

2^e année
19.3.1999



Axe Procédés

*Dossier d'Instrumentation
et Méthodes de Caractérisation*

LA MINIATURISATION

**Nicolas CHAPIN
Nicolas CHAPU
Jérôme COLIN
Tanguy COUGARD
Nicolas GAUCHET
Arnaud SEBERT**

Tuteur : C.PIJOLAT

SOMMAIRE

1.GENERALITES	3
2.QUELQUES SYSTEMES MINIATURISES COMPLETS	6
2.1 LE CHROMATOGRAPHE.....	6
2.1.1 Systèmes miniaturisés d'analyse totale: «Tout en un» et en miniature... ..	6
2.1.2. Le chromatographe en silicium.....	7
2.2 L'I.M.S.....	8
2.2.1 Principe	8
2.2.2 Quelques photos... ..	10
2.2.3 Quelques résultats expérimentaux.....	11
2.2.4 Application : détection des mines.....	13
3. TECHNIQUES DE MINIATURISATION	14
3.1 PHOTOLITHOGRAPHIE.....	14
<i>L'usinage de surface</i>	15
3.2 LE PROCEDE LIGA	16
4. QUELQUES SYSTEMES MINIATURISES PARTIELS	19
4.1 MINI- ET MICROMOTEUR	19
4.1.1 Minimoteur et hologerie	19
4.1.2 Micromoteur	20
4.2 MINIATURISATION DES TECHNIQUES D'ANALYSE.....	21
4.2.1 Microcanaux	21
4.2.2 Microvalves.....	22
4.2.3 Micropompes.....	24
4.2.4 Microengrenages.....	24
5. QUELQUES APPLICATIONS MEDICALES DE LA TECHNIQUE DE MINIATURISATION.....	25
5.1 LE PROJET TAMIC.....	25
5.2 L'ALCOPEN (ÉTHYLOMÈTRE DE LA TAILLE DU STYLO).....	27

LA MINIATURISATION

1. GENERALITES

La miniaturisation ne peut se restreindre à une discipline scientifique ou technique : de par sa nature elle nécessite la prise en compte de nombreux facteurs physiques et technologiques ; et du fait de la diversité et de la complexité des problèmes rencontrés, c'est actuellement un domaine d'avenir de la recherche tant théorique qu'expérimentale...

A juste titre, il s'agit bien d'une technique « transverse » puisqu'elle ne se suffit pas à elle-même (ce n'est pas une fin en soi) : elle repose sur des domaines déjà existants. Et bien que ces domaines débordent un peu du cadre de l'Analyse, on ne peut ignorer toutes les autres applications qui elles aussi doivent faire face à des contraintes de miniaturisation et qui de toutes façons les résolvent de la même manière. D'ailleurs, les aides provenant de l'Union Européenne et destinées à l'application des techniques de miniaturisation se répartissent comme suit : 33% infrastructures, 20% industrie de consommation, 19 % automobile, 9% médical, 7% métrologie, 6% environnement, 6% le reste (*donnée 1998*)...

Ces domaines faisant le plus appel à la miniaturisation ou du moins étant confrontés à des problèmes liés aux micro-technologies sont :

- l'informatique : essentiellement pour des considérations de performances : stockage de données et temps d'accès, fréquences des processeurs limités par la taille de transistors (on en est à 25 microns dans les PC actuels !); une taille supérieure à fréquence identique provoquerait un échauffement par effet joule trop important...
- les télécoms (portables, satellites, les câblages et relais...)
- les capteurs (capteurs de gaz en réseaux, suivie temps réel d'un processus sans l'entraver...)
- la médecine car la « machine humaine » est en fait un trésor de miniaturisation et nécessite donc des outils miniaturisés et précis (prothèses et greffes, endoscopie, instruments chirurgicaux...)
- robotique, micro-outillage....

Bien sûr pour motiver des recherches coûteuses pour les organismes de recherche et pour les entreprises, il faut un marché, il ne s'agit bien sûr pas d'un exercice fortuit : la miniaturisation répond à un besoin de produits spécifiques, car malgré les contraintes, les avantages par rapport aux produits classiques existent.

Tout d'abord, les micro et nano-technologies bénéficient par effet le levier du développement de la communication, de l'information et des technologies impliquées (multiplication du nombre d'appareils, des réseaux (réseaux informatiques, de capteurs,

têtes d'imprimantes...) ce qui impose des contraintes d'encombrements et d'utilisation...) Par ailleurs, le développement d'appareils dits « intelligents » (climatisation d'une voiture, fours...), ne peut se faire sans faire appel à des techniques de miniaturisation...

L'une des grandes réussites de la miniaturisation est qu'elle permet une bien meilleure mobilité et une bien meilleure souplesse dans l'utilisation des appareils : bien sûr un volume ou un poids inférieur (il peut s'agir aussi d'une mise en forme particulière pour tenir dans la poche ou dans un tuyau par exemple...), permettent une réduction de l'encombrement ce qui permet d'intégrer des systèmes au sein même de zones difficiles à atteindre avec des moyens d'analyse conventionnels (autre planète, intérieur d'une centrale, four pendant une cuisson...). Des conséquences de la réduction des échelles sont aussi appréciées : diminution de la consommation (énergie, matière première (solvant...)) et des rejets (radioactivité, ondes parasites (portables dans les avions), déchets médicaux très coûteux à éliminer...), autonomie accrue, inertie beaucoup plus faible ([chaleur latente * masse] faible, temps de désorption, temps de réactivité des capteurs...). Il devient donc possible de suivre en temps réel un processus sans trop interférer avec celui-ci, et ce, en plusieurs points du système pour un suivi en temps et en espace ce qui n'est pas possible avec un seul gros appareil même très perfectionné. Par ailleurs, une miniaturisation totale permet de construire des systèmes totalement indépendants et autonomes comme peut l'être *Mars Pathfinder* qui contient de nombreux appareils d'analyse embarqués (spectromètre de masse, capteurs en tous genres...) et autres (système de propulsion, communication, énergie...) le tout dans un espace limité par le volume et la forme de la « soute » des fusées.

Enfin, il existe des raisons plus spécifiques du développement des micro- et nano-technologies. Par exemple certaines propriétés très particulières recherchées ne peuvent avoir lieu qu'à l'échelle microscopique : c'est le cas de nombreux effets quantiques comme l'effet tunnel utilisé en micro-électronique. Dans certains autres cas très nombreux, la conception nécessite des matériaux de très grande pureté et délicats à fabriquer (alliages précis (matériaux à mémoire de forme (Cu-Al-Ni ou Ni-Ti) utilisés en micro-robotique médicale surtout), diamants, formes particulières, vide poussé, pureté absolue...) Bien sûr, pouvoir travailler sur de petites quantités est un atout tant sur le point de la qualité que sur le point du prix. Par exemple de simples lentilles de contact coûtent plus cher que l'or ou un processeur au kilo. Et les faire 2 fois plus grandes aurait sans doute coûté largement plus du double...

Pour finir, au delà du travail scientifique, une dimension économique vient soutenir le développement des technologies de la miniaturisation. En effet, étant une technique d'avenir dans de nombreux secteurs prospères, et les perspectives permises étant prometteuses, un effort particulier est fait pour l'application industrielle des avancées dans le domaine. (surtout en Europe qui a du retard à rattraper sur les Américains et les Japonais). C'est d'autant plus important que ce sont des industries à haute valeur ajoutée, et dont le marché ne se limite pas aux domaines particuliers des nano-technologies mais vise plutôt à remplacer le matériel existant...

C'est d'ailleurs, ce qui pose le plus de problèmes aux chercheurs et aux industriels car la qualité des résultats donnés par des systèmes réduits ne doit pas se révéler moins bonne que celle des engins plus volumineux et traditionnels : sinon cela reste ni plus ni moins que des gadgets... Pourtant, du fait de leur taille par exemple, il est très difficile de faire aussi bien que les gros ; et ce, d'autant plus que les appareils miniaturisés souffrent d'un prix significativement plus élevé. Cela dit, une industrialisation poussée de nouveaux appareils modernes pourrait faire baisser ces prix (par exemple le prix des processeurs et des machines ne varie quasiment pas

grâce à l'automatisation de la production, qui est très élevée, alors que les performances et les techniques ne cessent de progresser et de nécessiter une technologie de plus en plus poussée)...

Les éléments mécaniques (au sens large) sont l'une des principales causes de limitation des possibilités des appareils : par exemple tout ce qui est moteur, tuyauterie, valves sont difficilement miniaturisables sans perte dans la qualité (problèmes d'usinage, de mise en forme, résistance des matériaux à l'usure, entretien (peut-on huiler par exemple ?)..). Et à cela se rajoutent des contraintes d'échelle : par exemple un même fluide sur une petite échelle sera difficile à homogénéiser (diffusion prépondérante sur la convection d'après l'analyse dimensionnelle), couper en parties égales alors qu'il est très simple de diluer pour diviser avec une plus grande précision : il est donc difficile de faire des dosages ou des mesures chimiques traditionnelles avec un faible dimensionnement. Par ailleurs, dans des cas extrêmes comme celui d'un cœur artificiel, il est bien sûr hors de question qu'il y ait des pannes, un changement de pièce ou un entretien à faire régulièrement... Enfin, plus un système est petit plus il est sensible aux aléas du milieu comme par exemple le passage d'une bulle (mauvaise étanchéité, effet de cavitation...) tout ces facteurs altèrent grandement la durée de vie, la précision et la viabilité des résultats ; cela dit des progrès sont faits, et on arrive à faire des micro-turbines efficaces d'à peine 300 µm...

Enfin, les erreurs liées au choix, et au prélèvement des échantillons sont des écueils délicats à éviter. Car si l'utilisation de capteurs miniaturisés permet une mesure directe rapide sur site sans perturbation du milieu, il convient de prendre des précautions quant à la représentativité des résultats : Par exemple, lors de la multiplication de points de mesures, pour tirer des lois valables il est nécessaire de vérifier la non corrélation (temporelle ou spatiale) des données. De plus, des plans d'expériences doivent être étudiés pour garantir des données les plus significatives possibles. En effet, les mesures à l'aide de micro-capteurs donnent une mesure locale alors qu'un prélèvement classique donne une valeur moyenne le plus souvent (prélèvement d'une grande quantité qui s'homogénéise soit à cause de l'inertie soit à cause du temps de décalage entre saisie et analyse). Dans le cas d'une réaction de diffusion compétitive où des pics stables (« spike layer equations ») se forment aux bornes du milieu, il est possible d'obtenir des mesures, pourtant bonnes, qui mènent à des résultats faux à cause d'extrapolations hasardeuses... il est important de s'assurer de la représentativité de l'échantillon (méthodes statistiques des données) . Pour finir, l'aspect local interdit l'utilisation de micro-capteurs dans le cas de milieux fortement discontinus (poudre, bulles, mélange de phases en général...)

Tous ces aspects généraux, nous permettent de voir que si la miniaturisation est une technique d'avenir aux multiples débouchés, de nombreux obstacles tant physiques qu'économiques cantonnent majoritairement cette technologie à des applications spécifiques. Cela dit l'avancée des recherches laisse entrevoir une globalisation de l'emploi de ce nouveau domaine...

2. QUELQUES SYSTEMES MINIATURISES COMPLETS

2.1 LE CHROMATOGRAPHE

2.1.1 Systèmes miniaturisés d'analyse totale: «Tout en un» et en miniature...

Les systèmes d'analyse totale regroupent en un seul instrument toutes les étapes d'une étude analytique, depuis prélèvement d'échantillon jusqu'à l'identification des composants, en passant par la séparation des substances. La miniaturisation augmente considérablement les possibilités d'application de ces systèmes très complets: ils sont utilisés en chimie, en médecine, en physique ou dans la technique analytique de l'environnement.

Le médecin aspire avec l'aiguille la minuscule tête de mesure qui se trouve sous le microscope, et l'injecte ensuite dans le corps de son patient. A partir de ce moment, l'instrument envoie des données médicales depuis le flux sanguin, ce qui facilite non seulement l'examen du médecin, mais permet également de suivre en direct les effets des médicaments.

Vision futuriste?

Pour l'instant, certainement. Mais la miniaturisation est à la mode: les mots-clé sont « plus petit », « plus performant », « meilleur »!

Du chromatographe à gaz...

Bien que les premières méthodes d'analyse instrumentale datent d'un siècle à peine, la percée technique et économique n'a eu lieu qu'au milieu des années 50, lorsque les premiers chromatographes à gaz sont apparus sur le marché. Depuis, le secteur de la technologie analytique s'est développé très rapidement: de nouvelles méthodes ont été perfectionnées et mises sur le marché, comme par exemple la chromatographie liquide avec du gaz carbonique hautement divergent, ce qui a permis d'analyser un éventail plus large de substances et de repousser constamment les limites de détection. Entre temps, les analyses dans le secteur ppt sont devenues choses courantes.

... au système d'analyse totale

Grâce aux découvertes modernes dans le domaine de la technologie analytique pour les systèmes courants, il est possible aujourd'hui de faire appel à des technologies de couplage, qui intègrent en un seul instrument toutes les étapes d'une étude analytique, depuis le prélèvement d'échantillon jusqu'à l'interprétation des données, en passant par la séparation et le décèlement de la substance. De tels systèmes d'analyse totale (TAS) sont non seulement très performants et rapides, mais conviennent aussi particulièrement bien pour la technologie analytique de surveillance.

Le Professeur Dr. H. Michael Widmer, ancien directeur du secteur Recherche et Technologie analytique chez Ciba, déclare: «Nous avons par exemple développé dans nos laboratoires un appareil d'analyse de conception modulable, pour une surveillance en ligne permanente de

processus de fermentation. Il s'agit là d'un instrument qui couple une séparation chromatographique par gaz avec une détection spectrométrique de masse et spectroscopique à infrarouge. Il permet également l'utilisation simultanée d'un détecteur d'ionisation par flamme. Le système comprend enfin une extraction de phase gazeuse réalisée à haute température avec une concentration consécutive d'oligo-éléments.» Cet instrument très flexible est utilisable dans un domaine important et dynamique. Alors que la technologie analytique classique ne convient qu'à l'étude du produit fini, le TAS décrit l'état réel d'un système chimique et permet également de faire des pronostics par une interprétation conséquente des données.

A l'avantage du TAS – une automatisation complète de l'analyse – s'opposait jusque là l'inconvénient de la taille généralement importante de ces appareils. C'est pourquoi beaucoup de chercheurs du monde entier travaillent à la miniaturisation des systèmes pour en faire des Micro-TAS.

Le laboratoire d'analyses en format poche

C'est ainsi qu'un groupe du Dr. Andreas Manz, aujourd'hui professeur au Imperial College à Londres, a réussi à développer un Micro-TAS pour la décomposition et l'analyse de mélanges qui ne mesure pas plus de quinze centimètres sur quatre. Les chercheurs ont gravé sur un morceau de verre de cette taille des canaux photolitho-graphiques d'environ 30 millièmes de millimètre de large et de quelques centimètres de long. Une autre plaquette de verre a été soudée là-dessus à haute température. Le résultat: un système de tubes capillaires minuscules.

Une tension électrique peut être obtenue par les électrodes en platine fixées aux bouts des tubes capillaires. Si l'on injecte un échantillon dans ce Micro-TAS, le mélange est d'abord dilué dans le support liquide, le cas échéant dérivé, et finalement conduit dans les tubes capillaires électrophorèses. Les énergies d'électrophorèse et d'électro-osmose, qui agissent dans le système, conduisent rapidement les différentes substances du mélange vers le détecteur, à travers les tubes capillaires, ce qui provoque une séparation. Le décèlement des différents composants n'est alors possible que par la mesure de la conductivité par exemple, ou de la fluorescence, ou encore par un palpeur biologique.

Le système est absolument inusable, puisqu'il fonctionne sans pompes et sans vannes. L'analyse ne nécessite que des quantités infimes d'échantillon, à peine un dix millionième d'un millimètre par mesure. La rapidité du processus de séparation est un autre avantage: une analyse ne dure que dix secondes! Reliés à un réseau informatique, de tels systèmes peuvent même être utilisés pour la surveillance automatique de processus biotechnologiques ou pour un diagnostic clinique.

Mais le développement du Micro-TAS n'en est qu'à ses débuts: c'est un défi pour les chercheurs.

2.1.2. Le chromatographe en silicium

La révolution technologique du Silicium arrive enfin à la chromatographie industrielle. On gagne en encombrement et en rapidité. Plus de 20 produits séparés en moins de 90 secondes.

Depuis 5 ans, les chromatographes ont démontré leur robustesse et leur fiabilité. Ce n'est qu'aujourd'hui qu'ils s'ouvrent aux applications industrielles en ligne. Son point fort: la rapidité. « Sur une application classique en gaz de raffinerie, le uPGC100 sépare 22 produits en

90 s. On peut aussi mesurer en quelques secondes une concentration de néon à 17 ppm en même temps que les taux d'oxygène et d'azote de l'air, respectivement de l'ordre de 21 et 78%.

L'originalité : l'injecteur et le détecteur, miniaturisés, sont fabriqués sur des pastilles en silicium micro-usiné. Le gaz et l'échantillon passent dans des microcanaux creusés par attaque acide. L'injecteur, de la taille d'un timbre poste, injecte des quantités variables entre 0.5 et 15 µl. Le détecteur à conductibilité thermique a un volume mort de 0.2 µl et un temps de réponse de 10ms. Il offre une linéarité meilleure que 5% sur toute la gamme de mesure, du ppm à 100%. La colonne capillaire est chauffée par une sorte de sandwich chauffant entre 30 et 180°C. Les modules analytiques tiennent dans un boîtier de 150*90*50 mm. Ils sont indépendants et interchangeables. Pour les applications industrielles, 1 ou 2 modules sont enfermés dans un coffret antidéflagrant avec l'électronique de pilotage et de télécommunication, la carte d'unité centrale, les régulateurs de pression, les électrovannes, la mini-pompe d'aspiration...

Pour l'instant, le uPGC100 ne s'applique qu'aux gaz et aux vapeurs, en excluant les acides forts qui attaquent le silicium. Pour éviter l'occlusion des canaux, les gaz doivent être le plus propre possible. Les premières applications en France concernent le nucléaire. Mais il fonctionne aussi avec des gaz plus sales, notamment dans le secteur de l'automobile sur des catalyseurs pour gasoil. Dans ce cas là, des filtres jusqu'à 0.2 µm peuvent être rajoutés à l'échantillonnage classique.

2.2 L'I.M.S

2.2.1 Principe

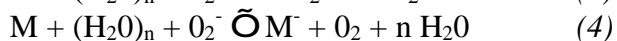
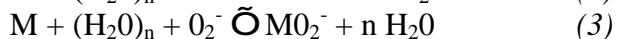
Le terme IMS (Ion Mobility Spectrometry) est relatif aux principes et à l'instrumentation pour la caractérisation de substances chimiques grâce à la mobilité des ions en phase gazeuse. Dans les méthodes analytiques IMS modernes, la mobilité des ions est déterminée avec la vitesse des ions qui est mesurée électroniquement. La mobilité des ions est caractéristique des substances chimiques et peut fournir une signification pour la détection et l'identification des vapeurs. En pratique, un échantillon de ces vapeurs est introduit dans la partie réactive d'un tube (la région où se produisent les réactions chimiques) où les molécules neutres de la vapeur subissent une ionisation. Les ions résultants sont injectés dans la région où se produisent les mouvements des ions pour l'analyse de leur mobilité (région appelée en anglais « drift region »). La mobilité K est déterminée par la vitesse V_d atteinte par les ions dans un faible champ électrique E , comme celui présent dans la drift region de l'IMS à la pression atmosphérique :

$$V_d = K * E \quad (1)$$

Généralement, un champ électrique de 200 V/cm et une mobilité de 1-2 cm²/V*s donnent une vitesse de 200-1000 cm/s. Les ions réagissant et les ions produits sont attirés les uns vers les autres pour finalement entrer en collision ; un courant électrique est alors enregistré et un signal est généré. Le spectre de mobilité représente l'intensité de ce courant électrique en fonction du temps. Dans le cas où des ions d'identité et de mobilité différente se trouvent dans le tube, ils peuvent être séparés selon leurs différences de mobilité.

Tous les processus en IMS se produisent généralement à pression ambiante dans l'air ou dans l'azote. Les avantages de l'IMS sont une excellente détection, une instrumentation simple et fiable, et un coût relativement faible. Les vapeurs d'environ toutes les classes chimiques et

groupes fonctionnels peuvent être ionisés par une réaction de transfert de protons (équation 2) ou par des réactions faisant intervenir des ions négatifs : transfert d'ions (équation 3), transfert de charges (équation 4), ou transfert de charges dissociées (équation 5). En milieu azoté, les espèces réactives négatives sont les électrons libres qui peuvent s'attacher à une molécule (équation 6) ou produire une dissociation (équation 7).

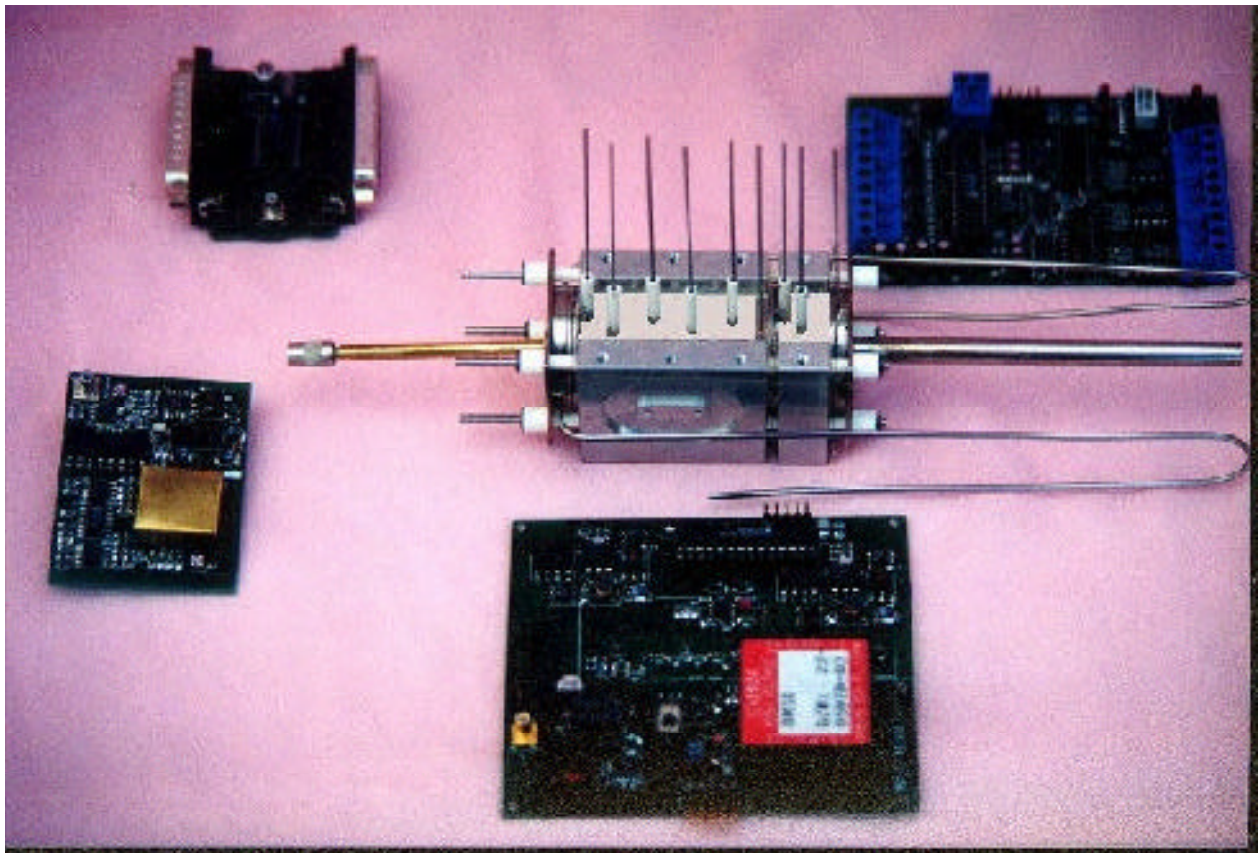


Les ions formés par ce processus d'ionisation chimique à pression atmosphérique sont généralement robustes, ont une longue durée de vie et une énergie interne basse. Une conséquence imprévue de ces transferts de protons ou d'électrons est que les molécules forment des ions qui gardent la forme et la taille originale de la molécule. En plus, les ions produits se dissocient rarement puisque l'énergie du processus d'ionisation est faible et par conséquent, les spectres de mobilité sont souvent composés de seulement un ion ou de quelques ions avec une alliance structurale directe au précurseur original. La fragmentation des molécules, observée dans les spectromètres de masse, n'est pas une règle générale en IMS. En résumé, l'IMS comprend et est gouverné par deux processus :

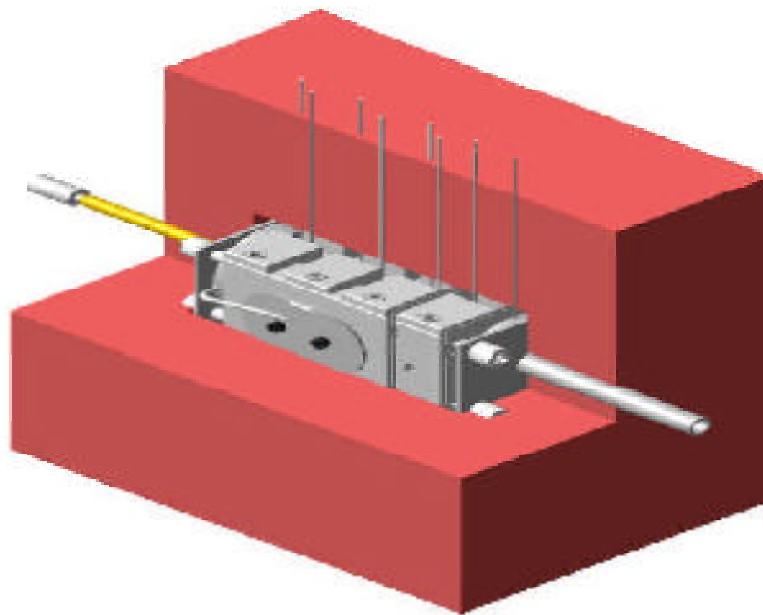
- Ionisation en phase gazeuse dans l'air (ou dans l'azote) à pression atmosphérique par échange de charges ou réactions ion-molécule.
- Caractérisation des ions grâce à la mobilité des ions en phase gazeuse soumis à un faible champ électrique.

Il y a environ une dizaine d'années, la technique de l'IMS était perçue comme une curiosité. Mais après son examen récent durant les dernières années, la résurgence de l'instrumentation IMS est liée à ses caractéristiques intrinsèques de réponse (excellentes limites de détection) et à ses considérations pratiques (taille, poids) et s'avère donc une technologie meilleure que par exemple le spectromètre de masse ou la chromatographie en phase gazeuse. L'intérêt pour cette technologie est donc grandissant, notamment grâce aux applications de l'IMS qu'elles soient militaires (détection de produits chimiques), policière (détection de produits de contrebande), ou pour la détection de vapeurs toxiques. Cette résurgence d'activités utilisant la technologie IMS montre que les principes régissant l'IMS sont valables. Malheureusement, les concepts élémentaires en IMS sont encore un peu grossiers et des modèles compréhensifs sur les caractéristiques de réponse n'existent pas. De plus, certaines améliorations n'ont pas été validées commercialement. Pour conclure, on peut dire que les principes de l'IMS restent un peu approximatifs car ils n'ont jamais été véritablement testés en pratique. Néanmoins, la variété de ces applications en font une technologie d'avenir, notamment grâce aux progrès de la miniaturisation.

2.2.2 Quelques photos...



Cette photo représente les différentes parties du système IMS FDAY5 : contrôleur de température, circuits de haute tension, électromètre, interface informatique, cellule IMS.



2.2.3 Quelques résultats expérimentaux...

Les images qui vont suivre sont les résultats expérimentaux résultant de l'utilisation du système IMS FDAY5 opérant selon les conditions suivantes :

- Tension « drift » (tension appliquée dans la drift région pour générer le champ électrique) : -1700 V.
- Température : 231°C.
- Source d'ionisation : 100mC ^{63}Ni .

Figure 1 : Aucun ion détecté (ci dessous)

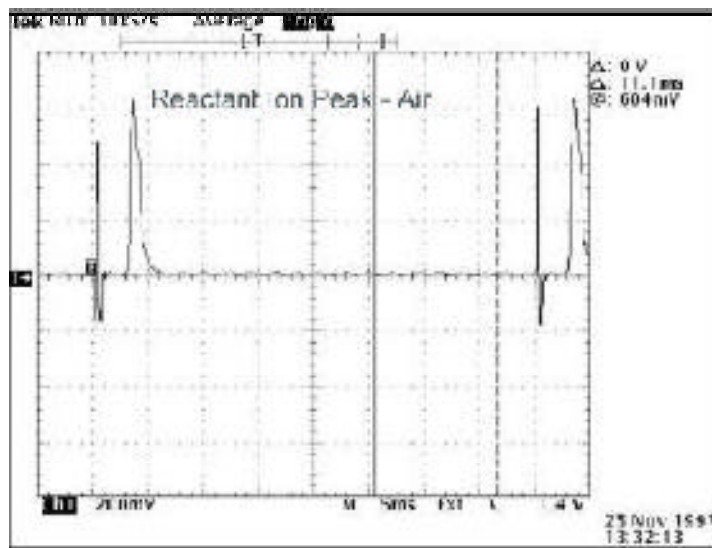
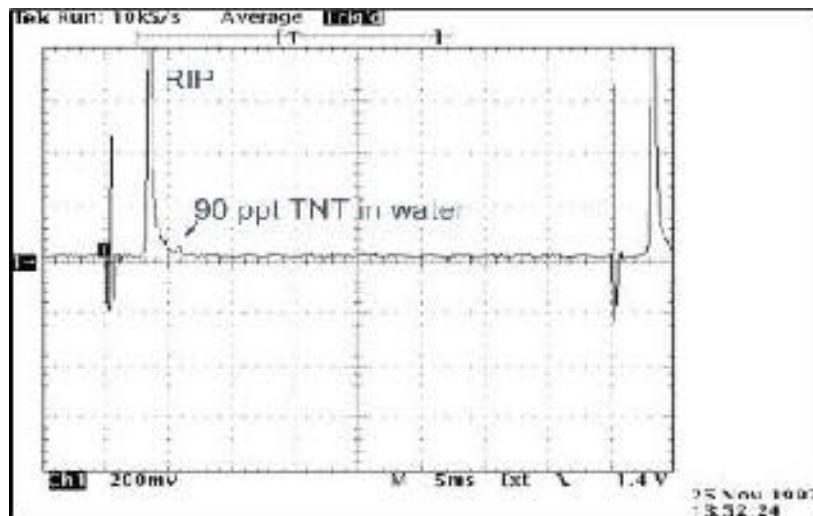


Figure 2 : 90 ppm de TNT dans l'eau (ci-dessus)



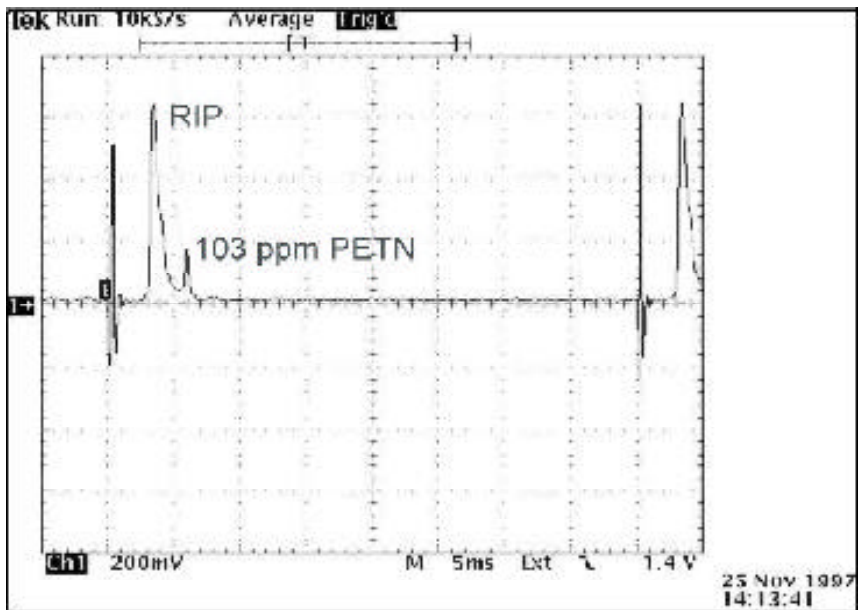


Figure 3 : 90 ppt de TNT dans l'eau (ci-dessus)

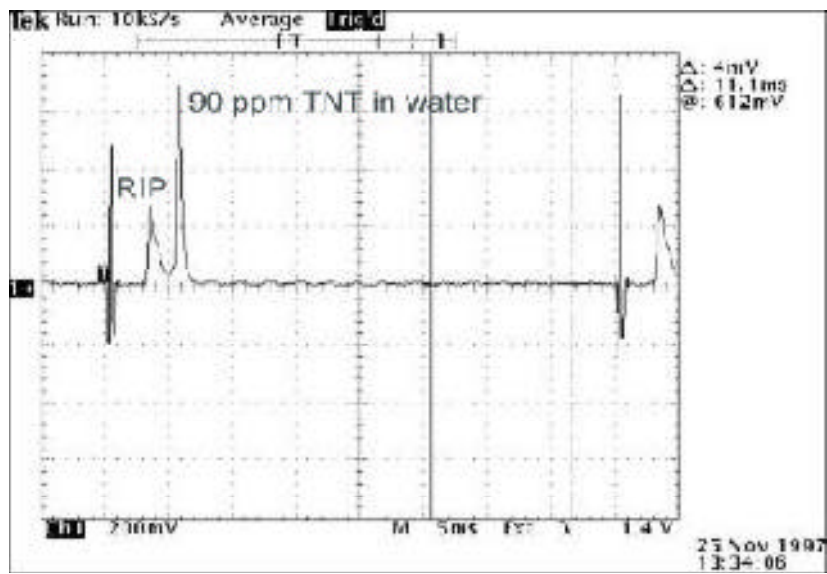


Figure 4 : 103 ppm de PETN (le solvant n'a pas été noté)

2.2.4 Application : détection des mines

Une des nombreuses applications du système IMS est la détection de mines. Cette application entre dans le cadre de la miniaturisation car sont développés pour la détection des mines des appareils portables. C'est la société Sandia qui s'occupe de développer des appareils portables incluant le système IMS, appareils qui vont être capables de détecter rapidement et de classer de nombreuses molécules explosives.

Initialement le projet constituait à la détection de mines dans l'eau car de nombreuses mines sont « inondées ». Néanmoins, le projet a rapidement été étendu à la détection des mines sur terre.

Jim Phelan du Sandia's Environmental Restoration Technology Department et Steve Webb du Mission Analysis and Simulation Department ont soutenu le développement de la technologie de détection des mines sur terre en modélisant le sort environnemental et le transport des molécules explosives. Ils ont analysé comment des conditions expérimentales telles que la température ou les précipitations influencent le mouvement des molécules explosives dans le sol, l'air et l'eau.

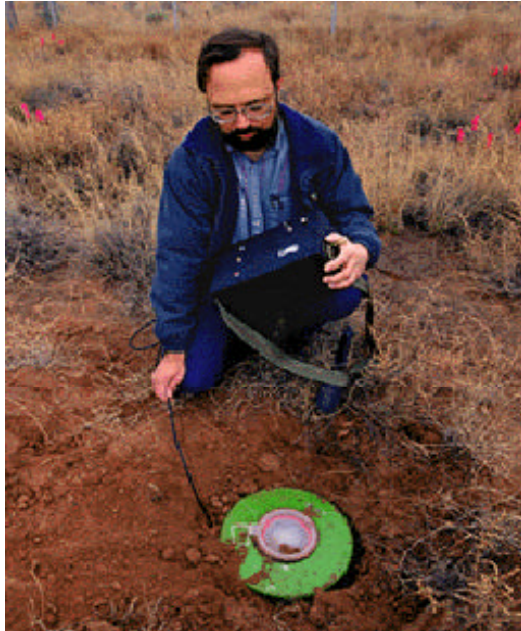
Phil Rodacy du Explosives Materials/Subsystems Department et Bill Chambers du Analytical Chemistry Department ont réalisé le travail le plus consistant en ce qui concerne le développement de la technologie de détection chimique. Ils prélevaient périodiquement des échantillons d'un petit champ de mines situé dans une aire clôturée de Sandia. Le champ de mines est truffé de six mines anti-tank et de quelques substituts de mines faits de plastique ou composés de boîtes de métal recouvertes de composants explosifs.

Rodacy et Chambers analysent périodiquement les échantillons pour déterminer la concentration de molécules explosives qui peuvent être trouvées à différentes distances des mines. Ils ont donc pris des échantillons provenant d'eaux peu profondes pour la détection chimique de matériels n'ayant pas encore explosé. La difficulté avec la détection aquatique est que les explosifs se dissolvent facilement dans l'eau, ils deviennent alors difficile d'extraire les molécules explosives. L'eau est donc souvent un environnement « sale » avec des sels, des matières organiques et différentes matières polluantes interférant avec le processus. Le sol a également des matières chimiques interférantes et des facteurs environnementaux comme l'humidité et la température peuvent affecter les performances techniques du processus.

Grâce à la technologie IMS plusieurs échantillons « aquatiques » et « terrestres » ont pu être analysés en laboratoire. Cette technologie a notamment été avec succès sur l'île de Saint Clément dans le cadre d'un programme de deux ans en collaboration avec l'office de recherche navale. Le but aujourd'hui est de réduire au maximum l'appareil utilisant la technologie IMS, ce qui a été réalisé par l'entreprise ERG (Electronic Research Group). Les quelques résultats fournis précédemment proviennent d'ailleurs de cette entreprise.

Le système développé par ERG serait petit et simple à utiliser : une lumière verte indiquerait que l'appareil examine un échantillon mais qu'il ne présente aucune trace d'explosifs. Une lumière jaune indiquerait une faible concentration en explosifs dans l'échantillon et une lumière rouge une forte concentration en substance explosive.

La miniaturisation d'une telle technologie est en plein développement et a déjà de nombreuses applications que ce soit dans les aéroports ou dans le domaine militaire. L'IMS a un bel avenir devant elle...



Phil Rodacy en pleine démonstration d'un détecteur de mines antitank utilisant la technologie IMS (ci-dessus).

3. TECHNIQUES DE MINIATURISATION

Nous allons nous intéresser maintenant aux procédés d'élaboration de microsystèmes.

3.1 PHOTOLITHOGRAPHIE

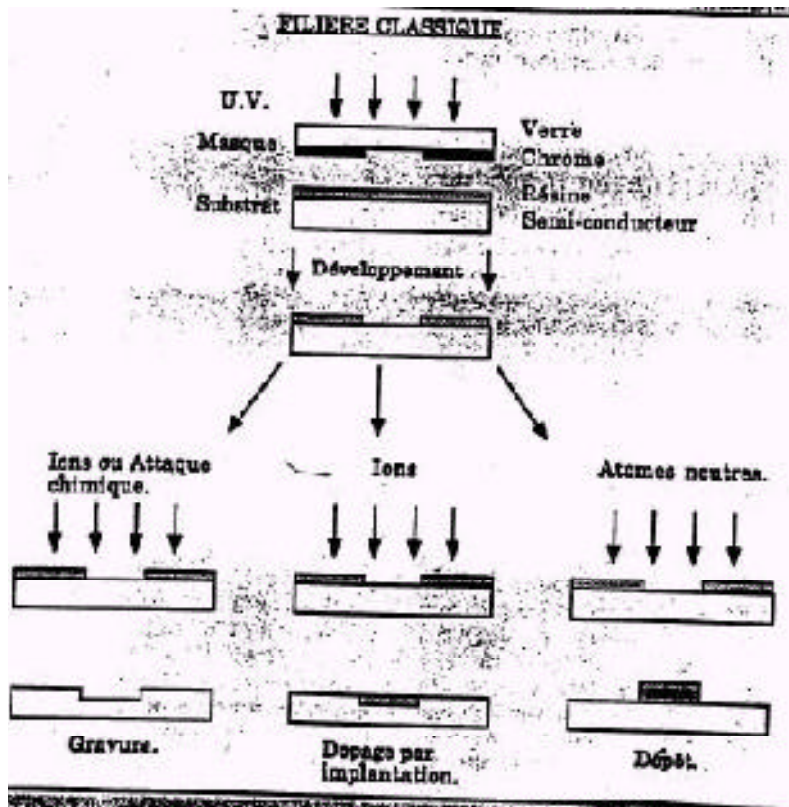
Il existe une technique principale faisant appel à la photolithographie, et qui font intervenir des procédés de déposition ou de gravure chimique.

Ces techniques sont devenues aujourd'hui des techniques standard. Elles font intervenir du silicium monocristallin, qui est le matériau idéal puisqu'il est à la fois supra conducteur, bon marché, et a d'excellentes capacités mécaniques et chimiques. En effet, sa limite d'élasticité est meilleure que celle de l'acier, sa dureté comparable à celle du quartz, son inertie chimique comparable au verre, et de plus, il peut être produit et transformé dans des conditions contrôlées.

L'usinage de surface

C'est la principale technique d'usinage, elle est constituée par un processus opératoire bien précis. Il s'agit donc d'usiner une pièce donnée dans des conditions de précisions satisfaisantes.

La résine a été déposée sur un substrat métallique ou recouvert d'un film conducteur électrique .

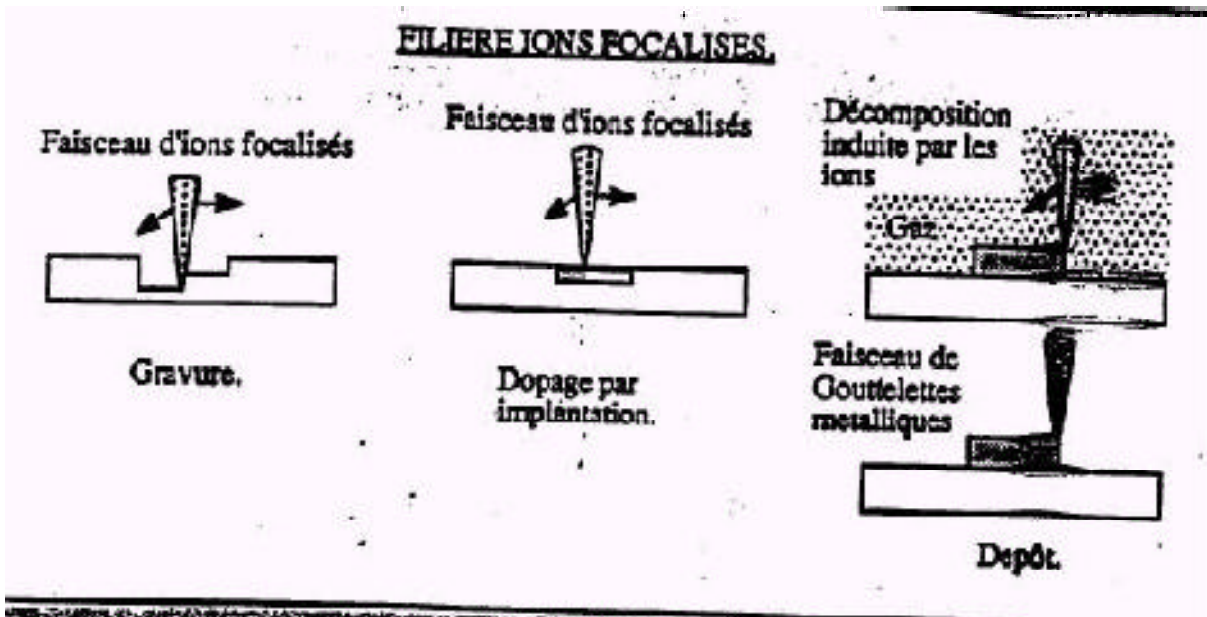


L'ensemble est bombardé par un faisceau d'ultraviolets . Ce faisceau passe en partie au travers d'un cache qui forme le motif en absorbant les rayons qui le traversent

La résine irradiée par le faisceau est ensuite dissoute par un procédé de développement chimique , ce qui permet d'obtenir le motif désiré. A partir de celui-ci on peut envisager trois traitements, en fonction de l'objectif :

- On peut graver le substrat par un procédé chimique humide ou par un procédé plasma. Des procédés d'attaque isotropique et anisotropique sont connus.
- On peut doper le matériau en le bombardant avec des ions qui le pénètrent sur quelques micromètres.
- On peut réaliser le dépôt d'un film mince, par des procédés d'oxydation thermique, de dépôt physique et chimique (CVD) en phase vapeur, le CVD basse pression, le CVD assisté par plasma, la pulvérisation... Une grande variété de métaux , d'oxydes inorganiques, de polymère peuvent ainsi être déposés.

Cette méthode est la plus ancienne . Il en existe cependant une autre, qui fait intervenir des faisceaux d'ions focalisés, comme sur le schéma ci après.



- Les faisceaux d'ions focalisés simplifient considérablement les opérations de dopage et de gravure, et permettent une modulation latérale de la dose. Les deux méthodes possibles de dépôt sont la décomposition locale d'un gaz organométallique sous impact ionique, ou le dépôt direct d'amas métalliques chargés .
- Cependant ils exigent des coût supplémentaires importants, car l'obtention d'un faisceau d'ions focalisés nécessite des moyens coûteux et sophistiqués .

Ces procédés permettent de créer des microstructures, mais l'emploi du photomasquage ne permet pas d'usiner en trois dimensions. Dès qu'une variation en profondeur ou de matériau (par exemple dépôt d'une couche de métal) est nécessaire, des procédés supplémentaires doivent être ajoutés à la séquence. La méthode la plus connue est le procédé LIGA

3.2 LE PROCEDE LIGA

Le procédé LIGA (de l'allemand Lithographie Galvanoformung(électrodéposition) Abformung (moulage)) a été mis au point dans les années 80 par une équipe allemande. Ce procédé permet de créer des microsystèmes plus épais que larges, d'une épaisseur pouvant dépasser 100 micromètres , ceci avec une très grande précision . Il est devenu en quelques années une méthode de fabrication très importante.

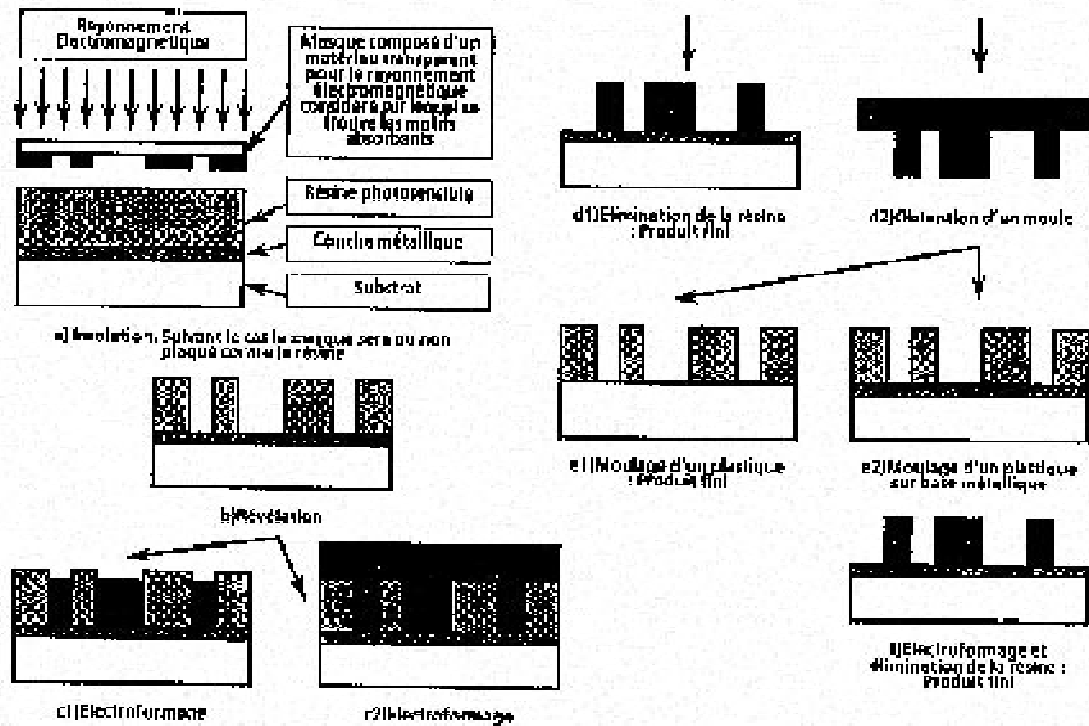


Fig. 1 : Synoptique général des procédés LIGA.

La première partie ressemble à la première méthode et fait intervenir une couche superficielle de résine destinée à être irradiée. On utilise un rayonnement synchrotron dans la gamme de longueur d'onde 0.1-0.4nm. Trois raisons poussent à l'emploi d'une telle source de lumière :

- les qualités géométriques du faisceau (trajectoires quasi parallèles des photons X) permettant d'atteindre des résolutions voisines du micron sur plusieurs centaines des micromètres d'épaisseurs
- les courtes largeurs d'onde nécessaires à irradier toute l'épaisseur de la résine, offrant une minimisation optimale des différents effets nuisant à la qualité de la lithographie.
- le nombre élevé de photons nécessaires à une parfaite sensibilisation de la résine en un temps raisonnable. (quelques dizaines de minutes).

Une originalité du procédé LIGA est de déposer un revêtement métallique sur le premier moule ainsi formé en dépassant de celui-ci, de façon à créer un second moule, à partir duquel on va pouvoir créer la pièce de base par moulage dans du plastique, ou son négatif métallique en utilisant une base métallique ;. On pourra donc produire en grande quantité des objets métalliques à partir d'une seule étape de lithographie, ce qui a bien sur un effet positif sur les coûts et permet de compenser l'investissement initial nécessaire à la lithographie synchrotron..

Le procédé LIGA est de plus utilisé pour la réalisation de microcomposants intégrant des parties fixes et mobiles, par le biais de la méthode de la couche sacrifiée, présentée ci après. Son principe repose sur l'attaque sélective d'une couche métallique de noblesse chimique nettement inférieure à celle du substrat et du métal électroformé. La figure ci dessous explique le procédé utilisé pour la création d'une structure compliquée selon cette technique.

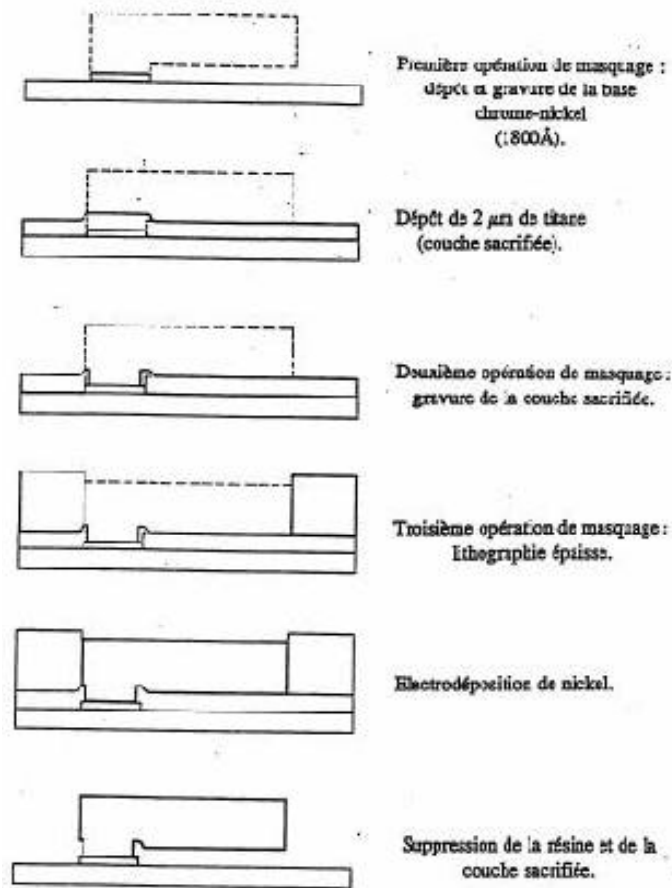


Fig. 2 : Technique de couches sacrificées appliquée aux procédés LIGA

Comparé à l'usinage conventionnel, les procédés de lithographie permettent d'obtenir des productions de masse à bon marché de microstructures compliquées. Des centaines, voire des milliers de structures sont fabriquées dans le même lot. La précision et la reproductibilité des éléments de la structure sont excellentes. Bien que le silicium permette une intégration monolithique de l'électronique, des capteurs et des actionneurs, le micro-usinage doit être fait en condition de salle blanche et nécessite une instrumentation de haute technologie, l'ensemble représentant un investissement financier important.

Actuellement, les développements de la miniaturisation, tributaires des techniques de lithographie, se ralentissent car la mise en œuvre devient très complexe et approche des limites de résolution. De nouvelles techniques sont donc nécessaires. Pour étudier les limites où les phénomènes atomiques et quantiques deviennent dominants (par exemple le tunneling quantique macroscopique), il se développe une recherche fondée sur l'auto-organisation spontanée d'agrégats magnétiques qui constituent l'étape ultime de la miniaturisation des mémoires magnétiques.

4. QUELQUES SYSTEMES MINIATURISES PARTIELS

La réalisation de systèmes d'analyse complets et miniaturisés passe par le développement de plusieurs entités distinctes permettant chacune d'effectuer une opération élémentaire du processus d'analyse. C'est le rôle des microélectromécanismes (microelectromechanical systems ou MEMS), dont le développement a été grandement permis par la maîtrise de la technologie du silicium, que nous avons abordé précédemment.

Ainsi, un système complet d'analyse peut se diviser en trois grandes fonctions :

- . la réception de l'information, permise par les microcapteurs,
- . le traitement de cette information, rôle dévolu aux puces électroniques,
- . enfin la transmission de la réponse, réalisée grâce aux microactionneurs (ou microactuators).

Nous nous intéresserons uniquement dans cette partie aux différents types de microactionneurs, en cours de développement ou déjà sur le marché, car ils fournissent les exemples pratiques les plus frappants dans le domaine de la miniaturisation.

En particulier, de nombreuses micromachines jouent un rôle prépondérant dans le domaine du traitement des fluides. Ce sont les microcanaux, les micropompes, les microvalves, ... Leur domaine d'application couvre aussi bien l'analyse chimique, la séparation moléculaire que la libération de principes actifs...

L'intérêt de ces microactionneurs est représenté, bien sûr, par leur taille réduite, mais aussi leur faible coût, leur faible consommation d'énergie et leurs performances améliorées par rapport aux systèmes « macroscopiques ».

Cependant, la miniaturisation oblige aussi à utiliser ces dispositifs à bon escient : la réduction d'échelle peut en effet induire des problèmes qui ne se posaient pas ou peu dans les systèmes de taille plus importante (bulles plus difficilement purgées dans les canaux, par exemple) et nous sommes encore limités par la disponibilité de ces systèmes, bien souvent encore au stade expérimental.

Le premier exemple que nous évoquerons sera celui du micromoteur, dont la miniaturisation a été progressive, puis nous étudierons les différents types de systèmes partiels utilisés pour la miniaturisation des techniques d'analyse.

4.1 MINI- ET MICROMOTEUR

La fonction motrice a été l'une des toutes premières dont la miniaturisation a été recherchée. Le succès de cet objectif a permis le développement de nouvelles applications, faisant aujourd'hui partie de notre vie quotidienne.

4.1.1 Minimoteur et hologerie

Le moteur pas à pas de type Lavet (1^{er} brevet déposé en 1935) (voir figure page suivante) a été le premier exemple de miniaturisation du moteur. Celui-ci équipe aujourd'hui presque toutes les montres à affichage analogique (au moyen d'aiguilles). Sa réalisation repose cependant encore sur l'usinage traditionnel de pièces métalliques, l'énergie nécessaire au moteur étant fournie par la microélectronique. L'utilisation de ce moteur semble aujourd'hui optimisée et cette technique n'a plus subi d'évolutions depuis 1980.

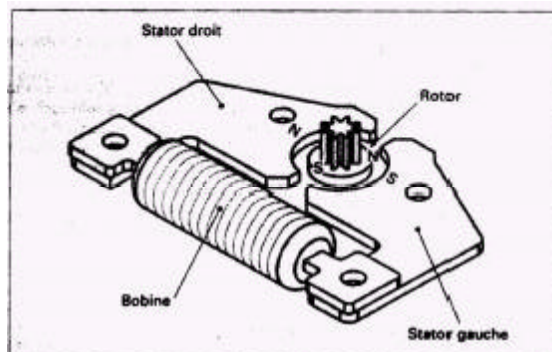
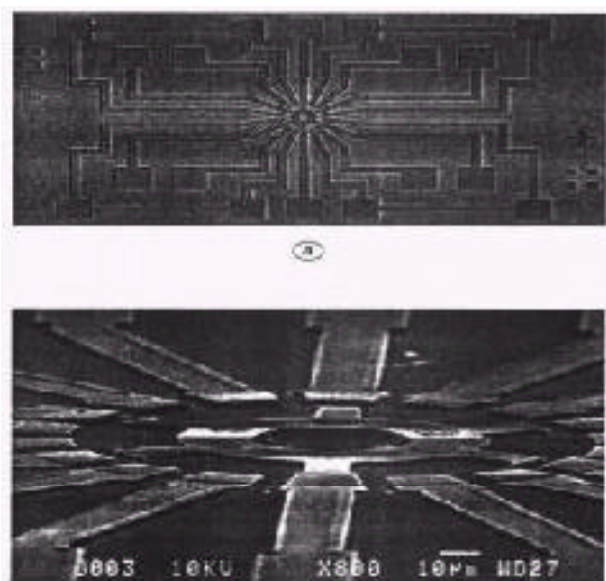


Figure 17 - Moteur pas à pas type Lavet, à stators séparés

4.1.2 Micromoteur

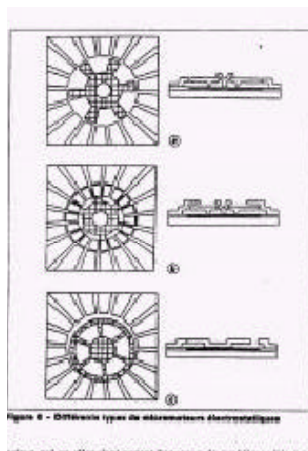
Les nouvelles techniques utilisant le silicium comme matière première ont permis de réaliser des pièces mécaniques à l'échelle du micromètre. Il a cependant fallu trouver diverses solutions visant à augmenter sensiblement le couple moteur développé par ces micromoteurs.



Le couple étant fonction de l'épaisseur, on a été amené à privilégier le procédé LIGA de moulage du silicium plutôt que le micro-usinage de surface (obtention de pièces de quelques centaines de micromètres contre quelques micromètres seulement).

De plus, trois principes de fonctionnement du micromoteur peuvent être utilisés :

- . micromoteur à entrefer radial, le plus simple à utiliser et réaliser, (fig.a ci-dessous)
- . micromoteur à entrefer axial, qui permet d'augmenter la surface des électrodes rotoriques et statoriques mises en jeu, et donc d'augmenter le couple moteur développé, (fig.b ci-dessous)
- . micromoteur à rotation désaxée, où le roulement du rotor dans le stator permet de développer des couples encore plus importants (fig.c ci-dessous).



Enfin, les matériaux utilisés jouent un grand rôle dans les performances du micromoteur utilisé. On réalise alors plutôt des moteurs composés de pièces métalliques ou de matériaux semi-conducteurs fortement dopés.

Cependant, la conception des micromoteurs reste encore assez rudimentaire, en raison des problèmes posés par les liaisons mécaniques. En effet, les frottements des solides utilisés jouent un grand rôle sur le comportement mécanique des micromoteurs et limitent leur durée de vie.

4.2 MINIATURISATION DES TECHNIQUES D'ANALYSE

4.2.1 Microcanaux

L'utilisation de canaux pour le transport de fluides (liquides, gaz) est fondamentale lors de l'association de plusieurs microsystèmes et joue le même rôle que les fils électriques dans les circuits intégrés conventionnels.

Il est aujourd'hui possible de fabriquer des canaux dans la silice à partir de nombreuses techniques de gravure mais on peut aussi disposer de microcanaux en verre ou dans d'autres matériaux.

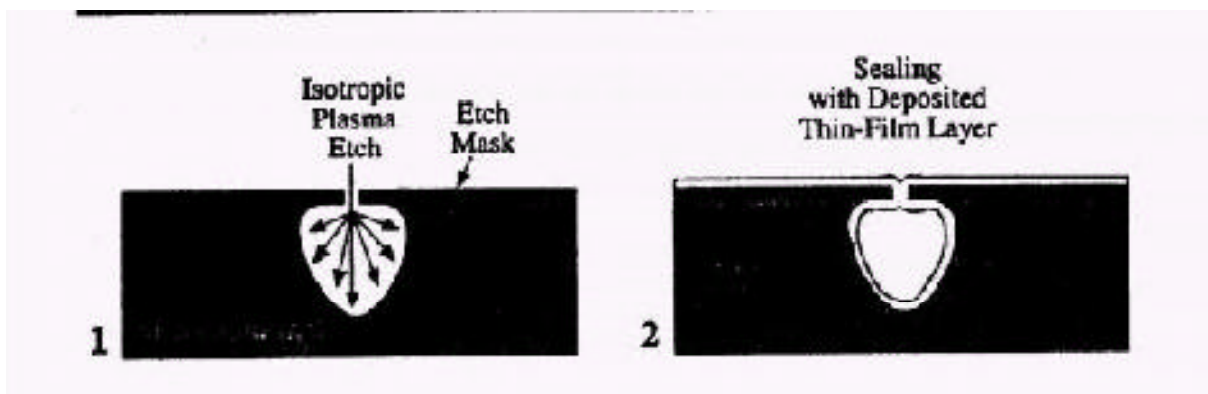
Trois grandes méthodes de fabrication permettent d'obtenir une large variété de microcanaux :

- . usinage dans la masse de silicium,
- . usinage de demi-canaux et addition de deux surfaces complémentaires,
- . autres (moulage, ...).

Les critères de choix les plus importants sont les contraintes géométriques (sections compatibles avec les autres composants du système, longueur, surface de la conduite) et le choix des matériaux constituant la surface interne du canal (qui doit être compatible avec le fluide utilisé).

Dans certains cas précis d'utilisation, d'autres paramètres peuvent être essentiels, comme l'accessibilité du canal aux rayons lumineux (cas des méthodes colorimétriques ou fluorimétriques, par exemple), la rugosité du matériau, son imperméabilité et sa résistance à la pression.

Un exemple de fabrication de microcanaux par gravure de la masse de silicium est donné par le schéma suivant :

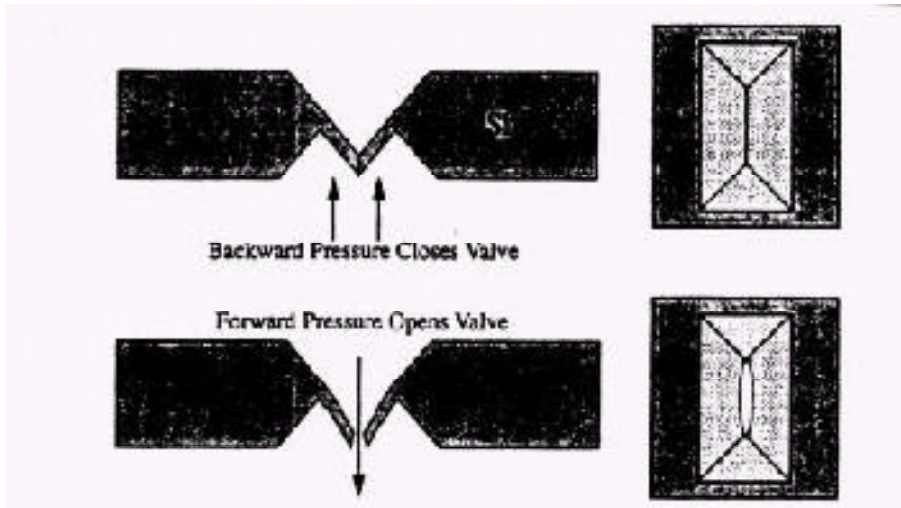


4.2.2 Microvalves

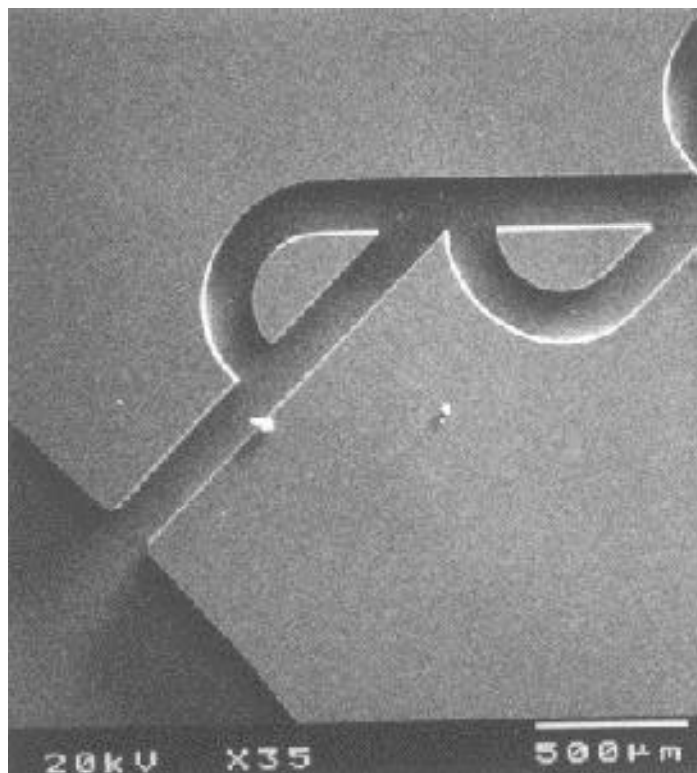
Les valves sont les entités critiques composant les systèmes complets et intégrés, aussi bien microscopiques que macroscopiques. En effet, le nombre de leurs caractéristiques requises est interminable et ne peut bien souvent être strictement obtenu (par exemple l'absence de consommation d'énergie, le volume mort qui doit être nul, tout comme le temps de réponse, ...). On se contentera alors bien souvent de valves approchant au plus près les principales caractéristiques souhaitées.

On peut cependant distinguer deux types de microvalves, suivant la présence ou non de mécanisme propre d'activation, d'autres caractéristiques essentielles étant leur ouverture ou fermeture à vide, leur utilisation pour le transport de liquides ou de gaz, leur ouverture proportionnelle ou suivant la loi du « tout ou rien » :

. microvalves passives, obtenues par gravure profonde de la silice, qui s'ouvrent ou se ferment suivant la pression exercée de part et d'autre de ses parois,



. microvalves actives, pour lesquelles de multiples systèmes d'activation peuvent être utilisés (de type électrostatique, électromagnétique, pneumatique, piézoélectrique, ...). Ces valves développent des forces plus importantes, peuvent s'ouvrir ou se fermer plus rapidement. Cependant, ces systèmes d'activation peuvent entraîner un échauffement préjudiciable du fluide.



Ainsi, de nombreuses améliorations sont encore à réaliser pour ce type de systèmes partiels.

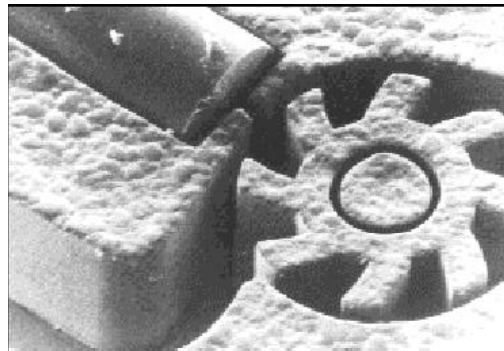
4.2.3 Micropompes

Dans les systèmes intégrés, les pompes ont pour intérêt de permettre le transport de fluides, la création de flux pulsatiles ou de différences de pression entre deux compartiments. Ce sont donc des éléments essentiels mais encore peu pratiques d'utilisation.

Dans ce domaine également, des tentatives de miniaturisation ont été réalisées avec succès.

Les micropompes fabriquées à partir du silicium sont essentiellement basées sur le principe des pompes membranaires, rotatives, osmotiques, Des pompes type « piston » ont été miniaturisées, elles, à l'aide de techniques d'usinage sur métal traditionnelles.

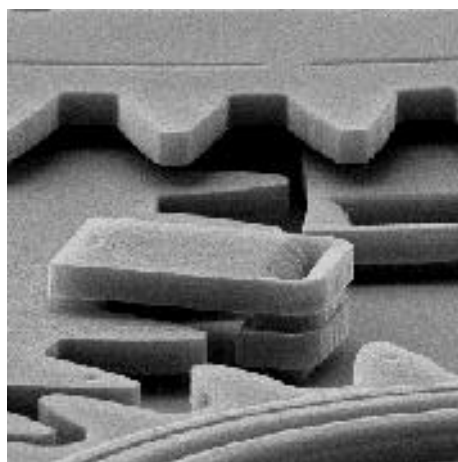
L'exemple des pompes rotatives est peut être le plus parlant : elles peuvent être fabriquées par procédé LIGA sur silicium et sont entraînées par voie magnétique. La roue mesure



environ 1.4 mm de diamètre pour 200 μm d'épaisseur et crée un flux de 350 $\mu\text{l}/\text{min}$ d'eau et une pression de 0.14 atm pour une rotation de 5000 tr/min.

4.2.4 Microengrenages

Il est également à noter le développement en cours d'autres systèmes entrant dans la réalisation de systèmes complets d'analyse, comme les microengrenages permettant la transmission de la force issue du couple développé par un micromoteur,



La miniaturisation des systèmes partiels, même si elle est encore incomplète aujourd'hui, laisse entrevoir de multiples perspectives, pour ce qui est des techniques d'analyse en particulier. Cependant, une fois ces micromachines indépendantes mises au point, il s'agit de les assembler pour réaliser un véritable système complet d'analyse, capable de recevoir, transporter, analyser l'information et de rendre un résultat pertinent. Ainsi, même si l'assemblage et le conditionnement des différentes micromachines nécessaires s'apparentent au cas des circuits intégrés, les microsystèmes nécessitent en plus d'être isolés de l'extérieur de façon beaucoup plus sélective, afin d'éviter aux perturbations extérieures d'influer sur le traitement du signal analysé. La réponse à ces multiples problèmes semble être la standardisation, mais celle-ci est encore très imparfaite. De plus, la déperdition d'énergie pose aussi de gros problèmes : il est ainsi très difficile, par exemple, de réaliser des chaînes cinématiques complètes, mettant en jeu des engrenages de façon à récupérer le mouvement de rotation produit par un micromoteur.

5. QUELQUES APPLICATIONS MEDICALES DE LA TECHNIQUE DE MINIATURISATION

La miniaturisation des instruments a de nombreuses applications en médecine et en chirurgie, ou plus généralement dans tout le domaine de la biologie. Voyons et étudions deux exemples :

5.1 LE PROJET TAMIC



Le sens du toucher est largement mis à contribution pour des opérations de chirurgie ouverte conventionnelles pour une localisation efficace des différents tissus du corps humain. Le chirurgien distingue ainsi un tissu sain d'une tumeur, ou même trouve une artère en tâtant, c'est à dire en utilisant le sens du toucher : en sentant la dureté du tissu, la consistance de la surface et la mobilité de la structure du tissu. Mais en chirurgie endoscopique, il n'y a plus de contact direct entre la main du chirurgien et le tissu. Les différents partenaires du projet TAMIC (Taktile

5.2 L'ALCOPEN (éthylomètre de la taille du stylo)

Les accidents de la route sont pour une bonne part d'entre eux dus à l'alcool . C'est pourquoi il est intéressant que chacun ait un éthylotest . Dans sa version finale, l'Alcopen est mis sur la peau de l'individu concerné et mesure l'alcool transmis à travers la peau. Il est fait en deux parties : une tête qui contient un micro système à flux liquide, et le corps à l'intérieur duquel se trouve le contrôle électronique. Sous l'influence de l'air comprimé, la solution porteuse est pompée depuis le réservoir jusqu'au lieu d'analyse .Le flux est ensuite stoppé par fermeture de microvalves. Après avoir accumulé la vapeur d'alcool émanant de la surface de la peau et diffusant à travers la membrane pendant un temps défini, la solution est pompée dans la cellule de senseurs où l'alcool est détecté par un biocapteur ampérométrique. Ensuite la solution est jetée. Ceci est évidemment un procédé rapide, hygiénique et moins sensible aux manipulations.