

12 DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 30.08.18.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la demande : 06.03.20 Bulletin 20/10.

56 Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du présent fascicule*

60 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

Demande(s) d'extension :

71 Demandeur(s) : ESIEE PARIS - CHAMBRE DE COMMERCE ET D'INDUSTRIE DE REGION PARIS ILE DE FRANCE — FR, CENTRE SCIENTIFIQUE ET TECHNIQUE DU BATIMENT Etablissement public — FR et UNIVERSITE PARIS EST CRETEIL VAL DE MARNE Etablissement public — FR.

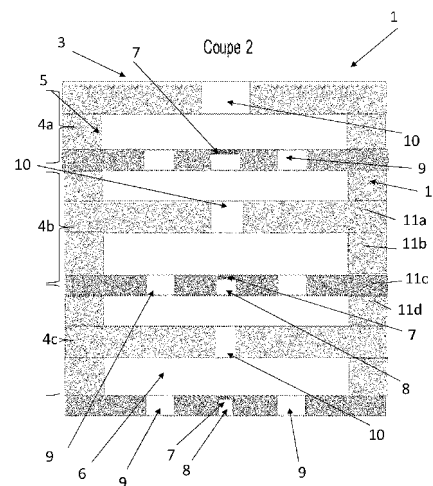
72 Inventeur(s) : BERTHELOT BRICE, GEHIN EVELYNE, ALGRE EMMANUELLE, MOTZKUS CHARLES, SOYSAL UGUR, MARTY FREDERIC et ROBINE ENRIC.

73 Titulaire(s) : ESIEE PARIS - CHAMBRE DE COMMERCE ET D'INDUSTRIE DE REGION PARIS ILE DE FRANCE, CENTRE SCIENTIFIQUE ET TECHNIQUE DU BATIMENT, UNIVERSITE PARIS EST CRETEIL VAL DE MARNE Etablissement public.

74 Mandataire(s) : A.P.I CONSEIL Société anonyme.

54 CAPTEUR DE PARTICULES FINES AVEC MICROBALANCES EN CASCADE.

57 La présente invention présente un capteur (1) pour l'analyse in-situ et en continu d'un flux d'aérosol permettant la mesure de la masse des particules (2) microniques/sub-microniques en suspension dans le flux d'air, comprenant un dispositif de tri aéraulique permettant d'effectuer la granulométrie des particules (2) selon leur taille avec un corps d'impacteur (3) à cascade d'un ou de plusieurs étages; au moins une microbalance MEMS (7) par étage, avec une membrane oscillante (7a) en silicium, située sur la zone d'impaction des particules (2); des moyens de calcul reliés à chaque microbalance MEMS (7) pour déterminer la masse de l'ensemble des particules (2) sur la zone d'impaction; un système de nettoyage des microbalances MEMS permettant l'évacuation des particules (2) hors des microbalances MEMS; des moyens d'entraînement du flux d'aérosol.



DOMAINE DE L'INVENTION

5 La présente invention concerne un capteur de mesure de la concentration massique de particules fines pour la pollution atmosphérique, potentiellement de l'air intérieur et des contaminations d'origine biologique.

ETAT DE LA TECHNIQUE

10

La pollution particulaire est mise en cause dans la survenue de diverses pathologies cardiovasculaires, cérébrovasculaires et respiratoires au travers de mécanismes de toxicité décrits par le Haut Conseil de la Santé Publique (HCSP) (« Pollution par les particules 2 dans l'air ambiant –
15 Recommandations pour protéger la santé », 2012). La pollution atmosphérique et les particules présentes dans l'air ont été classées "cancérogènes certains pour l'homme" en 2013 par le Centre international de Recherche sur le cancer (IARC, en anglais « monographs on the evaluation of carcinogenic risks to humans » ; volume 109). Cette pollution
20 a également été identifiée comme responsable de décès prématurés, de l'ordre de 42 000 par an en France, que le respect des seuils préconisés par l'OMS (10 et 25 µg/m³ respectivement moyenne annuelle et moyenne sur 24h pour les PM_{2.5} et 20 et 50 µg/m³ respectivement moyenne annuelle et moyenne sur 24h pour les PM₁₀) permettrait de réduire
25 sensiblement comme le souligne le rapport Aphekom (InVS et autres partenaires européens, 2011).

Actuellement, la méthode de référence pour la mesure des concentrations massiques en PM₁₀ et PM_{2,5} est la méthode gravimétrique décrite dans la norme Européenne "EN 12341:2014 2016". Cette méthode
30 de prélèvement sur filtre suivie d'une pesée dans des conditions normalisées est très lourde à mettre en œuvre et identifiée comme

"difficilement applicable dans le cadre de la production de données en routine des réseaux de mesure" par AIRPARIF dans un rapport de synthèse datant de 2008 (AIRPARIF, 2008). La norme Européenne permet d'utiliser d'autres méthodes que la méthode gravimétrique sous réserve de prouver
5 que la mesure présente un rapport constant avec les mesures de références. On parle généralement d'homologation via une « démonstration d'équivalence à la méthode de référence».

Il existe actuellement trois méthodes de mesures en continu des PM10 et PM2,5 utilisées par les réseaux de surveillances en Europe : la jauge
10 Béta, le TEOM (en anglais « Tapered Element Oscillating Microbalance », soit en français « Microbalance oscillante à élément conique ») et le TEOM-FDMS (en anglais « Filter Dynamics Measurement System », soit en français « Système de mesures avec filtres dynamiques »).

On peut noter également qu'il existe des méthodes optiques de
15 mesure de concentration massique (néphélométrie) qui consistent à mesurer l'intensité de lumière diffusée par les particules passant dans une cellule de mesure éclairée par une source lumineuse. Un étalonnage permet de déterminer la concentration massique. Cette méthode qui présente l'avantage d'être miniaturisable et peu coûteuse ne permet pas de
20 définir un facteur de correction stable avec les mesures de référence ce qui la rend inappropriée selon les standards définis par la norme Européenne.

On retrouve dans la littérature d'autres systèmes permettant de réaliser une mesure directe en temps réel de la masse collectée sur les différents étages d'un impacteur en cascade. Ces systèmes appelés QCM
25 (en anglais « Quartz Crystal Microbalance » soit en français « Microbalance à quartz ») permettent d'obtenir la concentration massique en particule par classe de taille correspondant à chaque étage de l'impacteur. Ces systèmes ne permettent en général pas d'obtenir la concentration massique totale mais peuvent cependant mesurer les fractions de concentration massiques
30 telles que les PM10-2,5, PM2,5-1 ou PM1-0,05 ce qui peut être intéressant

d'un point de vue épidémiologique. Il faut cependant noter que ces dispositifs sont actuellement très peu utilisés car présentant de nombreuses limites métrologiques (Berthelot, 2015).

5 D'après les éléments précédents il apparaît très clairement qu'il n'existe pas actuellement de dispositifs de mesures en temps réel ou à faible pas de temps, des concentrations massiques particulières répondant aux exigences Européennes et de dimensions et fonctionnement adaptés à un déploiement multiple dans des environnements intérieurs ou extérieurs.

10 Dans ce cadre, l'invention concerne le développement d'un système miniature de surveillance en continu de la concentration massique particulaire pour différentes fractions granulométriques (PM10-2,5, PM2,5-1 ou PM1) de l'air intérieur ou de l'air extérieur.

EXPOSE DE L'INVENTION

15 L'invention concerne un système miniature d'analyse granulométrique des particules polluantes en suspension dans l'air. Celui-ci comprend un dispositif de sélection miniature utilisant les propriétés aérodynamiques des particules ainsi que des microbalances MEMS pour la
20 mesure de masse.

La présente invention concerne ainsi un capteur pour l'analyse in-situ et en continu d'un flux d'aérosol permettant la mesure de la masse des particules microniques/submicroniques en suspension dans le flux d'air, comprenant :

25 -un dispositif de tri aéraulique permettant d'effectuer la granulométrie des particules selon leur taille avec un corps d'impacteur à cascade d'un ou de plusieurs étages, avec suivant sa longueur une conduite d'écoulement, chaque étage étant formé d'au moins :

- une buse axiale par laquelle entre l'écoulement dans l'étage, et
- 30 • d'ouvertures latérales ;

le diamètre et le nombre d'ouvertures latérales et de la buse axiale étant choisis pour permettre le contrôle du débit du flux d'aérosol et le tri des particules selon leur inertie à chaque étage ;

5 - au moins une microbalance MEMS par étage, située à distance et en regard de la buse axiale, sur la zone d'impaction des particules entre des ouvertures latérales qui laissent passer l'écoulement;

la microbalance MEMS comportant une membrane oscillante en silicium, suspendue, destinée à la mesure d'un décalage de fréquence d'oscillation pour déterminer la masse inférieure ou égale au microgramme de
10 l'ensemble des particules déposées ;

- des moyens de calcul reliés à chaque microbalance MEMS pour déterminer la masse de l'ensemble des particules sur la zone d'impaction;

- un système de nettoyage de la microbalance MEMS permettant l'évacuation des particules hors de la microbalance MEMS, la membrane
15 étant conformée pour permettre de contrôler l'adhésion et/ou la séparation des particules à sa surface;

-des moyens d'entraînement du flux d'aérosol.

L'invention permet de développer des capteurs performants pour
20 l'analyse de la qualité de l'air due à la pollution particulaire pour proposer « des alternatives » aux systèmes gravimétriques actuels dont la sensibilité et la portabilité sont limitées.

En effet, les capteurs gravimétriques usuels utilisent la mesure de la fréquence de résonance d'un oscillateur mécanique. La fréquence de
25 résonance est reliée à sa masse par $f_r = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m}}$ où f_r est la fréquence de résonance, k la constante de raideur et m la masse de l'oscillateur. Un ajout de masse sur l'oscillateur va donc provoquer une variation de sa fréquence de résonance.

La masse minimum détectable par un résonateur est donnée par :

$$\Delta m_{\min} = \frac{m}{Q}, \text{ où } Q \text{ est le facteur de qualité. Donc un élément résonant de}$$

masse faible et avec un fort facteur de qualité aura une sensibilité de
déttection plus importante. En utilisant des micro ou nano-systèmes en
5 silicium, la masse du résonateur pourra être considérablement réduite.

L'invention permet de développer des dispositifs MEMS pour mesurer
des masses « intermédiaires » de particules, c'est-à-dire entre
l'attogramme et le nanogramme.

10 La taille et le coût réduits du dispositif permettent son déploiement à
grande échelle et son adaptation à la surveillance d'environnements
spécifiques et/ou aux besoins du public. De par ces caractéristiques, le
dispositif peut également constituer un équipement individuel et/ou
nomade. Ce système peut également être utilisé pour évaluer les nouvelles
15 pratiques et offres qui accompagneront les politiques d'amélioration des
performances énergétiques et environnementales des bâtiments qui se
mettent en place.

Le dispositif peut être intégré à un réseau/objet connecté/instrument
et /ou à un dispositif de gestion de la qualité de l'air d'un bâtiment tel qu'un
20 dispositif de contrôle du système d'aération.

Selon d'autres caractéristiques optionnelles du capteur :

- la surface de la membrane est conformée pour permettre de contrôler
25 l'adhésion et/ou de la séparation des particules, par :
 - micro/nano structuration
 - fonctionnalisation physico-chimique ;
 contrôlant l'adhésion des particules sélectivement selon leurs propriétés de
surface ou le mouillage du fluide de nettoyage.

- le système de nettoyage est réalisé par des canaux d'entrée et des canaux latéraux de sortie débouchant dans la conduite, et des moyens de circulation d'un fluide de nettoyage tel que de l'air ou du solvant dans ces canaux, les canaux latéraux d'entrée et des canaux latéraux de sortie communiquant fluidiquement avec la conduite et étant disposés de sorte à faire circuler le fluide de nettoyage sur la surface des membranes.
5
- la membrane est suspendue à plusieurs ancrages auxquels elle est fixée tendue, et disposée entre plusieurs électrodes aptes à l'actionnement électrostatique ou à la mesure.
10
- la membrane oscillante en silicium est à actionnement électrostatique, et dans lequel une tension alternative combinée à une tension continue est amenée sur une ou plusieurs électrodes d'actionnement alors que la membrane suspendue est maintenue à un potentiel électrostatique nul de façon à déformer la membrane, la membrane étant chargée électrostatiquement, le mouvement de celle-ci induisant un mouvement de charge et donc un courant mesuré via des contacts liés aux ancrages de la membrane ou liés à une électrode ne servant pas à l'actionnement.
15
20
- au moins une couche de matériau est située sur la surface de la membrane de la microbalance MEMS, de façon à permettre une adhérence préférentielle de particules cibles.
25
- la surface de la membrane est du silicium noir. Avantageusement, le silicium noir comporte des nano-piliers, de préférence aiguisés, qui permettent de réduire l'effet de rebond des particules, fournissant ainsi un modèle de dépôt confiné.
30

- 5 • chaque étage présente : au moins un évidement axial situé sous chaque membrane afin de la suspendre, des ouvertures latérales à l'évidement axial et destinées à l'écoulement du flux d'aérosol et situées de part et d'autre de l'évidement axial, et à chaque entrée d'étage, une buse axiale destinée à l'écoulement du flux d'aérosol.
- 10 • le corps d'impacteur présente un empilement de tranches de silicium ou d'autres matériaux micro/nano structurés, en appui et fixées entre elles.
- 15 • chaque étage présente quatre tranches: une première tranche avec une buse axiale ; une deuxième tranche avec un évidement axial et des ouvertures latérales d'écoulement ; deux tranches dites « intercalaires» se disposant entre la première tranche et la deuxième tranche.
- 20 • le système de nettoyage des microbalances MEMS est réalisé par des canaux d'entrée et des canaux latéraux de sortie situés entre une tranche de silicium dite « intercalaire » et la première tranche de silicium.
- 25 • la membrane de la microbalance MEMS est conformée pour présenter :
 -un facteur de qualité Q avec $\Delta m_{\min} = \frac{m}{Q}$, supérieur à 15000,
 -une masse comprise entre 5 et 100 μg
- les fréquences d'oscillation de la membrane sont comprises entre 1 et 20 MHz
- le système de nettoyage des microbalances MEMS comporte un élément chauffant situé dans la membrane et/ou le corps d'impacteur.

- le système de nettoyage des microbalances MEMS comporte la membrane oscillante destinée à osciller à une fréquence donnée permettant la séparation des particules de la membrane.
- 5
- le corps d'impacteur présente des moyens d'ouverture/fermeture : des ouvertures axiales; et/ou des buses axiales; pour contrôler le débit du flux d'aérosol s'écoulant dans le corps d'impacteur.
- 10
- les buses axiales et les évidements axiaux sont de taille décroissante suivant l'axe de l'écoulement de l'aérosol de manière à impacter des particules de taille décroissante à chaque étage.
- 15
- le diamètre et le nombre d'ouvertures latérales permettant l'écoulement est déterminé pour impacter : les particules entre 10 micromètres et 2,5 micromètres ou plus, à un premier étage ; et les particules entre 2,5 micromètres et un micromètre à un second étage ; et les particules entre un micromètre et 0,3 micromètres à un troisième étage, suivant le sens de l'écoulement du flux d'aérosol.
- 20
- la conduite en silicium est recouverte d'un métal conducteur.
 - les dimensions de la membrane oscillante sont comprises en largeur entre plusieurs centaines de microns et plusieurs millimètres.
- 25
- pour chaque microbalance MEMS, la distance entre la membrane oscillante et des actionneurs électrostatiques est inférieure ou égale à 1 micromètre.
- 30
- la membrane oscillante est une membrane rectangulaire.

- la microbalance MEMS est configurée pour permettre la mesure de masse des particules entre l'attogramme et le nanogramme.

Une des originalités de ce dispositif réside dans la co-intégration du système de tri, des microbalances fabriquées à l'aide des technologies de microfabrication du silicium et de fonctions de nettoyage, de référence ou de calibration automatisés. La fonctionnalisation de la surface des microbalances par traitement ou microstructuration adéquate permet une adhésion préférentielle permettant de mesurer les concentrations massiques de contaminants à surveiller. Ce dispositif est intégré sur carte électronique afin de rendre compact le traitement et le contrôle des signaux de mesure. L'intégration de ces fonctions permet l'utilisation de l'instrument pour une surveillance continue et temps réel de la qualité de l'air.

15

DESCRIPTION DES FIGURES

D'autres objectifs, caractéristiques et avantages sortiront de la description détaillée qui suit en référence aux dessins donnés à titre illustratif et non limitatif parmi lesquels :

- la figure 1 représente une vue en coupe verticale selon l'axe 1 représenté sur la figure 3, du dispositif selon l'invention ;
- la figure 2 représente une vue verticale selon l'axe 2 perpendiculaire à l'axe 1, du dispositif selon l'invention;
- la figure 3 représente une vue de dessus du dispositif selon l'invention, avec les axes 1 et 2 ;
- la figure 4 représente une image MEB d'une microbalance MEMS formée d'un résonateur en silicium à actionnement électrostatique et principe de mesure avec une récupération du signal de sortie via un ancrage en coupe;

30

- la figure 5 représente la courbe de résonance d'une microbalance avant (courbe AV) avec comme fréquence moyenne 4100297.7 Hz, et après (courbe AP) impaction d'aérosols avec comme fréquence moyenne 4100222.5 Hz ;
- 5
- la figure 6 représente une image MEB d'une microbalance MEMS après dépôt d'aérosols;
 - la figure 7 représente les fonctions principales du dispositif selon l'invention ;
 - la figure 8 représente le procédé de fabrication d'une membrane
- 10
- utilisée dans le dispositif.

DESCRIPTION DETAILLEE DE L'INVENTION

15

La présente invention présente un capteur 1 pour l'analyse in-situ et en continu d'un flux d'aérosol permettant la mesure de la masse des particules microniques/submicroniques 2 en suspension dans le flux d'air et représenté sur les figures 1 à 3.

20

Ce capteur 1 comprend un dispositif de tri aéraulique permettant d'effectuer la granulométrie des particules 2 selon leur taille tout en intégrant les systèmes de mesure.

25

Le dispositif de tri aéraulique selon l'invention présente :

- un corps d'impacteur 3 à cascade d'un ou de plusieurs étages 4a, 4b, 4c, présentant une conduite 6 d'écoulement formée pour chaque étage et suivant le sens de l'écoulement de l'aérosol : d'au moins une buse axiale 10, suivie d'ouvertures latérales 9 à la buse axiale pour permettre
- 30
- l'écoulement du flux d'aérosol; le diamètre et le nombre d'ouvertures latérales 9 et de buses axiales 10 étant choisi pour permettre le contrôle du

débit du flux d'aérosol et le tri des particules 2 selon leur inertie ; la conduite 6 est également formée de parois 5 s'étendant dans la longueur du corps d'impacteur 3 entre la buse axiale 10 et les ouvertures latérales 9.

5 Le capteur 1 présente aussi :

- au moins une microbalance MEMS 7 par étage 4, avec une membrane oscillante 7a en silicium à actionnement de préférence électrostatique située sur la zone d'impaction des particules 2 en regard d'une buse axiale et entre deux ou plusieurs ouvertures latérales 9; cette
10 microbalance MEMS 7 est destinée à la mesure d'un décalage de fréquence d'oscillation pour déterminer la masse inférieure ou égale au microgramme de l'ensemble des particules 2 déposées sur la microbalance MEMS 7 ;

- des moyens de calcul reliés à chaque microbalance MEMS 7 pour
15 déterminer la masse de l'ensemble des particules 2 sur la zone d'impaction, fonction du décalage entre la fréquence d'oscillation de la membrane oscillante 7a avec particules 2 et la fréquence d'oscillation de la membrane sans particules 2 ;

- un système de nettoyage des microbalances MEMS permettant
20 l'évacuation des particules 2 hors des microbalances MEMS ;

-des moyens d'entraînement du flux d'aérosol.

Le système de nettoyage permet au capteur de fonctionner en continu/temps réel, les microbalances MEMS 7 étant nettoyées avant toute
25 nouvelle mesure du capteur 1.

A titre uniquement d'exemple et de façon non limitative, il peut être choisi des pas de temps de toutes les heures, tous les quart d'heure, toutes les minutes, toutes les 10 secondes, pour réaliser le nettoyage, permettant ainsi des mesures périodiques, des mesures temps réel ou quasi-réel. Cela

va typiquement dépendre de : des concentrations rencontrées ; de l'usage fait du système.

Le schéma de principe du système est présenté sur les figures 1, 2 et 5 3.

A l'aide de l'impacteur en cascade, les particules 2 de différents diamètres sont impactées à différents étages 4a, 4b, 4c du système et mesurées à l'aide de microbalance MEMS 7 situées au niveau des zones d'impaction.

10 En effet, selon le diamètre d'ouverture d'un impacteur le flux d'air chargé en particules va être plus ou moins accéléré, les particules 2 de plus faible inertie vont suivre le flux d'air alors que celles de plus grande inertie vont s'impacter sur une zone située sous une buse d'écoulement du flux d'aérosol située en regard de microbalance MEMS 7.

15

Chaque étage 4a, 4b, 4c présente sur un même plan :

- au moins un évidement axial 8 traversant ou non traversant (par exemple une encoche dans la tranche de silicium) situé sous chaque microbalance pour suspendre la membrane 7a, et
- 20 - des ouvertures latérales 9 destinées à l'écoulement du flux d'aérosol situées de part et d'autre de l'évidement axial 8, et à chaque entrée d'étage une buse axiale 10 située sous l'évidement axial 8.

Avantageusement, les ouvertures latérales 9 sont disposées 25 symétriquement par rapport à l'évidement axial 8 situé de façon centrale dans le corps d'impacteur 3.

Les buses axiales 10 et les évidements axiaux 8 sont de taille décroissante suivant l'axe de l'écoulement de l'aérosol de manière à 30 impacter des particules 2 de taille décroissante à chaque étage.

Ici, il peut être choisi par exemple un diamètre et un nombre d'ouvertures latérales 9 situées dans le passage d'écoulement pour permettre d'impacter :

- 5 - les particules 2 entre 10 micromètres et 2,5 micromètres à un premier étage ; et
 - les particules 2 entre 2,5 micromètre et un micromètre, à un second étage ; et
 - les particules 2 entre un micromètre et 0,3 micromètre à un troisième
- 10 étage, suivant le sens de l'écoulement du flux d'aérosol.

Le corps d'impacteur 3 peut présenter un empilement modulaire comportant des tranches 11 de silicium ou d'autres matériaux micro/nano structurés, par exemple par des moyens de micro ou nano fabrication en

15 salle blanche, en appui et fixées entre elles.

Par exemple, les autres matériaux envisageables sont : verre, aluminium.

Si la conduite 6 en silicium ou autre matériau micro/nano structurée, elle peut être recouverte d'un métal conducteur.

20

Ici sur la figure 2, chaque étage 4a, 4b, 4c présente quatre tranches 11:

- une première tranche 11a avec une buse axiale 10 ;
 - une deuxième tranche 11b avec un évidement axial 8 et des ouvertures
- 25 latérales 9 d'écoulement du flux d'aérosol le long du corps d'impacteur, cet écoulement étant axial par la buse axiale 10 et s'étirant radialement pour atteindre les ouvertures latérales 9 après sa sortie de la buse axiale 10 ;
- deux tranches 11c, 11d dites « intercalaires » se disposant entre la première tranche 11a et la deuxième tranche 11b.

30

Ici sur la figure 2, le système de nettoyage des microbalances MEMS est réalisé par des canaux latéraux d'entrée 12a et des canaux latéraux de sortie 12b dans les tranches 11c et 11d de silicium intercalaires et débouchant dans la conduite 6 par des entrées d'air latérales 12'a et 12'b, et des moyens de circulation d'un fluide tel que de l'air dans ces canaux 12a et 12b.

Les canaux latéraux d'entrée 12a et des canaux latéraux de sortie 12b communiquent fluidiquement avec la conduite 6 de passage de l'écoulement pour faire circuler un fluide de nettoyage, tel que de l'air ou solvant ou solvant+air, sur les microbalances MEMS, depuis les canaux latéraux d'entrée 12a vers les canaux latéraux de sortie 12b .

Ils débouchent sur la surface plane de l'étage 4a, 4b, 4c, qui comporte les ouvertures axiales 8 et les microbalances MEMS 7.

Les canaux latéraux d'entrée 12a et des canaux latéraux de sortie 12b de chaque étage 4a, 4b, 4c sont situés entre une tranche de silicium dite « intercalaire » 11c, 11d et la première tranche 11a de silicium.

En variante non représentée sur la figure 2, le système de nettoyage des microbalances MEMS comporte un élément chauffant.

Dans une deuxième variante, le système de nettoyage des microbalances MEMS comporte la membrane oscillante 7a.

Dans une troisième variante, le système de nettoyage présente une combinaison d'au moins deux des trois dispositifs suivants :

- les canaux latéraux d'entrée 12a et des canaux latéraux de sortie 12b;
- l'élément chauffant situé au niveau de la zone d'impaction

- la membrane oscillante 7a ; dans ce cas la membrane 7a est pilotée par des moyens de commande pour vibrer à une certaine fréquence afin d'évacuer les particules, à une période voulue.

5 Les moyens de commande et d'entraînement de l'écoulement aérosol sont par exemple une ou plusieurs pompes.

Dans une variante non représentée sur les schémas, le corps d'impacteur 3 du capteur 1 présente des moyens d'ouverture/fermeture :

10 -des ouvertures latérales 9 et éventuellement des évidements axiaux 8 s'ils sont traversants ;
-et/ou des buses axiales 10.

15 Les membranes 7a en silicium à actionnement électrostatique (figure 4) des microbalances développées sont mises en vibration à leur résonance selon un mode de déformation présentant un fort facteur de qualité.

L'actionnement des membranes peut aussi être : piézoélectrique ou magnétique

20 Chaque membrane 7a est suspendue à plusieurs ancrages 13 auxquels elle est fixée tendue, la membrane 7a étant disposée entre plusieurs électrodes 14 aptes à l'actionnement électrostatique ou la mesure.

Ici sur la figure 4, il a été réalisé quatre électrodes 14 alimentées par un signal d'entrée et récupérant un signal de sortie.

25 Dans le cas où l'actionnement est électrostatique, une tension alternative combinée à une tension continue est amenée sur une ou plusieurs électrodes 14 d'actionnement alors que la membrane 7a suspendue est maintenue à un potentiel électrostatique nul. Une force électrostatique oscillante à la même fréquence que la tension électrique
30 d'actionnement est ainsi induite sur la membrane 7a.

Celle-ci va alors se déformer en suivant un mouvement oscillatoire planaire. La membrane 7a étant chargée électrostatiquement, le mouvement de celle-ci induit un mouvement de charge et donc un courant proportionnel à la vitesse de déplacement de la membrane 7a.

5 Ce courant peut être mesuré via des contacts liés aux ancrages 13 de la membrane 7a ou liés à une électrode ne servant pas à l'actionnement. Il existe des fréquences particulières d'actionnement pour lesquelles l'amplitude de déformation de la membrane 7a est maximum.

10 Pour une fréquence de résonance, le courant mesuré à cette fréquence est maximal. Avec un ajout de masse, cette fréquence de résonance mécanique va varier.

La mesure de la fréquence de résonance permet donc de connaître la masse déposée.

15 Avantageusement, la surface des membranes 7a des microbalances MEMS 7 peut être pour permettre de contrôler l'adhésion et/ou de la séparation (alternativement mouillage / dé mouillage du fluide de nettoyage) des particules 2:

20 -micro/nano structurée et/ou
-fonctionnalisée
favorisant l'adhésion des particules 2 sélectivement selon leurs propriétés de surface.

25 Eventuellement elle peut présenter de propriétés électrostatiques/mécaniques ou thermiques pour permettre de contrôler l'adhésion et/ou de la séparation des particules 2, lorsqu'elles sont chargées. Par exemple une possibilité si certains aérosols sont chargés négativement et d'autre plutôt positivement, utiliser les propriétés électrostatiques peut également permettre d'améliorer l'efficacité de dépôt.

Une ou plusieurs couches de matériau peuvent être disposées sur la surface des membranes 7a des microbalances MEMS, de façon à permettre une adhérence préférentielle de particules 2 cibles.

5 En fonction des applications, la surface des membranes 7a est configurée de façon différente.

Par exemple, elle peut être optimisée pour détecter préférentiellement la masse des aérosols biologiques, pollens, fongiques, bactériens grâce à
10 leurs propriétés spécifiques de surfaces.

La surface des membranes 7a des microbalances MEMS peut être du silicium micro ou nanostructurée, tel que le silicium noir.

15 La membrane oscillante 7a a été réalisée comme illustré sur l'image de la figure 4.

Les dimensions de la membrane oscillante 7a sont comprises en largeur entre plusieurs centaines de microns et plusieurs millimètres.
20

Pour chaque microbalance MEMS 7, la distance entre la membrane oscillante 7a et des actionneurs électrostatiques qui sont les électrodes est inférieure ou égale à 1 micromètre.

25 La membrane oscillante 7a est avantageusement une membrane rectangulaire.

Elle peut présenter aussi une forme circulaire ou avec toute autre forme.

Les membranes oscillantes 7a des microbalances MEMS 7 sont conformées pour présenter :

-un facteur de qualité Q avec $\Delta m_{\min} = \frac{m}{Q}$, supérieur à 15000 ; ce facteur de

5 qualité étant obtenu par l'utilisation du silicium, d'un mode de déformation de la microbalance bien choisi, et d'une forme des ancrages 13 ;

-des masses comprises entre 5 et 100 μg .

Les fréquences des membranes 7a des microbalances MEMS sont avantageusement comprises entre 1 et 20 MHz.

10

Avantageusement, la microbalance MEMS 7 est configurée pour permettre la mesure de masse des particules 2 entre l'attogramme et le nanogramme.

15

La résolution ou précision de la microbalance MEMS 7 dans la mesure de la masse est le nanogramme, en raison des choix réalisés de prendre du silicium, avec un mode de déformation spécifique de la membrane 7a, et une forme particulière des ancrages 13, qui permettent de maximiser le facteur de qualité du résonateur tout en gardant une surface

20

Le capteur peut présenter des moyens de contrôle et de communication (filaire ou radio), électroniques ou logiciels, ad hoc permettant à l'utilisateur l'acquisition, la visualisation, l'exploitation des données, intégrés à

25

Ces moyens permettent notamment l'intégration du capteur ou d'un système présentant un ensemble de capteurs dans un système de contrôle de la qualité de l'air d'un bâtiment.

La figure 5 montre le décalage de fréquence de la membrane oscillante 7a suite au dépôt des particules 2 solides microniques/submicroniques en suspension dans le flux d'air.

5 La figure 6 montre les impacts des particules 2 sur la membrane 7a.

La figure 7 représente les fonctions principales du dispositif selon l'invention. Ainsi selon un mode de réalisation le dispositif comprend un module de séparation des particules FP1, un module de dépôt des
10 particules FP2, un module d'analyse FP3.

Avantageusement le module de séparation FP1 comprend une tête de sélection, par exemple une tête PM10. Le module de séparation FP1 des particules permet de trier les particules de préférence selon leur inertie,
15 par exemple en fonction de leur taille, et cela sur plusieurs étages d'impaction.

Le module de dépôt des particules FP2 permet l'adhésion des particules. En outre, le module de dépôt des particules est configuré pour
20 cibler une zone d'intérêt sur le capteur MEMS. Ainsi, le module de dépôt des particules FP2, présente une zone d'intérêt ciblée sur le capteur MEMS. De plus, le module de dépôt des particules est configuré pour l'adhésion des particules par fonctionnalisation et/ou micro/nano structuration de la surface du MEMS. Avantageusement, le module de dépôt des particules
25 est configuré pour la régénération du capteur comprenant l'auto-nettoyage par exemple par flux d'air, par vibration, température.

Le module d'analyse FP3 peut être configuré pour mesurer la fréquence de résonance des capteurs MEMS avant et après le dépôt de particules.

Le module d'analyse FP3 peut également être configuré pour déterminer la masse des particules déposées sur les MEMS en fonction du décalage de la fréquence. Avantageusement, ce module d'analyse FP3 permet un traitement du signal automatisé. Ce module d'analyse permet également
5 une analyse *in-situ* et en continu.

Les microbalances MEMS 7 sont réalisées par des procédés de microfabrication en salle blanche, dont les étapes sont schématisées sur la figure 8.

10 Comme représenté figure 8, elles sont fabriquées à partir de plaques de SOI (en anglais « Silicon On Insulator » soit en français « Silicium sur isolant ») comportant un empilement de Silicium monocristallin poli de plusieurs dizaines de micromètres d'épaisseur appelée « Device » par la suite « D », d'une couche d'oxyde de Silicium SiO_2 appelée « Box », par la
15 suite « B », de quelques micromètres d'épaisseur, et d'une couche de Silicium monocristallin poli de plusieurs centaines de micromètres d'épaisseur appelée « Handle », par la suite « H », et d'une face arrière d'oxyde, nommée F sur la figure 8, de 2 micromètres .

La couche D est formée de Silicium dopé très faiblement résistif
20 électriquement afin de garantir l'actionnement électrostatique des membranes 7a. La couche H est formée de Silicium fortement résistif pour éviter les court-circuits. La membrane 7a formant la microbalance MEMS 7 est structurée dans l'épaisseur de la couche D.

Une couche de nitrure de Silicium Si_3N_4 de cent nanomètre
25 d'épaisseur environ (nommée N) puis une couche de Silicium polycristallin d'épaisseur micrométrique (nommée M) sont déposées par LPCVD (en anglais « Low Pressure Chemical Vapor Deposition », soit en français « Dépôt chimique en phase vapeur à faible pression ») dans une étape 1, 2.

Une résine photosensible est déposée sur la face supérieure du SOI et une photolithographie est ensuite réalisée pour définir la structure de la membrane 7a et des électrodes 14 dans la résine dans une étape 3, 4. A cette étape l'écart entre les motifs des électrodes 14 d'actionnement et celui de la membrane sont de l'ordre de deux micromètres.

Les motifs sont ensuite transférés dans la couche de Polysilicium par gravure dans un bâti de RIE (en anglais « Reactive Ion etching », soit en français « Gravure ionique réactive ») dans une étape 5.

La plaque de SOI est ensuite placée dans un four à haute température (1100°C) pendant plusieurs heures afin de réaliser l'oxydation du Polysilicium, dans une étape 6.

A l'issue de cette oxydation, un oxyde de Silicium de presque deux microns d'épaisseur a été formé et les ouvertures entre les motifs d'actionnement et le motif de la membrane ont été réduites à quelques centaines de nanomètres.

Dans une étape 7, une photolithographie, suivie d'une gravure DRIE (en anglais « Deep Reactive Ion etching », soit en français « Gravure ionique réactive profonde») sont réalisées pour ouvrir la couche d'oxyde là où les contacts électriques seront déposés.

Dans une étape 8, 9, 10, ces motifs sont ensuite transférés par gravure RIE dans le Silicium polycristallin puis le nitrure de Silicium.

Dans une étape 11, 12, une photolithographie suivie d'un dépôt d'Aluminium par pulvérisation et d'un décollement à l'acétone permettent de former les plots de contacts en Aluminium pour les entrées et sorties de signaux électriques.

Dans une étape 13, 14, 15, une photolithographie est réalisée sur la face arrière du SOI pour définir des zones d'ouverture sous la membrane.

Ce motif est transféré dans l'oxyde de Silicium de la face arrière par gravure DRIE.

Les motifs de membrane et d'électrode sont transférés dans la couche D par une gravure DRIE.

Une dernière étape de DRIE de la face arrière permet de transférer la zone d'ouverture sous la membrane dans la couche H.

5 L'oxyde de Silicium exposé est ensuite dissout par une gravure à la vapeur d'acide fluorhydrique (HF) dans une étape 16. La membrane est désormais suspendue.

Le reste de polysilicium et de nitrure sont enfin nettoyés par gravure RIE dans une étape 17.

10

15

20

REVENDEICATIONS

1. Capteur (1) pour l'analyse in-situ et en continu d'un flux d'aérosol permettant la mesure de la masse des particules
5 microniques/submicroniques (2) en suspension dans le flux d'air, comprenant :
- un dispositif de tri aéraulique permettant d'effectuer la granulométrie des particules (2) selon leur taille avec un corps d'impacteur (3) à cascade de plusieurs étages, avec suivant sa longueur une conduite (6)
10 d'écoulement,
- chaque étage étant formé d'au moins :
- une buse axiale (10) par laquelle entre l'écoulement dans l'étage, et
 - d'ouvertures latérales (9) ;
- le diamètre et le nombre d'ouvertures latérales (9) et de la buse axiale (10)
15 étant choisis pour permettre le contrôle du débit du flux d'aérosol et le tri des particules (2) selon leur inertie à chaque étage ;
- au moins une microbalance MEMS (7) par étage, située à distance et en regard de la buse axiale (10), sur la zone d'impaction des particules (2) entre des ouvertures latérales (9) qui laissent passer l'écoulement;
- 20 la microbalance MEMS (7) comportant une membrane oscillante (7a) en silicium, suspendue, destinée à la mesure d'un décalage de fréquence d'oscillation pour déterminer la masse inférieure ou égale au microgramme de l'ensemble des particules (2) déposées ;
- au moins un évidement axial (8) situé sous chaque membrane (7a)
25 afin de la suspendre, les ouvertures (9) étant latérales à l'évidement axial (8) et destinées à l'écoulement du flux d'aérosol et situées de part et d'autre de l'évidement axial (8),

- des moyens de calcul reliés à chaque microbalance MEMS (7) pour déterminer la masse de l'ensemble des particules (2) sur la zone d'impaction;

5 - un système de nettoyage de la microbalance MEMS (7) permettant l'évacuation des particules (2) hors de la microbalance MEMS (7), la membrane (7a) étant conformée pour permettre de contrôler l'adhésion et/ou la séparation des particules (2) à sa surface par : micro/nano structuration ou fonctionnalisation physico-chimique ;

10

-des moyens d'entraînement du flux d'aérosol.

2. Capteur (1) selon la revendication précédente, dans lequel le système de nettoyage est réalisé par des canaux d'entrée (12a) et des canaux latéraux de sortie (12b) débouchant dans la conduite (6), et des moyens de circulation d'un fluide de nettoyage tel que de l'air ou du solvant dans ces canaux (12a, 12b),

15 les canaux latéraux d'entrée (12a) et des canaux latéraux de sortie (12b) communiquant fluidiquement avec la conduite (6) et étant disposés de sorte à faire circuler le fluide de nettoyage sur la surface des membranes (7a).

20

3. Capteur (1) selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la membrane (7a) est suspendue à plusieurs ancres (13) auxquels elle est fixée tendue, et disposée entre plusieurs électrodes (14) aptes à l'actionnement électrostatique ou à la mesure.

25

4. Capteur (1) selon la revendication précédente, dans lequel la membrane oscillante (7a) en silicium est à actionnement électrostatique, et dans lequel une tension alternative combinée à une tension continue est amenée sur une ou plusieurs électrodes (14) d'actionnement alors que la membrane

30

suspendue (7a) est maintenue à un potentiel électrostatique nul de façon à déformer la membrane,

la membrane (7a) étant chargée électrostatiquement, le mouvement de celle-ci induisant un mouvement de charge et donc un courant mesuré via
5 des contacts liés aux ancrages (13) de la membrane (7a) ou liés à une électrode (14) ne servant pas à l'actionnement.

5. Capteur (1) selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la surface de la membrane (7a) est du silicium noir.

10

6. Capteur (1) selon l'une des revendications précédentes, dans lequel le corps d'impacteur (3) présente un empilement de tranches (11) de silicium ou d'autres matériaux micro/nano structurés, en appui et fixées entre elles.

15 7. Capteur (1) selon la revendication précédente, dans lequel chaque étage présente quatre tranches (11):

- une première tranche (11a) avec une buse axiale (10) ;
- une deuxième tranche (11b) avec un évidement axial (8) et des ouvertures latérales (9) d'écoulement ;

20 -deux tranches (11c, 11d) dites « intercalaires» se disposant entre la première tranche (11a) et la deuxième tranche (11b).

8. Capteur (1) selon l'une des revendications précédentes 7 à 8, dans lequel le système de nettoyage des microbalances MEMS (7) est réalisé par des
25 canaux d'entrée (12a) et des canaux latéraux de sortie (12b) situés entre une tranche de silicium dite « intercalaire » (11c, 11d) et la première tranche (11a) de silicium.

9. Capteur (1) selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la
30 membrane (7a) de la microbalance MEMS est conformée pour présenter :

-un facteur de qualité Q avec $\Delta m_{\min} = \frac{m}{Q}$, supérieur à 15000,

-une masse comprise entre 5 et 100 μg .

5 10. Capteur (1) selon l'une des revendications précédentes, dans lequel les fréquences d'oscillation de la membrane (7a) sont comprises entre 1 et 20 MHz.

10 11. Capteur (1) selon l'une des revendications précédentes 1 à 10, dans lequel le système de nettoyage des microbalances MEMS comporte un élément chauffant situé dans la membrane (7a) et/ou le corps d'impacteur (3).

15 12. Capteur (1) selon l'une des revendications précédentes 1 à 11, dans lequel le système de nettoyage des microbalances MEMS comporte la membrane oscillante (7a) destinée à osciller à une fréquence donnée permettant la séparation des particules de la membrane (7a).

20 13. Capteur (1) selon l'une des revendications précédentes 1 à 12, dans lequel le corps d'impacteur (3) présente des moyens d'ouverture/fermeture :
-des ouvertures axiales (9) ;
-et/ou des buses axiales (10) ;
pour contrôler le débit du flux d'aérosol s'écoulant dans le corps d'impacteur (3).

25 14. Capteur (1) selon l'une des revendications précédentes, dans lequel les buses axiales (10) et les évidements axiaux (8) sont de taille décroissante suivant l'axe de l'écoulement de l'aérosol de manière à impacter des particules (2) de taille décroissante à chaque étage.

15. Capteur (1) selon l'une des revendications précédentes, dans lequel le diamètre et le nombre d'ouvertures latérales (9) permettant l'écoulement est déterminé pour impacter :

- 5 - les particules (2) entre 10 micromètres et 2,5 micromètres ou plus, à un premier étage ; et
- les particules (2) entre 2,5 micromètres et un micromètre à un second étage ; et
- les particules (2) entre un micromètre et 0,3 micromètres à un troisième étage, suivant le sens de l'écoulement du flux d'aérosol.

10

16. Capteur (1) selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la conduite (6) en silicium est recouverte d'un métal conducteur.

15 17. Capteur (1) selon l'une des revendications précédentes, dans lequel les dimensions de la membrane oscillante (7a) sont comprises en largeur entre plusieurs centaines de microns et plusieurs millimètres.

18. Capteur (1) selon l'une des revendications précédentes, dans lequel pour chaque microbalance MEMS (7), la distance entre la membrane oscillante (7a) et des actionneurs électrostatiques est inférieure ou égale à 1 micromètre.

19. Capteur (1) selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la membrane oscillante (7a) est une membrane rectangulaire.

25

20. Capteur (1) selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la microbalance MEMS (7) est configurée pour permettre la mesure de masse des particules (2) entre l'attogramme et le nanogramme.

30

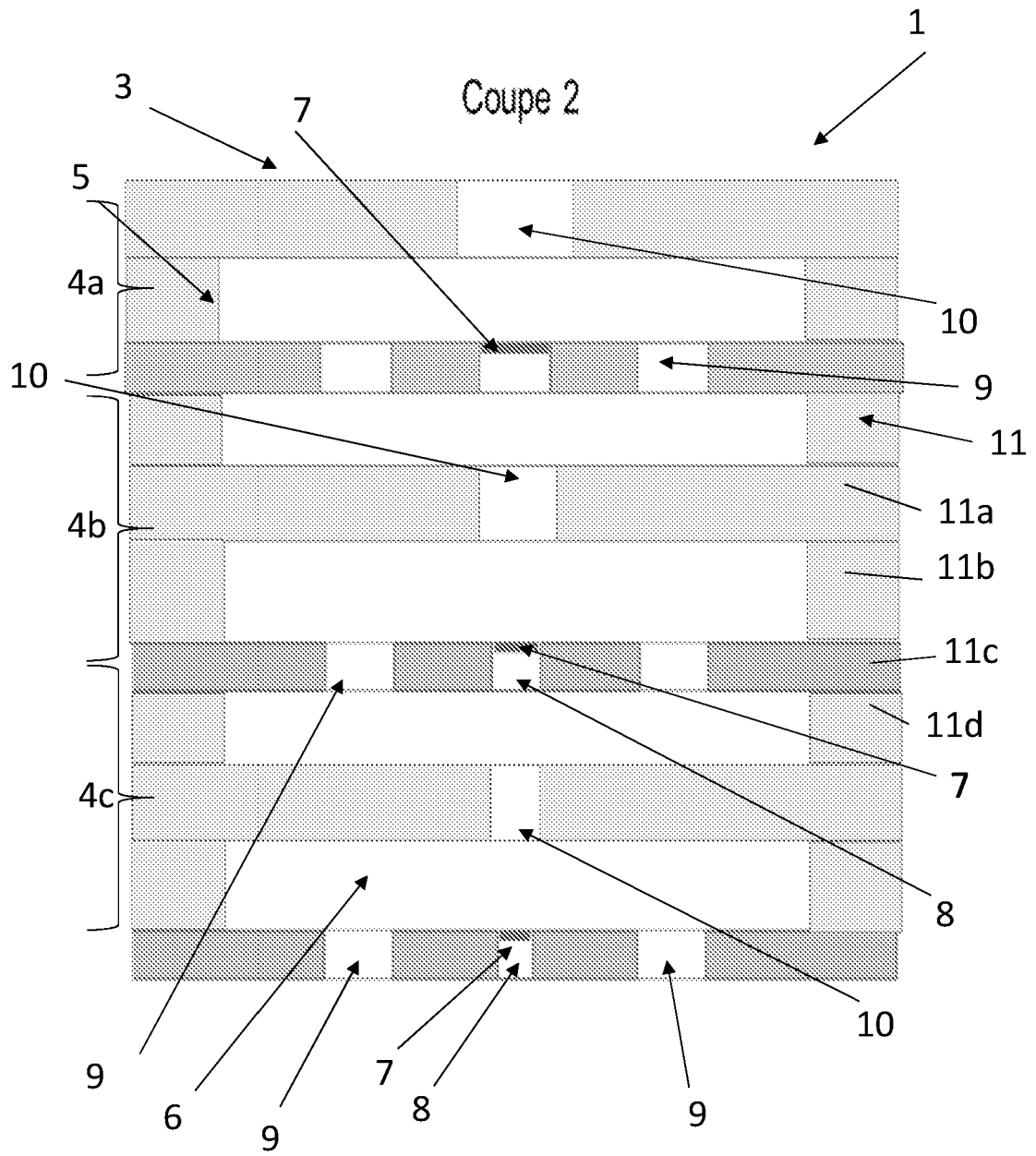


Figure 2

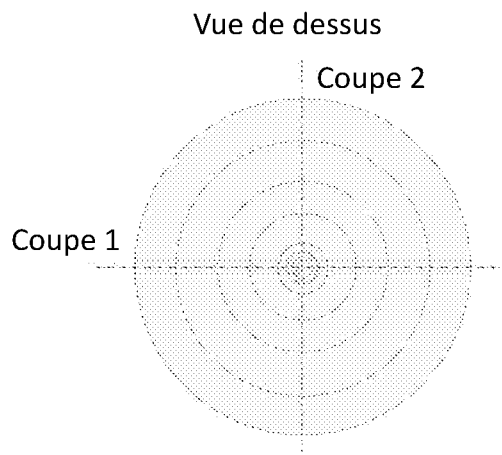


Figure 3

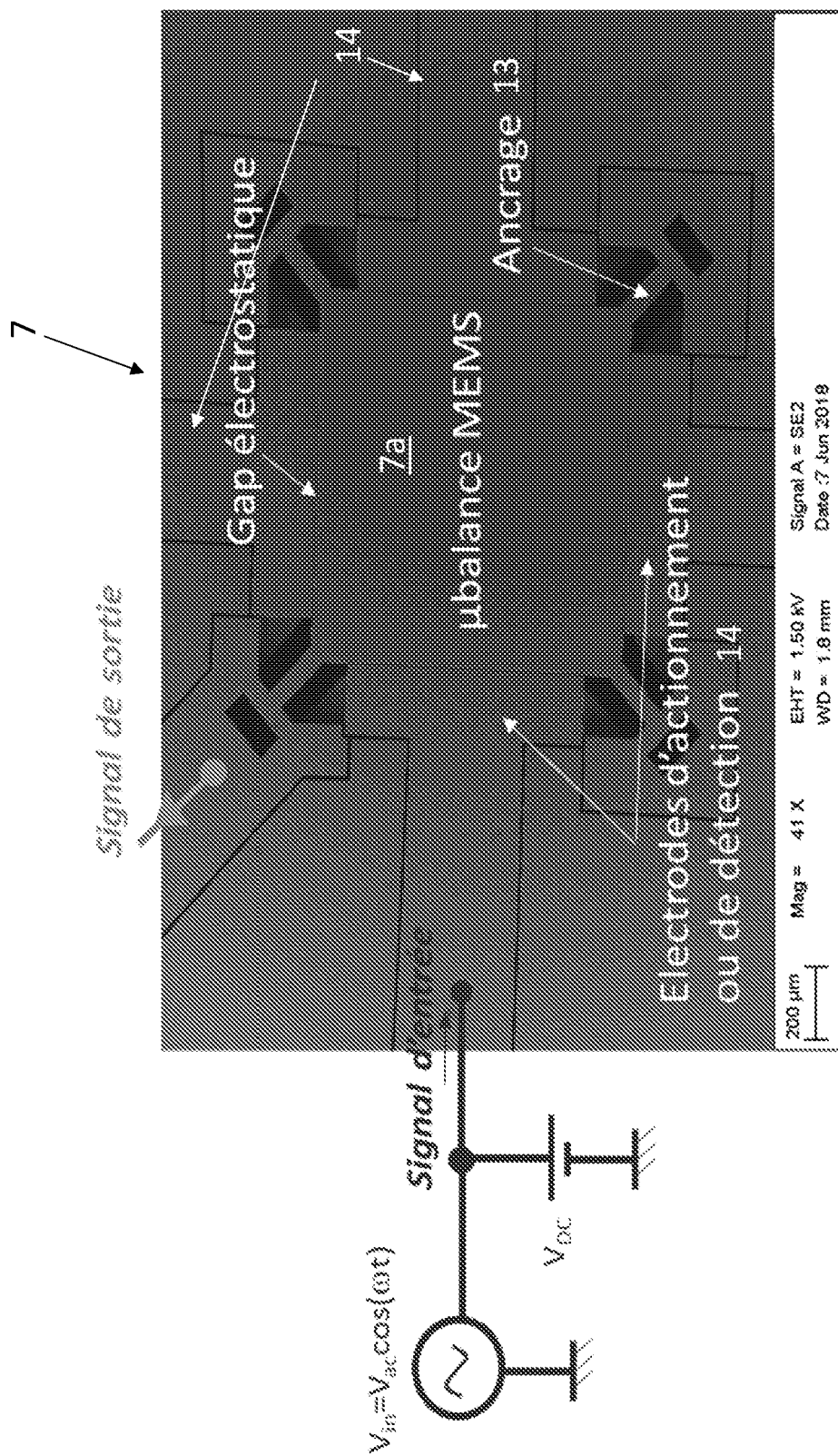


Figure 4

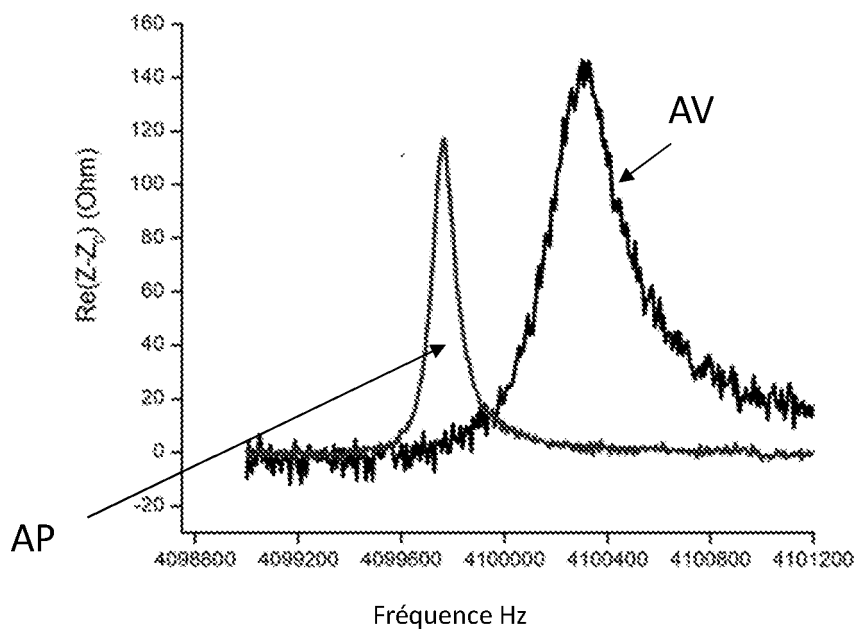


Figure 5

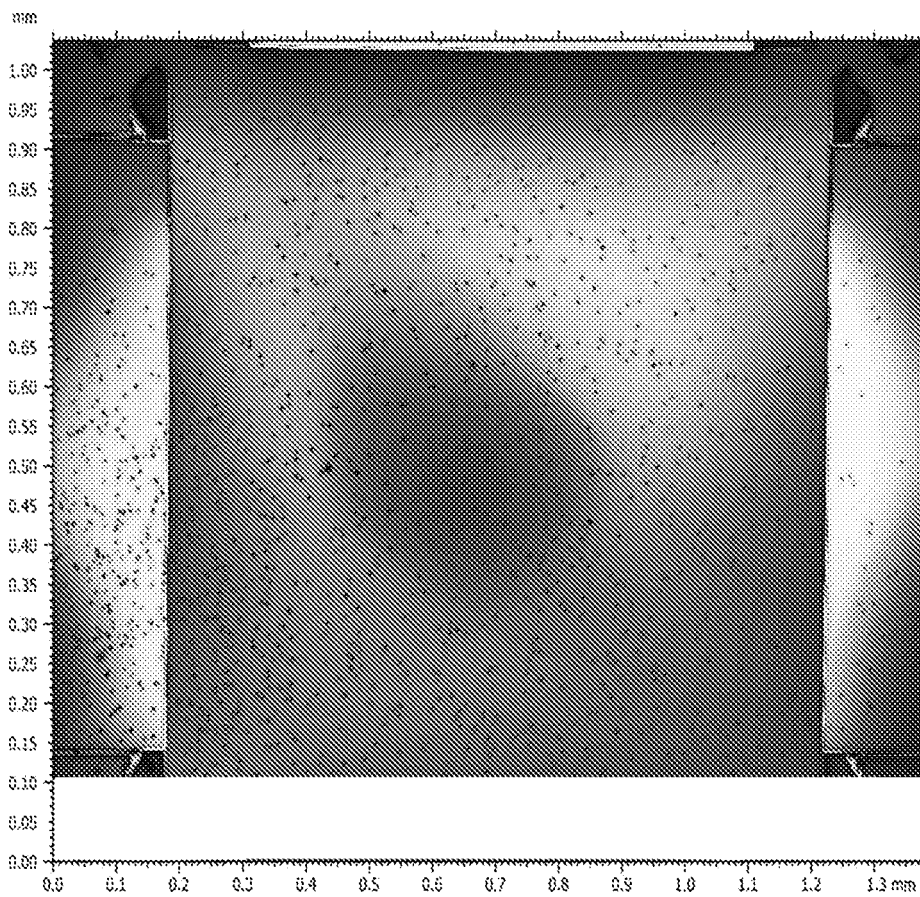


Figure 6

FP1

Module de séparation des particules

FP2

Module de dépôt des particules

FP3

Module d'analyse

Figure 7

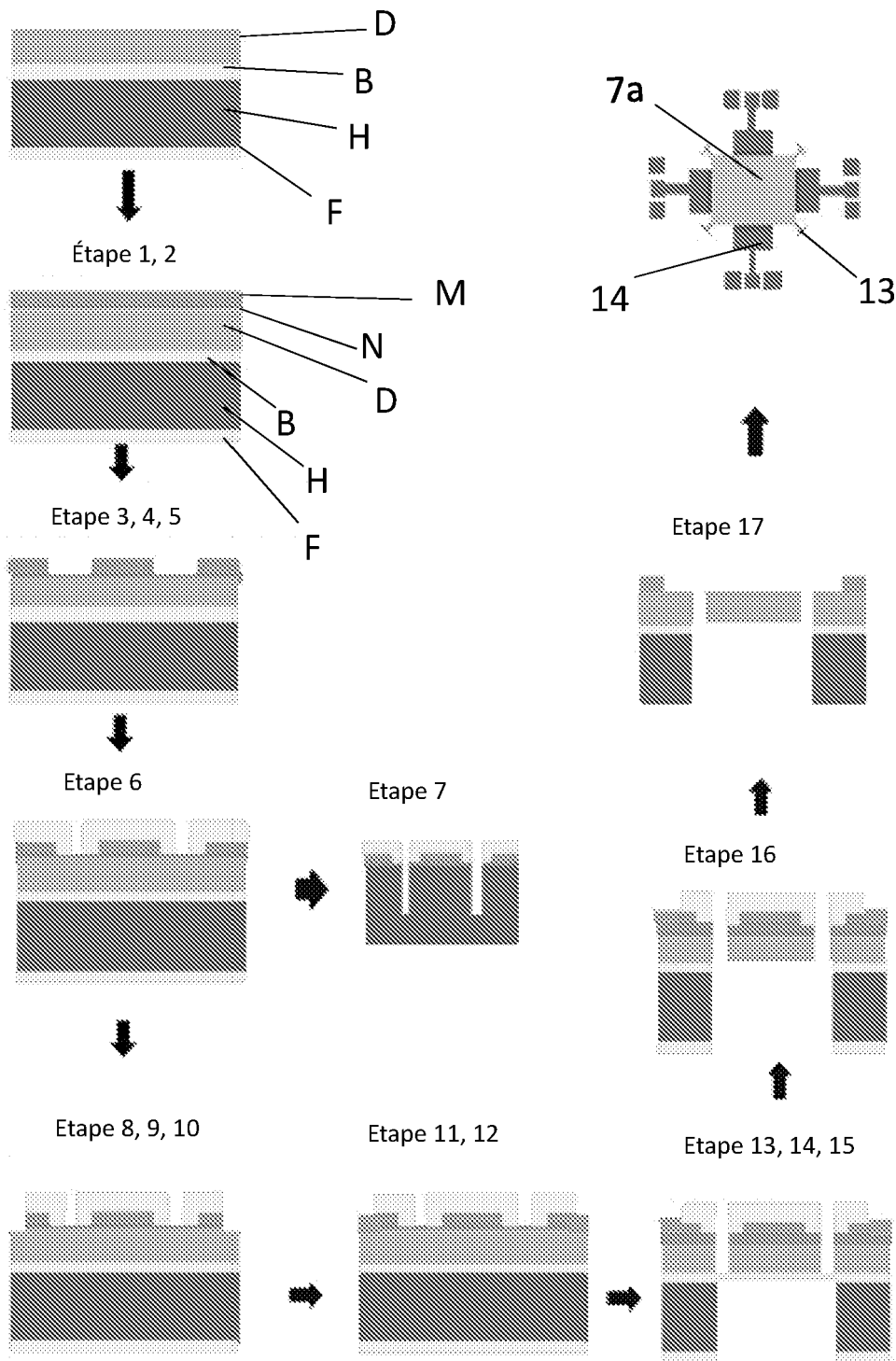


Figure 8



**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement national

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche

FA 862569
FR 1857827

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
Y	<p>MALDONADO-GARCIA MARIBEL ET AL: "Chip-Scale Implementation and Cascade Assembly of Particulate Matter Collectors With Embedded Resonant Mass Balances", IEEE SENSORS JOURNAL, IEEE SERVICE CENTER, NEW YORK, NY, US, vol. 17, no. 6, 15 mars 2017 (2017-03-15), pages 1617-1625, XP011641611, ISSN: 1530-437X, DOI: 10.1109/JSEN.2016.2638964 [extrait le 2017-02-17] * p. 1618: "II. Chip-scale aerosol inertial impactor approach" p. 1620: "A. Mass sensing detection" p. 1620: "B. Aerosol Inertial Impactor"; figures 4,5 *</p>	1-20	G01N5/00 G01N1/22 G01N15/06 B81B7/02
A	<p>SOYSAL U ET AL: "Aerosol mass concentration measurements: Recent advancements of real-time nano/micro systems", JOURNAL OF AEROSOL SCIENCE, vol. 114, 7 septembre 2017 (2017-09-07), pages 42-54, XP085242166, ISSN: 0021-8502, DOI: 10.1016/J.JAEROSCI.2017.09.008 * p. 50 - 51: "2.2.2.1. Regeneration of sensors" *</p>	1	<p>DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)</p> <p>G01N G01G</p>
Y	<p>US 5 369 033 A (DI MILIA EDWARD S [US] ET AL) 29 novembre 1994 (1994-11-29) * colonne 6, lignes 31-62 *</p>	1-20	
		-/--	
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
15 juillet 2019		Böhler, Robert	
<p>CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>			

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14) 2

**RAPPORT DE RECHERCHE
 PRÉLIMINAIRE**

 établi sur la base des dernières revendications
 déposées avant le commencement de la recherche
N° d'enregistrement
nationalFA 862569
FR 1857827

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
Y	SOYSAL UGUR ET AL: "Sub- m air-gap resonant MEMS mass sensors fabrication and electrical characterization for the detection of airborne particles", 2018 SYMPOSIUM ON DESIGN, TEST, INTEGRATION & PACKAGING OF MEMS AND MOEMS (DTIP), IEEE, 22 mai 2018 (2018-05-22), pages 1-5, XP033363681, DOI: 10.1109/DTIP.2018.8394231 [extrait le 2018-06-22] * Abstract Section III Electrical Characterisation * -----	4,9, 17-20	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
Y	EP 2 204 641 A1 (ST MICROELECTRONICS SRL [IT]) 7 juillet 2010 (2010-07-07) * alinéa [0043] * -----	11	
Y	US 3 653 253 A (OLIN JOHN G) 4 avril 1972 (1972-04-04) * figure 6 * -----	13	
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
15 juillet 2019		Böhler, Robert	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
X : particulièrement pertinent à lui seul		E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie		D : cité dans la demande	
A : arrière-plan technologique		L : cité pour d'autres raisons	
O : divulgation non-écrite		
P : document intercalaire		& : membre de la même famille, document correspondant	

2

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1857827 FA 862569**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **15-07-2019**

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 5369033	A	29-11-1994	AT 126352 T	15-08-1995
			CA 2086709 A1	25-07-1993
			DE 69300334 D1	14-09-1995
			DE 69300334 T2	18-04-1996
			EP 0555638 A1	18-08-1993
			JP 2661854 B2	08-10-1997
			JP H05264430 A	12-10-1993
			KR 930016777 A	30-08-1993
			TW 236002 B	11-12-1994
			US 5369033 A	29-11-1994

EP 2204641	A1	07-07-2010	EP 2204641 A1	07-07-2010
			US 2010170324 A1	08-07-2010

US 3653253	A	04-04-1972	AUCUN	
