

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
جامعة سعد دحلب البليدة 1
UNIVERSITE SAAD DAHLEB DE BLIDA 1



كلية العلوم – دائرة الفيزياء

Faculté des Sciences
Département de Physique
MEMOIRE DE
PROJET DE FIN D'ETUDES
POUR L'OBTENTION DU DIPLÔME DE
MASTER EN PHYSIQUE
Option : Physique Appliquée aux Microsystèmes
THÈME

**Capteur capacitif pour la différenciation
des liquides à base des propriétés
diélectriques dans les systèmes
microfluidique.**

par :

- Tayeb AMRANI
- Abdelaziz NACEUR

Président : A. Benhaffaf

Examineur : Dr. H. Tahi

Promoteur : Dr. A. Hassein-Bey

Co-Promoteur : N. Belgroune

Promo : 2015/2016

MA-530-79-1

Remerciement

Nous remercions tout d'abord ALLAH le tout Puissant de nous avoir tout accordé : Santé, Courage et la possibilité d'arriver au terme de ce travail. Nous ne pouvons en cette circonstances omettre nos remerciements à nos Mères et Pères ainsi qu'à nos familles qui nous toujours supporté malgré les grandes distances à travers le Sahara.

Nous remercions notre responsable Docteur Abdelkader Hassein-Bey pour l'attention particulière qu'il a apporté à ce travail, pour les efforts qu'il nous a assurés pendant toute l'année. De plus nous le remercions pour nous avoir accueillies dans son équipe de physique des MEMS & NEMS au sein du laboratoire de Physique Fondamentale & Appliquée (FUNDAPL). C'est dans cette équipe que ce travail a été rendu possible.

De nous tenons à remercier les intervenants de près et de loin dans notre formation et spécialement Mr. Nadir Belgroune pour sa dynamique et assistance ainsi que notre Doyen le Professeur Mustapha Bentaïba et notre chef de département de Physique Mme. Souad Ouir.

Finalement nous tenons à remercier tout les gens de l'Université Saad Dahlab de Blida1 de Monsieur le Recteur au petit agent de nettoyage.

Résumé

La mesure de grandeurs chimiques, biochimiques et biologiques jouent un rôle très importants dans divers applications industrielles, médicales et bien d'autres domaines. Pouvoir réaliser ces capteurs dans des systèmes intégrés MEMS leurs donne un impact très importants. En effet, les capteurs MEMS dans des plates formes microfluidiques permet d'abaisser fortement le coût des dispositifs, d'augmenter la vitesse de mesure et d'obtenir des systèmes embarqués très mobiles et discret qui peuvent par exemple être implantés dans le vivant. L'objectif de ce travail est, en partant d'une étude 2D préexistante, d'étudier et maîtriser l'aspect modélisation multiphysique des phénomènes se produisant lors du fonctionnement d'un capteur capacitif pour la différenciation de fluides sur la base des propriétés diélectrique. En effet, nous avons ainsi pu valider notre model pour des simulations 2D et 3D par la méthodes des éléments finis. Nous avons pris en compte la modélisation des microécoulements dans le microcanal de détection à travers les équations de Navier-Stokes et les phénomènes de polarisation sous l'effet du champ électrostatiques dans le fluide. Nous avons étudié l'effet de divers paramètres géométriques sur la sensibilité du capteur afin d'en améliorer la conception. Finalement, nous avons proposé une conception économique sur circuit imprimé en époxy qui beaucoup plus sensible que la conception sur plaquette de silicium. Nous avons proposé un flot de conception détaillé pour une réalisation ultérieure ouvrant des perspectives très prometteuses.

Abstract

The measurements of chemical quantities, biochemical and biological play a very important role in various industrial, medical and many other fields. Carry out these MEMS sensors into their embedded systems provides a very significant impact. Indeed, MEMS sensors in microfluidic platforms allows greatly reduce the cost of devices, increase measurement speed and get very mobile embedded systems and discrete which can for example be installed in the living. The objective of this work is, starting from a pre-existing 2D study, study and master the modeling aspect of multiphysics phenomena occurring during the operation of a capacitive sensor for fluid differentiation based on the dielectric properties . Indeed, we were able to validate our model for 2D and 3D simulations by finite element methods. We took into account the modeling of microécoulements in the detection microchannel through the Navier-Stokes and polarization phenomena under the influence of electrostatic field in the fluid. We study the effect of various geometrical parameters on the sensor sensitivity to improve the design. Finally, we proposed an economic design of PCB epoxy that much more sensitive than the design on silicon wafer. We proposed a flood of detailed design for subsequent realization opens very promising perspectives.

ملخص

تلعب قياسات الكميات الكيميائية والحيوية والبيولوجية دورا هاما جدا في مختلف المجالات الصناعية والطبية وغيرها الكثير. يكون تنفيذ هذه في الواقع من خلال أجهزة الاستشعار ولها تأثير كبير جدا. ، أجهزة الاستشعار في MEMS تحقق في منصات ميكروفلويديك حيث تقلل كثيرا من تكاليف الأجهزة، وتزيد في سرعة القياس والحصول على أنظمة مدمجة ومحمولة ومتميزة جدا والتي يمكن على سبيل المثال يتم تركيبها في جسم الأحياء. والهدف من هذا العمل، بدءا من مرحلة ما قبل الدراسة الحالية 2D، لدراسة هذا الجانب نمذج الظواهر التي تحدث أثناء تشغيل جهاز استشعار بالسعة للتمايز السوائل على أساس خصائص العزل . في الواقع كنا قادرين على التحقق من صحة نموذجنا ل 2D و 3D من خلال المحاكاة بواسطة طريقة FEM. أخذنا في الاعتبار نماذج من التدفقات الصغيرة في الكشف من خلال معادلات Navier-Stokes والظواهر الاستقطاب تحت تأثير الحقل الكهربائي في السائل. ندرس تأثير مختلف المعايير الهندسية على حساسية استشعار لتحسين التصميم. وأخيرا، اقترحنا تصميم اقتصادي ثنائي الفينيل متعدد الكلور Epoxy حيث حساسية أكثر من ذلك بكثير من التصميم على رقاقة السيليكون. اقترحنا التصميم التفصيلي حيث يفتح لاحقا آفاق واعدة جدا.

Table des Matières

Remerciement.....	3
Résumé	4
Table des Matières.....	7
Chapitre 1 : Les systèmes microfluidique et BioMEMS.....	13
1.1 Les MEMS	14
1.2 BioMEMS	14
1.3 Système d'automédication automatique (<i>Drug delivery</i>)	16
1.3.3 Les microdispositifs BioMEMS au service du monde pharmaceutique.....	17
Chapitre2 : Méthodes de mesure des propriétés diélectriques des matériaux	20
2.1 Introduction	21
2.2 La microfluidique	21
2.2.1 Les différents types d'écoulement	25
2.2.2 Contrôle des écoulements et déplacements	25
2.2.3 Équations de Navier-Stokes	26
2.2.4 Lois de conservation.....	26
2.2.4.1 Formulation différentielle.....	26
2.2.4.2 Fluide Newtonien, hypothèse de Stokes.....	28
2.2.4.3 Expression pour les écoulements de fluides compressibles	29
2.2.4.4 Expression pour les écoulements de fluides incompressibles	29
2.2.5 micropompes et microvalves.....	30
2.3 Méthodes de caractérisation des matériaux.....	31
2.3.1 Classification des matériaux.....	31
2.3.1.1 Classification basée sur la conductivité électrique.....	31
2.3.1.2 Classification basée sur les niveaux d'énergie	32
2.3.1.3 Classification basée sur la susceptibilité magnétique.....	32
2.3.1.4 Classification basée sur la permittivité diélectrique	32
2.3.2 Méthode électrique – résistivité.....	33
2.3.3 Méthode T.D.R. (Time Domain Reflectometry).....	33
2.3.4 Méthodes magnétiques	34
2.3.5 Méthodes diélectriques.....	34
2.3.6 Méthode capacitive.....	34
2.4 Conclusion.....	35
Chapitre 3 : Technique de mesure du capteur diélectrique et méthode de microfabrication.....	36
3.1 Capacité et Diélectriques.....	37
3.2 Le condensateur.....	37

3.3 Diélectrique	39
3.4.1 La polarisation diélectrique	39
3.4.2 La polarisation électronique	40
3.5 Mécanismes de la relaxation	41
3.6 Susceptibilité	42
3.7 Permittivité	43
3.7.1 Dans un milieu linéaire, homogène et isotrope	43
3.7.2 Dans un milieu plus complexe	44
3.7.3 Permittivité relative	44
3.7.4 Permittivité absolue	44
3.7.5 Permittivité relative complexe	45
3.8 Facteur de dissipation diélectrique	46
3.9 Relation entre la permittivité et la susceptibilité diélectrique	46
3.9 Clausius-Mossotti	47
3.10 La microfluidique	50
3.10.1 Introduction	50
3.10.2 L'impression des électrodes sur le substrat	51
3.10.3 La fabrication de microcanaux	52
3.10.3.1 PDMS	53
3.10.3.2 La formule chimique du PDMS	54
3.10.3.3 Propriétés mécaniques du PDMS	54
3.10.3.4 Opération de collage des couches de PDMS avec le substrat	56
Chapitre 4 :	57
Conception et modélisation d'un capteur capacitif dans un système microfluidique	57
4.1 Introduction	58
4.2 Le dispositif microfluidique	58
4.3 Principales de caractéristiques « COMSOL model »	59
4.3.1 Paramètres	59
4.3.2 La Géométrie du microcapteur 2D	59
4.3.4 Les matériaux	60
4.3.4.1 PDMS	60
4.3.4.2 Glass (quartz)	61
4.3.4.3 Silver (solide)	61
4.3.4.4 Domain Fluide	61
4.3.5 La physique d'analyse du dispositif "Electrostatics"	62
4.3.6 Maillage	62
4.3.7 Résultats et discussion	62

4.3.8 Effets des paramètres de la géométrie	64
4.4 Amélioration de la conception sur silicium.....	66
4.4.1 Résultats de simulation de PCB	68
4.4.2 Effets des paramètres de la géométrie PCB	68
4.5 La sensibilité	69
4.6 Conclusion.....	69
Conclusion générale	70
Référence:.....	72

Introduction Générale

L'évolution très rapide des technologies engendre des contributions importantes dans divers domaines de compétences tels qu'en chimie, biochimie, biologie, environnement, matériaux, mécanique, médecine, physique et autres. Par exemple, les progrès en instrumentation et de simulation par ordinateur ont aidé à découvrir de nouveaux aspects de l'ADN permettant d'améliorer la prévention des maladies des plantes et des êtres vivants. Le développement des instruments très avancés est devenu un enjeu majeur pour répondre aux besoins et aux exigences qui sont de plus en plus difficiles : une meilleure maîtrise du temps, une réponse extrêmement rapide, des composantes miniatures, une surveillance dans des milieux difficiles d'accès, une analyse en temps réel, une exécution de plusieurs milliards d'opérations à la seconde, etc.

Dans ce même contexte, le besoin important de disposer d'instruments performants pour la détection chimique et biologique connaît aussi un essor et un développement considérable en raison de la forte demande en médecine ou pour le contrôle alimentaire, pour n'en citer que Parmi le grand nombre de dispositifs de détection existants, encore appelés « capteurs ».

Ce travail on a un dispositif microfluidique capacitif avec détection. Le dispositif est le but de la discrimination et la caractérisation du fluide dans un microcanal sur la base de la permittivité diélectrique. Le dispositif est fabriqué dans une technologie hybride rentable qui combine de manière innovante des techniques PDMS (PolyDiMéthylSiloxane) de photolithographie douce et sérigraphie. Un micro-canal, réalisé dans une couche de PDMS, est placé dans le condensateur de détection de champ formé par des électrodes sérigraphies sur un substrat en verre. Fluides à l'intérieur des microcanaux affectent la capacité, qui est de l'ordre de femtofarads, qui est mesurée par un système d'interface électronique adaptée. Le système électronique dispose d'une sensibilité de 100 V / pF et un seuil de résolution de 0,06 fF. Les résultats expérimentaux obtenus pour les différents fluides injectés dans le microcanal démontrent que la capacité du système à discriminer les fluides et d'estimer leur permittivité diélectrique des deux échantillons purs et que les mélanges à différentes fractions de solutés. Cela rend le dispositif prometteur bloc de construction pour la surveillance de mélange de fluides dans les systèmes microfluidiques.

Cette mémoire est composée de quatre chapitres. Dans le premier chapitre, nous commençons par une brève présentation généralité de certaines définitions MEMS BioMEMS et lab-on-a-chip (LOC) et micro total analysais systems (de μ TAS) et le nouveau système de la livraison de drogue(Drug delivery).

Nous avons commencé notre deuxième chapitre par La physique des milieux diélectriques afin d'exposer clairement les mécanismes qui régissent le comportement

diélectrique des matériaux et qui déterminent ainsi leur permittivité et conductivité. Nous abordons le phénomène de polarisation et d'interaction champs électrique et matière, la naissance de dipôles induits et la notion de permittivité effective qui est présentée à la fin de ce chapitre à travers quelques lois de mélanges les plus usuelles dans le cas des milieux matériels hétérogènes à distribution aléatoire.

Dans le troisième chapitre nous allons aborder la microfabrication du microcapteur microfluidique capacitif ainsi que la fabrication des électrodes.

Nous aborderons ensuite dans le quatrième chapitre la modélisation du comportement électrostatique par éléments finis (FEM) sous Comsol Multiphysics. Nous avons étudié différents type de matériaux pouvant apporter une amélioration au fonctionnement de notre capteur.

Nous terminons ce document par une conclusion générale sur notre travail ainsi que les perspectives éventuelles.

Chapitre 1 : Les systèmes microfluidique et BioMEMS

Chapitre 1 : Les systèmes microfluidique et BioMEMS

1.1 Les MEMS

Le mot MEMS est une abréviation pour systèmes micro-électromécanique (ou *Micro Electro Mechanical System*) et décrit des dispositifs de petite échelle (allant d'environ $0,1\ \mu\text{m}$ à quelques mm) qui combinent les deux aspects électriques et mécaniques. Dans un tel système, nous pouvons avoir des structures mécaniques simples comme des membranes, des ponts, des cantilevers etc., ainsi que des transistors, des résistances, des diodes et autres composants électroniques. Une telle variété de dispositifs "de bas niveau" est ensuite combiné dans le but de créer le composant au niveau du système. Les principaux avantages d'une telle solution sont leurs dimensions nous permettant de fabriquer des très petits appareils comme capteurs ou actionneurs.

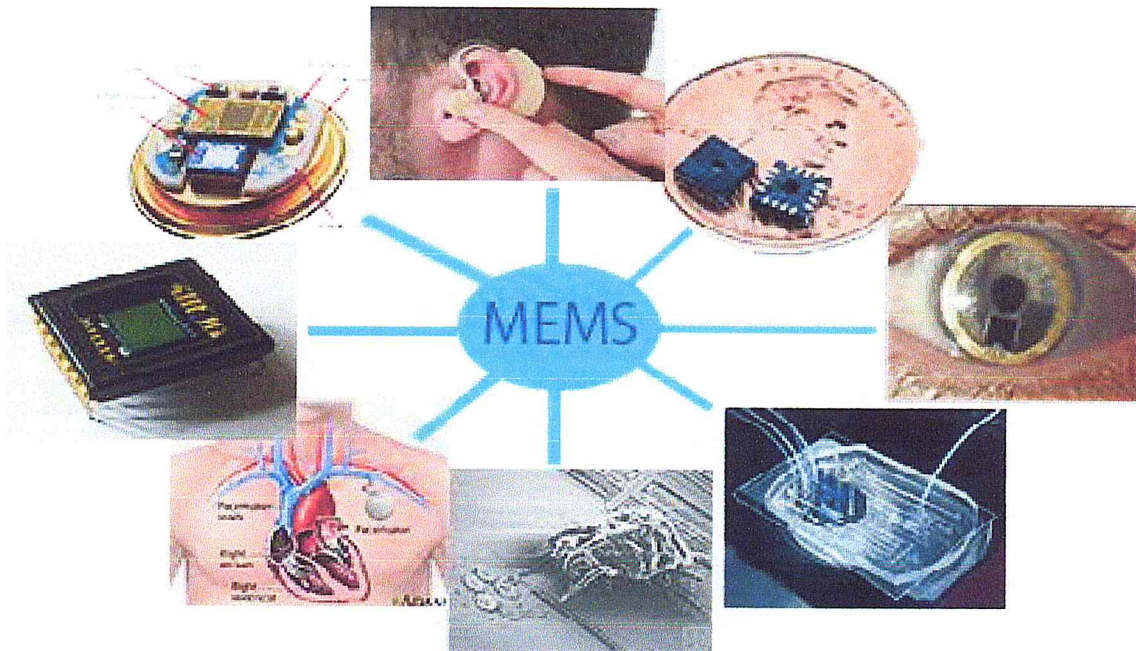


Figure1.1 : Illustre Certains dispositif de MEMS.

1.2 BioMEMS

BioMEMS est une abréviation pour micro électro mécaniques dans le domaine biologique. BioMEMS peuvent se résumer à deux sous-domaines : les laboratoires sur puce ou *lab-on-a-chip* (LOC) et les systèmes de micro-analyse totale ou *micro total analysis systems* (μ TAS). Les BioMEMS sont généralement plus concentrés sur les microdispositifs destinés pour des applications biologiques. D'autre part, les LOC sont plus concentrés sur une approche de miniaturisation et d'intégration des processus d'analyse de laboratoire sur des puces la plus part du temps microfluidiques. La nature interdisciplinaire des BioMEMS combine les sciences des matériaux, la biologie, la médecine, la biochimie et bien d'autres domaines de base pour la

Chapitre 1 : Les systèmes microfluidique et BioMEMS

détection tel que l'optique, l'électricité, etc ... Ses principales applications comprennent la génomique, la protéomique, le diagnostic moléculaire, le diagnostic de point de soins, l'ingénierie tissulaire, et micro dispositifs d'automédication implantable.

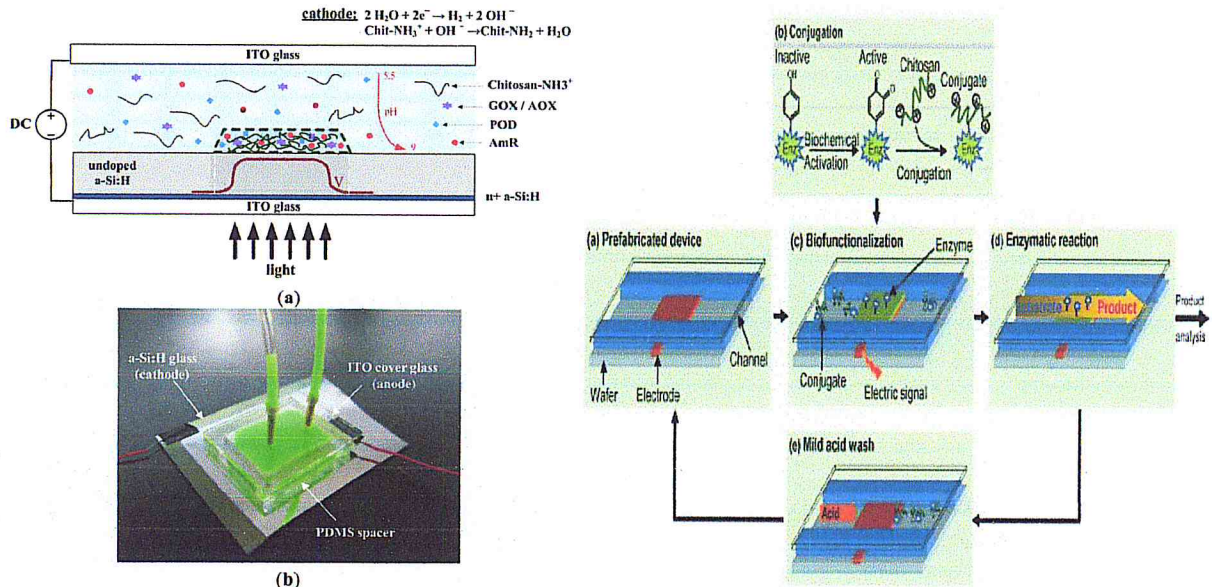


Figure 2.1 : Certains dispositifs de BioMEMS [62].

Des recherches récentes sur μ TAS et la technologie LOC proposent des analyses et des procédés biologiques rapides et automatiques en chimie analytique à travers des dispositifs miniaturisés. Leur réponse rapide, portabilité, ainsi que leur facilité d'utilisation rendent les LOC capables afin d'opérer dans des conditions réelles pour beaucoup d'applications de santé et de sciences de la vie comme le dépistage de maladies génétiques ou les tests de contamination et de toxicité de nourriture et d'eau. Le développement des biopuces reste un immense défi pour l'industrie de la biotechnologie qui se trouve ainsi en forte croissance. Cet effort de recherche reste pluridisciplinaire incluant la microfluidique, la microélectronique et la biochimie.

Les capteurs d'agents pathogènes à base de LOC sont très compétitifs avec les technologies à l'échelle réelle en laboratoire dans l'analyse des échantillons biologiques complexes. L'analyse d'un échantillon biologique implique différentes étapes de traitement, telles que la préparation des échantillons, l'étiquetage, l'amplification du signal et de détection de signal, qui sont réalisées sur la puce. Une variété de matériaux, y compris le silicium, le verre, les polymères mous ou durs et des biomatériaux (par exemple, le calcium alginate, la gélatine ou des hydrogels réticulés) ont été utilisés dans leur microfabrication. Le choix de matériaux polymères est souvent limité aux solvants résistants à des matériaux, tels que le téflon, élastomères de silicone à formage optique *photopatternable*, les polyesters thermodurcissables,

Chapitre 1 : Les systèmes microfluidique et BioMEMS

le poly (méthacrylate de méthyle) (PMMA) et à motifs poly-(diméthylsiloxane) (PDMS), polyimide et SU-8 (résine négative) polymères.

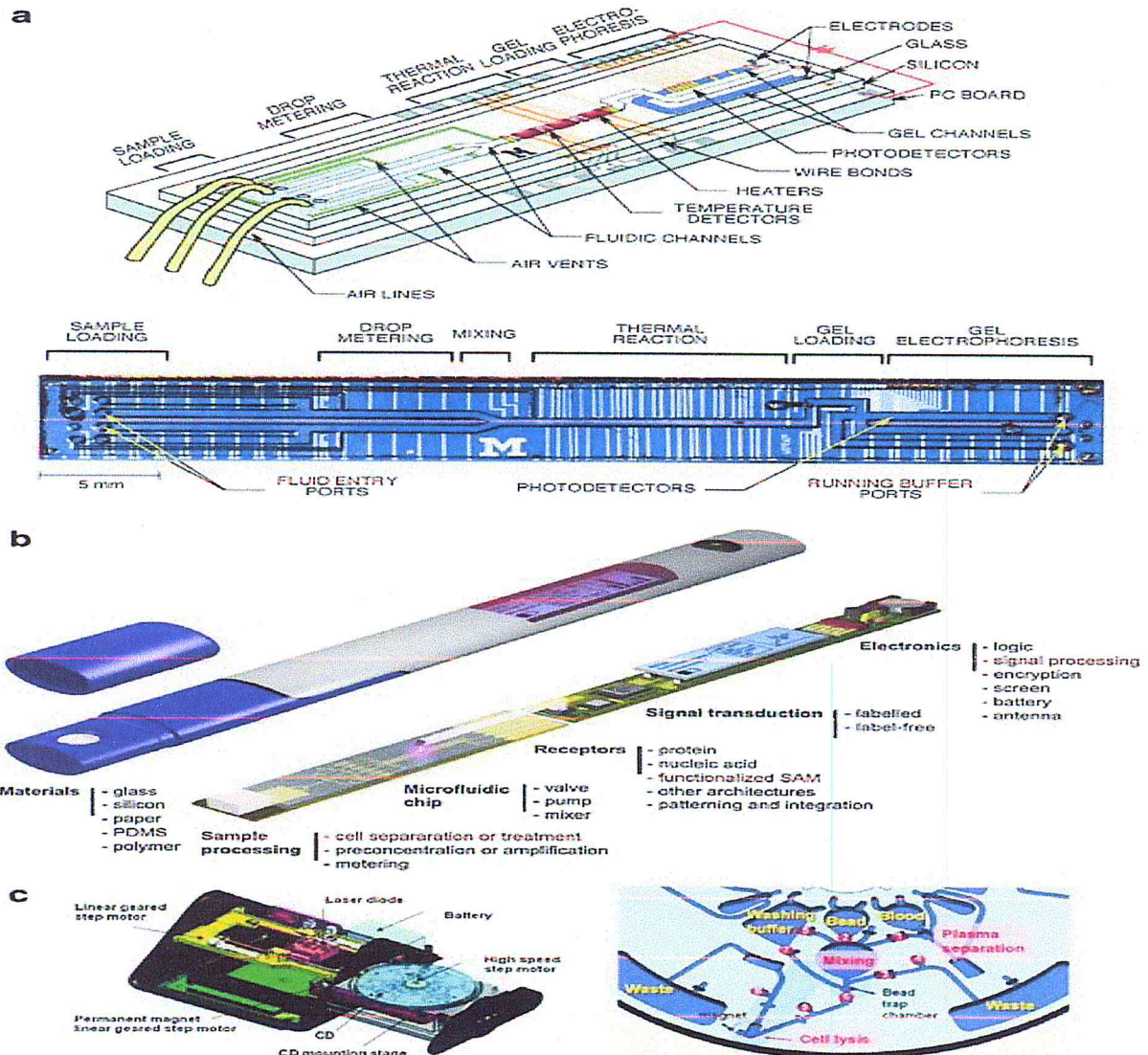


Figure 3.1 : Exemples de technologies Lab-on-a-Chip [59].

1.3 Système d'automédication automatique (*Drug delivery*)

Les systèmes d'automédication (*drug delivery*) permettent une libération automatique et à longue durée de principes actifs médicamenteux au profit de l'amélioration de l'efficacité du produit et de la sécurité du malade, ainsi que le confort des patients. La libération du médicament est de sa diffusion et sa dégradation se trouvent ainsi automatisés [1]. Les différents itinéraires les plus communs de la prise de médicaments comprennent la voie orale préférée non-invasive (par la bouche), topique (peau), Trans-muqueuse (nasale, buccale/sublinguale, vaginale, oculaire et rectale) et par inhalation [2] [3]. Beaucoup de médicaments tels que des peptides et protéines, anticorps, vaccins et médicaments géniques ne

Chapitre 1 : Les systèmes microfluidique et BioMEMS

peuvent pas être administrés en utilisant ces voies parce qu'ils pourraient être sensibles à la dégradation enzymatique ou ne peuvent pas être absorbé dans la circulation sanguine efficacement en raison de la taille et de la charge des tailles moléculaires pour être thérapeutiquement efficace. Pour cette raison, de nombreux médicaments protéiques et peptidiques doivent être livrés par injection ou à travers un réseau de nano-aiguilles. Par exemple, plusieurs immunisation sont basées sur l'administration de médicaments protéiques et sont souvent réalisées par injection.

1.3.3 Les microdispositifs BioMEMS au service du monde pharmaceutique

Le Systèmes d'automédication automatique se retrouvent sous toutes formes et tailles [4]. Quand on tousse ou éternue, ou lorsqu'on a un maux de tête, la technologie peut apporter une réponse quasi-instantané afin de diagnostiquer les problèmes de santé dont on souffre. Il ne faut pas omettre le fait que pour tous la médicaments automatique dans le corps humain, des compromis devront être faits entre les possibilités de la technologie et les limites de tolérances de la physiologie humaine. Beaucoup sont bien conscients des obstacles défensifs qu'un médicament doit surmonter afin d'atteindre sa cible. Notre système immunitaire crée un réseau de communication sophistiqué basé sur la reconnaissance du signal de seulement quelques petites molécules.

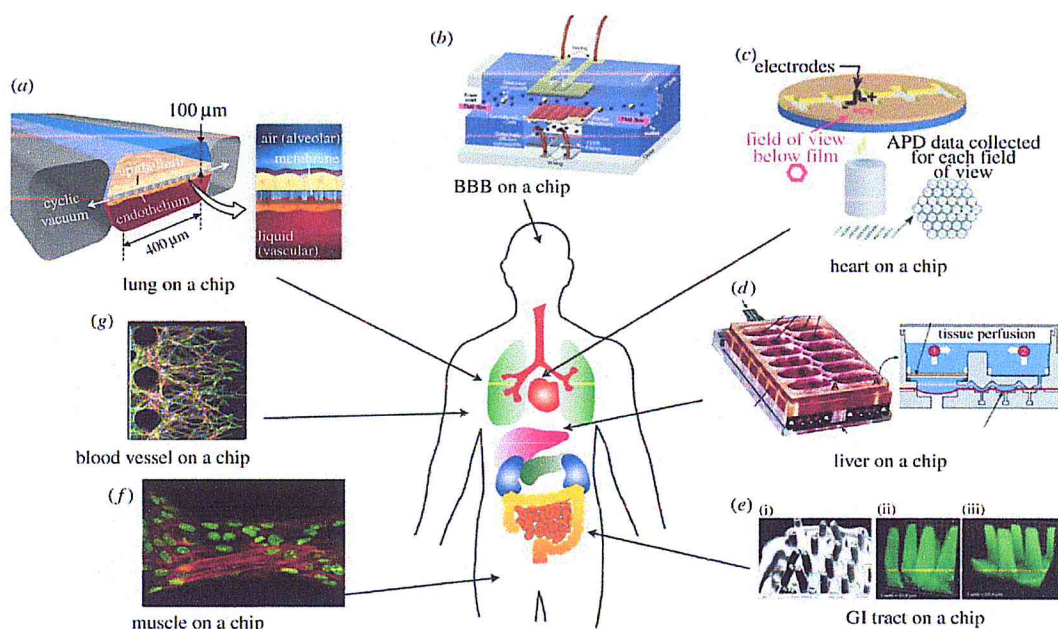


Figure 4.1 : Illustration du système de Drug delivery dans le corps humain [63].

Chapitre 1 : Les systèmes microfluidique et BioMEMS

Pourtant, il existe d'autres moyens par lesquels notre corps défie l'introduction de matières étrangères à l'intérieur de ses frontières. Les propriétés telles que la charge, le pH, la concentration, la température et la lumière jouent tous un rôle important dans cette cascade de signalisation au sein de nos organismes [5]. A la racine, le concepteur du produit médicamenteux tente de répondre aux confusion possibles de ces propriétés, la recherche d'une structure chimique efficace, capable de traitement à l'intérieur d'une fenêtre de dosage acceptable, mais il y a encore des compromis.

Avec chaque nouveau médicament mis sur le marché pharmaceutique, il existe une multitude d'effets secondaires qui peuvent dissuader les patients potentiels de l'utilisation de la drogue [6]. Même pour arriver à une cible de médicament est un défi dans les produits pharmaceutiques, où la majorité des premiers médicaments candidats sont éliminés en route. Le taux de succès clinique de ces médicaments peut varier de 20% pour les traitements cardiovasculaires aussi faibles que 5% pour l'oncologie, avec une majorité de taux de défaillance se produisant dans la phase 2 (50-70%) d'essais cliniques [7].

Ce travail concerne l'intégration de structures microfluidique pour extraire un signal électrique de grandeur biologique ou chimique facilement exploitable dans des systèmes de prise de décision intelligent à base de microprocesseur issue de la microélectronique. Le nombre d'application est immense et l'intégration entre les microcanaux et les microcapteurs peut être utilisée par exemple pour le comptage et le dimensionnement des cellules [8-10]. L'exploitation des dimensions réduites des microcanaux, de tels microdispositifs nécessitent de très petites quantités d'échantillons, de l'ordre de 10^{-6} l à 10^{-12} l, devenant une solution prometteuse pour l'analyse biologique ou chimique des matériaux coûteux. En outre, divers éléments de traitement peuvent être intégrés dans le même dispositif permettant le développement de dispositifs multi-usage ou jetables avec de petites dimensions et un temps d'analyse réduit [11].

Chapitre 1 : Les systèmes microfluidique et BioMEMS

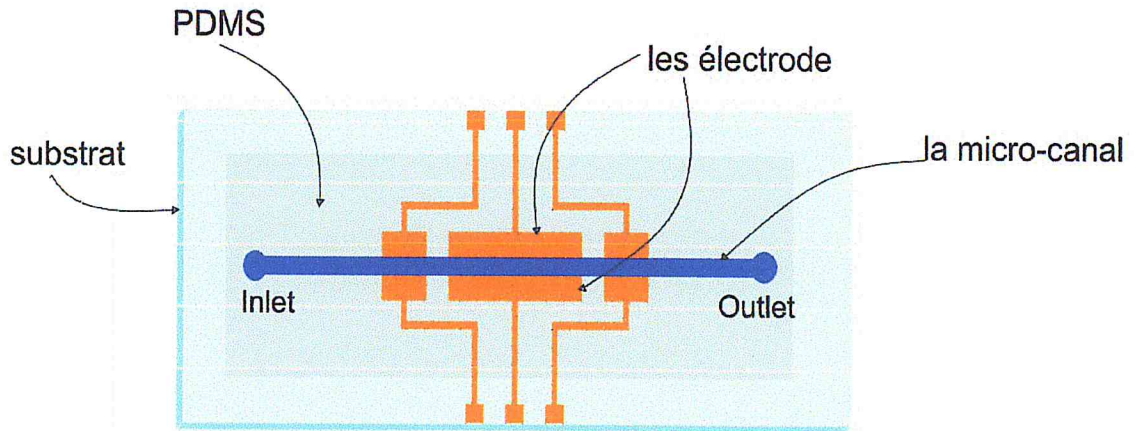


Figure 5.1 : Illustration du capteur microfluidique capacitif [55].

Le présent sujet propose l'étude par modélisation et simulation à éléments finis (FEM) multiphysique du fonctionnement d'un dispositif MEMS microfluidique avec la capacité de détection intégrée dans le but de différencier ou distinguer et de caractériser des fluides sur la base de leurs permittivité diélectrique [12-15]. Il devra être conçu dans une technologie hybride à faible coût qui combine de manière innovante les techniques de photolithographie souple (*soft lithography*) à base de PDMS (PolyDiMethylSiloxane). Ceci est obtenu au moyen de mesure de la capacité prélevée par des électrodes de détection enfouies dans les PDMS long du microcanal et isolé du fluide.

Chapitre2 :

Méthodes de mesure des propriétés diélectriques des matériaux

2.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous décrivons la microfluidique les type d'écoulements et quelque équations de mécanique des fluides et les principales techniques non destructives de caractérisation des matériaux.

2.2 La microfluidique

La microfluidique est une science encore très jeune, et peut être définie de différentes manières. Selon P. Tabeling [16], *"on peut définir la microfluidique comme [une discipline] portant sur les écoulements de fluides simples ou complexes, mono ou multiphasiques, dans des microsystèmes artificiels, c'est-à-dire fabriqués à l'aide des nouvelles technologies 1 "*. Georges M. Whitesides, dans son article intitulé [17], définit la microfluidique comme *"la science et la technologie des systèmes qui manipulent des petites quantités de fluides (10^{-9} à 10^{-18} litres) dans des canaux ayant des dimensions de plusieurs dizaines de microns."* Cette définition fait bien apparaître la dualité de la microfluidique qui, en tant que science, englobe la physique des fluides et l'étude des phénomènes à l'échelle micrométrique et qui, en tant que technologie, contient également une dimension applicative. Tabeling donne quant à lui une définition d'ingénieur qui, comme il le souligne lui-même, exclut l'ensemble des systèmes microfluidiques naturels, tels que les capillaires sanguins ou le transport de sève dans les plantes. On peut définir plus largement la microfluidique comme la science et la technologie des systèmes manipulant des fluides et dont au moins l'une des dimensions caractéristiques est de l'ordre du micromètre. C'est une science interdisciplinaire où l'ingénierie, la physique, la chimie et les biotechnologies cohabitent pour fournir de nombreuses applications dans les domaines de l'analyse biologique et chimique.

Les premières études expérimentales datent d'il y a plus de 150 ans, dans lesquelles le médecin Jean-Louis Marie Poiseuille, s'intéressant à la circulation sanguine, réussit l'exploit de mesurer des débits de fluides visqueux dans des capillaires en verre d'environ $10\mu\text{m}$ de diamètre [Poiseuille, 1846]. Il est ainsi considéré comme le pionnier de la microfluidique.

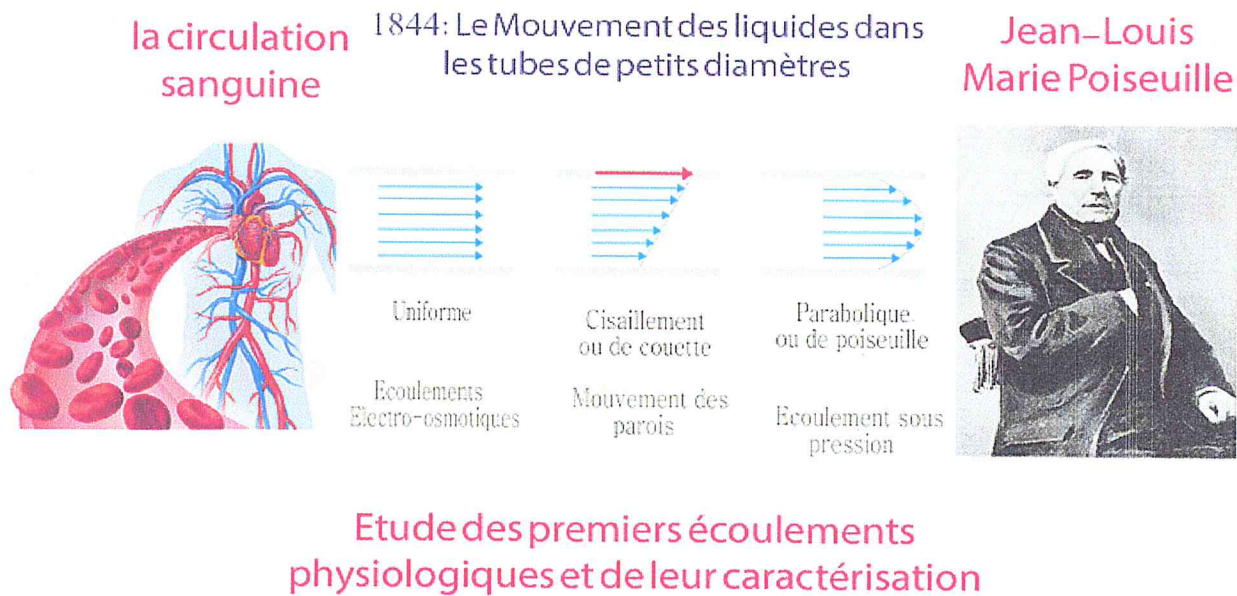
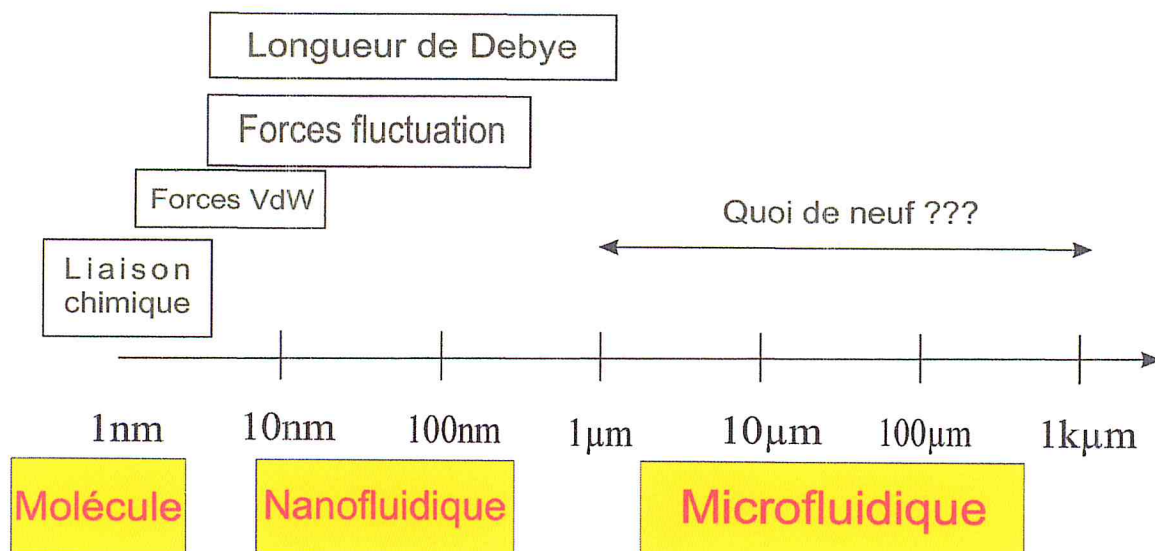


Figure 1.2 : Jean-Louis Marie Poiseuille, Illustre la circulation sanguine .

Puis la manipulation de fluides à l'échelle microfluidique a connu un essor certain avec l'apparition de la microélectronique puis des MEMS (Micro Electro Mechanical System) dans les années 1950-60. De nombreux dispositifs fluidiques réalisant les actions élémentaires de leurs homologues électriques virent le jour. Le but était de concevoir des ordinateurs alimentés pneumatiquement, sans électricité.



Bouleversement des équilibres avec la miniaturisation

Figure 2.2 : Illustre l'échelle microfluidique [60].

Chapitre2 : Méthodes de mesure des propriétés diélectriques des matériaux

Mais le véritable engouement que connaît la microfluidique date de la fin des années 90, avec l'apparition de la première puce microfluidique fabriquée en creusant les canaux dans un élastomère de façon très peu coûteuse [18] et réalisant la miniaturisation d'une technique classique d'analyse : la chromatographie en phase liquide. Le haut pouvoir d'intégration de toutes les étapes élémentaires réalisées dans un laboratoire (séparation, ménage, synthèse, détection..) rendent possible le concept de laboratoire sur puce et l'application de la microfluidique dans le domaine biomédical et l'analyse chimique. C'est un domaine actuellement en pleine expansion, autant sur le plan académique qu'industriel, et qui commence à tenir ses promesses de miniaturisation, de haut débit et de meilleur rendement.

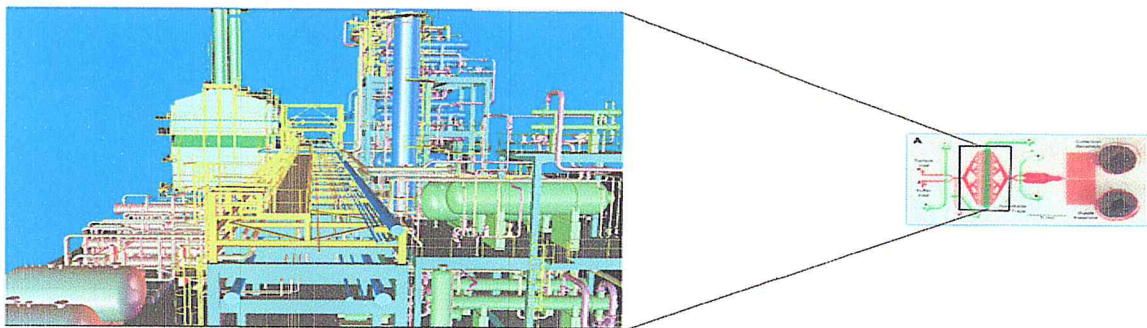


Figure 3.2 : Illustre miniaturisation un système fluidique sur puce.

Les laboratoires sur puces sont plus attractifs que leurs homologues macroscopiques pour plusieurs raisons. En réduisant les volumes de réactifs, ils rendent l'analyse moins chère, plus rapide, et meilleure pour l'environnement (figure 3.2).

En ce qui concerne la miniaturisation, les premières questions qui se posent avec ce chapitre sont: Qu'est-ce que le micro se réfère à en microfluidique? ou est déterminée par la microfluidique la taille de l'appareil ou la quantité de liquide qu'il peut gérer? Pour MEMS, il peut être vrai que la taille de l'appareil devrait être l'échelle submillimétrique. Cependant, la perception tout rétrécissement vers le bas pour petite échelle est trompeur pour la microfluidique. Les dispositifs microfluidiques ne doivent pas être des dispositifs à base de silicium fabriqués avec du silicium. La technologie de microusinage. Le principal avantage de la microfluidique est l'utilisation lois d'échelle pour de nouveaux effets et de meilleures performances. Ces avantages découlent à partir de la quantité microscopique de liquide un dispositif microfluidique peut gérer. Indépendamment de la taille de l'appareillage environnant et de la matière dont le dispositif est fait, seul l'espace dans lequel le fluide est traité doit être miniaturisé. La miniaturisation de

l'ensemble du système, bien que souvent bénéfique, ne constitue pas une exigence un système microfluidique. La quantité microscopique de fluide est la question clé dans microfluidique. Ceci est le point de vue utilisé lors de l'écriture de ce livre. Le terme microfluidique est utilisé ici de ne pas lier la mécanique des fluides à une longueur particulière échelle, tels que le micron, mais plutôt de se référer de manière générale à des situations dans lesquelles la taille d'échelle est petite que provoque des changements dans le liquide comportement dont certains sont bénéfiques.

Le différend entre le fond de la taille de l'appareil et la quantité de fluide est à prévoir compte tenu de la nature multidisciplinaire du domaine et ceux qui y travaillent. Ingénieurs électriques et mécaniques sont venus à microfluidique avec leur permettant microtechnologies. Leur approche commune se rétrécit vers le bas de la taille de l'appareil, menant au mérite de la taille de l'appareil microscopique. Chimistes analytiques, biochimistes, et ingénieurs chimistes, des années de travail dans le domaine de la science des surfaces, est venu à microfluidique pour tirer parti des nouveaux effets et de meilleures performances.

Une puce microfluidique fonctionnelle devrait être en mesure de réaliser certaines fonctions, telles que le transport, le mélange (avec des réactifs), le traitement de l'échantillon (concentration, tri). Figure 1 donne un exemple d'une puce microfluidique générique. Contrairement à l'industrie de la microélectronique, où l'accent est actuellement mis sur la réduction de la taille des transistors, le domaine de la microfluidique est en mettant l'accent sur l'étude phénomène nouveau fluide à micro / nano-échelle avec plus les capacités de traitement des fluides complexes. L'un des types prometteurs de micro pompes est entraîné par l'électro-osmose (EO). Les pompes EO sont purement entraînées par des champs électriques et ne possèdent pas de pièces mobiles. Le concept central est l'utilisation de la force de surface. Comme la surface au volume rapport du microcanal est élevé, la force de surface dominante est un bon choix pour le pompage le liquide dans microcanal.

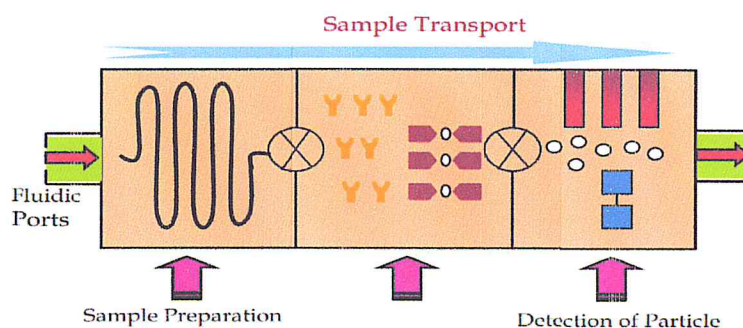


Figure 4.2 : Le préparation de l'échantillon, la sélection et la détection de microparticules[19].

2.2.1 Les différents types d'écoulement

Aux échelles visées par la microfluidique, les effets inertiels (à l'origine des turbulences) sont généralement négligeables au profit de la viscosité et des effets de tension de surface. Par exemple, lorsque l'on incline un micro-tuyau, long de quelques centimètres, ayant une largeur variant entre 10 μm et 1 mm et une hauteur entre 1 et 500 μm , le liquide ne coule pas... Dans ce cas, les forces de gravitation qui, à notre échelle (m, cm), entraînent le liquide vers le point le plus bas, cèdent le pas à d'autres forces : la viscosité, les frottements, les tensions de surface... L'une des caractéristiques principales de la microfluidique est l'écoulement laminaire. Dans le "macro-monde" les écoulements de fluides peuvent être classés en deux catégories : laminaires et turbulents. La frontière entre ces deux régimes est donnée par l'importance relative des forces d'inerties et de viscosité, caractérisée par le nombre de Reynolds qui s'écrit, pour un canal de section circulaire :

$$R_e = \frac{\text{force d'inertie}}{\text{force de viscosité}} = \frac{\rho v d}{\eta} \quad (2.1)$$

Avec ρ la masse volumique du fluide (kg.m^{-3}), v une vitesse caractéristique (m.s^{-1}), d le diamètre du canal (m) et η la viscosité dynamique du fluide. On peut ainsi noter que lorsque la dimension caractéristique d décroît et la viscosité dynamique augmente, le nombre de Reynolds diminue.

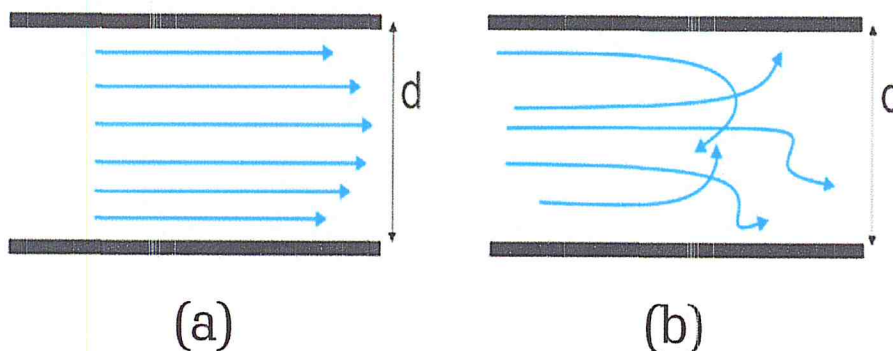


Figure 5.2 : Les deux différents modes d'écoulements rencontrés, (a) écoulement laminaire ($R_e < 1$) et (b) écoulement turbulent ($R_e \gg 1$).

2.2.2 Contrôle des écoulements et déplacements

A l'instar du mélange en microfluidique, la volonté de contrôler les écoulements au sein de réseaux de canalisations a entraîné l'apparition de nombreuses stratégies. Ces différentes

Chapitre2 : Méthodes de mesure des propriétés diélectriques des matériaux

méthodes exploitent des principes physiques variés pour déplacer et contrôler le mouvement des liquides. Selon les applications visées, les solutions les plus intéressantes seront, outre celles qui offrent les meilleures performances en termes de débit, celles qui offrent les meilleures possibilités d'intégration, de compatibilité avec les caractéristiques des fluides manipulés, et enfin et toujours, celles qui seront les moins coûteuses.

2.2.3 Équations de Navier-Stokes

En mécanique des fluides, les équations de Navier- Stokes sont des équations aux dérivées partielles non linéaires qui sont censées décrire le mouvement des fluides « Newtoniens » (liquide et gaz visqueux ordinaires) dans l'approximation des milieux continus. La résolution de ces équations modélisant un fluide comme un milieu continu à une seule phase, si elle est possible, est ardue. La cohérence mathématique de ces équations non linéaires n'est pas démontrée. Mais elles permettent souvent, par une résolution approchée, de proposer une modélisation de nombreux phénomènes comme : les courants océaniques et des mouvements des masses d'air de l'atmosphère pour les météorologues, le comportement des gratte-ciel ou des ponts sous l'action du vent pour les architectes et ingénieurs, ou encore celui des avions, trains ou voitures à grande vitesse pour leurs bureaux d'études concepteurs, mais aussi le trivial écoulement de l'eau dans un tuyau et de nombreux autres phénomènes d'écoulement de divers fluides.

2.2.4 Lois de conservation

2.2.4.1 Formulation différentielle

Il existe bien des formes des équations de Navier-Stokes. Nous n'en présenterons que quelques unes. Ces formes dépendent aussi des notations utilisées. Ainsi, il existe plusieurs façons équivalentes d'exprimer les équations de conservation en termes d'opérateurs différentiels. La formulation différentielle générale de ces équations est :

- Équation de continuité (ou équation de bilan de la masse) :

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \vec{\nabla} \cdot (\rho \vec{v}) = 0 \quad (2.2)$$

- Équation de bilan de la quantité de mouvement :

$$\frac{\partial \rho \vec{v}}{\partial t} + \vec{\nabla} \cdot (\rho \vec{v} \otimes \vec{v}) = -\vec{\nabla} p + \vec{\nabla} \cdot \bar{\tau} + \rho \vec{f} \quad (2.3)$$

- Équation de bilan de l'énergie :

Chapitre2 : Méthodes de mesure des propriétés diélectriques des matériaux

$$\frac{\partial(\rho e)}{\partial t} + \vec{\nabla} \cdot [(\rho e + p)\vec{v}] = \vec{\nabla} \cdot (\bar{\tau} \cdot \vec{v}) + \rho \vec{f} \cdot \vec{v} - \vec{\nabla} \cdot (\vec{q}) + r \quad (2.4)$$

Dans ces équations :

- t représente le temps (unité Système International (SI) : s);
- ρ désigne la masse volumique du fluide (unité SI : $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$);
- $\vec{v} = (v_1, v_2, v_3)$ désigne la vitesse eulérienne d'une particule fluide (unité SI : $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$);
- p désigne la pression (unité SI : Pa);
- $\bar{\tau}(\tau_{ij})_{ij}$ est le tenseur des contraintes visqueuses (unité SI : Pa);
- $\vec{f}$ désigne la résultante des forces massiques s'exerçant dans le fluide (unité SI : $\text{N} \cdot \text{kg}^{-1}$);
- e est l'énergie totale par unité de masse (unité SI : $\text{J} \cdot \text{kg}^{-1}$);
- $\vec{q}$ est le flux de chaleur perdu par conduction thermique (unité SI : $\text{J} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$);
- r représente la perte de chaleur volumique due au rayonnement (unité SI : $\text{J} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{s}^{-1}$).

Remarque :

L'énergie totale peut se décomposer en énergie interne u et en énergie cinétique selon :

$$e = u + \frac{1}{2} \vec{v} \cdot \vec{v} = u + \frac{1}{2} v^2 \quad (2.5)$$

L'opérateur $\otimes$ désigne le produit tensoriel :

$$\vec{u} \otimes \vec{v} = \vec{u} \times \vec{v}^t \quad (2.6)$$

Avec $\times$ le produit matriciel classique.

L'opérateur nabla, qui s'exprime sous la forme :

$$\vec{\nabla} = \left(\frac{\partial}{\partial x_1}, \frac{\partial}{\partial x_2}, \frac{\partial}{\partial x_3} \right) \quad (2.7)$$

En coordonnées cartésiennes, est un opérateur de dérivation spatiale du 1^{er} ordre. Les opérateurs gradient, divergence et laplacien peuvent s'écrire à l'aide de cet opérateur :

- $\text{div } \vec{a} = \vec{\nabla} \cdot \vec{a};$
- $\overrightarrow{\text{grad}} A = \vec{\nabla} A;$
- $\Delta A = \vec{\nabla} \cdot (\vec{\nabla} A) = \nabla^2 A.$

2.2.4.2 Fluide Newtonien, hypothèse de Stokes

En première approximation et pour de nombreux fluides usuels comme l'eau et l'air, le tenseur des contraintes visqueuses est proportionnel à la partie symétrique du tenseur des taux de déformation (hypothèse du fluide newtonien)

$$\vec{\tau} = \mu \left[(\vec{\nabla} \otimes \vec{v}) + (\vec{\nabla} \otimes \vec{v})^t \right] + \mu' (\vec{\nabla} \cdot \vec{v}) \vec{I} \quad (2.8)$$

Le flux de chaleur est proportionnel au gradient de la température (loi de Fourier), c'est-à-dire

$$\vec{q} = -\lambda \vec{\nabla} T \quad (2.9)$$

où :

- μ désigne la viscosité dynamique du fluide (unité SI : Pa.s);
- μ' désigne la seconde viscosité du fluide (unité SI : Pa.s);
- $\vec{I}$ désigne le tenseur unité;
- λ désigne la conductivité thermique du fluide (unité SI : W.K⁻¹.m⁻¹);
- T désigne la température (unité SI : K).

Les viscosités dynamiques et de volume sont supposées constantes. L'ensemble des fluides pour lesquels cette hypothèse est vérifiée sont appelés fluides newtoniens. On lui adjoint généralement l'hypothèse de Stokes :

$$3\mu' + 2\mu = 0 \quad (2.10)$$

Cette hypothèse n'est vraie que pour des fluides simples comme l'eau, l'air et des gaz comme le méthane. On peut alors réécrire l'équation de quantité de mouvement sous la forme :

$$\rho \left[\frac{\partial \vec{v}}{\partial t} + (\vec{v} \cdot \vec{\nabla}) \vec{v} \right] = -\vec{\nabla} p + \mu \left[\nabla^2 \vec{v} + \frac{1}{3} \vec{\nabla} (\vec{\nabla} \cdot \vec{v}) \right] + \rho \vec{f} \quad (2.11)$$

Remarque

De nombreux fluides complexes, tels que les polymères, les hydrocarbures lourds, le miel, ou encore la pâte de dentifrice, ne vérifient pas ces hypothèses : on recourt alors à d'autres lois de comportement visqueux, dites non newtoniennes (par exemple la loi du fluide de Bingham). La science chargée d'étudier les relations entre contrainte et déformation pour de tels fluides s'appelle la rhéologie.

2.2.4.3 Expression pour les écoulements de fluides compressibles

L'écoulement d'un fluide est dit incompressible lorsque l'on peut négliger ses variations de masse volumique au cours du temps. Cette hypothèse est vérifiée pour l'eau liquide et les métaux en fusion. Elle est aussi vérifiée pour les gaz lorsque le nombre de Mach M_a est faible. En général, on considère l'écoulement incompressible lorsque $M_a < 0.3$. Dans le cas contraire, c'est-à-dire pour un écoulement compressible, on adjoint pour fermer le système une équation d'état du fluide, de la forme

$$f(p, \rho, T) = 0 \quad (2.12)$$

Pour un gaz parfait, cette équation d'état s'écrit

Où R désigne la constante des gaz parfaits et M la masse molaire du fluide.

Ainsi, en négligeant les pertes de chaleur par rayonnement, pour un écoulement compressible de fluide visqueux newtonien vérifiant l'hypothèse de Stokes et la loi des gaz parfaits, on obtient un système de 6 équations à 6 inconnues : $\rho, \vec{v}, p$ et T :

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \vec{\nabla} \cdot (\rho \vec{v}) = 0 \quad (2.13)$$

$$\rho \left[\frac{\partial \vec{v}}{\partial t} + (\vec{v} \cdot \vec{\nabla}) \vec{v} \right] = -\vec{\nabla} p + \mu [\nabla^2 \vec{v} + \frac{1}{3} \vec{\nabla} (\vec{\nabla} \cdot \vec{v})] + \rho \vec{f} \quad (2.14)$$

$$\frac{\partial (\rho e)}{\partial t} + \vec{\nabla} \cdot [(\rho e + p) \vec{v}] = \vec{\nabla} \cdot (\vec{\tau} \cdot \vec{v}) + \rho \vec{f} \cdot \vec{v} + \vec{\nabla} \cdot (\lambda \vec{\nabla} T) \quad (2.15)$$

$$p = \rho \frac{R}{M} T \quad (2.16)$$

L'énergie totale par unité de masse e est reliée à la pression, la masse volumique et à la vitesse par l'équation :

$$p = (\gamma - 1) \rho (e - 1/2 v^2) \quad (2.17)$$

où γ désigne l'exposant isentropique du gaz parfait

2.2.4.4 Expression pour les écoulements de fluides incompressibles

Pour un fluide visqueux newtonien incompressible, l'équation de l'énergie est découplée des équations de continuité et de quantité de mouvement, c'est-à-dire qu'on peut déterminer la vitesse et la pression indépendamment de l'équation de l'énergie. L'expression des équations de continuité et de quantité de mouvement sont considérablement simplifiées. On obtient alors :

- Équation de continuité appelée alors équation d'incompressibilité :

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{v} = 0 \quad (2.18)$$

- Équation de bilan de la quantité de mouvement :

$$\frac{\partial \vec{v}}{\partial t} + (\vec{v} \cdot \vec{\nabla}) \vec{v} = -\frac{1}{\rho} \vec{\nabla} p + \nu \nabla^2 \vec{v} + \vec{f} \quad (2.19)$$

Où $\nu = \mu/\rho$ désigne la viscosité cinématique du fluide (unité SI : $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) et $(\vec{v} \cdot \vec{\nabla}) \vec{v}$ est le terme de convection.

2.2.5 micropompes et microvalves

Le développement de micropompes suscite un intérêt depuis l'apparition des premiers systèmes microfluidiques. Les applications de ces systèmes microfluidiques se trouvent dans le domaine des LOC. Dans le contexte de ce projet, il s'agit typiquement de systèmes d'analyse de sang relativement compacts permettant le diagnostic hors laboratoire. Pour éviter la contamination il doit s'agir d'un composant jetable, le nettoyage d'un système microfluidique étant difficile. L'utilité d'une pompe jetable et bon marché, semble alors évidente. Pour des raisons de coût ainsi que de biocompatibilité, l'utilisation des matériaux plastiques présente un intérêt particulier.

Les micropompes sont principalement constituées d'un ou de plusieurs microactionneurs à membrane et microvalves. Il existe des micropompes avec des valves ferro-fluidiques et aussi avec des valves mécaniques. La figure illustrée les principes d'actionnement des microvalves actives avec des pièces mécaniques mobiles.

La microvalve, la meilleure soupape pour résoudre les problèmes de conception liquides, air et service de gaz. Il ne sera absolument pas fuir. Avec d'autres vannes miniatures, une fuite se produit lorsque le flux est redirigé d'un port à l'autre. Mais avec le microvalve, le

débit est instantanément redirigé donc il n'y a pas de fuite. Avec Un, sur le centre d'encliquetage unique, il donnera une réponse rapide et sûr. Il n'y a pas de joints coulissants, l'emballage, ou bien ajusté des pièces en mouvement de fuite, d'usure ou d'un bâton. Par conséquent, aucuns lubrifiants ne sont nécessaires.

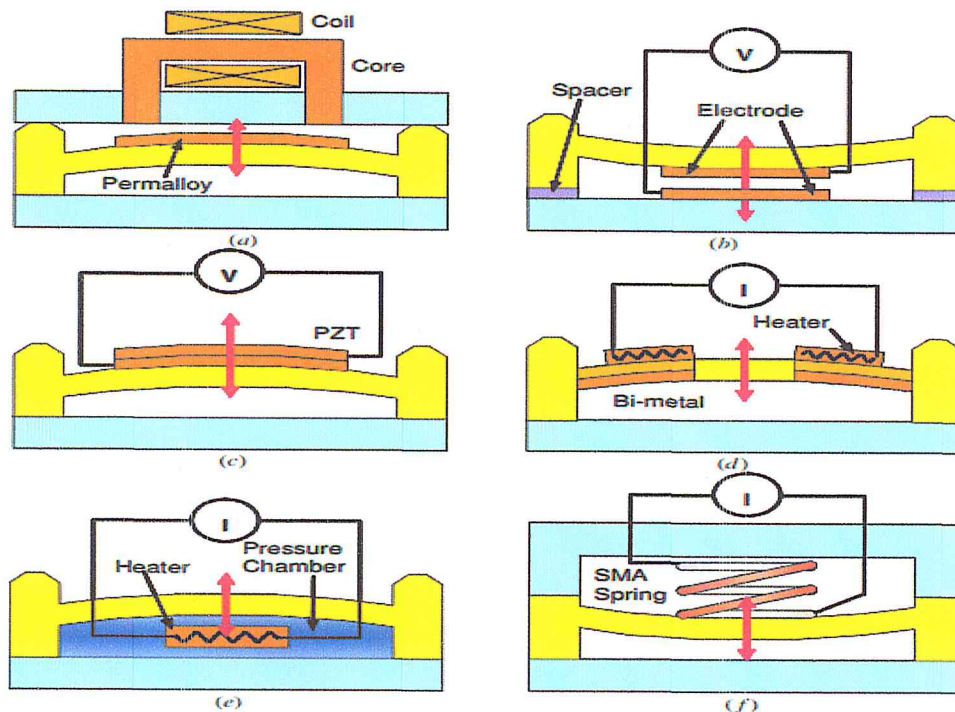


Figure 6.2 : Illustrations de principes d'actionnement des microvalve actifs avec des pièces mécaniques en mouvement: (a) électromagnétique; (B) électrostatique; (C) piézo-électrique; (D) bimétallique; (E) thermo-pneumatique et (f) l'alliage à mémoire de forme actionnement [20].

2.3 Méthodes de caractérisation des matériaux

Selon leur application, on peut diviser les matériaux en : conducteurs et semi-conducteurs, diélectriques (ou électro-isolants) et magnétiques. Tout matériau est en général caractérisé par plusieurs constantes. En pratique, on ne considère que les caractéristiques qui semblent les plus importantes pour une application donnée. Dans ce chapitre, nous présentons les différentes classifications des matériaux ainsi qu'un certain nombre de méthodes servant à leur caractérisation.

2.3.1 Classification des matériaux

2.3.1.1 Classification basée sur la conductivité électrique

Cette classification est faite sur la base de la conductivité électrique σ , mesurée à 20°C (293K) :

Chapitre2 : Méthodes de mesure des propriétés diélectriques des matériaux

- Pour les conducteurs : $\sigma > 10^6 \text{ S/m}$ ($\rho < 10^{-4} \Omega \text{ cm}$)
- Pour les semi-conducteurs : $10^{-6} < \sigma \text{ (S/m)} < 10^4$ ($10^{-2} < \rho \text{ (}\Omega \text{ cm)} < 10^8$)
- Pour les diélectriques (isolants) : $\sigma < 10^{-10} \text{ S/m}$ ($\rho > 10^{12} \Omega \text{ cm}$)

2.3.1.2 Classification basée sur les niveaux d'énergie

Il existe une seconde manière de classer les matériaux qui consiste à utiliser les niveaux d'énergie. Le modèle de l'état solide décrit les états énergétiques des électrons dans des domaines de la structure cristalline régulière et dont le degré de perturbation est faible. Pour l'interprétation de plusieurs phénomènes, il suffit d'utiliser trois notions liées au modèle : la bande de valence (niveau fondamental d'énergie), la bande interdite et la bande conduction. La largeur de la bande interdite ΔE_0 influe de manière décisive sur la valeur de la conductivité électronique et sa dépendance de la température :

- $\Delta E_0 = 0$: matériau conducteur
- $\Delta E_0 = 0,5 \text{ à } 2,0 \text{ eV}$: matériau semi-conducteur
- $\Delta E_0 \sim \text{dizaines d'eV}$: matériau diélectrique (nombre d'électrons dans la bande de conduction très faible : σ faible).

2.3.1.3 Classification basée sur la susceptibilité magnétique

Selon leur comportement dans un champ magnétique et plus particulièrement selon la valeur de leurs susceptibilités magnétiques η_m , les matériaux sont divisés en :

- diamagnétiques : $\eta_m \sim 10^{-6}$; $0 < \mu_r < 1$
- paramagnétiques : $\eta_m > 0$; $\mu_r > 1$ (à 20°C , $\eta_m \sim 10^{-2} \dots 10^{-5}$)
- ferromagnétiques : $\eta_m \gg 0$; $\mu_r \gg 1$ selon l'intensité du champ magnétique.

La susceptibilité magnétique est définie par la relation : $\eta_m = \mu_r - 1$.

2.3.1.4 Classification basée sur la permittivité diélectrique

Une manière intéressante de classer les matériaux est celle basée sur la permittivité diélectrique relative complexe : $\epsilon_r = \epsilon' - j \epsilon''$. Cette représentation complexe ne prend en compte que le courant de conduction et le courant de déplacement ($\epsilon'' = \epsilon_p'' + \sigma / \omega \epsilon_0$, ϵ_p'' étant le terme lié à la polarisation et σ la conductivité électrique). Comme le montre les expériences, l'angle de pertes des métaux, dans la gamme des fréquences les plus utilisées, est égal à $\pi/2$ ($\phi=0$) et donc $\tan \delta = \epsilon'' / \epsilon'$ tend vers l'infini. Les pertes d'énergie due au passage du courant ont évidemment une valeur déterminée. De plus, ϵ'' doit avoir une valeur finie, c'est à dire que pour les métaux, on peut supposer que $\epsilon' = 0$. Pour les autres types de matériaux, $\tan \delta$ a une valeur déterminée qui

dépend de la fréquence. Pour les matériaux quasi conducteurs, $\tan\delta > 1$ et pour les matériaux quasi-diélectriques, $\tan\delta < 1$. Cependant, comme $\tan\delta$ est fonction de la fréquence, cette subdivision n'est que relative. En effet, selon la fréquence, un matériau passe d'un état quasi-conducteur à un état quasi-diélectrique. Cette fréquence par exemple pour un aussi bon matériau électro-isolant comme le mica, est de l'ordre de 10^5 Hz, alors que dans le cas des métaux, elle est de l'ordre de 10^{20} Hz.

Le fait de considérer un matériau donné comme quasi-conducteur ou encore comme quasi-diélectrique a une grande importance en particulier par rapport aux matériaux semi-conducteurs lesquels soumis à des signaux (contraintes) rapidement variables (par exemple des impulsions), peuvent être considérés comme diélectriques. Ceci peut jouer un rôle essentiel lorsqu'il s'agit de distribution de potentiel dans les systèmes complexes (composites). Les valeurs de ϵ' pour les matériaux semi-conducteurs et diélectriques varient dans une large gamme ; elles sont toujours supérieures à 1. Les diélectriques de permittivité relative statique $\epsilon_r > 3$ sont considérés en pratiques comme polaires alors que les diélectriques dont $\epsilon_r' < 3$ sont dits non polaires ou peu polaires.

2.3.2 Méthode électrique – résistivité

Cette méthode est basée sur la mesure de la résistivité r (ou la conductivité électrique σ : $r = 1/\sigma$) du milieu [21, 22]. En effet, la conductibilité électrique d'un milieu dépend de sa teneur en eau et des ions en présence. De ce fait, la conductibilité électrique globale du milieu est directement liée à sa teneur en eau. En mesurant la conductibilité du milieu, on peut déterminer indirectement sa teneur en eau. Malheureusement, cette méthode est sensible aux fluctuations thermiques et demeure imprécise pour la mesure des fortes teneurs en eau.

2.3.3 Méthode T.D.R. (Time Domain Reflectometry)

La méthode par réflectométrie dans le domaine temporel (Time Domain Reflectometry) est basée sur l'analyse du comportement d'une onde électromagnétique émise dans le milieu étudié. Elle utilise le fait que : (1) la vitesse de propagation de cette onde est fonction de la permittivité du milieu ; et (2) cette onde se réfléchit en partie à chaque discontinuité d'impédance de la ligne de transmission. L'onde qui est une impulsion électrique à très haute fréquence délivrée par un générateur à impulsions, parcourt la ligne, puis la sonde, en se réfléchissant à l'entrée et à l'extrémité de la sonde. La mesure du temps aller-retour de l'onde, au niveau de la sonde, au moyen d'un oscilloscope ultra-rapide permet d'en déduire la permittivité apparente du sol. Les sondes sont le plus souvent bifilaires, formées de deux électrodes métalliques parallèles

Chapitre2 : Méthodes de mesure des propriétés diélectriques des matériaux

reliées à un câble électrique d'impédance adaptée qui rejoint le générateuroscilloscope de mesure. Notons que les méthodes capacitives et T.D.R. permettent toutes deux de mesurer la permittivité diélectrique. Et c'est pourquoi elles sont souvent regroupées ensemble. D'autres méthodes basées sur le principe de l'émission d'une onde électromagnétique dans l'hétérostructure et de l'analyse de son comportement (absorption, réflexion, réfraction) ont été également développées ces dernières années. Parmi celles-ci, les méthodes utilisant des radars à ultra large bandes [23 - 33] et plus particulièrement la méthode de la coupe radar verticale (Vertical Radar Profiling – VRP) qui connaît un intérêt croissant [27 - 33]. Les méthodes radars permettent d'effectuer de l'imagerie à haute résolution pour visualiser les variations de fissures et de cavités dans les hétérostructures, de déterminer la permittivité diélectrique de l'hétérostructures, sa teneur eau et sa porosité et de localiser les inclusions. Ces méthodes permettent, à travers la mesure des propriétés diélectriques, d'évaluer les performances des hétérostructures ou de nouveaux matériaux de construction.

2.3.4 Méthodes magnétiques

Ces méthodes sont utilisées dans l'inspection interne des matériaux métalliques et des alliages [34]. L'une des méthodes les plus communément utilisées est la méthode du flux de fuite magnétique [35 - 38]. Le principe de base de cette méthode est que lorsque une discontinuité, c'est à dire un défaut ou une inclusion sont présents près de la surface d'un matériau ferromagnétique, un flux de fuite se développe. La résistance magnétique dans cette position augmente jusqu'à une valeur très élevée par rapport au reste du matériau. Si le matériau ferromagnétique est magnétisé près de la saturation, le flux magnétique est perturbé par la discontinuité et est dévié dans la région au-dessus de la partie défectueuse comme le flux de fuite, qui peut être détecté par un capteur magnétique. Cette méthode est sensible surtout aux inclusions allongées.

2.3.5 Méthodes diélectriques

Cette méthode est basée sur la détermination de la permittivité diélectrique, résultat de phénomènes de polarisation des porteurs de charge liés. En effet, les porteurs libres se déplacent sous l'effet du champ électrique donnant lieu à des phénomènes de conduction électrique. La permittivité diélectrique dépend de la fréquence du signal d'excitation.

Il existe deux méthodes de mesure : la méthode capacitive où on mesure la capacité d'un condensateur formé du matériau étudié et la méthode par réflectométrie dans le domaine temporel [34][39-40] qui est une méthode tout à fait nouvelle. Les électrodes de mesure capacitives peuvent être de très petite taille et concerner des volumes. La méthode TDR exige,

Chapitre2 : Méthodes de mesure des propriétés diélectriques des matériaux

une longueur de 10mm donc des échantillons de matériaux d'un volume décimétrique. Ces méthodes ont la réputation d'être sensibles à la résistivité du milieu.

2.3.6 Méthode capacitive

Pour mesurer la teneur de fluide, on utilise le fait que la fréquence varie avec la teneur de fluide d'un milieu donné. Pour cela, on place les électrodes dans le circuit d'un oscillateur électronique de fréquence élevée, 400kHz environ, bien adaptée à la mesure de teneur de fluide. L'utilisation d'un système à double fréquences, isolant provisoirement les électrodes, permet d'améliorer la précision de mesure. L'étalonnage fréquence-teneur de fluide.

2.4 Conclusion

Le choix de la méthode de mesure est important. Il dépend de divers facteurs dont le plus marquant est la fréquence. La méthode la plus simple et que nous utiliserons pour nos applications est la méthode capacitive, et les méthodes diélectriques.

Chapitre 3 : Technique de mesure du capteur diélectrique et méthode de microfabrication

3.1 Capacité et Diélectriques

Un condensateur est un dispositif qui stocke une charge électrique. il varie en forme et en taille, mais la configuration de base est deux conducteurs porteurs de charges sont égales mais opposées (Figure 1.3). Les Capacités ont de nombreuses applications importantes dans l'électronique. Quelques exemples incluent le stockage d'énergie potentiel électrique, ce qui retarde les changements de tension lorsqu'il est couplé avec des résistances, filtrage des signaux de fréquence indésirables, formant des circuits résonnants et de faire dépendant de la fréquence et des diviseurs de tension indépendants lorsqu'il est combiné avec des résistances.

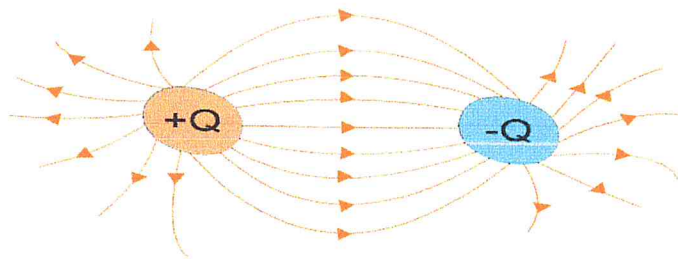


Figure 1.3 : La configuration de base d'un condensateur

3.2 Le condensateur

Un condensateur simple est constitué de deux armatures métallique séparées par un isolant d'épaisseur constant. L'isolant qui sépare les deux armatures est appelé le diélectrique. L'épaisseur du diélectrique est toujours très petite.

Le diélectrique peut être :

- Gazeux (air, fluide, etc...)
- Liquide (huile, électrolyte, etc...)
- Solide (papier, mica, etc...)

La relation qui définit la capacité : $C = \epsilon_0 \epsilon_r \frac{A}{d}$

- C : la capacité de condensateur
- $\epsilon_0 = 8.854 * 10^{-12} \left[\frac{F}{m} \right]$ la permittivité du vide.
- ϵ_r : la permittivité relative.
- A la surface des armatures.
- d la distance entre l'armature.

Dans l'état non chargé, la charge sur l'un des conducteurs dans le condensateur est nulle.

Au cours du processus de chargement, une charge Q est déplacée d'un conducteur à l'autre, donnant un conducteur une charge $+Q$, et l'autre une charge $-Q$. Une différence de potentiel ΔV est créée, avec le conducteur chargé positivement à un potentiel plus élevé que le conducteur chargé négativement. Notez que si chargé ou non, la charge nette sur le condensateur dans son ensemble est égale à zéro.

L'exemple le plus simple d'un condensateur est constitué de deux plaques conductrices de surface, qui sont parallèles les unes aux autres et séparées par une distance d , comme représenté sur la figure 2.3.

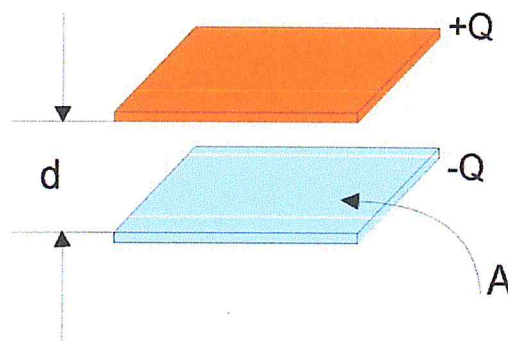


Figure 2.3 : Un condensateur à plaques parallèles

Les expériences montrent que la quantité de charge Q stockée dans un condensateur est linéairement proportionnelle à ΔV la différence de potentiel électrique entre les plaques. Ainsi, nous pouvons écrire :

$$Q = C |\Delta V| \quad (3.1)$$

Où C est une constante de proportionnalité appelée capacité positive. Physiquement, la capacité est une mesure de la capacité de stockage de charge électrique à un potentiel donné différence ΔV . L'unité SI de capacité est le farad (F): $1 \text{ F} = 1 \text{ farad} = 1 \text{ coulomb/volts} = 1 \text{ C/V}$:

- Le microfarad : $1 \mu\text{F} = 10^{-6} \text{ F}$
- Le nanofarad : $1 \text{ nF} = 10^{-9} \text{ F}$
- Le picofarad : $1 \text{ pF} = 10^{-12} \text{ F}$

La figure 3.3 (a) représente le symbole utilisé pour représenter les condensateurs dans des circuits. Pour un condensateur polarisé fixe qui a une polarité déterminée, la figure 3.3 (b) est parfois utilisée.

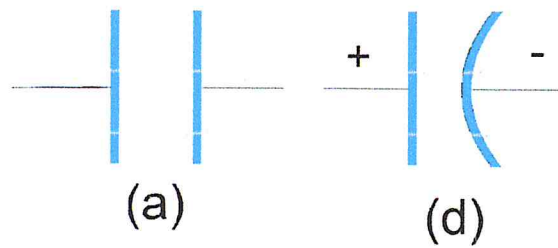


Figure 3.3 : les symboles de condensateur

3.3 Diélectrique

Dans de nombreux condensateurs il existe un matériau isolant tel que du papier ou une matière plastique entre les assiettes. Un tel matériau, appelé un diélectrique, peut être utilisé pour maintenir une séparation physique de les assiettes. Depuis diélectriques répartition moins facilement que l'air, les fuites de charge peut être minimisé, en particulier lorsque la haute tension est appliquée.

Expérimentalement, on a constaté que la capacité C augmente lorsque l'espace entre les conducteurs est rempli de diélectriques. Pour voir comment cela se passe, supposons qu'un condensateur a une capacité quand il n'y a pas de matériau entre les plaques. Lorsqu'un matériau diélectrique est inséré pour remplir complètement l'espace entre les plaques, la capacité augmente à :

$$C = k_e C \quad (3.2)$$

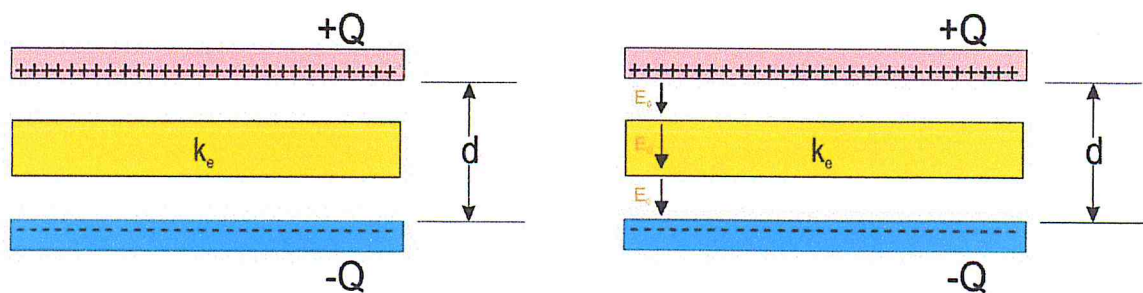


Figure 4.3 : (a) condensateur avec un diélectrique. (B) Le champ électrique entre les plaques

3.4.1 La polarisation diélectrique

Un matériau diélectrique, et grâce à ses dipôles, est capables de stocker l'énergie électrique lorsqu'un champ électrique externe lui est appliqué; ce phénomène s'appelle: polarisation. L'estimation de cette grandeur physique est calculée en comptant le nombre de moments dipolaires par unité de volume. La polarisation désigne l'aptitude du diélectrique à se

laisser influencer par le champ électrique en déplaçant ses barycentres de charges positives et négatives. E_{ext} Soit un champ électrique uniforme appliqué sur un échantillon de forme ellipsoïdale. Ce champ produit une polarisation uniforme :

$$\vec{P} = \varepsilon_0 \cdot \chi \cdot \vec{E}_{ext} \quad (3.3)$$

Dans l'équation (3.3), χ désigne la susceptibilité diélectrique. Cette polarisation est en fait le résultat de la contribution de plusieurs mécanismes coexistant qu'on va aborder au cours de ce chapitre.

3.4.2 La polarisation électronique

Lorsque la matière est au repos (pas d'excitation), le nuage électronique est théoriquement centré autour du noyau de l'atome. Ce nuage commence à dévier de sa position d'équilibre sous l'effet d'un champ électrique externe. Cette déviation est fonction de l'intensité du champ appliqué et des forces d'attractions entre les charges positives du noyau et celles négatives dans le nuage.

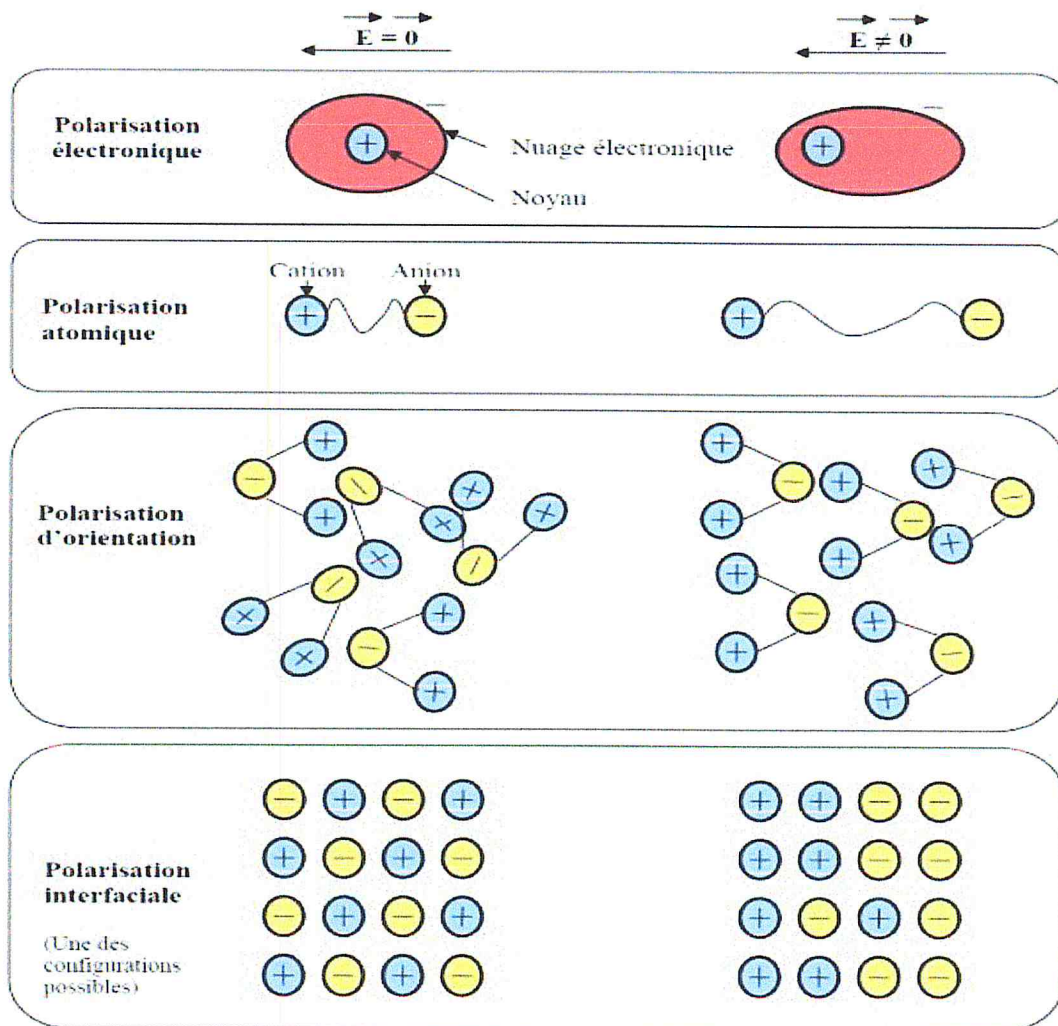


Figure 5.3 : les différents types de polarisation [61].

Chacun de ces mécanismes de polarisation peut être associée une constante de temps traduisant le temps de réponse à l'alignement des dipôles. Ainsi, l'absorption d'énergie liée à un mécanisme particulier de polarisation, varie en fonction de la fréquence dorénavant du champ électrique appliqué. Autour d'une certaine fréquence spécifique au type de polarisation considéré, le milieu absorbe le maximum de l'énergie électrique de l'excitation et la restitue généralement sous forme de chaleur (pertes par frottements). On parle alors de phénomène de relaxation.

3.5 Mécanismes de la relaxation

Une relaxation peut être détectée en observant le comportement de la partie réelle ϵ' et de la partie imaginaire ϵ'' de la permittivité complexe en fonction de la fréquence. Elle se manifeste par une augmentation de la partie imaginaire, traduisant des pertes plus importantes ainsi qu'une réduction de la partie réelle.

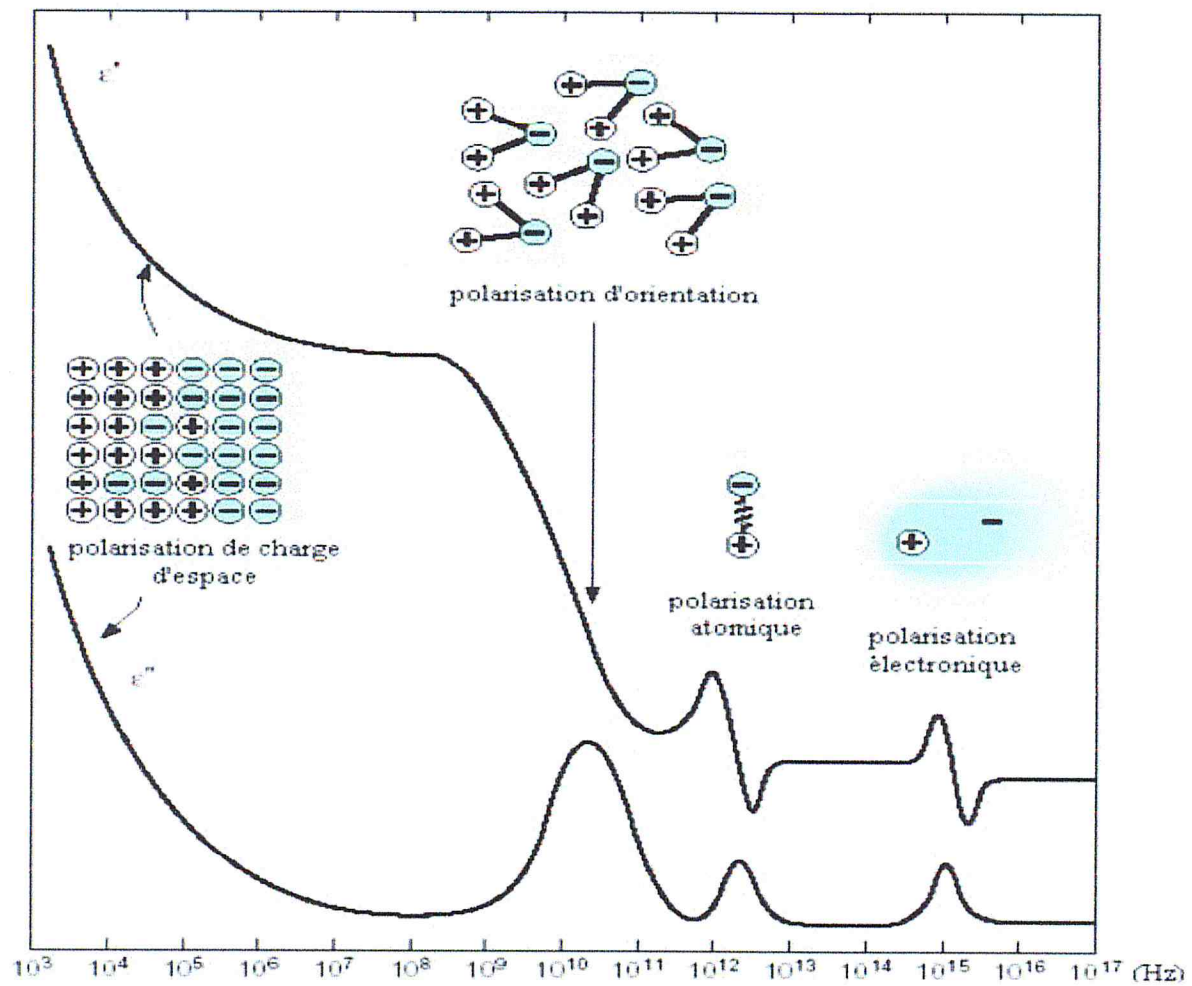


Figure 6.3 : Variation de la partie réelle ϵ' et imaginaire ϵ'' de la permittivité en fonction de la fréquence [61].

3.6 Susceptibilité

Comme un diélectrique est assimilable à la superposition d'une distribution volumique de densité et d'une distribution surfacique de charges dans un milieu, on définit alors le vecteur induction électrique D par la relation :

$$\vec{D} = \epsilon_0 \vec{E} + \vec{P} \quad (3.4)$$

Le vecteur D est parfois aussi appelé vecteur excitation ou déplacement électrique dans le vide, ou la polarisation est nulle :

$$\vec{D} = \epsilon_0 \vec{E} \quad (3.5)$$

Le vecteur de polarisation $\vec{P}$ n'est pas indépendant du champ $\vec{E}$ à l'intérieur du milieu. Dans de très nombreux matériaux, dits linéaires et isotropes, l'expérience montre que $\vec{P}$ est colinéaire et proportionnel à $\vec{E}$.

$$\vec{P} = \chi \vec{E} = \varepsilon_0 \chi_r \vec{E} \quad (3.6)$$

$$\chi = \varepsilon_0 \chi_r \quad (3.7)$$

χ et χ_r sont respectivement les susceptibilités absolue et relative du milieu. Le vecteur induction et polarisation s'écrivent alors

$$D = \varepsilon_0 (1 + \chi_r) E \quad (3.8)$$

Et
$$P = (\varepsilon - \varepsilon_0) E \quad (3.9)$$

3.7 Permittivité

La permittivité, plus précisément permittivité diélectrique, est une propriété physique qui décrit la réponse d'un milieu donné à un champ électrique appliqué.

C'est une propriété macroscopique, essentielle de l'électrostatique, ainsi que de l'électrodynamique des milieux continus. Elle intervient dans de nombreux domaines, notamment dans l'étude de la propagation des ondes électromagnétiques, et en particulier la lumière visible et les ondes utilisées en radiodiffusion.

En électromagnétisme, le champ d'induction électrique $\vec{D}$ représente la façon dont le champ électrique $\vec{E}$ influe sur l'organisation des charges électriques dans un matériau donné, notamment le déplacement des charges (d'où la notation $\vec{D}$) et la réorientation des dipôles électriques.

3.7.1 Dans un milieu linéaire, homogène et isotrope

La relation des champs électrique et d'induction à la permittivité, dans le très simple cas d'un matériau linéaire, homogène, isotrope, et avec réponse instantanée aux changements du champ électrique, est :

$$\vec{D} = \varepsilon \vec{E} \quad (3.10)$$

Où ε désigne la permittivité sous forme scalaire.

3.7.2 Dans un milieu plus complexe

- Si le matériau n'est pas isotrope, la permittivité est un tenseur de 3 rang, c'est-à-dire une matrice $[\epsilon]$. Dans ce cas le champ de vecteur $\vec{D}$ n'est pas colinéaire à $\vec{E}$.
- Si le matériau n'est pas homogène, les coefficients ϵ_{ij} de la matrice $[\epsilon]$ dépendent des coordonnées de l'espace x, y, z .
- Si le matériau n'est pas à réponse instantanée (ces derniers milieux sont dits « parfaits »), les coefficients ϵ_{ij} de la matrice $[\epsilon]$ dépendent des coordonnées de temps t ou de fréquence ω .
- Si le matériau n'est pas linéaire, la relation précédente $\vec{D} = \epsilon \vec{E}$ n'est plus valable.

D'une manière générale, la permittivité n'est pas une constante : elle varie suivant la position dans le matériau, la fréquence du champ appliqué, l'humidité, la température, et d'autres paramètres. Dans un matériau non linéaire, la permittivité peut dépendre de la force du champ électrique.

De plus, la permittivité en fonction de la fréquence des champs électriques et d'induction peut prendre des valeurs réelles ou complexes.

3.7.3 Permittivité relative

Un diélectrique est caractérisé par sa permittivité relative ou constante diélectrique ϵ_r . Dans le cas d'un diélectrique parfait, ϵ_r est le quotient de la capacité C_x entre deux électrodes, supposées noyées dans ce diélectrique, par la capacité C_v de la même configuration d'électrodes dans le vide:

$$\epsilon_r = \frac{C_x}{C_v} \quad (3.11)$$

3.7.4 Permittivité absolue

La permittivité d'un milieu peut aussi être exprimée par une quantité adimensionnelle : la permittivité relative ou « constante diélectrique », normalisée par rapport à un milieu de référence :

$$\epsilon = \epsilon_0 \times \epsilon_r \quad (3.12)$$

Avec :

- ε la permittivité.
- ε_0 la permittivité d'un milieu de référence (du vide).
- ε_r la permittivité relative.

Le vide est choisi comme milieu de référence, car il est linéaire, homogène, isotopique, et avec réponse instantanée, et car avec ces propriétés, la permittivité du vide devient une constante: $\varepsilon_0 = 8,854\,187 \times 10^{-12} \text{ F} \cdot \text{m}^{-1}$

La permittivité absolue définit la possibilité d'être traversé par un courant électrique, sous l'action du champ électrique. Ceci résulte de diverses contributions de déplacements des charges : déplacement des électrons, déplacements des atomes et des ions, orientation des dipôles électriques et déplacement des charges d'espace. En effet, la densité de courant traversant ce diélectrique en présence d'un champ électrique sinusoïdal est [41,42] :

$$j(t) = \sigma E(t) + \frac{\partial D(t)}{\partial t} \quad (3.13)$$

En passant par la transformé de Fourier, on aura :

$$j(\omega) = \sigma E(\omega) + j\omega D(\omega) \quad (3.14)$$

$$j(\omega) = [\sigma + j\omega\varepsilon_0(1 + \chi'(\omega) - j\chi''(\omega))]E(\omega) \quad (3.15)$$

ou encore

$$j(\omega) = [\sigma_c + \omega\varepsilon''(\omega) + j\omega\varepsilon'(\omega)]E(\omega) \quad (3.16)$$

Où

$$\varepsilon_0(1 + \chi'(\omega) - j\chi''(\omega)) = \varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega) = \varepsilon^*(\omega) \quad (3.17)$$

χ' et χ'' sont les composantes réelle et imaginaire de la susceptibilité électrique χ du milieu. ε' et ε'' sont les composantes réelle et imaginaire de la permittivité électrique complexe ε du milieu. Cette permittivité complexe tient compte de dissipation d'énergie, des pertes par absorption et par diffusion.

3.7.5 Permittivité relative complexe

On définit également une permittivité complexe relative :

$$\varepsilon_r^* = \varepsilon_r' - j\varepsilon_r'' \quad (3.18)$$

Où ε_r' joue le rôle qu'avait ε_r dans le cas des isolants parfaits. La permittivité complexe absolue est, de la même manière, égale au produit de la permittivité complexe relative par ε_0 . La composante en phase que présente J avec E est à l'origine des pertes diélectriques ; elle représente la dissipation d'une puissance dans le diélectrique. Ces pertes sont dues au travail nécessaire à l'établissement de la polarisation et à la conduction ohmique résiduelle σ_c du diélectrique [43, 44].

3.8 Facteur de dissipation diélectrique

Le facteur de dissipation diélectrique est égal au quotient $\frac{\varepsilon_r''}{\varepsilon_r'}$.

Ce quotient est appelé aussi tangente de l'angle de perte ou $\tan(\delta)$; δ est l'angle complémentaire du déphasage entre la tension appliquée au diélectrique et le courant qui en résulte ($\tan(\delta) = \frac{\varepsilon_r''}{\varepsilon_r'}$). En pratique, il n'est pas possible de s'affranchir des pertes par conduction [45].

Dans ce cas

$$\tan \delta = \frac{\varepsilon_r''(\omega) + \left(\frac{\sigma_c}{\omega \varepsilon_0}\right)}{\varepsilon_r'} \quad (3.19)$$

3.9 Relation entre la permittivité et la susceptibilité diélectrique

Par définition

$$\vec{D} = \varepsilon \cdot \vec{E}_{ext} \quad (3.20)$$

Et comme :

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \vec{E}_{ext} + \vec{P} \quad (3.21)$$

En remplaçant le vecteur de polarisation par son expression donnée par l'équation (3.3), on trouve:

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \vec{E}_{ext} + \varepsilon_0 \cdot \chi \cdot \vec{E}_{ext} \quad (3.22)$$

Ou encore :

$$\vec{D} = \varepsilon_0 (1 + \chi) \vec{E}_{ext} \quad (3.23)$$

On déduit l'expression de :

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \cdot (1 + \chi) \quad (3.24)$$

Le rapport entre et définit la permittivité diélectrique relative :

$$\varepsilon_r = 1 + \chi \quad (3.25)$$

3.9 Clausius-Mossotti

Clausius-Mossotti approximation, qui a été introduit par Ottaviano Fabrizio Mossotti en 1846, est maintenant l'un des modèles utilisés pour décrire la conductivité ou de la sensibilité effective des mélanges et les matériaux contenant plusieurs phases [46]. Les problèmes de la sensibilité efficace et conductivité des échantillons non homogènes sont identiques du point de vue de la mathématique approche. Il est facile de voir pourquoi il en est ainsi. L'inductance magnétique $B(r)=H(r)+4\pi M(r)$ (H et M sont le champ magnétique et l'aimantation, de manière correspondante) est liée au champ magnétique par l'équation suivante :

$$B(r) = (1 + 4\pi\chi)H(r) \quad (3.26)$$

Où χ est la susceptibilité.

$$\frac{\varepsilon - 1}{4\pi} E = \sum_k N_k \left[\alpha_k (E_i)_k + \frac{\mu_k^2}{3kT} (E_d)_k \right] \quad (3.27)$$

Ceci est l'équation fondamentale est le point de départ pour l'expression E_i et E_d en tant que fonctions du champ E Maxwell et ε constante diélectrique.

Pour un système non polaire de l'équation fondamentale de la permittivité diélectrique (3,27) est simplifiée à :

$$\frac{\varepsilon - 1}{4\pi} E = \sum_k N_k \alpha_k (E_i)_k \quad (3.28)$$

Dans ce cas, seul le rapport entre le champ interne et du champ de Maxwell doit être déterminée. Laissez-nous utiliser l'approche de Lorentz dans ce cas. Il a calculé le champ interne dans la matière homogène polarisée comme le champ dans une cavité sphérique virtuelle.

Le champ dans une telle cavité est différent du champ dans une cavité réelle, donné par (3,29), car dans ce dernier cas, la polarisation se règle automatiquement à la présence de la cavité. Par conséquent, la polarisation dans l'environnement d'une cavité réelle est non

homogène, tandis que la polarisation dans l'environnement d'une cavité virtuelle reste homogène :

$$E_c = \frac{3\varepsilon}{2\varepsilon + 1} E_0 \quad (3.29)$$

Le champ dans une cavité sphérique virtuelle, que nous appelons le champ de Lorentz E_L , est la somme de :

- 1- le champ E Maxwell causée par les charges extérieures, et par les charges apparentes sur la surface extérieure du diélectrique.
- 2- le champ E_{SPH} induit par les charges apparentes sur la frontière de la cavité (voir Fig11.2).

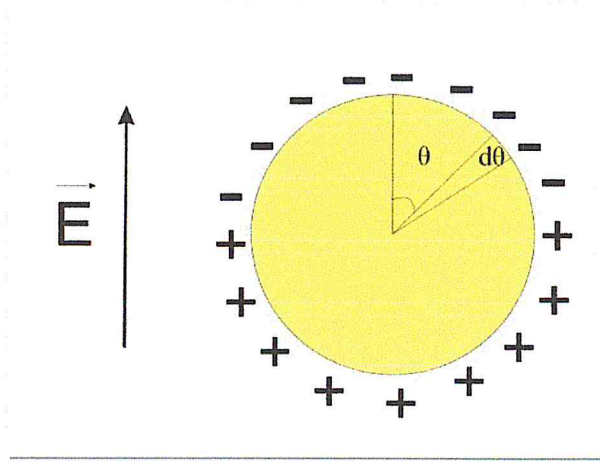


Figure 7.3 : le champ E_{soh} induit les charges

Le champ E_{SPH} est calculé en divisant la limite dans infinitésimales anneaux perpendiculaires à la direction du champ. La densité de charge de surface apparente sur les anneaux est $-P \cos \theta$, leur surface est $2\pi r^2 \sin \theta d\theta$ de sorte que la charge totale sur chaque montant d'anneau à :

$$de = -2\pi r^2 \sin \theta d\theta P \cos \theta \quad (3.30)$$

D'après la loi de Coulomb, un élément chargé de la composante de champ dans la direction du champ externe, donné par:

$$dE = \frac{de}{r^2} \cos \theta \quad (3.31)$$

Chapitre 3: Technique de mesures de capteur diélectrique Et méthode de Microfabrication

La combinaison (3.30) et (3.31), on trouve pour le composant de E_{SPH} dans la direction du champ extérieur :

$$E_{sph} = P \int_0^\pi 2\pi r^2 \sin \theta \cos^2 \theta d\theta = \frac{4\pi}{3} P \quad (3.32)$$

Pour les raisons de symétrie, les autres composantes de E_{SPH} sont nulles, et nous avons avec $EL = E + E_{SPH}$:

$$E_L = \frac{\varepsilon + 2}{3} E \quad (3.33)$$

Ceci est l'équation de Lorentz pour le champ interne.

Substituant (3.23) dans (3.19), nous trouvons :

$$\frac{\varepsilon - 1}{\varepsilon + 2} = \frac{4\pi}{3} \sum_k N_k \alpha_k \quad (3.34)$$

Cette relation est généralement appelée l'équation de Clausius-Mossotti.

Pour un composé pur, il se réduit à :

$$\frac{\varepsilon - 1}{\varepsilon + 2} = \frac{4\pi}{3} N \alpha \quad (3.35)$$

A partir de l'équation de Clausius-Mossotti pour un composé pur, il en résulte qu'il est utile de définir une polarisation molaire [P] :

$$[P] = \frac{\varepsilon - 1}{\varepsilon + 2} \frac{M}{d} \quad (3.36)$$

où d est la densité et M est la masse moléculaire. Lorsque l'équation de Clausius-Mossotti est valide [P] est une constante pour une substance donnée :

$$[P] = \frac{4\pi}{3} N_A \alpha \quad (3.37)$$

L'équation de Clausius-Mossotti peut également être utilisée pour des systèmes polaires dans des champs alternatifs à haute fréquence :

$$\frac{\varepsilon_{\infty} - 1}{\varepsilon_{\infty} + 2} = \frac{4\pi}{3} \sum_k N_k \alpha_k \quad (3.38)$$

Dans lequel ε_{∞} est la constante diélectrique à une fréquence à laquelle les dipôles permanents (à savoir la polarisation d'orientation) ne peuvent plus suivre les changements du champ, mais où la polarisation atomique et électronique sont encore les mêmes que dans les champs statiques.

Souvent, cette équation est utilisée pour des fréquences encore plus élevées, où la polarisation atomique peut aussi ne pas suivre les variations du champ. Si, conformément à la relation de Maxwell pour le constant diélectrique et l'indice de réfraction $\varepsilon_{\infty} = n^2$ il est possible d'écrire :

$$\frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} = \frac{4\pi}{3} \sum_k N_k \alpha_k^e \quad (3.39)$$

3.10 La microfluidique

3.10.1 Introduction

Le dispositif microfluidique est constitué d'un micro-canal en forme de I, avec des électrodes placées le long de son axe longitudinal [47]. Le dispositif est fabriqué par une technique qui permet la liaison entre un substrat où les électrodes de détection sont modelées et une couche PDMS intègre le microcanal.

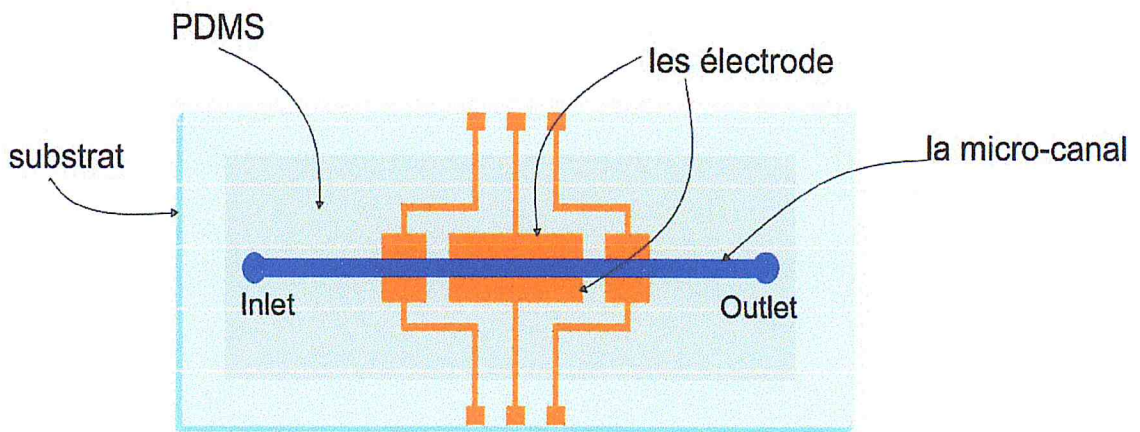


Figure 8.3 : Illustration du capteur microfluidique capacitif [47]

Le procédé de fabrication peut être divisé en trois étapes principales: l'impression des électrodes sur le substrat, la fabrication de microcanaux, et le processus de scellage final. La figure 9.3 illustre les étapes de la fabrication :

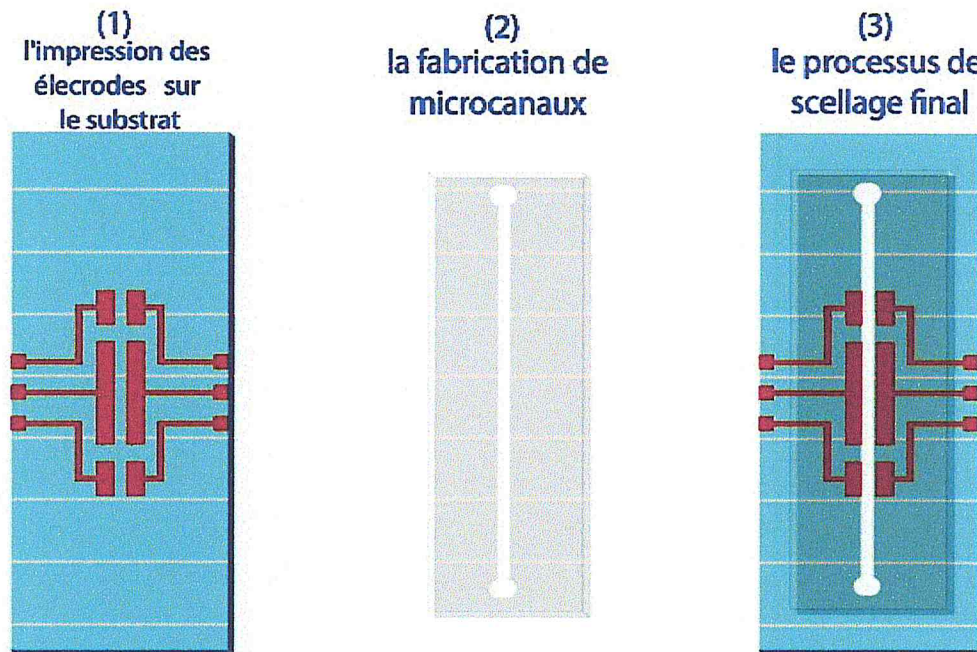


Figure 9.3 : Le procédé de fabrication [47]

3.10.2 L'impression des électrodes sur le substrat

L'impression des électrodes commence par une lame de verre de microscope un substrat, la Fig10.3 (a), sur lequel un tamis à mailles masque d'impression à motif est placée, la Fig10.3 (b), et une encre conductrice à l'argent (DuPont 5000) est sérigraphiée à travers le masque. Le masque d'écran a un compte de mailles 250 / pouce, et l'épaisseur de l'émulsion est de 20 μ m. Le substrat est ensuite cuit à 150 °C pendant environ 10 min, Fig3.3 (c), en pour évaporer le véhicule de l'encre et d'obtenir l'adhésion des électrodes.

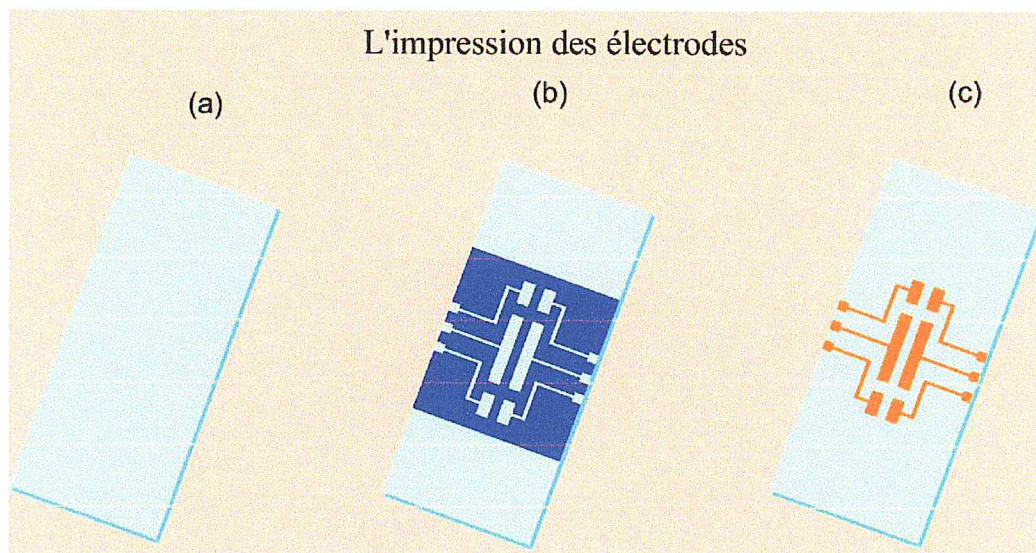


Figure 10.3 :L'impression des électrodes sur le substrat [55].

3.10.3 La fabrication de microcanaux

Pour la fabrication de microcanaux, un moule en relief avec la forme du microcanal est préparé sur une surface de silicium, la Fig.13.3 (a), à l'aide de résine photosensible dépôt et procédé de photolithographie norme [48-50]. Une couche de SU-8 comme résine photosensible est le premier spin-couché sur un substrat en silicium assurant une surface plane. La vitesse de rotation est réglée à 1800 rpm pendant 60 s pour obtenir une couche épaisse à $75\text{ }\mu\text{m}$ et la couche SU-8 est solidifiée par un processus de cuisson à $95\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 30 min. Un masque à haute résolution imprimée est ensuite placé sur le substrat revêtu, et puis exposée à la lumière UV. Au cours de l'exposition, excite la lumière UV la partie non masquée de la résine photosensible. Le substrat est ensuite développée dans un bain d'acétone en développement pour enlever le non impressionnés SU-8. Enfin, après un processus de rinçage à l'isopropanol, le substrat est placé sur une plaque chauffante pour vaporiser les liquides. À la fin de traiter un moule avec les résultats souhaités de la géométrie du canal la Fig10.3. Maintenant, le polymère PDMS est déposé sur le substrat en silicium et on cuit à $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant environ 2 heures, À ce stade, le PDMS devient un caoutchouc souple qui se détache du substrat obtention d'une couche avec un microcanal gravé, Fig11.3 (c) [48-50]. Dans la finale Procédé de scellement, la liaison entre le substrat avec des électrodes et la couche avec le microcanal est réalisée.

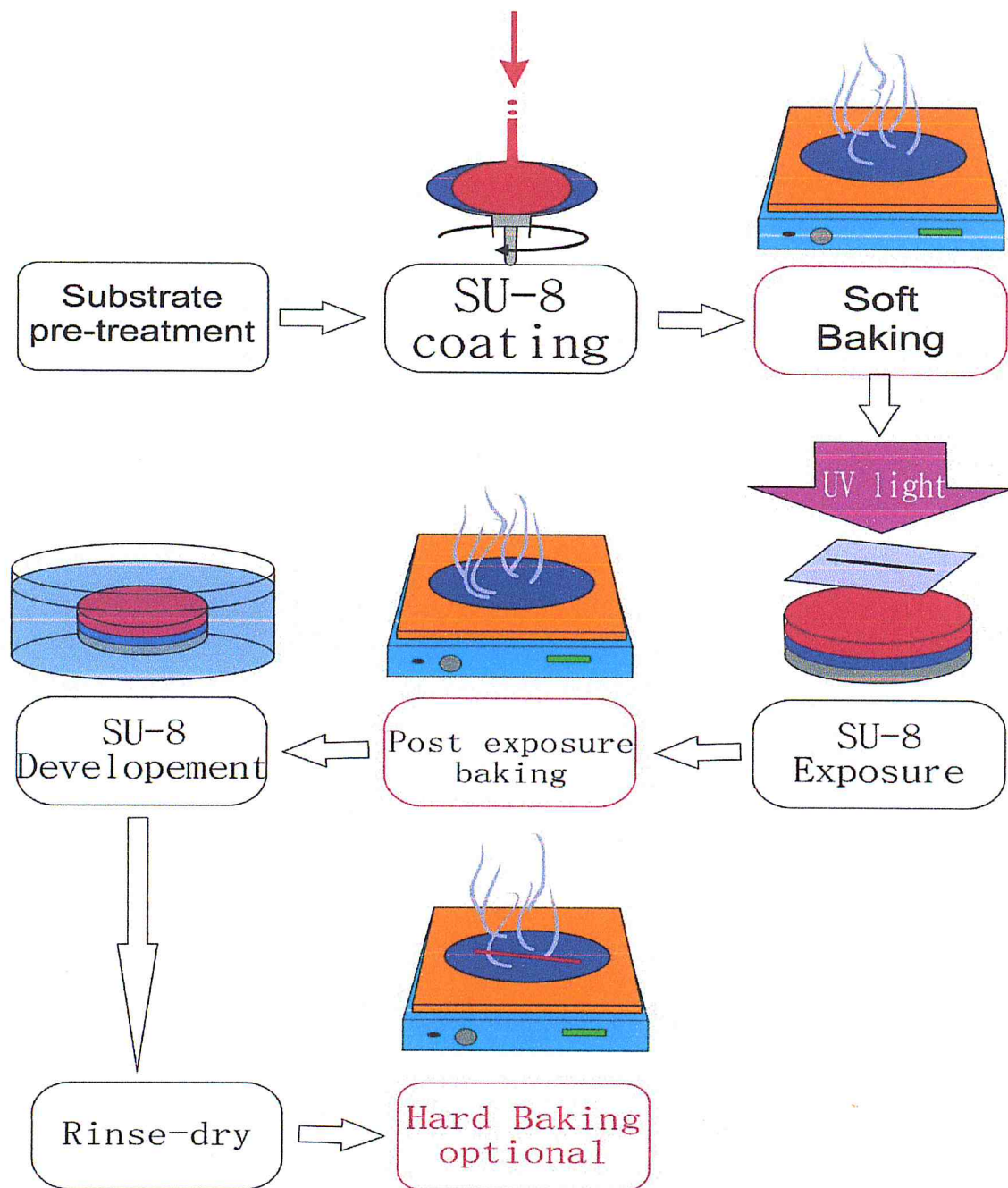


Figure 11.3 : Processus de déposition du SU-8 la mole de microcanal [53].

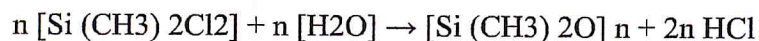
3.10.3.1 PDMS

PolyDiMethylSiloxane (PDMS) est un polymère de la base de silicium organique le plus largement utilisé, et est particulièrement connu pour ses rhéologique inhabituelle (ou flux) propriétés. Ses applications vont de lentilles de contact et des dispositifs médicaux à des élastomères, dans les shampoings (diméthicone rend les cheveux brillants et glissants), le calfeutrage, les huiles lubrifiantes et des tuiles résistant à la chaleur.

PDMS est optiquement clair, et est généralement considéré comme inerte, non toxique et non inflammable. Il a été attribué le numéro CAS 63148-62-9, et est parfois appelé diméthicone. Il est l'un de plusieurs types d'huile de silicone (siloxane polymérisé).

3.10.3.2 La formule chimique du PDMS

La formule chimique pour le PDMS est $(\text{H}_3\text{C})_3\text{SiO}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_n\text{Si}(\text{CH}_3)_3$, où n est le nombre de monomère se répétant de $[\text{SiO}(\text{CH}_3)_2]$ unités. la synthèse industrielle peut commencer à partir de diméthylchlorosilane et de l'eau par la réaction nette suivante:



Pendant la polymérisation, la réaction évolue du gaz de chlorure d'hydrogène potentiellement dangereux. Pour les utilisations médicales, un procédé a été développé dans lequel les atomes de chlore dans le silane précurseur ont été remplacés par des groupes acétate, de sorte que le produit de réaction du processus de durcissement final est non toxique de l'acide acétique (vinaigre) [51]. Comme effet secondaire, le processus de durcissement est également beaucoup plus lente dans ce cas. Ceci est la chimie utilisée dans les applications grand public, tels que mastic silicone et adhésifs.

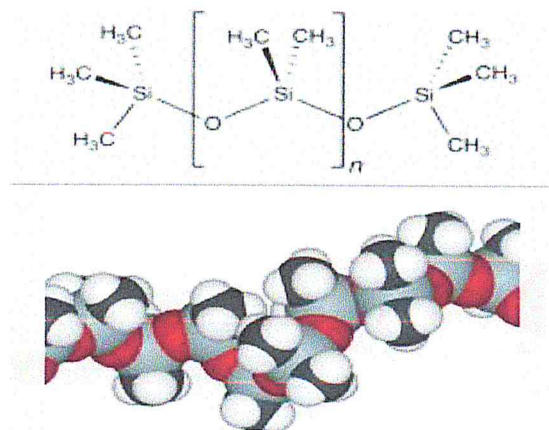


Figure 12.3 : la formule chimique Polydiméthylsiloxane [51].

3.10.3.3 Propriétés mécaniques du PDMS

PDMS est viscoélastique, ce qui signifie qu'au temps d'écoulement longs (ou des températures élevées), il agit comme un liquide visqueux, semblable à du miel. Cependant, à court temps d'écoulement (ou basses températures), il agit comme un solide élastique, semblable au caoutchouc. En d'autres termes, si vous laissez quelques PDMS sur une nuit de surface (longue durée d'écoulement), il coulera pour couvrir la surface et moule pour toutes les

imperfections de surface. Toutefois, si vous roulez les mêmes PDMS dans une sphère et jette sur la même surface (court temps d'écoulement), il va rebondir comme une balle en caoutchouc [52].

Bien que les propriétés viscoélastiques de PDMS peuvent être observés intuitivement en utilisant l'expérience simple décrite ci-dessus, ils peuvent être mesurés avec plus de précision en utilisant une analyse mécanique dynamique. Cela implique l'utilisation d'un instrument spécialisé pour déterminer les caractéristiques d'écoulement du matériau sur une large plage de températures, débits et des déformations. À cause de la stabilité chimique du PDMS, il est souvent utilisé comme fluide d'étalonnage pour ce type d'expérience [52].

Une mince PDMS couche est déposée par centrifugation sur le côté électrode du substrat de verre, de sorte que cette couche forme une surface plane et agit en tant qu'intermédiaire couche d'étanchéité pour la couche de PDMS superposé avec le microcanal. La couche intermédiaire est cuite à 70 °C pendant environ 10 min à durcir partiellement les PDMS et activer le processus d'étanchéité, Par la suite, la couche avec le microcanal est placée sur le dessus par processus manuel d'alignement, à l'aide du microscope. Finalement, l'empilement obtenu est cuit à 80 °C pendant environ 2 h à l'ultime processus d'étanchéité.

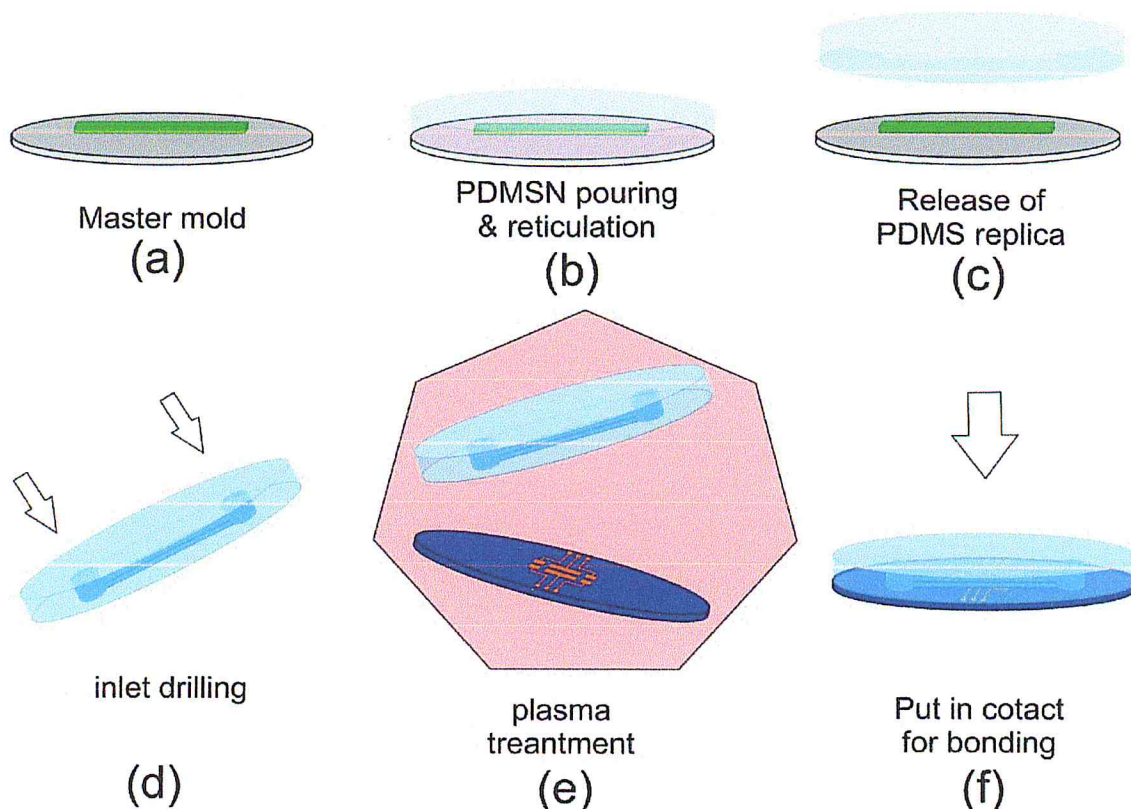


Figure 13.3 :Processus du PDMS [53].

3.10.3.4 Opération de collage des couches de PDMS avec le substrat

Pour fermer les canaux (ils sont à l'air libre après le démoulage), on colle le bloc de PDMS sur une lame de verre de microscope. Ce collage est réalisé par traitement plasma oxygène. Cette technique consiste à oxyder la surface du PDMS et du verre en utilisant un plasma d'oxygène. Lorsque deux faces oxydées sont mises en contact, une réaction de condensation se produit et il se forme des liaisons covalentes $Si - O - Si$ (voir Figure 6.3) [54]. Noter que ce procédé permet de coller aussi bien du PDMS sur du verre que des blocs de PDMS entre eux.

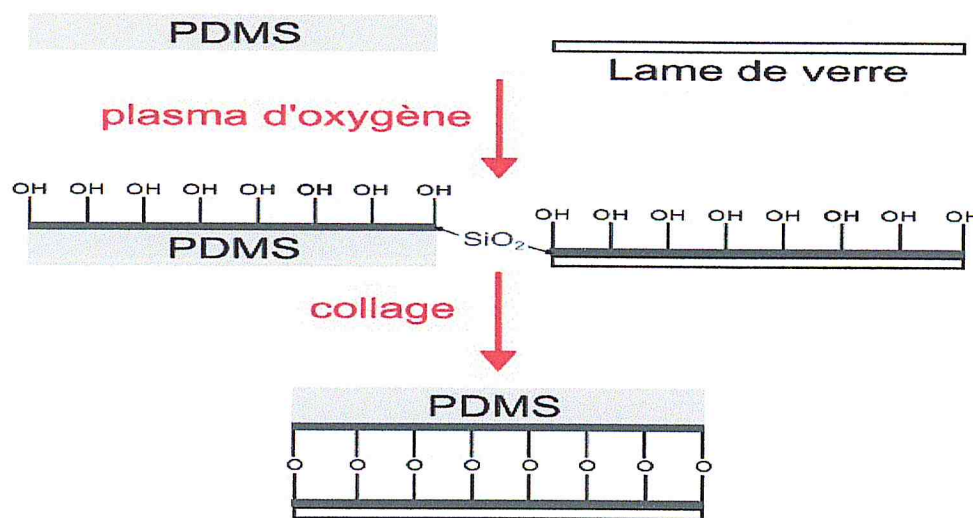


Figure 14.3 : Coller du PDMS sur substrat de verre [54].

Pour oxyder les surfaces, on dispose d'un « nettoyeur » à plasma d'oxygène. Avant de créer le plasma, on fait le vide puis on casse le vide en injectant du dioxygène. En effet l'air résiduel est susceptible de polluer les surfaces à coller. D'expérience, répéter trois fois cette opération permet de « nettoyer » suffisamment l'enceinte pour travailler dans de bonnes conditions : répéter encore cette opération exigerait du temps supplémentaire non négligeable pour un gain minime [54].

On remplit ensuite l'enceinte de dioxygène avec une pression de 300 mTorr et on crée le plasma en envoyant une onde radiofréquence (typiquement 12 MHz). On laisse le plasma agir pendant 20 secondes. On casse le vide et on met en contact les deux surfaces à coller le plus rapidement possible. On met à l'étuve pendant 2 à 3 minutes pour que les liaisons se forment bien. On teste ensuite si le collage est bon en appliquant un cisaillement sur le PDMS avec une pince [54].

Chapitre 4 :
Conception et modélisation
d'un capteur capacitif
dans un système
microfluidique

4.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous analysons et optimisons un capteur de capacité pour les canaux microfluidiques. Un grand nombre de réactions se produisent dans de telles puces dans la phase fluide dans des canaux miniatures fabriqués par lithographie processus. Mettre une configuration d'électrodes métalliques autour du canal contenant le fluide, on peut mesurer la capacité et donc la constante diélectrique du fluide [55]. La sensibilité de cette la mesure est néanmoins fortement dépendante de la géométrie du dispositif, que l'on cherche à optimiser grâce à des simulations dans COMSOL. En outre, pour modifier un paramètre géométrique dans un dispositif réel, doit passer par toute la séquence des étapes de fabrication, ce qui prend plusieurs jours et nécessite une chambre propre. Ainsi les études COMSOL offrent un avantage évident en termes de flexibilité, ainsi que l'exploration du modèle.

4.2 Le dispositif microfluidique

Le microcanal est de $250\mu\text{m}$ de large, $90\mu\text{m}$ de haut et 20mm de long, pour un volume total de $0,500\text{nL}$. On peut également observer que l'épaisseur de la couche d'étanchéité est de $75\mu\text{m}$ pour assurer le complet revêtement des électrodes et pour fournir la planéité de la surface d'étanchéité. Comme on peut le voir d'après la vue de dessus à Fig2.4, trois paires à les électrodes ont été imprimés séparés longitudinalement par un écart de $300\mu\text{m}$ où le microcanal est situé. La paire d'électrodes intérieure fonctionne comme un condensateur de détection tandis que les deux paires extérieures agissent comme sections gardaient [56]. Microcanal a été centré axialement dans le milieu des paires d'électrodes, de cette manière, il est placé dans le champ électrique du condensateur entre les électrodes, comme cela peut être observé à partir de la vue en coupe transversale de la Fig 2.4. En raison de la configuration plane des électrodes, les lignes de champ électrique dans la région de microcanaux ont une forme de forme courbe gauche à droite électrodes, comme dans la frange champ d'un condensateur à plaques parallèles.

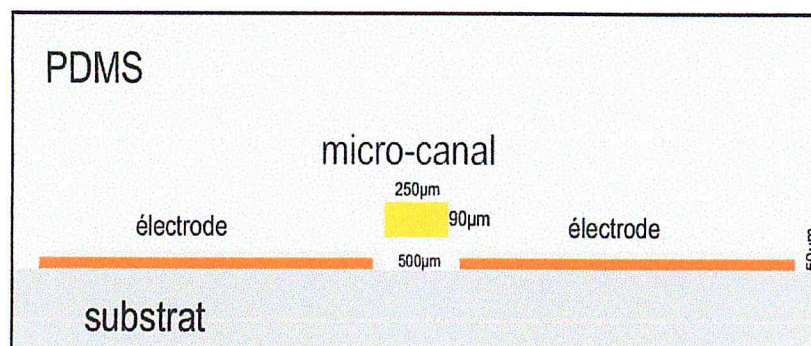


Figure 2.4 :la coupe transversale du dispositif.

Le comportement de la capacité du dispositif microfluidique obtenu a été prédit par des simulations 2D FEM, au moyen de Comsol Multiphysics, effectuée sur la section transversale de l'appareil. Dans les simulations FEM les propriétés électriques des différents matériaux ont été associés aux différentes régions dans la 2D section transversale agencement du dispositif microfluidique. En particulier $\epsilon_P = 2,6$, $\sigma_P = 0,2 \times 10^{-6} \text{ S / m}$ et $\epsilon_G = 6,4$, $\sigma_G = 2,6 \times 10^{-6} \text{ S / m}$ ont été utilisés pour la conductivité électrique et la constante diélectrique des PDMS et substrat de verre, respectivement. Une conductivité $\sigma_E = 6,28 \times 10^6 \text{ S / m}$ a été utilisé pour les électrodes, et l'air d'un diélectrique constant $\epsilon_A = 1$ on a supposé pour la région externe au dispositif microfluidique.

4.3 Principales de caractéristiques « COMSOL model »

- Module Electrostatique.
- Stationnaire, et l'étude deux dimensions.
- Paramètre de géométrie .
- Les constantes diélectriques obtenus à partir de la littérature.
- Capacité électrique calculée numériquement en utilisant COMSOL inbuilt. la Fonction C11.
- Capacité électrique du paramètre de balayage a été traité après.

4.3.1 Paramètres

Tableau 1.4 : les paramétré de simulation

Name	Expression	Value	Description
W	250[μm]	$2 \cdot 10^{-4} \text{ m}$	Largeur de canal
H	90[μm]	$7.5 \cdot 10^{-5} \text{ m}$	hauteur de canal
sep	500[μm]	$3 \cdot 10^{-4} \text{ m}$	séparation de l'électrode
T	50[μm]	$8 \cdot 10^{-5} \text{ m}$	Épaisseur de la couche isolante,
e	35[μm]	$2 \cdot 10^{-5} \text{ m}$	l'épaisseur de l'électrode
epi	1[1]	1	epsilon

4.3.2 Géométrie du microcapteur 2D

La figure 3.4 montre la coupe transversale du dispositif étant constitué par des électrodes planes sur une surface de verre, séparés par une faible distance. Une couche isolante de PDMS sépare le substrat de la forme rectangulaire microcanal qui est faite de la même matière. Le fluide circule à travers le canal rectangulaire, comme représenté sur la Fig 3.4.

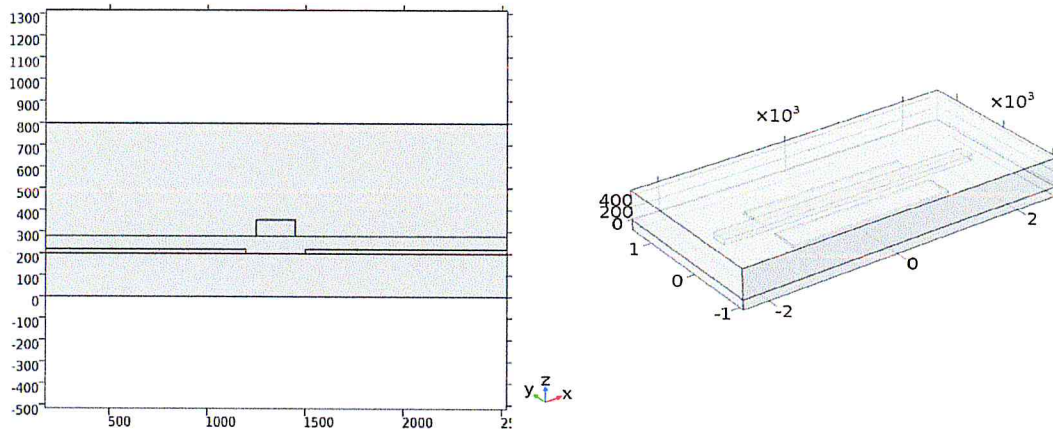


Figure 3.4 : model 2D et 3D du dispositif

4.3.4 Les matériaux

Les matériaux standards ont été choisis pour l'étude, comme la physique du capteur repose principalement sur la permittivité du matériau. Pratique constante diélectrique de 2,5 pour PDMS a été prise dans la littérature [57]. Nous avons supposé que le verre de quartz avec un minimum d'impuretés est utilisé comme substrat.

4.3.4.1 PDMS

donc sélectionne les deux domain (2et3) de PDMS

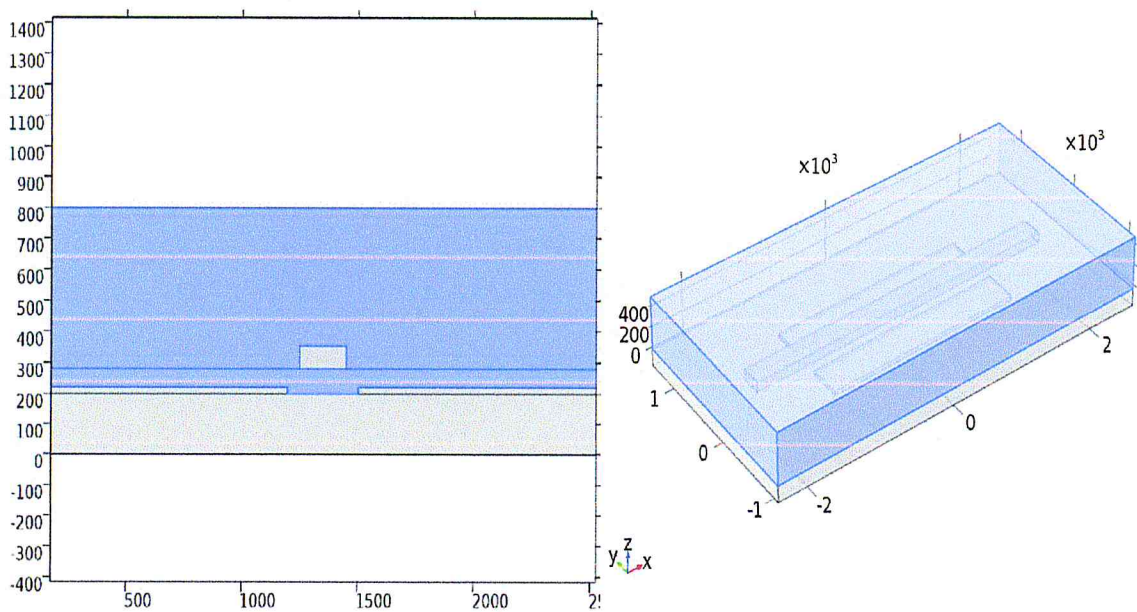


Figure 4.4 : Deux domain du PDMS

4.3.4.2 Glass (quartez)

Domain 1

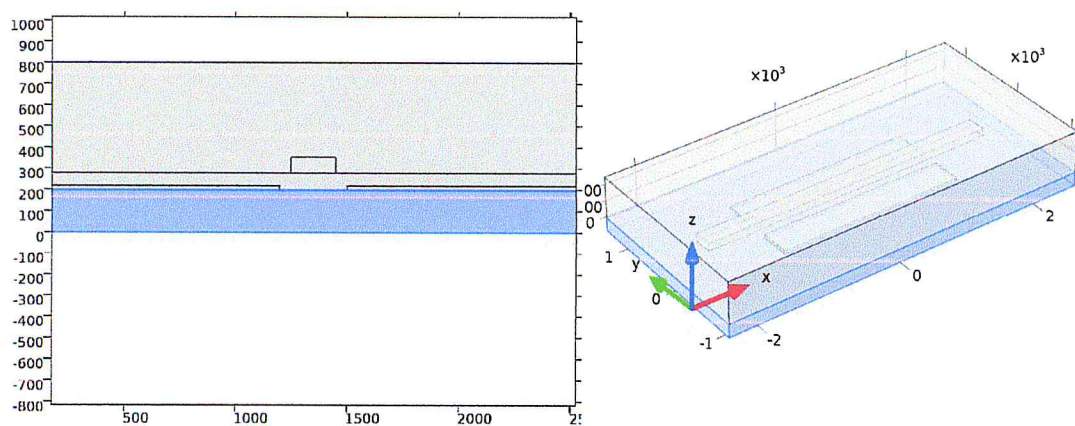


Figure 5.4 : domain du Glass

4.3.4.3 Silver (solide)

Domain 4 et 6

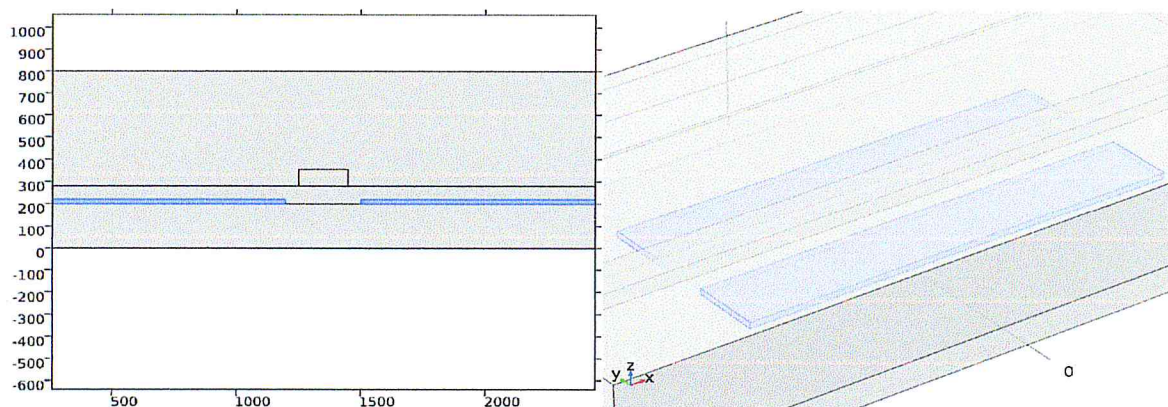


Figure 6.4 : les deux domen du Glass

4.3.4.4 Domain Fluide

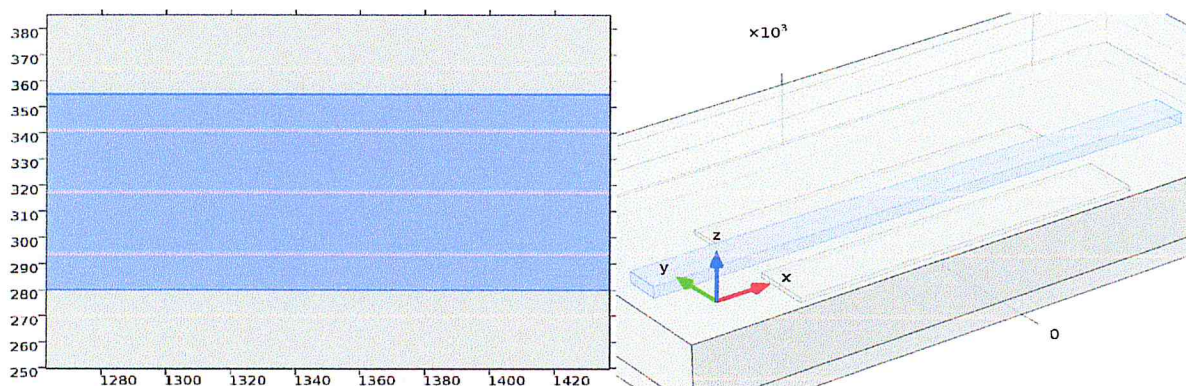


Figure 6.4 : Domain du fluide

4.3.5 La physique d'analyse du dispositif "Electrostatics"

Caractéristiques	Charge Conservation 1	Zero Charge 1	Ground 1	Terminal 1
Equation	$E = -\nabla V$ $\nabla \cdot (\epsilon_0 \epsilon_r E) = \rho_v$	$n \cdot D = 0$	$V = 0$	$V = V_0$

Tableau 2.4 : Caractéristique d'électrostatique

4.3.6 Maillage

Sous Comsol, le maillage peut se faire automatiquement, en conservant les paramètres de maillage enregistrés par défaut. Mais il est également possible d'imposer des critères sur les dimensions de ce dernier. Ici, les paramètres par défaut ont été conservés, mais il existe tout de même une contrainte : pour la stabilité de la solution numérique, Il faut donc faire attention, que lorsqu'on modifie la valeur la taille minimale des éléments la mémoire du calculateur ne sature pas. La mémoire disponible ne permettant pas un maillage très fin, on effectue un maillage intermédiaire représenté sur la Figure suivante :

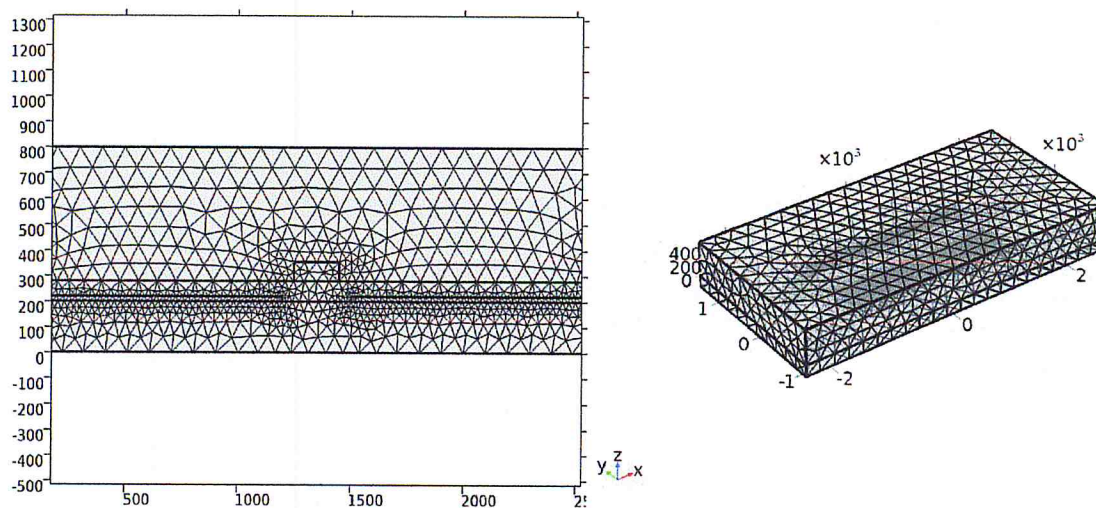


Figure 7.4 : Le maillage de dispositif.

4.3.7 Résultats et discussion

La constante diélectrique du fluide a été modifiée avec une géométrie fixe et un graphiques 2D en couleur est généré pour indiquer la distribution du potentiel électrique dans l'espace (Fig. 8.4.a). Pour avoir une meilleure idée du champ électrique la distribution des lignes de champ électrique sont également représentés dans la figure 8.4.b. Deux de ces images pour une configuration à un fluide constante diélectrique intermédiaire 50 sont représentés sur la figure 8.4. On notera que les lignes de champ sont perpendiculaires à la tension les contours et traversent à la fois le canal ainsi que les PDMS.

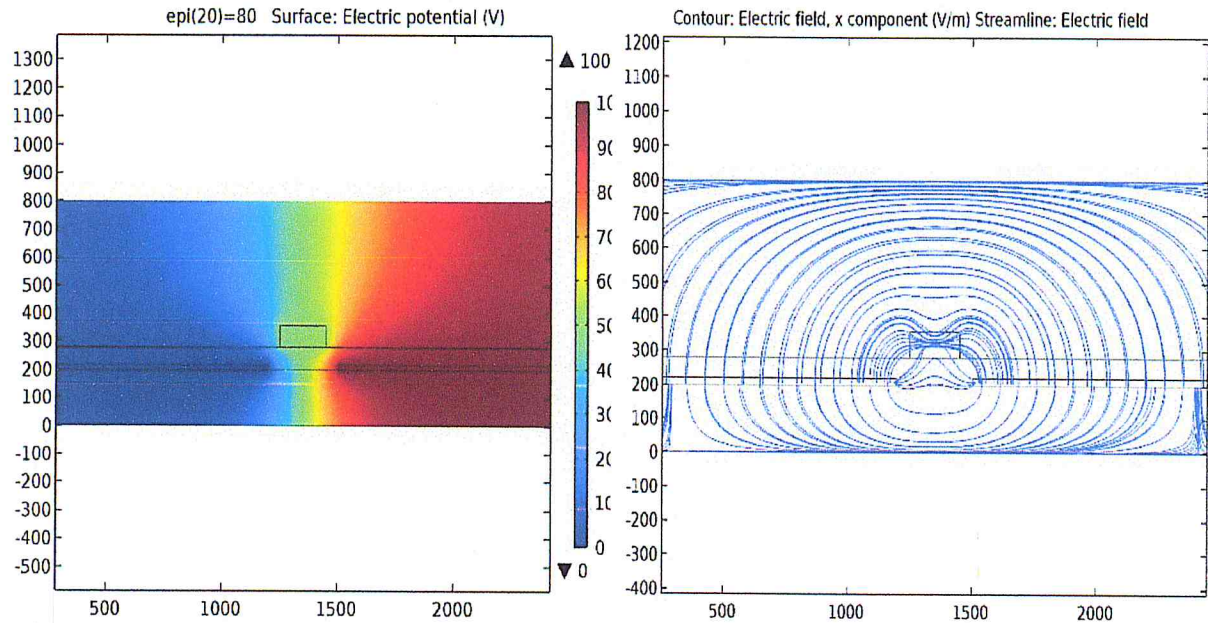


Figure 8.4 : Gauche: Tension graphique potentiel. Régions rouges et bleues correspondent à 100 V et 0V, respectivement droit les Lignes de champ électrique

La capacité inter-électrode du dispositif et du fluide dans le microcanal a été tracée en fonction de la constante diélectrique dans la figure 9.4 montre que cette capacité est une fonction non linéaire de la constante diélectrique avec une pente décroissante, ce qui implique que la sensibilité diminue à mesure que l'augmentation constante diélectrique.

Cet effet peut être mieux compris avec une approximation de la géométrie complexe à l'aide d'un modèle de capacité localisée comme le montre la figure 9.4. Le modèle du condensateur (*lumped*) nous aide aussi à corréler les résultats ultérieurs vus.

- Diélectrique variant à 1-80
- l'épaisseur du canal 75 μ m
- la Largeur de canal 200 μ m
- la séparation des électrodes 300 μ m

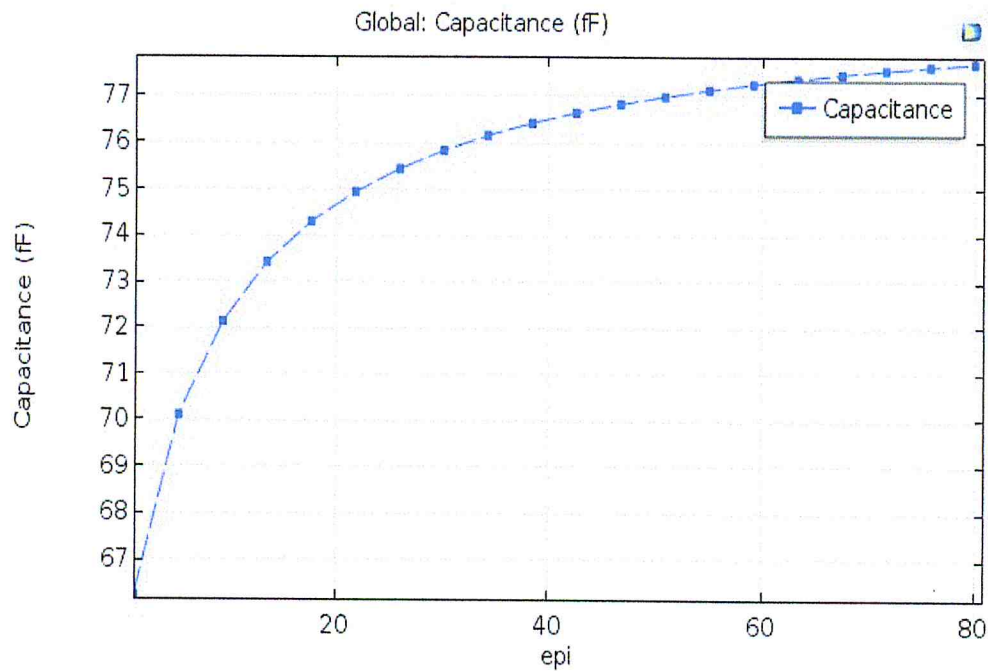


Figure 9.4 : La capacité en fonction de la variation diélectrique du fluide dans le canal

4.3.8 Effets des paramètres de la géométrie

- Diélectrique variant 1-80
- l'épaisseur du canal 25-200 μm par incréments de 25 μm
- la Largeur de canal 200 μm
- la séparation des électrodes 300 μm

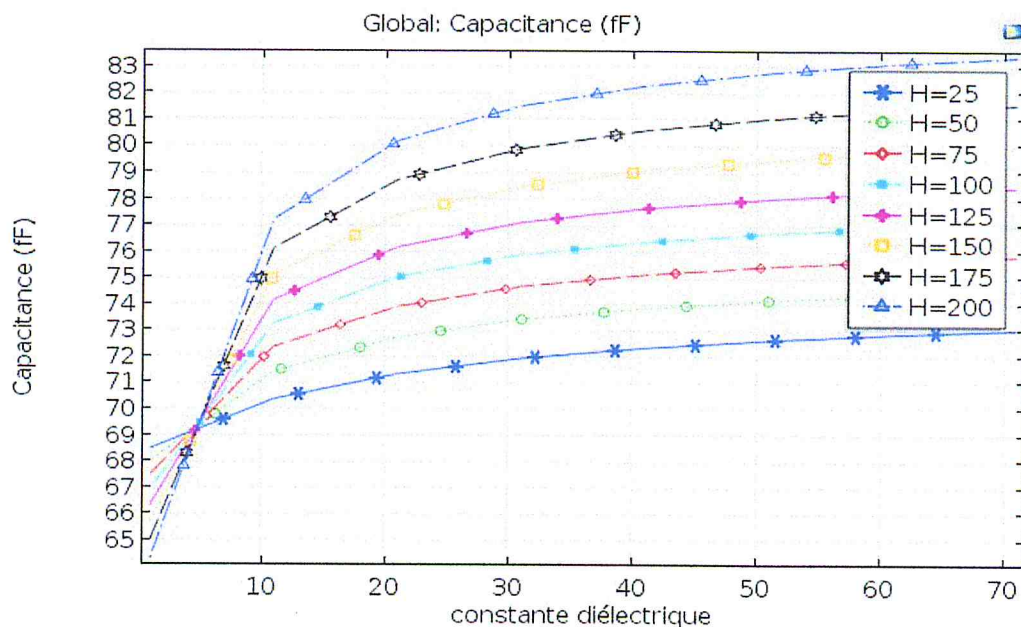


Figure 10.4 : la capacité en fonction de la variation L'épaisseur du canal

- Diélectrique variant 1-80
- l'épaisseur du canal 75 μm
- la Largeur de canal 200 μm
- la séparation des électrodes 300-600 μm par incréments de 50 μm

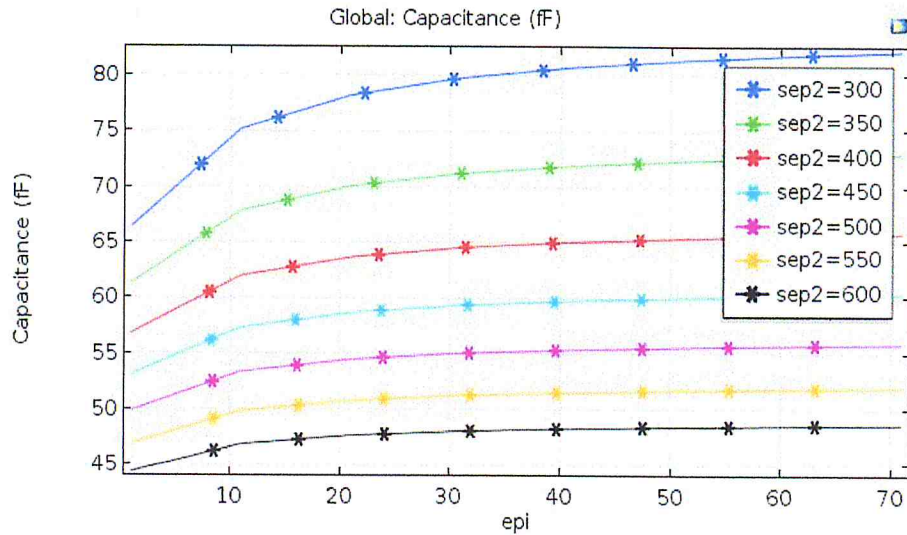


Figure 11.4 : La capacité en fonction de la variation diélectrique du fluide dans le microcanal en fonction de la variation de séparation inter-électrodes.

- Diélectrique variant 1-80
- l'épaisseur du canal 75 μm
- la Largeur de canal 100-400 μm par incréments de 50 μm
- la séparation des électrodes 300 μm

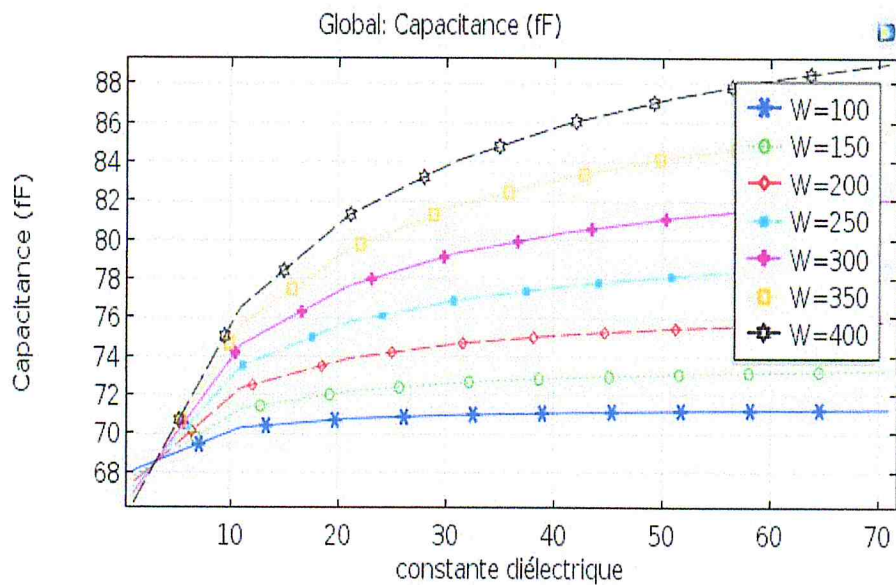


Figure 12.4 : La capacité en fonction de la variation diélectrique du fluide dans le canal avec variation la Largeur de canal.

Nous nous sommes basé sur le travail de Demori *etal* [55] et Satti *etal* [58] comme point de départ à notre approche de modélisation et afin de valider notre modèle. En effet, les résultats de simulation de Demori *etal* [55] et notre modèle sont pratiquement identique (figure 9.4).

4.4 Amélioration de la conception sur silicium

Afin de réduire le cout de réalisation du capteur capacitif, nous proposons dans ce qui suit une conception à base de circuit imprimé PCB (*Printed Circuit Board*).

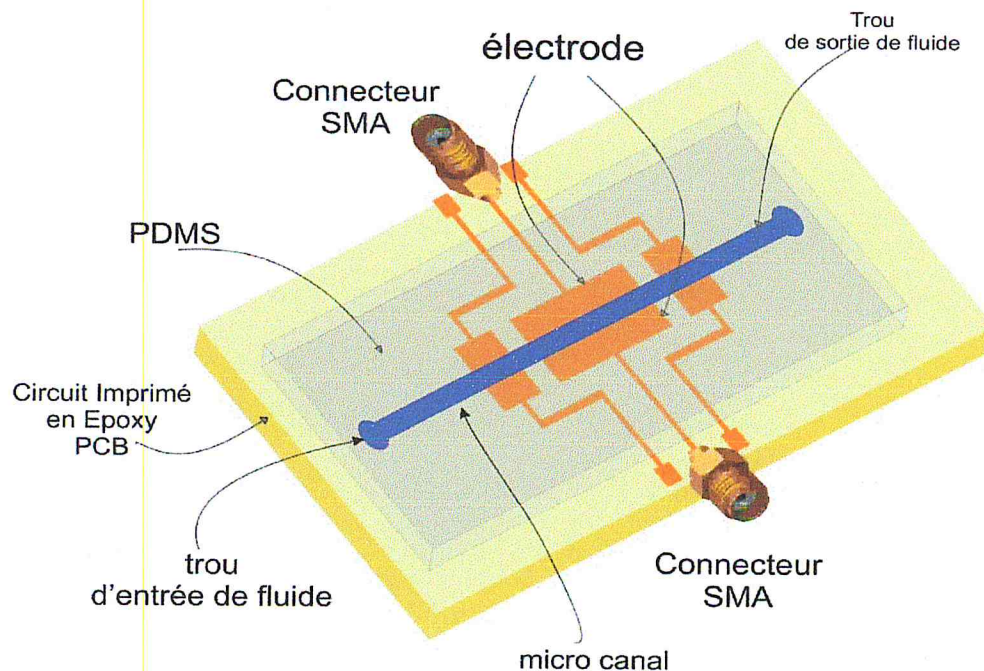


Figure 13.4 : Capteur capacitif en circuit imprimée

En effet c'est les pistes en cuivres du circuit imprimé qui vont servir d'électrode. Nous avons ainsi éliminé l'utilisation de plaquette de silicium relativement chère et les procédés d'évaporation sous vide, réduisant fortement les coûts de réalisation.

Les principales caractéristique de divers circuit imprimés du commerce sont indiqués dans le tableau suivant.

Material Trade name	Composition	Dielectric constant (ϵ_r) @ 1.0GHz	Dielectric constant (ϵ_r) @ 10.0GHz	Loss tangent @ 1.0GHz	Loss tangent @ 10.0GHz	Glass Transition temperature Tg (C°)
FR4	Epoxy resin/glass fiber	4.2-4.6	4.2-4.6	0.02	0.04	140 (180 for high Tg variant)

Tableau 2.4 : caractéristique de PCB

Le flot de conception proposé est le suivant :

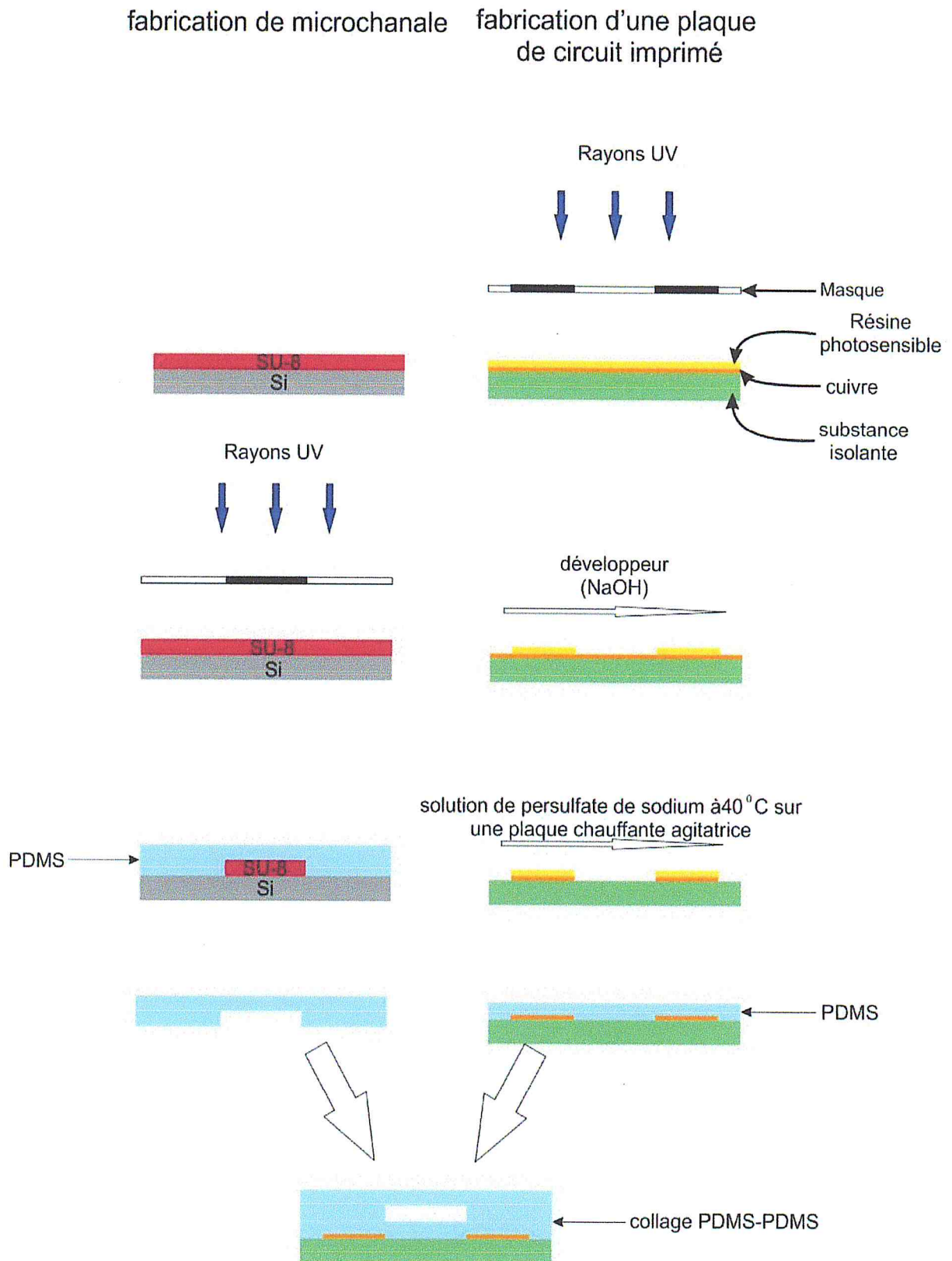


Figure 14.4 : flot de conception de microcapteur

4.4.1 Résultats de simulation de PCB

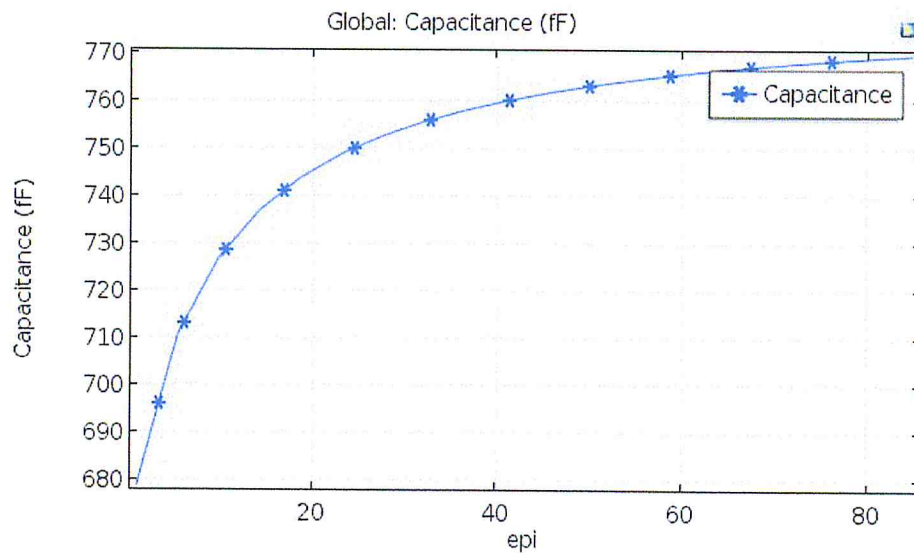
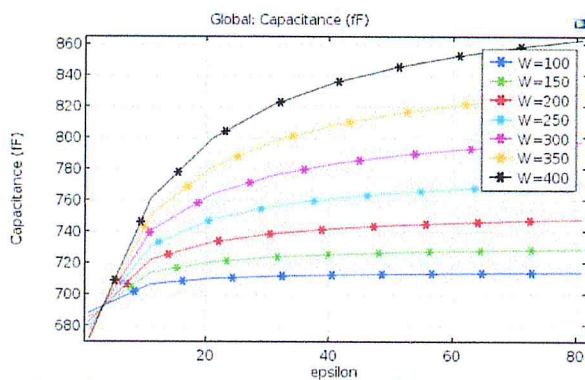


Figure 15.4 : La capacité en fonction de la variation diélectrique

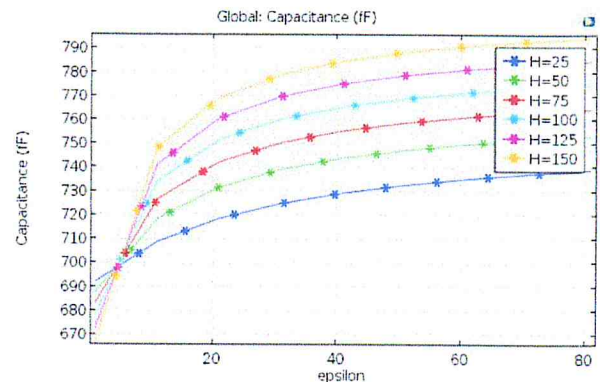
4.4.2 Effets des paramètres de la géométrie PCB

Les résultats de simulations sont montrés :

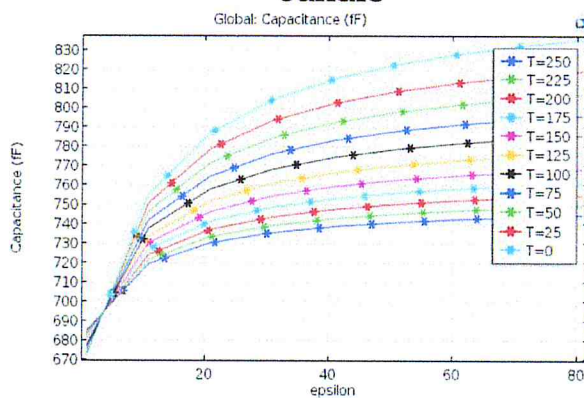
La largeur de canale



La hauteur de canale



La hauteur entre les electrode et le canale



La séparation entre les electrode

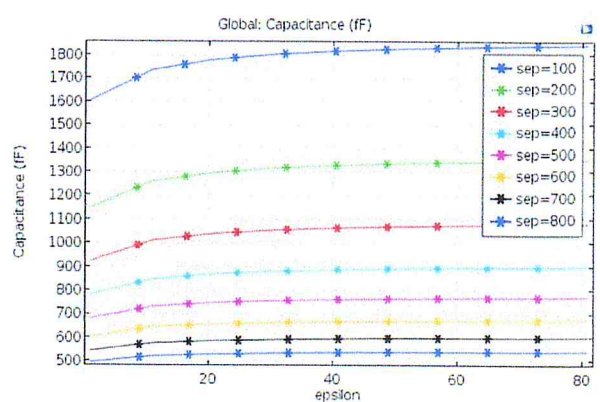


Figure 16.4 : la capacité en fonction de la variation de la géométrie

4.5 La sensibilité

Pour une configuration donnée, on définit la sensibilité à mesure que le pourcentage de variation de la capacité entre l'air étant présent dans le canal et un liquide diélectrique 50 étant présent, l'équation. La configuration avec un nombre plus important est donc plus sensible [58].

$$sensitivity = \left(\frac{Capacitance_{dielectric\ of\ 50}}{Capacitance_{air}} - 1 \right) * 100 \quad (4.1)$$

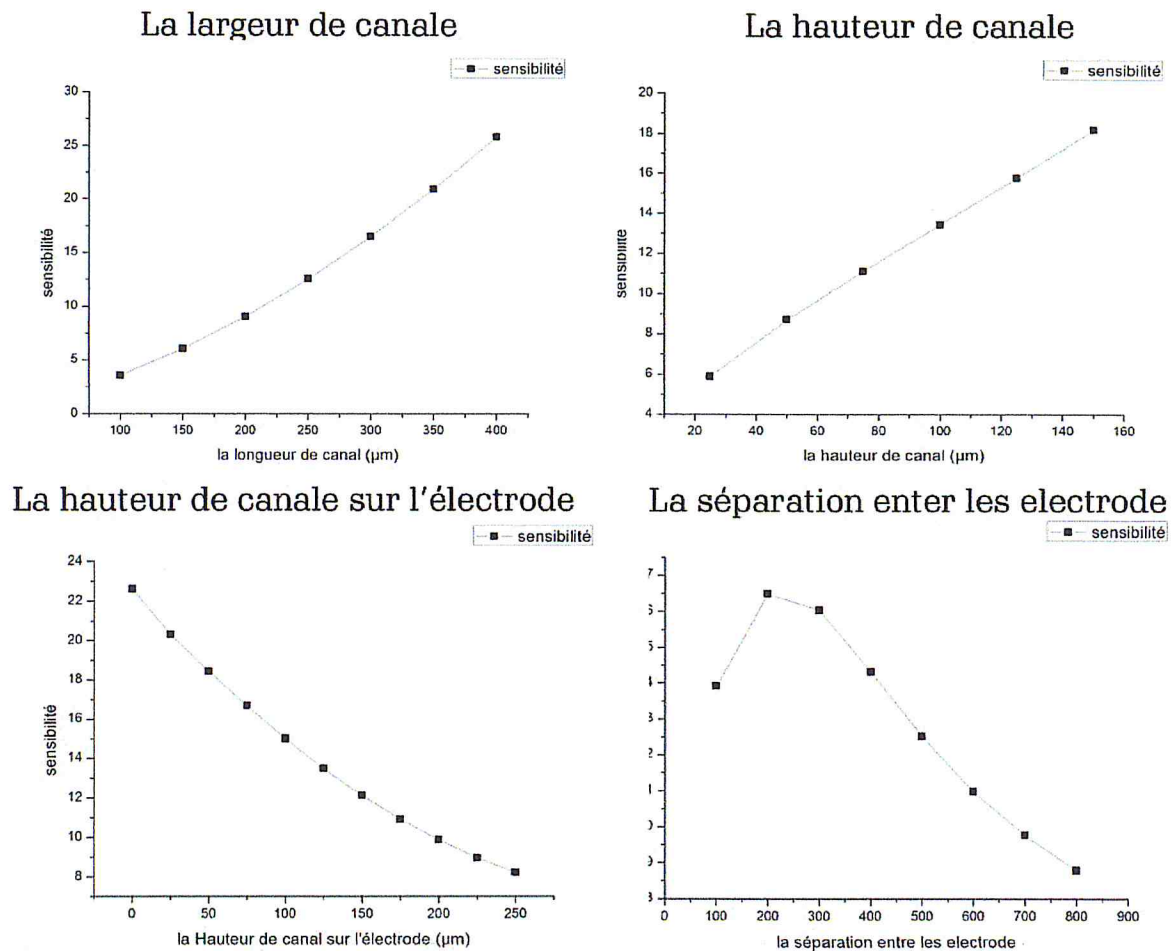


Figure 17.4 : Sensibilité en fonction de la géométrie

4.6 Conclusion

- Diminuer l'épaisseur de la couche d'étanchéité augmente considérablement la capacité sensibilité. Il est préférable d'avoir une valeur aussi basse que possible.
- largeur de canal croissante augmente la sensibilité, mais il y a un compromis que le volume du fluide augmente également.
- Modification de l'électrode séparation affecte la capacité, mais ne es pas augmenter la sensibilité.

Conclusion générale

Conclusion générale

Nous avons procédé à la modélisation et simulation d'une conception préexistante d'un capteur capacitif microfluidique de différenciation de liquide sur la base des propriétés diélectrique. Nous avons étudié son comportement diélectrique à travers une modélisation par éléments fini sous Comsol Multiphysics v4.3a. Nous avons ainsi étudié en détail son principe de fonctionnement et établie des résultats en accord avec ceux de la littérature.

Une fois cette étape de validation de notre modèle établie, nous avons amélioré la conception d'origine pour une conception plus économique et de réalisation beaucoup plus simple à base de circuit imprimé. Nous avons même proposé un flot de conception afin de pouvoir le réaliser dans l'avenir.

A travers les résultats de simulations, nous sommes arrivé à ce que les performance de notre conception soit un peu moindre que la conception d'origine sur silicium mais les avantages en coûts et en simplicité de réalisation sont de loin meilleurs. S&a conception combine, finalement, les procédés classique de réalisation de circuit imprimés avec la technique de photolithographie souple avec un polymère bien connue qui est le PDMS.

Ainsi un dispositif microfluidique économique avec la détection embarqué capacitive a été amélioré en partant d'une conception existante [57] afin de différencier et caractériser de petites quantités d'échantillons de fluide sur la base de leurs permittivité diélectrique. Le dispositif sera fabriqué dans une technologie économique à très faible coût, qui combine avantageusement la photolithographie souple sur PDMS et des techniques de réalisation de circuits imprimé pour la microcanal et les électrodes de détection respectivement.

Comparé avec d'autres techniques de discrimination fluides, ce système présente des avantages de coût en plus de mesure en temps réel. La chromatographie à phase gazeuse, à titre d'exemple, fournit une haute résolution dans la discrimination des fluide par un système complexe composé d'appareils de chauffage, la colonne de séparation et le détecteur et il exige un long temps d'opération pour la séparation composée et la détection [52]. Une autre technique comme la chromatographie optique est utilisée pour manipuler et détecter des particules dans le liquide avec la haute résolution. Cette technique exploite la force optique produite sur des particules par une lumière.

Ainsi notre conception économique d'un microcapteur jetable et facilement embarqué et autonome permettra de donner encore plus d'impact à ce genre de capteur capacitif qui devra surement être couplé avec d'autres capteur de grandeurs physique tel que la *viscosité et de débit afin d'en augmenter la précision de différenciation.*

Référence:

- [1]. Wang, NX.; vonRecum, HA (2011). "Affinity-Based Drug Delivery". *MacromolBiosci* **11**: 321–332.
- [2]. "Drug delivery - definition of drug delivery by Medical dictionary" Retrieved 2008-05-27.
- [3]. "Definition". Retrieved 2008-05-27.
- [4]. Daum, N., Tscheka, C., Neumeyer, A., & Schneider, M. (2012). Novel approaches for drug delivery systems in nanomedicine: Effects of particle design and shape. *Wiley InterdisciplinaryReviews. Nanomedicine and Nanobiotechnology*, 4 (1), 52–65.
- [5]. Beaulieu, J.-M., & Gainetdinov, R. R. (2011). The physiology, signaling, and pharmacology of dopaminereceptors. *Pharmacological Reviews*, 63 (1), 182–217.
- [6]. Young, S. D., & Oppenheimer, D. M. (2006). Different methods of presenting risk information and their influence on medication compliance intentions: Results of three studies. *ClinicalTherapeutics*, 28 (1), 129–139.
- [7]. Kola, I., & Landis, J. (2004). Can the pharmaceutical industry reduce attrition rates *NatureReviews. Drug Discovery*, 3 (8), 711–715
- [8]. S. Gawad, K. Cheung, U. Seger, A. Bertsch, P. Renaud, Dielectric spectroscopy in a micromachined flow cytometer: theoretical and practical considerations, *Lab Chip* 4 (2004) 241–251.
- [9]. H.E. Ayliffe, A.B. Frazier, R.D. Rabbitt, Electric impedance spectroscopy using microchannels with integrated metal electrodes, *IEEE Journal of Microelectromechanical systems* 8 (1999) 50–57.
- [10]. K. Cheung, S. Gawad, P. Renaud, Impedance spectroscopy flow cytometry: onchip label-free cell differentiation, *Cytometry Part A* 65A (2005) 124–132.
- [11]. L. Liu, W. Cao, J. Wu, W. Wen, D.C. Chang, P. Sheng, Design and integration of an all-in-one biomicrofluidic chip, *Biomicrofluidics* 2 (2008) 1–8, 034103.
- [12]. J.H. Park, C.S. Kim, B.C. Choi, K.Y. Hamb, The correlation of the complex dielectric constant and blood glucose at low frequency, *Biosensors and Bioelectronics* 19 (2003) 321–324.
- [13]. J. Shih, J. Xie, Y. Tai, Surface, Micromachined and integrated capacitive sensor for microfluidic applications, *Proc. IEEE 12th International Conference on Transducers, Solid-State Sensors Actuators and Microsystems* 1 (2003) 388–391.
- [14]. X. Gong, W. Wen, Polydimethylsiloxane-based conducting composites and their applications in microfluidic chip fabrication, *Biomicrofluidics* 3 (2009) 1–14, 012007.
- [15] Robert W Boydy, Russell J Gehry, George L Fischery and J E Sipez, *Nonlinearoptical properties of nanocomposite materials*, *Pure Appl. Opt.* 5, (1996), pp. 505–512. Printed in the UK
- [16] . P. Tabeling, *Introduction à la microfluidique*, Belin, 2003

- [17]. M. Whitesides *"les origines et le futur de la microfluidique"* 2006
- [18]. Manz, A. *et al.* (1990) Miniaturized total chemical-analysis systems: a novel concept for chemical sensing. *Sensor. Actuat. B: Chem.* 1, 244–248
- [19]. Nazmul Islam and Saief Sayed *"MEMS Microfluidics for Lab-on-a-Chip Applications"* MEMS/NEMS Lab, The University of Texas at Brownsville USA.
- [20]. Kwang W and Chong H Ah *A review of microvalves*
- [21]. Pincent, B., Méline, D., and Auriol, J. 1993. Measurement of the moisture content variation in non saturated, compacted clays, *Geoconfine 93*, Arnould, Barrès and Côme (eds).
- [22]. Davis, J.L., and Chudobiak, W.J., 1975. In situ method for measuring relative permittivity of soils, *Geological Survey of Canada, Ottawa*, paper 75-1, A, pp.75-79.
- [23] Buyukozturk, O., and Rhim, H.C., 1997. Radar Imaging of concrete specimens for nondestructive testing, *Construction and Building Materials*, Vol. 11, N° 3, pp. 195-198.
- [24] Rhim, H.C., and Buyukozturk, O., 1998. Electromagnetic properties of concrete at microwave frequency range, *ACI Materials Journal*, Vol. 95, N° 3, pp. 262-271.
- [25] J.L. Davis, A.P. Annan, Ground-penetrating radar for high-resolution mapping of soil and rock stratigraphy: *Geophysical Prospecting*, 37, 1989, pp. 531-551.
- [26] M.J. Eppstein, D.E. Dougherty, Efficient three-dimensional data inversion: Soil characterization and moisture monitoring from cross-well ground-penetrating radar at a Vermont test site, *Water Resources Research*, 34, 1998, pp. 1889-1900.
- [27] K. Gerlitz, M.D. Knoll, G.M. Cross, R.D. Luzitano, and R. Knight, Processing ground penetrating radar data to improve resolution of near-surface targets, *Proc. SAGEEP'93*, San Diego, CA, 1993, pp. 561-572.
- [28] R.J. Greaves, D.P. Lesmes, J.M. Lee, and M.N. Toksoy, Velocity variations and water content estimated from multi-offset, ground-penetrating radar, *Geophysics*, 61, 1996, pp. 683- 695.
- [29] B.A. Hardage, *Vertical Seismic Profiling: Part A: Principles*, 2nd ed. London, Geophysical Press, 1985.
- [30] S.S Hubbard, Y. Rubin, E. Majer, Ground-penetrating-radar-assisted saturation and permeability estimation in bimodal systems, *Water Resources Research*, 33, 1997, pp. 971 - 990.
- [31] M.D. Knoll, A petrophysical basis for ground penetrating radar and very early time electromagnetics: Electrical properties of sand-clay mixtures, Ph.D dissertation, University of British Columbia, 1996.
- [32] O. Olsson, L. Falk, L. Forslund, L. Lundmark, and E. Sandberg, Borehole radar applied to the characterization of hydraulically conductive fracture zones in crystalline rock, *Geophysical Prospecting*, 40, 1992, pp. 109-142.
- [33] M.D. Knoll and W.P. Clement, Vertical radar profiling to determine dielectric constant, water content and porosity values at well locations, *Processing of the Symposium on the Application of Geophysics to Engineering and Environmental Problems*, SAGEEP'99, Oakland, CA, Environmental and Engineering Geophysical Society, Wheat Ridge, CO, 1999, pp. 821-830.

- [34] H.V. Atkinson and G. Shi, "Characterization of inclusions in clean steels: a review including the statistics of extremes methods", *Progress in Materials Science* 48, 2003, pp. 457-520.
- [35] M. Wakoh, *Curr Adv. Mater Proc.* 1993, 6, pp. 1172-3
- [36] H. Tanabe, Y. Matsufuji, J. Yosuji, S. Ando, *J. Iron Steel Inst. Jpn*, 1991, 4, pp. 63-9
- [37] Y. Matsuoka, Y. Nakamura, Y. Naganuma, *Nippon Steel Rechnical Report* 1991, 14, pp. 63-9
- [38] P. Neu, P. Piggi, B. Sarter, *Proc. 3rd Int. Conf. 'Clean steels '*, Balatonfured, Hungary,
- [39] M.G. Silk, *International Metal Review* 23, 1982, pp. 28-50.
- [40] J.A. Olgilvy, *Ultrasonics*, 31, 1993, pp.219-222
- [41] . R. Fournié, *Diélectriques: bases théoriques*, *Technique de l'ingénieur* (D2 I), D213.
- [42] .A. Beroual, *Matériaux pour le génie électrique*, cours de DEA de génie électrique,
- [43] . J.C. Mage, *Origine des pertes dans les matériaux*, RGE, N°7 (Juin 1991), p.24.
- [44] . R. Coelho et B. Aladenize, ,, *Les diélectriques : propriétés diélectriques des matériaux isolants*", Ed. Hermès, 1993.
- [45] H. Fricke, *A mathematical treatment of the electrical conductivity and capacity of disperse systems II*, *Phys. Review*, 26, (1926), pp. 687-681.
- [46] Landauer R. // in: Garland J.C., Tanner D.B. (Eds.). *Electric transport and optical properties of inhomogeneous media*. 1978. AIP Conf. Proc. V. 40. New York. P. 2–45.
- [47] M. Demori, V. Ferrari, P. Poesio, D. Strazza, "A microfluidic capacitance sensor for fluid discrimination and characterization", *Sensors and Actuators A: Physical*, Volume 172, Issue 1, December 2011, Pages 212–219.
- [48] H. Becker, L.E. Locascio, *Polymer microfluidic devices*, *Talanta* 56 (2002) 267–287.
- [49] G.M. Whitesides, E. Ostuni, S. Takayama, X. Jiang, D.E. Ingber, *Soft lithography in biology and biochemistry*, *Annual Review of Biomedical Engineering* 3 (2001) 335–373.
- [50] E. Verpoorte, N.F. De Rooij, *Microfluidics meets MEMS*, *Proceedings of the IEEE* 91 (2003) 930–953.
- [51] Lotters, J. C.; Olthuis, W.; Veltink, P. H.; Bergveld, P. "The mechanical properties of the rubber elastic polymer polydimethylsiloxane for sensor applications" *J Micromech Microeng* 1997, 7, (3), 145-147.
- [52] H. Hillborg, J.F. Ankner, U.W. Gedde, G.D. Smith, H.K. Yasuda and K. Wikstrom, "Crosslinked polydimethylsiloxane exposed to oxygen plasma studied by neutron reflectometry and other surface specific techniques" *Polymer* 2000, 41, (18), 6851– 6863.
- [53] . Airflow- <http://www.elveflow.com/>
- [54] . N. Élisabeth G. Froehlicher " *Réalisation d'un circuit microfluidique par moulage-collage du PDMS sur verre*" Université Paris-Sud XI – ÉNS de Cachan 2012

- [55] M. Demori, V. Ferrari, P. Poesio, D. Strazza, "A microfluidic capacitance sensor for fluid discrimination and characterization", *Sensors and Actuators A: Physical*, Volume 172, Issue 1, December 2011, Pages 212–219.
- [56] M. Demori, V. Ferrari, P. Poesio, D. Strazza, A capacitive sensor system for the analysis of two-phase flows of oil and conductive water, *Sensors and Actuators A* 163 (2010) 172–179.
- [57] James E Mark, *Polymer Data Handbook*, pg 515, 2nd edition, Oxford University Press, 1999, USA.
- [58] . S. Satti, M. Shojaei Baghini "*Sensitivity Optimization of Microfluidic Capacitance Sensors*" Indian Institute of Technology, Bombay
- [59] Advanced materials, Volume 23, Issue 24, pages H151 -H176, 13 MAY 2011 DOI : 10.1002/adma.201100464. <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/adma.201100464/full>
- [60] M. Abkarian "La Microfluidique" 2011, M2 Bio, Montpellier.
- [61] H .Omar " Analyse de la relaxation dans les espèces végétales à différentes températures à partir des spectres " 2012
- [62] Xiaolong Luo et al "*Programmable assembly of a metabolic pathway enzyme in a pre-packaged reusable bioMEMS device*" 2007 DOI: 10.1039/b713756g.
- [63] Kamm RD, Bashir R. 2013 Creating living cellular machines. *Ann. Biomed. Eng.* 42, 445–459.