine. Les conditions aux limites imposées au niveau du substrat sont d'une part la continuité de la température à l'interface entre les plots d'ancrage et le substrat et d'autre part le transfert thermique par convection à la surface du substrat :

$$-k_a \frac{\partial T}{\partial z} = h(T - T_\infty)$$
 (23)

Enfin, la modélisation mécanique de l'actionneur se fait grâce à l'équation de Navier en prenant en compte la dilatation thermique :

$$-\nabla \cdot (c\nabla \mathbf{u} + \alpha_{\mathsf{T}}\mathsf{T}) = \mathbf{0} \tag{24}$$

où '**u** est le vecteur décrivant le déplacement selon x et y, c la matrice incluant le module de Young et le coefficient de Poisson. α_T est le coefficient de dilatation thermique isotrope du cuivre. La condition aux limites mécanique est ici l'ancrage des plots sur le substrat.

Les équations qui viennent d'être présentées ont été résolues par la méthode des éléments finis. Le maillage a été réalisé en utilisant des éléments de type Lagrange quadratique : triangles pour la couche de cuivre et tétraèdres pour le substrat (Figure II. 26).

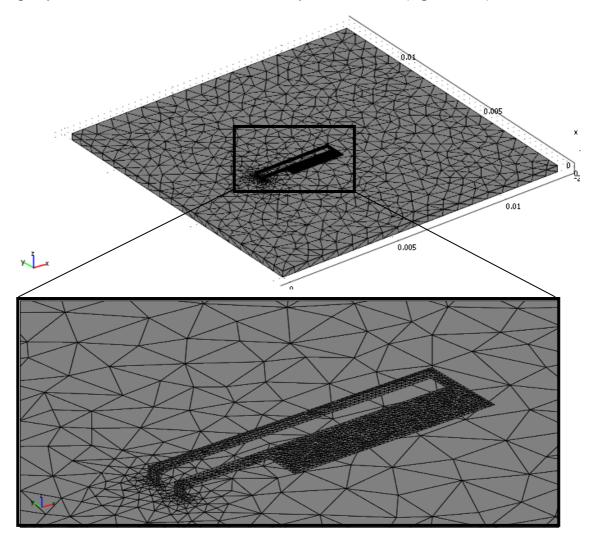


Figure II. 26. Maillage de l'actionneur thermique et du substrat

Une résolution non-linéaire du modèle (Annexe 5) a été faite de manière à tenir compte du couplage entre la température et la résistivité du cuivre. A la fin de cette résolution couplée des modèles électriques et thermiques, la résolution linéaire du modèle mécanique permet d'aboutir à la déformation de l'actionneur. Les paramètres relatifs aux matériaux utilisés pour la résolution sont présentés Tableau II. 7.

Tableau II. 7. Paramètres des matériaux utilisés pour la résolution par éléments finis

Paramètre	Cuivre	Alumine	
α _τ (°C ⁻¹)	17.10 ⁻⁶		
k (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	400	27	
σ (S.m ⁻¹) (à 25°C) ²	3,33.10 ⁷		
E (GPa)	110		
v^1	0,35 3670		
β (ppm.°C ⁻¹) ²			
h (W.m ⁻² .K ⁻¹)	10-200 (cf paragraphe suivant)		

¹ Coefficient de Poisson; ² Mesurés sur des couches sérigraphiées

Dans le Tableau II. 7, seule la conductivité thermique a été reportée dans la colonne relative à l'alumine car les autres paramètres n'ont pas été utilisés pour la résolution des équations. Pour le cuivre, les paramètres mesurés à partir de couches sérigraphiées sont:

- la conductivité électrique par l'intermédiaire de la résistivité mesurée par la méthode des 4 fils (Annexe 6)
- la variation de résistivité avec la température qui a été évaluée grâce à des mesures 4 fils effectuées sur des pistes de cuivre placées à différentes température (20°C, 50°C, 90°C, 120°C et 150°C)

Nous avons fait varier la valeur du coefficient de transfert thermique par convection h utilisée pour la résolution entre 10 et 200 W.m⁻².K⁻¹ afin d'évaluer la sensibilité des résultats

à ce paramètre de grande importance notamment dans l'environnement du bras chaud. Dans le modèle analytique (Annexe 4) utilisé au paragraphe précédent, la répartition de température au sein de l'actionneur est calculée en considérant la couche d'air comme une résistance thermique R_{Tair} :

$$R_{Tair} = \frac{e_{air}}{k_{air}} \tag{25}$$

où e_{air} est l'épaisseur de la couche d'air et k_{air} sa conductivité thermique

En identifiant les termes correspondant aux pertes par convection dans les équations (9) et (20) il est possible de remonter au coefficient de transfert thermique par convection "apparent" de l'air h_{air} utilisé dans le modèle analytique présenté en Annexe 4 :

$$h_{air} = \frac{F_S}{2 R_{Tair}} \approx 136 W.m^{-2}.K^{-1}$$
 (26)

avec:

$$F_S = \frac{e}{w} (\frac{2e_{air}}{e} + 1) + 1 = 1,317 \ et \ R_{Tair} = 4,84.10^{-3} \ K.m^2.W^{-1}$$

$$e = 17.10^{-6} \ m; \ w = 1.10^{-3} \ m; \ e_{air} = 150.10^{-6} \ m; \ k_{air} = 0,0313 \ W.m^{-1}.K^{-1}$$

Par ailleurs, une estimation de h peut être obtenue à partir de la corrélation entre les nombres sans dimensions de Nusselt et Rayleigh en convection naturelle pour la configuration géométrique représentée Figure II. 27 [25]:

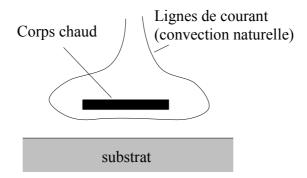


Figure II. 27. Plaque suspendue au dessus d'un substrat et en situation de convection naturelle

$$Nu_L = \frac{\overline{h}L}{k} = C R a_L^n \tag{27}$$

 Nu_L est le nombre de Nusselt, \overline{h} est coefficient de transfert thermique moyen par convection naturelle, k la conductivité thermique de l'air et Ra_L est le nombre de Rayleigh définit par :

$$Ra_{L} = \frac{g\beta(T_1 - T_2)L^3}{v\alpha}$$
 (28)

Dans cette relation g est l'accélération de la pesanteur, β est le coefficient de dilatation volumétrique de l'air, v est la viscosité cinématique de l'air et α sa diffusivité thermique. T_1 est la température moyenne de l'actionneur (moyenne entre les températures moyennes des bras chaud et froid), T_2 est la température de l'air ambiant et L est une dimension caractéristique. Dans le cas d'un corps de dimensions finies dans le sens de la largeur et de la longueur, on prend la valeur de L définie par :

$$L = \frac{A}{p} \tag{29}$$

où A désigne l'aire et p le périmètre.

C et n sont deux constantes qui dépendent de la valeur de Ra_L , les différents cas de figure sont regroupés Tableau II. 8.

Tableau II. 8. Constantes C et n utilisées dans le calcul du nombre de Nusselt

Ra _L	С	n
10 ⁻¹⁰ -10 ⁻²	0,675	0,058
$10^{-2}-10^2$	1,02	0,148
10 ² -10 ⁴	0,850	0,188
10 ⁴ -10 ⁷	0,480	0,250
10 ⁷ -10 ¹²	0,125	0,333

Pour tous les calculs nous utilisons les valeurs numériques suivantes :

longueur = 3,3.10⁻³
$$m$$
; largeur = 1.10⁻³ m ; k = 0.0313 W . m ⁻¹; g = 9,8 m . s ⁻²; β = 2,725.10⁻³ K ⁻¹; T_2 = 20° C ; ν = 22,8.10⁻⁶ m ². s ⁻¹; α = 32,8.10⁻⁶ m ². s ⁻¹

On trouve $L=3.83\times10^{-4}\,\mathrm{m}$, ce qui conduit, pour $T_1=150^{\circ}C$ à $Ra_L=0.261$ et donc : C=1.02 et n=0.148 . Donc finalement :

$$\overline{h} = \frac{C R a_L^n k}{L} \approx 68 \ W.m^{-2} K^{-1}$$
 (30)

A cette valeur il faut rajouter le coefficient de convection équivalent pour la rayonnement thermique définit par :

$$h_r = 4T_{moy}^3 \sigma \tag{31}$$

où $T_{moy}=\left(T_1+T_2\right)/2$ (en K) et $\sigma=5.67.10^{-8}~W.m^{-2}.K^{-4}$ est la constante de Stefan-Boltzmann. Ceci conduit à $h_r=10.4~\mathrm{W\,m^{-2}\,K^{-1}}$.

On voit donc que le rayonnement contribue finalement beaucoup moins aux échanges entre le corps chaud et son environnement que la convection naturelle. Ceci nous conduit néanmoins à une valeur globale du coefficient d'échange $h_{glob} = \overline{h} + h_r$ proche de 80 W.m $^-$ 2.K $^{-1}$ pour $T_1 = 150^{\circ}C$. Selon les relations (28) et (31) cette valeur de coefficient d'échange varie avec la température, nous avons reporté Tableau II. 9 le calcul de h_{glob} en fonction de la température T_1 .

Tableau II. 9. Calcul du coefficient d'échange global en fonction de la température

T_1 (°C)	$\bar{h} (W.m^{-2}.K^{-1})$	$h_r (W.m^{-2}.K^{-1})$	$h_{glob} (W.m^{-2}.K^{-1})$
40	51,7	6,32	58
60	57,4	6,96	64
80	60,9	7,65	69
100	63,6	8,39	72
120	65,7	9,16	75
150	68,3	10,4	79

Pour des températures T_1 comprises entre 40 et 150°C, le coefficient d'échange global varie de 58 à 79 W.m⁻².K⁻¹.

Gardons cependant à l'esprit que ces valeurs ne sont qu'approximatives étant donnée la configuration géométrique réelle de l'actionneur qui est plus complexe que celle choisie pour ce calcul.

3. Comparaison des résultats expérimentaux et de simulation FEM

a) Profils de température

Les mesures infrarouges, effectuées sur 5 échantillons, ont montré une bonne reproductibilité. C'est pourquoi, dans la suite de l'étude seules les images infrarouges relatives à l'actionneur n°1 seront présentées. Dans les simulations FEM nous avons, pour plus de précision, utilisé les dimensions réelles de l'actionneur n°1 du Tableau II. 5. Les résultats des mesures IR ainsi que ceux des simulations FEM sont présentés Figure II. 28.

Nous avons reporté Tableau II. 10 l'étude de sensibilité des simulations par éléments finis à la valeur du coefficient h. Nous avons choisi trois valeurs pour h : 10, 100 et 200 W.m⁻².K⁻¹.

Nous pouvons constater Tableau II. 10 l'importance de ce coefficient de transfert thermique en prenant un exemple à forte puissance, par exemple lorsque P=425mW:

- $T_{\text{max FEM}} = 212^{\circ}\text{C pour h} = 10 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$,
- T_{max FEM}=148°C pour h=100 W.m⁻².K⁻1,
- T_{max FEM}=130°C pour h=200 W.m⁻².K⁻¹

ce qui représente une variation de 38% entre la valeur de la température maximale du bras chaud lorsque l'on passe de $h=10~W.m^{-2}.K^{-1}$ à $h=100~W.m^{-2}.K^{-1}$.

Il est également important de noter que la valeur h=10 W.m⁻².K⁻¹, correspondant à un refroidissement en situation de convection naturelle, ne permet pas décrire correctement la température des actionneurs puisque les valeurs de température obtenues en FEM sont systématiquement trop importantes par rapport aux mesures par thermographie infrarouge. On voit donc qu'une augmentation du paramètre h est nécessaire pour obtenir une bonne corrélation entre les résultats de FEM et les mesures infrarouges ce qui permet de confirmer la légitimité du modèle analytique utilisé au paragraphe précédent et pour lequel $h_{air}=173~W.m^{-2}.K^{-1}$. On peut remarquer que cette valeur conduit à des températures simulées analytiquement systématiquement supérieures aux valeurs mesurées.

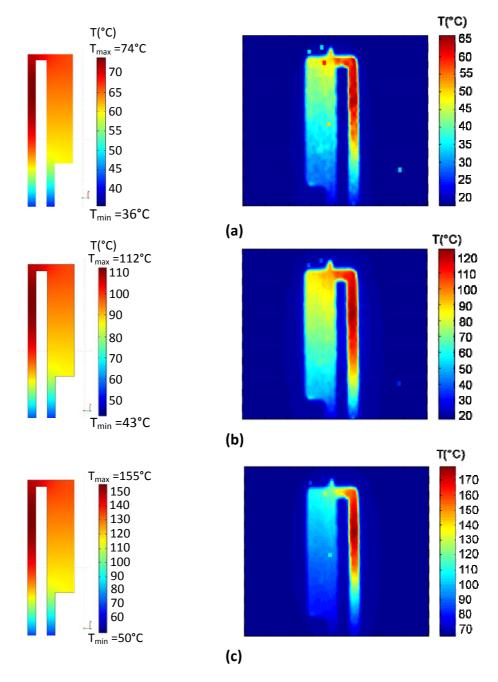


Figure II. 28. Comparaison entre thermographies infrarouges et simulations FEM pour différentes puissances appliquées (h=90 W.m⁻².K⁻¹): (a) 190mW, (b) 305mW, (c) 425mW

Tableau II. 10. Etude de sensibilité des résultats de FEM au coefficient de transfert thermique par convection

U (V)	P (mW)	h (W.m ⁻² .K ⁻¹)	T _{max} (°C) FEM	T _{moy bras} chaud (°C) FEM	T _{moy} bras froid (°C) FEM	ΔT (°C) FEM	T _{max} (°C) ANALYTIQUE	T _{moy} bras chaud (°C) ANALYTIQUE	T _{moy bras froid} (°C) ANALYTIQUE	ΔT (°C) ANALYTIQUE	T _{IR_MAX} (°C)
0.084	123	10	75	74	68	6	70	58,0	30,4	28	59
		100	57,8	57	50	7					
		200	52,5	52	45	7					
0,103	178	10	97,9	95	88	7	95	76,0	44,7	31	65
		100	71,4	70	60	10					
		200	64,2	63	52	11					
0,141	298	10	153	148	134	14	150	114	74,7	39	125
		100	108	105	87	18					
		200	95,1	93	73	20					
0,160	363	10	184	178	161	17	175	136	91,5	44	150
		100	129	126	103	23					
		200	113	111	86	25					
0,176	425	10	212	205	185	20	210	159	110	49	178
		100	148	145	118	27					
		200	130	128	98	30					

En modélisation par éléments finis en revanche, le choix d'une valeur proche de celle calculée à partir des nombres de Nusselt et Rayleigh (h ≈ 90 W.m⁻².K⁻¹) permet d'aboutir à un profil de température très proche de celui mesuré par thermographie infrarouge. En effet, pour des puissances injectées comprises entre 190 et 425 mW (Figure II. 28) des températures maximales comprises entre 74 et 155°C sont calculées par éléments finis (h=90 W.m⁻².K⁻¹). Ces valeurs concordent relativement bien avec celles mesurées par infrarouge et qui sont comprises entre 65 et 178°C. En revanche, bien qu'elle n'ait pas été quantifiée à partir des images infrarouges, la différence entre les moyennes des températures mesurées dans le bras chaud et dans le bras froid semble supérieure à celle obtenue en simulation. Plusieurs hypothèses peuvent être envisagées pour expliquer ces différences :

- influence des caractéristiques géométriques des couches sérigraphiées : section des couches non rectangulaire, porosité, irrégularités de surface,...
- modélisation thermique incomplète : non prise en compte des échanges radiatifs de type surface-surface qui interviennent entre la face inférieure de l'actionneur et le substrat, pas de prise en compte de la non-linéarité de certains paramètres matériau (conductivité thermique, coefficient de transfert thermique par convection...)

b) Déplacement de l'actionneur

La modélisation par éléments finis nous a permis d'une part de calculer la répartition de température qui vient d'être présentée et d'autre part le déplacement de l'extrémité de l'actionneur à partir de ce profil de température. Nous avons reporté Figure II. 29 le résultat de la comparaison entre les déplacements prévus en FEM et les déplacements réels mesurés sur l'actionneur cuivre. Bien que les valeurs des déplacements calculés soient du même ordre de grandeur, on observe qu'ils restent inférieurs à ceux mesurés, confirmant ainsi la tendance observée au paragraphe Partie2.II.A.2 de ce chapitre lors de la comparaison déplacements mesurés/déplacements calculés analytiquement Figure II. 29. Ceci peut s'expliquer par la simplification des encastrements du côté du bras chaud et du bras froid qui est utilisée en modélisation par éléments finis où la jonction entre les plots et l'actionneur est considérée comme parfaitement verticale alors que l'on peut observer sur une coupe MEB que cette jonction a une forme réelle plus arrondie (Figure II. 18c).

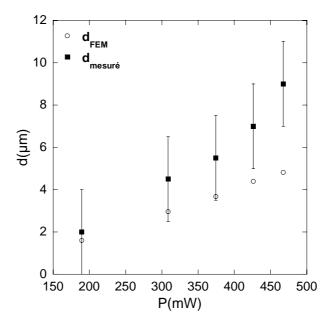


Figure II. 29. Comparaison entre déplacements mesurés et déplacements calculés par FEM pour un actionneur en cuivre

C. Etude de la force délivrée par l'actionneur

Si le déplacement de l'actionneur est le paramètre le plus directement et le plus facilement mesurable, la force disponible en extrémité d'actionneur peut être tout aussi intéressante que le déplacement. En effet, si ce dernier reste la grandeur la plus importante pour des applications en optique où l'actionneur lui-même peut servir d'obturateur, la force qu'il permet d'exercer devient primordiale lorsqu'il a pour but de déplacer un objet (micromiroir [16], fibre optique [17]...). Cette grandeur n'a pourtant fait l'objet que de très peu d'études [26, 27] car elle reste difficilement mesurable si un système de test n'est pas directement intégré dans la fabrication de l'actionneur, ce qui est le cas dans notre étude. Pour palier à ce manque, Huang et al. [28] ont proposé une méthode de calcul de cette force, délivrable par l'actionneur basée sur la mesure de son déplacement latéral. L'hypothèse faite dans cette étude est la suivante : si à une puissance P donnée le déplacement de l'actionneur atteint une valeur d, la force extérieure F qu'il faudrait appliquer à l'actionneur au repos (pas de différence de potentiel appliquée à ses bornes) pour atteindre le même déplacement est équivalente à la force délivrable par l'actionneur en fonctionnement à la puissance P. Ainsi, Huang et al. proposent une expression de cette force en fonction des dimensions de l'actionneur, du module de Young du matériau structural et du déplacement latéral de l'actionneur à une puissance donnée. Ces calculs sont validés par une bonne corrélation obtenue avec des mesures de force effectuées sur des actionneurs thermiques en polysilicium.

Les résultats de simulation présentés au paragraphe Partie 2.II.A.2. sont basés sur un modèle analytique pouvant être séparé en deux parties :

- une étude thermique prenant en compte les différentes pertes thermiques ainsi que
 l'effet Joule et dont le but est la détermination du profil de température dans
 l'actionneur
- une étude mécanique dont le but est de remonter au déplacement latéral d'un actionneur soumis soit à une élévation de température soit à une force extérieure F provoquant toutes deux un déplacement de l'extrémité du bras chaud vers le bras froid (Figure II. 14).

Dans les simulations faites précédemment, seuls les gradients thermiques au sein de l'actionneur ont été pris en compte, la force F restant égale à zéro. Pour appliquer le principe de calcul de Huang [28], il suffit donc d'imposer des gradients thermiques nuls dans l'actionneur et de trouver la valeur de F qui permet d'aboutir aux mêmes amplitudes de déplacement que celles reportées Figure II. 22 et Figure II. 23. Afin de tester la validité de cette méthode, nous avons effectué ce calcul pour l'actionneur de Kolesar et al. [27] dont la force délivrable a été mesurée grâce à un système intégré basé sur la déformation d'une micropoutre soumise à la force exercée par l'actionneur. Ainsi, une force délivrable de 8 μN a été mesurée pour une puissance appliquée de 31 mW. En utilisant dans notre simulation les dimensions de l'actionneur de Kolesar (Tableau II. 11) et les propriétés physiques du polysilicium, une force délivrable de 10 μN est calculée pour une puissance appliquée de 31 mW ce qui valide l'utilisation de cette méthode pour le calcul de la force délivrable par notre propre actionneur. Ce calcul a été réalisé pour un actionneur aux dimensions standard (Tableau II. 3) et pour des puissances comprises entre 80 et 660 mW, les résultats sont présentés Figure II. 30. On constate Figure II. 30 qu'une puissance injectée de 660 mW permet d'envisager une force délivrable d'environ 13 mN à l'extrémité de l'actionneur thermique. Cette valeur n'a malheureusement pas pu être confirmée par une mesure mais le travail de confrontation à la mesure de Huang et celui effectué dans ce paragraphe par rapport aux travaux de Kolesar nous permettent de penser que la dizaine de mN est l'ordre de grandeur des forces atteignables avec nos actionneurs thermiques, lorsque leur déplacement atteint la dizaine de microns.

Tableau II. 11. Dimensions de l'actionneur de Kolesar [27]

Paramètres	Valeurs
Longueur du bras chaud, l _h	200 μm
Longueur du bras froid, l _c	160 μm
Longueur du bras de flexion, l _f	40 μm
Largeur du bras chaud, w _h	2 μm
Largeur du bras froid, w _c	20 μm
Largeur du bras de flexion, w _f	2 μm
Espacement entre les deux bras, g	2 μm
Epaisseur	2 μm

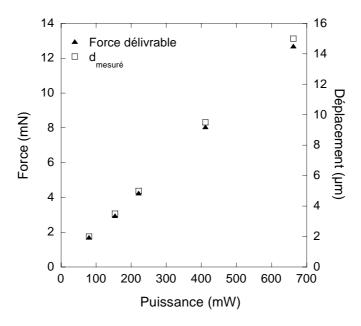


Figure II. 30. Evaluation analytique de la force délivrable par l'actionneur en fonction de la puissance

III. Optimisations potentielles de l'actionneur thermique

Plusieurs voies peuvent être envisagées pour l'optimisation de l'actionneur par rapport à l'augmentation du déplacement à puissance appliquée équivalente :

- conservation des dimensions mais changement de matériau
- modification des dimensions
- modification de la forme de l'actionneur et du principe de fonctionnement

Afin de conclure l'étude de l'actionneur, quelques unes de ces pistes ont été abordées en s'appuyant sur les outils de simulation présentés précédemment.

A. Optimisation des dimensions et des matériaux

Le fonctionnement de l'actionneur, bien que faisant appel à plusieurs principes physiques, repose principalement sur quelques paramètres relatifs aussi bien au matériau structural qu'aux dimensions de l'actionneur. L'évaluation de l'importance de chacun de ces paramètres peut donc être effectuée grâce à l'outil de simulation analytique déjà abordé au paragraphe Partie 2.II.A.2. Cette étude peut être séparée en deux parties : une partie relative à l'étude des paramètres influents du matériau structural et une partie relative à l'étude des paramètres géométriques les plus influents.

1. Paramètres fondamentaux du matériau structural

Dans le modèle analytique utilisé précédemment, les paramètres du matériau intervenant dans le calcul du déplacement sont :

- les paramètres électriques : ρ_0 (résistivité électrique à température ambiante en Ω .m), β (coefficient de variation de la résistivité avec la température en ppm.°C⁻¹)
- les paramètres thermiques : k (conductivité thermique du matériau structural en $W.m^{-1}.K^{-1}),\ k_a\ (conductivité\ thermique\ de\ l'air),\ k_s\ (conductivité\ thermique\ du substrat), \alpha (coefficient de dilatation thermique du matériau structural)$
- les paramètres mécaniques : E (module de Young en GPa), υ (coefficient de Poisson)
 On peut penser que les paramètres du matériau qui semblent les plus déterminants pour obtenir un fort déplacement à faible puissance sont la dilatation thermique, la conductivité thermique k et la résistivité électrique. Ceci a été confirmé par l'étude de Luo et al. [19] présentée dans le paragraphe Partie1.I. de ce chapitre et qui montre que les 3 paramètres

les plus influents sont le coefficient de dilatation qu'il faut maximiser, la conductivité thermique et le module de Young qu'il faut minimiser. Le nickel apparaît dans cette étude comme le meilleur choix, pour ne pas restreindre les matériaux potentiellement intéressant on peut y rajouter l'aluminium, le zinc, l'acier inox et le titane. Pour comparer les performances de ces matériaux nous avons effectué des simulations en utilisant les dimensions présentées Tableau II. 3. Nous avons choisi une puissance appliquée de 200 mW pour chaque cas afin de comparer les déplacements obtenus, les résultats sont présentés Tableau II. 12.

Tableau II. 12. Calcul analytique du déplacement en fonction du matériau structural à puissance appliquée constante

Matériau	10 ⁶ .α	k	β	11 (\/)	I (A)	P(mW)	d _{sim} (μm)
	(ppm.°C ⁻¹)	(W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	(ppm.°C ⁻¹)	U _{app} (V)			
Cu	17	400	3670	0,106	1,89	200	4,0
Ni	13	91	4800	0,182	1,09	200	16
Al	23	160	4200	0,107	1,87	200	11,7
Acier inox	12	45	3000 ¹	0,597	0,34	200	26,4
Zn	29	115	3700	0,165	1,21	200	29,3

¹ pour une composition 99.5% Fe - 0.5% C

On peut voir que deux matériaux permettraient d'augmenter de manière significative les performances de l'actionneur tout en conservant ses dimensions : le zinc et l'acier inox. Le premier pourrait difficilement être utilisé pur en revanche les propriétés qui le rendent intéressant en tant que matériau structural varient peu lorsqu'il est mis en alliage en proportion massique au moins égale à 70%. Le principal inconvénient du zinc est qu'il réagit avec les acides et n'est par conséquent pas compatible avec le procédé de libération des couches épaisses. Le second matériau le plus intéressant est l'acier inox dont le principal inconvénient paraît être le point de fusion (1400°C< T_F <1450°C) et par conséquent la température de frittage, supérieure à 1100°C. Une solution intermédiaire au remplacement

du cuivre par un autre métal peut être l'utilisation d'un alliage à base de cuivre. En particulier, l'ajout de nickel dans la composition de cuivre initiale augmenterait la résistivité du cuivre ce qui permettrait de travailler avec de plus faibles courants.

2. Paramètres géométriques

Afin d'évaluer l'impact de chaque paramètre géométrique sur la performance de l'actionneur nous avons réalisé des simulations analytiques en utilisant des dimensions de base et en faisant varier systématiquement un seul paramètre de $\pm 20\%$. Les résultats sont présentés dans le Tableau II. 13.

Tableau II. 13. Influence d'une faible variation de chaque paramètre géométrique de l'actionneur

Paramètres	Valeurs de base		Effet d'une diminution de 20%		Effet d'une augmentation de 20%	
	Valeur	d_{sim}	valeur	d_{sim}	valeur	d_{sim}
l _h	3270		2616	7,1 (-19,3%)	3924	10,9 (+23,9%)
I_c	2360		1888	5,3 (-39,8%)	2832	12,8 (+45,5%)
\mathbf{w}_{h}	190	8.8	152	13,0 (+47,7%)	228	6,1 (-30,7%)
\mathbf{w}_{c}	680		544	7,1 (-19,3%)	816	10,0 (+13,6%)
g	250		200	9,8 (+11,4%)	300	8,0 (-9,1%)

On constate que c'est une baisse de la largeur du bras chaud qui provoque la plus forte augmentation de déplacement grâce à un effet Joule favorisé. Par ailleurs on peut bien sûr noter la tendance à l'augmentation du déplacement avec la longueur du composant (bras chaud et bras froid) et ce tout simplement grâce à la proportionnalité entre la longueur d'arc parcourue par l'extrémité de l'actionneur et la longueur de ce dernier. Cependant, nous verrons ultérieurement qu'augmenter la longueur de l'actionneur n'est pas une solution à privilégier car cela revient à favoriser le phénomène non-linéaire de flambage. Afin de vérifier les effets d'une modification de w_h nous avons fabriqué puis testé de nouveaux actionneurs thermiques en cuivre dont les dimensions sont présentées dans le Tableau II. 14.

Tableau II. 14. Nouveaux actionneurs utilisés pour tester l'influence du paramètre wh

Actionneur	\mathbf{w}_{h}	\mathbf{W}_{c}	l _h	l _c	g
1	194	690	3267	2370	251
6	160	660	3260	2380	258
7	220	690	3270	2380	255

Nous comparons ici 3 largeurs du bras chaud : 160, 194 et 220 µm puisque tous les autres paramètres restent proches d'un actionneur à l'autre. Le déplacement des actionneurs n°1, 6 et 7 en fonction de la puissance appliquée est présenté Figure II. 31.

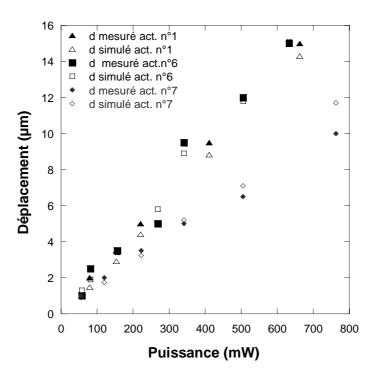


Figure II. 31. Comparaison entre déplacements mesurés et déplacements calculés analytiquement pour des actionneurs en cuivre ayant des bras chauds de différentes largeurs

Comme prévu par les calculs analytiques, une diminution de la largeur du bras chaud provoque, à puissance équivalente, une augmentation du déplacement de l'actionneur et inversement. Compte-tenu des limites de résolution de la technologie utilisée dans cette étude, une largeur w_h =100 μ m paraît être une limite raisonnable qui permettrait d'atteindre un déplacement de 25 μ m environ d'après les simulations faites à une puissance appliquée

de 400 mW (tout autre paramètre géométrique restant égal). En couplant un bras chaud de 100 μ m de largeur et un espace entre les bras de largeur g=100 μ m, les simulations montrent que l'on pourrait alors atteindre en théorie 30 μ m de déplacement pour une puissance appliquée de 400 mW. Les résultats présentés dans ce paragraphe montrent bien qu'une optimisation des paramètres géométriques permettrait d'améliorer les performances de l'actionneur sans toutefois changer l'ordre de grandeur du déplacement.

Un changement de principe de fonctionnement de l'actionneur est une solution envisageable pour atteindre des déplacements beaucoup plus importants, pouvant se révéler très utiles dans des applications optoélectroniques par exemple.

B. Optimisation du principe de fonctionnement de l'actionneur

Une alternative au déplacement dans le plan de l'actionneur thermique asymétrique présenté dans cette étude est le mode de déplacement hors-plan qui peut être mis en œuvre de deux façons différentes :

- grâce au phénomène de flambage en jouant sur la flexibilité hors plan d'une poutre encastrée à ces deux extrémités. Des composants basés sur ce phénomène ont déjà été étudiés [29, 30] et appliqués à la fabrication de régulateurs de flux de refroidissement [31].
- grâce à une géométrie d'actionneur qui favorise un déplacement hors-plan. Un exemple de ce type de composant a été fabriqué par Chen et al. [32].

Afin d'évaluer le potentiel du phénomène de flambage comme mode d'actionnement thermique nous avons tenté de favoriser son apparition au sein des actionneurs précédemment fabriqués grâce au nouveau procédé. Le flambage est la tendance au fléchissement d'une poutre sous l'action d'une force de compression longitudinale (Figure II. 32).

Le phénomène peut apparaître au-delà d'une force critique P_e appelée force critique d'Euler, ce dernier l'ayant exprimée en fonction des appuis à chaque extrémité :

$$P_e = \frac{\pi^2 EI}{I^2} \tag{32}$$

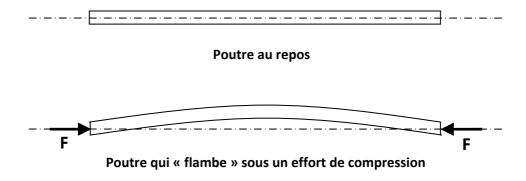


Figure II. 32. Représentation schématique du phénomène de flambage

où E est le module d'Young du matériau, I le moment quadratique de la section de poutre et l une longueur équivalente qui dépend de la longueur de la poutre et du type d'appui à chaque extrémité. Les différents cas de figure sont présentés Figure II. 33. D'après l'expression de P_e , la partie de l'actionneur la plus susceptible de flamber est celle possédant le moment quadratique I le plus faible c'est-à-dire le bras chaud, de section plus faible que le bras froid, et dont I peut s'exprimer ainsi :

$$I = \frac{w_h e^3}{12} \tag{33}$$

où w_h est la largeur du bras chaud et e son épaisseur.

Lors du fonctionnement de l'actionneur, le bras chaud se dilate mais est bloqué à son extrémité par sa jonction avec le bras froid, un effort de compression apparaît donc et peut en théorie provoquer un flambage du bras. En terme d'appuis on peut considérer le bras chaud comme ayant d'un côté un encastrement parfait et de l'autre un encastrement pouvant de déplacer dans une direction. En effet, si du côté du plot d'ancrage l'encastrement peut être considéré comme parfait, à l'autre extrémité du bras chaud, seule la jonction avec le bras froid empêche le bras chaud de se déplacer librement. Pour être rigoureux on pourrait ainsi modéliser cet appui comme un encastrement relié à un ressort mais dans le cadre de notre étude, le calcul présenté ici n'a d'autre but que d'évaluer l'ordre de grandeur de la force critique d'Euler lors de la compression du bras chaud. La meilleure approximation pour P_e semble donc être :

$$P_e = \frac{\pi^2 EI}{L^2} \tag{34}$$

où L est la longueur du bras chaud.

On voit que si l'on veut favoriser le flambage au sein du bras chaud, il faut minimiser le module d'Young du matériau et le moment quadratique de la section du bras. Pour cela nous avons choisi de fabriquer des actionneurs thermiques en argent (E=76 GPa) ayant une épaisseur de 12 μ m. Avec ces paramètres et les dimensions des actionneurs étudiés dans ce paragraphe (Tableau II. 15) nous pouvons évaluer P_e :

$$P_e \approx 7570 \mu N$$

Afin de comparer cette valeur à la force de compression engendrée dans le bras chaud lors du fonctionnement de l'actionneur, nous avons utilisé la modélisation analytique déjà exploitée au paragraphe Partie 2.II.A.2.

Tableau II. 15. Dimensions des actionneurs en argent

Paramètres	Valeurs	
Longueur du bras chaud, l _h	3250 μm	
Longueur du bras froid, I _c	2360 μm	
Longueur du bras de flexion, l _f	890 μm	
Largeur du bras chaud, w _h	185 μm	
Largeur du bras froid, w _c	685 μm	
Largeur du bras de flexion, w _f	185 μm	
Espacement entre les deux bras, g	270 μm	
Epaisseur	12 μm	

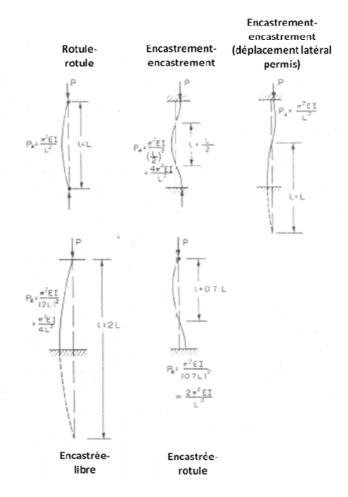


Figure II. 33. Expression de la force critique d'Euler selon les conditions d'appuis

Dans ce modèle, le calcul du déplacement est basé sur celui des forces et moments de flexion le long de l'actionneur, il permet entre autres de remonter à la force de compression dans le bras chaud en fonction de la puissance dissipée par l'actionneur (Figure II. 34). On peut voir que la force critique d'Euler calculée précédemment est dépassée dès 275 mW. Afin de tester le comportement des actionneurs en argent dans cette zone nous avons utilisé le montage présenté Figure II. 21. Pour une puissance appliquée de 350 mW, nous avons observé un déplacement vertical de la partie mobile de l'actionneur de plusieurs centaines de microns. Ce déplacement peut être à priori attribué au phénomène de flambage apparaissant au sein du bras chaud.

Dans le cas de l'actionneur, le moment fléchissant qui apparaît suite au flambage tend à soulever à la verticale toute la partie mobile de l'actionneur. Ces observations nous amènent donc à penser qu'un mode d'actionnement thermique "hors plan " semble être une voie d'étude très intéressante pour les MEMS hybrides, puisqu'à puissance équivalente il semble

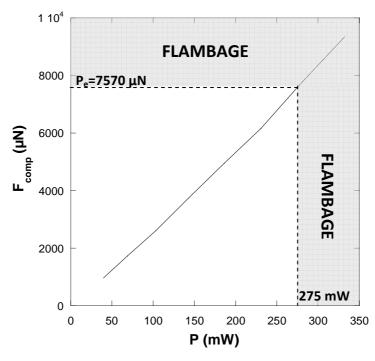


Figure II. 34. Force de compression F_{comp} calculée dans le bras chaud

capable de générer des déformations jusqu'à 100 fois supérieures à celles délivrées par un mode d'actionnement dans le plan. Cependant, bien que très performant ce mode de déplacement s'appuie sur un phénomène non linéaire, relativement difficile à contrôler, qu'est le flambage. Ceci peut être gênant dans des applications ou la précision est plus importante que l'amplitude du déplacement global de l'actionneur. Pour palier à ce problème tout en conservant les avantages d'un déplacement hors-plan il est possible d'envisager d'autres géométries d'actionneur permettant un meilleur contrôle du déplacement. Chen et al. [32] ont ainsi développé un actionneur thermique hors-plan dont le principe est encore fois basé sur une asymétrie entre un bras chauffé par effet Joule et un bras froid (Figure II. 35). Par rapport à l'actionneur de Gückel, la différence est que le décalage entre les bras est un décalage hors-plan. On peut voir Figure II. 35 que tous les bras de l'actionneur ont la même section ce qui rend possible un déplacement dans un sens comme dans un autre selon la paire de bras dans laquelle on fait circuler un courant. Le fonctionnement de l'actionneur est essentiellement basé sur la maîtrise du décalage vertical entre la paire de bras froids et la paire de bras chauds. Chen et al. ont montré qu'une augmentation des performances de cet actionneur passe par une minimisation de h jusqu'à

une valeur critique qui reste à déterminer en fonction des dimensions globales de l'actionneur.

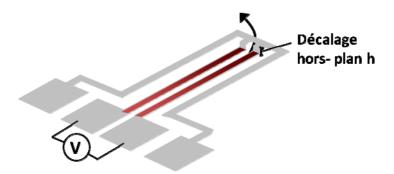


Figure II. 35. Actionneur de Chen et al. [30]

Ceci est dû à la rigidité de la jonction verticale entre les paires de bras qui doit rester suffisante pur que la différence de dilatation entre les deux bras ne se transforme pas en déformation de cette jonction. On peut imaginer la fabrication d'un tel actionneur grâce au procédé décrit dans le premier chapitre. Le matériau structural pourrait être dans un premier temps le cuivre et les dimensions pourraient être celles représentées sur le typon Figure II. 36.

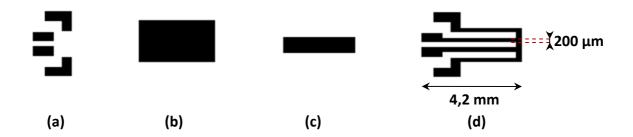


Figure II. 36. Motifs pour la réalisation d'un actionneur hors-plan sérigraphié

Deux épaisseurs de couche sacrificielle pourraient être sérigraphiées l'une sur l'autre de manière à créer le décalage entre les plans des bras froids et chauds. Si dans l'actionneur thermique asymétrique de Gückel l'amplification du déplacement passe par une minimisation de l'espace entre le bras chaud et le bras froid difficile à obtenir en sérigraphie, en revanche, dans l'actionneur de Chen et al., l'amplification du déplacement passe par une diminution de l'espace entre le plan contenant les bras chaud et celui contenant les bras froid qui peut être facilement maitrisée en sérigraphie.

Conclusion

La faisabilité du procédé a été démontrée par la fabrication d'actionneurs thermiques asymétriques en cuivre. Ces actionneurs ont pu être mis en mouvement grâce à l'application d'une tension à leurs bornes. Ainsi, pour des puissances appliquées comprises entre 80 et 670 mW, des déplacements dans le plan compris entre 2 et 15 μ m sont obtenus. Ces valeurs sont par ailleurs conformes à des résultats de simulations analytiques démontrant ainsi la possibilité de modéliser les composants réalisés à l'aide du nouveau procédé. Le profil de température au sein des actionneurs a pu être calculé grâce à des modélisations par éléments finis dont les résultats sont comparables aux températures mesurées par thermographie infrarouge. Afin d'augmenter les performances des actionneurs thermiques sérigraphiés en terme de déplacement, la meilleure voie d'optimisation semble l'utilisation d'un déplacement hors-plan dont le potentiel a pu être entrevu grâce à des tests de flambage effectués sur des actionneurs en argent de 12 μ m d'épaisseur. Pour des puissances comparables à celles mentionnées précédemment, des déflections de plusieurs centaines de microns ont ainsi pu être observées.

Bibliographie

- [1] M. HOFFMANN, P. KOPKA et E. VOGES, "Bistable micromechanical fiber-optic switches on silicon with thermal actuators", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 78 (1), pp. 28-35, 1999.
- [2] W. BENECKE et W. RIETHMULLER, "Applications of silicon microactuators based on bimorph structures", Proceedings of the IEEE MEMS Workshop, Salt Lake City, Utah, pp. 116-120, 1989.
- [3] M. ATAKA, A. OMODAKA, N. TAKESHIMA et H. FUJITA, "Fabrication and operation of polyimide bimorph actuators for a ciliary motion system, " Journal of Microelectromechanical Systems, vol. 2 (4), pp. 146-150, 1993.
- [4] W.-H. CHU et M. MEHREGANY, "Microfabricated tweezers with a large griping force and a large range of motion", Proceedings of the Solid-State Sensors and Actuators Workshop, Hilton Head Island, SC, pp. 100-107, 1994.
- [5] X-Q. SUN, X. GU et W.N. CARR, "Lateral in-plane displacement microactuators with combined thermal and electrostatic drive", Proceedings of the Solid-State Sensors and Actuators Workshop, Hilton Head Island, SC, pp. 152±155, June 1996.
- [6] J. ABADIE, N. CHAILLET et C. LEXCELLENT, "An integrated shape memory alloy micro-actuator controlled by thermoelectric effect", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 99 (3), pp. 297-303, 2002.
- [7] H. TAKAO, K. MIYAMURA, H. EBI, M. ASHIKI, K. SAWADA et M. ISHIDA, "A MEMS microvalve with PDMS diaphragm and two-chamber configuration of thermo-pneumatic actuator for integrated blood test system on silicon", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 119 (2), pp. 468-475, 2005.

- [8] H. GUCKEL, J. KLEIN, T. CHRISTENSON, K. SKROBIS, M. LAUDON et E. LOVELL, "Thermomagnetic metal flexure actuators", Tech. Digest Solid State Sensors and Actuators Workshop, Hilton Head, SC, USA, pp. 73-75, 1992.
- [9] J. COMTOIS et V. BRIGHT, "Applications for surface-micromachined polysilicon thermal actuators and arrays", Sensors and Actuators A, vol. 58, pp. 19-25, 1997.
- [10] E. S. KOLESAR, S. Y. KO, J. T. HOWARD, P. B. ALLEN, J. M. WILKEN, N. C. BOYDSTON, M. D. RUFF et R. J. WILKS, "In-plane tip deflection and force achieved with asymmetrical polysilicon electrothermal microactuators", Thin Solid Films, vol. 377-378, pp. 719-726, 2000.
- [11] T. MOULTON et G. K. ANANTHASURESH, "Micromechanical devices with embedded electro-thermal-compliant actuation", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 90 (1-2), pp. 38-48, 2001.
- [12] R.W. JOHNSTONE et M. PARAMESWARAN, "Deflection response of electro-thermal actuators to voltage and power", Canadian Conference on Electrical and Computer Engineering, pp. 478-481, 2005.
- [13] D. M. BURNS et V. M. BRIGHT, "Design and performance of a double hot arm polysilicon thermal actuator", Proc. SPIE, vol. 3224, pp. 296–306, 1997.
- [14] D. YAN, A. KHAJEPOUR et R. MANSOUR, "Modeling of two-hot-arm horizontal thermal actuator", J. Micromech. Microeng, vol. 13, pp. 312-322, 2003.
- [15] J. C. CHIOU AND W. T. LIN, "Variable optical attenuator using a thermal actuator array with dual shutters", Optics Communications, vol. 237 (4-6), pp. 341-350, 2004.
- [16] H. CAI, X. M. ZHANG, C. LU, A. Q. LIU et E. H. KHOO, "Linear MEMS variable optical attenuator using reflective elliptical mirror", IEEE Photon. Technol. Lett., vol. 17 (2), pp. 402–404, 2005.

- [17] L. A. FIELD, D. L. BURRIESCI, P. R. ROBRISCH et R. C. RUBY, "Micromachined 1 × 2 optical-fiber switch", Sensors Actuators A, vol. 53, pp. 311–315, 1996.
- [18] E. T. ENIKOV et K. LAZAROV, "PCB-integrated metallic thermal micro-actuators", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 105 (1), pp. 76-82, 2003.
- [19] J.K. LUO, J.H. HE, A.J. FLEWITT, D.F. MOORE, S.M. SPEARING, N.A. FLECK et W.I. MILNE, "Development of all metal electro-thermal actuator and its applications", Proc. SPIE, vol. 5344, pp. 201-210, 2004.
- [20] Q.-A. HUANG et N.K.S. LEE, "Analysis and design of polysilicon thermal flexure actuator", J.Micromech. Microeng., vol.9, pp.64-70, 1999.
- [21] L. LIN et M. CHIAO, "Electrothermal responses of lineshape microstructures", Sensors and Actuators A, vol. 55, pp. 35-41, 1996.
- [22] G. FOURNET, "Physique électronique des solides", Eyrolles, Paris, 1962.
- [23] S. MURATET, "Conception, caractérisation et modélisation : Fiabilité prédictive de MEMS à actionnement électrothermique", Thèse de doctorat de l'INSA Toulouse, 2005.
- [24] M. ASHAUER, J. ENDE, H. GLOSH, H. HAFFNER et K. HILTMANN, "Thermal characterization of microsystems by means of high-resolution thermography", Microelectronics Journal, vol. 28, pp. 327-335, 1997.
- [25] F.P. INCROPERA, D.P. DEWITT, "Fundamentals of heat and mass transfer", 4th edition, Wiley Ed., 1981.
- [26] J.R. REID, V.M. BRIGHT et J.H. COMTOIS, "Force measurements of polysilicon thermal microactuators", Proc. SPIE, vol. 2882, pp. 296–306, 1996.

- [27] E. S. KOLESAR, P. B. ALLEN, J. T. HOWARD, J. M. WILKEN et N. BOYDSTON, "Thermally-actuated cantilever beam for achieving large in-plane mechanical deflections", Thin Solid Films, vol. 355-356, pp. 295-302, 1999.
- [28] Q-A. HUANG et N. K. S. LEE, "A simple approach to characterizing the driving force of polysilicon laterally driven thermal microactuators", Sensors Actuators A, vol. 103, pp. 48-58, 2003.
- [29] M. CHIAO et L. LIN, "Self-buckling of micromachined beams under resistive heating", Journal of microelectromechanical systems, vol. 9 (1), pp.146-151, 2000.
- [30] L. LIN et S-H. LIN, "Vertically driven microactuators by electrothermal buckling effects", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 71, pp. 35-39, 1998.
- [31] M. MCCARTHY, N. TILIAKOS, V. MODIA et L. G. FRÉCHETTE, "Thermal buckling of eccentric microfabricated nickel beams as temperature regulated nonlinear actuators for flow control", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 134 (1), pp. 37-46, 2007.
- [32] W-C. CHEN, C-C. CHU, J. HSIEH et W. FANG, "A reliable single-layer out-of-plane micromachined thermal actuator", Sensors and actuators A: Physical, vol. 103 (1-2), pp. 48-58, 2003.

CHAPITRE 3

POTENTIALITES DU PROCEDE : MICROSTRUCTURES POUR MEMS HYBRIDES

Après la mise au point du nouveau procédé et la démonstration de sa faisabilité, l'objet de ce chapitre est d'explorer ses potentialités pour d'autres domaines d'applications émergents utilisant les MEMS.

Ainsi la première partie de ce chapitre décrit la fabrication et la caractérisation de résistances chauffantes libérées du substrat notamment pour des applications de type capteur ou actionneur. En effet, outre une diminution de la consommation énergétique, la fabrication de résistances libérées grâce au nouveau procédé permet d'obtenir un meilleur temps de réponse et une isolation thermique propriétés potentiellement intéressantes pour des capteurs. Ces résistances peuvent également être utilisées dans des applications de type microréacteur qui sont à l'heure actuelle très utilisées dans les systèmes microfluidiques appliqués à la chimie ou la biologie. Dans ce cas, les résistances sont le plus souvent intégrées dans des microstructures de type microcanaux faisant également appel aux techniques de microfabrication.

La seconde partie de ce chapitre a pour but de tester la faisabilité de microcanaux. Ces derniers sont aujourd'hui très utilisés en chimie et biologie pour l'étude des réactions et dans le domaine bio-médical. D'un point de vue fabrication, la difficulté réside dans le choix

des matériaux qu'impose la fabrication d'un microcanal. En particulier, la possibilité offerte en sérigraphie de fabriquer des microstructures en verre peut permettre de résoudre certains problèmes récurrents en microfluidique tels que la compatibilité chimique ou la résistance à la pression exercée par les fluides en mouvement.

La troisième partie de ce chapitre est l'étude de composants piézoélectriques pouvant être utilisés comme capteurs ou actionneurs et susceptibles d'être couplés à des microstructures de type microcanal. Bien que l'idée d'assembler des couches épaisses piézoélectriques à des microstructures mobiles ait déjà été exploitée à l'université de Southampton grâce à la technologie silicium, le but est ici de fabriquer à l'aide du même procédé une couche active piézoélectrique libérée.

Partie 1. Réalisation de micro-résistances chauffantes libérées

I. Travaux antérieurs

Le récent développement des MEMS ne concerne pas uniquement le domaine des actionneurs mais aussi celui des capteurs. En effet, les capteurs dont le principe de fonctionnement est basé sur un échauffement par effet Joule ont depuis quelques années profité des technologies de micro-usinage du silicium et de microélectronique hybride. Ces résistances chauffantes ou microfours (" microheaters ") peuvent être aussi utilisés comme capteurs physiques ou capteurs chimiques. Les phénomènes de dissipation thermique au sein de la résistance peuvent, par exemple, permettre de remonter à une information [1] :

- sur la pression ambiante
- sur le débit du fluide environnant
- sur la composition gazeuse de l'atmosphère

Le fonctionnement d'un tel capteur est basé sur l'échauffement d'une résistance produit par le passage du courant. Si cette dernière est fabriquée sur un substrat massif, l'évolution temporelle de la température est avant tout contrôlée par des phénomènes de conduction vers le substrat rendant ainsi très difficile la détection de grandeurs peu influentes comme la pression ou la composition gazeuse environnante. Les capteurs qui ont été développés sur

ce principe sont donc tous basés sur une structure de type "membrane" (Figure III. 1) qui nécessite un micro-usinage du substrat. Ce dernier est dans la grande majorité des cas du silicium usiné chimiquement [1-7] ou physiquement [8-10]. L'intégration des résistances chauffantes à des membranes permet d'une part de les isoler thermiquement et d'autre part de réduire la consommation énergétique des capteurs. Ainsi, Grudin et al. [3] ont pu évaluer le gain en température à 50°C/mW pour des résistances chauffantes en polysilicium par rapport au même type de composant sur substrat. Des travaux récents sur la combinaison des procédés silicium et microélectronique ont montré la possibilité de fabriquer des microfours à faible consommation d'énergie pour des applications capteurs [11].

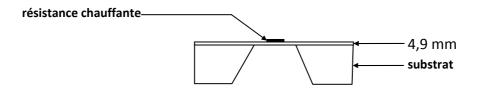


Figure III. 1. Résistance chauffante intégrée dans une structure de type "membrane"

Le principe de fonctionnement le plus utilisé est le suivi de l'échange de chaleur par convection entre la résistance et/ou la couche sensible qui lui est associée et le milieu ambiant. La sensibilité d'un tel capteur dépend de deux paramètres [1] :

- le rapport $R = \frac{S}{V}$ où S est la surface active du capteur et V son volume
- la masse thermique $m_{thermique} = mC_p$ où m est la masse du capteur et C_p sa capacité calorifique

Après avoir testé plusieurs géométries de capteur, Gadja et al. ont pu mettre en évidence expérimentalement que pour augmenter la sensibilité d'un capteur basé sur une résistance chauffante libérée, il convient de maximiser le rapport R et de minimiser la masse thermique du composant pour que ce dernier dissipe le mieux possible la chaleur.

A. Mesure de la pression

L'étude de cette dissipation a permis dans plusieurs études de remonter à la pression ambiante [1, 10]. En effet, pour des pressions comprises entre 10^{-3} et 10 atm, la conductivité thermique d'un gaz augmente d'environ 1% par unité de pression [12]. L'échange convectif étant proportionnel à la différence de température entre le capteur et le substrat, plus la température de fonctionnement du capteur est importante plus sa sensibilité à la pression augmente. Ainsi les travaux de Gadja et al. montrent qu'une température de 250°C permet d'obtenir une très bonne sensibilité à la pression dans une gamme comprise entre 0 et 5 bars. Kimura et al. ont démontré la possibilité d'utiliser le même principe pour un capteur fonctionnant entre 2.10^{-3} et 1.10^{5} Pa. Ce dernier présente également les caractéristiques d'un capteur basé sur une résistance thermique libérée à savoir une faible consommation énergétique et une très bonne sensibilité.

B. Mesure du débit

Lorsque les résistances chauffantes libérées sont associées à une cellule ou un microcanal, elles peuvent être utilisées comme capteurs de débit. Le principe de fonctionnement est le même que précédemment mais l'air qui entourait les résistances est ici remplacé par un fluide en mouvement [1,4,13]. Dans cette configuration, il a été montré que le transfert thermique par convection entre le capteur et le substrat (Q) peut s'exprimer par la relation :

$$Q = AV^{\alpha} \tag{1}$$

où A est une constante, V est la vitesse du gaz environnant (convection forcée) et α un exposant compris entre 0,5 et 0,8. L'échange convectif dépend essentiellement de deux paramètres :

- le type d'écoulement : laminaire ou turbulent
- la direction de l'écoulement : parallèle ou perpendiculaire à la surface refroidie du capteur

Comme précédemment, la méthode la plus courante permettant de remonter au débit est la quantification de la baisse de température provoquée par ce dernier. Là encore, la structure du capteur a une forte influence mais elle tend à diminuer avec la vitesse du gaz puisque cette dernière favorise l'échange convectif à la surface du capteur [1]. Dans leurs travaux, Nguyen et al. [4] ont par ailleurs montré que l'optimisation du temps de réponse de tels capteurs implique l'utilisation d'un mode "température de la résistance chauffante

constante". L'électronique, liée à cette régulation de température, intervient seule dans la détermination du temps de réponse qui peut ainsi être ramené à quelques dizaines de microsecondes.

C. Capteur d'accélération

Directement dérivés des capteurs de débits précédemment décrits, des accéléromètres basés sur le principe précédent ont vu le jour depuis le milieu des années 90 afin de palier aux problèmes de fiabilité et de robustesse des accéléromètres classiques basés sur la mesure de déplacement d'une masse [14]. Le principe est la mesure du profil de température le long d'une résistance chauffante linéaire soumise à une accélération [15]. Au repos il est facile de montrer que ce profil est symétrique par rapport au point le plus chaud localisé au centre de la résistance, en revanche, lorsque cette dernière est soumise à une accélération, le profil de température devient asymétrique à cause du flux de gaz environnant. A l'aide de résistances montées en pont de Wheastone et placées symétriquement par rapport au centre de l'élément chauffant, on peut remonter facilement à la différence de température entre ces deux points donc à la vitesse locale du gaz environnant et à l'accélération du système. En plus d'un accéléromètre deux axes, Zhu et al. [16] ont pu montrer que cette configuration de capteur pouvait également être utilisée comme gyromètre uniaxe à condition que l'accélération le long de cet axe ne soit pas nulle.

D. Détermination d'une composition gazeuse

Le dernier type d'application, qui a été largement étudié puis développé est le capteur d'espèces chimiques.

(1) Capteur basé sur une interaction physique

L'évolution temporelle de la température au sein de la résistance chauffante est directement reliée à la conductivité du gaz environnant. Or, cette dernière varie avec la composition du gaz qui est ainsi, à priori, déterminable. Gadja et al. [1] ont montré que si l'on travaille à puissance constante, on obtient :

$$(k^{1-m})_{air} (\rho C_p U_c)_{air}^m \Delta T_{air} = (k^{1-m})_{m\acute{e}l} (\rho C_p U_c)_{m\acute{e}l}^m \Delta T_{m\acute{e}l}$$
 (2)

soit:

$$\Delta T_{m\acute{e}l} = \lambda \Delta T_{air} \tag{3}$$

où k est la conductivité thermique, ρ la masse volumique, C_p la capacité calorifique à pression constante, U_c la vitesse du gaz environnant le capteur, ΔT la différence de température entre le capteur et son milieu environnant et λ une constante différente de 1 dans la très grande majorité des mélanges. Selon les gaz, l'écart de conductivité par rapport à la celle de l'air est plus ou moins important (Figure III. 2) mais on peut noter que certains gaz comme CO_2 , He, H_2 et CH_4 sont en théorie facilement détectable avec ce type de capteur car ils modifient nettement la conductivité de l'air pur.

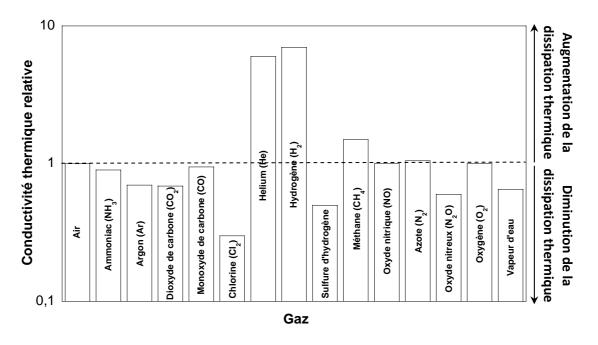


Figure III. 2. Conductivités thermiques normalisées de quelques gaz par rapport à l'air (pour des conditions standard de température et de pression)

Ces capteurs donnent un suivi en temps réel de la composition gazeuse du milieu ambiant indépendamment des variations d'autres paramètres comme la température et la pression avec un très bon temps de réponse. Cette utilisation "standard" du capteur thermique de gaz présente donc l'avantage d'être universelle puisque la plupart des gaz polluants sont à même de modifier la conductivité thermique de l'air. Cependant, la limite de détection de gaz ayant une conductivité proche de celle de l'air peut s'avérer insuffisante pour bon nombre d'applications industrielles.

Un capteur original a été conçu par Tardy et al [17] sur la base de la réponse transitoire d'une résistance chauffante de platine sérigraphiée sur un substrat de carbure de silicium

(SiC). Comme tous les dispositifs basés sur la conductivité thermique des gaz, ce capteur peut détecter les variations de conductivité thermique d'un mélange binaire lorsque la composition change et que les deux gaz ont des conductivités thermiques différentes. Le fonctionnement en mode transitoire avec une élévation de température très faible par rapport à la température ambiante (~5K) pendant un temps court (pulse de chauffe), maintient le gaz dans un état proche de l'équilibre thermique, hypothèse sur laquelle repose le modèle mathématique. Pour cette même raison, la consommation est minime (10mW) et le vieillissement inexistant, ce qui constitue un avantage important sur les capteurs actuels fonctionnant en mode statique.

La partie sensible du capteur est constituée d'un substrat de SiC ($3.6x3.6x0.3mm^3$) sur lequel est sérigraphiée une résistance de platine (Figure III. 3). Le carbure de silicium a été préféré à l'alumine à cause de son excellente diffusivité thermique. La face non sérigraphiée du microsubstrat est isolée des parois de la cellule de mesure par un aérogel de silice (épaisseur = 8mm, λ = $13mW.m^{-1}.K^{-1}$). Le puits de calories est assuré par un bloc d'aluminium situé de l'autre côté du substrat à $120\mu m$.

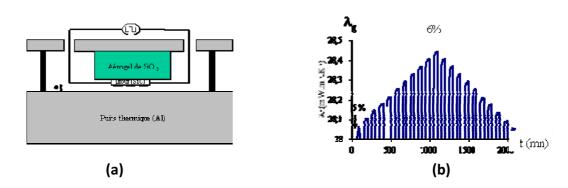


Figure III. 3. (a) Schéma de principe du capteur à conductivité thermique, (b) réponse au mélange He/ N_2 entre 5 et 6% par pas de 0.1%

Les matériaux et la configuration géométrique ont été choisis de manière à simplifier le modèle analytique et à permettre de remonter aisément à la conductivité thermique du mélange gazeux. Des tests effectués avec un mélange d'azote dans l'hélium confirment la légitimité du modèle (Figure III. 3b). La résolution est de 0,1% pour un mélange de 5% de He dans l'azote. Au niveau des applications, il est possible d'envisager la mesure de l'hélium dans les sols, le contrôle du monoxyde de carbone dans l'hydrogène pour les piles à

combustible ou celui du méthane dans l'azote dans les stations d'épuration. La miniaturisation d'un tel capteur paraît envisageable avec notre procédé

Afin d'améliorer l'utilisation du capteur et de l'orienter vers la détection de gaz spécifiques, il est possible de remplacer localement le silicium par un matériau sensible à certaines espèces gazeuses.

(2) Capteur basé sur une interaction chimique

• Capteur à oxyde semi-conducteur

De nombreux travaux ont porté sur ce thème [18]. A titre d'exemple, Grudin et al. [3] ont utilisé conjointement des résistances chauffantes libérées et des matériaux choisis parmi la famille de pérovskite non stoechoimétrique de type SrFeO_{2.5+x} (SFO). Ces derniers, des semiconducteurs de type p, sont notamment efficaces pour la détection de H₂, CO et des composés organiques volatils (COV). En effet, l'adsorption de ces gaz à la surface des SFO provoque une modification de la résistivité de ces derniers qui est facilement mesurable. Ici, le principe utilisé n'est donc plus la variation de conductivité de l'air mais une interaction chimique entre un matériau sensible et un gaz à détecter. La résistance chauffante libérée a ici pour but de chauffer la couche sensible à une température suffisante (T<500°C) pour d'une part favoriser l'interaction chimique et d'autre part assurer une bonne dynamique au capteur. Dans une étude consacrée à la détection de l'hydrogène, DiMeo Jr. et al. [8] remplacent les SFO par des métaux de type "terre rare" (TR) dont ils mesurent la variation de résistivité suite à des réactions d'hydrogénation. Les terres-rares sont en effet connus pour réagir avec l'hydrogène selon deux réactions d'hydrogénation successives :

$$TR + H_2 \rightarrow TR(H_2) \tag{4}$$

$$TR(H2) + \frac{1}{2}H2 \rightarrow TR(H3)$$
 (5)

Ces réactions étant trop lentes à température ambiante, l'usage d'une résistance chauffante libérée permet ici de porter facilement le matériau actif à environ 100°C afin de le rendre utilisable en détection. Les réactions (4) et (5) provoquent de fortes modifications des propriétés physiques du matériau actif en particulier sa résistivité électrique. Des concentrations d'hydrogène comprises entre 150 ppm et 1% peuvent donc être facilement accessibles par des mesures de résistances 4 fils. Pour abaisser la limite de détection, une

étude plus approfondie du matériau actif et de sa méthode de mise en forme ont été envisagées. Vincenzi et al. ont par exemple montré que l'usage d'une couche épaisse sérigraphiée permet d'optimiser la surface de contact entre le matériau et le gaz à détecter grâce à la possibilité d'utiliser des poudres nanostructurées fabriquées par pyrolyse laser ou par sol-gel [11]. Dans leur étude, qui fait suite aux travaux effectués sur les capteurs de gaz à oxyde semi-conducteur, une couche sérigraphiée de SnO₂ a été utilisée pour la détection de NO₂ et CH₄. Les phénomènes de chimisorption qui sont à la base du fonctionnement de ce capteur sont lents et partiellement irréversibles à température ambiante d'où l'utilisation d'une résistante chauffante libérée pour diminuer la consommation énergétique et l'inertie thermique du capteur. La mise en forme de la couche épaisse de SnO₂ libérée implique l'utilisation du micro-usinage du silicium et oblige donc à combiner deux technologies de fabrication.

Pellistors

Le principe des pellistors est connu depuis plusieurs dizaines d'années et certains sont d'ailleurs commercialisés. Ils sont constitués d'une petite bille ou pastille d'alumine poreuse imprégnée de catalyseur et traversée par un fil de platine qui sert à la fois de résistance chauffante et de sonde de température. En présence de gaz combustible, le dégagement de chaleur lié à la combustion catalytique provoque une augmentation de température qui est mesurée par la résistance du fil de platine. L'élévation de température dépend alors de la concentration de gaz combustible dans l'air. Néanmoins, un tel capteur ne présente aucune sélectivité. Il est clair que le principe des pellistors est facilement transposable aux couches épaisses. Par ailleurs des travaux ont montré que la sélectivité au méthane peut être assurée par la combinaison des réponses de trois capteurs basée sur l'adjonction du dépôt à la surface de la résistance d'une couche [19]:

- catalytique à base d'alumine dopée au palladium pour le premier,
- catalytique à base d'alumine dopée au platine pour le second,
- vitreuse ne présentant aucune activité catalytique et servant de référence de température pour le dernier.

A 450°C par exemple, la température du pellistor au palladium mesurée par $T_{pellistor\ Pd}$ – $T_{réf}$, s'élève en présence de gaz réducteurs tels que l'alcool, propane, méthane, etc. Dans le cas

du pellistor au platine, seuls l'alcool et le propane produisent cet effet. La comparaison des deux températures différentielles a permis de détecter sans ambiguïté 0,5% de méthane.

E. Conclusions

Nous voyons là l'application immédiate des résistances libérées pour la fabrication d'un réseau de résistances chauffantes sur un même substrat pour le chauffage et/ou la détection d'espèces chimiques.

Plus généralement, le procédé présenté dans le premier chapitre devrait permettre la fabrication conjointe de plusieurs couches comme par exemple une couche résistive pouvant être utilisée pour chauffer une deuxième couche elle-même sensible à un ou plusieurs gaz. C'est pourquoi nous nous sommes intéressés à l'étude de faisabilité de résistances chauffantes libérées fabriquées en technologie couche épaisse.

II. Etude de faisabilité de microrésistances chauffantes libérées

La fabrication de résistances sérigraphiées à base de verre et d'oxydes métalliques a longtemps été une des voies d'applications de la microélectronique hybride pour couvrir les besoins de l'industrie dans les années 80. Par ailleurs, certains métaux comme le platine ont été et sont encore largement utilisés en sérigraphie pour la fabrication de résistances servant le plus souvent de sonde de température. Ces résistances peuvent toutefois être utilisées comme éléments chauffants. L'étude de faisabilité présentée ici a donc pour but la réalisation d'éléments similaires libérés du substrat grâce au procédé de la couche sacrificielle présenté dans le premier chapitre.

A. Elaboration des microrésistances

Les critères de choix du matériau structural de l'actionneur présentés dans le Tableau 2 du deuxième chapitre sont en partie reconductibles dans le cas des résistances. Ainsi, l'argent est un bon candidat grâce à sa bonne aptitude au frittage. Afin d'augmenter la résistivité de l'argent, une couche de platine a été déposée sur la couche d'argent. La résistance est

sérigraphiée sur un substrat d'alumine (1/4', 1/4', 1/40') avec la géométrie et les dimensions reportées Figure III. 4.

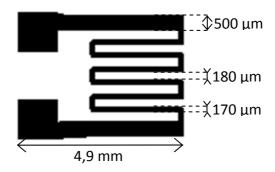


Figure III. 4. Forme et dimensions de la résistance

Afin d'avoir une meilleure reproductibilité au niveau de la fabrication, seize échantillons identiques ont été réalisés collectivement sur une plaquette (1'×1') prédécoupée au laser (Figure III. 5). Les motifs utilisés pour la sérigraphie des plots d'ancrage de la résistance, de la couche sacrificielle et de la résistance sont représentés respectivement Figure III. 5a, Figure III. 5b et Figure III. 5c.

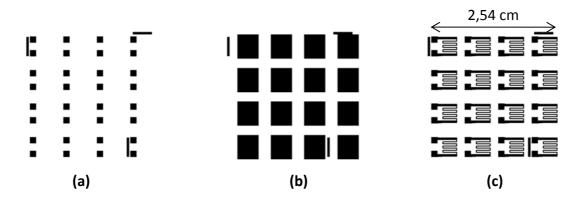


Figure III. 5. Typons utilisés pour le dépôt (a) des plots d'ancrage, (b) de la couche sacrificielle, (c) des résistances chauffantes

Les différentes étapes du procédé de fabrication des résistances sont décrites Figure III. 6. La cuisson finale des résistances est effectuée selon le profil de température présenté Figure III.

7, avec :

- une montée à 10°C/min jusqu'à 450°C
- un palier de 8 minutes à 450°C
- une montée à 15°C/min jusqu'à 930°C

- 20 minutes à 930°C
- une descente jusqu'à l'ambiante à 15°C/min

L'élimination de la couche sacrificielle est ensuite effectuée selon le protocole décrit dans le chapitre 1.

B. Caractérisation structurale

La caractérisation structurale des résistances chauffantes a été effectuée par imagerie optique (Figure III. 8), imagerie électronique et microsonde de Castaing (Figure III. 9). Sur la Figure III. 9a une coupe MEB montre la régularité de l'espace créé entre le substrat et la résistance après l'élimination totale de la couche sacrificielle.

Des analyses par microsonde de Castaing ont été effectuées sur une coupe transversale de la résistance (Figure III. 9b et Figure III. 9c). Aucune trace de strontium n'est observée dans le substrat (profil 1) et dans la résistance suspendue (profil 2) où l'on retrouve une composition Ag/Pt avec une proportion de 20% atomique de platine.

C. Caractérisation fonctionnelle

Afin d'évaluer l'effet de la désolidarisation de la résistance du substrat sur la consommation énergétique à différentes températures de fonctionnement, un étalonnage préalable de la résistance libérée du substrat (R_{Lib}) et de la résistance directement en contact avec le substrat (R_{Sub}) a été entrepris.

La loi de variation $R_T=R_0(1+\alpha T)$ des résistances R_{Lib} et R_{Sub} en fonction de la température a permis de déterminer expérimentalement leur coefficient de température α (CTR). La résistance des échantillons est mesurée par la méthode quatre fils dans une étuve thermostatée entre 25 et 170°C, après une stabilisation de 2h à chaque température. La température de référence est donnée par une sonde Pt100 (Sensor Scientific de classe B) placée à côté des échantillons (Figure III. 10). Les valeurs respectives α_{Lib} =339 ppm et α_{Sub} =618 ppm des résistances R_{Lib} et R_{Sub} ont été déterminées (Figure III. 11). Ces valeurs sont compatibles avec celles obtenues pour ce type d'alliage.

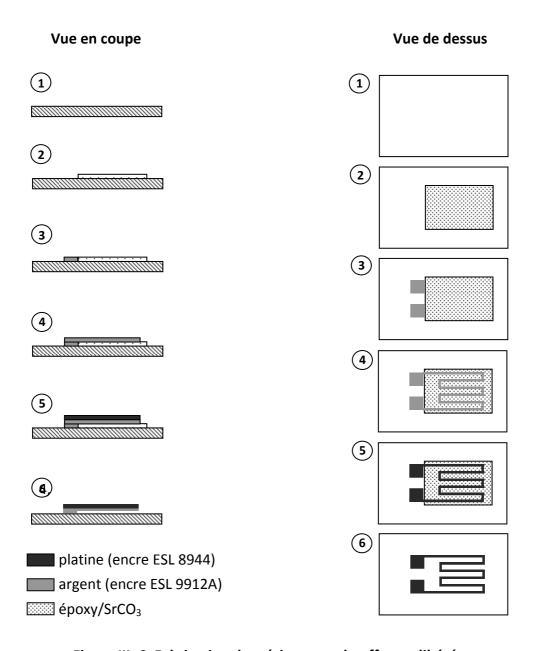


Figure III. 6. Fabrication des résistances chauffantes libérées

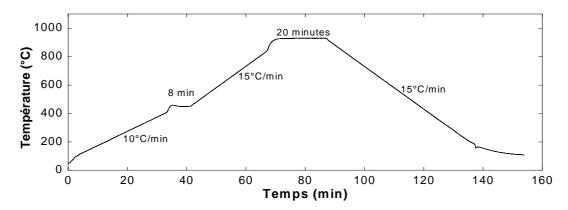


Figure III. 7. Profil de cuisson des résistances

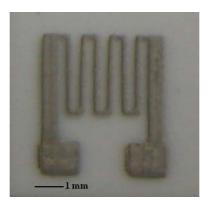


Figure III. 8. Microrésistance chauffante libérée

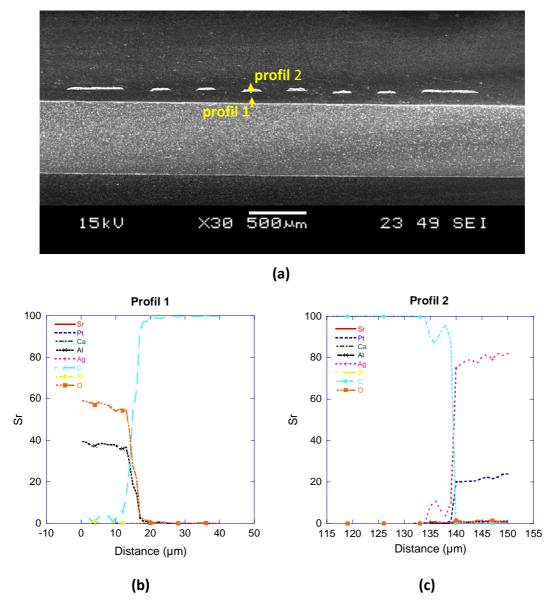


Figure III. 9. Résistance chauffante Ag/Pt (a) coupe MEB, (b) analyse à la microsonde de Castaing suivant le profil 1, (c) analyse à la microsonde de Castaing suivant le profil 2

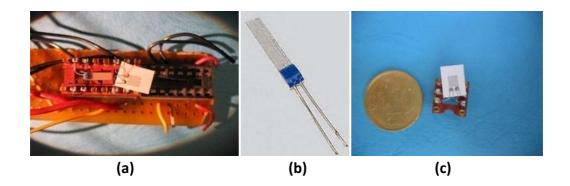


Figure III. 10. Composants utilisés pour l'étalonnage des résistances, a) montage 4 fils, b) sonde Pt100, c) montage de résistances sur support 8 broches

Nous avons reportés Tableau III. 1 les valeurs de courants stabilisés et des températures induites par l'application d'une tension continue aux bornes des résistances R_{Lib} et R_{Sub} . Bien qu'étant difficile d'atteindre rigoureusement la même température moyenne au sein des deux types de résistance, on voit qu'il faut moins de puissance pour atteindre une même température avec une résistance libérée du substrat. Ceci confirme les résultats obtenus en technologie silicium dans les travaux présentés dans la Partie 1.I. de ce chapitre. Pour 300 <T(°C)< 320, un rapport P_{Lib}/P_{Sub} voisin de 0,5 a pu être obtenu. Lorsque la température de fonctionnement croît de 300°C et 700°C environ, le gain énergétique est plus important puisque la valeur P_{Lib}/P_{Sub} décroit de 0,5 à 0,3.

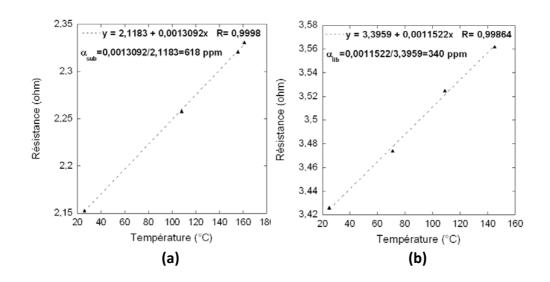


Figure III. 11. Courbes d'étalonnage des résistances (a) R_{Sub} et (b) R_{Lib}

Nous avons également testé la possibilité d'élever la température des résistances R_{Lib} et R_{Sub} au-delà de 700°C. Lorsque la résistance R_{Lib} est libérée du substrat, on observe une augmentation de la température jusqu'à la fusion du filament, ceci sans destruction du substrat. En revanche, la différence de coefficient de dilatation de la résistance R_{Sub} en Ag/Pt de celui de l'alumine provoque une cassure de cette dernière.

Tableau III. 1. Caractéristiques électriques des résistances R_{Sub} et R_{Lib}

Туре		. (2)	- (0)	5 () 10 ()	- (0.c)
résistance	V _{app} (V)	I _{mes} (A)	$R_{cal}\left(\Omega\right)$	P (mW)	T _{dét} (°C)
	1,389	0,554	2,508	771	300
Sur substrat	2,538	0,917	2,768	2307	500
	3,573	1,18	3,025	4210	700
	1,208	0,322	3,751	390	320
Hors- substrat	1,796	0,450	3,991	802	540
Substitut	2,370	0,568	4,172	1348	700

Partie 2. Fabrication de composants pour la microfluidique

L'intérêt d'un procédé et plus généralement d'une technologie de microfabrication repose sur sa polyvalence, gage d'un faible coût et d'une moindre complexité. Les résistances chauffantes présentées dans la partie précédente paraissent très intéressantes pour des applications capteurs. Elles pourraient également présenter un gros intérêt si elles étaient intégrables à des composants pour la microfluidique. L'objet de cette partie est donc d'étudier la faisabilité de ce type de microstructure an ayant auparavant rappelé les principaux intérêts et moyens technologiques actuels de la microfluidique.

I. Travaux antérieurs

La microfluidique est l'étude de la dynamique des fluides au sein de structures ayant des dimensions caractéristiques comprises entre 1 et 500 μ m [20]. Ce domaine d'étude, initié par les travaux de Manz et al. dans les années 90, s'est largement développé depuis une dizaine d'années grâce aux perspectives offertes par les premiers résultats. L'étude de la dynamique des fluides et des réactions chimiques à une échelle réduite possède de nombreux avantages :

- faible quantité de fluide nécessaire
- faibles temps de réaction
- portabilité
- faible coût
- faible consommation énergétique
- larges possibilités de conception
- possibilité d'effectuer des tâches en parallèle

Le champ des applications est large et couvre en particulier deux grands domaines industriels : la chimie et la biologie. Les besoins de l'industrie chimique se situent dans l'étude des réactions qui peut, en microfluidique, se faire dans des temps courts et avec des volumes faibles de produits quelquefois onéreux et des temps courts. Les besoins dans le domaine biologique sont les mêmes mais les nouvelles problématiques biomédicales viennent s'y ajouter en particulier celle des microsystèmes intégrables au corps humain pour lesquelles la maîtrise de la physique des écoulements dans les microstructures est indispensable.

Actuellement, la fabrication des microcanaux et autres composants pour la microfluidique est principalement réalisée :

- en technologie silicium [21-23] via le micro-usinage de surface ou de volume
- en technologie verre Pyrex [24, 25] grâce à des attaques chimiques de ce dernier dans des solutions de type Piranha (mélange acide sulfurique concentré + peroxyde d'hydrogène) et acide fluorhydrique
- en technologie polymère [26, 27] où le silicium combiné à une résine épaisse photosensible permet de fabriquer, par moulage, les structures en

poly(diméthylsiloxane) (PDMS) matériau transparent, facile à mettre en forme et de faible coût

Outre les techniques de microusinage détaillées dans le premier chapitre, les deux premières technologies citées nécessitent des assemblages délicats entre substrats en silicium ou en verre. Le PDMS est plus simple à mettre en forme et à assembler ce qui en fait un des matériaux les plus utilisés aujourd'hui en microfluidique cependant il présente quelques inconvénients :

- incompatibilité avec certains solvants
- caractère hydrophobe de la surface qui rend le mouillage par des solutions aqueuses difficile
- tenue mécanique des parois en particulier lors de l'application de fortes pressions en entrée des microcanaux pour l'étude de fluides visqueux (résines...)

A condition de pouvoir mettre en forme des matériaux résistants chimiquement comme les verres, le procédé décrit dans le premier chapitre pourrait être utilisé pour fabriquer simplement et sans nécessité de microassemblage des microcanaux de largeur supérieure à $100 \, \mu m$.

II. Etude de faisabilité de microcanaux en technologie couche épaisse

A. Elaboration des microcanaux

A terme, l'intérêt d'une nouvelle technique de fabrication de microcanaux repose sur le choix de matériaux qu'elle offre. S'il est intéressant de pouvoir maitriser la microfabrication de structures polymères, il est encore plus intéressant de savoir mettre en forme des matériaux habituellement difficile à fabriquer comme les verres. Nous avons donc choisi dans un premier temps d'utiliser l'encre ESL4924 basée sur une composition SiO₂-CaO-Al₂O₃ pour tester la faisabilité de microcanaux grâce à notre procédé. A titre d'essai, nous avons également fabriqué des microcanaux en argent avec l'encre ESL9912A. Un exemple de forme des canaux qui ont été fabriqués est présenté Figure III. 12.

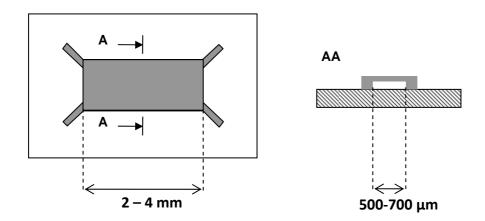


Figure III. 12. Schéma et dimensions d'un microcanal

Par ailleurs, certains paramètres géométriques ont été modifié d'un canal à l'autre afin d'évaluer l'impact sur le temps nécessaire à la libération totale de la couche sacrificielle :

- la longueur est 2 mm ou 4 mm
- la largeur des microcanaux est comprise entre 500 et 700 μm

Le but de cette étude étant de tester la faisabilité de composants pour la microfluidique nous avons fait le choix de rester relativement loin des limites dimensionnelles de la technologie ce qui explique que la largeur minimale des microcanaux soit de 500 μ m. Les typons représentant les motifs utilisés pour la fabrication des microcanaux sur une alumine 1'×1' sont présentés Figure III. 13. Le procédé de fabrication des microcanaux comprend (Figure III. 14) :

- le dépôt de la couche sacrificielle à l'aide d'un écran 200 mesh puis polymérisation en étuve (25 min, 120°C)
- le dépôt des parois des microcanaux avec un écran 200 mesh suivi d'un étuvage
- le dépôt de la paroi supérieure des microcanaux avec un écran 200 mesh suivi d'un étuvage
- la cuisson finale des microcanaux grâce à un palier à de 15 min à 850°C selon le profil de température présenté Figure III. 15.
- l'élimination de la couche sacrificielle selon le protocole décrit dans le premier chapitre

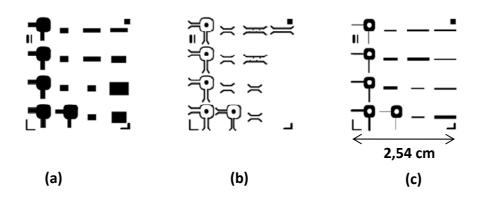


Figure III. 13. Typons utilisés pour le dépôt (a) des parois supérieures des microcanaux, (b) des parois latérales des microcanaux, (c) de la couche sacrificielle

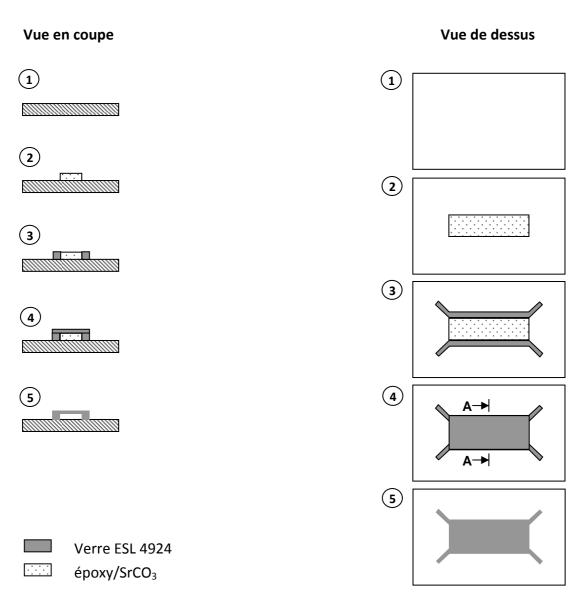


Figure III. 14. Fabrication des microcanaux

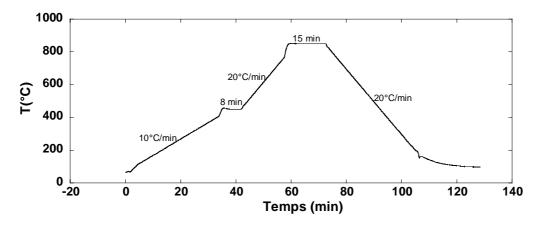


Figure III. 15. Profil de cuisson des microcanaux

B. Caractérisation structurale des microcanaux

La caractérisation structurale des microcanaux a été faite par imagerie optique, imagerie électronique et microsonde de Castaing. On peut voir Figure III. 16a et Figure III. 16b un microcanal en argent et un microcanal en verre après cuisson et après libération de la couche sacrificielle comme en témoigne la présence de fils de platine de 25 µm de diamètre introduits à l'intérieur des canaux.

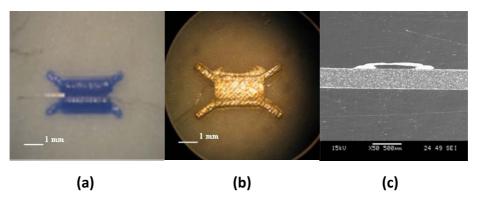


Figure III. 16. Microcanaux fabriqués en couche épaisse (a) en verre, (b) en argent et (c) coupe MEB d'un microcanal en argent

L'analyse MEB d'une coupe transversale d'un microcanal en argent montre l'efficacité du procédé de la couche sacrificielle utilisé (Figure III. 16c). L'analyse à la microsonde de Castaing d'un microcanal non libéré réalisé avec l'encre ESL 4924 cuite sous air est présentée Figure III. 17b. On peut noter la présence de strontium à l'interface verre/carbonate correspondant à la zone de diffusion de 10 µm observée sur l'image MEB donnée Figure III. 17a. Cette interaction entre le verre et le carbonate peut être corrélée à l'atmosphère de

cuisson sous air responsable de la décarbonatation (paragraphe Partie2.III du chapitre 1). En effet, l'ajout de 5% de CO_2 dans l'atmosphère de cuisson provoque une diminution de la zone d'interface verre/carbonate dont l'épaisseur est voisine de 3 μ m (Figure III. 18). Cette observation témoigne de la moindre réactivité du carbonate avec le verre en présence d'une faible concentration de CO_2 . Un meilleur contrôle de la concentration de CO_2 dans l'atmosphère de cuisson devrait permettre de réduire fortement l'interaction chimique entre le verre et le carbonate.

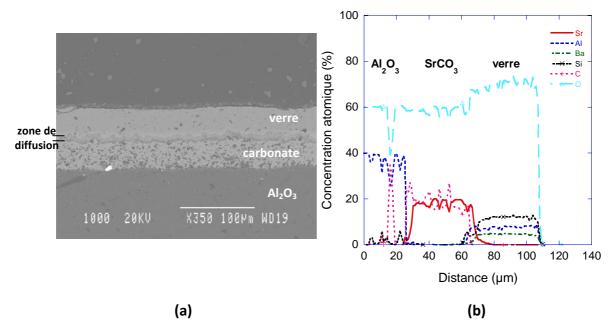


Figure III. 17. Microcanal en verre ESL 4924 (a) coupe MEB, (b) analyse à la microsonde de Castaing sur le trajet 1

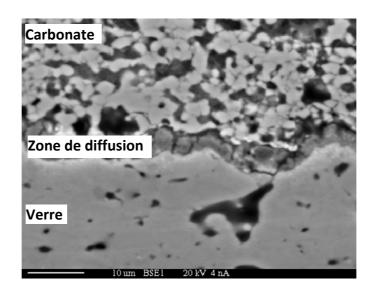


Figure III. 18. Interface couche sacrificielle/paroi supérieure d'un microcanal en verre cuit sous une atmosphère air+5% de CO₂

Partie 3. Réalisation de composants piézoélectriques libérés du substrat

L'actionnement piézoélectrique est particulièrement attractif car il présente l'intérêt de provoquer une déformation pour une très faible consommation énergétique. C'est une des méthodes d'actionnement les plus utilisées en microfluidique [28, 29] pour contrôler de manière fiable les écoulements. Plus généralement, les composants piézoélectriques libérés du substrat peuvent être utilisés comme actionneurs (couplés à des membranes mobiles) ou comme capteurs, leur fréquence de résonance élevée leur conférant une forte sensibilité aux grandeurs physiques et chimiques.

Après avoir rappelé les principales bases théoriques de la piézoélectricité et de ses applications, nous présenterons les résultats préliminaires de la réalisation de composants piézoélectriques libérés du substrat grâce au seul procédé décrit dans ce travail.

Ces travaux font l'objet d'une collaboration avec l'Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux (ICMCB) (MM. M. Maglione et R. Von der Mühll).

I. Travaux antérieurs

A. Généralités

1. La piézoélectricité

La piézoélectricité est la propriété qu'ont certains matériaux de transformer réciproquement une contrainte mécanique en charge électrique et réciproquement [30]. On distingue donc deux effets autant utilisés l'un que l'autre dans le domaine des capteurs :

- l'effet piézoélectrique inverse direct qui est l'apparition d'une charge électrique sous l'action d'une contrainte mécanique.
- l'effet piézoélectrique indirect qui est l'apparition d'une déformation dans un matériau soumis à une différence de potentiel électrique.

Dans l'effet piézoélectrique direct, le matériau soumis à une contrainte mécanique se déforme de manière élastique. Si sa symétrie le permet, il y a dissociation du barycentre des charges positives et négatives ce qui provoque l'apparition d'une polarisation électrique. La

plupart des matériaux piézoélectriques sont également des composés ferroélectriques car, du fait de leur structure, ils présentent des domaines de polarisation spontanée. Ces matériaux sont le plus souvent polycristallins c'est-à-dire composés d'une multitude grains liés sous forme de céramique. Chaque grain est lui-même divisé en domaines présentant différentes orientations de polarisation. Du fait de l'orientation aléatoire des grains les uns par rapport aux autres et de l'état en domaines, le matériau ne présente macroscopiquement aucun moment dipolaire électrique. Ceci rend impossible l'exploitation de ses propriétés piézoélectriques. L'alignement des moments dipolaires peut alors se faire par application d'un fort champ électrique parallèlement auquel la polarisation des domaines s'oriente préférentiellement (Figure III. 19).

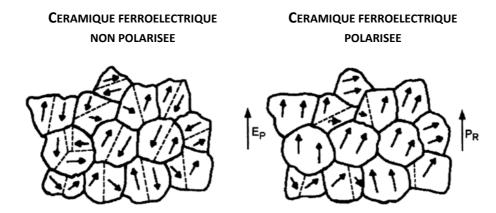


Figure III. 19. Polarisation d'un matériau ferroélectrique par application d'un champ électrique $E_{\rm p.}$ On distingue les joints de grains en trait continu des murs de domaines en pointillé

La réponse d'un matériau piézoélectrique à une excitation électrique est décrite par un système de 8 équations tensorielles. Ces équations relient une variable mécanique (déformation relative S ou contrainte T en N.m⁻²) à une variable électrique (déplacement électrique D en C.m⁻² ou champ électrique E en V.m⁻¹). Les constantes piézoélectriques mises en jeu dans ces équations nous permettront par la suite d'évaluer les performances des matériaux mis en forme par sérigraphie. En particulier, les deux équations les plus importantes sont celles faisant intervenir les deux variables indépendantes E et T [30] :

$$D = dT + \varepsilon^{\mathrm{T}} E$$
 qui décrit l'effet piézoélectrique direct (6)

$$S = s^{E}T + dE$$
 qui décrit l'effet piézoélectrique inverse (7)

où d est une constante piézoélectrique reliant la charge et la contrainte à champ constant ou nul (en $C.N^{-1}$ ou $m.V^{-1}$), ϵ est la permittivité électrique (en $F.m^{-1}$) et s est la compliance élastique (en $m^2.N^{-1}$).

Par des considérations de symétrie du réseau cristallin, on peut notamment définir une matrice (3×6) du coefficient piézoélectrique d, une matrice (6×6) de la compliance élastique s et une matrice (3×3) de la permittivité électrique ϵ . Dans chacun des cas, deux indices i et j sont affectés aux coefficients pour les distinguer selon la direction de l'axe du champ électrique et celui de déformation. Si l'on considère par exemple le coefficient d_{ii} pour un effet piézoélectrique inverse, i représente la direction de l'axe du champ électrique appliqué et j la direction de l'axe de la déformation de l'échantillon. Ainsi, les mesures et les utilisations des coefficients piézoélectriques dépendent de l'orientation relative de la polarisation préalable de la céramique P, du champ électrique E et de la déformation S qui en résulte. La Figure III. 20 décrit les géométries les plus courantes permettant d'accéder aux coefficients piézoélectriques. L'objectif principal de ces différentes mises en forme est d'établir un lien simple entre les trois vecteurs pertinents et la forme globale des échantillons. Les paramètres de la Figure III. 20 utiles dans le cadre de notre étude seront décrits au paragraphe suivant. On distingue deux modes d'utilisation de l'effet piézoélectrique inverse selon que le champ électrique est statique ou alternatif. C'est cette deuxième méthode qui a été employée dans cette thèse et qui sera décrite au paragraphe suivant. Le matériau piézoélectrique est en général choisi en fonction de ses coefficients piézoélectriques et ce pour une application visée. Dans notre cas, le matériau piézoélectrique choisi sera plutôt destiné à une application de type actionnement ou vibration, il devra donc avoir de fortes constantes piézoélectriques d_{ij}. Ces dernières peuvent être mesurées grâce à des mesures de variation d'impédance en fonction de la fréquence. Les exemples les plus connus de matériaux piézoélectriques répondant à ces critères sont les titano-zirconates de plomb Pb(Zr, Ti)O₃ connus sous le nom de PZT.

2. Détermination des paramètres piézoélectriques

Lorsque l'on excite un matériau piézoélectrique à l'aide d'un champ électrique alternatif de faible intensité (quelques V/cm), celui-ci se déforme à la fréquence du champ. Quand la fréquence d'excitation approche une fréquence de vibration propre de l'échantillon on peut observer des discontinuités des parties réelles G (conductance) et imaginaires B

	Echantillon		Dimensions	Constantes mesurées	
	D	éformation	I.R.E.	piézo et diélectr.	mécaniques
BARREAU	-	+	D < L/5	k ₃₃ d ₃₃ 933 ε ₃₃ ^T ε ₃₃ s	s ₃₃ ^D s ₃₃ ^E Q ₃₃
LATERAL	-	/	- e v v i30 i30	k ₃₁ d ₃₁ 931	s ₁₁ ^D s ₁₁ ^E Q ₃₁
RADIAL		*	D > 5 e	k _p k ₃₁ ε ₃₃ ^T	σ ^E s ₁₂ ^E Q _p
EPAISSEUR	·I	→	D >> e	k _t θ ₃₃ h ₃₃ ε ₃₃ ^S	c ₃₃ ^D c ₃₃ ^E Q _t
CISAILLEMENT			L > 8 e	k ₁₅ d ₁₅ g ₁₅ ε ₁₁ ^S ε ₁₁ ^T	C ₅₅ ^D C ₅₆ ^E S ₅₅ ^D S ₅₅ ^E Q ₁₅

Figure III. 20. Modes de vibration favorisés par la géométrie de l'échantillon. Le champ électrique est toujours appliqué parallèlement à la polarisation P

(susceptance) de l'inverse de l'impédance en fonction de la fréquence. L'analyse de ces discontinuités permet de remonter à plusieurs paramètres piézoélectriques importants :

- Q_m, le facteur de qualité mécanique
- k_p, le facteur de couplage plan
- d₃₁, le coefficient piézoélectrique transverse pour un disque mince (diamètre supérieur à 3,2 fois l'épaisseur)
- k₃₃, le facteur de couplage longitudinal

d₃₃, le coefficient piézoélectrique pour une baguette de longueur supérieure à 3,2
 fois la largeur

En général, les échantillons utilisés pour déterminer ces paramètres ont des géométries très précises permettant de favoriser largement un mode par rapport aux autres de manière à simplifier les calculs. La morphologie de nos couches épaisses dans le plan xy a été définie pour répondre à ces critères. De plus, pour être capable de calculer les paramètres piézoélectriques précédents il est nécessaire de trouver un modèle électrique pour la couche piézoélectrique étudiée. Dans le cas d'une simple couche prise entre deux électrodes et libérée du substrat, le circuit équivalent est celui présenté Figure III. 21. C_b et R₀ représentent la capacité et les pertes diélectriques de l'échantillon loin de la résonance alors que la branche inférieure représente le comportement du matériau piézoélectrique au voisinage de la résonance. L'inductance L est liée à la masse, C_a à l'élasticité et R aux pertes mécaniques par amortissement visqueux.

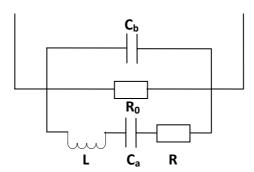


Figure III. 21. Circuit équivalent à une couche piézoélectrique

L'impédance de cette branche s'exprime par la relation :

$$Z = jL\omega - \frac{1}{jC\omega} + R \tag{8}$$

Lorsque la fréquence d'excitation de la couche piézoélectrique varie, l'impédance de la résistance reste invariante et égale à R. L'extrémité du vecteur d'impédance décrit alors une droite verticale d'abscisse R dans l'espace complexe. Si l'on s'intéresse à l'espace des admittances, il faut trouver le lieu géométrique des points tels que :

$$Z.A = 1 \tag{9}$$

où A est l'admittance

Il faut donc réaliser une opération géométrique d'inversion d'une droite d'abscisse R par rapport au point O. Le résultat est un cercle de diamètre 1/R dont le centre est le point de coordonnées (1/2R, 0) appelé cercle d'admittance. La détermination de l'équation du cercle d'admittance mesuré permet la détermination des paramètres piézoélectriques présentés précédemment.

3. Composés du type Pb(Zr, Ti)O₃

Les composés PZT sont des solutions solides de composés ferroélectriques bien connus depuis 1950 : PbTiO₃ et PbZrO₃. Leur structure est de type pérovskite (ABO₃) (Figure III. 22) que l'on peut représenter par un cube dont les sommets sont occupés par les cations A et au centre duquel on trouve le cation B. Les anions oxygène sont situés aux sommets d'un octaèdre dont le centre est également le cation B. A basse température et selon la proportion de titanate par rapport au zirconate, le PZT adopte une symétrie soit quadratique soit rhomboédrique (Figure III. 23).

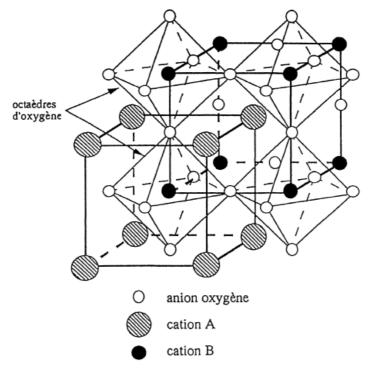


Figure III. 22. Structure pérovskite ABO₃

La transition entre les deux se situe pour une proportion de titanate de plomb d'environ 48%, le PZT est alors dans une phase dite morphotropique pour laquelle il présente les meilleures propriétés piézoélectriques, largement supérieures à celles des composés de

départ. Aux hautes températures, le PZT cristallise avec une symétrie cubique et ce quelle que soit la proportion de titanate de plomb.

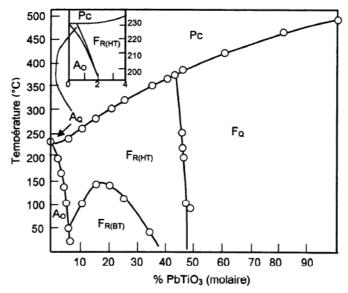


Figure III. 23. Diagramme de phase du système PbTiO₃/PbZrO₃

B. Applications des microcomposants piézoélectriques libérés

Les MEMS utilisant des couches piézoélectriques ont été développés pour des applications diverses :

- micromanipulation et microactionneurs [31-34]
- micropompes [35, 36]
- capteurs physiques [37-39]
- capteurs chimique [40, 41]
- imagerie médicale [42]

Par rapport aux autres modes d'actionnement, l'effet piézoélectrique permet en effet une bien plus grande précision du déplacement ou de la mesure pour une consommation énergétique beaucoup plus faible. Toutefois, pour certaines applications, les forces disponibles et les déplacements engendrés pour des couches piézoélectriques fabriquées par dépôt en couche mince se révèlent insuffisants à cause de la trop faible épaisseur des couches [37, 43-46].

Depuis quelques années, les études concernant les couches piézoélectriques épaisses (5 – 150 µm) se sont donc multipliées. Elles font appel à plusieurs techniques de fabrication qui constituent des solutions alternatives aux dépôts sous vide. En particulier, la technique de

dépôt sol-gel est largement appliquée à la fabrication de couches piézoélectriques de quelques microns d'épaisseur. Le principe du dépôt par sol-gel est de former une couche de matériau solide et dense à partir de précurseurs chimiques sous forme d'un "sol" c'est-à-dire d'une mise en suspension de particules solides qui va ensuite devenir un "gel" par coagulation/polymérisation avant d'être finalement frittée à haute température pour réaliser la couche. Ce type de dépôt permet d'obtenir une couche d'épaisseur maximum 0.5 μm en un seul dépôt. Plusieurs travaux ont mis en œuvre des multidépôts sol-gel pour aboutir à des épaisseurs de couche de quelques microns [45, 46]. Les principaux inconvénients de ces procédés sont les fissures engendrées au sein des dépôts ainsi que la complexité due au nombre d'étapes. Parallèlement à ces travaux, des études mettant en œuvre des dépôts épais de matériau piézoélectrique réalisés par sérigraphie ont vu le jour, en particulier à l'université de Southampton [36-39, 41]. A condition d'être compatible avec l'ensemble du procédé de fabrication, le dépôt d'une couche piézoélectrique par sérigraphie dans la gamme d'épaisseur 10 – 150 μm permet d'envisager des applications nécessitant des forces importantes. Ainsi, dans les travaux sur une micropompe actionnée par une couche de PZT, Koch et al. [36] ont combiné le dépôt par sérigraphie d'une couche piézoélectrique et le micro-usinage en volume du silicium pour former une membrane dont la déformation atteint environ 1 µm pour une tension de commande de 100 V. Les dimensions optimales sont de 7 mm \times 3 mm \times 100 μ m pour la couche de PZT-5H montée sur une membrane silicium de dimensions 8 mm × 4 mm × 50 μm obtenue après une gravure anisotrope avec KOH. Un coefficient piézoélectrique d₃₃ de 173 pC/N a été obtenu pour des couches sérigraphiées polarisées pendant 24 h, soit environ 30% du coefficient du même matériau à l'état massif.

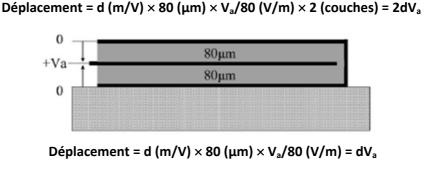
Le même procédé a été appliqué pour la fabrication :

d'un accéléromètre basé sur une membrane silicium mobile (usinage KOH) reliée au substrat par 4 bras sur lesquels ont été sérigraphiés des couches de PZT [47]. Ainsi, une accélération provoque une déformation des couches piézoélectriques et donc l'apparition de différences de potentiel qui permettent de déterminer l'accélération avec une bonne précision (16 pC.g⁻¹) comparativement aux accéléromètres fabriqués en technologie couche mince.

- de résonateurs métalliques sous forme de trois micro-poutres parallèles de largeurs comprises entre 1 et 2 mm, de longueur 15 mm et d'épaisseur 250 μm [48]. Dans cette étude, les couches piézoélectriques déposées par sérigraphie ont permis de mettre en résonance le système de micropoutres avec un facteur de qualité de 3400 permettant d'envisager des utilisations comme capteurs dans différents environnements
- d'un capteur de glissement intégré à une prothèse de main [49]. Déposée sur une micro-poutre en acier inox, la couche de PZT sérigraphiée (9 mm × 9 mm × 100 μm) de PZT a été utilisée pour détecter les vibrations générées par le glissement d'un objet sur la prothèse afin d'éviter les chutes d'objet. En effet, grâce aux propriétés piézoélectriques du PZT, les vibrations engendrent des variations de potentiel qui, une fois amplifiées, permettent de localiser très rapidement le glissement qui en est l'origine.
- d'un séparateur de flux ultrasonique où une couche de PZT a été sérigraphiée sur un substrat silicium assemblé à une cavité aménagée dans du Pyrex [50]. Les bonnes propriétés de la couche épaisse piézoélectrique permettent ici de générer des ondes acoustiques qui séparent des particules d'un fluide porteur. L'utilisation de multicouches a permis d'améliorer considérablement l'efficacité du dispositif utilisé. Il a par exemple été montré dans cette étude que la substitution d'une couche unique de PZT de 160 μm d'épaisseur par 2 couches de 80 μm, insérées entre deux paires d'électrodes, permet de doubler le déplacement de l'actionneur à différence de potentiel égale. Ceci ne correspond pas à une amélioration des propriétés intrinsèques au matériau mais simplement à une meilleure utilisation de l'épaisseur de PZT déposée. Comme cela est décrit Figure III. 24, l'ajout d'une (ou plusieurs) électrode(s) intermédiaire(s) permet d'appliquer la même tension sur deux demiépaisseurs de PZT, ce qui démultiplie la déformation totale de l'actionneur piézoélectrique.

D'un point de vue structural, le point commun des microsystèmes qui ont été développés à l'université de Southampton est l'utilisation commune :

- de la sérigraphie pour déposer les couches piézoélectriques
- des technologies de micro-usinage de substrats (silicium, acier inox...)



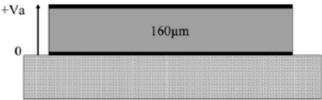


Figure III. 24. Optimisation de la déformation par l'utilisation de composants multicouches (Beeby et al., [51])

Le principal inconvénient est la difficulté d'assurer la compatibilité entre ces procédés pour conserver en particulier les propriétés fonctionnelles de la couche piézoélectrique. Ainsi, Beeby et al. [51] ont pu montrer que la plupart des techniques de micro-usinage du silicium provoque un endommagement des couches sérigraphiées. Les techniques de gravure humide dans des solutions telles que KOH et TMAH (TetraMethyl Amonium Hydroxide) provoquent notamment une détérioration du PZT, à cause de la porosité de ce dernier, et rendent de ce fait le processus difficilement contrôlable. De plus, l'utilisation de gravures humides entraîne une désolidarisation de la couche piézoélectrique et de ses électrodes. Beaucoup plus sélective, la gravure sèche par plasma réactif est non agressive vis-à-vis du PZT et des électrodes. En revanche, elle nécessite une gravure plasma préalable des couches d'oxyde en surface et semble avoir une incidence sur les propriétés piézoélectriques du PZT. La solution qui a donc été utilisée par Beeby et al. dans la plupart de leurs études est l'usinage du substrat silicium avant le dépôt par sérigraphie du PZT et des électrodes. L'inconvénient est que la résistance mécanique du substrat est amoindrie ce qui peut entraîner une rupture lors de la sérigraphie où de fortes pressions sont exercées par la raclette sur le substrat. La solution proposée par Beeby et al. est l'utilisation d'un deuxième support silicium temporaire pour soutenir le substrat silicium micro-usiné lors de la sérigraphie. Globalement, on peut conclure que l'utilisation conjointe de la sérigraphie et de

techniques de micro-usinage du silicium sont complexes mais possibles et ont déjà permis depuis une dizaine d'années la réalisation de microsystèmes basés sur des couches piézoélectriques rivalisant largement avec les microsystèmes en couche mince.

En conséquence, l'utilisation du procédé détaillé dans le premier chapitre de cette étude devrait permettre de simplifier l'intégration de couches épaisses piézoélectriques au sein de MEMS de type actionneur ou capteur physico-chimique. Dans un premier temps, l'objectif de notre travail est de tester la faisabilité de couches épaisses piézoélectriques libérées du substrat grâce au procédé décrit au chapitre 1.

II. Etude de faisabilité de composants piézoélectriques libérés en technologie couche épaisse

A. Choix des matériaux

1. **Matériau piézoélectrique**

Cette étude de faisabilité nécessite le choix d'un matériau piézoélectrique dont la température de frittage soit compatible avec notre procédé. Nous avons choisi le PZT car c'est le matériau le plus utilisé dans l'industrie à l'heure actuelle dans le domaine des céramiques piézoélectriques. C'est également un des matériaux les mieux connus et dont la fabrication est la mieux maîtrisée y compris en couche épaisse.

2. **Electrodes**

Pour les électrodes inférieures et supérieures nous avons choisi l'or qui est le matériau le plus souvent utilisé pour sa très bonne compatibilité physico-chimique avec le PZT et pour sa grande stabilité dans le temps [47-50].

B. Choix de la géométrie

Nous avons choisi de réaliser trois composants PZT de formes rectangulaire et carrée (Figure III. 25). Les typons correspondants, utilisés pour la fabrication des écrans, sont présentés Figure III. 26. On peut noter la fabrication collective sur une alumine 1'×1', de quatre échantillons comportant les trois motifs précédents. Une attention particulière a été portée sur les dimensions des électrodes et de la couche piézoélectrique afin d'éviter les possibilités

de court-circuit en cas de léger décalage des motifs lors de la fabrication. Par ailleurs, les plots de la Figure III. 26e et Figure III. 26f servent à éviter le phénomène de "marche" entre la couche de PZT et le substrat.

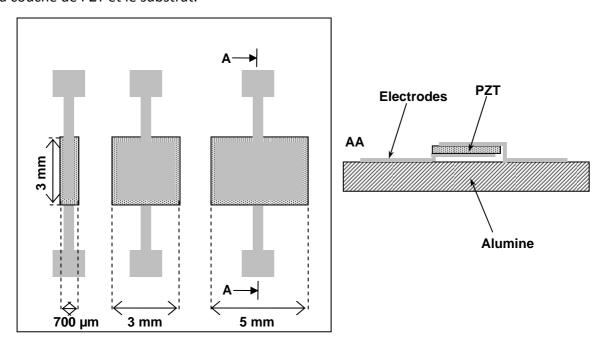


Figure III. 25. Schéma des composants piézoélectriques

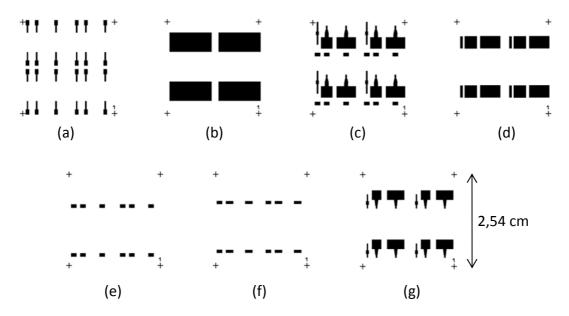


Figure III. 26. Typons utilisés pour le dépôt (a) des pistes conductrices en or, (b) de la couche sacrificielle, (c) de l'électrode inférieure, (d) de la couche piézoélectrique, (e) du plot de réajustement en or, (f) du plot de réajustement époxy/SrCO₃, (g) de l'électrode supérieure en or

C. Elaboration des composants

1. Préparation de la poudre de PZT

La poudre de PZT, élaborée par voie solide, utilise 3 précurseurs PbO, ZrO₂ et TiO₂ pour aboutir à un titano-zirconate de plomb par réaction à haute température⁴. Afin de choisir la composition exacte du PZT, il convient de s'intéresser à l'influence de la proportion Zr/Ti sur les propriétés piézoélectriques du matériau. Selon Jaffe et al. [30], les coefficients piézoélectriques d_{ij} connaissent un maximum pour une composition 52/48 (Zr/Ti) correspondant d'un point de vue microstructure à la phase morphotropique. En revanche, cette composition aboutit à une résonance très peu aigüe avec un facteur de qualité mécanique qui ne dépasse pas 500. Afin de trouver un compromis entre une résonance aigüe et de bons coefficients piézoélectriques d_{ij}, nous avons choisi une composition 50/50. La réaction qui doit avoir lieu à haute température lors de la synthèse du PZT est donc :

$$PbO + 0.5 ZrO_2 + 0.5 TiO_2 \rightarrow PbZr_{0.50}Ti_{0.50}O_3$$
 (10)

Le mélange de poudres a dans un premier temps été effectué dans un mortier en porcelaine avant d'être passé au broyeur planétaire 2 fois 20 min dans l'éthanol. Après un séchage de 30 min en étuve, la poudre a été de nouveau broyée pendant 5 min dans un mortier en agate. Afin d'améliorer la réactivité avant le traitement thermique, la poudre a été pressée sous forme de pastilles. Lors du traitement thermique, ces dernières ont été placées dans une nacelle poreuse en zircone contenant de l'oxyde de plomb PbO et recouvertes d'une plaque d'alumine. Le traitement thermique des pastilles a consisté en une montée à 3°C/min de 20°C à 750°C où un palier de 12h a été effectué à l'air avant une descente en température par refroidissement naturel du four. Une fois le PZT synthétisé sous forme de pastilles, ces dernières ont été broyées pour retrouver une forme pulvérulente. Lors des essais qui sont décrits dans les paragraphes suivants, nous verrons que l'adaptation du PZT à la couche épaisse nécessite en premier lieu un abaissement de la température de frittage de ce matériau. En effet, classiquement effectué à 1200°C pour les céramiques massives de PZT, le frittage doit être réalisé en dessous de 1000°C pour être compatible avec notre procédé. Cela nécessite l'ajout dans le mélange d'un agent de frittage. Le matériau choisi est l'eutectique PbO-PbF₂ (0.54 PbO/0.48 PbF₂) [52] dont l'étude a pu montrer qu'il favorise le

⁴ Dr. R. V. der Mühll, ICMCB (Bordeaux)

frittage de PZT en phase liquide et compense l'évaporation de PbO. La proportion d'ajout de PbO/PbF $_2$ est de 3% massique. Enfin, un agent dispersant (Dolapix CA 0.5% massique) a été ajouté au mélange avant que ce dernier soit passé au broyeur planétaire pendant 20 min. Une analyse granulométrique de la poudre de PZT montre une répartition des grains bimodale dont une population centrée autour de 0.65 μ m et l'autre population, concernant des agglomérats, autour de 8.5 μ m (d $_{50}$ =6.92 μ m et d $_{90}$ = 16.3 μ m) (Figure III. 27).

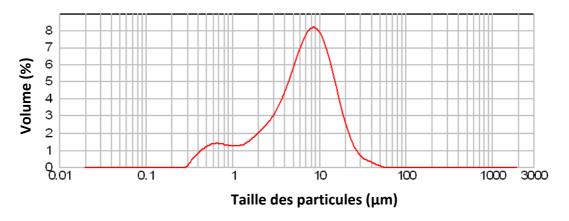


Figure III. 27. Analyse granulométrique de la poudre de PZT de composition 50/50 après ultrasons

2. Encres sérigraphiables

L'or a été déposé à partir d'une encre de sérigraphie ESL 8836 (Annexe 1).

L'encre de PZT a été préparée en mélangeant la poudre de PZT 50/50 avec le liant organique ESL 400 selon des concentrations massiques respectives de 76 et 24%. Le mélange a été effectué dans un broyeur an agate pendant environ 10 min avant d'être malaxé pendant 20 min entre deux plateaux tournants.

3. Procédé d'élaboration des composants

Les différentes étapes du procédé de fabrication des composants piézoélectriques libérés sont rappelées Figure III. 28 :

- dépôt de la couche sacrificielle à l'aide d'un écran 70 mesh puis polymérisation de cette couche pendant 20 min à 120°C
- dépôt des plots de connexion en or (ESL 8836) de part et d'autre de la couche sacrificielle à l'aide d'un écran 400 mesh puis étuvage

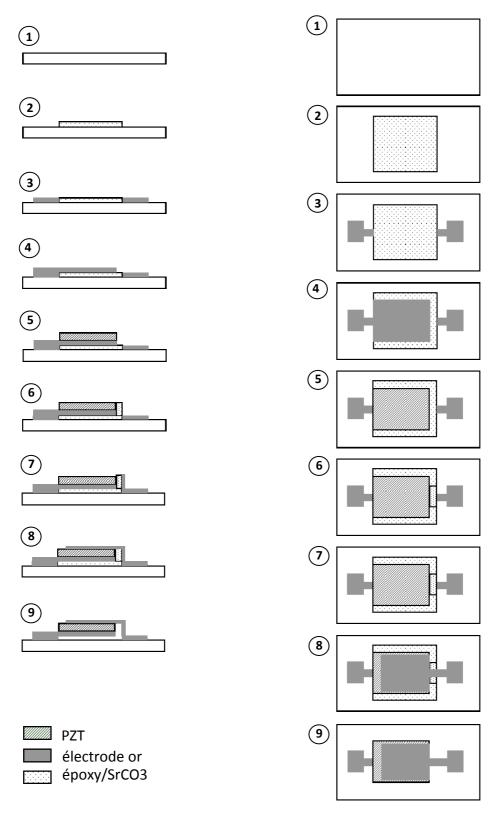


Figure III. 28. Fabrication des composants piézoélectriques libérés

- dépôt de l'électrode inférieure en or (ESL 8836) à l'aide d'un écran 200 mesh puis étuvage
- dépôt de la couche de PZT en trois passages à partir de l'encre PZT avec un écran 70 mesh pour obtenir une épaisseur finale après cuisson d'environ 80 μm. Afin d'améliorer de manière significative le frittage du PZT, un pressage isostatique de 3kbar des échantillons étuvés a été effectué préalablement au dépôt des plots et de l'électrode supérieure [53].
- dépôt de plots de remise à niveau de couche sacrificielle et d'or à l'aide d'un écran 70 mesh. Ces deux dépôts sont respectivement suivis d'une polymérisation et d'un étuvage.
- dépôt de l'électrode supérieure d'or ESL 8836 à l'aide d'un écran 200 mesh puis étuvage
- cuisson des échantillons durant 20 min à 920°C en ayant au préalable respecté une pente de 3°C/min entre 250°C et 410°C puis une pente de 15°C/min entre 410°C et 920°C (Figure III. 29). A la suite du palier à 920°C, une descente en température est effectuée à 15°C/min.
- élimination de la couche sacrificielle dans une solution d'acide phosphorique à 0.5 mol/L pendant 2h

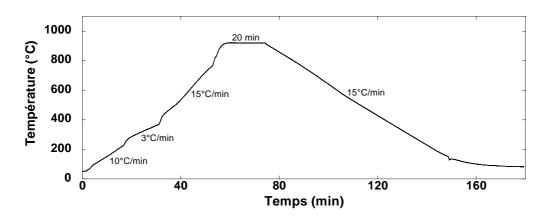


Figure III. 29. Profil de cuisson des composants piézoélectriques libérés

D. Caractérisation structurale

Des exemples de composants piézoélectriques fabriqués à l'aide du procédé décrit précédemment sont présentés Figure III. 30. On observe Figure III. 30c la libération effective des composants. Des coupes MEB de ces composants piézoélectriques sont présentées Figure III. 31.

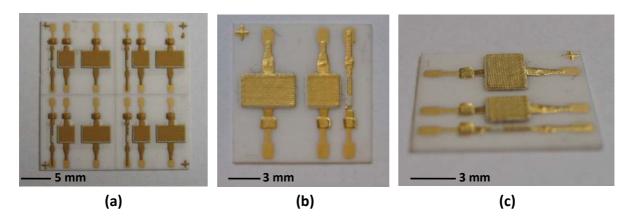


Figure III. 30. Photographies de composants piézoélectriques libérés (a) fabrication collective avant cuisson, (b) et (c) après cuisson et libérés

Il est intéressant d'observer la régularité de l'espace créé entre le composant piézoélectrique et le substrat après dissolution de la couche sacrificielle. On peut noter Figure III. 31d une taille moyenne des grains de PZT d'environ 2 μm qui témoigne du frittage de la poudre de PZT. Afin d'étudier l'interaction entre la couche sacrificielle et le composant piézoélectrique, des analyses par microsonde de Castaing ont été effectuées (Figure III. 32 et Figure III. 33). Aucune trace de carbonate de strontium n'est observée dans l'électrode d'or (Figure III. 32). Par ailleurs, après dissolution de SrCO₃, aucune trace de strontium n'est observée dans le composant piézoélectrique libéré (Figure III. 33). Ceci confirme le rôle de barrière de diffusion joué par l'électrode d'or. En effet, des analyses RX d'un mélange PZT/SrCO₃ cuit dans les mêmes conditions que le composant PZT met en évidence la présence d'une interaction, en particulier la formation de Sr₂PbO₄ (Figure III. 34).

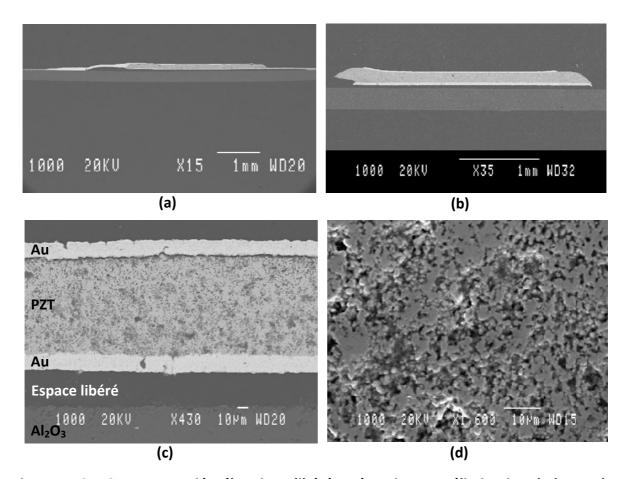


Figure III. 31. Composant piézoélectrique libéré après cuisson et élimination de la couche sacrificielle (a) et (b) coupes transversales, (c) grossissement ×430, (d) grossissement ×1600

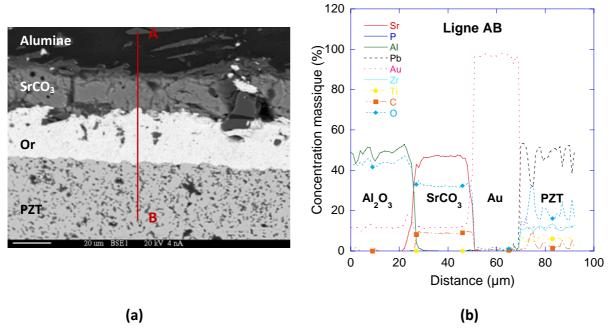


Figure III. 32. Analyse à la microsonde de Castaing d'un composant piézoélectrique cuit mais non-libéré : (a) coupe MEB de la zone analysée et (b) dosage le long de la ligne AB

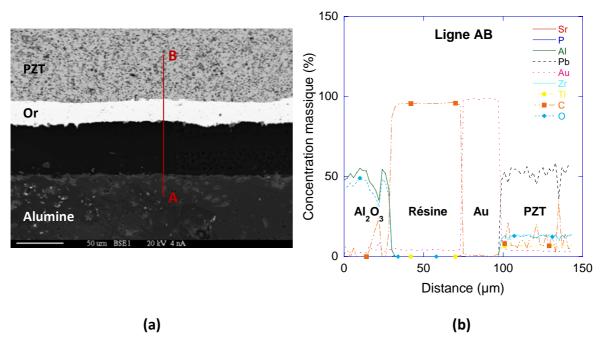


Figure III. 33. Analyse à la microsonde de Castaing d'un composant piézoélectrique cuit et libéré : (a) coupe MEB de la zone analysée et (b) dosage le long de la ligne AB

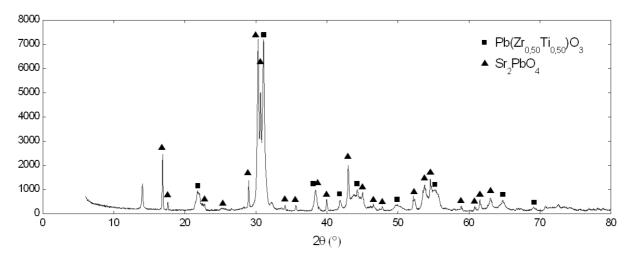


Figure III. 34. Analyse par diffraction de rayons X effectuée sur un mélange PZT/SrCO₃ cuit à 930°C sous air

Par ailleurs, l'analyse à l'aide du profilomètre laser Altisurf 5 (Altiprobe) révèle un état de surface régulier de faible rugosité des surfaces inférieure ($Ra_{sup}=1,4~\mu m$) du composant PZT.

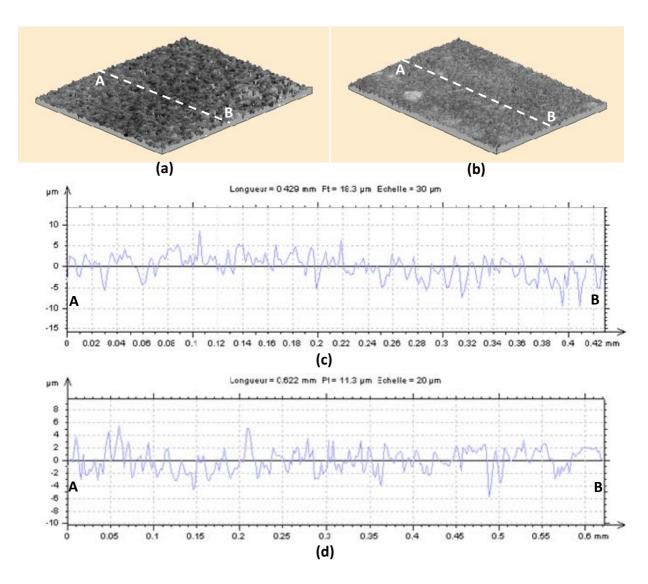


Figure III. 35. Mesures de profilométrie effectuées sur un composant piézoélectrique PZT (a) image de synthèse reconstituée à partir du profil de la surface supérieure, (b) image de synthèse reconstituée à partir du profil de la surface inférieure, (c) profil AB (surface supérieure), et (d) profil AB (surface inférieure)

Afin d'évaluer l'état de surface des composants piézoélectriques, nous avons effectué des mesures de profilométrie :

- sur la surface inférieure de l'électrode inférieure d'or pour observer l'influence de la couche sacrificielle
- sur la surface supérieure de l'électrode supérieure d'or pour observer l'influence de la couche de PZT

E. Caractérisation fonctionnelle

Nous avons vu au paragraphe Partie3.I.A.1. de ce chapitre, qu'en raison de la structure polycristalline des matériaux, tout test fonctionnel d'une couche piézoélectrique nécessite au préalable une étape de polarisation. La polarisation des couches de PZT a donc été effectuée à 150°C sous champ électrique constant de 1 kV/mm. La caractérisation électrique a été effectuée à l'aide d'un analyseur d'impédance HP4194 assurant d'une part l'excitation de l'échantillon en tension alternative à fréquence variable et d'autre part la mesure de la partie réelle G (conductance) et imaginaire B (susceptance) de l'inverse de l'impédance en fonction de la fréquence. Lorsque la fréquence devient voisine de celle d'un mode de vibration propre de l'échantillon, G et B subissent de fortes discontinuités (minimum d'impédance) qu'il est possible d'enregistrer et d'analyser grâce à un programme approprié [53]. Un balayage en fréquence a donc été réalisé entre 400 kHz et 25 MHz sur une série représentative de composants piézoélectriques fabriqués dans des conditions identiques. Nous avons reporté sur la Figure III. 36 la conductance en fonction de la fréquence.

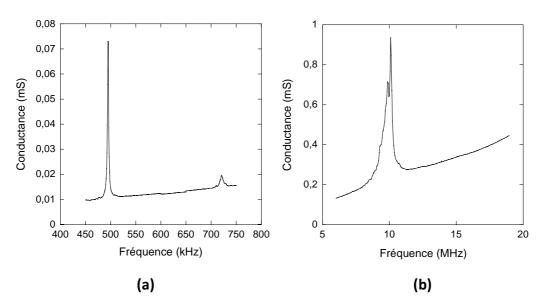


Figure III. 36. Mesure de l'admittance en fonction de la fréquence d'excitation (a) entre 400 et 800 kHz, (b) entre 5 et 20 MHz

Ces mesures démontrent le comportement piézoélectrique des couches de PZT par la présence de deux pics de résonance de plus forte amplitude à environ 500 kHz (Figure III. 36a) et 10 MHz (Figure III. 36b) et d'un pic de plus faible amplitude à 725 kHz. Compte-tenu

de la géométrie du composant et de la configuration des électrodes, un calcul approximatif de la fréquence de résonance peut être effectué à partir de la relation suivante :

$$f_r = \frac{v}{\lambda} \tag{10}$$

où f_r est la fréquence de résonance, v la vitesse de propagation des ondes dans le matériau piézoélectrique et λ la longueur d'onde.

On sait qu'à la résonance, un échantillon est le siège de vibrations stationnaires qui font que ses extrémités correspondent à un ventre de vibration. La longueur caractéristique \mathcal{L} de l'échantillon peut donc s'exprimer ainsi :

$$L = \frac{\lambda}{2} \tag{11}$$

Donc:

$$f_r = \frac{v}{\lambda} = \frac{v}{2L} \tag{12}$$

Pour le composant de forme carrée étudié L =3 mm, v =3500 m.s⁻¹ (évaluée pour une compacité estimée de nos échantillons proche de 80%) des fréquences de résonance d'environ 580 kHz pour le mode transversal et 22 MHz pour le mode longitudinal en procédant de même avec L = e = 80 μ m, ont été déterminées. L'incertitude principale dans ces calculs vient de l'imprécision sur la compacité des céramiques qui déterminent la densité effective ρ de la couche piézoélectrique et donc la vitesse de propagation des ondes acoustiques :

$$v = \frac{1}{\sqrt{\rho s}} \tag{13}$$

Ce calcul approximatif nous a permis d'attribuer les deux principaux pics de résonance observés Figure III. 36 au mode transversal pour le pic à 500 kHz et au mode longitudinal pour le pic à 10 MHz. Ce décalage en fréquence et la présence d'un pic de plus faible amplitude à 725 kHz peuvent être raisonnablement attribués aux modes de fixation du composant piézoélectrique sur le substrat.

Nous avons reporté Figure III. 37 la susceptance en fonction de la conductance pour le mode de résonance fondamental à 500 kHz.

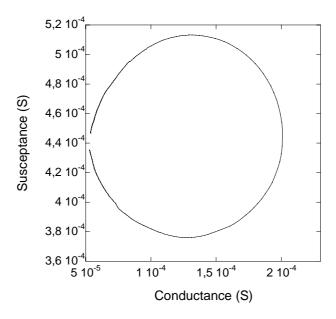


Figure III. 37. Cercle d'admittance expérimental pour le mode de résonance fondamental $(f_r=500kHz)$

Le cercle d'admittance obtenu (paragraphe Partie3.I.A.2.) permet d'une part de confirmer l'effet piézoélectrique du composant et d'autre part, par sa modélisation par un cercle théorique, de remonter aux paramètres du circuit équivalent présenté Figure III. 21 en supposant une forme circulaire pour nos échantillons:

$$R = 7323,280\Omega$$

 $L = 240,1481mH$
 $C_a = 0,514521pF$
 $R_0 = 15507,663\Omega$
 $C_b = 156,289pF$
 $Q_m = 93,3$
 $d_{31} = 9,4pC/N$

Bien qu'approximatives, les valeurs de $Q_m=93,3$ et $d_{31}=9,4$ pC/N sont du même ordre de grandeur que celles obtenues par ailleurs avec des films épais [54].

Ces résultats très encourageants nous permettent d'envisager la réalisation de composants piézoélectriques plus performants à l'aide de ce nouveau procédé.

Conclusion

La possibilité d'utiliser le nouveau procédé de microfabrication pour réaliser des résistances chauffantes, des microcanaux et des composants piézoélectriques a été ici démontrée. Les résultats expérimentaux ont montré que la libération de résistances chauffantes en argent-platine permet de diviser par trois la puissance nécessaire pour atteindre une même température de 700°C sans qu'il y ait, de plus, de contrainte thermomécanique engendrée dans le substrat. Bien qu'ils n'aient pas été optimisés, des microcanaux en verre et en métal ont pu être fabriqués et caractérisés d'un point de vue structural. Enfin, des composants piézoélectriques à base de PZT ont pu être fabriqués avec succès, laissant entrevoir la possibilité de les intégrer dans des applications de type actionneur ou capteur. Les performances piézoélectriques de ces composants ont été démontrées par la mise en évidence de leurs résonances transverses et longtudinales.

Bibliographie

- [1] M.A. GAJDA, H. AHMED, "Applications of thermal silicon sensors on membranes", Sensors and Actuators A, vol. 49, pp.1-9, 1995.
- [2] D. BRIAND, P. Q. PHAM et N. F. DE ROOIJ, "Reliability of freestanding polysilicon microheaters to be used as igniters in solid propellant microthrusters ",Sensors and Actuators A 135, pp.329–336, 2007
- [3] O. GRUDIN, R. MARINESCU, L. M. LANDSBERGER, M. KAHRIZI, G. FROLOV, J. D. N. CHEEKE, S. CHEHAB, M. POST, J. TUNNEY, X. DU, et D. YANG D. SEGALL, "High-temperature gas sensor using perovskite thin films on a suspended microheater", J. Vac. Sci. Technol. A vol. 20 (3), pp.1100-1104, 2002
- [4] N.T. NGUYEN et R. KIEHNSCHERF, "Low-cost silicon sensors for mass flow measurements of liquids and gases", Sensors and actuators A, vol. 49, pp. 17-20, 1995
- [5] C. ROSSI, P. TEMPLE-BOYER et D. ESTEVE, "Realization and performance of thin SiO2/SiNx membrane for microheater applications", Sensors and Actuators A, vol.64, pp.241-245, 1998
- [6] F. MAILLY, A. GIANI, A. MARTINEZ, R. BONNOT, P. TEMPLE-BOYER et A. BOYER, "Micromachined thermal accelerometer", Sens. Actuators A, vol.103 (3), pp.359–363, 2003.
- [7] G. WICHE, A. BERNS, H. STEFFES et E. OBERMEIER, "Thermal analysis of silicon carbide based micro hotplates for metal oxide gas sensors", Sensors and Actuators A, vol.123–124, pp.12–17, 2005.
- [8] F. DIMEO Jr., I-S. CHEN, P. CHEN, J. NEUNER, A. ROERHL et J. WELCH, "MEMS-based hydrogen gas sensors", Sensors and Actuators B, vol.117, pp.10–16, 2006.

- [9] C. TSAMIS, A.G. NASSIOPOULOU et A. TSEREPI, "Thermal properties of suspended porous silicon micro-hotplates for sensor applications", Sensors and Actuators B, vol.95, pp.78–82, 2003.
- [10] MITSUTERU KIMURAA, FUMITOSHI SAKURAIB, HIRAO OHTAB et TOMOYUKI TERADAB, "Proposal of a new structural thermal vacuum sensor with diode-thermistors combined with a micro-air-bridge heater", Microelectronics Journal, vol.38, pp.171–176, 2007.
- [11] D. VINCENZI, M.A. BUTTURI, M. STEFANCICH, C. MALAGU, V. GUIDI, M.C. CAROTTA, G. MARTINELLI, V. GUARNIERI, S. BRIDA, B. MARGESIN, F. GIACOMOZZI, M. ZEN, A.A. VASILIEV, A.V. PISLIAKOV, "Low-power thick-film gas sensor obtained by a combination of screen printing and micromachining techniques", Thin Solid Films, vol.391, pp. 288-292, 2001.
- [12] R.C. REID, M. PRAVSNITZ et T.K. SHEARWOOD, "Properties of gases and liquids", McGraw-Hill, New York, 3^{ème} edition, 1977.
- [13] C. HUH, J. KIM et M. H. KIM, "Flow pattern transition instability during flow boiling in a single microchannel", International Journal of Heat and Mass Transfer, vol.50, pp.1049–1060, 2007.
- [14] R. DAO, D.E. MORGAN, H.H. KRIES et D.M. BACHELDER, "Convective accelerometer and inclinometer", US Patent 5 581 034, 1996
- [15] F. MAILLY, A. GIANI, A. MARTINEZ, R. BONNOT, P. TEMPLE-BOYER et A. BOYER, "Micromachined thermal accelerometer", Sensors and Actuators A, vol.103 (3), pp.359-363, 2003.
- [16] R. ZHU, H. DING, Y. SUB et Z. ZHOU, "Micromachined gas inertial sensor based on convection heat transfer", Sensors and Actuators A, vol. 130–131, pp. 68–74, 2006.
- [17] P. TARDY, J.R. COULON, C. LUCAT et F. MÉNIL, "Dynamic thermal conductivity sensor for thermal detection", Sensors and Actuators B, vol. 98, pp. 63-68, 2004.

- [18] H. DEBEDA, "Dispositifs multi-capteurs sélectifs au méthane, réalisés en technologie microélectronique hybride couches épaisses", Thèse de l'université Bordeaux 1, 1996.
- [19] F. MENIL, C. LUCAT et H. DEBEDA, "The thick film route to selective gas sensors", Sensors and Actuators B, vol.25, pp. 415-420, 1995.
- [20] J. LII, W-J HSU, S. P. LEE et S. K. SIA, "Microfluidics", Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, Ed. John Wiley & Sons, vol. 26, pp. 959-980, 2006.
- [21] A. MANZ, J. MIYAHARA, J. MIURA, Y. WATANABE, H. MIYAGI et K. SATO, "Design of an open tubular column liquid chromatograph using silicon chip technology", Sensors and Actuators B, vol.1, pp.249, 1990.
- [22] K. B. LEE et L. LIN, "Surface micromachined glass and polysilicon microchannels using MUMPs for BioMEMS applications", Sensors and Actuators A, vol.111, pp.44–50, 2004.
- [23] W. QU, G. M. MALA et D. LI, "Heat transfer for water flow in trapezoidal silicon microchannels", International Journal of Heat and Mass Transfer, vol. 43 (21), pp. 3925-3936, 2000.
- [24] M. KADOWAKI, H. YOSHIZAWA, S. MORI et M. SUZUKI, "Plasma CVD on the inner surface of a microchannel", Thin Solid Films, Vol. 506-507, pp. 123-127, 2006.
- [25] J. LI et G.P. PETERSON, "Boiling nucleation and two-phase flow patterns in forced liquid flow in microchannels", International Journal of Heat and Mass Transfer, vol. 48 (23-24), pp. 4797-4810, 2005.
- [26] J.Y. KIM, J.Y. BAEK, K.A. LEE et S.H. LEE, "Automatic aligning and bonding system of PDMS layer for the fabrication of 3D microfluidic channels", Sensors and Actuators A, vol.119, pp.593–598, 2005.

- [27] T. FUJII, "PDMS-based microfluidic devices for biomedical applications", Microelectronic Engineering, vol. 61–62, pp.907–914, 2002.
- [28] Z. YANG, H. GOTO, M. MATSUMOTO et R. MAEDA, "Active micromixer for microfluidic systems using lead-zirconate-titanate (PZT)-generated ultrasonic vibration", Electrophoresis, vol. 21 (1), pp.116–119, 2000.
- [29] L-S. JANG, S-H. CHAO, M. R. HOLL et D. R. MELDRUM, "Microfluidic circulatory flows induced by resonant vibration of diaphragms", Sensors and Actuators A, vol. 122, pp.141–148, 2005.
- [30] B. JAFFE, W. R. COOK Jr. et H. JAFFE, "Piezoelectric ceramics", Academic Press, London, 1971.
- [31] C.-S. JEON, J-S. PARK, S-Y. LEE et C-W MOON, "Fabrication and characteristics of out-of-plane piezoelectric micro grippers using MEMS processes", Thin Solid Films, vol. 515 (12), pp. 4901-4904, 2007.
- [32] S-J. KIM, C-Y. KANG, J-W. CHOI, D-Y. KIM, M-Y. SUNG, H-J. KIM et S-J. YOON, "Properties of piezoelectric actuator on silicon membrane, prepared by screen printing method", Materials Chemistry and Physics, vol. 90 (2-3), pp. 401-404, 2005.
- [33] M. DESHPANDE et L. SAGGERE, "PZT thin films for low voltage actuation: Fabrication and characterization of the transverse piezoelectric coefficient", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 135 (2), pp. 690-699, 2007.
- [34] R.J. WOOD, E. STELTZ et R.S. FEARING, "Optimal energy density piezoelectric bending actuators", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 119 (2), pp. 476-488, 2005.
- [35] L-S. JANG, S-H. CHAO, M. R. HOLL ET D. R. MELDRUM, "Microfluidic circulatory flows induced by resonant vibration of diaphragms", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 122 (1), pp. 141-148, 2005.

- [36] M. KOCH, N. HARRIS, R. MAAS, A.G.R. EVAN, N.M. WHITE et A. BRUNNSCHWEILER, "A novel micropump design with thick-film piezoelectric actuation", Meas. Sci. Technol, vol.8, pp. 49-57, 1997.
- [37] A. CRANNY, P. H. CHAPPELL, S. P. BEEBY et N. M. WHITE, "Improving the functionality of a prosthetic hand through the use of thick film force sensors", Proceedings of EuroSensors University of Minho, Guimarães, Portugal, pp. 795-798, 2003.
- [38] S.P. BEEBY, N. ROSS et N.M. WHITE, "Thick film PZT/micromachined silicon accelerometer", Electronic letters, vol. 35 (23), pp. 2060-2062, 1999.
- [39] S. P. BEEBY, N. J. GRABHAM et N. M. WHITE, "Microprocessor implemented self-validation of thick-film PZT/silicon accelerometer", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 92 (1-3), pp. 168-174, 2001.
- [40] V. FERRARI, D. MARIOLI, A. TARONI et E. RANUCCI, "Multisensor array of mass microbalances for chemical detection based on resonant piezo-layers of screen-printed PZT", Sensors and Actuators B: Chemical, vol. 68 (1-3), pp. 81-87, 2000.
- [41] G. MENG, A. J. JAWORSKI et N. M. WHITE, "Composition measurements of crude oil and process water emulsions using thick-film ultrasonic transducers", Chemical Engineering and Processing, vol. 45 (5), pp.383-391, 2006.
- [42] Z. WANG, W. ZHU, J. MIAO, H. ZHU, C. CHAO et O. K. TAN, "Micromachined thick film piezoelectric ultrasonic transducer array", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 130-131, pp. 485-490, 2006.
- [43] J. YANG et L. JIANBIN, "Processing and thickness effects on the microstructure and electrical properties of sol–gel deposited Pb(Zr, Ti)O₃ films", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 121 (1), pp. 103-112, 2005.

- [44] S. GEBHARDT, L. SEFFNER, F. SCHLENKRICH et A. SCHÖNECKER, "PZT thick films for sensor and actuator applications", Journal of the European Ceramic Society, vol. 27 (13-15), pp. 4177-4180, 2007.
- [45] Z. WANG, J. MIAO et W. ZHU, "Piezoelectric thick films and their application in MEMS", Journal of the European Ceramic Society, vol. 27 (13-15), pp. 3759-3764, 2007.
- [46] J. XIE, M. HU, S-F. LING et H. DU, "Fabrication and characterization of piezoelectric cantilever for micro transducers", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 126 (1), pp. 182-186, 2006.
- [47] S.P. BEEBY, N. ROSS et N.M. WHITE, "Thick film PZT/micromachined silicon accelerometer", Electronics Letters, vol. 35 (23), pp. 2060 2062, 1999.
- [48] T. YAN, B.E. JONES, R.T. RAKOWSKI, M.J. TUDOR, S.P. BEEBY et N.M. WHITE, "Thick-film PZT-metallic triple beam resonator", IEE Electronics Letters, vol. 39 (13), pp. 982-983, 2003.
- [49] A. CRANNY, D.P.J. COTTON, P.H. CHAPPELL, S.P. BEEBY et N.M. WHITE, "Thick-film force and slip sensors for a prosthetic hand", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 123-124, pp. 162-171, 2005.
- [50] N.R. HARRIS, M. HILL, R. TORAH, R. TOWNSEND, S. BEEBY, N.M. WHITE et J. DING, "A multilayer thick-film PZT actuator for MEMs applications", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 132 (1), pp. 311-316, 2006.
- [51] P. BEEBY, A. BLACKBURN et N. M. WHITE, "Silicon micromachining processes combined with thick-film printed lead zirconate titanate actuators for microelectromechanical systems", Materials Letters, vol. 40 (4), pp. 187-191, 1999.
- [52] O. OHTAKA, R. VON DER MUHLL et J. RAVEZ, "Low-temperature sintering of Pb(Zr,Ti)O₃ ceramics with the aid of oxyfluoride additive: X-ray diffraction and dielectric studies", J. of Am. Ceram. Soc., vol. 78 (3), pp. 805-808, 1995.

[53] G. MCMAHON, IEEE Trans. on Ultrasonics Eng., pp. 102-103, 1963.

[54] L. SIMON, "Elaboration et caractérisation de films épais piézoélectriques sérigraphiés sur alumine, silicium, aciers inoxydables et vitrocéramiques", Thèse de l'INSA Lyon, 2002.

Conclusion générale

Ce travail concernait la mise au point d'un nouveau procédé de microfabrication par sérigraphie basé sur le principe de l'utilisation d'une couche épaisse sacrificielle. Même si ce principe avait déjà été utilisé pour la fabrication de capteurs de pression, pour la première fois des microstructures partiellement libérés du substrat ont pu être fabriqués entièrement par sérigraphie et actionnées indépendamment du substrat sur lequel elles ont été réalisées. Le nouveau procédé mis au point au cours de ce travail ouvre donc la voie à la réalisation de composants de type MEMS grâce à un véritable saut technologique représenté par la transposition de la technologie microélectronique hybride "standard" à la libération de couches épaisses.

Ce nouveau procédé est basé sur l'utilisation d'une couche sacrificielle, concept à l'origine développé en technologie silicium et transposé ici à la sérigraphie grâce au choix d'une composition d'encre sacrificielle résine époxy/carbonate de strontium répondant aux exigences d'un procédé de fabrication de microsystèmes. Par rapport à des compositions de couche sacrificielle résine époxy/carbone, verre ou métal proposées dans les travaux antérieurs, le choix d'une phase minérale de type carbonate représente le meilleur compromis entre les différentes conditions expérimentales de fabrication de MEMS hybride. En effet, il permet le soutien mécanique des couches structurales indispensable à haute température, une élimination en solution diluée d'acide faible non-agressive vis-à-vis de la grande majorité des matériaux constituant les couches structurales et une grande compatibilité vis-à-vis de l'atmosphère de cuisson. La température maximale de cuisson sous air à 850°C, correspondant à la décarbonatation de SrCO₃, peut être décalée jusqu'à 1070°C par ajout de faible quantité de dioxyde de carbone (1-10%) pour des applications mettant en jeu des céramiques et nécessitant des cuissons à plus haute température. L'obtention d'une microstructure de type poutre a permis de valider l'efficacité du procédé par la libération d'une couche structurale en or du support d'alumine sur lequel elle a été fabriquée.

La première application du procédé a été l'élaboration de microactionneurs thermiques en cuivre de type bilame. Les tests fonctionnels effectués sur ces derniers ont été pour la première fois l'occasion de mettre en mouvement alternatif un MEMS hybride

fabriqué par sérigraphie. Le déplacement de l'extrémité de l'actionneur a pu être corroboré par des résultats de simulations analytiques ayant pour but de calculer de déplacement théorique à partir de la tension appliquée aux bornes de l'actionneur. La comparaison des profils de température calculés par éléments finis et mesurés par thermographie infrarouge a permis de démontrer la possibilité de modéliser les actionneurs. Les différences observées entre les profils de température calculés et mesurés ont également mis en évidence dans ce cas les limites du procédé, liées d'une part à la géométrie des couches et d'autre part à la densité des matériaux élaborés par sérigraphie. Cependant, ces limites ne paraissent pas rédhibitoires pour des applications demandant de forts déplacements. Des tests de flambages effectués sur des actionneurs en argent de 12 µm d'épaisseur semblent très prometteurs puisque des déplacements hors plan de plusieurs centaines de microns ont pu être observés lors d'actionnements à l'aide de puissances inférieures à 350 mW. Des propositions basées sur la géométrie de l'actionneur sont également faites pour accroître le déplacement hors-plan.

Il a également été démontré au cours de cette étude que l'aptitude du procédé peut être mise à profit pour fabriquer d'autres composants partiellement détachés du substrat, n'ayant pas pour but d'être actionnées. Ainsi, des résistances chauffantes en argent-platine libérées du substrat ont été fabriquées. La résistance, lorsqu'elle est libérée du substrat, nécessite trois fois moins de puissance pour atteindre une température de 700°C. Ces résultats très encourageants pourraient être appliqués à l'élaboration de réseaux multicapteurs comportant des résistances libérées sur une même substrat et fonctionnant indépendamment à différentes températures. Une telle application est difficile à envisager avec des résistances sérigraphiées directement sur le substrat. Ce nouveau procédé pourrait être également mis à profit pour fabriquer des capteurs de gaz basés sur la réponse dynamique du capteur en fonction de la conductivité thermique des gaz environnants.

Ce procédé a également été utilisé pour réaliser des microstructures 3D que sont les microcanaux. Bien que l'étude soit restée au stade de la faisabilité, des microcanaux en verre et en métal de 0,5x10 mm ont ainsi pu être fabriqués et donc libérés grâce au nouveau procédé.

Par ailleurs, la souplesse du procédé a permis la réalisation de composants piézoélectriques à base de PZT dont les propriétés ont été vérifiées expérimentalement. Les résonances observées démontrent la faisabilité d'un MEMS piézoélectrique à l'aide ce nouveau procédé. Des études se poursuivent sur l'élaboration de composants piézoélectriques dont les applications dans le domaine des capteurs et des actionneurs semblent très prometteuses.

Ayant conscience du caractère incomplet des études relatives à certaines applications traitées dans ce mémoire, il nous apparaît important de souligner l'aspect novateur de l'étude. En effet, bien qu'exploratoires, ces résultats préliminaires démontrent l'intérêt pour nous d'avoir ouvert des perspectives de microfabrication très larges touchant à de nombreux domaines des MEMS: micromanipulation ou microrobotique, microréacteurs, microfluidique, microcapteurs,... La multiplicité des applications développées au cours de ce travail montre également la flexibilité du procédé et donc sa capacité à être utilisé pour une fabrication de type prototypage où d'autres technologies comme le silicium se révèlent trop coûteuses. Ce procédé est dans tous les cas perfectible car il peut être adapté et modifié (composition et élimination des couches sacrificielle, traitement thermique, atmosphère de cuisson, ...) en fonction des application envisagées.

Devant la demande croissante de solutions de microactionnement délivrant de larges forces, les voies nous paraissant les plus prometteuses dans un premier temps sont celles des actionneurs thermiques et piézoélectriques libérés. Par exemple, l'étape qui peut faire suite à l'étude préliminaire menée sur les composants piézoélectriques au cours de ce travail est la conception de nouvelles formes et dimensions d'échantillons permettant, par confrontation avec des calculs analytiques, de remonter plus précisément aux propriétés des matériaux piézoélectriques mis en forme à l'aide du procédé.

Enfin, il serait également intéressant de coupler ce nouveau procédé avec d'autres technologies de microfabrication telles que celles du silicium, LTCC, micropen, jet d'encre, etc. Un exemple a été cité dans le premier chapitre de ce mémoire en combinant la libération de membranes par la technologie silicium et la microfabrication de composants piézoélectriques avec la sérigraphie.



Electro-Science Laboratories, Inc.

416 East Church Road • King of Prussia, PA 19406-2625, U.S.A 610-272-8000 • Fax: 610-272-6759 • www.ElectroScience.com • Sales@ElectroScience.com

CERMET SILVER CONDUCTOR

9912-A

ESL 9912-A is a mixed bonded silver paste particularly developed for chip resistors, consumer hybrid circuits, potentiometers and heater elements. Because of its wide firing temperature range, 9912-A may be processed on a variety of substrates including glass, porcelain enameled steel (PES), alumina, and beryllia. The 9912-A may be protected with ESL 4904 to prevent electrolytic silver migration.

PASTE DATA

RHEOLOGY: Thixotropic, screen printable paste

VISCOSITY:

(Brookfield RVT, ABZ Spindle, 10 rpm, 25.5°C±0.5°C) 150±25 Pa- s **SHELF LIFE**: (25°C) 6 months

PROCESSING

 SCREEN MESH/EMULSION:
 325/25 µm

 LEVELING TIME: (25°C)
 5-10 minutes

 DRYING AT 125°C:
 10-15 minutes

 FIRING RANGE:
 625°C-030°C

alumina: 850°C beryllia: 930°C Porcelain enameled steel: (in air) 625°C TIME AT PEAK: 10 minutes

RATE OF ASCENT/DESCENT: 50°C-60°C/minute
SUBSTRATE OF CALIBRATION: 96% alumina
THINNER: ESL 401

991:2-A 9810-C

ESL Affiliates

Japan: ESL-Hippon Company, Edd. + Sakegava (Bidg. + 6th foor + 3-4 Yanagkashi 1-chome + Tallo-ku + Tokyo 111, Japan + Tel: (011-01)-0-3664-8521 + Fac: (011-01)-0-3664-8521 Nippon Com

China: Shanginal Agreet Electro-Science Laboratory Ltd. + Second Floor Bidg. 12A-1 + #222 North Fe-Te-Roed + Walgacrato Free Trade Zone + Shanghall, China
Tist: (011-60)-21-5665-0467 + Fe:: (011-60)-21-5695-0467 + Shanghall Science Shanghall SLoon

Europe: Agrees, Ltd. + 8 Commercial Road + Reading, Deristine, England RG2 902 + Tet (011-44)-118-957-3139 + Past (011-44)-118-957-3139 + Sales@658.Europe.co.uk. See Caution and Discisioner on other side.



Electro-Science Laboratories, Inc.

416 East Church Road . King of Prussia, PA 19406-2625, U.S.A. 610-272-8000 • Fax: 610-272-6759 • www.ElectroScience.com • Sales@ElectroScience.com

CERMET GOLD CONDUCTOR

8836 8836-A

ESL 8836 and 8836-A mixed bonded thick film gold pastes are specially designed for thin printing. They produce a very smooth, dense film of 8 to 9 micrometers fired thickness. ESL 8838 is particularly well suited for automatic thermosonic wirebonding. While they have a wide firing range, a peak firing temperature of 850°C gives the best properties.

ESL 8836-A is an alloyed version of 8836. Its properties are similar to 8836, but it is designed for ultrasonic wire bonding using 25 micrometers diameter aluminum wire.

PASTE DATA

RHEOLOGY: Thixotropic, screen printable paste

VISCOSITY:

(Brookfield RVT, ABZ Spindle, 10 rpm, 25.5°C±0.5°C) 250±25 Pa/s BONDING MECHANISM: Mixed SHELF LIFE: (25°C) 6 months

PROCESSING

SCREEN MESH/EMULSION: 325/25 µm LEVELING TIME: (25°C) 5-10 minutes 10-15 minutes DRYING AT 125°C: FIRING TEMPERATURE RANGE: 850°C-930°C OPTIMUM: 850°C TIME AT PEAK: 10-12 minutes RATE OF ASCENT/DESCENT: 60°C-100°C/minute SUBSTRATE OF CALIBRATION: 96% alumina. THINNER: ESL 413

8836/A 9711-E

Japan: BBL-Higger: Company, Ltd. - Subspace (Edg. - 5th foor - 3-4 Yenegbaris I-chome - Tabe to - Totyo 111, Japan - Tet. (611-81)-3-0884-6531 - Fex. (911-81)-3-0884-6570 - Higger/Sandy/Sandy/Sandy/Sandy/Sandy/Sandy/Sandy

China: Bhanghai Aguset Blacks-Science Laboratory Ltd. - Second Floor Bids. 1241 - 8223 North Fe To Road - Weignooleo Free Trade Zane - Shanghai, China Tel. (21148)-21489-2448 - 24149-21489-2487 - Banghail seagothergaeli

Bumpe: Agreet, List. - D. Commercial Food - Reading, Berkshire, England RSC 302 - Tel. (811-64)-119-919-1109 - Fac: (811-64)-119-919-1201 - Sales@Ell.Liurope.co.uk

Influence du pH sur la solubilité du carbonate de strontium

Les réactions ayant lieu lors de la dissolution de SrCO₃ en milieu acide sont :

Les cinq équations permettant de remonter à l'expression de la solubilité s sont :

$$\begin{cases} K_{e} = [HO^{-}].[H_{3}O^{+}] = 10^{-14} \\ s = [Sr^{2+}] = [CO_{3}^{2-}] + [HCO_{3}^{-}] + [CO_{2}] \end{cases}$$

$$K_{S} = [CO_{3}^{2-}].[Sr^{2+}]$$

$$K_{a2} = \frac{([CO_{3}^{2-}].[H_{3}O^{+}])}{[HCO_{3}^{-}]}$$

$$K_{a1} = \frac{([HCO_{3}^{-}].[H_{3}O^{+}])}{[CO_{2}]}$$

D'où:

$$[CO_{3}^{2-}] = \frac{K_{S}}{[Sr^{2+}]}$$

$$[HCO_{3}^{-}] = \frac{([CO_{3}^{2-}].[H_{3}O^{+}])}{K_{a_{2}}} \Leftrightarrow [HCO_{3}^{-}] = \frac{(K_{S}.[H_{3}O^{+}])}{(K_{a_{2}}.[Sr^{2+}])}$$

$$[CO_{2}] = \frac{([HCO_{3}^{-}].[H_{3}O^{+}])}{K_{a_{1}}} \Leftrightarrow [CO_{2}] = \frac{(K_{S}.[H_{3}O^{+}]^{2})}{(K_{a_{1}}.K_{a_{2}}.[Sr^{2+}])}$$

d'où, sachant que $\mathbf{s} = [\mathbf{Sr}^{2+}]$:

$$s = [CO32-] + [HCO3-] + [CO2] = \left(\frac{K_S}{s}\right) + \frac{(K_S.[H_3O^+])}{(K_{a2}.s)} + \frac{(K_S.[H_3O^+]^2)}{(K_{a1}.K_{a2}.s)}$$

$$\Leftrightarrow s^2 = K_S.\left(1 + \frac{[H_3O^+]}{K_{a2}} + \frac{[H_3O^+]^2}{K_{a1}.K_{a2}}\right)$$

Avec:

$$\rm K_{a1} = 10^{-6,35}$$

$$\rm K_{a2}=10^{-10,35}$$

$$K_S = 7.10^{-10}$$

Ainsi, dans une solution d'acide phosphorique à 0.5 mol.L⁻¹:

$$s = 9.0395*10^{-4} \text{ mol.L}^{-1} = 0.13 \text{ g/L} \text{ à pH} = 7$$

$$s = 7.5609*10^{-1} \text{ mol.L}^{-1} = 112 \text{ g/L à pH} = 4$$

Calcul du paramètre de rugosité Ra

Un des paramètres les plus utilisés pour évaluer la rugosité d'une surface est l'écart moyen arithmétique. Sur une longueur de base l, Ra_j représente la moyenne arithmétique des valeurs absolues des écarts du profil Figure 1.

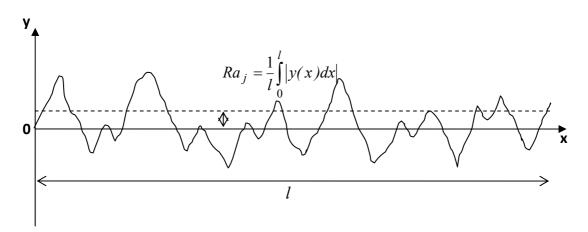


Figure 1. Ecart moyen arithmétique du profil

Sur la longueur d'évaluation L , Ra est alors définie par :

$$Ra = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^{n} Ra_j$$

Modélisation analytique

En accord avec une comparaison réalisée entre l'énergie perdue par radiation et l'énergie créée par effet Joule, la dissipation de chaleur vers l'ambiant par radiation sera négligée dans cette étude.

Dans un premier temps, une portion de l'actionneur de longueur Δx , cf. **Figure n° 8**, est prise en compte pour faire l'étude des transferts thermiques. La couche de nitrure présente dans ce diagramme permet de garantir une isolation électrique et thermique de l'actionneur vis-à-vis du substrat.

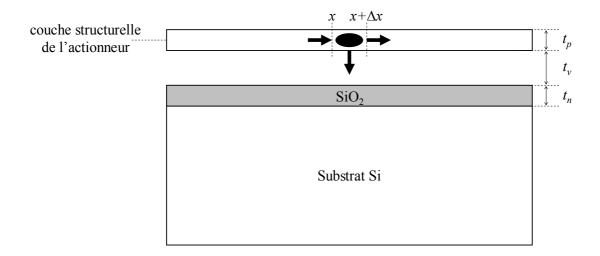


Figure 1. Diagramme de la section de l'actionneur

La résistivité du polysilicium, ρ , est considérée ici comme variant avec la température. Cette variation est supposée linéaire avec un coefficient, ξ , et telle que $\rho(T_S) = \rho_0$. La résistivité a donc l'expression suivante :

$$\rho(T) = \rho_0 (1 + \xi (T - T_S)),$$

où T est la température de la portion considérée et $T_{\rm S}$ la température du substrat.

En examinant les échanges thermiques dans l'élément d'actionneur, cf. **Figure 1**, de largeur w, épaisseur h et de longueur Δx , l'équation de la chaleur peut être établie dans des conditions stationnaires. En effet, en établissant l'égalité entre les gains de chaleur (par effet Joule ou par conduction) et les pertes (par conduction et convection vers le substrat), l'équation suivante est obtenue :

$$-k_{p}wh\left[\frac{dT}{dx}\right]_{x} + J^{2}\rho wh\Delta x = -k_{p}wh\left[\frac{dT}{dx}\right]_{x+\Delta x} + F_{S}\Delta xw\frac{T-T_{S}}{R_{T}}$$

où:

- ullet $k_{\scriptscriptstyle p}$, la conductivité thermique du polysilicium ;
- ullet , la densité de courant.

 F_S est le facteur de forme permettant de prendre en compte l'impact de la forme de l'élément sur la conduction de chaleur vers le substrat. Le facteur de forme représente la proportion de chaleur perdue par les côtés et par le dessous du pont par rapport aux pertes de chaleur par le dessus du pont. R_T qui est la résistance thermique entre le micro-pont en polysilicium et le substrat et s'exprime comme :

$$R_T = \frac{t_v}{k_v} + \frac{t_n}{k_n},$$

où:

- t_v et t_n sont l'épaisseur des couches d'air et de nitrure présentes sous l'élément ;
- ullet k_{v} et k_{n} sont les conductivités thermiques de l'air et du nitrure respectivement.

Le facteur de forme est donnée par

$$F_S = \frac{h}{w} \left(\frac{2t_v}{h} + 1 \right) + 1$$

où:

• h est l'épaisseur de la couche dans laquelle est réalisée l'actionneur ;

• h west la largeur du bras considéré.

Dans un second temps, une équation différentielle de second ordre est obtenue en prenant la limite $\Delta x \rightarrow 0$:

$$k_p \frac{d^2T}{dx^2} + J^2 \rho = \frac{F_S}{h} \frac{(T - T_S)}{R_T}$$

Physiquement, le premier terme dans le membre de gauche de l'équation représente le taux net de conduction de chaleur dans l'élément par unité de volume. Le second terme du membre de gauche est le taux de génération d'énergie thermique par effet Joule dans l'élément par unité de volume. Enfin, le terme de droite représente le taux d'énergie thermique perdue dans l'élément par unité de volume. En faisant un changement de variable dans l'équation, on obtient :

$$\frac{d^2\theta(x)}{dx^2} - m^2\theta(x) = 0$$

avec

$$\theta(x) = T(x) - T_{\theta}$$

$$T_{\theta} = T_S + \frac{J^2 \rho_0}{k_p m^2}$$

$$m^2 = \frac{F_S}{k_p h R_T} - \frac{J^2 \rho_0 \xi}{k_p}$$

Dans un dernier temps, la résolution de l'équation différentielle permet de trouver la distribution de la température dans le bras chaud, le bras froid et la partie flexible :

$$T_h(x) = T_H + c_1 e^{m_h x} + c_2 e^{-m_h x}$$

$$T_c(x) = T_C + c_3 e^{m_c x} + c_4 e^{-m_c x}$$

$$T_f(x) = T_F + c_5 e^{m_f x} + c_6 e^{-m_f x}$$

où:

- \bullet T_H et m_h sont respectivement identiques à T_θ et m excepté que w est remplacé par w_h ;
- T_C et m_c sont respectivement identiques à T_{θ} et m excepté que w est remplacé par w_c ;
- w_h et w_c sont les largeurs des bras chaud et froid, c_j (j= 1 à 6) sont des constantes à rechercher.

De plus : $T_F=T_H$ et $m_f=m_c$ puisque la largeur de la partie flexible est identique à la largeur du bras chaud.

La température des plots d'ancrage est supposée identique à la température du substrat, $T_{\mathcal{S}}$. En utilisant la continuité de la température et du taux de conduction thermique à travers les jonctions entre le bras chaud, le bras froid et la partie flexible, les constantes c_j peuvent être retrouvées avec 6 équations simultanées représentées ici sous forme matricielle :

$$\begin{bmatrix} 1 & 1 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ e^{m_h l_h} & e^{-m_h l_h} & -e^{m_c l_h} & -e^{-m_c l_h} & 0 & 0 \\ e^{m_h l_h} & -e^{-m_h l_h} & -\lambda e^{m_c l_h} & \lambda e^{-m_c l_h} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & e^{m_c (l_h + g + l_c)} & e^{-m_c (l_h + g + l_c)} & -e^{m_h (l_h + g + l_c)} & -e^{-m_h (l_h + g + l_c)} \\ 0 & 0 & \lambda e^{m_c (l_h + g + l_c)} & -\lambda e^{-m_c (l_h + g + l_c)} & -e^{m_h (l_h + g + l_c)} & e^{-m_h (l_h + g + l_c)} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & e^{m_h (2l_h + g_c)} & e^{-m_h (2l_h + g_c)} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} c_1 \\ c_2 \\ c_3 \\ c_4 \\ c_5 \\ c_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} T_S - T_H \\ T_C - T_H \\ 0 \\ T_H - T_C \\ 0 \\ T_S - T_H \end{bmatrix}$$

où:

- ullet $l_{\scriptscriptstyle h}$ et $l_{\scriptscriptstyle c}$ sont respectivement la longueur du bras chaud et du bras froid ;
- g est le gap entre le bras chaud et le bras froid ;
- $\bullet \qquad \lambda = \frac{w_c m_c}{w_b m_b} \,.$

L'inversion du système matriciel permet de connaître l'expression des constantes c_j et par conséquent celle de la distribution de la température le long des différents bras de l'actionneur. Cela permet de déterminer $\overline{T_h}$, $\overline{T_c}$ et $\overline{T_f}$ qui sont respectivement la température moyenne dans le bras chaud, dans le bras froid et dans la partie flexible :

$$\begin{split} \overline{T_h} &= T_H + \frac{c_1}{m_h l_h} \Big(e^{m_h l_h} - 1 \Big) - \frac{c_2}{m_h l_h} \Big(e^{-m_h l_h} - 1 \Big) \\ \overline{T_c} &= T + \frac{c_3}{m_c (l_c + g)} \Big(e^{m_c (l_h + g + l_c)} - e^{m_c l_h} \Big) - \frac{c_4}{m_c (l_c + g)} \Big(e^{-m_c (l_h + g + l_c)} - e^{-m_c l_h} \Big) \\ \overline{T_f} &= T_H + \frac{c_5}{m_h l_f} \Big(e^{m_h (2l_h + g)} - e^{m_h (l_h + g + l_c)} \Big) - \frac{c_6}{m_h l_f} \Big(e^{-m_h (2l_h + g)} - e^{-m_h (l_h + g + l_c)} \Big) \end{split}$$

Algorithme de résolution non-linéaire

Le solveur non linéaire utilise une forme affine invariante de la méthode de Newton amortie [1]. Les équations peuvent s'écrire sous leur forme discrète : f(U) = 0 , où f(U) est le vecteur résiduel et U le vecteur solution. En débutant avec la condition initiale U_0 , le logiciel construit le modèle linéarisé en utilisant U_0 comme point de linéarisation. Une résolution de la forme discrétisée de ce modèle est effectuée : $f'(U_0)\delta U = -f(U_0)$ pour le pas d'itération de Newton δU et en utilisant le solveur linéaire sélectionné ($f'(U_0)$ est la matrice Jacobienne). Une nouvelle itération est effectuée : $U_1 = U_0 + \lambda \delta U$ où $\lambda (0 < \lambda \le 1)$ est le coefficient d'amortissement. Ensuite, la correction de Newton modifiée permet une estimation de l'erreur E sur la nouvelle itération U_1 en résolvant : $f'(U_0)$ $E = -f(U_1)$. Si l'erreur relative correspondant à E est supérieure à l'erreur relative de l'itération précédente, le code de calcul réduit le coefficient λ et recalcule U_1 . L'algorithme répète cette réduction du coefficient λ jusqu'à ce que l'erreur relative d'une itération soit inférieure à l'erreur relative de l'itération précédente ou jusqu'à ce que le coefficient λ atteigne sa valeur minimale. Quand l'itération U_1 a été calculée avec succès le logiciel procède à l'itération suivante.

Une valeur $\lambda=1$ conduit à la méthode de Newton, qui converge de manière quadratique si la condition initiale U_0 est suffisamment proche d'une solution. Les facteurs λ sont choisis de manière à faire converger le calcul. Cependant, le succès d'une résolution non-linéaire dépend fortement du choix des conditions initiales. Il est donc important de trouver la meilleure condition initiale U_0 quitte à faire varier cette dernière d'au moins un ordre de grandeur au cours de résolutions préliminaires du modèle.

[1]. P. Deuflhard, "A modified Newton method for the solution of ill-conditioned systems of non-linear equations with application to multiple shooting," *Numer. Math.*, 22, pp. 289-315, 1974.

Mesure de la résistivité par la méthode des 4 fils

La résistance R d'une portion de la piste est mesurée selon la méthode "4 pointes", qui permet de s'affranchir de la résistance des fils de mesure et des contacts : un générateur délivre un courant I (de l'ordre de 100mA) par l'intermédiaire de deux pointes de contacts qui sont posées sur la piste (Figure 2).

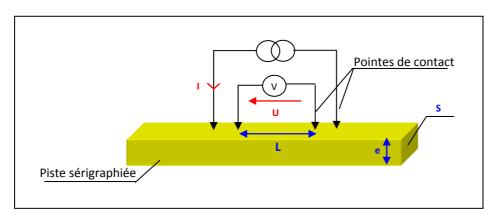


Figure 2. Principe de la mesure "4 fils"

La tension U est alors mesurée par un voltmètre, avec deux pointes de contact posées sur la piste. La distance entre ces deux pointes est $L=1\ cm$. La résistance de cette portion de la piste peut ainsi être calculée grâce à la loi d'Ohm :

$$R = \frac{U}{I}$$

D'autre part, l'épaisseur e et la section S sont mesurées à l'aide d'un profilomètre optique. La résistivité de l'encre qui constitue la piste et sa résistance par carré sont alors calculées à l'aide des relations suivantes :

$$\rho = R \frac{S}{L}$$

Publications et communications

Publications:

"New screen-printing thermal microactuator", P.Ginet, C. Lucat, M. Budinger, F. Ménil, article à paraître dans la revue IEEE Review on Advances in Micro, Nano, and Molecular Systems

"Modelling and characterization of screen-printed metallic electrothermal microactuators", P. Ginet, C. Lucat, F. Ménil, Int. J. appl. Ceram. Technol., vol. 4 (5), pp. 423-427, 2007.

"New sacrificial layer based screen-printing process for free-standing thick-films applied to MEMS", C. Lucat, P. Ginet, F. Ménil, Int. Journ. of Microelec. and Elec. Pack., vol. 4, pp. 86-92, 2007.

"Devices Based on Free Standing Thick-films Made with a New Sacrificial Layer Process", C. Lucat, P. Ginet, C. Castille, H. Debéda and F. Ménil, Special Section of Microelectronics Reliability (à paraître)

Conférences invitées

"Vers de nouveaux microsystèmes utilisant des couches épaisses libérées", C. Lucat, P. Ginet, F. Menil, $16^{\text{ème}}$ forum de l'Interconnexion et du Packaging Microélectronique, Micropolis, Besançon, Sept. 2006

"New thick-film process for free-standing layers applied to Microsystems", C. Lucat, P. Ginet, Journées IBERNAM/CMC2, San-Sebastian, 9-10 Nov. 2006

Communications orales:

"New screen-printing thermal microactuator", P.Ginet, C. Lucat, M. Budinger, F. Ménil, Proc. 2nd IEEE International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems, Bangkok, Janv. 2007

"New screen-printed MEMS: study of a thermal microactuator", P. Ginet, C. Lucat, F. Ménil, M. Budinger, H. Debéda, Proc. Smart System Integration, Paris, Mars 2007

"Modelling and characterization of screen-printed metallic electrothermal microactuators", P. Ginet, C. Lucat, F. Ménil, J. L. Battaglia, Proc. IMAPS/ACerS 3rd International Conference on Ceramic Interconnect and Ceramic Microsystems Technologies, Denver, Avril 2007

"New sacrificial layer based screen-printing process for free-standing thick-films applied to MEMS", C. Lucat, P. Ginet, F. Ménil, Proc. IMAPS/ACerS 3rd International Conference on Ceramic Interconnect and Ceramic Microsystems Technologies, Denver, Avril 2007

"On a new sacrificial layer process of free-standing piezoelectric thick films for MEMS applications", C. Lucat, P. Ginet, R. Von der Mühll, C. Castille, F. Ménil, M. Maglione, Proc. International Symposium on Integrated Ferroelectrics 2007, Bordeaux, Mai 2007

"Thermomechanical characterization of a screen-printed thermal actuator", P. Ginet, C. Lucat, P. Tardy, F. Ménil, J.L. Battaglia, C. Pradère, Proc. 31 Int. Conf. IMAPS Poland, Rzeszow-Krasiczyn, 23-26 Sept 2007

"Devices based on free standing thick-films made with a new sacrificial layer process", C. Lucat, P. Ginet, C. Castille, H. Debéda, F. Ménil, Proc. 31 Int. Conf. IMAPS Poland, Rzeszow-Krasiczyn, 23-26 Sept 2007

Conférences nationales

"Nouveau procédé de fabrication d'un microsystème entièrement sérigraphié: réalisation d'un actionneur thermique sur alumine", P. Ginet, C. Lucat, H. Debéda, Journées Nationales du Réseau Doctoral en Microélectronique, Rennes, Mai 2006

"New screen-printed MEMS fabrication process : feasibility of thermal microactuator", C. Lucat, P. Ginet, GDR MicroNanoSystèmes, IEMN Lille, 11-12 Oct. 2006

"Fabrication et modélisation d'un nouvel actionneur thermique entièrement sérigraphié", P. Ginet, C. Lucat, F. Ménil, 17^{ème} forum de l'Interconnexion et du Packaging Microélectronique, IMAPS/Interconex, Toulouse, Sept. 2007

"Couches épaisses sérigraphiées partiellement libérées pour des applications MEMS", C. Lucat, P. Ginet, C. Castille, H. Debéda, F. Ménil, I. Dufour, C. Pellet, Journées Micro et Nanotechnologies, Paris, 28-29 Nov. 2007

Brevets:

"Préparation de microcomposants multicouches par la méthode de la couche épaisse sacrificielle", C. Lucat, P. Ginet, F. Ménil, H Debéda, Brevet WO07077397 CNRS Patent, en cours d'internationalisation

"Procédé de mesure d'une épaisseur seuil de couche de matériau purement résistif, dispositif de mise en œuvre, et utilisation d'un tel dispositif dans un pot d'échappement", F. Ménil, C. Lucat, P. Tardy, A. Guédon, P. Ginet, Demande de brevet n° 07/04221 (2007-13-06), Titulaire : CNRS (en cours de dépôt)

Conception et élaboration de microstructures en technologie hybride couche épaisse pour des applications MEMS

Résumé:

Cette étude porte sur la réalisation de dispositifs utilisant des microstructures ou des actionneurs à base de couches épaisses partiellement désolidarisées dont le mouvement peut être découplé de celui du substrat sur lequel ils sont fabriqués. Un nouveau procédé basé sur l'association de la technique de sérigraphie standard avec la méthode de la couche sacrificielle a été mis au point spécialement au laboratoire pour la fabrication de couches libérées. Afin de répondre aux exigences de tenue mécanique lors du dépôt puis de la cuisson de couches suspendues d'or, la composition époxy/carbonate de strontium s'est révélée être le meilleur choix pour la couche sacrificielle. Cette dernière est ensuite éliminée en solution acide à la fin du procédé.

Pour la première fois, des actionneurs thermiques en cuivre et en argent ont été fabriqués à l'aide du procédé de la couche sacrificielle. Des analyses par microscopie électronique à balayage et par microsconde de Castaing des bras de l'actionneur en cuivre ont pu montrer l'absence d'interaction chimique avec la couche sacrificielle lors de la cuisson. Le déplacement latéral et la température au sein des actionneurs en cuivre ont été mesurés respectivement par microscopie optique et par thermographie infrarouge en fonction de la tension appliquée. La bonne corrélation entre ces résultats et ceux de simulations analytiques et par éléments finis démontre la faisabilité d'actionneurs à l'aide de ce nouveau procédé. Ce dernier a également permis d'élaborer des résistances chauffantes suspendues, des microcanaux et des composants piézoélectriques libérés du substrat.

Ces premiers résultats ont démontré l'efficacité du procédé de fabrication collectif, simple et à bas coût, pour la réalisation de dispositifs présentant des dimensions géométriques $1\mu m <$ épaisseur < $500\mu m$, surface > $100\mu m \times 100\mu m$. Cette méthode originale ouvre donc de nouvelles voies de recherches dans le domaine des MEMS, complémentaires aux technologies silicium, co-cuits basse température, jet d'encre, etc.

<u>Mots-clés</u>: Microfabrication, couches épaisses, sérigraphie, couche sacrificielle, MEMS, actionneur thermique, résistances chauffantes, microcanaux, piézoélectriques

Abstract:

This work deals with the fabrication of devices using microstructures or actuators based on thick-films partially released from the substrate where they are deposited. A new process, combining screen-printing technology and sacrificial layer principle, has been developed in our laboratory for the fabrication of free-standing thick-films. In order to fulfil the mechanical requirements of the structural layers during the deposition and the firing of released gold layers, an epoxy/strontium carbonate composition has been chosen as a sacrificial layer. The latter is then dissolved in an acidic solution at the end of the process.

For the first time, this new process has been used for the fabrication of copper and silver electrothermal actuators. Screen-printed on an alumina substrate, these Microsystems consist of two linked beams of different widths partially suspended above the substrate where they are anchored. SEM and Castaing microprobe analyses have demonstrated the harmlessness of the process with regard to the metallic layer. The deflection and the temperature profile of the actuators have been measured respectively by optical microscopy and infrared thermography. The good correlations between these results and those obtained with analytical and finite element simulations demonstrate the feasibility of actuators with this new process. Other developments of the thick sacrificial layer process include the fabrication of silver-platinum heating resistors, glass and metallic microchannels and free-standing piezoelectric components.

These preliminary results demonstrate the efficiency of this simple, collective and low cost process for implementation of devices of $1\mu m < thickness < 500\mu m$, surface > $100\mu m \times 100\mu m$. Complementary to silicon, LTCC or Ink jet technologies, it is clear that this original method opens new routes of investigations for MEMS.

<u>Key words</u>: Microfabrication, thick-films, screen-printing, sacrificial layer, MEMS, thermal actuator, microheaters, microchannels, piezoelectrics