

PROJET MULTIDISCIPLINAIRE

Réalisation de membranes suspendues par photolithographie en niveaux de gris



Projet multidisciplinaire réalisé par :
Bonkougou Diane et **Bousquet Thomas**

En partenariat avec :
L'Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse
(INSA) département du Génie Physique
Le Laboratoire de Physique et Chimie des Nano-Objets
(LPCNO)
L'entreprise Microlight3D

Tuteurs :
Etienne Palteau (LPCNO)
Raison Matthieu (Microlight3D)

Remerciements

Nous tenons à exprimer nos plus sincères remerciements à M. Etienne PALLEAU et M. Matthieu Raison pour leur disponibilité et leurs conseils tout au cours de la réalisation de ce projet multidisciplinaire.

Afin de mener à bien notre projet nous avons eu recours à la salle de TP4 du génie Physique. Nous adressons alors notre reconnaissance à Mme. Stéphanie Reyjal et Mme. Muriel Hantcherli pour leur apport technique pour la réalisation des observations au MEB.

Les travaux effectués pour la rédaction de ce rapport ont été faits au sein du Laboratoire de Physique et Chimie des Nano-Objets (LPCNO). Nous remercions alors son personnel, notamment M. Simon RAFFY, pour son aide quand nous avons eu des soucis techniques.

Nous remercions également les différents professeurs du département du Génie Physique qui ont pu nous aider et répondre à certaines de nos questions à propos du projet.

Nous espérons ce rapport utile pour la suite du projet.

Table des matières

INTRODUCTION.....	4
I. Présentation du projet	5
1. La méthode de bain de développement de la résine après une insolation en niveaux de gris	6
2. La méthode de bain de développement de la résine après double insolation en niveaux de gris	6
II. Présentation des résines	7
1. Choix de la résine pour les niveaux de gris	7
2. Performances attendues	9
III. Présentation de la machine SPUV	11
IV. Prise en main et résultats en "photolithographie binaire" avec la résine S 1805 .	14
V. Résultats niveaux de gris sur motifs 2.5D	19
1. Test de calibration	19
a. Processus	19
b. Résultats et analyse	20
2. Test temps d'insolation idéal	22
a. Processus	22
b. Résultats et analyse	23
3. Test dose niveau de gris	24
a. Processus	24
b. Résultats et analyse	25
VI. Résultats préliminaires de réalisations de membranes.....	28
1. Réalisation de micro-piliers	28
a. Description du processus	29
b. Résultats et Analyse	30
c. Conclusion	32
2. Réalisation membranes suspendues	32
a. Description du processus	32
b. Résultats et Analyse	33
CONCLUSION.....	36
ANNEXES.....	38
Bibliographie.....	48

INTRODUCTION

La fabrication des composants micro-électroniques repose sur un grand nombre de techniques, dont la complémentarité permet finalement l'obtention de composants fonctionnels tels que les diodes, les transistors, ou encore les puces. Une technique indispensable pour fabriquer ces composants, et mise en œuvre aujourd'hui par les industriels est la photolithographie UV avec masque. La photolithographie consiste en une reproduction d'image sur un substrat recouvert d'une couche de résine photosensible. Le masque constitue un élément vital de cette technologie, mais a un coût élevé (aux alentours de 600-700 euros pour un masque de 5 pouces). Aussi la géométrie figée sur chaque masque physique ne permet pas le travail de prototypage, car il faudrait définir un nouveau masque pour chaque essai avec un nouveau design.

Pour résoudre les problèmes de coûts liés à l'utilisation du masque, certaines entreprises comme Microlight3D avec laquelle nous avons travaillé au cours de l'année ont ambitionné de développer une technique de photolithographie UV avec masquage digital via le contrôle d'un réseau de micromiroirs (Digital Micromirror Device).

Notre objectif a alors été dans ce projet de réaliser des membranes suspendues à l'aide de niveaux de gris avec l'équipement SmartPrint UV mis à notre disposition. Les membranes suspendues peuvent être utilisées pour modeler des surfaces et fabriquer des microstructures « 3D » avec des résines sensibles à des variations d'intensité de UV. Ses résines sont appelées des résines à niveau de gris car, la variation de dose de UV auxquelles elles sont soumises provient de la variation de la teinte de gris du masque digital utilisé pour l'insolation. Ils peuvent aussi être utilisés pour la fabrication de capteurs MEMS en microélectronique, dans le domaine de la biotechnologie 3D pour reproduire des structures à partir de biomatériaux afin de simuler des organes ou des parties d'organe et dans le domaine de la micromécanique.

Pour mener à bien le projet, nous avons dans une première étape fait une étude des différents types de résines existantes afin de faire un choix sur la résine à utiliser pour la photolithographie en niveaux de gris et pour la réalisation de membranes suspendues. En parallèle, nous avons étudié le fonctionnement de la machine SmartPrint UV afin de nous familiariser à celle-ci. Cela nous a permis par la suite de réaliser de premières expériences de lithographie en niveaux de gris avant d'aboutir à la fabrication de membranes suspendues en niveaux de gris.

I. Présentation du projet

La plupart des membranes suspendues pour les microsystèmes électromécaniques MEMS sont réalisées à base de silicium, ou certains matériaux transparents comme les semi-conducteurs III-V. Pour obtenir une membrane de silicium on utilise la méthode de la gravure humide ou sèche. Dans notre travail nous avons utilisé la résine polymère, et pour ce faire nous passons par la méthode de bain de développement de la résine après une insolation en niveaux de gris et/ou avec double insolation voir Fig1 et Fig2.

Fabriquer une membrane suspendue peut être réalisé à l'aide de différentes méthodes permettant d'obtenir des géométries et tailles variées. Chaque méthode présente ses avantages et ses inconvénients.

Parmi les avantages de notre méthode de fabrication de membranes, on peut noter la simplicité et surtout l'aspect monolithique de la membrane réalisée. En effet, l'on n'a pas de problèmes d'adhérence et de contraintes car la résine est déposée directement sur le substrat ; de plus, la zone d'encastrement sera plus robuste. Ensuite, nous avons un bon contrôle de la hauteur de la membrane qui est assuré par la maîtrise de l'épaisseur de la résine choisie par les paramètres du spin-coating et aussi la teinte du masque utilisé pour l'insolation en niveau de gris. En effet, l'équipement à masquage digital SmartPrint UV permet de moduler la dose sur un même masque en fonction du pourcentage de gris contenu dans les motifs du masque. Pour ce faire un bon choix de résine sensible à des variations de dose d'UV doit être fait.

Cependant, cette méthode exige de disposer des ouvertures dans la membrane suspendue pour évacuer la résine non polymérisée lors de la révélation. Ce dernier point constitue un réel problème pour la réalisation de nos membranes. En effet, réaliser des canaux avec des dimensions très petite de l'ordre du micromètre devient rapidement impossible, et l'on fait face aux limites de cette approche. Néanmoins, dans le cas de nos membranes, cela ne devrait pas être un obstacle si l'on prévoit une membrane percée ou des canaux d'évacuation facilitant la libération de la résine insolée lors du passage au développeur voir Fig3 .

La méthode de bain de développement de la résine après une insolation en niveaux de gris et/ou avec double insolation, permet d'obtenir des membranes fiables et reproductibles, tout cela en un seul dépôt au spincoating de résine épaisse.

Description des deux méthodes de réalisation de membranes suspendues

1. La méthode de bain de développement de la résine après une insolation en niveaux de gris

Afin de produire une membrane en niveaux de gris il faut procéder en plusieurs étapes :

1. Nettoyer et disposer la lame de verre sur la tournette
2. Effectuer le dépôt de résine
3. Insoler la résine en faisant passer les UV par la lame de verre (Il faut disposer d'une lame de verre ou d'un substrat capable de laisser passer les UV. Il ne faut donc pas que le verre possède une grande absorbance)
4. Développer l'échantillon.

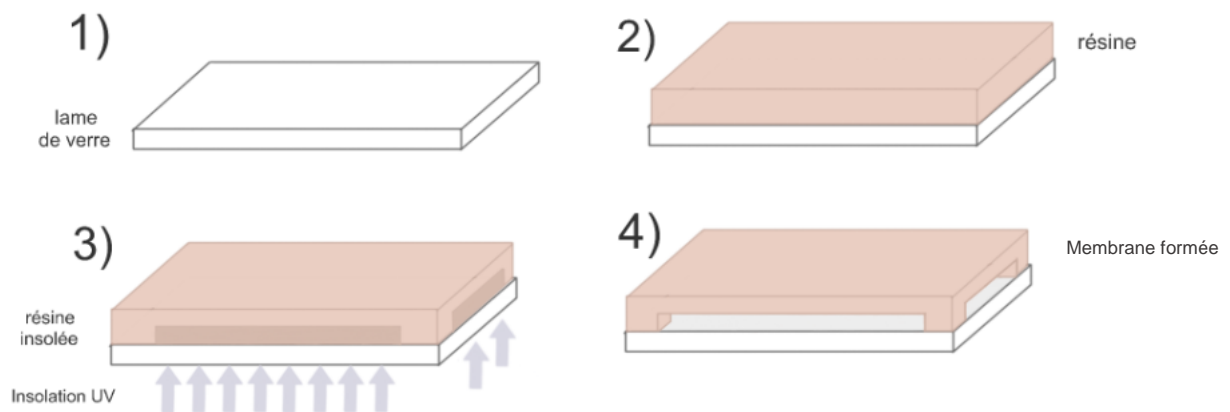


Figure 1 Illustration de la réalisation d'une membrane après une insolation en niveaux de gris

2. La méthode de bain de développement de la résine après double insolation en niveaux de gris

Il est possible de faire du niveau de gris sur les deux faces de l'échantillon, pour cela il faut rajouter une étape selon le protocole suivant :

1. Nettoyer et disposer la lame de verre sur la tournette
2. Effectuer le dépôt de résine

3. Insoler la résine en faisant passer les UV par la lame de verre
4. Retourner l'échantillon et insoler l'autre face aux UV. Il faut des marques d'alignement sur l'échantillon, afin d'aligner le premier motif et le second motif insolé
5. Développer l'échantillon.

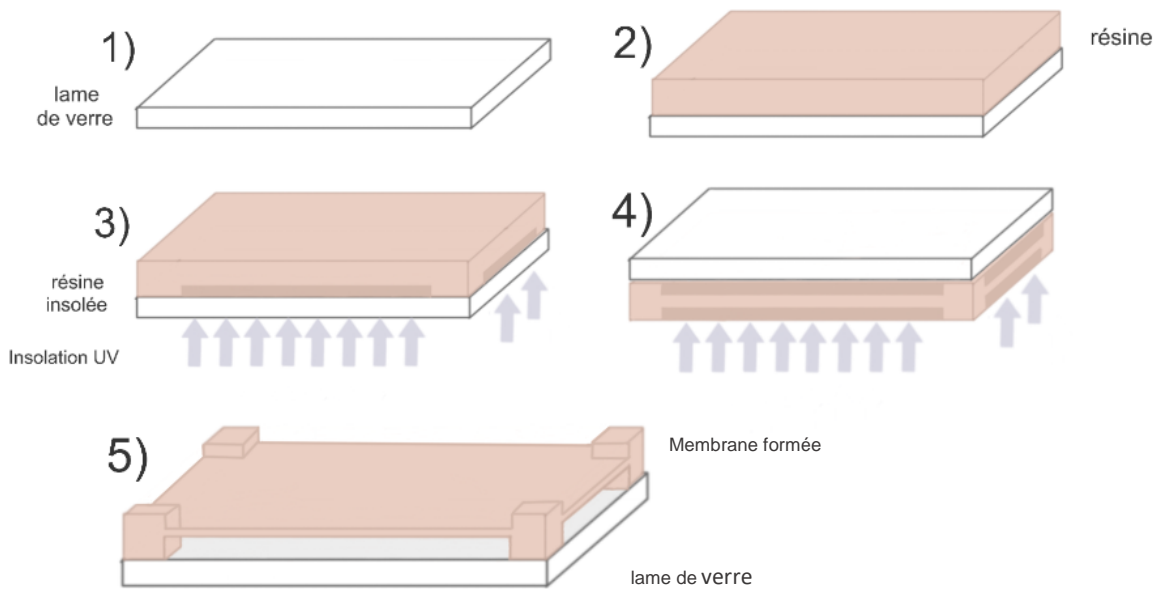


Figure 2 Illustration réalisation membranes suspendues Double insolation

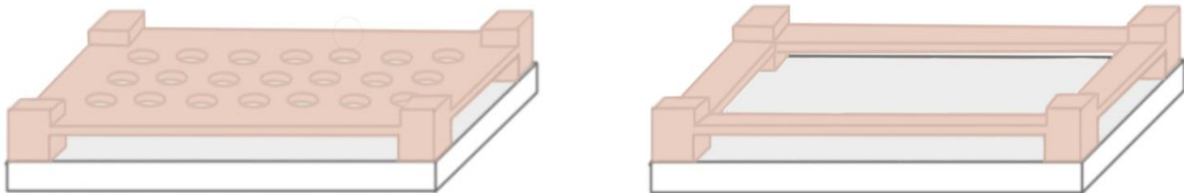


Figure 3 Illustration membranes suspendues trous avec canaux d'évacuation

II. Présentation des résines

1. Choix de la résine pour les niveaux de gris

Dans la chimie des polymères et la science des matériaux, les résines sont des substances solides ou très visqueuses d'origine végétale ou synthétique et peuvent généralement être converties en polymères.

Notre étude s'est principalement basée sur les résines utilisées en science des matériaux, principalement pour la photolithographie.

Pour la réalisation de la photolithographie, nous avons les résines photosensibles utilisées à des longueurs d'onde dans le spectre ultraviolet (ou plus courtes encore < 400 nm). On en distingue 2 types les négatives et les positives.

Les résines positives sont des résines dont les parties exposées aux rayons UV se dissolvent dans le développeur (Vice versa pour les résines négatives). Le rôle du développeur sera de révéler le fond structuré, car, sous l'influence du rayonnement UV, la solubilité de la résine change.

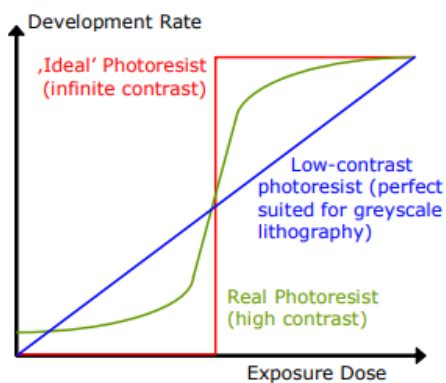


Figure 4 Illustration du taux de développement en fonction de la dose de UV
Christian dans *thick_resist_processing* 2013[2]

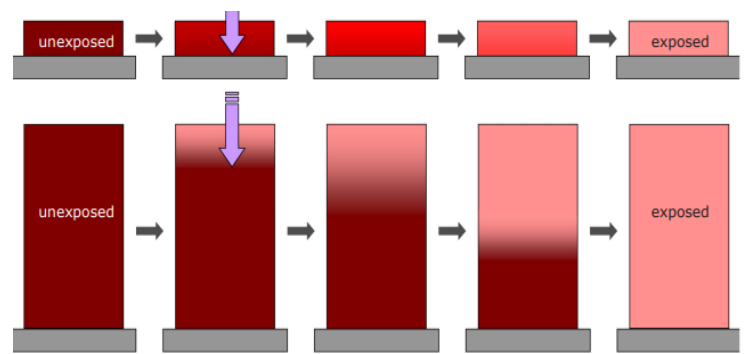


Figure 5 Illustration du changement de contraste lors de l'insolation de résine fine pour la photolithographie binaire et épaisse pour la photolithographie en niveau de gris, Christian dans *thick_resist_processing* 2013[2]

Pour la photolithographie, les résines sont généralement créées avec un fort contraste Fig5 afin d'avoir un développement le plus binaire possible courbe en rouge Fig4 ; la résine sur les zones insolées sera dissoute complètement au développement tandis que la résine non insolée restera. En revanche, pour les niveaux de gris le développement doit être idéalement linéaire courbe bleu Fig4 pour pouvoir régler facilement les paramètres d'insolation pour une profondeur voulue de développement. Ainsi il est préférable d'avoir une résine à faible contraste Fig5. Le contraste étant essentiellement une mesure de la sensibilité de la résine photosensible aux changements de la dose d'exposition.

Il faut également une résine épaisse pour qu'après l'insolation en niveau de gris on ait des résultats qu'il sera plus facile d'interpréter

Au regard des paramètres à prendre en compte pour effectuer les niveaux de gris, notre choix s'est porté sur la Ma-P 1275 G. Il s'agit d'une résine photosensible conçue spécifiquement pour la photolithographie en niveaux de gris (la photolithographie binaire est également possible). Cette résine est sensible à des longueurs d'onde allant de 310 à 450 nm, elle est donc bien adaptée pour des expériences avec la SmartPrint UV qui insole à 385nm.

Stockage de la résine :

La résine doit être stockée à une température entre 18 et 25°C dans un endroit sans lumière UV pour pouvoir les conserver plus longtemps. La bouteille doit rester fermée hors utilisation. La durée de vie de la résine et du développeur après ouverture est d'au moins 12 mois.

2. Performances attendues

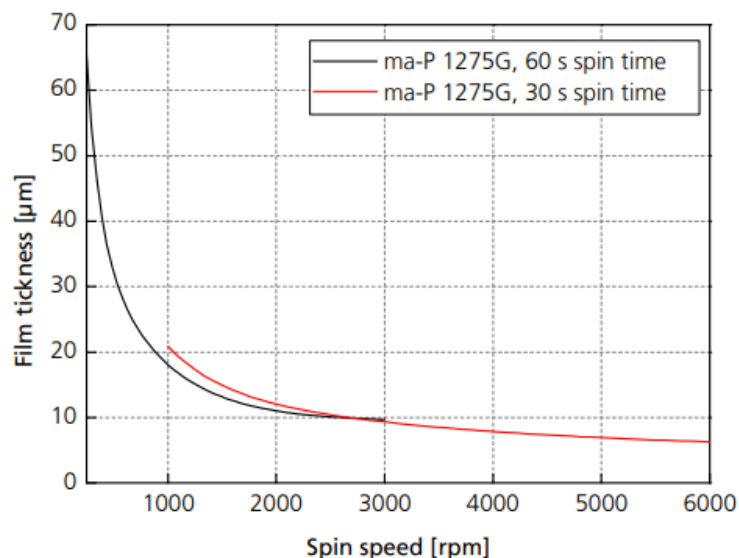


Figure 6 Courbe d'épaisseur de dépôt en fonction de la vitesse de spincoating, pour un temps de spincoating de 60s et 30s,

C.Schuster, PG_ma-P 1200 2018 [1]

Processing conditions for different film thickness of ma-P 1200G

Resist		ma-P 1215G	ma-P 1225G	ma-P 1275G	
Film thickness	[μm]	1.5	2.5	9.5	15
Substrate preparation		Oven: 30 min @ 200°C, HMDS for Si and SiO ₂ substrates			
Spin coating	[rpm]	3000	3000	3000	1500
	[s]	30	30	30	30
Prebake (Hotplate)	[°C]	100-105	100-105	100-105	100-105
	[min]	1.5	2	10	15-20
Relaxation	[min] @ r.t.	—	—	10	20
Exposure times/ spot ¹ (Direct Writing) → Greyscale exposure	[ms]	10...100 (for dose variation)		20...200 (for dose variation)	
Exposure dose ² (Mask Aligner) → Binary exposure	[mJ cm ⁻²]	60 ± 10	90 ± 20	200 ± 50	450 ± 50
Development ³	[s]				
mr-D 526/S → Greyscale (and binary) lithography		40 ± 10	50 ± 10	220 ± 30	340 ± 60
ma-D 331 → Standard binary lithography		35 ± 10	40 ± 10	140 ± 30	200 ± 60

¹ Exposure with 390 nm LED, initial power 10 W,

² Broadband exposure, intensity measured at $\lambda=365$ nm for dose calculation,

³ Immersion development

Tableau 1 Tableau illustratif du temps d'insolation et de développement pour différentes vitesses de spincoating. C.Schuster dans PG_ma-P1200_G 2018 [1]

Epaisseur de dépôt attendu :

Des dépôts uniformes sont obtenus par centrifugation, des épaisseurs de 1 à 60 μm peuvent être atteintes selon la courbe de la Fig6 pour une seule couche de dépôt de résine selon les données du fabricant. Les dépôts doivent s'effectuer à une température entre 20 et 25°C et une humidité relative entre 40 et 46%. Noter que les résultats à faible vitesse de l'enduction rotative seront moins homogènes en épaisseur.

Temps Développement :

Le développeur pour réaliser une lithographie en niveau de gris est le mr-D 526/S contenant une solution basique de Tetramethylammonium hydroxide TMAH. Le temps de développement diffère de l'épaisseur de dépôt effectué Tab1.

III. Présentation de la machine SPUV

La Smart Print UV est un équipement de photolithographie sans masque, basé sur une technologie de projection DMD Fig6, compatible avec une large gamme de résines et de substrats.

Elle permet produire n'importe quelle forme 2D à une résolution de l'ordre du micron sans avoir besoin d'un masque physique.

Une matrice de micro-miroirs ou DMD (digital micromirror device) est un microsystème électromécanique développé par Texas Instruments en 1987 permettant la projection d'une image numérique par réflexion des pixels sur des micro-miroirs qui peuvent basculer sur 2 positions différentes : on ou off. La surface contenant les micros-miroirs est éclairée par une source de lumière. Chaque miroir peut prendre deux positions : il peut s'incliner de 10 à 15° suivant le même axe de façon à réfléchir la lumière soit vers une lentille de diffusion soit vers une surface absorbante. On dit qu'il commute « on » ou « off », ce régime est donc binaire. Un miroir réfléchit la lumière d'un pixel à l'écran.

Afin de créer plusieurs niveaux de gris différents les miroirs vont commuter « on » puis « off » plus ou moins longtemps dans une période bien définie et ceci à une fréquence élevée.

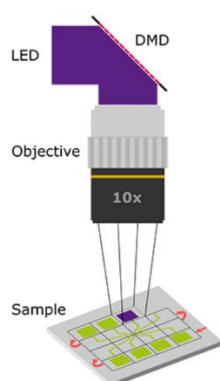


Figure 6 Illustration de la matrice de la technologie DMD, Microlight3D

La machine se présente comme suit :

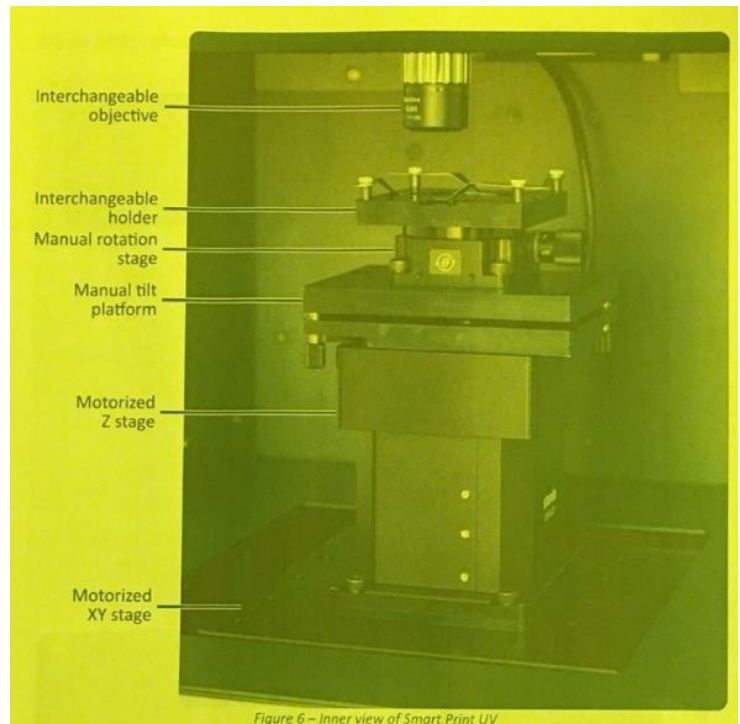
-Le « manual tilt platform » permet le réglage de la planéité

-Le support interchangeable va accueillir l'échantillon

-L'objectif amovible permet de régler la taille de l'image à insoler (x10, x5, x2.5, x1)

-Le support motorisé en Z permet de déplacer l'échantillon en hauteur avec une précision de 0.625 μm

-Le support motorisé en XY permet de déplacer l'échantillon en longueur et largeur avec une précision de 0.1 μm



Utilisation de la machine :

STATE 1: Light engine is ON		Center illuminated, static
STATE 2: Protection lid opened		Edge illuminated, circular motion
STATE 3: Lithography running		Center illuminated, slow pulsation
STATE 4: Warning or error		All illuminated, fast pulsation
STATE 5: Light engine is OFF		No illumination

➤ En premier lieu, noter qu'il existe un indicateur sur l'état de la machine.

Toujours faire attention à cette lumière avant d'effectuer une manipulation sur la machine afin d'éviter un dysfonctionnement

- Les objectifs de la Smart Print UV sont attachés via un système magnétique « quick-release ».

Pour fixer un objectif, insérer verticalement la tête de l'objectif et tourner jusqu'à sentir une résistance.

Effectuer la manipulation inverse pour le retirer



Figure 13 – Two-steps objective loading

➤ Opérer une insolation

Pour effectuer une insolation il faut choisir une zone de l'échantillon sur laquelle projeter le motif choisit.

Pour cela on peut déplacer manuellement le support en XY ou ouvrir le panneau de contrôle XYZ dans « monitoring window » et entrer les coordonnées voulues. Cette fenêtre permet d'afficher si les coordonnées sont hors de protées.



Figure 29 – XYZ stage control and monitoring interface

Une fois les réglages effectués, on peut effectuer une insolation simple en appuyant sur « start » ou lancer un test dose.



Le test dose permet de lancer plusieurs insulations en chaîne avec des conditions de temps d'insolation différentes.

-Nb of columns x Nb of rows donne le nombre de motifs insolés.

-X pitch et Y pitch donnent la largeur et la longueur des motifs insolés.

-Time inc donne l'incrément de temps entre chaque image insolée.

Il est possible de faire apparaître sous chaque image le numéro de l'image et son temps d'insolation dans un cadre.

Une fois tous les réglages effectués cliquer sur « start » pour insoler.

IV. Prise en main et résultats en "photolithographie binaire" avec la résine S 1805

Pour apprendre comment fonctionne la SmartPrint UV, nous avons utilisé par défaut la résine positive « S 1805 » pour les tests pour sa simplicité de mise en oeuvre. Les tests se sont effectués en lumière inactinique, une lumière n'ayant presque pas d'action photochimique sur la résine.

➤ Procédure

1) Nettoyage préliminaire du substrat avant dépôt de résine

Pour procéder au dépôt des résines, il faut commencer par une étape de nettoyage du substrat : il faut éliminer toutes les poussières ou impuretés extérieures pour améliorer au maximum l'homogénéité du dépôt sur le substrat.

Le substrat de silicium est nettoyé grâce à un nettoyage à l'acétone. Nous frottons ensuite le substrat au papier type salle blanche non pelucheux puis nous rinçons une seconde fois à l'acétone.

On rince à nouveau le substrat à l'eau distillée pour chasser l'acétone, et on le sèche avec un souffleur d'azote.

Et enfin on dépose le substrat sur une plaque chauffante à 100°C au moins 1min c'est l'étape dite de déshydratation qui nous permet de nous assurer qu'il n'y ait plus de traces d'humidité sur le substrat.

2) Dépôt de la résine

Il faut ensuite passer l'échantillon sur le spincoater.

Le spincoater (tournette) Fig7 permet d'effectuer un dépôt de couche mince de résine, par dépôt de la résine sur la surface plane d'un substrat que l'on pose sur la tournette qui tourne à vitesse élevée. Ce dépôt s'effectue à des épaisseurs contrôlées en fonction de la vitesse, l'accélération et le temps de dépôt qui sont les paramètres à entrer pour le spincoating (dépôt centrifuge ou à la tournette).

Pour cela nous appliquons un vide entre le support et l'échantillon pour le maintenir pendant la rotation. Nous déposons la résine uniformément sur le substrat en évitant les différences d'uniformité et en enlevant les bulles, puis nous le faisons tourner à 3000 rpm pendant 30s, avec une accélération de 1000 rpm.s⁻¹.

On replace le substrat sur la plaque chauffante 1 minute à 100°C, c'est le recuit.

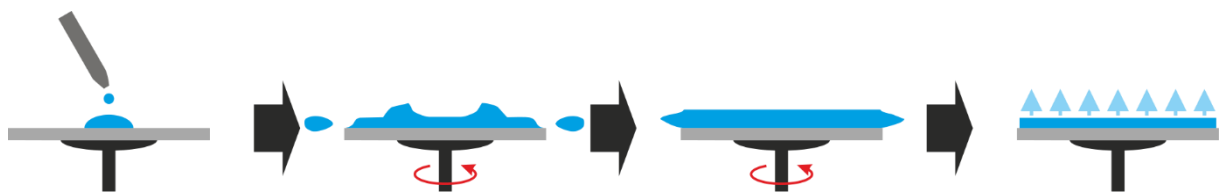


Figure7. Illustration dépôt au spincoater de Stephan Reich

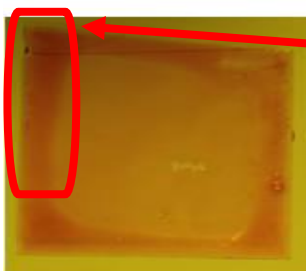


Figure8 Image illustratif de bourrelet formé après dépôt de la résine sur la lame de verre

Remarque

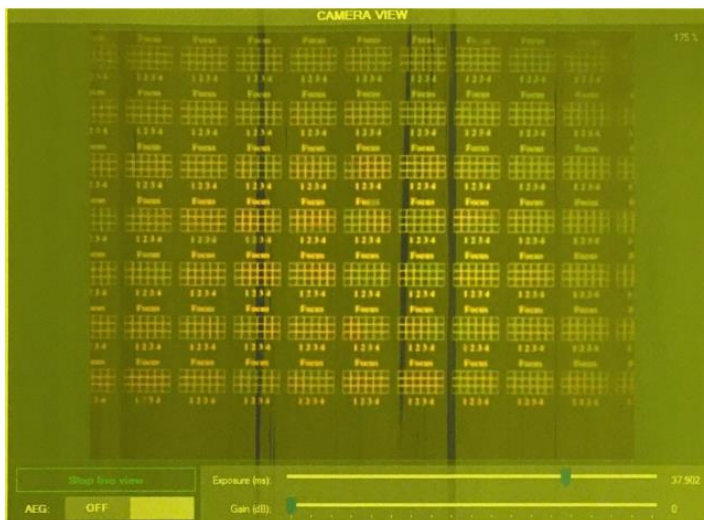
Après le dépôt de la résine au spincoater, nous constatons la formation de bourrelet autour du substrat Fig8. Par la suite pour la réalisation de nos membranes nous retirerons ses bourrelets au remover dans le but de pouvoir déposer notre échantillon avec la résine en face du porte échantillon. Ceci, pour que l'échantillon soit bien plan.

Le remover est un solvant de décapage des résines photosensibles sans que ces dernières n'aient été exposées au UV.

3) Réalisation de la planéité pour le test d'insolation

Nous utiliserons le logiciel Phaos spécifique pour le fonctionnement de la SmartPrint UV pour effectuer l'insolation.

Avant toute mesure, il faut choisir le bon objectif en fonction de la taille de l'objet et de la résolution qu'on souhaite atteindre et aussi vérifier la planéité de l'échantillon. Aussi, il faut définir l'intensité de rayonnement UV ; ayant une longueur d'onde située autour de 385nm. Pour insoler la résine, la SmartPrint UV est paramétrée à sa mise en marche à insoler à 43% de dose UV.



Pour l'insolation, on dispose l'échantillon sur la machine et on la passe en focus mode, le focus est fait à l'aide d'une lumière ambrée (595 nm pour ne pas impacter la résine avant la projection).

Le motif suivant va être projeté sur une zone de notre échantillon.

En premier lieu il faut régler la hauteur du support pour avoir une image nette.

Nous notons un point de référence Pos. 0 (Fig10) proche de la bille sur laquelle pivote le support. Nous réglons la coordonnée en z pour que l'image en ce point soit nette.

Nous repérons ensuite deux points X et Y proches des vis (Fig9). Nous faisons varier la hauteur des vis pour avoir une image nette en ces points, puis nous vérifions la netteté de l'image en

1 en faisant varier la coordonnée en z. Nous répétons ce procédé jusqu'à avoir une image uniformément nette sur tout l'échantillon.



Figure 32 - Tilt correction platform

Figure9 Tilt pour effectuer le tilt de la platine afin d'avoir la planéité

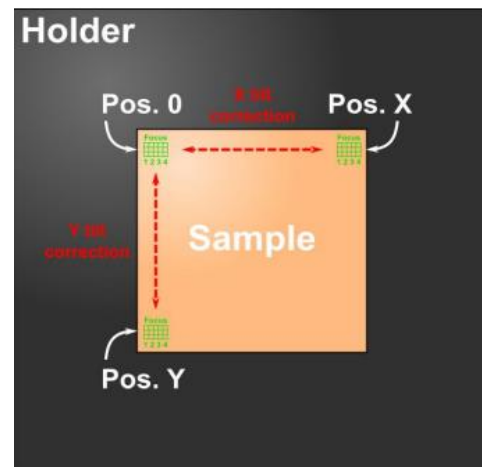


Figure10 Position à repérer sur l'échantillon afin de faire la planéité

4) Tests dose

Le test dose permet d'effectuer plusieurs insulations à la suite en modifiant le pas de temps d'insolation. Son but est donc de définir le meilleur temps d'insolation pour une résine donnée dans ces conditions d'environnement avec une intensité d'UV choisie pour l'insolation.

Une fois l'image nette, nous choisissons un masque, un temps ou un incrément d'insolation, le nombre d'insolation à effectuer et un espacement entre les images insolées.

Avant de lancer le test dose, on quitte le focus mode.

5) Développement et observation

Une fois l'insolation terminée, on agite l'échantillon dans le développeur pendant 20-30s (faire attention au surdéveloppement), ensuite on rince à l'eau et enfin on sèche l'échantillon avec le souffleur.

L'on peut aussi conclure si la dose envoyée est trop importante en regardant l'aspect de la résine si elle est brûlée avant le développement.

6) Observation

Pour observer le motif insolé sur le substrat avec la SmartPrint UV, on dispose le substrat puis on se met en microscope mode.

On observe les contours de l'image insolé sur la résine pour conclure sur la qualité de l'image, on voit dans quels cas ils sont trop développés ou très exposés aux UV et dans quels cas l'image n'est pas développée ou pas exposée du tout. On conclut sur le temps d'insolation idéal.

➤ Résultats et Analyse d'un de nos motifs insolé l'image de la Joconde

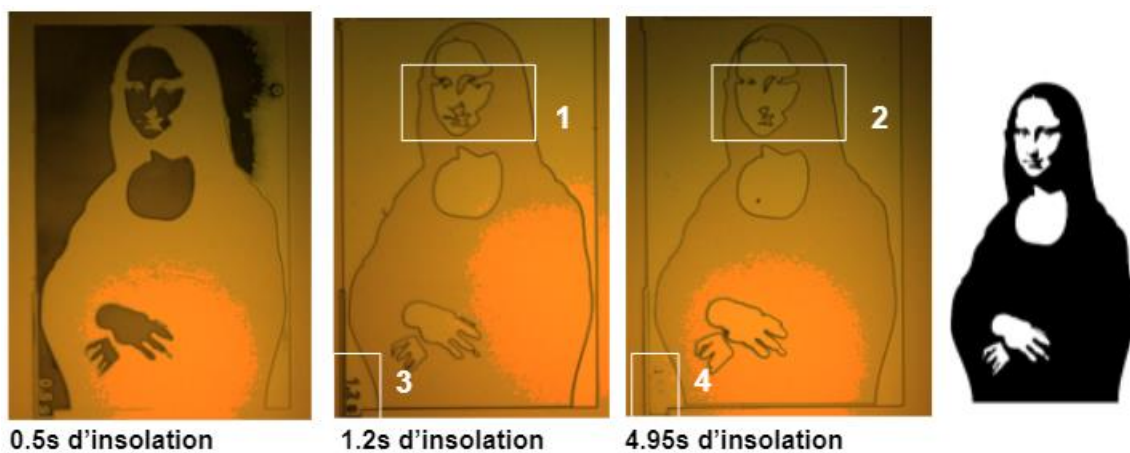


Figure 11 Les trois premières images correspondent à l'observation en mode microscope de la SmartPrint UV. La 4^{ème} correspond au motif utilisé comme masque pour l'insolation.

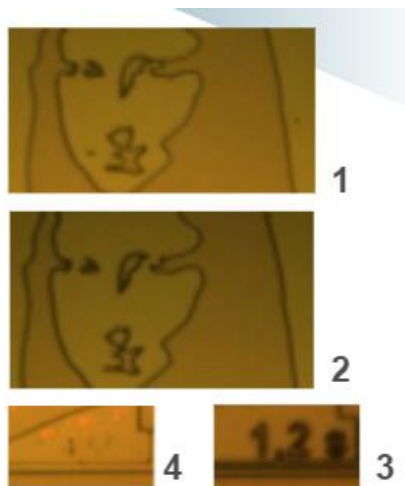


Fig12 Zoom sur les traits du visage de la Joconde

- La 1^{ère} image insolé Fig11 avec un temps de 0.5s ici est sous insolée. En effet la S1805 étant une résine positive avec le masque qu'on a utilisé la teinte blanche correspond à la partie de l'image qui doit être complètement insolée et dissoute au développement. Ainsi la partie du masque à la teinte blanche doit être claire à l'observation au microscope et pas sombre. Il s'agit du visage, des mains, du torse sur l'image et le fond de l'image.

Il reste toujours donc de la résine sur ces parties qui a été sous insolée.

- La 2^{ème} image de la Fig11 correspond à un motif idéalement insolé. En effet, les traits fins du visage sont bien formés ainsi que le contour de l'image. Aussi, le temps d'insolation sur l'image est observable et bien lisible. Il correspond à 1.2s.
- La 3^{ème} image sur la Fig11 correspond-elle à un motif sur-insolé. En effet, en faisant un zoom Fig12 sur le visage on constate une dégradation des traits au niveau de la bouche et du nez de la Joconde. Aussi le temps d'insolation n'est plus visible. La résine a été sur-insolée et lors du développement les parties sur-insolées ont été dissoutes.

Conclusion

Pour la suite de notre étude avec notre résine soigneusement choisie, l'étape de nettoyage, de dépôt de résine et de planéité sur la SmartPrint UV sont pareils. Il faut juste ajuster les paramètres du spincoater pour avoir l'épaisseur de dépôt voulue. Le temps de développement lui est propre à chaque résine en fonction des paramètres tels que l'épaisseur de dépôt, la température de la salle.

V. Résultats niveaux de gris sur motifs 2.5D

1. Test de calibration

a. Processus

La première étape de l'étude de la maP-1275 G a été de vérifier les données fournisseurs, en faisant des tests d'épaisseur, en fonction de la vitesse de rotation du spincoater, de sa vitesse d'accélération, et du temps de rotation. Cette étude s'est effectuée sur de la résine non insolée. La mesure d'épaisseur de dépôt s'est faite au profilomètre optique voir en annexe pour son fonctionnement.

Nous avons donc réalisé le protocole suivant Fig13:

- Nettoyer la lame de verre à l'acétone, essuyer au papier non pelucheux, nettoyer à l'acétone puis à l'iso-2-propanol
- Sécher la lame au souffleur d'azote

- Déshydrater la lame à 100°C sur une plaque chauffante pendant une minute
- Déposer un scotch sur la moitié de la lame de verre
- Déposer la lame sur le spincoater, puis paramétrer le programme voulu
- Déposer la lame sur la plaque chauffante à 100°C pendant une minute
- Retirer le scotch
- Observer la frontière entre la partie de la lame nue et la résine au profilomètre optique

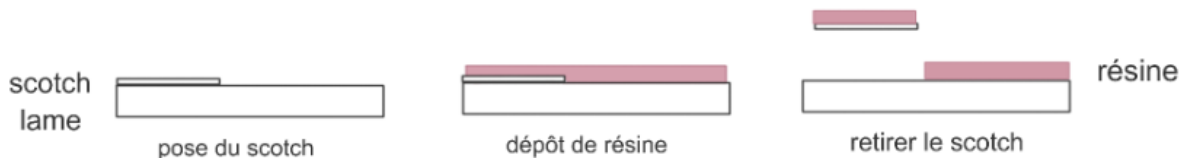


Figure 13 Etape de dépôt de la résine ma-p 1275G pour effectuer la mesure d'épaisseur avec le profilomètre

b. Résultats et analyse

Nous avons effectué ces tests pour différents temps de dépôt, et vitesse de rotation.

- Pour les dépôts effectués avec un temps de 30s, nous sommes proches des performances annoncées par le fabricant de la résine. En effet, nous avons une épaisseur de dépôt minimale autour de 8µm et une maximale autour de 22µm à 1000rpm Fig14 (Voir aussi le tableau de résultat des tests d'épaisseur de dépôt en Annexe).
- Pour les dépôts effectués avec un temps de 60s, nous avons approximativement les mêmes résultats que pour le fabricant à des vitesses supérieures à 1000rpm Fig14. Nous obtenons bien une épaisseur comprise entre 18 et 7µm pour l'intervalle de vitesse comprise entre 1000 et 4000rpm. Pour des vitesses du spincoater inférieures à 1000rpm nous n'obtenons pas de dépôt uniforme Fig15, donc il est difficile pour nous de caractériser l'épaisseur au profilomètre. En effet, comme vous pouvez le constater à la Fig15 pour un dépôt à 60s pour une vitesse de 800rpm à 1000rpm/s l'image au profilomètre nous montre une surface non plane, nous avons une accumulation de résine considérable au bord du substrat. A titre de comparaison, le dépôt effectué avec une plus grande vitesse de rotation 2000rpm avec la même accélération et le même temps de rotation que précédemment Fig16 apparaît

parfaitement plane au profilomètre. C'est ce genre de dépôt qui donnera des résultats exploitables.

Dans un premier temps il faut noter que pour des valeurs de vitesse inférieures à 800 rpm, l'épaisseur obtenue est inhomogène donc peu exploitable (le focus des rayons UV ne s'effectuera pas de la même manière sur tout l'échantillon lors de l'insolation, et les épaisseurs dissoutes seront variables), particulièrement lorsque le dépôt dure 30s. Nous choisirons d'effectuer la suite des tests de niveaux de gris et membranes suspendues avec ces paramètres : 1000rpm, 60s, 1000rpms à 30s ce qui nous donne une épaisseur maximale. Nous sommes passé par une autre méthode de dépôt le barcoating pour obtenir une épaisseur de dépôt plus grande mais tous les dépôts effectués avec ce dernier n'étaient pas exploitable la résine ne s'étalait pas de manière homogène sur le substrat. Le barcoater est un applicateur de film en spirale, et est essentiellement une longue barre cylindrique avec un fil en spirale autour d'elle. Il permet d'étaler un excès de resine placé sur le substrat.

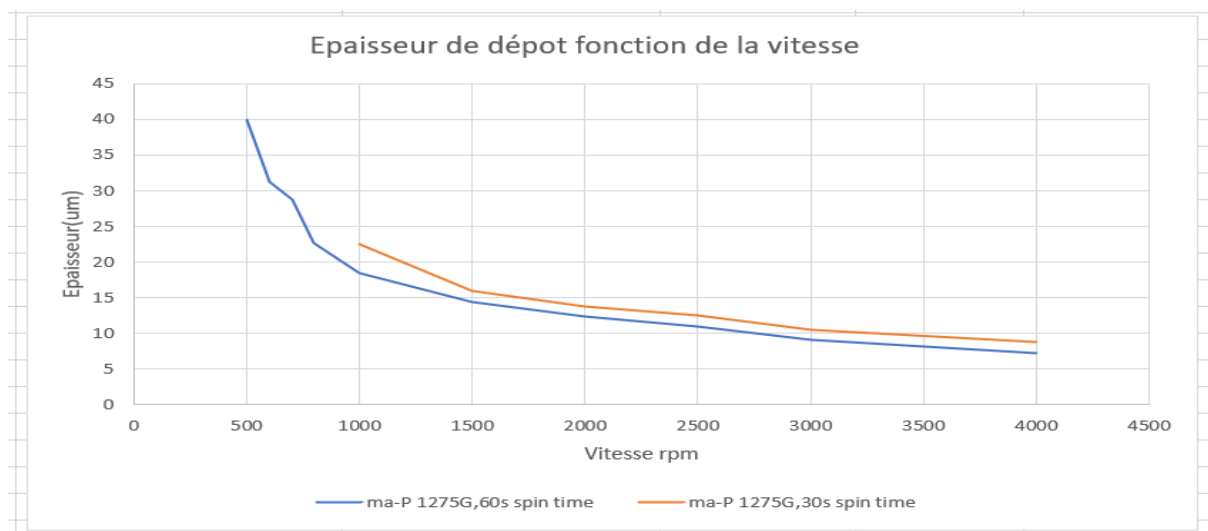


Figure 14 Courbe d'épaisseur de dépôt de la résine en fonction de la vitesse de rotation du spincoater pour des temps de 60s et 30s

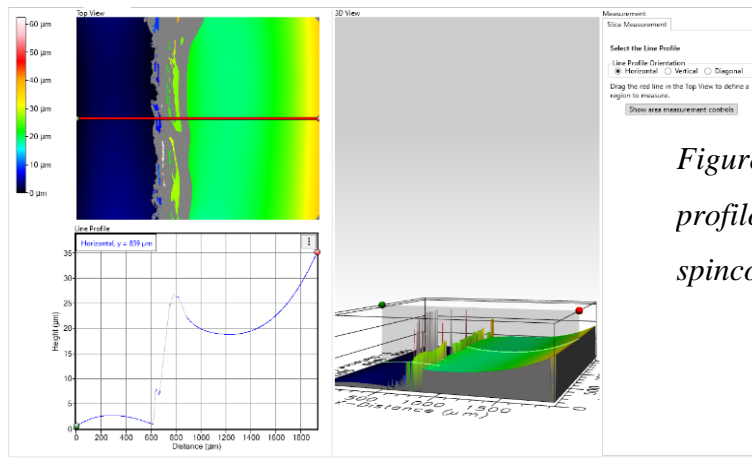


Figure 15 Mesure épaisseur de dépôt au profilomètre optique avec des paramètres entrés au spincoater de 60s – 800 rpm – 1000rpm/s

Dépôt 60s – 2000 rpm – 1000 rpms

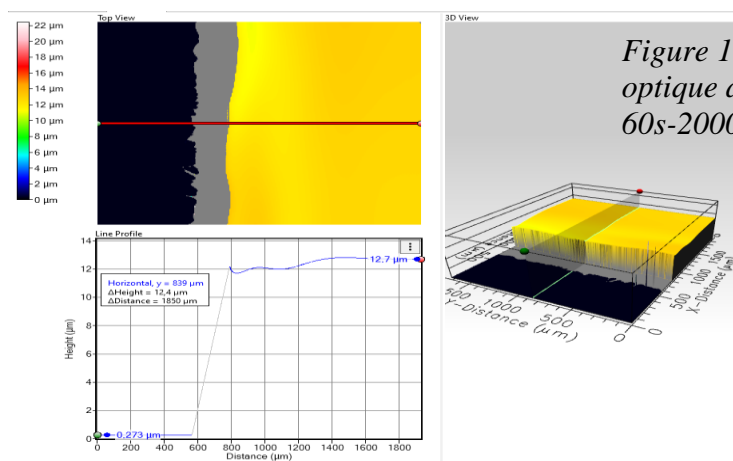


Figure 16 Mesure épaisseur de dépôt au profilomètre optique avec des paramètres entrés au profilomètre de 60s-2000rpm-1000rpm/s

2. Test temps d'insolation idéal

a. Processus

Avant de réaliser un test en niveau de gris sur une résine, il faut en premier lieu déterminer pour quel temps d'insolation la résine sera entièrement insolée et développée pour une dose de UV donnée. Sans cela, il se pourrait qu'une insolation avec une teinte donnée ne donne pas l'épaisseur dissoute souhaitée et fausse les résultats (un motif blanc insolé pourrait ne pas être totalement insolé et développé avec un temps insuffisant et à contrario, un motif en teinte de gris faible pourrait être entièrement insolé et développé avec un temps trop grand).

Nous avons choisi grâce aux tests précédents un temps et une vitesse de dépôt qui nous servira pour tous nos échantillons à l'avenir : la résine sera déposée à la tournette pendant 30s

à une vitesse de 1000rpm et une accélération de 1000rpms, pour atteindre une épaisseur d'environ 23 μm . L'insolation s'effectue avec une dose de UV à 43%.

Sur ce dépôt nous insolerons le motif simple de la Fig17 qui fera office de masque. Ce motif a été réalisé avec le logiciel Inkscape vous pouvez voir son fonctionnement en annexe. Le blanc de ce motif sera entièrement insolé et se révélera complètement au développement, et le noir restera intact. La différence de niveau mesurée au profilomètre entre ces deux teintes nous donnera l'épaisseur dissoute sur la résine.

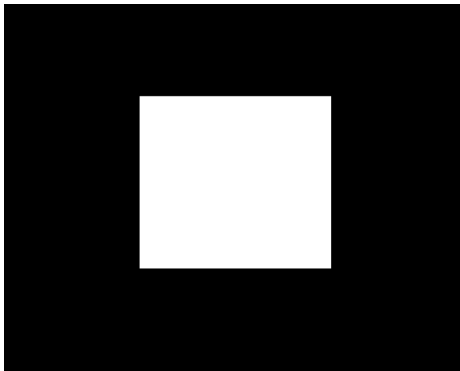


Figure 17 masque réalisé avec le logiciel Inkscape pour effectuer le test dose afin de trouver le meilleur temps d'insolation et avoir la résine qui sera insolée et complètement révélée au développement pour une intensité de UV à 43%

b. Résultats et analyse

Les premiers résultats avec une insolation effectuée via un test dose entre 2 et 14 secondes, avec un pas de 2s sont données dans le tableau 2.

A partir de 8 secondes, la résine est entièrement développée.

Nous avons procédé à une deuxième insolation avec un temps compris entre 6 et 9 secondes, et un pas de 0.5s avec le même motif. Ceci pour déterminer le temps d'insolation idéal qui est de 7s pour un dépôt de résine à 23 μm .

A partir de cette étape nous avons pu procéder aux tests de niveau de gris pour déterminer les profondeurs d'insolation en fonction du niveau de gris pour chaque pixel de l'image utilisée pour le masque.

Remarque sur l'épaisseur dissoute en μm :

Sur les résultats illustrés dans le tableau2, nous constatons des mesures de hauteur supérieur à 23um. Cela peut s'expliquer par le fait le profilomètre fasse la mesure avec une erreur. Cependant cette erreur n'est pas considérable environ ± 1 .

Temps d'insolation en seconde	Epaisseur creusée en micromètre
14	23.03
12	23,41
10	23,94
8	23
6	19,79
4	16,06
2	10,5

Tableau 2 Résultat test dose pour déterminer le temps idéal d'insolation pour révéler complètement la résine après une insolation à une dose de 43%

3. Test dose niveau de gris

a. Processus

A partir de cette étape nous avons pu procéder au test de niveau de gris pour déterminer les profondeurs d'insolation en fonction du niveau de gris de chaque pixel de l'image utilisée pour le masque Fig18.

Ce masque Fig18 nous permettra d'obtenir une idée globale de l'épaisseur dissoute selon le pourcentage du niveau de gris.

Nous avons donc effectué sur la résine de 23 um un test dose avec un temps d'insolation entre 6.5 et 7.5s avec un pas de 0.5s, ceci afin d'être certain d'avoir une insolation respectant le temps d'insolation idéal.

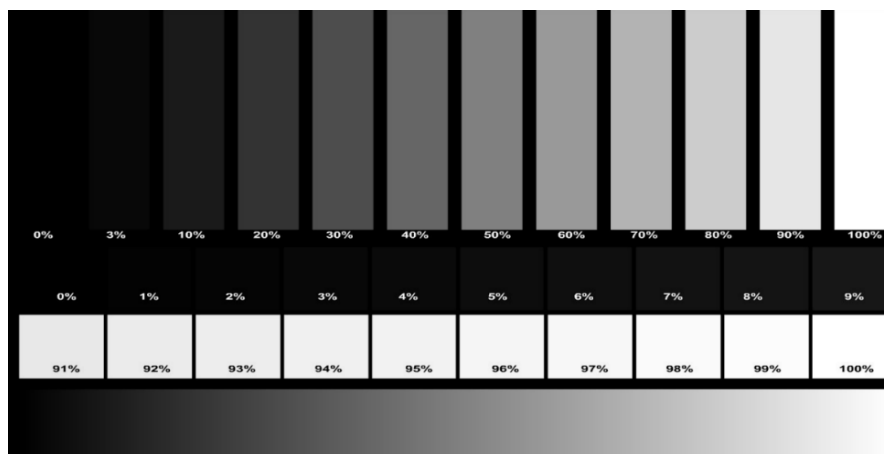


Figure 18 Masque effectuer avec le logiciel Inkscape pour réaliser les niveaux de gris. La teinte noire correspond à 0% de gris et la teinte blanche à 100%

b. Résultats et analyse

<i>Résultats obtenus :</i>			
Intensité de l'insolation en %	épaisseur creusée en micromètre um	Intensité de l'insolation en %	épaisseur creusée en micromètre um
5	1,366	90	22,35
6	1,585	91	22,16
7	1,675	92	22,16
8	2,86	93	22,18
9	3,36	94	22,14
10	4,75	95	22,46
20	7,94	96	22,52
30	10,46	97	22,38
40	12,6	98	22,7
50	14,18	99	22,81
60	16,75	100	22,65
70	19,37		
80	20,47		

Tableau 3 Résultats des épaisseurs dissoutes obtenues pour de variations de niveaux de gris de 1% de 5 à 9% et 90 à 100%. Pour l'intervalle de 10 à 90% variation de 10%

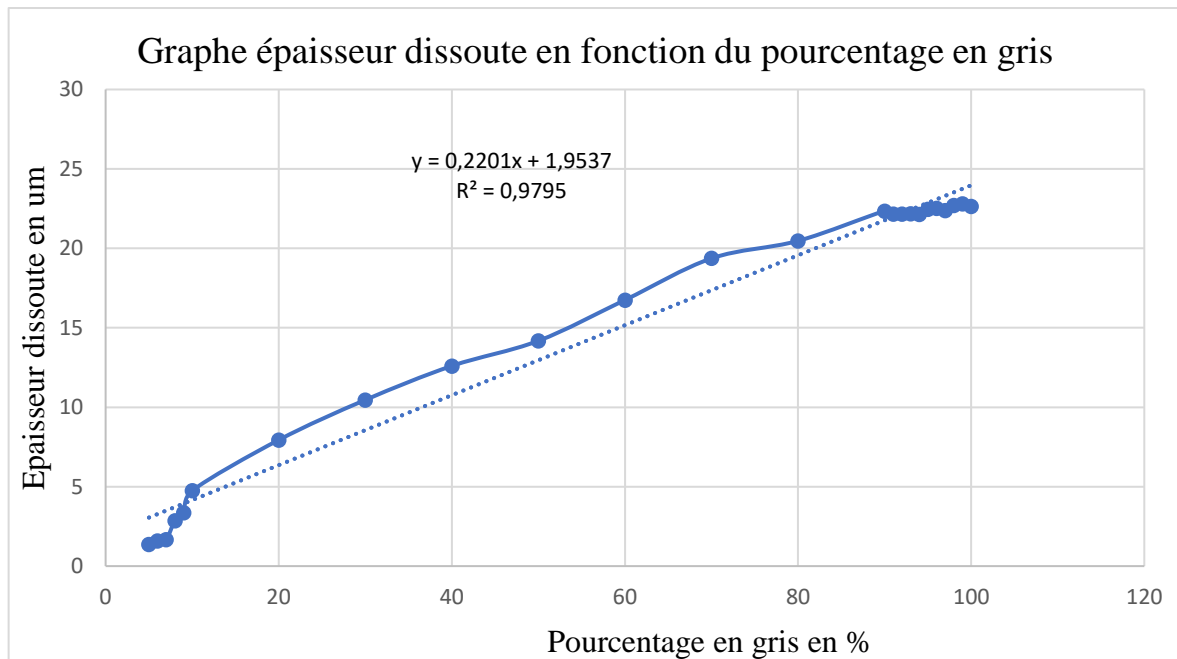


Figure 19 courbe d'épaisseur dissoute en fonction de la variation du niveau de gris en pourcentage

On observe après répétition des tests que les valeurs entre 0 et 10% et entre 90 et 100% sont inexploitable car trop fluctuantes et non reproductibles Fig19 et Tab3. La courbe est bien linéaire et l'équation de la droite peut être exploité pour prédire l'épaisseur de dépôt en fonction pourcentage de gris. Pour des variations de pourcentage de gris à 10% on a un pas d'environ 2um.

Pour préciser les valeurs obtenues, nous avons fait des tests similaires mais entre 20 et 80% de niveaux de gris avec un pas de 5% avec le masque de la Fig20.

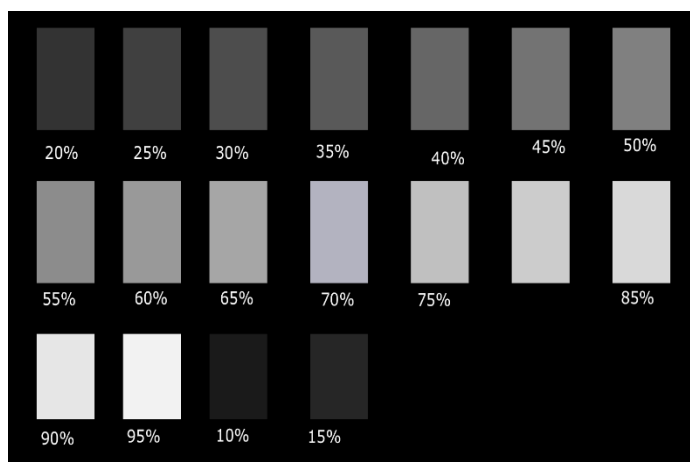


Figure 20 Masque niveaux de gris avec une variation de 5% de gris. Masque réalisé sur le logiciel Inkscape

Nous avons effectué ce second test durant une autre journée mais avec les mêmes paramètres d'insolation. Cela nous donne les épaisseurs de résine dissoute dans le tableau4.

Niveaux de gris en %	Epaisseur dissoute en um
20	6,59
25	7,67
30	8,27
35	9,39
40	9,92
45	11,01
50	12,03
55	12,98
60	14,19
65	15,06
70	15,97
75	16,91
80	17,8

Tableau 4 Résultat épaisseur mesuré au profilomètre avec une insolation effectuée à des variations de niveaux de gris de 5%

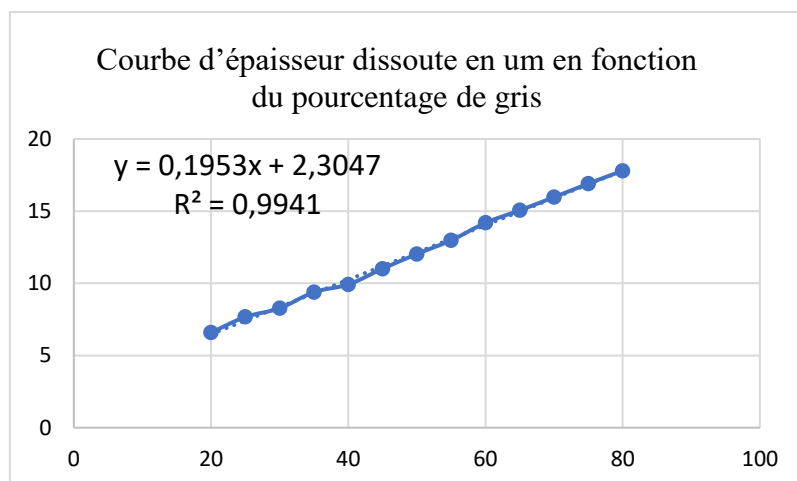


Figure 21 Courbe d'épaisseur dissoute en fonction du niveau de gris

Nous notons que d'un jour de dépôt à l'autre, il est possible que l'épaisseur dissoute varie (nous avons une différence de 2um). L'épaisseur de résine déposée au spincoater était pareille. En effet nous avons effectué un autre dépôt pour le confirmer.

Nos tests ont été effectués sur deux journées différentes : le premier lors d'une journée où il faisait 19°C et une humidité relative de 39% dans la salle, et le second dans une salle à 21°C et avec une humidité relative de 51%. De plus le flacon a été rempli à nouveau en seconde séance avec de la résine non stockée au réfrigérateur, et le radiateur mitoyen à la hotte a été déplacé en fond de salle.

Toutes ces conditions ont pu faire varier les résultats et mettent en évidence l'importance d'avoir un environnement rigoureusement identique pour chaque test. Néanmoins, même si les deux courbes présentent un décalage, nous voyons que les deux coefficients directeurs sont similaires environ 0,2 et les deux équations des droites ont à peu près la même équation. Aussi, on a un développement linéaire de la résine pour des niveaux de gris croissant Fig22.

Nous pouvons conclure que la résine est très sensible à son environnement, en effet on a des variations de l'ordre de plusieurs d'épaisseur dissoute après développement à des conditions d'expériences différentes.

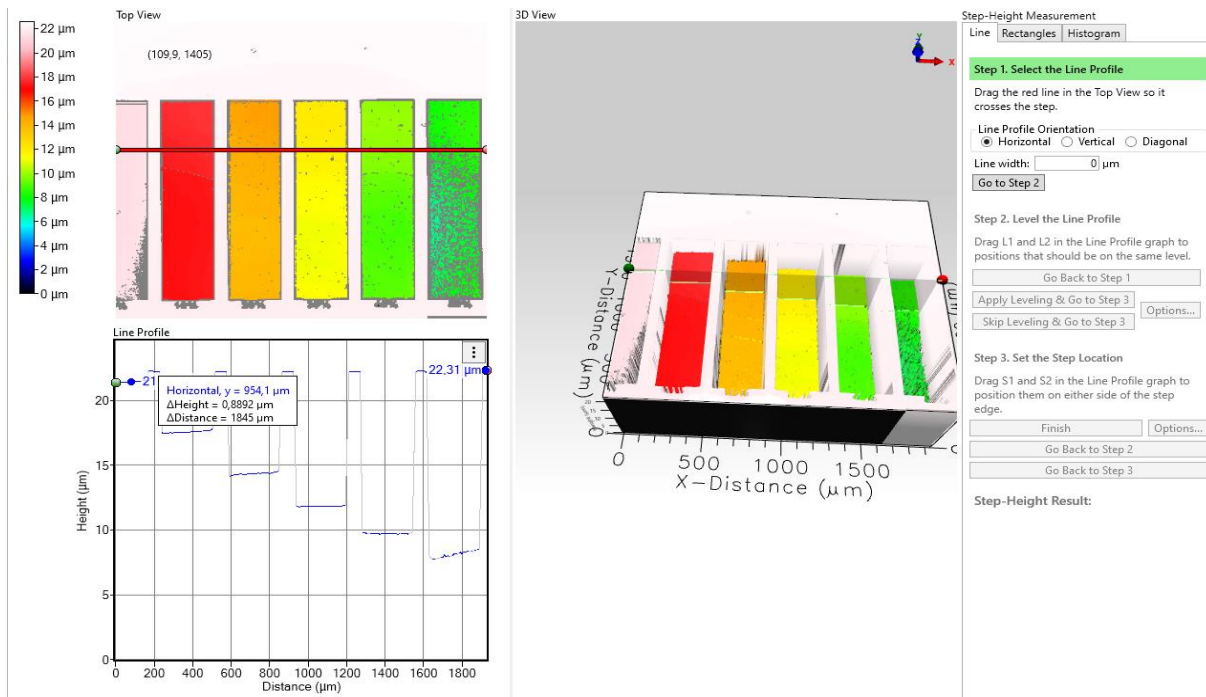


Figure 22 Observation au profilomètre optique de la résine insolée en niveau de gris compris entre 20-80% par pas de 5%

Remarque : Par suite de la réalisation des niveaux de gris, nous avons réalisé des structures pyramidales en niveaux de gris afin de voir comment notre résine réagit à de faibles variations de niveaux de gris (Voir en annexe pour les résultats obtenus). En effet des structures ressemblant aux motifs de la structures pyramidales peuvent être utilisées dans le domaine de l'optique pour contrôler l'illumination, la diffusion et la réfection de la lumière. Des motifs pour la réalisation de demi-sphère peuvent être utilisés pour la réalisation de micro-lentille concave dans le domaine de la micro-optique.

VI. Résultats préliminaires de réalisations de membranes

1. Réalisation de micro-piliers

Avant de nous mettre à la réalisation de nos membranes suspendues, nous avons préalablement réaliser des micro-piliers à base carré avec des surfaces de bases différentes. La réalisation des

micro-piliers a pour but de nous aider à déterminer le rapport d'aspect $\frac{\text{Hauteur du pilier}}{\text{diamètre}} = \frac{h}{d}$. Ce rapport d'aspect permet de connaître le $\frac{h}{d}$ limite pour lequel les piliers s'effondrent.

Nous aurions voulu faire varier la hauteur de nos piliers mais nous nous sommes limités à une seule hauteur car la plus grande épaisseur dépôt de résine pour nous au spincoater était autour de 22um. Cette valeur pour nous est un peu faible pour réaliser des membranes suspendues.

a. Description du processus

Comme pour tout étape de photolithographie, nous avons réalisé d'abord nos masques selon la les motifs de la Fig23. Ensuite après avoir fait un dépôt de résine au spincoater avec les paramètres de 1000rpm, 1000rpm/s et un temps de 30s. Cela pour obtenir une épaisseur de dépôt d'environ 23um.

Nous avons utilisé l'objectif *2.5 pour cette expérience. Ses caractéristiques sont :

- 1px=2.1457um
- 1920*1080px tailles de l'image projetés maximale par la SmartPrint UV

En prenant en compte les caractéristiques de l'objectif, nous avons réalisé notre masque en dessinant des carrés de 5 à 50um de côté avec un pas de 5um en utilisant le logiciel Inskape.

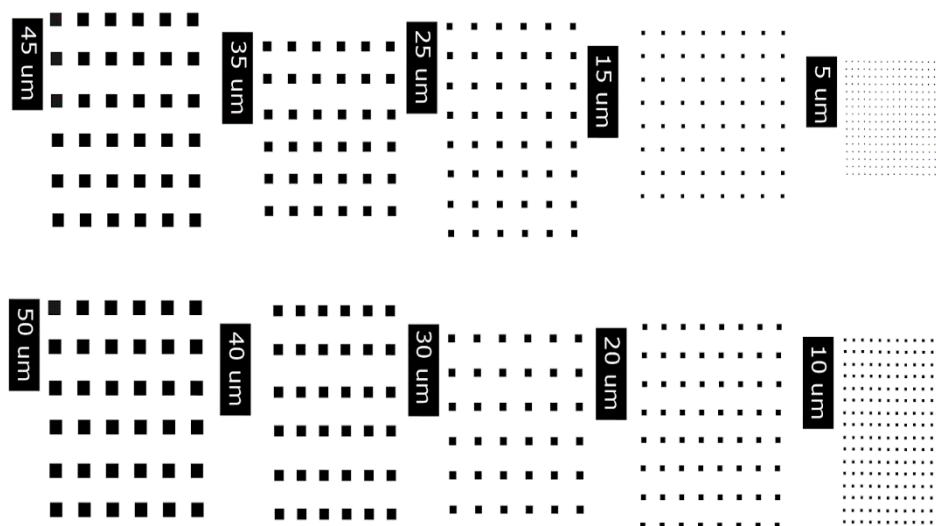


Figure 23 Masque micro-piliers effectué en prenant en compte les dimensions projetées par l'objectif 2.5x de la SmartPrint UV.

b. Résultats et Analyse

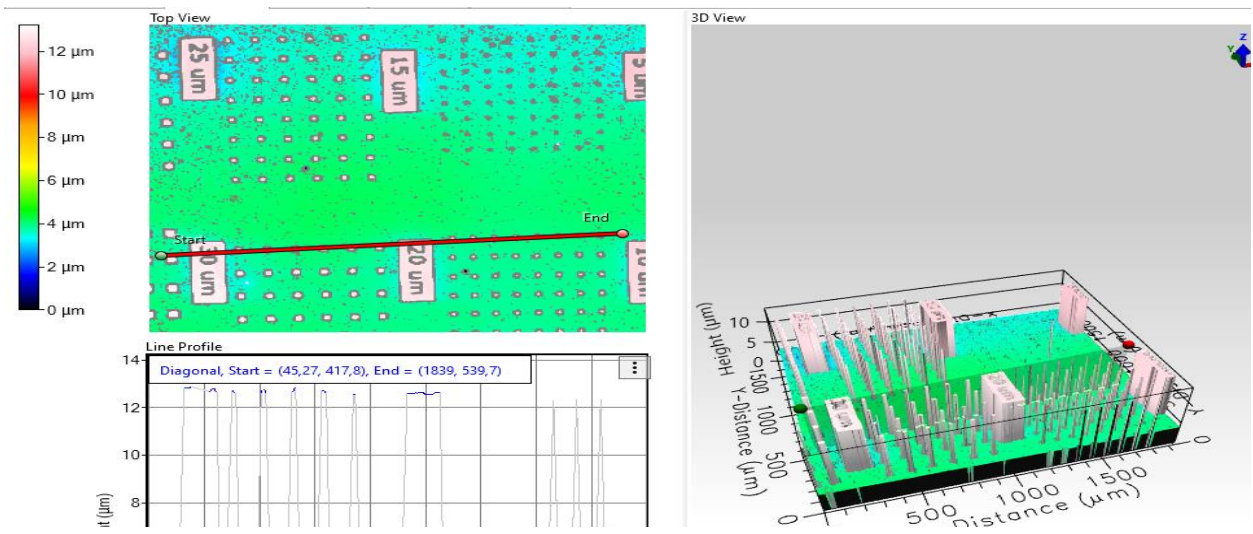


Figure 24 Observation au profilomètre optique par la méthode step line de micro-piliers base carré de côté allant de 15x15μm à 30x30μm.

L'épaisseur trouvée à l'observation au profilomètre Fig24 pour ses micro-piliers comparée à l'épaisseur constatée lors de la réalisation des structures pyramidales, est dans le même ordre de grandeur. En effet, ses tests ont été effectués le même jour et cette épaisseur trouvée s'explique par les mêmes raisons que précédemment. En vert (sur cette même Fig24) reste de la résine non dissoute au développement représentant une hauteur d'environ 5 à 8μm.

Les micro-piliers ayant une base carrée de 5x5μm se sont effondrés, en effet au profilomètre et à l'observation au microscope optique nous n'observons pas ceux-ci Fig24.

Les micro-piliers ayant une base carrée de 10x10μm à 50x50μm sont observables. L'insolation n'a pas permis d'obtenir une surface plane pour les micro-piliers ayant une base carrée de 10x10μm à 15x15μm, la surface est tronquée. En effet, ses derniers ont un sommet dont la surface est trop petite. Cela se perçoit à l'observation au MEB Fig25 d) (Voir annexe pour le fonctionnement du MEB) et au microscope optique. Aussi au microscope optique en réalisant 2 focus l'un en surface et l'autre une profondeur on fait la même observation Fig26 a et b. Cela est dû d'une part à l'insolation progressive en profondeur de la résine qui fait que les bords des piliers sont plus insolés en haut qu'en bas, et d'autre part à cause du développement qui suit le même principe : la résine est plus insolée par le haut. On arrive aux limites de résolution avec

cet objectif, il faut passer à l'objectif inférieur 5x pour observer des piliers mieux formés à ces dimensions.

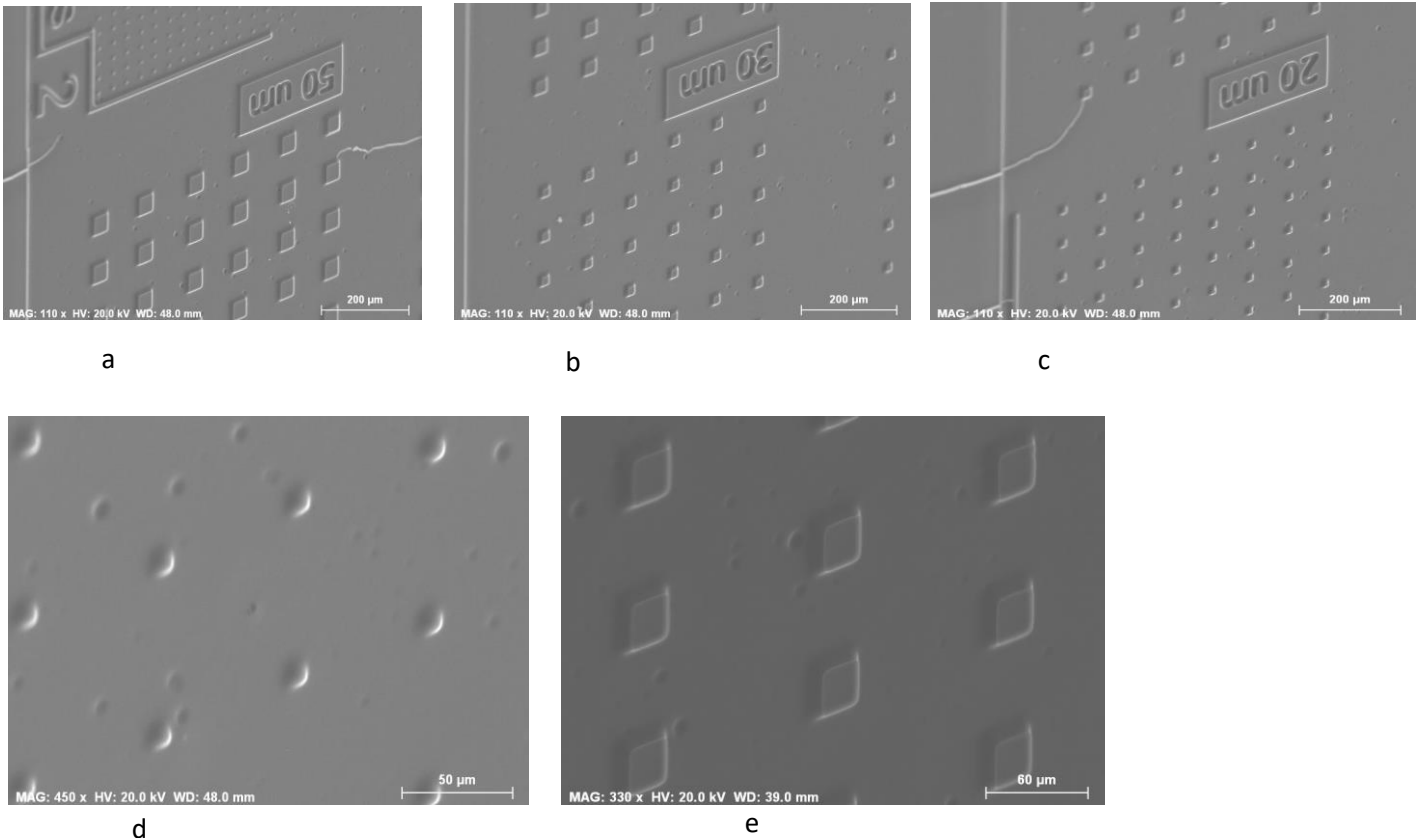


Figure 25 Observation au MEB des micro-piliers pilier de base a) 50x50um, b) 30x30um, c) 20x20um, d) 15x15, e) 40x40

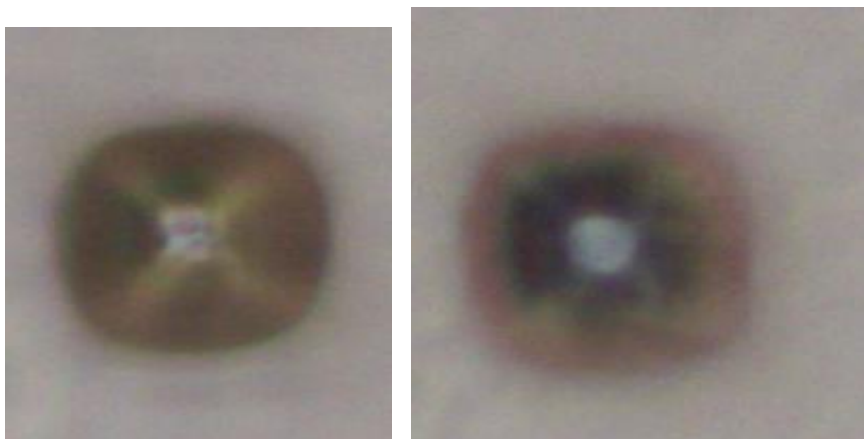


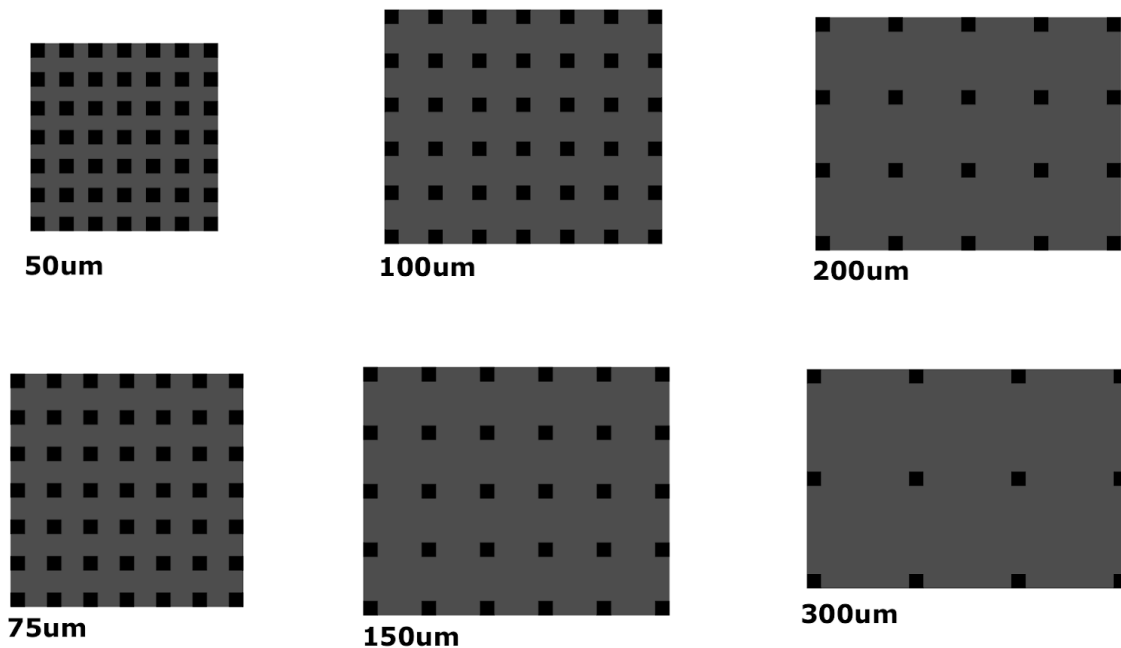
Figure 26 Image réalisée au microscope optique de pilier 15x15um de base a) Focus réalisé en surface b) focus réalisé en profondeur

c. Conclusion

Les piliers au-dessus de 20x20um pourraient éventuellement être utilisés mais nous n'utiliserons dans un premier temps que les piliers de 45x45um et 50x50um pour avoir la meilleure solidité possible, nous permettant ainsi de nous concentrer sur l'étude de la membrane sans nous soucier des piliers.

2. Réalisation membranes suspendues

a. Description du processus



*Figure 27 Masque pour la réalisation de membranes suspendues avec une teinte à 30% de gris pour obtenir une épaisseur de membranes d'environ 10-12um
50, 100,300um correspondent à la distance entre micro-pillier. Taille des carrés de 45um*

Nous avons effectué un test pour la réalisation des membranes suspendues selon le masque de la Fig27.

Nous avons commencé par faire un dépôt de notre résine la maP 1275 G soigneusement choisi pour réaliser nos membranes. Ce dépôt s'est effectué selon le protocole défini précédemment pour avoir un dépôt autour de 22-23um.

Après le dépôt de la résine nous avons nettoyé les bords de l'échantillon avec un coton tige de laboratoire imbibé au remover pour enlever les bourrelets qui se sont formé lors du dépôt de la résine.

Ensuite nous déposons l'échantillon sur la SmartPrint UV en la retournant, la résine face au porte échantillon. En utilisant du papier calibré (film à reliure de 0.4mm d'épaisseur) sur les bords du verre afin d'éviter qu'elle ne touche le porte échantillon Fig28.

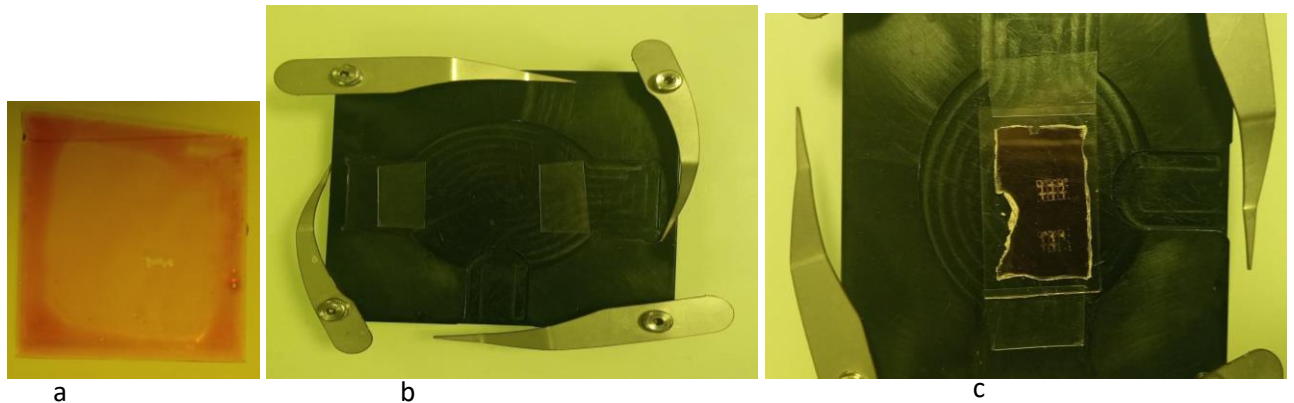


Figure 28 a) Image illustratif de bourrelet formé après dépôt de la résine sur la lame de verre. b) Dépôt du papier calibré sur la platine avant de déposer l'échantillon dessus. c) Dépôt du substrat fait de tel sorte à éviter que la résine touche la platine

Après l'insolation pendant un temps de 9s avec la SmartPrint UV pour une dose de UV à 43%, nous effectuons le développement et passons à l'observation de notre échantillon.

b. Résultats et Analyse

Nous avons utilisé le profilomètre une première fois pour observer la membrane réalisée en retournant l'échantillon comme lors de l'insolation mais nous n'avons pas pu observer une image. En effet, on n'obtient pas d'interférences, car le rayon lumineux du profilomètre ne traverse pas le verre.

Nous avons alors effectué les observations avec le microscope optique en salle de TP 4. Et nous observons l'image en Fig29.

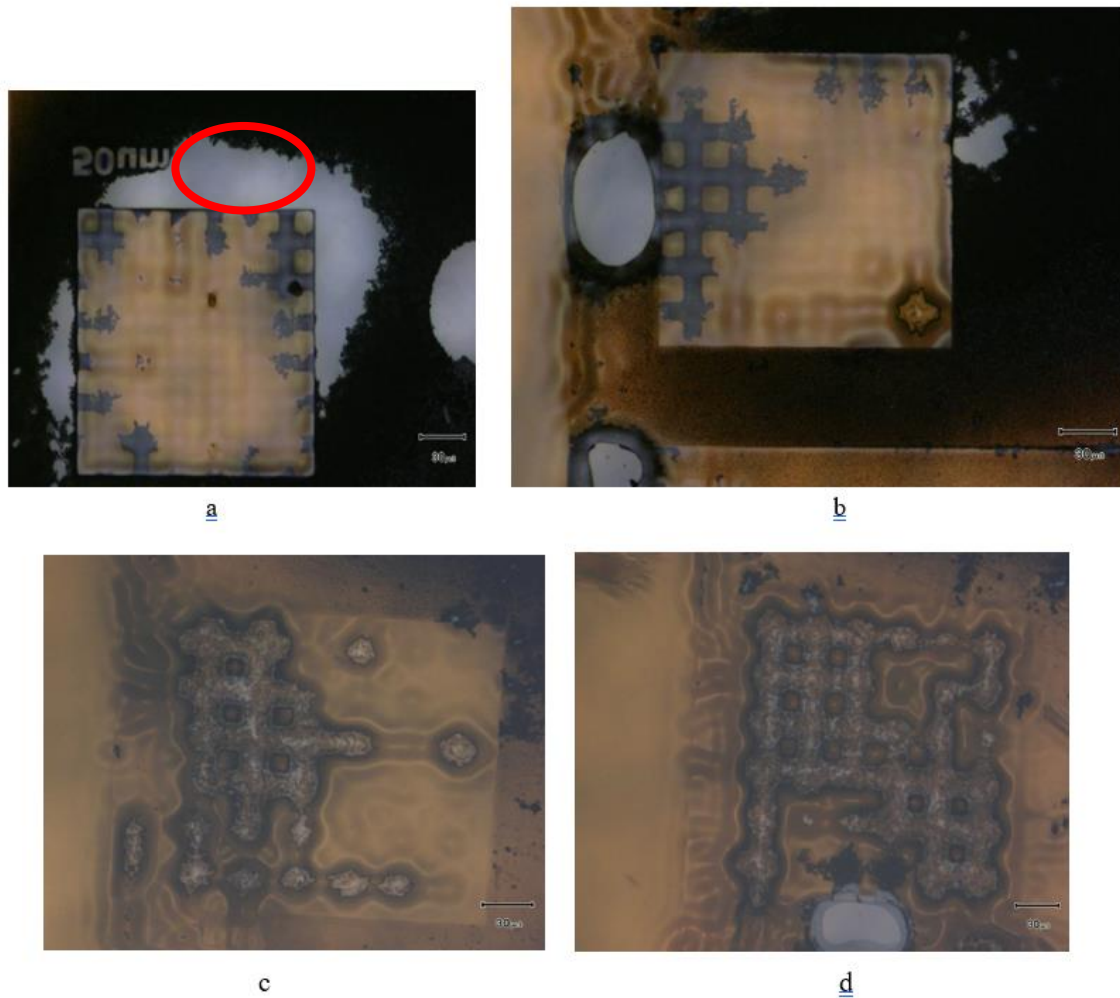


Figure 29 Observation au microscope optique des membranes suspendues réalisées avec le masque en Fig27. a) motif avec un écartement entre les piliers de 50µm. b) 75µm. c) 100µm. d) 200µm

- Pour tout les motifs insolés Fig29, nous constatons un développement partiel au bord. En effet, les parties grises sur l'échantillon n'ont pas la couleur de la résine ce qui signifie qu'ils ont été complètement développés ou arrachés au développement. Selon notre masque le contour de nos membranes ne devrait plus présenter de la résine à leur bord. La présence de la résine aux endroits ou une teinte blanche a été envoyée signifie que, le verre a absorbé une partie des UV et donc la résine n'a pas été insolée comme elle devait l'être si on ne passait pas par le verre avant de l'insoler.
- Dans la Fig29 a et b nous pensons que la membrane a été formée. Mais il nous faudrait des images poussées pour le confirmer.
- Dans les Fig29 c et d nous observons, une membrane affaissée car on a une différence de couleur un peu grisée de la zone insolée proche de la couleur du verre. Ceci peut se

confirmer par une observation au MEB de la face supérieure de l'échantillon pas en contact avec le verre. En effet, des piliers doivent se présenter à ce niveau.

On peut aussi l'expliquer par le fait que le développeur n'est pas pu évacuer la résine insolée. Il est possible que la résine insolée soit restée à ses endroits un peu grisé.

Nous concluons qu'il nous faut réaliser un masque avec un petit espacement des piliers pour pouvoir faire les membranes suspendues. Aussi, nous pensons qu'il faut modifier le masque pour les membranes selon la Fig30 afin de permettre au développeur de pouvoir se frayer un chemin pour développer les parties insolées et être évacuer facilement. En effet, le développeur peut passer sous la membrane sans en ressortir. Nous observerons néanmoins au microscope optique une différence de couleur entre la partie insolé (membrane sur le masque) et celle non insolé (piliers sur le masque).

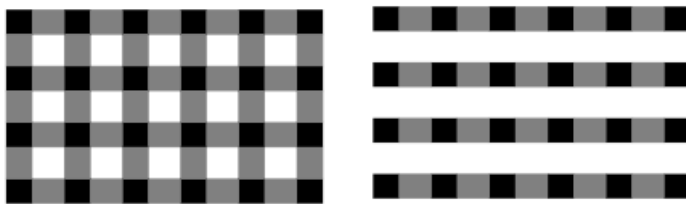


Figure 30 Masque pour faciliter le passage du développeur

Nous pensons qu'une observation au MEB en salle de TP de la membrane, ne serait pas possible à moins que l'on puisse décoller la résine déposer sans l'abimer afin de la recouvrir d'une couche mince de carbone par évaporation sous vide pour l'observation. En effet nous avons tenté une observation des membranes sans succès. Nous observons que des micro-piliers Fig31 sur les zones où la membrane s'est effondrée ou affaissée. Les zones entourées en rouge correspondent au bord du motif insolé en Fig29.b). La zone entourée en verte elle correspond à la Fig29.d). Cela confirme nos hypothèses précédentes sur l'apparition de micro-piliers à ces endroits.

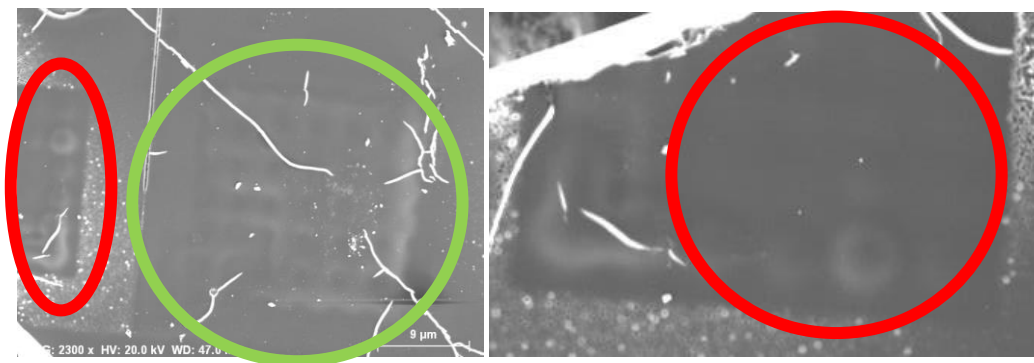


Figure 31 Observation au MEB de l'échantillon de membranes suspendues.

CONCLUSION

Au cours de nos expériences, nous avons pu tirer plusieurs conclusions :

En premier lieu, les conditions d'expérimentations sont absolument capitales, il faut idéalement avoir des conditions similaires d'humidité et de température pour chaque test. En effet, d'une journée à l'autre et avec un protocole identique, nous avons pu constater une différence de 6 μm dans l'épaisseur de dépôt de la résine. La viscosité de la résine, sa sensibilité aux UV est grandement dépendante de l'environnement, d'où la nécessité de disposer d'une salle blanche pour ce genre de manipulations.

Ensuite les tests de niveaux de gris se sont avérés concluants. Nous avons pu obtenir une courbe de l'épaisseur creusée en fonction de la teinte de gris reproductible entre 20% et 80% de niveaux de gris.

Les tests de membrane suspendus n'en sont restés qu'à l'état embryonnaire. Nous n'avons obtenu qu'un échantillon exploitable. Les observations au MEB combinées à une observation au microscope optique nous font penser qu'une membrane a effectivement pu se former, cependant nous n'avons pas de moyen de mesurer l'épaisseur de cette membrane. Mais nous pouvons l'approximer en fonction du niveau de gris utilisé à l'insolation.

Voici quelques points d'amélioration pour la suite de ce projet :

- Effectuer un test dose pour connaître le temps nécessaire pour insoler et développer complètement la résine en faisant passer les UV sous le verre comme pour la réalisation des membranes suspendues afin de pouvoir prédire l'épaisseur de la membrane formée.

- Effectuer des membranes en niveau de gris en insolant à la fois la face supérieur et inférieur de la résine (méthode de double insolation), et pour se faire maîtriser le processus d'alignement avec la Smartprint UV.
- Trouver un moyen d'observer le profil de la membrane qui est face contre la lame de verre.
- Effectuer des séries de tests pour connaître le rapport d'aspect (*hauteur de la membrane*) / (*écartement des piliers*) avant rupture de la membrane.
- Rajouter sur les masques des sortes d'évacuations Fig32 pour que la résine développée puisse s'évacuer de sous la membrane, et pour que le développeur puisse passer plus efficacement comme sur l'image suivante :

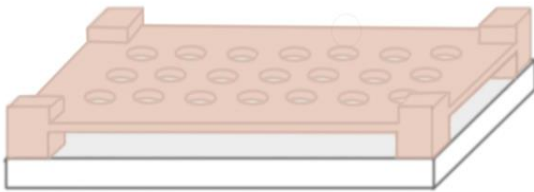


Figure 32 Illustration membranes suspendues avec trous et canaux d'évacuation

ANNEXES

Table des annexes

1.	<u>Tableau de résultat des tests d'épaisseur de dépôt</u>	39
2.	<u>Test réalisation de structure pyramidale</u>	39
3.	<u>Réalisation masque avec le logiciel Inkscape</u>	41
4.	<u>Fonctionnement profilomètre optique</u>	45
5.	<u>Fonctionnement MEB (fonctionnement machine recouvrement carbone LEICA EM ACE200)</u>	46
a.	<u>Utilité de la machine de recouvrement carbone LEICA</u>	46
b.	<u>Fonctionnement du Microscope Electronique à Balayage MEB</u>	47

1. Tableau de résultat des tests d'épaisseur de dépôt

TEST1		
Tour (RPM)	ma-P 1275G,60s spin time	ma-P 1275G,30s spin time
500	40	
600	31,3	
700	28,8	
800	22,6	
1000	18,4	22,5
1500	14,4	15,9
2000	12,4	13,8
2500	10,9	12,5
3000	9,1	10,5
4000	7,22	8,79

Résultats d'épaisseur de dépôt relevée après mesure au profilomètre optique pour des temps de dépôt à 60 et 30s en faisant varier la vitesse de rotation du spincoater

2. Test réalisation de structure pyramidale

Afin d'avoir un résultat plus visuel de l'influence de petite variation de niveau de gris sur l'épaisseur creusée en fonction du niveau de gris employé nous avons choisi d'insoler des motifs pyramidaux sur notre résine. Nous avons donc créé le masque en Fig1.

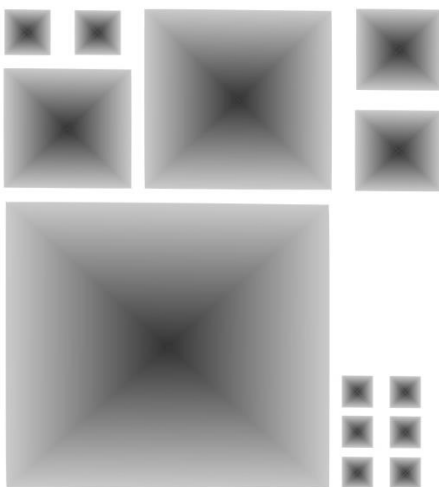


Figure 1 Masque pour réaliser des structures pyramidales.

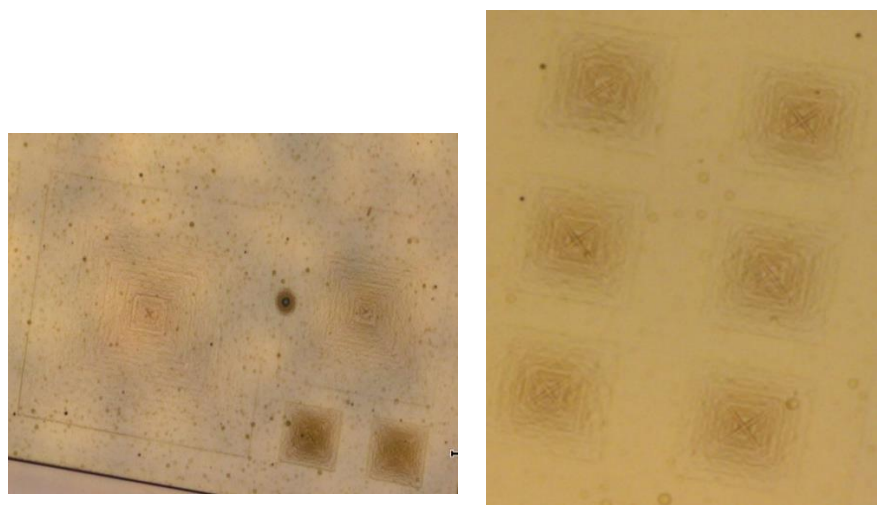


Figure2. Observation au microscope optique des structures pyramidales

Sur ce masque figurent plusieurs pyramides avec des niveaux de gris entre 20 et 80% répartis linéairement des bords au centre de chaque pyramide. Nous avons multiplié les motifs en en modifiant les mesures de chaque base afin d'avoir un « angle d'ouverture » différent pour plusieurs sommets de pyramides ce qui permet d'avoir différentes pentes. En effet le profilomètre peut observer une interférence sur son détecteur et ainsi mesurer des épaisseurs seulement si la surface sur laquelle le rayon est projeté est à peu près plane. En effet cette surface doit être perpendiculaire aux rayons qu'envoie le profilomètre (Voir en annexe pour le mode de fonctionnement. Ne connaissant pas les critères de planéité pour observer une image, nous avons fait varier cet angle.

Au profilomètre nous observons l'image de la Fig3.

Nous observons que seuls les plus gros motifs ont pu être observés au profilomètre optique Fig3. Pour un temps d'insolation de 7s on a une hauteur au sommet de 6um pour le sommet de la pyramide. Sachant qu'au sommet nous avons mis une teinte de 20% et une teinte de 80% à la base, nous sommes supposés avoir une hauteur de 7.5 um pour la pyramide (en considérant que nous devrions obtenir un dépôt d'environ 22um). Cependant, nous obtenions une hauteur de 6um, on peut expliquer cela par le fait que les tests n'ont pas été réalisés dans des conditions idéales (humidité relative de 51%, trop élevée) et différentes des premiers tests de niveaux de gris (température et humidité relative différentes, résine prise au placard et non au réfrigérateur en début de séance).

Aussi, le fait que la pointe de la pyramide soit plate peut signifier aussi que le profilomètre n'a pas détecté la pentue, ce qui peut réduire considérablement la hauteur mesurée. Nous observons bien toutes les pyramides au microscope optique Fig2, il y a donc bien une perte d'information au profilomètre optique.

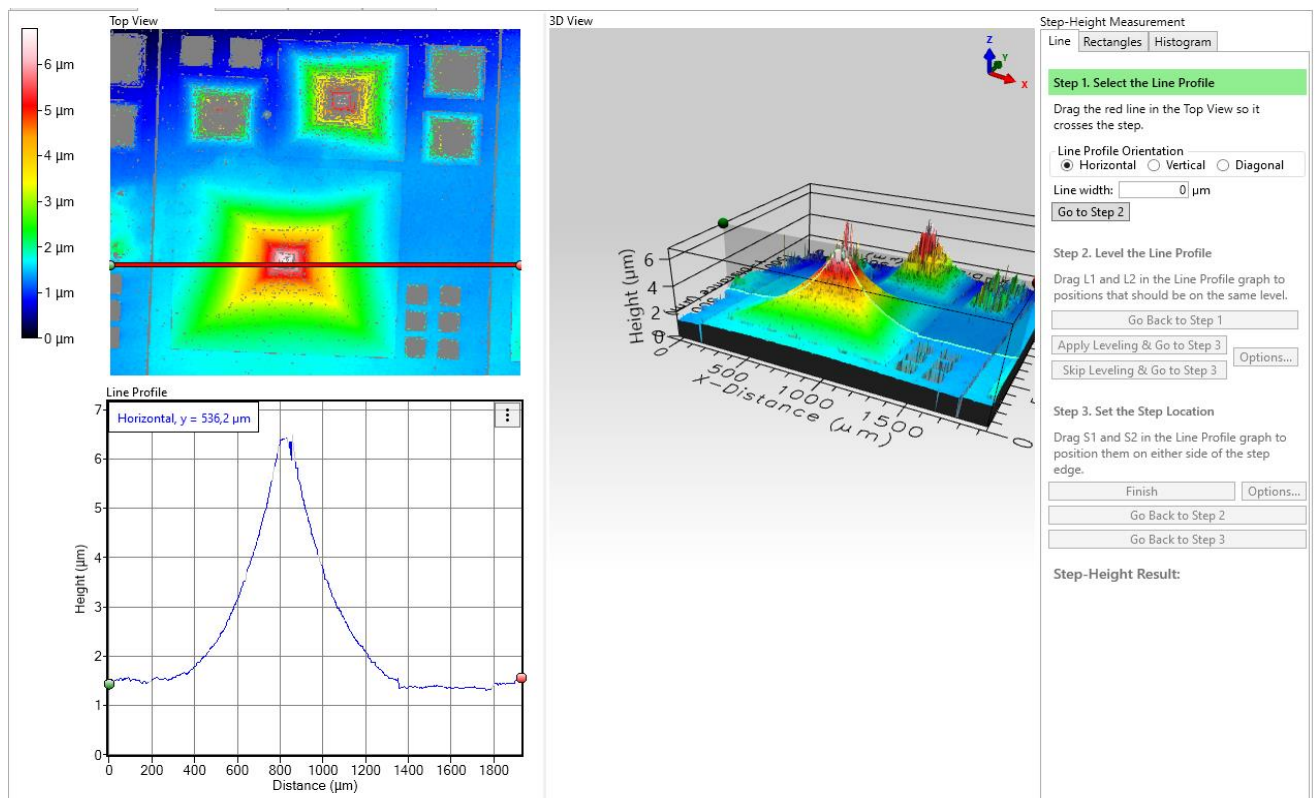


Figure 3 Observation au profilomètre optique de la structure pyramidale

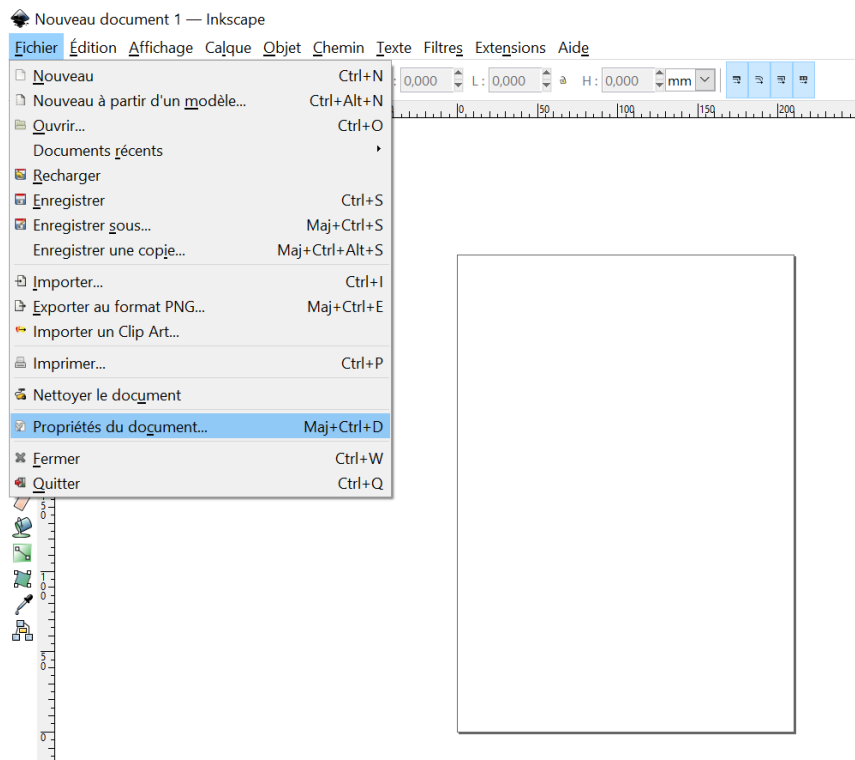
3. Réalisation masque avec le logiciel Inkscape

Pour la réalisation des masques, nous avons utilisé le logiciel Inkscape.

Le format standard des images à insoler est de 1080*1920 px ce qui correspond au nombre de micromiroirs DMD de la SmartPrint UV. Elle correspond aussi à la taille maximale d'image qui peut être insolée.

Pour faire le masque, dans un premier lieu nous dimensionnons le canvas sur lequel nous allons travailler.

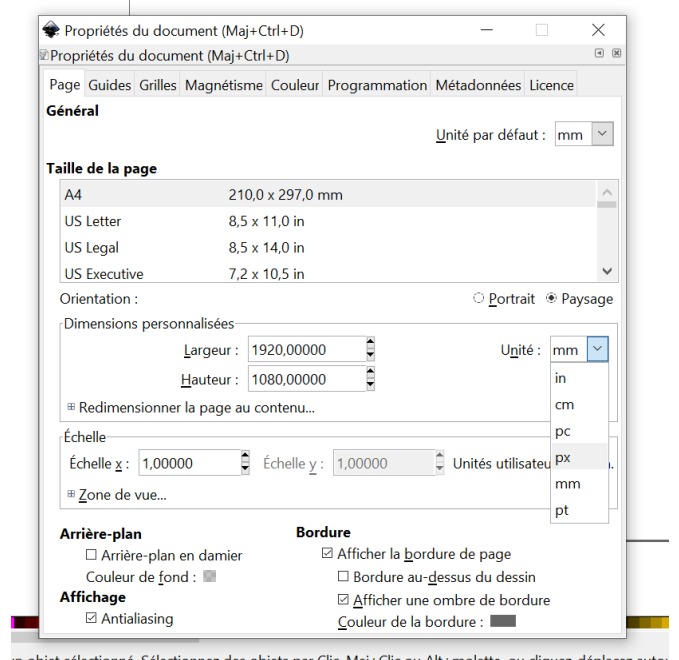
Création d'un canva dimensionné :



-aller dans fichier
- Propriétés du document

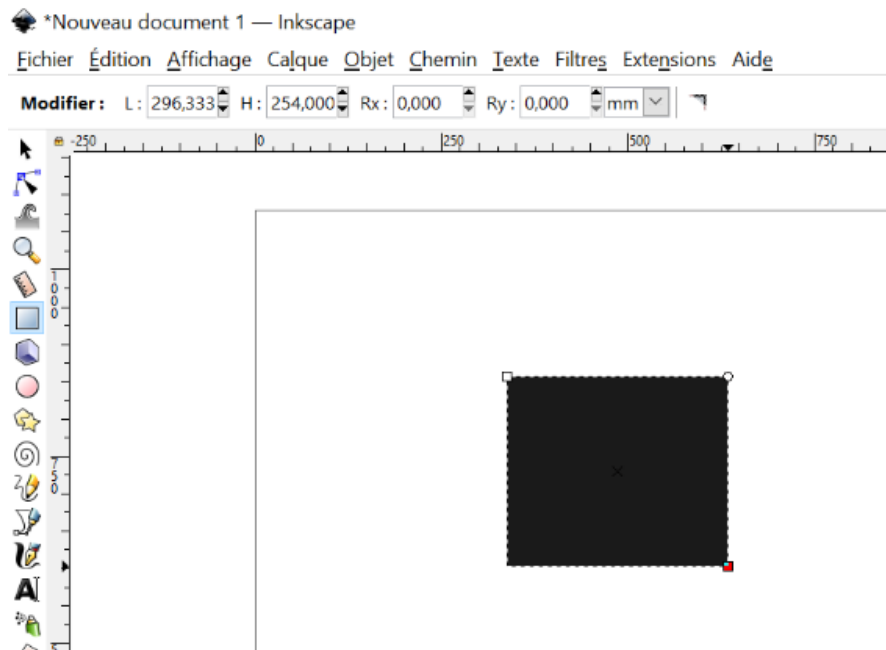
- Choisir la largeur et la longueur du canvas

-Ne pas oublier de sélectionner le pixel comme unité



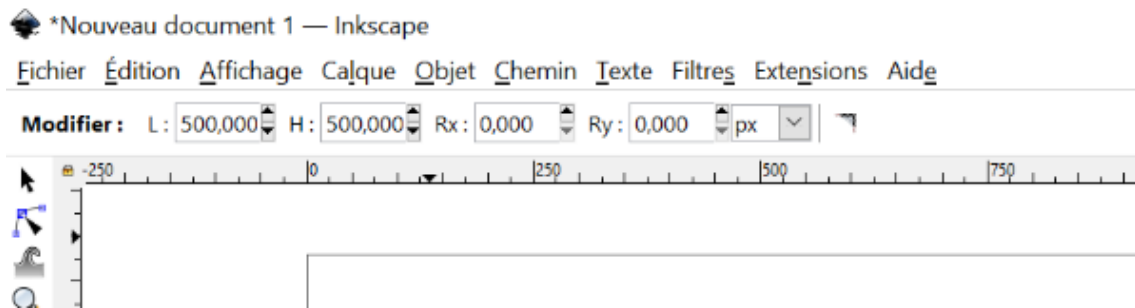
Il nous a fallu ensuite créer des masques en niveaux de gris. Pour cela nous avons créé des rectangles dimensionnés dont la couleur (avec les composantes RVB allant de 0 à 255) correspondait à des niveaux de gris précis. Pour créer des niveaux de gris, les composantes R, V et B doivent être égales et proportionnelles au pourcentage de gris de l'image souhaitée (ex : pour une image avec 10% de gris, il faut $R = V = B = 256 - 10\% \times 256 = 229$).

Création d'un rectangle de 500x500 pxl avec 10% de gris :

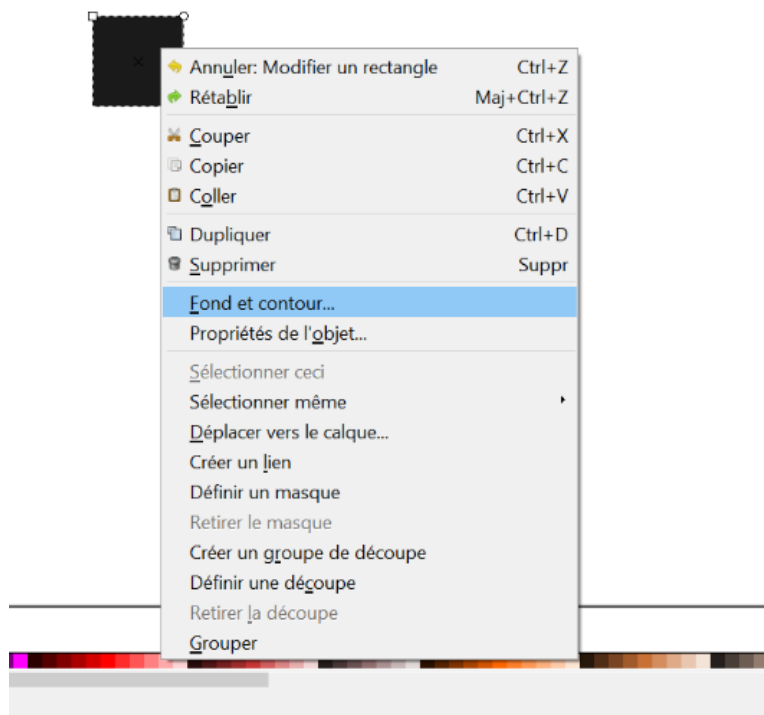


- Cliquer sur « Créer des rectangles et des carrés »

- Créer le rectangle



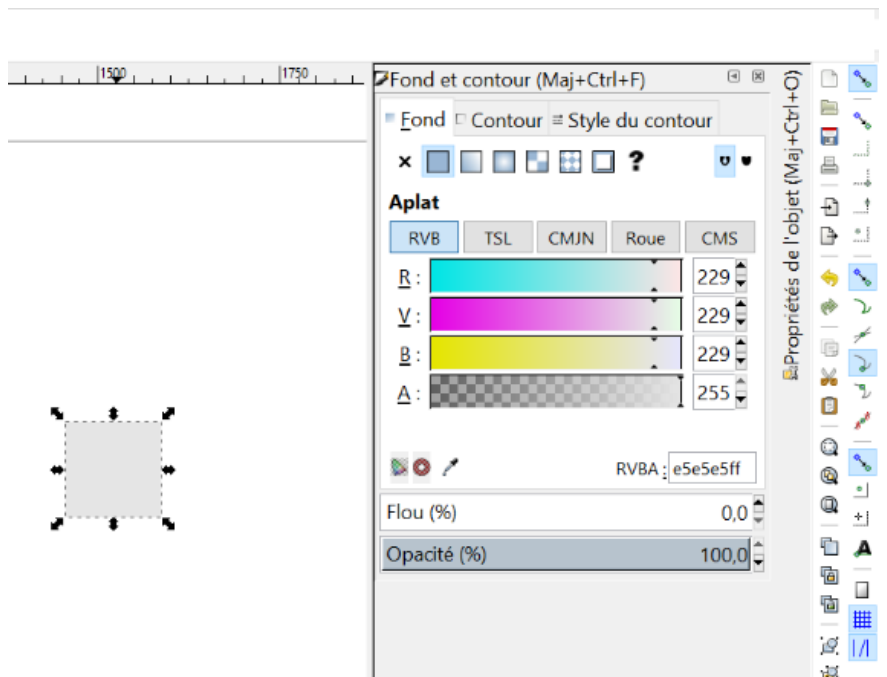
- Sélectionner la hauteur et la largeur du motif
- Mettre l'unité en pxl



- Clic droit sur le motif, puis
« Fonds et contours »

-Sélectionner les valeurs R, V et
B correspondantes

-Laisser A à 255 (la
transparence)



4. Fonctionnement profilomètre optique

Le Profilm3D est un profilomètre optique 3D de Filmetrics Fig4, ultra compact et performant. Le profilomètre optique est un système de mesure sans contact utilisé pour évaluer avec une extrême précision l'état de surface (profilage et topographie), la rugosité et le contour d'une pièce donnée, quelle que soit sa forme (plane, bombée, convexe...), sa texture, sa taille ou son poids.

Il fonctionne sur le principe de l'interférométrie en utilisant un objectif de type Mirau. C'est un outil adapté pour le Contrôle Qualité et la R&D.

Fonctionnement :

Le faisceau lumineux collimaté est divisé par un séparateur de faisceau en un faisceau de mesure et de référence Fig5 :

- Le faisceau de mesure est réfléchi par l'objet mesuré

- Le faisceau de référence est réfléchi par le miroir.

La lumière réfléchie par le miroir et l'objet mesuré est à nouveau recombinaisonnée en un seul faisceau lumineux qui est ensuite focalisée sur le détecteur.

Quand les 2 chemins optiques, entre l'objet mesuré et le miroir de référence sont identiques, il se produit une interférence constructive pour toutes les longueurs d'onde dans le spectre de la source de lumière. Pour les points d'objet dont les chemins optiques sont différents, l'intensité des pixels correspondants sont alors faible.

Tant que la distance, entre l'objectif et l'échantillon reste égale à la distance focale, le détecteur perçoit un flux lumineux et l'observation est possible. Il faut avoir un objet dont la surface est plane. Pour que le faisceau lumineux puissent être orthogonal à celle-ci et que l'on puisse avoir des interférences et étudier l'échantillon.



Figure4 Profilomètre 3d de Filmetrics
Profilm3D_Brochure.pdf

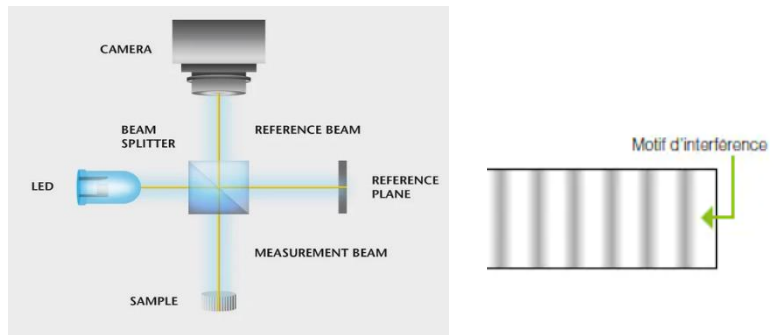


Figure5 Principe de l'interférométrie en lumière blanche dans Technologie de Polytec

5. Fonctionnement MEB (fonctionnement machine recouvrement carbone LEICA EM ACE200)

a. Utilité de la machine de recouvrement carbone LEICA



Figure6 Evaporateur sous vide LEICA EM ACE200

LEICA EM ACE200 Fig6 est un évaporateur sous vide secondaire qui réalise des couches minces de métal ou de carbone à très haute résolution. Elle permet donc de faciliter les observations d'échantillons non métallique au microscope électronique à balayage et au microscope électronique en transmission.

Nous l'avons utilisé avec l'aide de la technicienne en TP4 pour recouvrir nos substrats de couche mince de carbone afin de les observer au MEB.

b. Fonctionnement du Microscope Electronique à Balayage MEB

Le microscope électronique à balayage Fig7 est constitué d'une source d'électrons, de lentilles électromagnétiques et d'un détecteur d'électrons.

Il utilise un faisceau d'électrons au lieu de la lumière, exploitant la dualité onde-particule des électrons. Le faisceau est produit, accéléré puis concentré sur un échantillon grâce aux lentilles. L'échantillon émet alors des électrons secondaires qui sont ensuite détectés. Le nombre d'électrons détectés dépend des variations de surface de l'échantillon. En balayant le faisceau et en détectant la variation du nombre d'électrons diffusés, on peut reconstituer la topographie de la surface. Le faisceau d'électrons peut également ioniser les atomes pour qu'ils émettent des rayons X. L'énergie de ces rayons dépend de la composition élémentaire de l'échantillon. En balayant à nouveau le faisceau et en détectant l'énergie des rayons X émis, on peut déduire la nature chimique du composé.

D'autres types d'interactions entre le faisceau et la surface permettent également différentes analyses complémentaires. Le MEB permet ainsi d'obtenir une image agrandie de la surface d'échantillons épais mais aussi d'en analyser la composition.

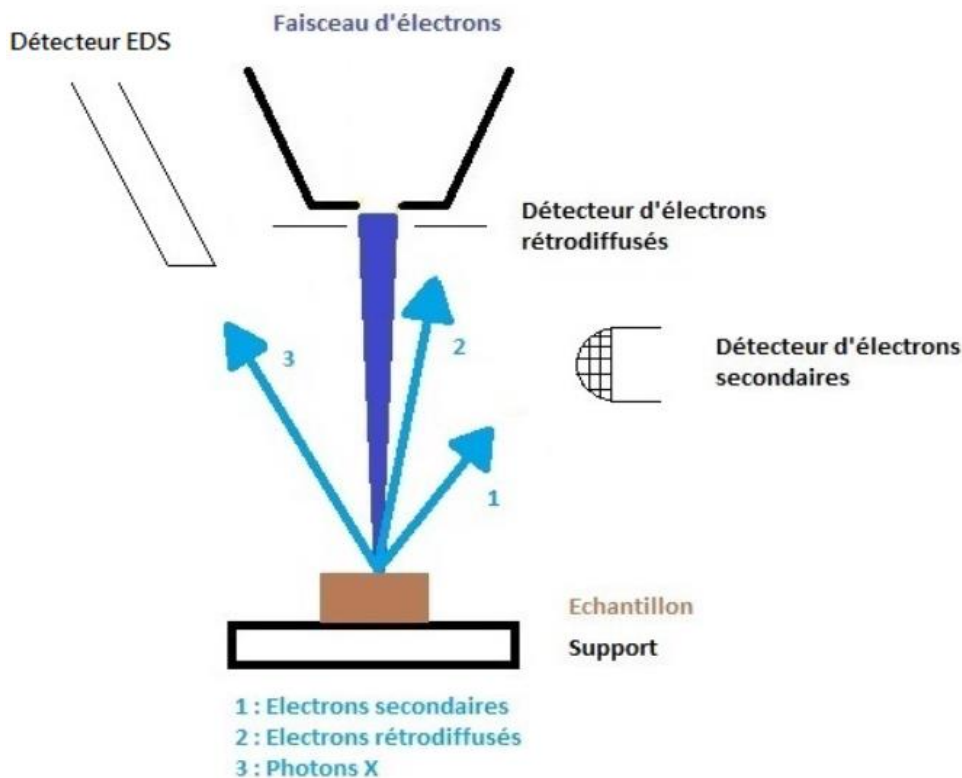


Figure7 MEB illustration, mea.edu.umontpellier

Bibliographie

[1] C.Schuster, PG_ma-P 1200__180117_Fig7_kompr_rev_2018_04_26
[file:///C:/Users/diane/Downloads/PG_maP1275G%20\(2\).pdf](file:///C:/Users/diane/Downloads/PG_maP1275G%20(2).pdf)

[2] Christian, thick_resist_processing 2013
https://www.microchemicals.com/technical_information/greyscale_lithography.pdf

INSA Toulouse

135, avenue de Rangueil
31077 Toulouse Cedex 4 - France
www.insa-toulouse.fr



MINISTÈRE
DE L'ÉDUCATION NATIONALE,
DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR
ET DE LA RECHERCHE