

La miniaturisation des chaînes analytiques

Le Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives (CEA) est en charge depuis 2005 du programme interministériel de R & D pour la lutte contre le terrorisme nucléaire, radiologique, biologique, chimique et explosifs (NRBC-E). À ce jour, plus d'une douzaine de technologies ont déjà fait l'objet d'un transfert industriel. De nombreux projets portent sur la réduction en taille des systèmes d'identification pour les rendre utilisables sur le terrain tout en conservant des performances proches des systèmes de laboratoire. Ces recherches, duales, trouvent de nombreux prolongements pour des applications civiles comme la santé publique ou la surveillance environnementale.

Exemple de la collecte électrostatique

La détection d'agents biologiques dans l'air est un enjeu critique en environnement hospitalier et dans la lutte contre le bioterrorisme. De nombreux dispositifs de collecte de particules ont été développés, mais la collecte des particules submicrométriques reste souvent problématique.

Une alternative, explorée par le CEA, consiste à séparer les particules en fonction de leur charge électrique. Un précipitateur électrostatique est dans sa version la plus simple composé de deux électrodes – l'une à forte courbure, généralement une pointe ou un fil, et l'autre à faible courbure – entre lesquelles est appliquée une haute tension (figure 1). Une décharge électrique apparaît au voisinage de l'électrode à forte courbure lorsque le champ électrique atteint une valeur critique appelée champ de Peek (ce phénomène donne lieu aux feux de Saint-Elme en temps d'orage). Un vent de particules chargées se développe de l'électrode de décharge vers la contre-électrode sous l'effet de la force de Coulomb. Ces porteurs de charges contribuent à charger les particules présentes dans l'espace inter-électrodes. Par ailleurs, le transfert de quantité de mouvement entre toutes ces particules chargées et les molécules neutres de l'air

contribue à créer un écoulement induit permettant l'aspiration des particules dans le collecteur [1] (figure 2a). Ces dispositifs, qui se sont montrés plus performants pour la collecte des particules submicrométriques que ceux fondés sur l'emploi des forces d'inertie, sont aisément miniaturisables car ils ne nécessitent pas de fluide et présentent de très faibles pertes de charges [2]. La figure 2b présente le prototype actuel, efficace sur un très large spectre de tailles de particules avec des rendements supérieurs à 90 % et capable d'assurer sans pompe ni ventilateur un débit proche de la respiration humaine (quelques L/min). Ce collecteur est aujourd'hui en phase de transfert technologique vers la société Bertin Technologies.

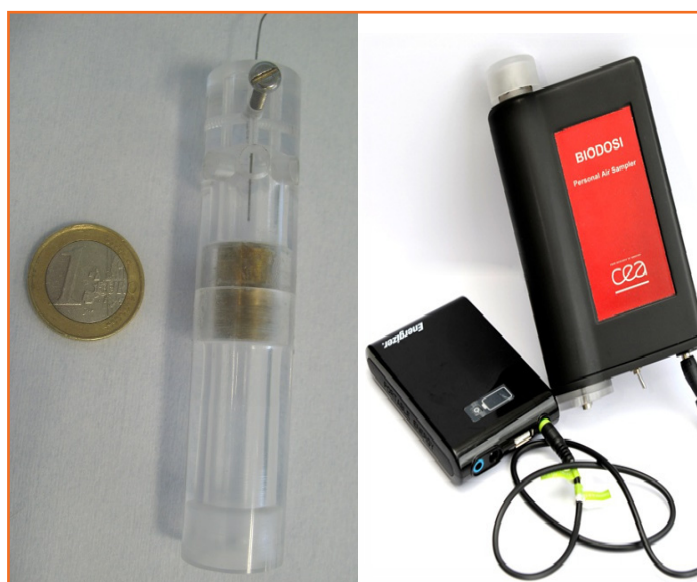


Figure 2 - Collecteurs électrostatiques. À gauche : montage expérimental permettant de mettre en évidence la collecte électrostatique et l'entraînement d'air induit ; à droite : prototype actuel [2], photo © L. Godart.

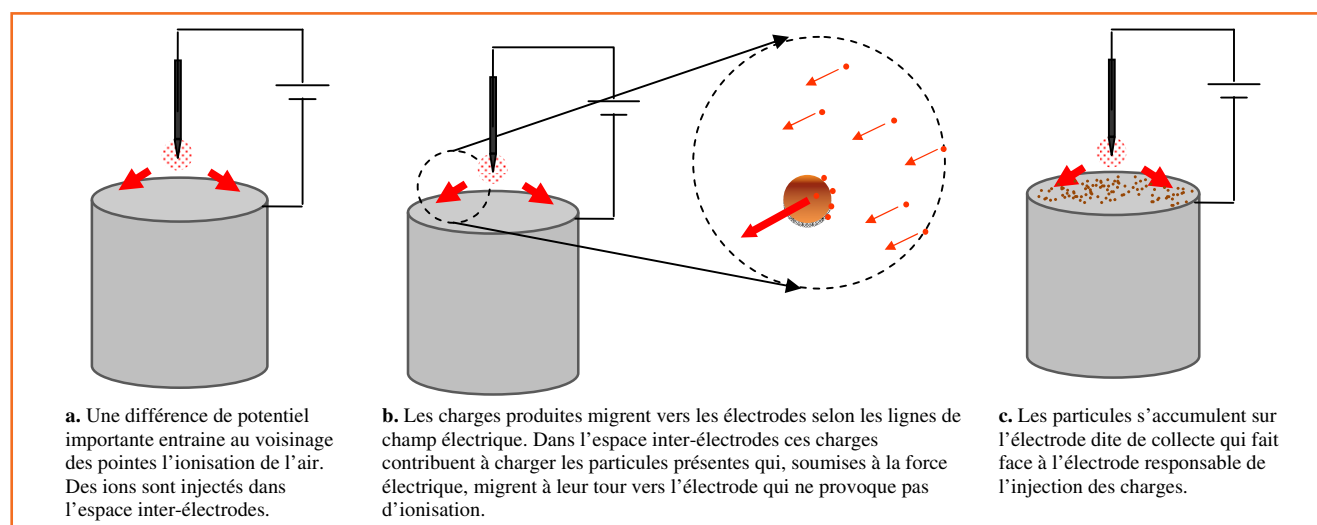


Figure 1 - Principe de la collecte électrostatique.

Exemples de la spectrométrie de masse et de la chromatographie en phase gazeuse

Le cas de la spectrométrie de masse couplée ou non à une chaîne de chromatographie en phase gazeuse est un autre exemple de miniaturisation en cours.

Micro-chromatographie en phase gazeuse

La recherche technologique se focalise aujourd'hui sur la miniaturisation des différents éléments composant les chromatographes : injecteur, colonne, détecteur. Cette miniaturisation permet d'obtenir des composants qui nécessitent moins de puissance électrique tout en étant plus efficaces. Pour les colonnes par exemple, il est nécessaire de pouvoir les chauffer afin d'éluer plus rapidement les composés les plus retenus (la température modifie le coefficient de partage entre les composés présents dans l'adsorbant de la colonne chromatographique et les composés présents dans le gaz vecteur). Pour cela, les chromatographes classiques utilisent des fours d'une puissance de l'ordre de 2 000 W, contre seulement 10 W sur silicium. De plus, la miniaturisation va dans le sens d'une optimisation des processus de diffusion pour les composés entre la phase mobile (gaz vecteur) et la phase stationnaire (adsorbant). En réduisant la taille des microcanaux (typiquement de section $50\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m}$ sur une longueur de 2 m), les échanges par diffusion se font plus rapidement. L'efficacité des colonnes (reliée à la finesse des pics chromatographiques) augmente ainsi en $1/l$, où l est la largeur des microcanaux [3].

Micro-spectrométrie de masse (μ -SM)

L'enjeu pour les prochaines années est de réduire également la taille du spectromètre de masse, tout en conservant des performances de haut niveau. Différentes architectures sont envisageables pour une miniaturisation : les spectromètres de masse à secteurs magnétiques et/ou secteurs électrostatiques, les filtres quadripolaires, les trappes ioniques et les spectromètres de masse à temps de vol [4]. Toutes reposent sur l'ionisation des molécules, la collecte des ions formés et leur séparation, sous vide, en fonction de leur rapport masse sur charge (m/z). Dans le cas de la spectrométrie à temps de vol, les m/z sont séparés en fonction de leur vitesse de déplacement, les molécules les plus légères étant les plus rapides. Pour améliorer la résolution, la solution classique est d'allonger la durée de temps de vol. Dans le cadre de la miniaturisation, la solution technique se déporte sur la vitesse d'acquisition du signal : des temps de vol de l'ordre de 10 ns et des écarts temporels de 1 ns entre deux substances devant être distingués. Le libre parcours moyen des ions étant directement relié à la pression, la miniaturisation du cœur de μ -SM permet également de réduire la taille des pompes.

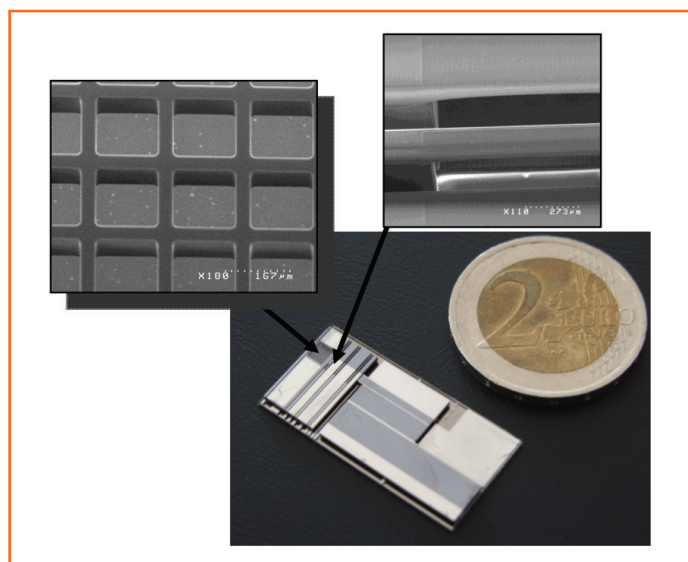


Figure 3 - Photographie d'un μ -SM formé d'une zone d'ionisation, d'optiques ioniques, d'une zone d'injection et d'un miroir électrostatique (réflectron). © CEA.

Fabriquer un μ -SM est un défi technologique. Les MEMS sont encore ici d'une grande utilité. Ils sont réalisés principalement par empilements, gravures et structures de multiples couches, ce qui permet de produire des cœurs de μ -SM d'environ $1,5\ \text{cm} \times 3\ \text{cm}$ avec, dans ce cas, des éléments de quelques dizaines de micromètres (figure 3) [5]. Les μ -SM sont testés par partie à des fins de réglages et permettent d'ores et déjà d'acquérir des spectres de masse.

Ce qui est accessible actuellement avec des matériels plus lourds (ex. : cartographie d'un polluant depuis un véhicule en mouvement) est déjà le fruit d'une réduction de taille. La miniaturisation des systèmes de collecte et d'analyse pour les rendre portables est en passe de franchir une nouvelle étape. Cette évolution de fond va entraîner une modification réelle des usages, dans de nombreux domaines applicatifs.

- [1] Quinton E., Achard J.-L., Roux J.-M., Ionic wind generator issued from a liquid filled capillary pin: application to particles capture, *J. Electrostat.*, **2013**, 71(6), p. 963.
- [2] Roux J.-M., Sarda-Estève R., Delapierre G., Nadal M.-H., Bossuet C., Olmedo L., Development of a new portable air sampler based on electrostatic precipitation, *Environ. Sci. Pollut. Res. Int.*, **2015**, doi : 10.1007/s11356-015-5522-3.
- [3] Zareian-Jahromi M.A., Ashraf-Khorassani M., Taylor L.T., Agah M., Design, modeling, and fabrication of MEMS-based multicapillary gas chromatographic columns, *J. Microelectromech. Syst.*, **2009**, 18(1), p. 28.
- [4] Syms R., Wright S.J., MEMS mass spectrometers: the next wave of miniaturization, *Micromech. Microeng.*, **2016**, 26(2), <http://iopscience.iop.org/article/10.1088/0960-1317/26/2/023001>.
- [5] Tassetti C.-M., Mahieu R., Danel J.-S., Peysonneaux O., Progent F., Polizzi J.-P., Machuron-Mandard X., Duraffourg L., A MEMS electron impact ion source integrated in a micro time-of-flight mass spectrometer, *Sens. Actuators, B*, **2013**, 189, p. 173.

Cette fiche a été préparée au CEA par **Bertrand Bourlon**, chef de projet, **Frédéric Progent**, ingénieur-chercheur, chargé d'affaire du projet μ -SM, **Jean-Maxime Roux**, chef de projet, et **Christophe Bossuet**, chef de projet R & D pour la lutte contre le terrorisme NRBC-E (CEA, Centre DAM-Ille-de-France – Bruyères-le-Châtel, F-91297 Arpajon Cedex, christophe.bossuet@cea.fr).

Les fiches « Un point sur » sont coordonnées par un comité éditorial mené par Jean-Pierre Foulon et Séverine Bléneau-Serdel (contact : bleneau@lactualitechimique.org). Elles sont regroupées et téléchargeables librement sur www.lactualitechimique.org/spip.php?rubrique11.