

DÉVELOPPEMENT ET ÉTUDE D'UNE TECHNIQUE DE MICROSABLAGE À HAUTE RÉOLUTION

THÈSE N° 3293 (2006)

PRÉSENTÉE À LA FACULTÉ SCIENCES ET TECHNIQUES DE L'INGÉNIEUR

Institut de microsystemes

SECTION DE MICROTECHNIQUE

ÉCOLE POLYTECHNIQUE FÉDÉRALE DE LAUSANNE

POUR L'OBTENTION DU GRADE DE DOCTEUR ÈS SCIENCES

PAR

Anne-Gabrielle PAWLOWSKI

DEA de sciences des matériaux, Université de Caen, France
de nationalité française

acceptée sur proposition du jury:

Prof. M. Gijs, directeur de thèse
Dr O. Cugat, rapporteur
Dr F. Gueissaz, rapporteur
Dr P. Hoffmann, rapporteur
Dr A. Sayah, rapporteur

Lausanne, EPFL
2006

Table des matières

Version abrégée	i
Abstract	iii
Introduction	1
1 Techniques de structuration du verre	3
1.1 Les techniques "traditionnelles"	4
1.1.1 L'usinage mécanique de précision	4
1.1.2 L'usinage par ultrasons	6
1.1.3 L'usinage assisté par décharges électriques	8
1.1.4 L'usinage du verre par laser	9
1.1.5 L'usinage par jet d'eau	11
1.1.6 Récapitulatif comparatif par rapport au microsablage	12
1.2 Les techniques de structuration "non traditionnelles"	13
1.2.1 La gravure humide	13
1.2.2 La gravure sèche	17
1.2.3 Récapitulatif comparatif avec le microsablage	21
1.3 Etat de l'art de la gravure par microsablage	21
1.3.1 Etude de l'érosion	22

1.3.2	Caractéristiques des particules	26
1.3.3	Introduction d'un masque	29
1.3.4	Exemples de réalisations	31
1.4	Conclusion et but de la thèse	33
2	Dispositif expérimental et caractérisation du sablage	42
2.1	Description du montage expérimental	42
2.1.1	La "sableuse"	43
2.1.2	La "chambre de sablage"	44
2.1.3	Préparation, sablage et étude de l'échantillon	45
2.2	Les particules	48
2.2.1	Choix des particules	48
2.2.2	Caractérisation du jet de particules	54
2.3	Le substrat	57
2.4	Caractérisation de l'érosion du verre	58
2.4.1	Choix du mode de travail	59
2.4.2	Influence de la pression appliquée	63
2.4.3	Influence du temps de gravure	64
2.4.4	Influence de la dimension des particules	65
2.5	Conclusion	68
3	Elaboration d'un nouveau masque en élastomère	72
3.1	Masque en acier inoxydable	72
3.1.1	Etude du taux d'érosion de l'acier inoxydable	73
3.1.2	Etude de la sélectivité	74
3.1.3	Utilisation de ce masque métallique	76

3.1.4	Limitations de ce masque métallique de contact	78
3.1.5	Conclusions	79
3.2	Masque photosensible	80
3.2.1	Procédé	80
3.2.2	Etude du taux d'érosion	81
3.2.3	Etude de la sélectivité	82
3.2.4	Limitations du SU8 et conclusions	83
3.3	Un polymère élastique	83
3.3.1	Procédé	83
3.3.2	Etude du taux d'érosion	84
3.3.3	Etude de la sélectivité	88
3.3.4	Limitations du PDMS et conclusions	88
3.4	Proposition d'un nouveau procédé de masquage	89
3.4.1	Nouveau procédé proposé	90
3.4.2	Etude de la sélectivité	92
3.4.3	Conclusions	94
3.5	Conclusion	95
4	Caractérisation et limites du procédé de microsablage avec le masque PDMS/SU8	99
4.1	Etude et caractérisation du masque	99
4.1.1	Influence de la pression appliquée	100
4.1.2	Influence de l'épaisseur du PDMS	104
4.1.3	Influence de la dimension des particules	107
4.1.4	Influence du temps de gravure	108
4.1.5	Conclusions	111

4.2	Etude de la gravure	113
4.2.1	En fonction du temps de gravure	113
4.2.2	En fonction des dimensions des structures	115
4.3	Détermination de la résolution du procédé	124
4.3.1	Résolution attendue	124
4.3.2	Résolution des canaux et des trous	125
4.3.3	Résolution des plots	131
4.3.4	Conclusions sur la résolution	136
4.4	Conclusion	137
	Conclusion	142
	Remerciements	146
	Publications	147

Version abrégée

La technique de microstructuration par sablage a été adaptée à la structuration de matériaux fragiles comme le verre, grâce au développement de masques résistants à l'érosion. L'étude du comportement, face à l'érosion de différents matériaux, montre que pour une incidence normale du faisceau de particules, l'érosion du verre est maximale alors que celle d'un métal ou d'un élastomère est minimale. Le masque métallique, simple d'utilisation et très résistant, est souvent employé mais sa résolution, liée au mode de structuration (par ablation laser) est limitée. La résolution du masque dépend de l'épaisseur de la plaque de métal, mais en raison des contraintes générées dans le masque lors de la gravure, ce type de masque est le plus souvent utilisé sous une forme assez épaisse, de l'ordre de 0,5 mm, ce qui limite la résolution aux environs de 100 μm . L'usage de la photolithographie permet d'améliorer la résolution du masque en abaissant la dimension de la plus petite structure réalisée. Nous avons montré d'une part, qu'un élastomère, très utilisé lors de la réalisation de structures en microtechnique, et connu sous le nom de polydiméthylsiloxane (PDMS) possède une résistance à l'érosion excellente bien que non aisément structurable. D'autre part, nous avons montré qu'une résine époxy photosensible, connue sous le nom de SU8, permet d'obtenir une résolution de l'ordre de 10 μm et se comporte comme le verre face à l'érosion. Ces deux caractéristiques, nous ont permis d'élaborer un nouveau masque en PDMS/SU8. Le SU8, fragile une fois polymérisé est utilisé, comme moule pour structurer le PDMS destiné à protéger le verre, puis il est érodé par microsablage. Ce nouveau masque, en association avec des particules de 10 μm , permet d'obtenir une résolution maximale de 20 μm et assure une bonne qualité de reproduction des structures.

L'étude de la gravure par microsablage avec ce masque de PDMS/SU8 met en évidence que la vitesse de gravure dépend de la largeur des canaux et change avec le temps de gravure. Les dimensions des structures varient lors de la gravure, car, à cause de la sous-gravure, elles peuvent être élargies ou réduites. Nous avons montré que cette sous-gravure, qui est fonction de la profondeur gravée des canaux, peut causer une altération de la

résolution du procédé, en détruisant certaines structures. La caractérisation du masque, nous a montré en outre, que la résistance du PDMS dépend de l'épaisseur du masque, du temps de gravure et de la pression appliquée. En effet, lorsque la pression appliquée augmente, le taux d'érosion du PDMS est plus important et sa sélectivité diminue, ce qui diminue la résistance du masque. Et de ce fait, si une particule très énergétique impacte le PDMS, alors le verre situé sous le PDMS peut être impacté. Un des apports de ce travail a été de montrer, que le masque de PDMS/SU8 d'une épaisseur de 50 μm , utilisé pour la première fois pour le microsablage, est performant pour une pression de 200 kPa avec des particules de 10 μm . Un autre a été de montrer que la sous-gravure est à prendre en compte lors de l'agencement des structures pour minimiser les dommages sur la résolution, qui est améliorée avec ce procédé jusqu'à 20 μm . Enfin, la résolution dépend de la forme des structures.

Abstract

We have used powder blasting as a technique to structure brittle materials like glass using an erosion resistant mask. The study of the erosion rate shows that the erosion of glass is maximum at a normal incidence of the powder beam while the erosion rate of metals and elastomers is minimum. A metallic contact mask is very resistant, easy to use, but its resolution as defined by its manufacturing process (laser ablation) is limited. The resolution of the mask depends on the thickness of the metal piece. However due to the stress generated by the powder blasting technique, the metal mask used must have an important thickness (about 0,5 mm), which limits the resolution (50 μm). The photolithographic masking method we developed allows to increase the resolution. We have demonstrated that the erosion resistance of Polydimethylsiloxane (PDMS), an elastomer very frequently used in microsystems realisation is excellent, and that the use of a photosensitive epoxy resist like SU8 allows to define high-resolution structures. The replication quality is good as the majority of structures defined in PDMS have the same size compared to the features defined by the SU8. In our process, the SU8 is patterned into a mould structure that is filled with PDMS. The SU8, has a similar erosion behavior as glass and is quickly removed by powder blasting. The resolution of the process determined by the particle size ; we have used particles with 10 μm diameter to explore the ultimate limits of powder blasting.

The study of the etching by powder blasting shows that the etching rate changes with the width of the channel and the etching time. Furthermore, dimensions of channels or hole structures change during powder blasting, they are increased by the underetching effect. This underetching depends on the depth of the channels and can induce changes in resolution. The erosion mask resistance is function of the thickness of the mask, of the etching time and of the applied pressure. We typically have chosen a PDMS mask thickness of 50 μm . When the applied pressure of the powder jet increases, the PDMS erosion is more important. When an energetic particle impacts on the PDMS, the glass underneath the mask can be damaged and the resolution of the structures is decreased.

Experimentally, this PDMS/SU8 mask is resistant and efficient for an applied pressure up to 200 kPa and for a glass erosion depth of 300 μm for large channels. The minimum feature size is 20 μm , but this depends also on the shape; for example triangular holes are only well defined for a minimum dimension of 60 μm .

Introduction

La technique de microstructuration par microsablage est issue du sablage traditionnel, qui est une technique très ancienne de nettoyage utilisée dans les domaines de la mécanique et du bâtiment. Devant l'émergence des microsystèmes électromécaniques (MEMS) développés pour les domaines médical et biologique, le verre est de plus en plus souvent employé, aussi des techniques de structuration traditionnellement orientées vers l'usinage macroscopique ou l'usinage du silicium, se sont adaptées. C'est le cas de l'usinage par microsablage, qui par l'utilisation de particules de taille micrométrique envoyées sous pression à travers un masque sur un substrat de verre, structure celui-ci. L'étude du comportement face à l'érosion de matériaux de différentes natures, montre que pour une incidence normale du faisceau de particules par rapport au substrat, l'érosion du verre est maximale alors que celle d'un métal ou d'un élastomère est minimale. Cette propriété est mise à profit pour développer des masques résistants à l'érosion adaptés à l'usinage des matériaux fragiles.

Le microsablage étant une technique simple, peu onéreuse et rapide, le masque doit être simple d'utilisation, résistant et posséder une résolution en adéquation avec les dimensions des structures souhaitées. Les masques métalliques de contact, sous forme d'une plaque structurée répondent à ces critères, aussi sont-ils très souvent employés. Ce type de masque utilisé avec des particules de dimensions de l'ordre de la trentaine de micromètres, est adapté pour la réalisation de structures de dimensions de l'ordre de la centaine de micromètres.

Le but de cette thèse étant de développer et d'étudier une technique de microsablage à haute résolution, il est nécessaire d'une part d'améliorer la résolution du masque et d'autre part, d'utiliser des particules de dimensions plus petites. Nous allons d'abord dresser un panorama des techniques de structuration existantes pour le verre (chapitre 1), puis nous caractériserons notre montage expérimental et la gravure du verre qui en résulte (chapitre 2). Nous allons ensuite étudier différents matériaux afin de proposer un nouveau masque de meilleure résolution que nous caractériserons (chapitre 3). Puis enfin, nous étudierons

la gravure obtenue avec ce masque et nous déterminerons la résolution du procédé avec ce masque (chapitre 4) avant de conclure.

Chapitre 1

Techniques de structuration du verre

Suite au développement des microsystèmes électromécaniques ou MEMS (Micro Electro Mechanical Systems), des techniques "traditionnelles" de structuration, jusque là utilisées pour les macrosystèmes (réalisation de pièces mécaniques), ont été adaptées à la réalisation de microsystèmes, comme par exemple la réalisation de microbuses pour imprimantes [1] ou la réalisation de micropointes [2, 3, 4]. De même, des techniques "non traditionnelles" développées essentiellement pour la réalisation de systèmes microélectroniques en silicium (microprocesseurs) ont été adaptées à d'autres matériaux comme le verre ou le polyimide, afin de pouvoir fabriquer des microsystèmes biocompatibles. En effet, le verre, matériau intéressant pour les microsystèmes de part ses propriétés (transparence, stabilité chimique, biocompatibilité...) et son faible coût, est intéressant à structurer car il est attractif pour de nombreux domaines comme par exemple l'optique, la biologie, la fluïdique [5, 6, 7, 8, 9, 10]. Nous nous intéresserons dans ce document à la structuration du verre, qui désigne la plupart du temps le verre à vitre, mais le mot "verre" désigne de manière générale, "un solide obtenu par refroidissement d'un liquide qui, lors de ce refroidissement, a acquis les propriétés d'un solide sans pour autant présenter un ordre cristallin" [11]. Il existe plusieurs sortes de verre, des verres métalliques, des verres à base d'oxydes inorganiques (les plus répandus) ou même à base de chalcogénures [11]. Nous traiterons uniquement de la structuration des verres à base d'oxydes inorganiques comme le verre de silice (SiO_2), le verre silico-vitro-calcique ($\text{Na}_2\text{O-CaO-SiO}_2$) qui est le plus courant [11, 12, 13] et le verre borosilicaté connu aussi sous l'appellation "Pyrex" [11]. Ces deux types de verres sont obtenus par ajout soit d'oxydes de sodium et de calcium soit d'anhydride borique (B_2O_3) au verre de silice, qui sert de base. Les composants ajoutés à la silice confèrent au verre des propriétés particulières, par exemple une bonne résistance aux chocs thermiques pour le verre borosilicaté, mais ces verres d'oxydes sont fragiles ce

qui rend leur structuration difficile aussi bien avec les techniques "traditionnelles" que "non traditionnelles".

Nous allons, en présentant brièvement les principales techniques de structuration, montrer comment il est possible de structurer des verres d'oxydes en mettant en évidence les avantages et inconvénients respectifs des différentes techniques utilisées. Nous dégagerons ainsi les atouts de la technique de structuration par microsablage, dont nous dresserons un état de l'art. Cette technique, utilisée depuis longtemps pour nettoyer des surfaces (façades) ou des pièces métalliques [14], par bombardement de la pièce par des particules envoyées sous pression, a été adaptée à la structuration d'un substrat fragile (verre, céramique, ferrite, silicium) par l'utilisation d'un masque, qui permet de graver sélectivement certaines zones du substrat [15].

1.1 Les techniques "traditionnelles"

Les techniques de structuration "traditionnelles", ont d'abord été développées pour réaliser des macrostructures (réalisation de pièces mécaniques), puis leur usage s'est adapté afin de réaliser des microstructures (par exemple la réalisation de microbuses pour imprimantes [1] ou la réalisation de micropointes [2, 3, 4]). Ces techniques flexibles, car pouvant être utilisées pour une grande gamme de matériaux (métaux très durs, céramiques...), sont nombreuses, utilisent souvent un outil, dont les mouvements sont contrôlés très précisément [5] et différents types d'énergie (mécanique, électrochimique, physique...) pour façonner la matière. Nous évoquerons ici la structuration du verre à l'aide de l'usinage mécanique de précision, des ultrasons, de lasers et de jets d'eau et nous les comparerons à l'usinage par microsablage pour montrer leurs avantages et inconvénients respectifs.

1.1.1 L'usinage mécanique de précision

L'usinage mécanique est la technique la plus ancienne pour structurer la matière, qui utilise un outil coupant (plus dur que le substrat) et l'énergie mécanique pour créer la structure [5, 16]. Comme la dimension des structures dépend de la taille de l'outil coupant, la microstructuration a connu un essor suite au développement récent de techniques permettant la réalisation de micro-outils très durs et petits (par exemple : pointes de diamant) [4, 17]. La microstructuration des verres d'oxydes avec des pointes très fines et très dures en monocristal de diamant [18], dont le mouvement est contrôlé, est possible [9, 4, 19],

cependant des fissures ou des éclats apparaissent [20], altérant ainsi la qualité de l'usinage, en raison de la faible capacité du verre à se déformer (module d'Young E compris entre 60 et 74 GPa) [12]. L'utilisation d'un outil, le plus fin possible, minimise les dommages (fissures, éclats) lors de l'usinage car celui-ci s'effectue dans le domaine ductile du verre (comme dans le cas des métaux) [21].

La combinaison d'un micro-outil coupant avec une vibration ultrasonique permet d'améliorer l'état de surface du verre structuré et modifie la forme du profil (voir fig. 1.1 (a-c)). L'ajout d'une vibration ultrasonique unidirectionnelle à l'objet coupant change le profil en U d'un canal usiné conventionnellement (voir fig. 1.1 (a)) en V (voir fig. 1.1 (b)) et on n'observe plus d'éclats de verre. L'ajout de vibrations ultrasoniques bidirectionnelles améliore encore l'état de surface du verre qui apparaît bien net et ouvre davantage le profil du canal (voir fig. 1.1 (c)).

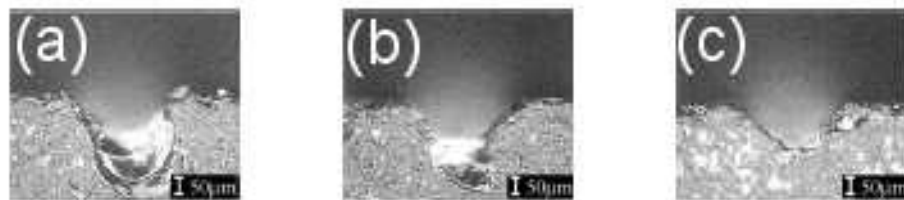


FIG. 1.1: Photos prises au microscope optique de coupes de canaux réalisés dans du verre (a) avec la méthode de coupe conventionnelle, (b) en ajoutant une vibration ultrasonique dans une dimension, (c) en ajoutant une vibration ultrasonique dans les 2 dimensions [9]. La distance mentionnée est de $50 \mu\text{m}$.

A partir de cette figure, on mesure les hauteurs et largeurs des différents canaux et on en déduit le facteur d'aspect, défini pour une structure comme le rapport de sa profondeur sur sa largeur. Dans cet exemple, le facteur d'aspect, pour chaque canal, est inférieur à 1 (la profondeur maximale est de $200 \mu\text{m}$ pour une largeur de $250 \mu\text{m}$ en haut du canal (voir fig. 1.1 (a)). On remarque que l'ajout des vibrations diminue le facteur d'aspect, car dans le cas du canal obtenu avec des vibrations (voir fig. 1.1(c)), le facteur d'aspect est de 0,4 (profondeur de $100 \mu\text{m}$ pour une largeur en haut du canal de $267 \mu\text{m}$) contre un facteur d'aspect de 0,8 pour le canal réalisé de manière traditionnelle (voir fig. 1.1 (a)).

Cette technique essentiellement utilisée pour découper le verre ou réaliser des sillons pour des applications optiques [9] est rapide, dans ce cas, la vitesse de gravure est estimée à $5 \mu\text{m}$ par passage de l'outil coupant [9]. Le principal inconvénient de cette technique est la présence d'éclats ou de fissures qui altèrent la qualité de l'usinage [9], phénomène qui n'a pas lieu lors de la structuration du verre par microsablage. D'autre part, malgré la réalisation d'outils coupants de plus en plus petits, la taille de celui-ci constitue un

facteur limitant pour la dimension des structures. De plus, la forme de la structure est aussi limitée par la forme de l'outil contrairement au microsablage, technique qui utilise un masque pour définir les structures.

1.1.2 L'usinage par ultrasons

Les ultrasons peuvent servir à usiner les matériaux fragiles lorsqu'ils sont utilisés avec une solution abrasive et un outil. Un outil, d'une forme donnée et d'un matériau dur [16, 22], soumis à des vibrations de haute fréquence (de 20 à 100 kHz) est placé juste au-dessus de la zone à structurer du matériau et baigne dans une solution abrasive. Cette solution qui contient des particules en suspension dans un fluide, destiné à assurer la transmission des vibrations, est sans cesse renouvelée afin que l'abrasion soit continue (voir fig. 1.2) [3]. La vitesse de gravure et la rugosité de la structure obtenue dépendent, en grande partie, de la nature et des dimensions des particules abrasives choisies [16, 3].

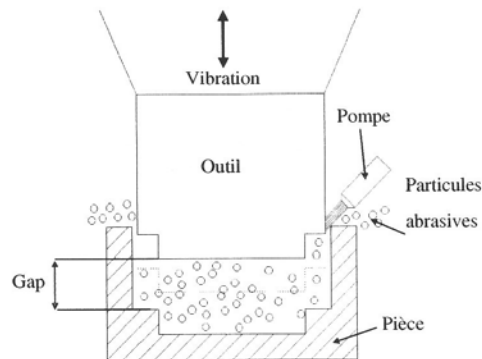


FIG. 1.2: Schéma de principe de l'abrasion par ultrasons. Le micro-outil, soumis aux vibrations ultrasonores, est approché de la surface du verre sur laquelle coule une solution abrasive [16].

La cavité se crée par insertion progressive de l'outil dans la zone à graver aussi ses dimensions sont-elles déterminées par celles de l'outil [5, 16]. La réalisation de "micro-outils" ou de "micro-pointes", avec une technique de coupe assistée par décharge électrique (Electro Discharge Machining (EDM)) [5, 2, 3, 4], permet de diminuer la dimension des structures réalisées et en particulier le diamètre des trous qui peut atteindre $42 \mu\text{m}$ tout en conservant un facteur d'aspect élevé [23]. Cependant, à cause de la détérioration de l'outil lors de l'usinage, le facteur d'aspect du trou est limité à partir d'un certain diamètre de l'outil [23]. La technique EDM permet, grâce à un fil de cuivre soumis à une forte différence de potentiel, de façonner une tige de carbure de tungstène en une fine pointe,

comme par exemple, une pointe de 150 μm de diamètre avec une extrémité de 20 μm de diamètre (voir fig. 1.3 (a,b)) [3].

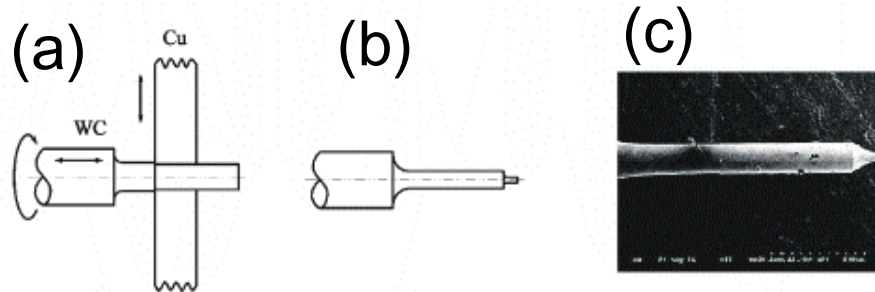


FIG. 1.3: (a) Schéma de principe de la réalisation, par EDM, d'une micro-pointe de 2 mm de long, de 150 μm de diamètre avec une extrémité de 20 μm de diamètre (b). (c) Photo MEB de ce micro-outil après utilisation lors de l'usinage par ultrasons [3].

L'utilisation d'un tel micro-outil associé à des particules petites et dures (dimension de l'ordre de 3 μm de diamètre) et à une rotation de cet outil a permis l'obtention de trous bien symétriques de 200 μm de diamètre dans du pyrex (voir fig. 1.4 (a)) [3], qui illustrent les possibilités de cette technique. Ces trous, usinés rapidement (vitesse de gravure comprise, pour notre exemple, entre 6 et 10 $\mu\text{m}/\text{min}$ [3]), présentent des profils verticaux (voir fig. 1.4 (b)) et un facteur d'aspect élevé, de l'ordre de 4 (largeur de 139 μm et profondeur de 555 μm (voir fig. 1.4 (b))) [3].

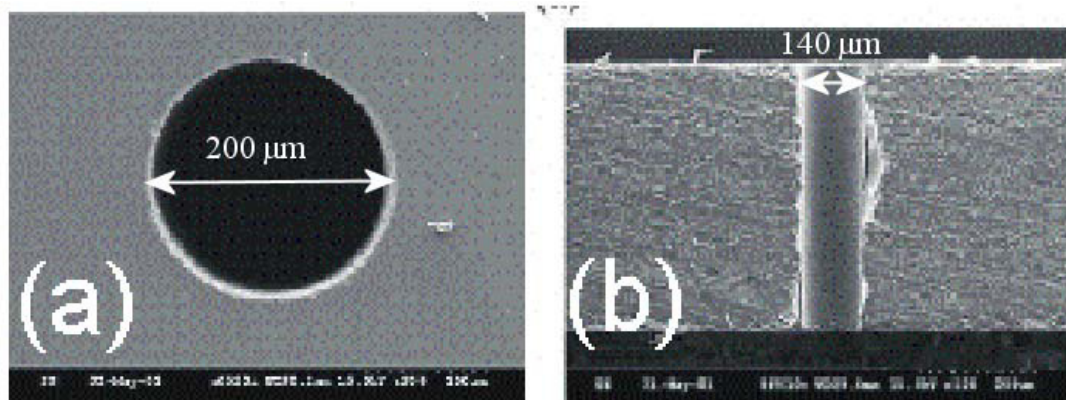


FIG. 1.4: Photos MEB présentant un exemple de trous usinés par ultrasons dans du pyrex avec des particules de carbure de bore de 3 μm de diamètre : (a) vue de dessus d'un trou de 200 μm de diamètre et (b) coupe transverse d'un trou de 140 μm de diamètre [3].

Cependant, la dégradation de l'outil durant son utilisation voir fig. 1.3 (c) est un facteur limitant de cette technique [3, 22] ce qui nécessite un choix judicieux du matériau

de l'outil. Cette technique (proche dans son mécanisme du sablage [22]) permet donc d'usiner rapidement du verre sans contact direct avec le substrat, est flexible et donne la possibilité de réaliser des structures profondes (facteur d'aspect important) comme le microsablage. Cependant, les structures réalisées sont principalement des trous ou des canaux, contrairement au microsablage qui permet la réalisation de structures de formes très variées, et comme précédemment la dimension du micro-outil constitue un facteur limitant pour la dimension des structures.

1.1.3 L'usinage assisté par décharges électriques

Comme nous l'avons déjà évoqué, l'énergie électrique est utilisée pour structurer directement les matériaux conducteurs, notamment pour créer des micro-outils, comme ceux utilisés dans la structuration par ultrasons [5, 2].

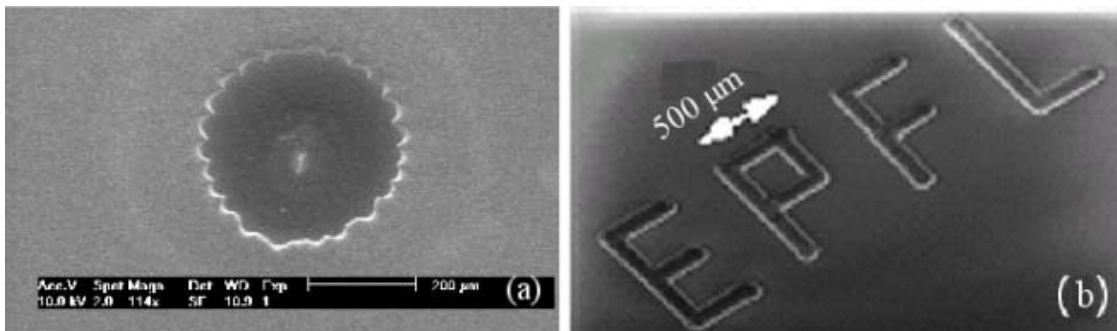


FIG. 1.5: Photos MEB présentant des exemples (a) de trous de $400 \mu\text{m}$ de diamètre et (b) de canaux de $200 \mu\text{m}$ de large réalisés par électroérosion à l'EPFL avec une solution de soude [25, 28].

Cependant, à l'EPFL (Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne) du verre borosilicaté [24] a été récemment structuré en combinant les actions chimiques et thermiques provoqués par des étincelles électriques : un substrat de verre (anode) plongé dans un électrolyte chauffé et placé sur un support de graphite, est placé à proximité d'une micro-pointe (réalisée par EDM), elle-même soumise à une forte différence de potentiel pour engendrer des étincelles au niveau de la pointe. Le processus d'érosion qui en résulte, semble être une combinaison de réactions électrochimiques et thermiques [24], mais est encore à l'étude en raison de la complexité du phénomène [25, 26, 27]. Les électrolytes les mieux adaptés pour la structuration des verres d'oxydes ou borosilicatés sont des solutions alcalines de type KOH ou NaOH, car elles offrent les vitesses de gravure les plus élevées [24]. Des structures de type trou (voir fig.1.5 (a)) avec un important facteur d'aspect, comme par exemple, un facteur d'aspect de 7,5 pour des trous de $200 \mu\text{m}$ de diamètre

[24], sont rapidement réalisées (la vitesse de gravure peut être de l'ordre de 1,5 mm/min [24]). Si la pointe se déplace, on obtient des canaux (voir fig. 1.5(b)). Cette technique est donc rapide, permet l'obtention de structures à fort facteur d'aspect et aux formes complexes, comme le microsablage. Cependant, comme pour l'usinage par ultrasons, la dimension de la micropointe constitue un facteur limitant.

1.1.4 L'usinage du verre par laser

L'usinage laser est une technique très utilisée pour structurer la matière (découpe de métaux, structuration du verre, ...). Dans le cas de la structuration des verres d'oxydes, ces lasers sont couramment utilisés selon plusieurs modes :

- soit le laser est focalisé directement sur le substrat ce qui engendre un processus d'ablation thermique [5, 29, 30],
- soit l'ablation par le laser est assisté par un liquide, il s'agit alors de la technique LIBWE (Laser-Induced Backside Wet Etching)[31, 32, 33],
- soit le laser crée un plasma qui induit de la gravure, il s'agit de la technique LIPAA (Laser Induced Plasma Assisted Ablation)[34, 35, 36].

Dans tous les cas, la puissance du laser, sa fréquence et la durée du pulse sont trois paramètres importants pour la qualité et la profondeur des structures microstructurées [29, 30]. Nous traiterons ici seulement de la technique la plus employée qui est l'ablation thermique, car les autres techniques, bien que très performantes, ne sont pas très utilisées pour la gravure profonde.

Ablation par effet thermique

Dans cette utilisation, le laser, focalisé directement sur le substrat, ablate la matière grâce à la chaleur générée soit par fusion, soit par évaporation soit par sublimation de la matière. La forme de la structure est le plus souvent obtenue par la projection de l'image d'un masque sur le substrat à l'aide d'un système optique [29, 37], elle peut aussi être directement écrite sur celui-ci [5]. Comme la matière est ablatée thermiquement, la durée du pulse apportant la chaleur influence la qualité de la structure ablatée : en effet, plus la durée du pulse est importante et plus la "zone thermiquement altérée" et les débris (gouttelettes) générés par l'ablation sont importants [5, 29, 30]. Toutefois, l'apparition

de lasers à pulse très court (les femtolasers) a permis de réduire la "zone thermiquement altérée" et de supprimer la présence des débris [5, 30, 38, 39].

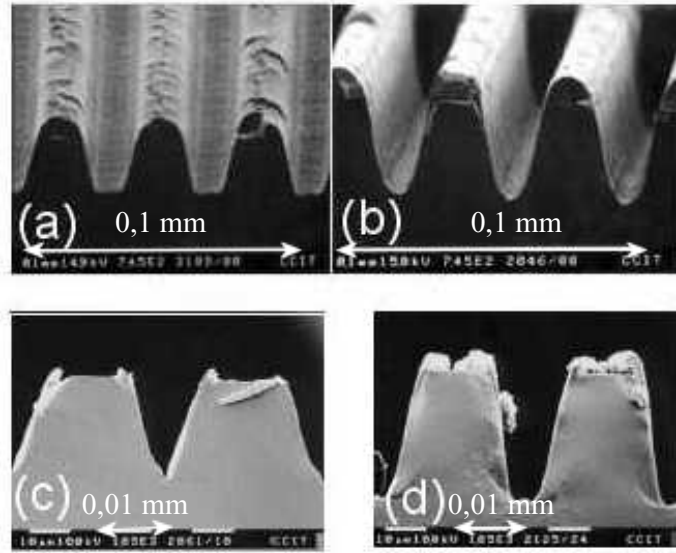


FIG. 1.6: Photos MEB de coupes de canaux réalisés par un laser excimer dans du verre borosilicaté épais de $200 \mu\text{m}$ avec (a) 150 pulses et une énergie de $2,4 \text{ J/cm}^2$ (b) 250 pulses et une énergie de $2,4 \text{ J/cm}^2$ (c) 200 pulses et une énergie de $1,4 \text{ J/cm}^2$ (d) 200 pulses et une énergie de $2,4 \text{ J/cm}^2$ [29].

La figure 1.6 (a-d) présente quelques exemples de canaux, observés en coupe transversale, réalisés par ablation laser pour différents temps d'ablation et différentes énergies [29]. Il apparaît, dans ce cas, que lorsque l'énergie du laser augmente, la forme du profil du canal évolue d'une forme en "V" vers une forme plus en "U" (voir fig. 1.6 (c-d)) et que la durée d'ablation modifie l'état de surface de la structure (voir fig. 1.6 (a-b)). Dans ce cas, les facteurs d'aspect sont relativement peu élevés et peuvent être comparés à ceux obtenus avec le microsablage, cependant des structures à très hauts facteurs d'aspect ont été obtenues [37].

L'usage des femtolasers a permis la création de structures profondes dans du verre borosilicaté sans débris en raison de la durée très courte du pulse [5] comme l'atteste la figure 1.7, qui présente un trou carré aux angles bien définis [38], montrant ainsi la qualité des structures obtenues.

L'ablation laser par effet thermique est donc, comme le microsablage, une technique de microstructuration efficace, rapide car la vitesse d'ablation est importante (210 nMm/pulse de 20 ns [29]), flexible et qui permet d'obtenir des structures profondes et de formes variées dans le verre (par exemple un trou de $20 \mu\text{m}$ de diamètre et profond de 1 cm [37]). Toutefois, selon la durée du pulse du laser utilisé, il peut y avoir des débris qui doivent être

retirés par traitements chimiques. Cette technique, offre aussi l'avantage de pouvoir être utilisée en combinaison avec d'autres techniques de microstructuration pour les rendre plus efficaces [33, 35, 36, 40, 41]. Le facteur limitant principal est le coût de l'infrastructure, qui en plus du laser comporte tout un système optique performant pour former l'image du masque sur le substrat, contrairement au microsablage, qui ne nécessite pas une infrastructure coûteuse.

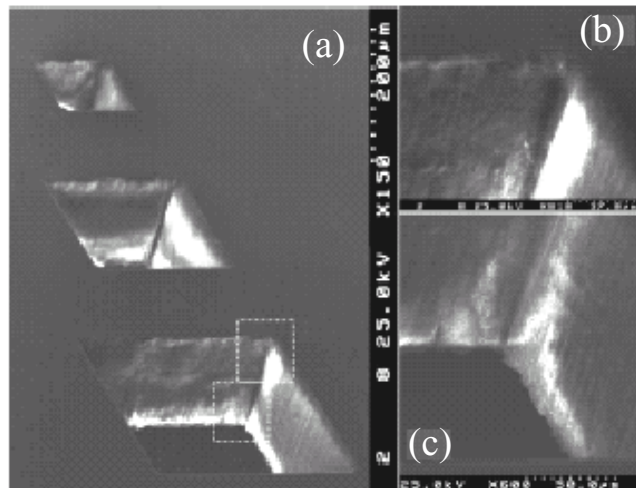


FIG. 1.7: Photos MEB (a) de trous carrés de $150 \mu\text{m}$ d'épaisseur réalisés dans du verre borosilicaté par un laser de 800 nm de longueur d'onde et de pulse 150 fs dans une chambre à basse pression. (b) et (c) sont des détails de la structure (a) [38]

1.1.5 L'usinage par jet d'eau

Cette technique, principalement utilisée pour découper toutes sortes de matériaux (métaux très durs, matériaux fragiles, plastiques...) dont le verre, connaît deux variantes, une où de l'eau sous pression est envoyée par l'intermédiaire d'une buse sur la surface à graver et une autre, où de l'eau additionnée de particules en suspension est envoyée sous pression [42, 43]. La réalisation de microstructures se réalise grâce à un jet d'eau, dont la dimension est déterminée par la buse utilisée, qui doit être suffisamment résistante à l'abrasion [42]. Une étude de l'usinage par jet d'eau abrasif a montré, que le fait d'imposer une rotation au jet change la qualité de surface obtenue et que la vitesse d'érosion du verre peut être importante [43]. Cette technique est rapide, flexible comme le microsablage et, de par le principe utilisé, s'en rapproche car cette technique n'utilise pas d'outil coupant, mais un jet d'eau (à la place des particules). Toutefois, la dimension de la structure est limitée par la dimension de la buse utilisée, qui d'une part détermine le diamètre du jet (actuellement les plus petites buses utilisées ont des diamètres de l'ordre de $10 \mu\text{m}$ [42])

[43] et d'autre part constitue un facteur limitant, à cause de sa réalisation très coûteuse. Dans le cas, où des particules abrasives sont utilisées, leur dimension, comme pour le sablage, limite la taille des structures [42].

1.1.6 Récapitulatif comparatif par rapport au microsablage

Les cinq techniques "traditionnelles" évoquées, à savoir l'usinage mécanique de précision, par ultrasons, l'usinage assisté par décharges électriques, l'usinage laser ou par jet d'eau, permettent toutes de structurer des verres d'oxydes et d'autres matériaux, elles sont donc toutes flexibles. Ces techniques, hormis l'usinage mécanique, sont aussi rapides que le microsablage, pour lequel la vitesse maximale de gravure est de l'ordre de 1 mm/min, et permettent toutes l'obtention de structures avec un facteur d'aspect supérieur à 1. Pour l'usinage mécanique de précision, celui par ultrasons, celui assisté par décharges électriques ou celui par jet d'eau, la dimension des structures est déterminée par la dimension de l'outil ou de la buse créant le jet. Cette dépendance assujettit la dimension minimale des structures à la taille minimale de l'outil, rendant ainsi difficile la création de structures plus petites. Cependant, ces techniques permettent essentiellement de créer des cavités ou des canaux contrairement au microsablage ou à l'ablation laser qui peuvent, grâce à l'utilisation d'un masque, structurer la matière selon des formes et des dimensions plus variées, ce qui confèrent à ces techniques un atout supplémentaire. La dimension minimale dépend donc de la résolution du masque, mais aussi dans le cas du microsablage, de la dimension des particules. Le microsablage, l'usinage par ultrasons, l'usinage par jet d'eau et l'usinage assisté par décharges électriques sont par rapport, à l'ablation laser et à l'usinage mécanique de précision (nécessitant d'importantes infrastructures), faciles à mettre en oeuvre et peu coûteux, ce qui dans l'optique de réduction des coûts de production des microsystèmes constitue un avantage important. Par ailleurs, le fait que le microsablage, comme la plupart des techniques "traditionnelles", n'utilise pas de produits corrosifs, constitue un atout supplémentaire (du point de vue écologique) et rend cette technique encore plus attractive.

Le microsablage est donc une technique très attractive et l'utilisation d'un masque, la rapproche des techniques de structuration "non traditionnelles", qui utilisent un masque pour créer les structures, auxquelles nous allons comparer le microsablage.

1.2 Les techniques de structuration "non traditionnelles"

Ces techniques, mises en place et développées pour réaliser des circuits intégrés sur silicium, ont d'abord été adaptées à la réalisation de microsystemes en silicium contenant des structures à haut facteur d'aspect (ces structures ont quelques micromètres de large et des profondeurs pouvant aller jusqu'à $500 \mu\text{m}$ pour les plus profondes [16]). Puis par la suite, leur utilisation a été étendue à d'autres matériaux comme le verre borosilicaté ou le polyimide. En raison des dimensions des structures réalisées par ces techniques, elles sont utilisées, le plus souvent, dans un environnement très propre de type salle blanche pour éviter que des poussières, du même ordre de grandeur que les structures les altèrent. Nous présenterons uniquement les techniques de gravures (humide et sèche) appliquées aux verres d'oxydes, car nous cherchons à comparer leurs performances à celles du microsablage pour la réalisation de structures à haut facteur d'aspect.

1.2.1 La gravure humide

La gravure humide, qui est la principale gravure chimique, consiste à plonger le substrat dans une solution gravante dont le produit de la réaction est soluble dans la solution. Selon les propriétés du substrat, la nature de la solution et les conditions expérimentales, les profils de gravure obtenus et la vitesse de gravure seront différents [5]. On peut différencier la gravure chimique isotrope, qui grave de manière uniforme dans toutes les directions, de la gravure humide anisotrope qui privilégie la gravure dans une direction donnée.

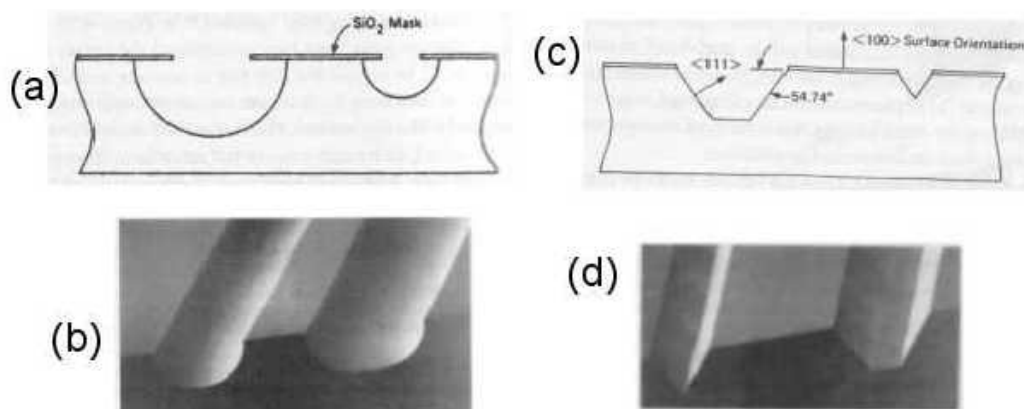


FIG. 1.8: Schémas (a, c) et photos MEB (b, d) du silicium gravé de façon isotrope (a, b) et de manière anisotrope (c, d) présentant les profils typiques en V ou en U [5].

Pour le silicium, la figure 1.8 (a et b) montre le profil typique d'une gravure isotrope réalisée sur du silicium masqué avec un oxyde de silicium, par un mélange acide dit "HNA" classique (66 % de HNO_3 et 34 % HF en volume) avec agitation et la figure 1.8 (c,d) montre le profil typique d'une gravure anisotrope réalisée en milieu basique avec une solution de potasse, sur un wafer de type (100) avec un masque en nitrure, ainsi que les différentes vitesses de gravure selon l'ouverture du motif. L'anisotropie est due aux propriétés des différents plans cristallins du silicium qui se gravent plus ou moins vite, et de ce fait déterminent le profil du trou [5].

La gravure humide isotrope

La gravure humide isotrope d'un verre d'oxyde a lieu dans un milieu aqueux acide, qui est en général de l'acide fluorhydrique concentré (HF) et nécessite l'emploi d'un masque, le plus souvent de Cr/Au déposé par évaporation sur le substrat [44]. Cependant, cette gravure étant chimique, la composition du verre a une importance sur le mécanisme de gravure, comme le montrent des études menées sur la gravure chimique du verre de silice [45, 46] et sur la gravure des verres silicatés [44]. La figure 1.9 (a) montre le profil typique arrondi obtenu dans du verre silicaté par une gravure humide avec une solution d'acide chlorhydrique concentré. Ce profil peut être modifié en intercalant, entre le substrat et le masque, une couche de matériau se gravant plus vite que le substrat, ce qui a pour conséquence d'ouvrir le profil du trou (voir fig. 1.9 (b)) [44].

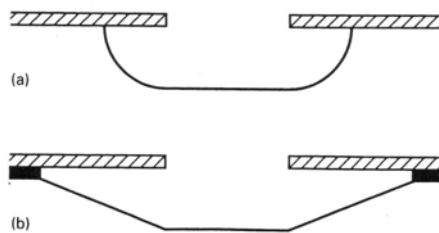


FIG. 1.9: Profil d'un trou gravé dans un bain de HF, (a) avec une bonne adhésion du masque, (b) avec un contrôle de la pénétration de la solution attaquante entre le verre et le masque [44].

La principale difficulté de cette gravure humide par acide fluorhydrique concentré, réside dans le masquage du substrat, car celui-ci doit résister à l'acide et ne comporter aucun défaut pour préserver le substrat [47, 48]. Le masque, le plus utilisé, est un masque de Cr/Au [44, 49] mais d'autres matériaux ont été testés [49, 48, 50] et il apparaît que, pour des gravures d'une profondeur de l'ordre de 40 μm dans du verre silico-vitro-calciqye,

un masque de résine photosensible suffit [50]. Avec un tel masque et une solution d'acide fluorhydrique dilué, on peut obtenir des canaux profonds de $36 \mu\text{m}$ et larges de $102 \mu\text{m}$, ce qui correspond à un facteur d'aspect de 0,35 [50] (le facteur d'aspect maximal pour une gravure isotrope vaut 0,5 et correspond au cas d'une cavité circulaire).

Pour des gravures plus profondes, divers masques et solutions gravantes ont été adoptées, comme par exemple :

- un masque d'or ou de polysilicium convient [48] pour des gravures, par acide fluorhydrique concentré, n'excédant pas $200 \mu\text{m}$ de profondeur,
- un masque constitué de polysilicium poli et recouvert d'une couche de SU8 (une résine de type époxy) [48] résiste à la gravure par une solution concentrée de HF à 48% , jusqu'à l'obtention d'une profondeur de $320 \mu\text{m}$,
- un masque de Cr/Au/Cr/Au déposé par évaporation, et recouvert d'une couche de résine photosensible [49] convient à la réalisation de gravures profondes, comme le montre le canal profond de $329 \mu\text{m}$ réalisé dans du pyrex épais de $750 \mu\text{m}$ (voir fig. 1.10 (a)). Toutefois, comme la largeur du canal est de 3,2 mm, le facteur d'aspect est faible (égal à 0,1) et la gravure ayant été réalisée avec une solution concentrée de HF (48%) pendant 38 min, la vitesse de gravure est de $8 \mu\text{m}/\text{min}$ [49].
- le silicium structuré par gravure humide avec une solution de potasse et ensuite "bondé" de manière anodique au pyrex, permet l'obtention de structures d'au moins $350 \mu\text{m}$ de profondeur [52]. La figure 1.10 (b) montre un canal gravé dans du pyrex avec un masque en silicium, profond de $450 \mu\text{m}$ et large de 2,5 mm, ce qui correspond à un facteur d'aspect de 0,18. Le canal a été gravé avec une solution HF (50%) : H_2O (1 :5) ce qui implique une vitesse de gravure de $2 \cdot 10^{-1} \mu\text{m}/\text{min}$ [52].

Tous ces exemples montrent que la gravure profonde du verre par voie chimique est possible, mais lente car une solution de HF à 30 % grave le SiO_2 avec une vitesse de $10^{-2} \mu\text{m}/\text{s}$, et que le choix du masque, qui dépend de nombreux facteurs et dont la mise en place peut s'avérer délicate, est très important [44].

Les intérêts de cette technique sont que les surfaces usinées sont peu rugueuses [44], que le procédé de masquage est adaptable en fonction de la profondeur gravée souhaitée et qu'elle convient bien aux applications microfluidiques des MEMS [50]. D'autre part, la gravure humide peut être utilisée en combinaison avec d'autres techniques de microstructuration, comme l'ablation laser ou la gravure par ultrasons, pour améliorer leurs performances [41, 51]. Le masque, qui détermine les structures doit d'une part, résister aux acides et être facilement structurable et d'autre part, être suffisamment adhérent au verre

pour limiter les phénomènes de sous-gravure [49, 52] et présenter une surface sans défauts afin d'éviter de dégrader la surface du substrat protégé [47, 48, 49]. Son choix est donc capital afin de pouvoir structurer, dans de bonnes conditions, une grande variété de structures autant par leurs formes que leurs dimensions, comme dans le cas du microsablage.

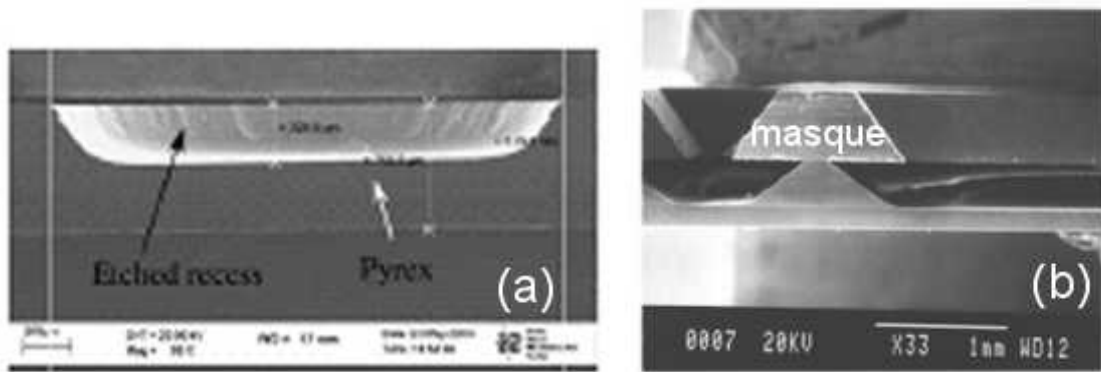


FIG. 1.10: Photos MEB présentant des coupes transversales d'exemples de canaux réalisés dans des wafers de pyrex épais de $750 \mu\text{m}$, avec (a) un canal de $329 \mu\text{m}$ de profondeur et large de $3,2 \text{ mm}$ [49] et (b) un canal profond de $350 \mu\text{m}$ représenté avec le masque de silicium encore présent [52].

Les facteurs limitant la gravure sont la faible vitesse de gravure, et l'isotropie de celle-ci. En effet, la vitesse de gravure par voie humide n'excède pas $8 \mu\text{m}/\text{min}$ pour du "Pyrex" [49, 50], ce qui limite la profondeur gravée à cause du temps nécessaire à celle-ci, contrairement au microsablage, pour lequel la vitesse maximale de gravure est de l'ordre de $1 \text{ mm}/\text{min}$. Le facteur d'aspect maximal que l'on puisse atteindre est de $0,5$, dans le cas d'une cavité parfaitement sphérique, contrairement au microsablage qui offre des facteurs d'aspect pouvant atteindre 10 .

La gravure anisotrope

La gravure anisotrope par voie chimique n'est possible que si le substrat possède en lui des sources d'anisotropie, comme par exemple, des plans cristallins, comme dans le cas du silicium. Mais pour un matériau comme le verre silico-vitro-calciq ou borosilicaté, qui ne possède pas de structure cristalline mais seulement un ordre à courte distance, [53, 54] (voir fig. 1.11), il est difficile de réaliser une gravure humide anisotrope aussi utilise-t-on la gravure sèche.

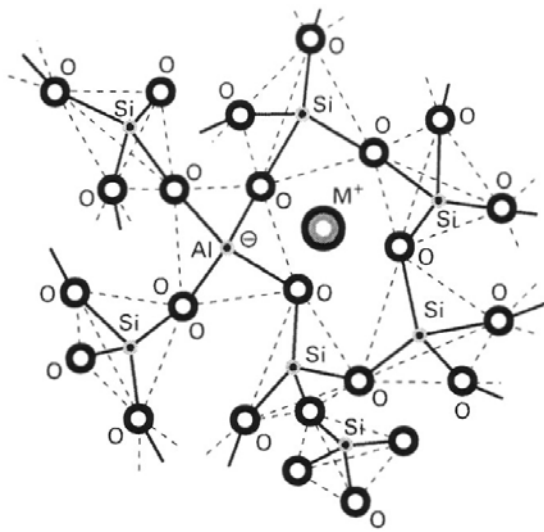


FIG. 1.11: Schéma structurel d'un verre silico-vitro-calciq montrant les atomes de Si au centre de tétraèdres d'oxygène (M^+ représente un ion alcalin et Al_2O_3 une impureté intercalés dans ce réseau de tétraèdres) [11].

1.2.2 La gravure sèche

La gravure sèche est une technique de gravure qui utilise des gaz dans une enceinte mise sous vide et un masque dont la nature (oxyde, métal, résine) change selon le substrat à graver (silicium, pyrex, silice...). Ces gaz sont envoyés entre deux électrodes soumises à une forte différence de potentiel ou à une tension alternative de fréquence 13,6 MHz, générant une puissance suffisante (de 800 à 2000 W, pour permettre la création d'un plasma : sous l'effet de la différence de potentiel, le gaz s'ionise et il se crée aussi des espèces réactives neutres [5]. Selon la pression qui règne dans l'enceinte (voir fig. 1.12), soit les ions sont favorisés (cas des faibles pressions), soit les espèces réactives (pressions plus importantes), ce qui fait que la gravure sèche peut être soit physique, soit chimique soit physico-chimique et être isotrope ou anisotrope selon l'action privilégiée [16].

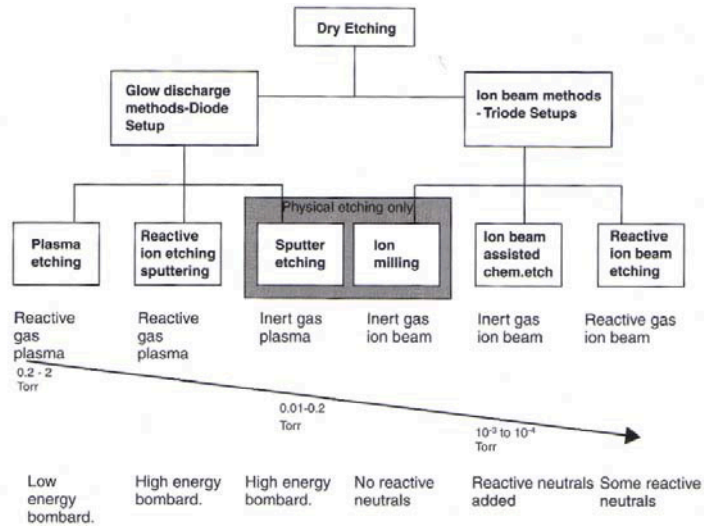


FIG. 1.12: Classification schématique des différents types de gravure sèche en fonction de la pression [5].

Pour le silicium, la gravure la plus utilisée est celle qui combine à la fois les effets chimiques des gaz et l'action de bombardement des ions, bien connu sous le nom de RIE (Reactive Ion Etching) qui permet l'obtention de profils droits comme le montre la figure 1.13 [5, 16, 55, 56].

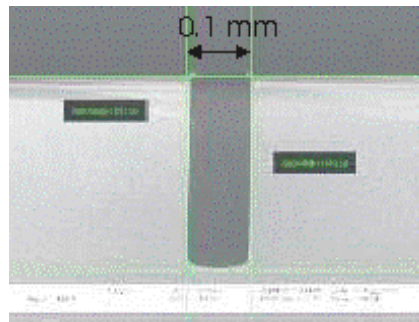


FIG. 1.13: Photo MEB montrant le profil typique d'un trou à l'anisotropie parfaite dans le Si réalisé par RIE [16].

La gravure purement physique est anisotrope à cause du bombardement directionnel des ions, mais est très lente, car la vitesse de gravure du verre borosilicaté par des ions d'argon est de $10^{-1} \mu\text{m}/\text{min}$ pour des ouvertures variant de 15 à 36 μm et, pour le verre silicaté, elle est de $3 \cdot 10^{-2} \mu\text{m}/\text{min}$ pour des ouvertures de 21 à 35 μm [57]. De plus, la sélectivité est très faible, car les ions bombardent aussi bien le substrat que le masque, aussi cette technique rarement utilisée, ne convient pas à la gravure profonde du verre, qui nécessite une grande sélectivité entre le masque et le substrat [5]. La variante qui consiste

à focaliser le faisceau d'ions et appelée "ion milling" est plus efficace, car les ions peuvent être accélérés indépendamment du plasma [58] mais reste trop lente.

La gravure sèche chimique est quant à elle, plutôt isotrope, car la gravure se fait par processus chimique et elle n'est pas appliquée au verre en raison des réactions complexes qui ont alors lieu dans le réacteur [5, 16, 58]. La variante qui consiste à graver chimiquement le substrat hors du plasma et à assister cette gravure par un faisceau d'ions (Chemical Assisted Ion Beam Etching), utilise celui-ci pour activer la surface et éliminer les résidus de la gravure. Cette variante se rapproche de la gravure à la fois physique et chimique, qui est utilisée pour graver le verre silico-vitro-calcique ainsi que le verre borosilicaté [59, 60, 61]. Nous allons donc traiter de la gravure sèche profonde (supérieure à 5 μm de profondeur) par RIE pour les verres d'oxydes.

La gravure sèche physique et chimique

Ce type de gravure sèche combine les effets physiques du bombardement ionique avec l'effet chimique des espèces réactives. De manière générale, les espèces très réactives du plasma (espèces fluorées, chlorées ou fluorocarbonatées) réagissent avec le substrat pour générer des composés volatils, éliminés par pompage, mais aussi, avec soit le masque, soit d'autres éléments issus du substrat, pour créer des composés qui en se déposant sur les flancs du trou assurent leur passivation face à la gravure chimique [16]. Le bombardement ionique, qui est directionnel et n'affecte pas les flancs latéraux, permet d'enlever les éléments de passivation sur le fond du trou tout en préservant l'anisotropie. La composition du mélange gazeux, dont dépend la chimie de la gravure, doit être ajustée de façon à trouver le bon équilibre entre la gravure du substrat et la passivation pour permettre des gravures profondes avec des flancs droits (voir fig. 1.14).

Par exemple, l'utilisation d'un plasma de SF_6 , associé à un masque de nickel de 20 μm d'épaisseur déposé par électroplating sur une couche de chrome-or, permet de graver par RIE dans du verre borosilicaté en 1 h, des trous profonds de 109 μm et larges de 15 μm (voir fig. 1.14 (a)), ce qui correspond à un facteur d'aspect de 7,2 [59]. Alors que l'utilisation d'un plasma $\text{Ar}/(\text{Ar}+\text{SF}_6)$ associé à un masque de chrome, permet l'obtention de canaux profonds de 30 μm et larges de 17 μm , soit un facteur d'aspect de 1,8 (voir fig. 1.14 (b)). On montre ainsi que certains mélanges sont plus efficaces que d'autres [7] et que plusieurs masques sont possibles. Par ailleurs, l'utilisation d'une faible pression, qui favorise le bombardement ionique, accélère la gravure du pyrex en enlevant les produits non volatils issus de la réaction des gaz réactifs avec les atomes d'aluminium et de sodium présents dans le pyrex, mais la vitesse maximale de gravure n'excède pas $6 \cdot 10^{-1}$

$\mu\text{m}/\text{min}$ [59], ce qui comparé à la gravure humide (vitesse de l'ordre de $10 \mu\text{m}/\text{min}$) ou au microsablage est très faible (pour le microsablage la vitesse peut atteindre $1 \text{ mm}/\text{min}$).

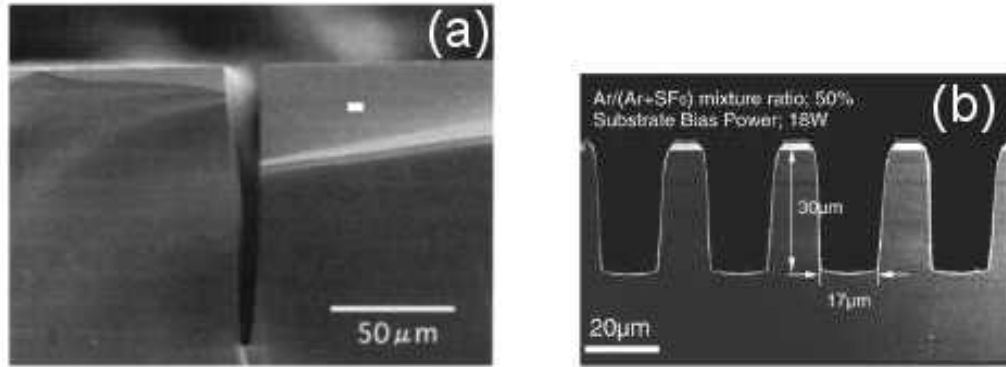


FIG. 1.14: Photos MEB de coupes de canaux profonds larges de respectivement (a) $10 \mu\text{m}$ et (b) $20 \mu\text{m}$ réalisés par RIE dans du Pyrex (a) avec un plasma SF_6 durant 1 h [59] et (b) avec un plasma $\text{Ar}/(\text{Ar} + \text{SF}_6)$ [7].

Dans le cas de la RIE appliquée au verre silico-vitro-calciq, une étude, menée avec des plasmas à base de différents mélanges de réactifs tels que CHF_3/Ar , CF_4/O_2 , et CF_4/Ar avec comme masque une résine photosensible, a montré que la vitesse de gravure est de l'ordre de $6 \cdot 10^{-3} \mu\text{m}/\text{min}$ quel que soit le mélange réactif utilisé et que le bombardement par les ions d'argon favorise la gravure en enlevant les produits non volatils [60]. Le caractère physique de la gravure du "verre à vitre" a été vérifié par une autre étude, montrant que la vitesse de gravure n'est pas très dépendante du mélange réactif (avec un plasma CHF_3/CF_4 ou CHF_3/Ar , la vitesse de gravure est du même ordre de grandeur) [61].

La gravure par RIE des verres d'oxydes est intéressante en raison des trous ou canaux très anisotropes (droits) générés et profonds (facteurs d'aspect importants), ce qui est intéressant pour les microsystèmes [16] mais elle est très lente contrairement à la gravure par microsablage. En effet, la vitesse de gravure maximale pour un verre borosilicaté est de $6 \cdot 10^{-1} \mu\text{m}/\text{min}$ et celle du verre silico-vitro-calciq est encore plus faible, de l'ordre de $6 \cdot 10^{-3} \mu\text{m}/\text{min}$, en raison des nombreux éléments présents dans le verre, qui empêchent des réactions de gravure, alors que pour le microsablage, la vitesse maximale est de l'ordre de $1 \text{ mm}/\text{min}$. Aussi, cette très faible vitesse de gravure constitue un facteur limitant pour cette technique de structuration [11, 60]. D'autre part, la gravure sèche par RIE utilise une technique de masquage complexe, est très coûteuse car elle nécessite de lourdes infrastructures et utilise des gaz toxiques [59, 60, 61] contrairement au microsablage, beaucoup plus simple à mettre en oeuvre, peu coûteux et moins polluant.

1.2.3 Récapitulatif comparatif avec le microsablage

Les techniques non traditionnelles de gravure, comme la gravure sèche et humide, permettent de réaliser des structures de formes variées, contrairement à la plupart des techniques "traditionnelles", grâce à l'utilisation d'un masque, dont le choix et la réalisation ne sont pas aisés. Par ailleurs, ces techniques de gravure utilisent des produits toxiques et dangereux comme des acides concentrés ou des gaz toxiques, ce qui les rend plus dangereuses et difficiles à mettre en oeuvre que le microsablage. Par exemple, la gravure sèche nécessite des infrastructures lourdes et coûteuses pour acheminer et évacuer les gaz toxiques nécessaires à la gravure alors que le microsablage ne nécessite qu'un système d'aspiration pour évacuer les déchets.

D'autre part, ces techniques offrent des vitesses de gravure nettement plus faibles que le microsablage, au maximum de l'ordre de $8 \mu\text{m}/\text{min}$ pour la gravure humide isotrope sur du verre borosilicaté [49, 50], de l'ordre de $0,6 \mu\text{m}/\text{min}$ pour la gravure sèche du verre borosilicaté, contre une vitesse maximale de l'ordre de $1 \text{ mm}/\text{min}$ pour le microsablage. Les structures obtenues avec la gravure humide isotrope ont les facteurs d'aspect les moins élevés puisqu'ils n'excèdent pas 0,5 alors qu'avec la gravure sèche anisotrope, les facteurs d'aspects sont bien plus importants (7,2 [59]) et pour le microsablage, les facteurs d'aspect sont de l'ordre de 1-2.

Le microsablage, bien que n'offrant pas des profils verticaux, comme ceux obtenus par gravure anisotrope, apparaît donc comme une technique alternative intéressante pour créer rapidement, simplement et à moindre frais, des structures à facteur d'aspect supérieur à 1 dans les verres d'oxydes, moyennant une rugosité plus importante. Cette technique tire ses atouts du fait qu'elle allie à la fois la rapidité des techniques "traditionnelles" et la possibilité de réaliser une grande diversité de structures par l'utilisation d'un masque, plus caractéristique des techniques de gravure "non traditionnelles". Afin de mieux connaître cette technique et de montrer ses multiples possibilités, nous allons dresser l'état de l'art du microsablage.

1.3 Etat de l'art de la gravure par microsablage

La technique de microstructuration par microsablage est issue de l'adaptation du sablage, technique "traditionnelle" et ancienne, à la réalisation de microsystèmes [14]. Comme nous l'avons évoqué au début de ce chapitre, le principe utilisé est l'érosion du substrat par des particules dures, auquel est adjoit l'utilisation d'un masque pour

créer les structures [15]. La figure 1.15, présentant le principe du microsablage, montre les trois principaux éléments de cette technique qui sont le substrat, les particules et enfin le masque, qui sélectionne les zones à graver. D'autres paramètres intervenant lors de la gravure par microsablage sont également présents (pression appliquée, distance buse-substrat...). Comme la structuration du verre résulte principalement de l'interaction entre les particules et le substrat, nous allons d'abord étudier cette interaction, en nous intéressant, d'abord, au substrat par l'intermédiaire de l'érosion puis aux particules. Puis comme la microstructuration est due au masque, qui sert à limiter la gravure à certaines zones, nous étudierons comment ce masque a été introduit. Enfin nous présenterons, quelques exemples de structures réalisées par cette technique.

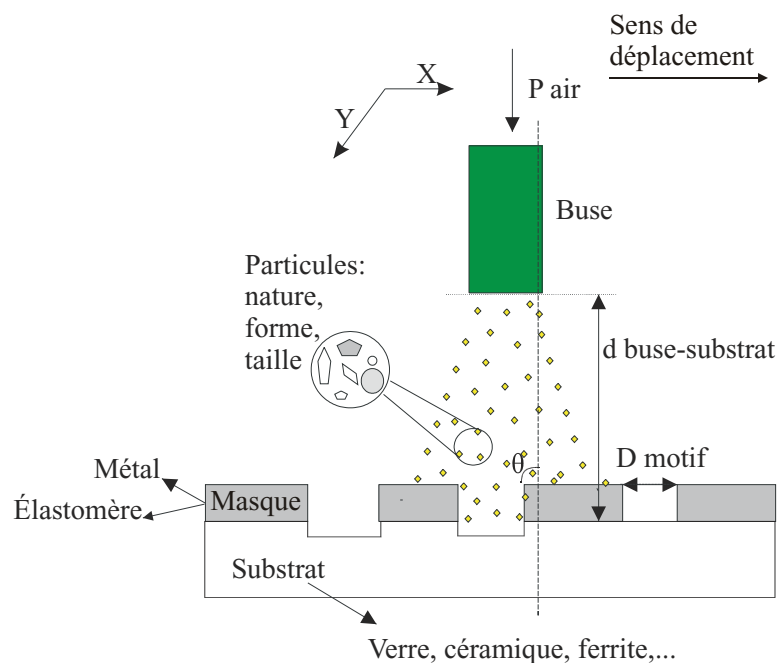


FIG. 1.15: Schéma montrant le principe du sablage et les principaux paramètres.

1.3.1 Etude de l'érosion

Le résultat de la gravure dépend fortement de l'interaction entre les particules incidentes et le substrat : en effet selon la nature du substrat (fragile, ductile, élastique) et des caractéristiques des particules incidentes (nature, forme, énergie, angle d'incidence) la gravure sera plus ou moins importante [62, 63, 64, 65, 15]. L'étude de la réponse d'un matériau face à l'érosion, par l'intermédiaire de l'évolution du taux d'érosion, qui est le rapport entre la masse de substrat perdu et la masse de sable utilisé lors de la gravure, en fonction de l'angle d'incidence du faisceau, dans les mêmes conditions de gravure, permet

de distinguer 2 types de comportements distincts selon la nature du substrat (voir fig. 1.16) :

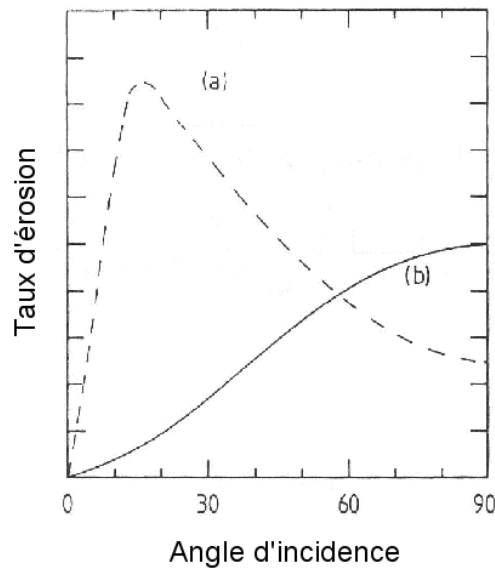


FIG. 1.16: Evolution caractéristique du taux d'érosion (a) d'un métal mou (b) d'une céramique. Pour la céramique, le taux d'érosion maximal est de l'ordre de 10^{-2} g/g alors que pour le métal, il est de $17 \cdot 10^{-4}$ g/g [63].

Le comportement des matériaux ductiles, comme le métal, voir fig. 1.16 (a), qui se caractérise par une forte augmentation du taux d'érosion jusqu'à un angle entre la buse et le substrat de 20° , angle pour lequel il est maximal puis par une chute progressive, pour atteindre une valeur minimale à 90° .

Le comportement des matériaux fragiles comme le verre, voir fig. 1.16 (b), qui est caractérisé par une augmentation progressive du taux d'érosion avec l'augmentation de l'angle d'incidence, jusqu'à atteindre un maximum pour un angle de 90° .

Comme ces deux types de matériaux se comportent très différemment, nous allons les étudier séparément en mettant en évidence leurs caractéristiques.

Erosion d'un matériau ductile et d'un élastomère

La figure 1.16 (a) montre l'évolution caractéristique du taux d'érosion des matériaux ductiles comme les métaux [62, 66, 67, 68]. Toutefois, cette évolution est aussi caractéristique des élastomères mais contrairement aux métaux, la plupart des élastomères ne commencent à être érodés qu'après un certain temps de sablage appelé temps "d'incu-

bation" [65, 69, 70]. Le mécanisme d'érosion des métaux et des élastomères a été étudié par de nombreux auteurs [62, 67, 68] :

Pour les métaux, si les particules incidentes ont une énergie suffisante, le mécanisme d'érosion diffère selon l'angle d'incidence : si l'angle d'incidence est faible (compris entre 0 et 20°), chaque particule en impactant la surface, dérape, crée un cratère et un copeau de matière qui est entraîné par la particule (voir fig. 1.17 (a)). Si l'angle d'incidence est supérieur à 20°, la particule crée un cratère et des débris mais emporte moins de matière (voir fig. 1.17 (b)) [62].

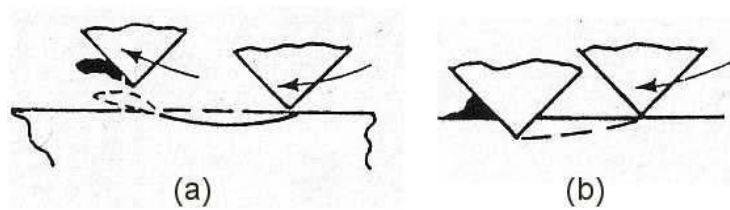


FIG. 1.17: Mécanisme schématisé d'enlèvement de la matière pour un métal (a) pour un angle inférieur à 20° (b) pour un angle supérieur à 20°, d'après [62].

Pour les élastomères, l'érosion sous incidence normale semble principalement due à la fatigue, aux forces de friction causées par le bombardement répété de la surface par les particules [15, 65, 69, 71, 72] et aux trous créés par les impacts lors de la phase d'incubation [73, 74], cependant le mécanisme d'érosion n'est pas encore parfaitement connu. Une étude comparative concernant l'érosion des élastomères a montré que la manière dont l'élastomère se détériore au cours de l'érosion dépend de l'élastomère, détermine les flancs de celui-ci et influence la résistance du masque [75]. Aussi, le choix de l'élastomère est-il primordial.

Erosion d'un matériau fragile

Le mécanisme d'érosion des céramiques et des verres a aussi été abondamment étudié, et il ressort, que selon la forme de la particule (ronde ou anguleuse), les dégâts générés par un impact sont différents. Dans le cas des particules anguleuses, les plus fréquemment utilisées (car plus efficaces du point de vue érosif [75]), les dommages produits par un impact lorsque la particule est suffisamment énergétique sont illustrés par la fig.1.18 : (a) la particule en frappant le substrat crée sous l'impact une zone de déformation irréversible (i), puis tant que la particule exerce un effet sur le substrat, il se crée sous cette zone

déformée, une fissure médiane (b, ii) qui se propage en profondeur (c), puis (d) dès que la particule se retire, la fissure médiane se referme sous la surface mais des fissures radiales (e, iii) s'ouvrent sous l'impact, et s'étendent longitudinalement jusqu'à atteindre la surface de l'échantillon (f, iv) [76]. Ce type d'impact, généré par des particules anguleuses [77], est appelé "impact de type Vickers", car les fissures qui en résultent sont proches de celles qui se créent lorsqu'une pointe de charge et de géométrie définies est apposée sur un substrat pour en mesurer la dureté [12]. Chaque type de fissure a un rôle spécifique dans l'érosion : les fissures radiales perpendiculaires à la surface endommagent le matériau en profondeur, alors que les fissures latérales et médianes, parallèles à la surface de celui-ci, enlèvent de la matière lorsqu'elles rencontrent la surface et assurent ainsi la propagation de l'érosion [78].

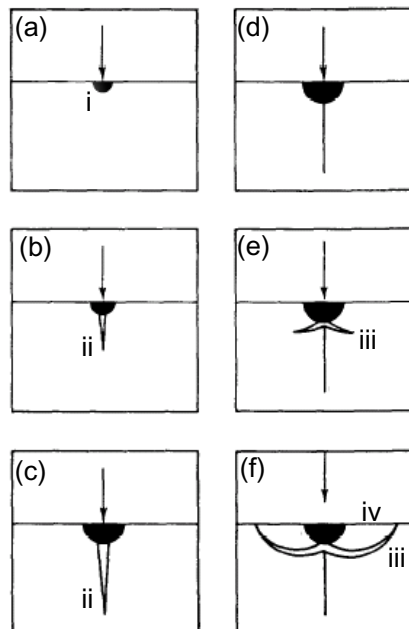


FIG. 1.18: Mécanisme de formation d'un impact et enlèvement de matière avec création successive de (i) : zone plastiquement déformée, (ii) : fissure médiane, (iii) : fissure latérale, (iv) : fissure radiale (d'après [76]).

L'observation de l'évolution d'un trou, obtenu sous incidence normale au cours du temps (voir fig.1.19) montre que la forme de celui-ci évolue : tout d'abord, le trou peut être assimilé à un cône. Puis, il devient de plus en plus profond en acquérant une forme caractéristique en "tétine". Cette évolution a été modélisée avec succès en utilisant un modèle analytique simplifié qui correspond assez bien aux observations expérimentales (voir fig. 1.20). Il a été montré qu'à partir d'un certain facteur d'aspect, la forme du trou est constante et que cette forme, en première approximation, ne dépend pas des conditions de gravure [75]. Pour reconstituer cette forme du trou, il a fallu tenir compte,

dans la simulation de l'effet direct des particules mais aussi de l'effet des particules dites secondaires, c'est-à-dire qui ont rebondi une fois sur les parois de la cavité. Ces particules secondaires ont en général des énergies plus faibles mais contribuent à façonner le trou [75, 79].

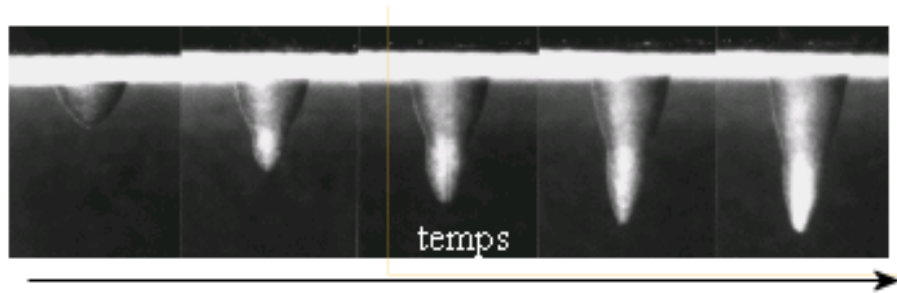


FIG. 1.19: Evolution au cours du temps du profil d'un trou d'environ 1 mm de large, gravé avec des particules d'alumine de diamètre $23 \mu\text{m}$ ayant une vitesse de 200 m/s [75]

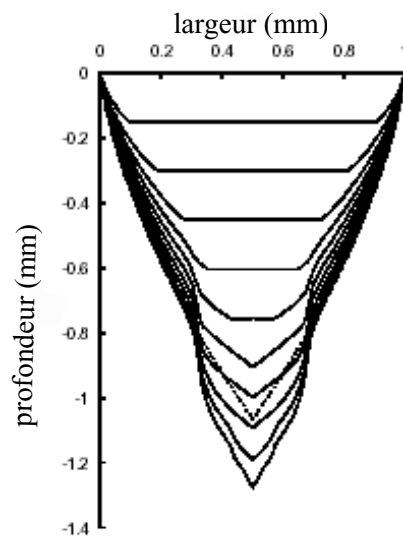


FIG. 1.20: Modélisation de l'évolution d'un trou en fonction du temps d'après [75]. La comparaison avec la figure 1.19 montre une bonne adéquation entre l'expérience et la modélisation.

1.3.2 Caractéristiques des particules

Les particules constituent le deuxième élément de l'interaction particules-substrat et selon leur nature, leur forme et leur énergie, elles déterminent le mécanisme d'érosion d'un matériau fragile [62, 63, 64]. Nous allons détailler ici les principales caractéristiques de ces particules.

Nature, forme et dimension

Les particules doivent être plus dures que le substrat [80], chimiquement inerte afin de ne pas produire de réactions chimiques avec le substrat et les matériaux de la sableuse. La littérature rapporte que les particules les plus utilisées sont des particules d'alumine, de silice et de carbure de silicium, car elles sont plus dures que le verre [63, 75, 81, 82, 84].

La forme des particules et leur dimension sont deux paramètres qui peuvent se définir de nombreuses manières, et pour être établies de manière quantitative, nécessitent l'utilisation de méthodes à base de diffraction par laser ou à base d'analyses d'images prises par un microscope électronique à balayage (MEB) [85, 86]. Toutefois, pour la gravure par sablage, une approche qualitative de la forme des particules suffit : on considère qu'elles sont soit sphériques, soit anguleuses [68]. La figure 1.21, qui présente des photos prises au MEB de différentes particules montre respectivement des particules sphériques comme des billes de verre (a), des particules anguleuses d'alumine (b) et de carbure de tungstène (c) illustrant la diversité des formes possibles pour les particules. On remarque aussi, que des particules anguleuses ont des formes très variées : certaines sont plutôt oblongues, d'autres plus "carrées" et d'autres enfin "pointues" et on observe une certaine distribution dans les dimensions des particules, puisque pour un type de particules d'une dimension moyenne donnée, certaines sont plus grandes que d'autres.

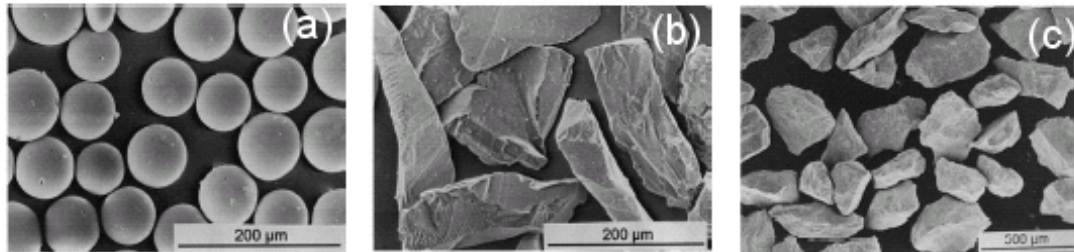


FIG. 1.21: Photos MEB de particules de différentes formes et natures (a) billes de verre (63-106 μm) (b) alumine anguleuse (106-125 μm) (c) carbure de tungstène anguleux (212 μm) [68].

Cette distribution en dimensions des particules, dont les dimensions extrêmes sont fournies par le fabricant, est due à leur mode de production : lors de leur production, les particules sont calibrées à l'aide d'une série de tamis, dont le diamètre des trous définit la distribution en taille des particules. Par exemple, pour des particules anguleuses d'alumine (référence EKF 320), les dimensions des particules sont comprises entre 16,5 μm et 49 μm , et leur dimension moyenne D (qui prend en compte leur distribution dimensionnelle de type gaussienne) est de 29 μm . Comme la distribution en dimensions des particules est de

type gaussienne centrée sur la valeur moyenne, on considère que l'essentiel des particules a une dimension proche de D , aussi désigne-t-on les particules par leur dimension moyenne. Les particules utilisées ne le sont qu'une fois, car après utilisation elles peuvent être cassées ce qui altère la distribution des tailles et donc modifie les conditions de gravure [87].

L'étude du taux d'érosion du verre en fonction de la forme des particules a montré qu'à énergie égale, des particules anguleuses ont un taux d'érosion plus élevé que des particules sphériques [63, 88], ce qui montre que des particules anguleuses sont plus efficaces pour éroder le verre que des particules sphériques et amène l'idée que l'impact sur le substrat est différent selon la forme de la particule. En effet, il a été montré que des particules sphériques créent des impacts générant des fissures de type hertzienne [76] alors que les particules anguleuses génèrent des impacts de type Vickers, décrits précédemment [76, 12, 89].

Energie

L'énergie des particules est un autre élément important, car l'étude du taux d'érosion du verre en fonction de l'angle d'incidence du jet pour des particules de même nature et de même forme, mais d'énergies différentes, montre que le taux d'érosion est maximal à 90° pour les particules les plus énergétiques [63, 88, 79], alors qu'il est maximal à 30° pour les moins énergétiques [63]. Ce changement de comportement du taux d'érosion, en fonction de l'énergie des particules, témoigne d'un changement dans le mode d'érosion [63, 68]. En effet, lorsque le maximum est atteint pour un angle d'incidence de 30° , on peut rapprocher ce mode érosif de celui des matériaux ductiles, pour lequel l'érosion est due aux déformations élastiques et plastiques subies par le matériau, que ce soit avec des particules anguleuses ou sphériques [63, 68]. Alors que, lorsque le maximum est atteint à 90° , le mode érosif dit mode "fragile" est caractéristique des matériaux fragiles, à savoir que l'érosion est due aux fissures provoquées par les impacts des particules [76, 63]. De ce changement brutal de comportement, on peut en déduire qu'il existe une énergie minimale nécessaire pour que l'érosion en "mode fragile" ait lieu. Dans le cas de l'érosion du verre silico-vitro calcique, cette énergie minimale a été déterminée et vaut 25 nJ [79], ce qui implique que l'ensemble des particules doit posséder une énergie égale ou supérieure à cette énergie seuil, car certaines particules peuvent perdre de l'énergie par collisions au sein du jet avant d'atteindre le substrat [90, 91, 92].

L'énergie des particules est essentiellement cinétique et provient de la vitesse qu'elles acquièrent grâce à l'air comprimé qui les expulse de la buse. La vitesse des particules (et donc leur énergie) est ainsi étroitement liée à la pression appliquée, comme le montre

les mesures de vitesse effectuées à de nombreuses reprises [75, 84, 79]. La vitesse des particules augmente avec la pression appliquée [75] mais est également influencée par la distance buse-substrat, qui la fait décroître [84]. A partir de ces mesures de vitesses, on vérifie la relation 1.1, établie dans la littérature [93], entre la vitesse des particules V , la pression appliquée P et la distance buse-substrat d exprimées en unités SI. En effet, le tracé de la vitesse des particules en fonction de $\sqrt{P/d^{0.57}}$ pour plusieurs distances buse-substrat, laisse apparaître des courbes parallèles, qui sont des droites croissantes en fonction de l'abscisse (voir fig. 1.22), ce qui signifie que le coefficient directeur de la droite est le même pour les différentes distances et ainsi on vérifie la proportionnalité entre la vitesse des particules et la pression.

$$V \propto \sqrt{\frac{P}{d^{0.57}}} \quad (1.1)$$

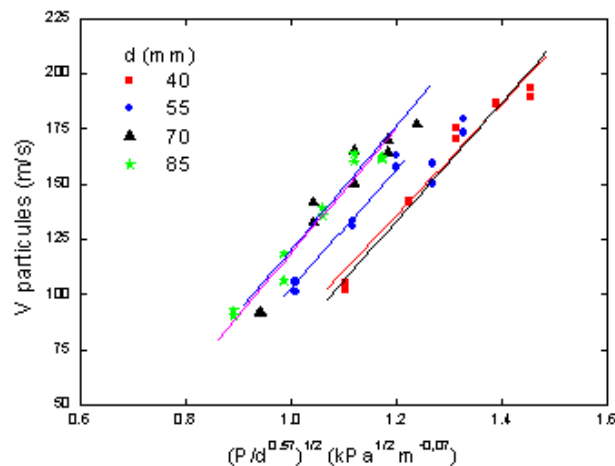


FIG. 1.22: Evolution de la vitesse des particules en fonction de $(P/d^{0.57})^{1/2}$ d'après les mesures de [84].

1.3.3 Introduction d'un masque

La différence notable d'évolution du taux d'érosion en fonction de l'angle d'incidence entre les matériaux ductiles et fragiles est exploitée dans la microstructuration du verre. En effet, pour graver le plus efficacement possible le verre, la buse est placée orthogonalement au verre, position qui correspond, au taux maximal d'érosion maximal du verre et au taux d'érosion minimal d'un matériau ductile. Il est à noter, que selon l'angle d'incidence

choisi les rôles de substrat et de masque peuvent être inversés comme par exemple à 20° . La lecture de la littérature montre que deux types de matériaux sont utilisés pour microstructurer le verre : les métaux [75, 79] et les élastomères [65, 69, 70, 94].

Masque métallique

Le masque métallique est souvent utilisé pour réaliser des structures dans le verre en raison de sa bonne résistance à l'érosion et de son faible taux d'érosion en incidence normale (comme nous l'avons déjà évoqué) [75, 79]. La figure 1.23, qui présente des trous et des canaux réalisés avec des particules de $30\ \mu\text{m}$ et un masque métallique de contact, montre que ce type de masque offre une bonne protection au verre, car la surface du verre protégé est intact. La plupart du temps, les masques métalliques utilisés sont épais (de l'ordre de $0,5\ \text{mm}$), et se posent ou se collent directement sur le substrat, et permettent l'obtention courante de structures avec une résolution de l'ordre de la centaine de microns. Toutefois, un masque métallique fin (épaisseur de $35\ \mu\text{m}$) déposé par électrodéposition dans des zones définies préalablement par photolithographie, a été réalisé [79]. Il utilise à la fois les propriétés photosensibles d'un polymère (pour la structuration du masque) et la résistance du métal pour le microsablage. Ce masque performant permet d'améliorer la résolution du microsablage (résolution de l'ordre de $15\ \mu\text{m}$) étant toutefois complexe à réaliser et à retirer, un autre type de matériau est utilisé, il s'agit des élastomères.

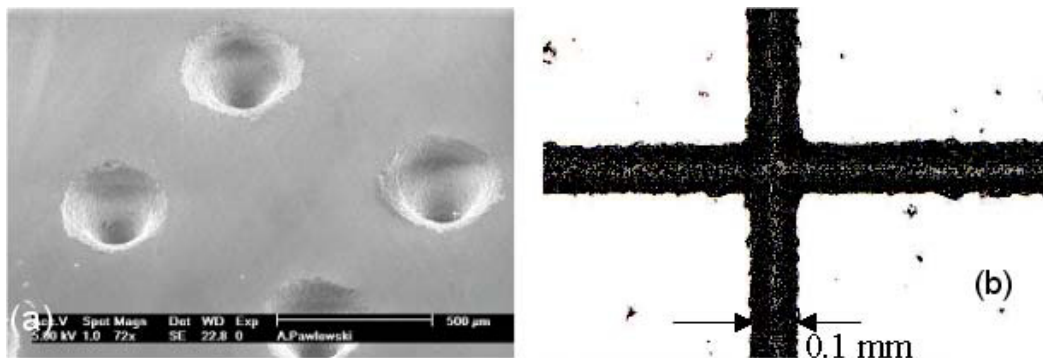


FIG. 1.23: Exemples de (a) trous de $90\ \mu\text{m}$ de diamètre et de (b) canaux de $100\ \mu\text{m}$ de large [84] réalisés par microsablage avec un masque métallique et des particules d'alumine de $30\ \mu\text{m}$ de diamètre.

Masque en élastomère

Les élastomères, dont le taux d'érosion est minimal pour un angle d'incidence du jet sur le substrat de 90° [69] (comme pour les métaux) sont aussi utilisés comme masque. Des

élastomères photosensibles ont été développés, afin de pouvoir être facilement structuré par photolithographie comme par exemple, l'élastomère connu sous le nom d'Ordyl [65]. Un tel masque a permis de réaliser, avec des particules d'alumine de $25\ \mu\text{m}$ de diamètre, des canaux de $83\ \mu\text{m}$ de large et profonds de $15\ \mu\text{m}$ (soit un facteur d'aspect de 0,18) avec un état de surface du substrat protégé intact (voir fig. 1.24 (a)) [94]. Cependant, comme le masque en élastomère se dégrade au cours de la gravure [75], des études visant à améliorer la résistance des élastomères ont été menées, comme par exemple l'incorporation de nanoparticules d'or à un polymère polyuréthane [95] ou l'optimisation de la hauteur du masque [95]. La figure 1.24 (b), présentant une coupe transversale d'un canal de $125\ \mu\text{m}$ de large et profond de $250\ \mu\text{m}$ (soit un facteur d'aspect de 2) réalisé avec un masque en polyuréthane, illustre le fait qu'un élastomère peut devenir un masque performant [70, 95]. D'autre part, l'utilisation de masque en élastomère permet de contrôler la dimension des structures et donc de limiter la sous-gravure, car des canaux présentant un élargissement de $3\ \mu\text{m}$ par rapport au masque de largeur $80\ \mu\text{m}$ ont, par exemple, été réalisés [94].

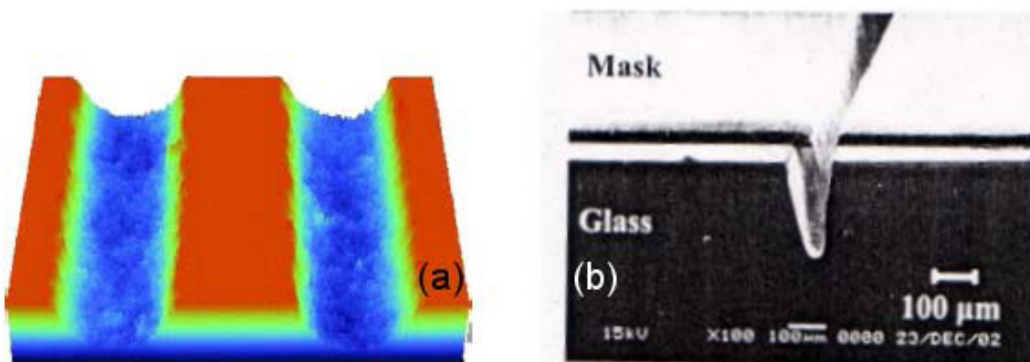


FIG. 1.24: (a) Profils de canaux de $83\ \mu\text{m}$ de large réalisés avec des particules d'alumine de $25\ \mu\text{m}$ de diamètre et un masque en élastomère présentant une ouverture large de $80\ \mu\text{m}$ [94], (b) coupe d'un canal de $125\ \mu\text{m}$ de large réalisé avec des particules de carbure de silicium de $20\ \mu\text{m}$ de diamètre et avec un masque polyuréthane possédant des particules d'or incorporées, et une ouverture large de $110\ \mu\text{m}$ [95].

Le contrôle des conditions de gravure (par exemple le contrôle de la température du masque durant la gravure [95]) participe aussi au contrôle des dimensions de la structure [95].

1.3.4 Exemples de réalisations

Le microsablage sert à la réalisation de multiples structures dans le verre comme par exemple des canaux pour les systèmes fluidiques [6, 84], des pompes, des trous ou des

accéléromètres [84] car le microsablage permet de réaliser des poutres suspendues. En effet, bien que l'angle d'incidence préférentiel pour graver le verre est de 90° , l'utilisation d'un angle d'incidence plus faible, comme par exemple 50° ou 60° , permet de modifier le profil de la structure gravée, comme le montre la figure 1.25 [81, 82], et ainsi d'obtenir des poutres suspendues (voir fig. 1.26) [96], qui peuvent être utilisées dans des capteurs.

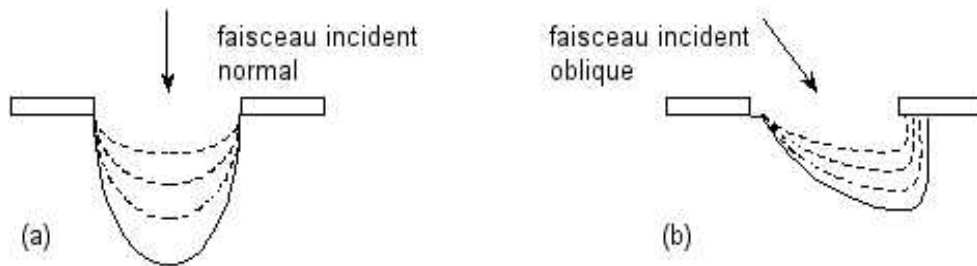


FIG. 1.25: Influence de l'angle d'incidence sur le profil : (a) profil typique en incidence normale, (b) profil modifié par l'utilisation d'un faisceau d'incidence oblique [83, 81].

Cet effet a été modélisé de façon fructueuse en introduisant, comme précédemment, le rôle des particules secondaires [81, 82, 83]. L'utilisation d'un angle d'incidence oblique, permet de créer des structures suspendues sans avoir à utiliser une couche sacrificielle, comme dans les procédés de la technologie silicium [5], ce qui est un avantage technologique important.

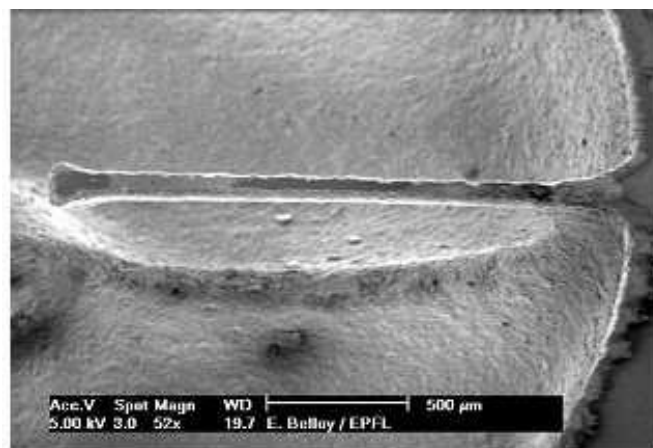


FIG. 1.26: Photo MEB d'une poutre suspendue obtenue par microsablage avec un angle d'incidence de 60° [81, 82].

1.4 Conclusion et but de la thèse

Comme les techniques "traditionnelles" de microstructuration des verres d'oxyde, la technique de microstructuration par sablage est rapide, flexible. Contrairement à ces techniques, la dimension de la structure n'est pas limitée par un outil coupant ou la dimension du jet de particules mais par la dimension des particules et du masque. Cette technique offre l'avantage donc d'être également peu coûteuse et simple à utiliser. La structuration des verres d'oxydes, par la technique de microstructuration est beaucoup plus rapide et moins nocive pour l'environnement que celle effectuée avec les techniques "non traditionnelles". Le point commun de microsablage avec ces techniques "non traditionnelles", est l'utilisation d'un masque pour structurer le verre. L'érosion des différents types de matériaux est bien connu, comme nous l'avons montré dans l'état de l'art, et il en résulte que deux types de matériaux sont utilisés comme masque pour structurer le verre : les métaux et les élastomères. Le masque est un élément important car sa résolution détermine, avec la dimension des particules, la résolution du procédé. Il a été montré que la nature, la forme, et l'énergie des particules influencent l'érosion, et que leur vitesse, qui détermine en grande partie leur énergie cinétique, dépend de la pression appliquée. La gravure du verre en fonction du temps a également été étudié, de nombreuses fois, ce qui a conduit à la modélisation de l'évolution d'une structure simple gravée au cours du temps. L'étude du taux d'érosion du verre a mis en évidence deux modes d'érosion possibles pour le verre selon l'énergie des particules. Si les particules ont une énergie supérieure à une énergie seuil, alors l'érosion est due aux impacts de particules, il s'agit du mode d'érosion "fragile". Si les particules ont une énergie inférieure, alors le mode d'érosion est le mode "ductile", qui est beaucoup moins efficace. Dans le cas du verre, la littérature nous apprend que cette énergie minimale est de 25 nJ.

Il ressort donc que les atouts de la technique de microstructuration par microsablage sont la flexibilité, la rapidité, la simplicité de mise en oeuvre et un coût peu élevé. Il apparaît aussi que l'évolution de la gravure en fonction du temps et l'érosion des différents types de matériaux sont connues. Les facteurs limitant la résolution des structures sont la résolution du masque et la dimension des particules. Il est possible, ainsi de réaliser rapidement des structures avec un facteur d'aspect de l'ordre de 1-2. Toutefois, le microsablage génère des surfaces rugueuses et actuellement la résolution la plus courante est de l'ordre de la centaine de microns.

Comme le but de notre étude est d'améliorer et d'étudier la résolution de la technique de microsablage, nous allons agir aussi bien sur la dimension des particules que sur la résolution du masque. Comme d'après la littérature, la meilleure résolution pour des

structures gravées est de l'ordre de 15-20 μm , notre but est donc d'obtenir une résolution équivalente. Pour ce faire, nous allons essayer de trouver un procédé de masquage qui est à la fois simple à utiliser, peu coûteux, suffisamment résistant et dont la résolution est meilleure que les procédés actuels les plus utilisés.

Nous allons donc après avoir décrit notre montage expérimental et défini tous les paramètres de sablage, caractériser l'érosion du verre sans masque (chapitre 2). Puis après avoir étudié différentes possibilités de masquage, nous allons proposer un nouveau procédé de masquage (chapitre 3). Ensuite nous caractériserons, le nouveau masque puis les structures obtenues. Nous nous intéresserons principalement à l'effet dimensionnel des structures sur la gravure et déterminerons la résolution et limites du procédé (chapitre 4). Enfin nous concluerons puis nous proposerons quelques perspectives à ce travail.

Bibliographie

- [1] M. Datta, Fabrication of an array of precision nozzles by through-mask electrochemical micromachining, *J. Electrochem. Society*, 142, 3801-3805, 1995.
- [2] D. T. Pham, S. S. Dimov, S. Bigot, A. Ivanov, K. Popov, Micro-EDM, recent developments and research issues, *Journal of materials processing technology*, 149, 50-57, 2004.
- [3] B. H. Yan, A. C. Wang, C. Y. Huang, F. Y. Huang, Study of precision micro-holes in borosilicate glass using micro EDM combined with micro ultrasonic vibration machining, *International journal of machine tools and manufacture*, 42, 1105-1112, 2002.
- [4] A. G. Mamalis, A. I. Grabchenko, M. G. Magazeev, N. V. Krukova, J. Prohaszka, N. M. Vaxevanidis, Two-stage electro-discharge machining fabricating superhard cutting tools, *Journal of materials processing technology*, 146, 318-325, 2004.
- [5] M. Madou, *Fundamentals of microfabrication*, CRC Press, 2002.
- [6] D. Solignac, A. Sayah, S. Constantin, R. Freitag, M. A. M. Gijs, Powder blasting for the realization of microchips for bio-analytic applications, *Sensors and Actuators A*, 92, 388-393, 2001.
- [7] T. Ichiki, Y. Sugiyama, R. Taura, T. Koidesawa, Y. Hriike, Plasma applications for biochip technology, *Thin solid films*, 435, 62-68, 2003
- [8] I. Rodriguez, P. Spicar-Mihalic, C. L. Kuyper, G. S. Fiorini, D. T. Chiu, Rapid prototyping of glass microchannels, *Analytica Chimica Acta*, 496, 205-215, 2003.
- [9] J.-S. Lee, D-W Lee, Y.-H. Jung, W.-S. Chung, A study on micro-grooving characteristics of planar lightwave circuit and glass using ultrasonic vibration cutting, *Journal of Materials Processing Technology*, 130-131, 396-400, 2002.
- [10] A. Daridon, V. Fascio, J. Lichtenberg, R. Wütrich, H. Langen, E. Verpoorte, N. F. de Rooij, Multi-layer microfluidic glass chips for microanalytical applications, *Fresenius J. Anal. Chem.*, 371, 261-269, 2001.

-
- [11] J. Phalippou, Verres : aspects théoriques, Techniques de l'ingénieur, AF 3600, 2001.
- [12] J. Phalippou, Verres propriétés et applications, Techniques de l'Ingénieur, AF 3601, 2001.
- [13] V. K. Parashar, M.A.M. Gijs, Microstructuring of glass, cours pour le Fondation Suisse de Recherche en Microtechnique, 2003.
- [14] A. Raykowski, M. Hader, B. Maragno, J.K. Spelt, Blast cleaning of gas turbine components : deposit removal and substrate deformation, *Wear*, 249, 127-132, 2001.
- [15] G. W. Stachowia, A. W. Batchelor, Engineering tribology, Butterworth Heinemann, USA, 2nd edition 2001
- [16] M. de Labachellerie, Techniques de fabrication des microsystemes 2, Edition Hermes-Lavoisier, Paris, France, 2004.
- [17] R. E. Glardon, I. Finnie, Some observations on the wear of single point diamond tools used for machining glass, *Journal of Materials Science*, 16, 1776-1784, 1981.
- [18] K. Bier, G. Linder, D. Seidel, K. Schubert, *Mechanische Mikrotechnik*, KfK Nachrichten, 2-3, 165-173, 1991.
- [19] T. A. Ameel, R. O. Warrington, R. S. Wegeng, M. K. Drost, Miniaturization technologies applied to energy systems, *Energy Convers. Mgmt.*, 38, 969-982, 1997.
- [20] S. Fujita, J. Shibata, Behavior of various cracks caused in the machining of glass with a diamond cone, *International journal of the japan society for precision engineering*, 27 (2), 138-139, 1993.
- [21] T. Shirakashi., T. Obikawa, Feasibility of gentle mode machining of brittle materials and its condition, *Journal of materials processing technology* 138, 522-526, 2003.
- [22] M. Komaraiah, P. Narasimha Reddy, A study on the influence of workpiece properties in ultrasonic machining , *Int. J. Mach. Tools Manufacture*, 33 (3), 495-505, 1993.
- [23] X.-Q.- Sun, T. Masuzawa, M. Fujino, Micro ultrasonic machining, *Sensors and Actuators a Physical*, 57, 159-164, 1996.
- [24] C. T. Yang, S. S. Ho, B. H. Yan, Micro hole machining of borosilicate glass through electrochemical discharge machining, *Key Eng. Mat.*, 196, 149-166, 2001.
- [25] V. Fascio, Etude de la microstructuration du verre par étincelage assisté par attaque chimique : une approche électrochimique, thèse n° 2691, EPFL, 2002.
- [26] V. Fascio, R. Wüthrich, H. Bleuler, Spark assisted engraving in the light of electrochemistry, *Electrochimica Acta*, 49, 3997-4003, 2004.
- [27] V. Fascio, H. H. Langen, H. Bleuler, Ch. Comninellis, Investigations of the spark assisted chemical engraving, *Electrochemistry Communications*, 5, 203-207, 2003.

- [28] K. Fujisaki, R. Wüthrich, Ph. Couty, L.A. Hof, H. Bleuler, SACE in microfactory, International Workshop on Microfactories (IWMF) 2004, Shanghai, 2004.
- [29] A. A. Tseng, Y.-T. Chen, K.-J. Ma, Fabrication of high-aspect-ratio microstructures using excimer laser, *Optics and Lasers in Engineering*, 41, 827-847, 2004.
- [30] G. Chryssolouris, *Laser machining, theory and practice*, Springer Verlag, New-York, 1991.
- [31] G.A. Shafeev, E. D : Obratsova, S. M. Pimenov, Laser-assisted etching of diamonds in air and in liquid media, *Appl. Phys. A*, 65, 29-32, 1997
- [32] R. Böhme, A. Braun, K. Zimmer, Backside etching of UV-transparent materials at the interface to liquids, *Applied Surface Science*, 186, 276-281, 2002.
- [33] X. Ding, Y. Kawaguchi, T. Sato, A. Narazaki, R. Kurosaki, H. Niino, Micron- and submicron-sized surface patterning of silica glass by LIBWE method, *J : Photochemistry and photobiology A : Chemistry*, 166, 129-133, 2004.
- [34] Y. Hanada, K. Sugioka, Y. Gomi, H. Yamaoka, O. Otsuki, I. Miyamoto, K. Midorikawa, Development of practical system for laser-induced plasma assisted ablation (LIPAA) for micromachining of glass materials, *Applied Physics A*, 79, 1001-1003, 2004.
- [35] K. Sugioka, K. Obata, M. H. Hong, D. J. Wu, L. L. Wong, Y. F. Lu, T. C. Chong, K. Midorikawa, Hybrid laser processing for microfabrication of glass, *Appl. Phys. A*, 77, 251-257, 2003.
- [36] J. Zhang, K. Sugioka, K. Midorikawa, High-quality and high-efficiency machining of glass materials by laser-induced plasma-assisted ablation using conventional nanosecond UV, visible, and infrared lasers, *Appl. Phys. A*, 69, S 879-S882, 1999.
- [37] Communication personnelle de Patrick Hoffmann
- [38] E. Vanagas, J. Kawai, D. Tuzhilin, I. Kudryashov, A. Mizuyama, K. G. Nakamura, K.-I. Kondo, S.-ya Koshihara, M. Takesada, K. Matsuda, S. Juodkazis, V. Jarutis, S. Matsuo, H. Misawa, Glass cutting by femtosecond pulsed irradiation, *J. Microlith. Microfab. Microsyst.*, 3 (2), 358-363, 2004.
- [39] A. Ben-Yakar, R. L. Byer, A. Harkin, J. Ashmore, H. A. Stone, M. Shen, E. Mazur, Morphology of femtosecond-laser-ablated borosilicate glass surfaces, *Applied physics letters*, 83, 3030-3032, 2003.
- [40] J. Meijer, Laser beam machining (LBM), State of the art and new opportunities, *J. Mat. Proc. Technol.*, 149, 2-17, 2004.
- [41] C. Chang, T. Abe, M. Esashi, Glass etching assisted by femtosecond pulse modification, *Sensors and Materials*, 15 (3), 137-145, 2003.

- [42] D. S. Miller, Micromachining with abrasive waterjets, *Journal of Materials Processing Technology*, 149, 37-42, 2004.
- [43] Z. W. Zhong, Z. Z. Han, Turning of glass with abrasive waterjet, *Materials and Manufacturing Processes*, 17(3), 339-349, 2002.
- [44] G.A.C.M. Spierings, Review Wet chemical etching of silicate glasses in hydrofluoric acid based solutions, *Journal of Materials Science* 28, 6262-6273, 1993.
- [45] D. J. Monk, D. S. Soane, R. T. Howe, A review of the chemical reaction mechanism and kinetics for hydrofluoric acid etching of silicon dioxide for surface micromachining applications, *Thin solid films*, 232, 1-12, 1993.
- [46] W. Kern, Wet-Chemical Etching of SiO₂ and PSG films, and an etching-induced defect in glass passivated integrated circuits, *RCA Review*, 47, 1986.
- [47] D. A. Zeze, D. Wood, B. L. Weiss, S.R.P. Silva, Controlling the aspect ratio of pyrex during wet chemical etching, *Proc. of Micromechanics Europe Workshop, MME04*, 5-7 sept. 2004.
- [48] D. C. S. Bien, P. V. Rainey, S. J. N. Mitchell, H. S. Gamble, Characterization of masking materials for deep glass micromachining, *J. of Micromechanics and Micro-engineering*, 13, S34-S40, 2003.
- [49] M. Bu, T. Melvin, G. J. Ensell, J. S. Wilkinson, A. G. R. Evans, A new masking technology for deep glass etching and its microfluidic application, *Sensors and Actuators A*, 115, 476-482, 2004.
- [50] C.-H. Lin, G.-B. Lee, Y.-H. Lin, G.L. Chang, A fast prototyping process for fabrication of microfluidic systems on soda lime glass, *J. Micromech. Microeng.* 11, 726-732, 2001.
- [51] T. Diepold, E. Obermeier, Smoothing of ultrasonically drilled holes in borosilicate glass by wet chemical etching, *J. Micromech. Microeng.*, 6, 29-32, 1996.
- [52] T. Corman, P. Enoksson, G. Stemme, Deep wet etching of borosilicate glass using an anodically bonded silicon substrate as mask, *J. Micromech. Microeng.* , 8, 84-87, 1998.
- [53] Zachariasen, The atomic arrangement in glass, *Jour. of Am. Chem. Society*, 54, 3841-3851, 1932.
- [54] Goldschmidt, *Geochemische Verteilungsgesetze der Elemente VIII*, Vid. Akad. Skr. Oslo, No 8, 137, 1926.
- [55] J. K. Bhardwadj, H. Ashraf, *Proc. SPIE*, 2639, 224, 1995.
- [56] C. Hibert, S. Aachboun, M. Boufnichel, P. Ranson, *J. Vac. Sci. Technol.A*, 19, 2001.

- [57] A. P. Mello, M. A. Bari, P. J. Prendergast, A comparison of excimer laser etching and dry etching process for surface fabrication of biomaterials, *Journal of Materials Processing Technology*, 124, 284-292, 2002.
- [58] M. Köhler, *Etching in microsystem technology*, Ed. WILEY-VCH, Germany, 1999.
- [59] X. Li, T. Abe, M. Esashi, Deep reactive ion etching of Pyrex glass using SF₆ plasma, *Sensors and Actuators A*, 87, 139-145, 2001.
- [60] S. Ronggui, G. C. Righini, Characterization of reactive ion etching of glass and its applications in integrated optics, *J. Vac. Technol. A*, 9, 2709-2712, 1991.
- [61] P. W. Leech, Reactive ion etching of quartz and silica-based glasses in CF₄/CHF₃ plasmas, *Vacuum*, 55, 191-196, 1999.
- [62] I. Finnie, Some reflections on the past and future of erosion, *Wear*, 186-187, 1-10, 1995.
- [63] I. M. Hutchings, Transitions, treshold effects and erosion maps, *Key Engineering Materials*, 71, 75-92, 1992.
- [64] G. L. Sheldon, I. Finnie, On the ductile behavior of nominally brittle materials during erosive cutting, *Trans. ASME B (J. Eng. for Industry)*, 88B, 387-392, 1966.
- [65] P. J. Slikkerveer, M.H.A. van Dongen, F.J. Touwslager, Erosion of elastomeric protective coatings, *Wear* 236, 189-198, 1999.
- [66] A. Yabuki, M. Matsumura, Theoretical equation of the critical impact velocity in solid particles impact erosion, *Wear*, 233-235, 476-483, 1999.
- [67] I. M. Hutchings, R. E. Winter, Particle erosion of ductile metals : a mechanism of material removal, *Wear*, 121-126, 1973.
- [68] Z. Feng, A. Ball, The erosion of four materials using seven erodents towards an understanding, *Wear*, 233-235, 674-684, 1999.
- [69] N.-M. Barkoula, J. Karger-Kocsis, Review processes and influencing parameters of the solid particle erosion of polymers and their composites, *Journal of Materials Science* 37, 3807-3820, 2002.
- [70] J. Li, I. M. Hutchings, Resistance of cast polyurethane elastomers to solid particle erosion, *Wear*, 135, 293-303, 1990.
- [71] J. C. Arnold, I. M. Hutchings, Erosive wear of rubber by solid particles at normal incidence, *Wear*, 161, 213-221, 1993
- [72] P. H. Shipway, N. K. Ngao, Microscale abrasive wear of polymeric materials, *Wear*, 255, 742-750, 2003.

-
- [73] J. C. Arnold, I. M. Hutchings, Erosive wear of rubber by solide particles at normal incidence, *Wear*, 161, 213-221, 1993.
- [74] J. C. Arnold, I. M. Hutchings, A model for the erosive wear of rubber at oblique impact angles, *J. Phys. D : Appl. Phys.*, 25, A222-A229, 1992.
- [75] P. J. Slikkerveer, Mechanical etching of glass by powder blasting, Thèse, 1999.
- [76] B. Lawn, Fracture of brittle solids, Cambridge University Press, 2nd edition, 1993.
- [77] I. M. Hutchings, Mechanisms of wear in powder technology : a review, *Powder Technology*, 76, 3-13, 1993.
- [78] J. T. Hagan, M. V. Swain, the origin of median and lateral cracks around plastic indents in brittle materials, *J. Phys. D : Appl. Phys.*, 11, 2091-2102, 1978.
- [79] H. Wensink, Fabrication of microstructures by powder blasting, Thèse, Université de Twente, NL, 2002.
- [80] S. Wada, Effects of hardness and fracture toughness of target materials and impact particles on erosion of ceramic materials, *Key Engineering Materials*, 71, 51-74, 1992.
- [81] E. Belloy, A. Sayah, M. A. M. Gijs, Oblique powder blasting for three-dimensional micromachining of brittle materials, *Sensors and Actuators A*, 92, 358-363, 2001.
- [82] A.-G. Pawlowski, E. Belloy, A. Sayah, M. A. M. Gijs, Powder blasting patterning technology for microfabrication of complex suspended structures in glass, *Microelectronic Engineering*, 67-68, 557-565, 2003.
- [83] E. Belloy, A. Sayah, M. A. M. Gijs, Powder blasting for three-dimensional microstructuring of glass, *Sensors and Actuators A*, 86, 231-237, 2000.
- [84] E. Belloy, S. Thurre, E. Walkiers, A. Sayah, M. A. M. Gijs, The introduction of powder blasting for sensor and microsystem applications, *Sensors and Actuators*, 84, 330-337, 2000.
- [85] R. Xu, O. A. Di Guida, Comparison of sizing small particles using different technologies, *Powder Technology*, 132, 145-153, 2003.
- [86] M. N. Pons, H. Vivier, K. Belaroui, B. Bernard-Michel, F. Cordier, D. Oulhana, J. A. Dodds, Particle morphology : from visualisation to measurement, *Powder Technology*, 103, 44-57, 1999.
- [87] A. J. Sparks, I. M. Hutchings, Effects of erodent recycling in solid particle erosion testing, *Wear*, 162-164, 139-147, 1993.
- [88] P. J. Slikkerveer, P. C. P. Bouten, F. H. in't Veld, H. Scholten, Erosion and damage by sharp particles, *Wear*, 217, 237-250, 1998.

-
- [89] G. S. Glaesemann, K. Jakus, J. E. Ritter, Strength variability of indented soda lime glass, *J. Am. Ceram. Soc.*, 70, 441-444, 1987.
- [90] P. H. Shipway, I.M. Hutchings, A method for optimizing the particle flux in erosion testing with a gas-blast apparatus, *Wear*, 174, 169-175, 1994.
- [91] K. Anand, S. K. Hovis, H. Conrad, R. O. Scattergood, Flux effects in solid particle erosion, *Wear*, 118, 243-257, 1987.
- [92] F. H. in't Veld, P. J. Slikkerveer, Towards prediction of flux effects in powder blasting nozzles, *Wear*, 215, 131-136, 1998.
- [93] A. N. J. Stevenson, I. M. Hutchings, Scaling laws for particle velocity in the gas-blast erosion test, *Wear*, 181-183, 56-62, 1995.
- [94] D.-S. Park, M-W. Cho, H. Lee, W.-S. Cho, Micro-grooving of glass using micro-abrasive jet machining, *J. Mat.Process. Technology*, 146, 234-240, 2004.
- [95] H. Yagyu, K. Sugano, S. Hayashi, O. Tabata, Rapid prototyping of glass chip with micropowder blasting using nano-particles dispersed polymer, *Proceedings MEMS 2004 Maastricht*, 697-700, 2004.
- [96] E. Belloy, A.-G. Pawlowski, A. Sayah, M. A. M. Gijs, Microfabrication of high-aspect ratio and complex monolithic structures in glass, *J. Microelectromechanical Systems*, 11, 521-527, 2002.

Chapitre 2

Dispositif expérimental et caractérisation du sablage

Nous allons, dans ce chapitre, présenter le montage expérimental et définir les différents paramètres expérimentaux. Comme ces paramètres sont nombreux, nous allons donc fixer certains de ces paramètres pour obtenir des conditions de gravure plus reproductibles. Nous allons notamment fixer la distance buse-substrat ou l'angle d'incidence, et choisir les particules et le mode de travail. Une fois les conditions expérimentales définies, nous allons étudier et caractériser l'interaction particules substrat en fonction des différents paramètres expérimentaux, comme par exemple la pression appliquée ou le temps de gravure.

2.1 Description du montage expérimental

Le montage expérimental, permettant la mise en oeuvre du microsablage comporte une machine de sablage appelée "sableuse" (voir fig. 2.1 A), une balance de précision (voir fig. 2.1 B), une chambre de sablage (voir fig 2.1 C), un système de moteurs permettant le balayage de la surface de l'échantillon par la buse (voir fig. 2.1D) et un tuyau d'évacuation (voir fig. 2.1 E), relié à un aspirateur industriel.



FIG. 2.1: Montage expérimental utilisé : A sableuse Comco, B balance Mettler, C chambre de sablage, D moteurs reliés à la buse, E tuyau de l'aspirateur.

2.1.1 La "sableuse"

La sableuse peut se décomposer en deux parties : une partie hors de la chambre de sablage qui est la machine en elle-même et une partie, située dans la chambre de sablage, qui est la buse et envoie le sable sous pression. La machine, permettant de créer le jet de sable, est un appareil à jet d'air-particules (Air Jet Machining) de type Microblaster MB1002 de la marque Comco (voir fig. 2.1 A), qui fonctionne avec des pressions comprises entre 60 kPa et 600 kPa (augmentation possible par pas de 40 kPa). Cette pression est délivrée par un système d'air comprimé externe relié à la sableuse, pouvant délivrer jusqu'à 700 kPa de pression. La sableuse comprend un manomètre pour réguler la pression appliquée, deux réservoirs indépendants d'une capacité de 300 g de sable, ce qui permet de travailler avec des particules différentes sans contamination, un système permettant de régler la quantité de sable sortant du réservoir, que l'on maintient fixe dans notre cas, et plusieurs interrupteurs permettant de choisir le réservoir, de mettre la sableuse sous tension et de démarrer et d'arrêter le sablage. Lorsqu'on met la sableuse sous tension et pression, l'air comprimé, dont la pression est réglée avec le manomètre, est envoyé dans le réservoir ce qui assure l'étanchéité de celui-ci. Grâce à un cycle de pressurisations-dépressurisations du réservoir (60 fois par minute environ) [1, 2], le sable sort du réservoir par un orifice suffisamment large pour assurer un écoulement régulier du sable (ici le

diamètre est de 1 mm), et est mélangé à l'air comprimé [1, 2]. L'ensemble particules-air sous pression arrive ensuite, par des tuyaux souples, jusqu'à la chambre de sablage, dans laquelle il est éjecté par une buse. Cette buse cylindrique, réalisée en carbure de tungstène possède un diamètre de 1 mm et permet d'éjecter les particules sous forme d'un jet divergent. La sableuse est, par ailleurs, posée sur une balance de précision, Mettler Toledo SB3 2001, permettant de connaître à tout moment la masse de celle-ci (voir fig. 2.1 B). L'intérêt de cette pesée en temps réel, est de mesurer la quantité de sable utilisée lors du microsablage : le suivi informatique de la décroissance de la masse de la sableuse, due à la sortie du sable du réservoir, permet de déduire la quantité de sable qui a servi au microsablage.

2.1.2 La "chambre de sablage"

La "chambre de sablage" en plexiglas, matériau facile à travailler et résistant au sablage, a été conçue afin de limiter la contamination par le sable (voir fig. 2.1 C) lors de la gravure. Elle est elle-même dans une autre enceinte afin de protéger l'utilisateur de l'inhalation des poussières en cas de fuite de sable importante. A l'intérieur de cette chambre de sablage, se trouvent deux supports métalliques : la "table de sablage" fixée sur le fond de la chambre et le support de la buse, fixé sur le couvercle mobile de la chambre. La "table de sablage" comprend quatre pieds fixes et un plateau coulissant sur des rails afin de positionner facilement l'échantillon. Le support de la buse, comprend un arc de cercle, qui possède des fixations pour la buse régulièrement espacées de 15° ce qui permet de modifier l'angle d'incidence de 90° à 40° . Cet arc, fixé sur une tige métallique, peut coulisser afin d'ajuster la distance la buse-substrat, qui varie de 5 mm à 40 mm.

Le support en arc de cercle, supportant la buse, est relié à deux moteurs linéaires indépendants par l'intermédiaire d'une tige métallique (voir fig. 2.1 D), ce qui permet à la buse de se déplacer. Ces deux moteurs, dont la vitesse est ajustée par la tension appliquée à leurs bornes respectives à l'aide d'une source de tension, permettent par un système de translation mécanique, de déplacer la buse simultanément selon deux directions perpendiculaires dans le plan, assurant ainsi le balayage en "zig-zag" (voir fig. 2.2) d'une surface rectangulaire. Comme l'aller et le retour de chaque moteur est assuré par des cales mécaniques placées sur chaque axe, la surface balayée est délimitée par la distance intercales de chaque axe. Dans notre système, la surface rectangulaire (Surf_{tot}) maximale que l'on peut balayer est de 36 cm^2 , soit 76 mm sur l'axe X et 48 mm sur l'axe Y. Ces deux moteurs entraînant la buse, nous permettent de travailler en mode soit statique, soit dynamique soit semi-dynamique. Lorsque la buse est maintenue immobile au-dessus du

substrat, il s'agit du mode statique, lorsqu'elle se déplace selon un axe, du mode semi-dynamique et lorsque la buse balaie la surface délimitée par les cales, il s'agit du mode dynamique.

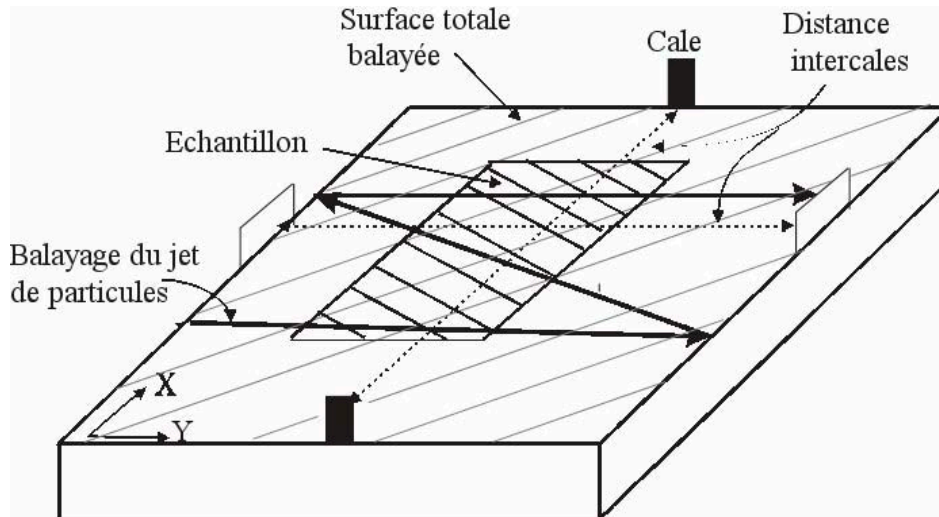


FIG. 2.2: Illustration schématique de la "table de balayage" : le jet de particules balaie une vaste surface de la table (zone hachurée) au centre de laquelle se situe l'échantillon (zone aux hachures superposées).

2.1.3 Préparation, sablage et étude de l'échantillon

L'échantillon se présente dans notre cas, sous deux formes : il s'agit soit d'une plaque de matériau non structuré pour caractériser la gavage (verre, PDMS,...) soit d'un substrat (verre) recouvert d'un masque lui-même structuré. Compte tenu de la géométrie du plateau, il est possible de placer plusieurs échantillons (suffisamment petits) les uns en dessous des autres afin de travailler sur une série.

L'échantillon est placé et fixé sur le plateau coulissant de la table de sablage, qui peut être retiré et remis facilement dans la chambre de sablage, la distance buse-substrat ainsi que l'angle de la buse (qui le plus souvent de 90°) sont vérifiés et ajustés, puis la chambre est fermée et grâce à l'aspiration, qui règne dans la chambre, il se crée une légère dépression assurant la fermeture "étanche" et efficace de la chambre. Les paramètres de sablage une fois fixés (particules, pression appliquée, ...), le sablage est enclenché et la masse de la sableuse est suivie durant toute l'expérience. Comme lors du sablage, de nombreux paramètres interviennent sur l'érosion, il est nécessaire d'en fixer certains en effectuant des choix, que nous discuterons par la suite (choix des particules, du substrat par exemple) pour pouvoir, ensuite, étudier l'érosion en fonction d'autres paramètres tels que la pression appliquée ou le temps de gravure.

Une fois que l'échantillon, ou les échantillons, sont gravés, le plateau est retiré de la chambre de sablage et les échantillons, après nettoyage peuvent être examinés. Lorsque l'échantillon est une plaque non structurée, son étude servira à caractériser la gravure aussi s'intéressera-t-on essentiellement au taux d'érosion. Lorsque l'échantillon comporte des structures, alors les structures seront observées afin de connaître leurs caractéristiques.

Détermination du taux d'érosion

Pour pouvoir déterminer le taux d'érosion E_r , défini comme la masse de substrat enlevée (m_v) divisée par la masse de sable réellement utilisée pour l'érosion de l'échantillon ($m_{sab,utile}$) (voir éq. 2.1), il faut pouvoir mesurer ces deux quantités de manière reproductible et avec suffisamment de précision.

$$E_r = \frac{m_v}{m_{sab,utile}} \quad (2.1)$$

La masse de substrat (m_v) perdue durant le sablage est déterminée par la pesée de l'échantillon, avec une balance de précision AB104 (Mettler Toledo) permettant de détecter une variation de masse du milligramme, avant gravure (m_0) et après une gravure d'une durée t (m_t) (voir éq. 2.2).

$$m_v = m_t - m_0 \quad (2.2)$$

La quantité de sable réellement utilisée pour l'érosion de l'échantillon ($m_{sab,utile}$) est déduite de la quantité de sable totale utilisée lors de l'expérience. En effet, selon le mode d'utilisation de la machine (mode statique ou en balayage) la masse de sable réellement utilisée pour l'érosion peut être différente de la masse totale. C'est le cas notamment, lorsque la surface de l'échantillon balayé est plus petite que la surface totale balayée (voir fig. 2.2). La masse totale de sable peut être mesurée de deux manières différentes :

Soit par lecture directe sur la balance de l'ensemble sableuse-sable avant et après l'expérience, en attribuant la variation à la perte de sable. Mais du fait des nombreuses perturbations lors du démarrage ou de l'arrêt du sablage, cette mesure est assez imprécise.

Soit par exploitation de la courbe montrant la diminution linéaire de la masse en fonction du temps (voir fig. 2.3). En effet, la balance étant reliée à un ordinateur, la masse de l'ensemble sableuse-sable mesurée à chaque instant est enregistrée. En considérant que la perte de masse correspond à la masse de sable totale utilisée, la détermination de la pente de cette droite correspond au débit de particules et est noté ψ (il s'agit de la masse de sable perdue par unité de temps). Cette mesure est plus fiable que la mesure par lecture directe, cependant du fait des chocs des translateurs sur les cales mécaniques,

la mesure de la masse de sable utilisée est perturbée. Aussi l'ensemble balance-sableuse a été mis sur un tapis de mousse absorbeur de vibrations et la distance-intercales selon l'axe X a été maintenue constante et maximale pour que la durée de la perturbation liée au choc soit faible devant le temps de sablage. On peut ainsi, après avoir enlevé les points correspondant aux "perturbations" (démarrage ou arrêt du sablage, chocs des translateurs) et linéarisé la courbe (voir fig. 2.3), en déduire le coefficient directeur qui correspond au débit de sable ψ , qui dans notre exemple vaut 167 mg/s (voir fig.2.3). La masse de sable totale utilisée lors de l'expérience est alors égale au produit du débit par le temps de gravure.

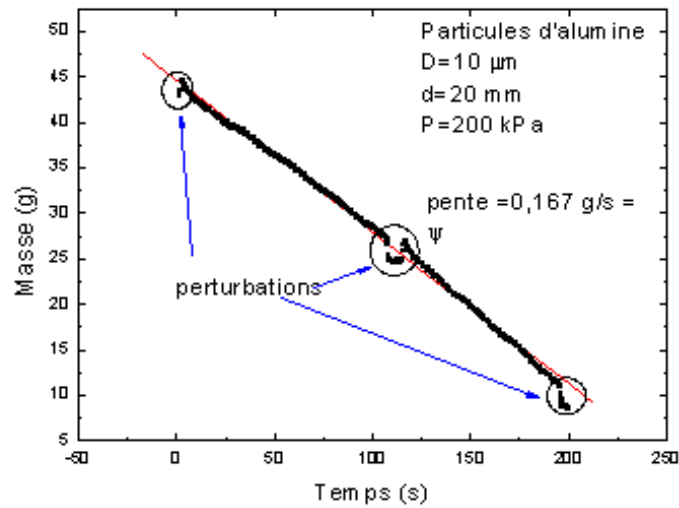


FIG. 2.3: Mesure de la masse de sable en fonction du temps puis détermination du débit de sable ψ par linéarisation de la courbe.

Dans le cas du balayage en mode dynamique, la masse de sable réellement utilisée pour éroder l'échantillon, $m_{sab,utile}$, s'évalue selon l'équation 2.3, en connaissant la surface de l'échantillon gravée ($Surf_{utile}$) et en supposant que le sable se répartit de façon homogène sur toute la surface.

$$m_{sab,utile} = \frac{\psi * n * t_u * Surf_{utile}}{Surf_{tot}} \quad (2.3)$$

On peut ainsi utiliser cette mesure pour calculer le taux d'érosion (voir éq. 2.4).

$$E_r = \frac{m_v * Surf_{tot}}{\psi * n * t_u * Surf_{utile}} \quad (2.4)$$

Etude des structures

Les échantillons possédant des structures, sont observés au microscope optique, puis au microscope électronique à balayage (MEB), avec le masque encore présent et ensuite sans masque. Les échantillons sont ensuite coupés afin de pouvoir observer le profil des structures soit directement au MEB, soit après polissage, au microscope optique. Le profil des structures les plus importantes (de l'ordre de 200 μm) peut être déterminé à l'aide d'un interféromètre optique, qui utilise un laser pour déterminer le profil (GFM) [3].

2.2 Les particules

Les particules sont une composante importante du microsablage au même titre que le substrat, car l'interaction entre ces deux éléments détermine l'érosion. Il est donc nécessaire, d'étudier l'influence des particules sur l'érosion afin de pouvoir les choisir de telle sorte que l'érosion (étudiée par l'intermédiaire du taux d'érosion) soit maximale. D'autre part, le jet de particules a été étudié, afin de caractériser le flux de particules.

2.2.1 Choix des particules

Comme nous l'avons évoqué dans le chapitre précédent, les particules, de part leurs caractéristiques, ont un rôle important dans l'interaction particules substrat [4, 5, 6]. Nous avons choisi d'utiliser des particules d'alumine, matériau plus dur que le verre et souvent utilisé en microsablage d'après la littérature [7, 8, 9]. Nous avons également privilégié les particules anguleuses, car des études ont montré leur grande efficacité sur l'érosion, ainsi qu'un angle d'incidence du jet de particules par rapport au substrat de 90 °.

Par ailleurs, nous souhaitons diminuer la dimension des structures réalisées, ce qui implique une diminution de la dimension des particules. Mais, comme la littérature nous apprend, que l'érosion n'a lieu en mode fragile que, lorsque les particules ont une énergie supérieure à une énergie seuil, nous devons évaluer l'énergie des particules en fonction de leur dimension et de leur vitesse. Pour évaluer l'impact de la dimension des particules et conserver au microsablage sa mise en oeuvre facile et peu coûteuse, nous décidons de travailler avec des particules d'alumine de deux dimensions différentes. Nous allons donc, d'abord déterminer les dimensions minimales des particules en fonction de leur vitesse, puis nous allons ensuite vérifier notre choix.

Détermination de la dimension minimale des particules

Pour choisir des particules ayant une énergie au moins égale à l'énergie minimale, on calcule la dimension minimale D_{min} nécessaire, en approximant les particules à des particules sphériques et en supposant que le diamètre minimal \varnothing_{min} est égal à la dimension minimale, $D_{min}=\varnothing_{min}$. Le diamètre minimal est calculé en considérant que le volume d'une particule ϑ est égal à celui d'une sphère (voir éq.2.5) et que l'énergie cinétique d'une particule E_c est égale à l'énergie minimale E_{min} (voir éq. 2.6) ce qui aboutit à l'éq.2.7 en unités S. I.

$$\vartheta = \frac{4}{3}\pi \left(\frac{\varnothing}{2}\right)^3 \quad (2.5)$$

$$E_c = E_{min} \quad (2.6)$$

$$\varnothing_{min} = \sqrt[3]{\frac{12E_{min}}{V^2\rho\pi}} \quad (2.7)$$

Sachant que E_{min} vaut 25 nJ [9] et que l'écoulement d'air sortant de la buse est subsonique [10], on calcule le diamètre minimal \varnothing_{min} pour des particules de différentes natures et animées de différentes vitesses (la vitesse maximale est celle du son soit 346 m/s) puis on reporte les résultats sur la figure 2.4.

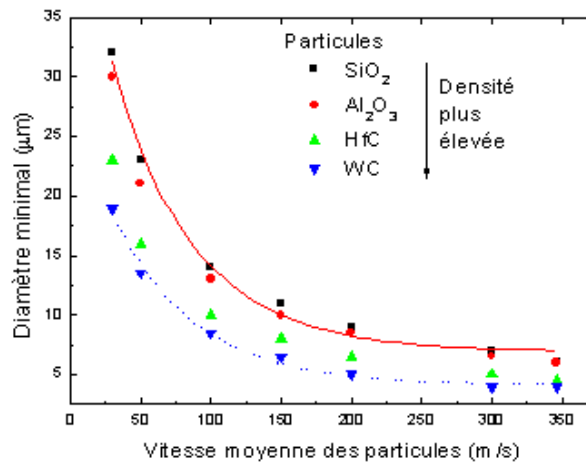


FIG. 2.4: Evolution du diamètre minimal, nécessaire aux particules pour être suffisamment énergétiques, en fonction de la vitesse moyenne des particules, calculé pour des particules de diverses natures.

Il apparaît que pour un type de particule, le diamètre minimal diminue très fortement avec la vitesse des particules avant de se stabiliser à partir d'une certaine vitesse. Quelle que soit la densité de la particule, le diamètre minimal varie de la même façon, mais la densité influence la valeur de \varnothing_{min} car, plus la densité est importante et plus \varnothing_{min} est petit. Cependant, la différence entre les diamètres minimaux de matériaux de densités extrêmes vaut 23 μm à 30 m/s et 2 μm à 346 m/s, ce qui montre que la densité influence plus le diamètre minimal pour des faibles vitesses. La faible différence de dimensions aux vitesses plus élevées, peut s'expliquer par la stabilisation progressive de la vitesse à la vitesse du son [11, 9].

Cette courbe permet également de connaître, dans le cas d'une distribution de dimensions de particules, les vitesses extrêmes nécessaires à cette distribution. Par exemple, pour des particules d'alumine ayant des dimensions variant de 10 à 30 μm , les vitesses minimales nécessaires, pour que l'érosion ait lieu en mode fragile, sont respectivement de 150 m/s et de 40 m/s. Bien que cette courbe ait été obtenue en considérant des particules sphériques, et que le volume d'une particule anguleuse ne corresponde pas à celui d'une particule sphérique, on utilise ce résultat pour des particules anguleuses en assimilant le diamètre à la dimension la plus grande de la particule. On peut ainsi, estimer la dimension moyenne d'une distribution de particules pour que l'énergie de la majorité des particules soit suffisante pour éroder le verre en mode fragile. Par exemple, pour une distribution de particules variant de 20 à 50 μm avec une dimension moyenne de 35 μm , si la vitesse est d'au moins 75 m/s, alors toutes les particules auront une vitesse suffisante pour éroder le verre en mode fragile (voir fig.2.4).

En considérant les offres de particules présentes sur le marché, le danger que représente pour la santé des particules trop petites (de dimension inférieure à la dizaine de micromètres), la courbe de la fig.2.4, et les informations fournies par la littérature, nous décidons d'utiliser, d'une part des particules d'alumine de dimension 30 μm , avec lesquelles des études ont déjà été effectuées et d'autre part, des particules de 10 μm , afin d'augmenter la résolution du microsablage et de mieux connaître l'impact de la dimension des particules sur l'érosion.

Les particules de 30 μm

Les particules d'alumine de dimension moyenne 30 μm (référence EKF 320 avec une distribution de dimensions de 17 à 49 μm) ne nécessitent, pour les particules les plus petites, qu'une vitesse de 90 m/s pour éroder le verre en mode fragile d'après la fig. 2.4. La mesure de la vitesse moyenne des particules, effectuée à de nombreuses reprises [8, 11],

montre que pour une pression de 100 kPa et une distance buse-substrat de 85 mm celle-ci est de 90 m/s (voir fig. 2.5), ce qui correspond à la vitesse minimale. Les particules d'une dimension d'au moins $17 \mu\text{m}$ auront donc assez d'énergie pour éroder le verre. Cependant comme le jet de particules est turbulent [10, 12], les particules peuvent perdre de l'énergie par collisions [13, 14, 15, 16], si bien que toutes les particules ne seront pas efficaces. Il est donc souhaitable d'avoir une vitesse moyenne des particules supérieure à cette vitesse minimale, ce qui est obtenu soit en augmentant la pression appliquée, soit en diminuant la distance buse-substrat (voir fig. 2.5). Par exemple, en se plaçant à une distance buse-substrat de 40 mm et en appliquant une pression de 200 kPa, la vitesse mesurée est de 170 m/s, ce qui est 1,6 fois supérieure à la vitesse minimale de 90 m/s. Dans ces conditions, on s'assure que la majorité des particules possède l'énergie minimale suffisante (de 25 nJ [9]).

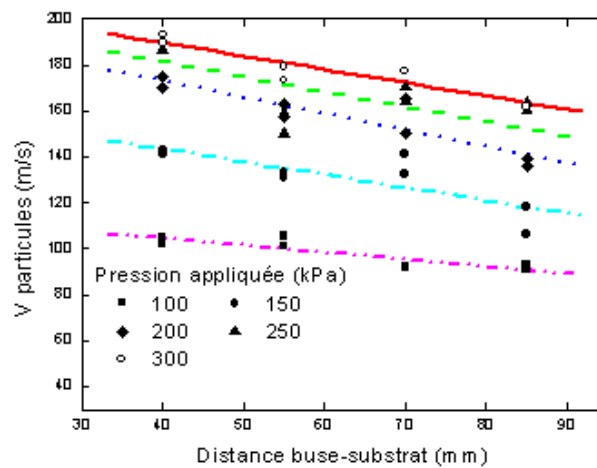


FIG. 2.5: Evolution de la vitesse des particules de dimension $30 \mu\text{m}$ en fonction de la distance buse-substrat pour différentes pressions d'après [11].

Dans notre montage expérimental, la distance buse-substrat maximale étant de 40 mm, la distance buse-substrat de travail est donc plus petite, ce qui augmente la vitesse des particules et assure que la majorité des particules possède l'énergie minimale. Des observations expérimentales de cavités profondes, réalisées en peu de temps, avec une distance buse-substrat inférieure à 40 mm, confirment que l'érosion a lieu en mode fragile.

Particules de 10 μm

Les particules d'alumine de dimension moyenne 10 μm (référence EKF 600, avec une distribution de dimensions de 3 à 19 μm) nécessitent, d'après la figure 2.4, une vitesse de 150 m/s pour éroder le verre selon le mode fragile alors que les plus petites particules de la distribution, nécessitent une vitesse minimale de 350 m/s. La vitesse de particules de dimension moyenne 9 μm a été mesurée pour une pression de 200 kPa, et vaut environ 180 m/s [9], ce qui est supérieur à la vitesse minimale de 150 m/s, aussi les particules d'une taille supérieure à 9 μm posséderont suffisamment d'énergie pour éroder le verre efficacement.

Afin de vérifier qu'avec notre dispositif ces particules ont une énergie supérieure à l'énergie seuil, nous avons étudié le taux d'érosion du verre, pour plusieurs pressions, en fonction de l'angle d'incidence. Les résultats de la figure 2.6, montrent que le taux d'érosion est croissant avec l'angle d'incidence, et atteint un maximum pour un angle de 90° pour les pressions respectives de 120 kPa, 200 kPa et 300 kPa. Cette allure, qui est caractéristique de l'érosion en "mode fragile" des matériaux fragiles, est similaire à celle de la figure de l'état de l'art, ce qui confirme, le fait que l'érosion a lieu dans le mode fragile pour cette gamme de pressions [4, 5, 8, 9].

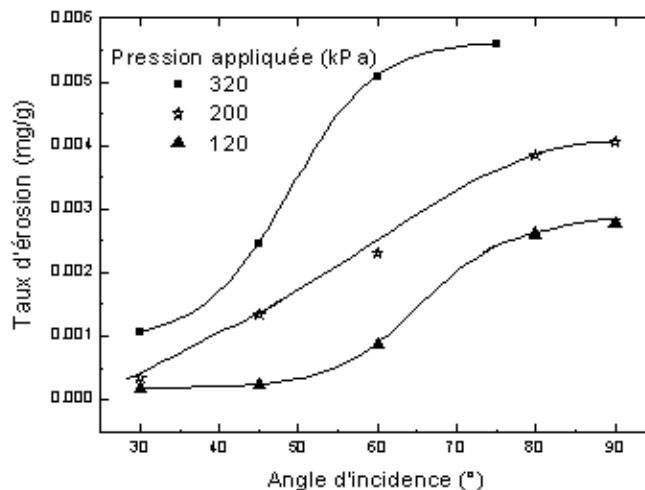


FIG. 2.6: Evolution du taux d'érosion du verre en fonction de l'angle d'incidence pour des particules de 10 μm ($P=200$ kPa, $D=10$ μm , $d=20$ mm).

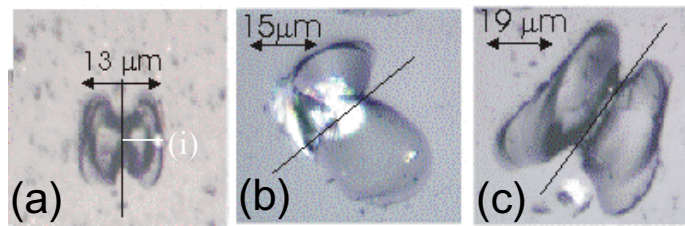


FIG. 2.7: Photos optiques d'impacts de particules de respectivement (a) $10\ \mu\text{m}$ à $200\ \text{kPa}$, (b) $30\ \mu\text{m}$ à $200\ \text{kPa}$ et (c) $30\ \mu\text{m}$ à $280\ \text{kPa}$ ($d=20\ \text{mm}$).

L'observation d'impacts réalisés à $200\ \text{kPa}$ avec respectivement des particules de $10\ \mu\text{m}$ et $30\ \mu\text{m}$ (voir fig. 2.7) confirme que pour ces deux dimensions de particules, le mécanisme de gravure est le même car la forme de l'impact est la même (la non symétrie de l'impact peut être attribuée au fait que la particule est arrivée sur le substrat avec un angle d'incidence du fait de l'éloignement de l'impact par rapport à l'axe du jet). La figure 2.7 (c), présentant un impact réalisé avec une particule de $30\ \mu\text{m}$ à $280\ \text{kPa}$, bien symétrique par rapport à l'axe de la fissure radiale et identique aux impacts précédents (fig. 2.7 (a,b)), confirme que pour ces deux pressions, le mécanisme de gravure est le même. Cette forme d'impact avec deux lobes, de part et d'autre d'un axe de symétrie correspondant au plan de la fissure radiale, est caractéristique de l'enlèvement de la matière par les fissures latérales et radiales dans le mode d'érosion fragile (voir chapitre 1, fig. 1.16). La figure 2.8 présente des particules anguleuses de dimension moyenne $30\ \mu\text{m}$ (a) et $10\ \mu\text{m}$ (b) avec lesquelles nous choisissons de travailler et donne ainsi un aperçu de la distribution en dimensions et en formes de ces particules. Ces observations montrent que les particules de dimension $10\ \mu\text{m}$, ont une énergie supérieure à l'énergie seuil pour des pressions supérieures à $120\ \text{kPa}$ et que le mécanisme de gravure est le mode d'érosion fragile comme dans le cas des particules de dimension $30\ \mu\text{m}$.

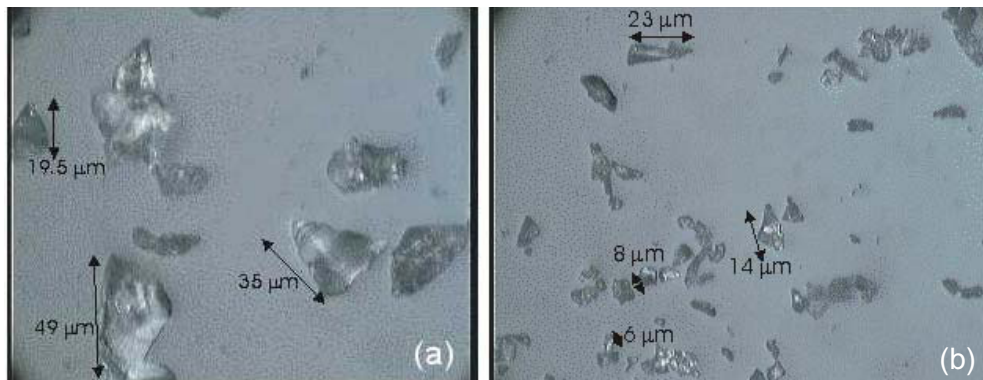


FIG. 2.8: Photographie optique de particules d'alumine (Al_2O_3) utilisées (a) de dimension moyenne $30\ \mu\text{m}$, (EKF 320) (b) et de dimension moyenne $10\ \mu\text{m}$ (EKF 600).

2.2.2 Caractérisation du jet de particules

Etude du jet de particules

L'étude du jet de particules, réalisée par de nombreux auteurs montre que celui-ci est complexe, en raison de sa composition en deux phases : le fluide et les particules. L'écoulement du fluide est, selon la littérature turbulent, lorsqu'il sort de la buse et ce qui fait que sa vitesse d'écoulement n'est alors plus homogène. Les particules, nombreuses et de dimensions différentes, sont entraînées par le fluide qui leur confère leur vitesse. L'effet observable d'un tel jet de particules sur le substrat, est une tache érodée circulaire, dont le profil, mesuré au profilomètre optique utilisant un laser (GFM), a une forme proche de celle d'une gaussienne (voir fig.2.9).

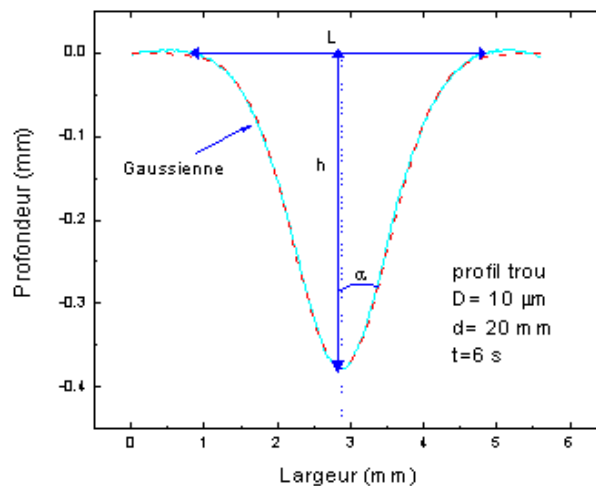


FIG. 2.9: Profil d'un trou en statique effectué avec des particules de $10 \mu\text{m}$, L est sa largeur au niveau du verre, h sa profondeur et il est approximé par une gaussienne.

Ce profil peut être bien approximé, par une fonction gaussienne ayant dans cet exemple, un écart type de $0,6 \text{ mm}$, une surface totale de $0,59 \text{ mm}^2$ et un volume de révolution gaussienne de $0,90 \text{ mm}^3$. Ce profil représente la distribution de la profondeur selon un axe (ici l'axe des X) pour un trou réalisé en statique, et traduit le fait que le jet érosif est plus efficace au centre que sur les bords, mais il ne peut pas être assimilé au profil du jet. En effet, comme nous l'avons dit, en raison de la turbulence du jet [10, 12, 13] et de la distribution de dimensions des particules, il se crée beaucoup d'effets perturbateurs au sein du jet (collisions par exemple), ce qui rend l'étude et la modélisation du jet complexe. Cette

forme de trou gravé, nous montre que la gravure en mode statique n'est pas homogène, on en conclut que le choix du mode de travail est important dans l'étude de la gravure, pour pouvoir comparer les résultats.

Etude du flux

Le flux est un élément important du sablage, puisqu'il détermine la quantité de sable érosif utilisé mais c'est aussi un paramètre critique : en effet, le flux varie d'une expérience à l'autre, et parfois considérablement. Une observation plus attentive du phénomène, nous fait prendre conscience que la quantité de sable initialement présente dans le réservoir ainsi que le taux d'humidité du sable ont une influence sur le flux. Aussi, pour minimiser ces variations, nous avons d'une part, installé un dessiccateur d'air et d'autre part, nous avons décidé de travailler avec un réservoir contenant avant chaque expérience, la même quantité de sable et de le remplir très régulièrement. Les mesures du flux de particules réalisées en adoptant ces mesures (voir fig. 2.10), montrent que le flux subit des variations importantes au cours d'une longue période (environ 1 an), puisqu'il varie de 0,12 g/s à 0,25 g/s, ce qui représente une moyenne de 0,185 g/s.

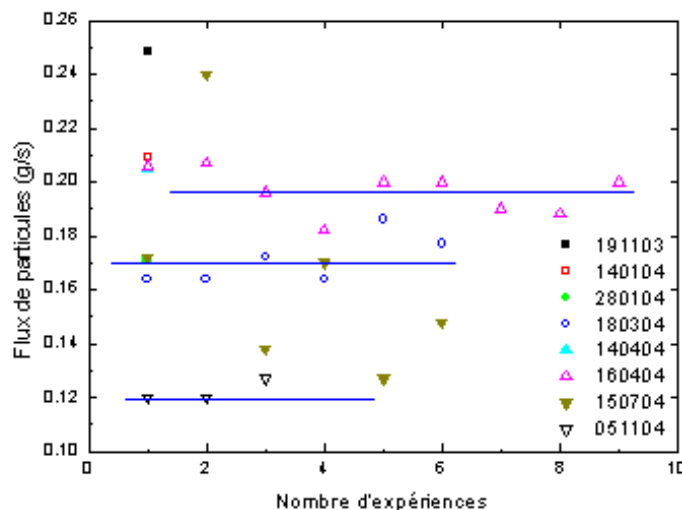


FIG. 2.10: Mesures de flux réalisées à différentes dates sur une période de 1 an.

Mais au cours d'une journée, le flux mesuré lors de chaque expérience est relativement stable, puisque par exemple le 16/04/04 celui-ci a varié de 0,188 g/s à 0,207 g/s, et

la moyenne se situe à 0,196 g/s. Cette stabilité se confirme sur un ou deux jours (le 14/04/04 le flux est du même de grandeur, voir fig. 2.10). On en conclut, que ces mesures sont efficaces pour maintenir une certaine stabilité au flux et que la réalisation de séries d'expériences, réalisées en un court délai, permet d'obtenir des conditions de gravure reproductibles et donc des échantillons comparables. Les variations de flux observées sont inhérentes au procédé et peuvent être attribuées à la forte sensibilité du sable à l'humidité de l'air malgré le dessiccateur, et, au fait que, le sable, lorsqu'il est mis sous pression, a tendance à se compacter et à former des structures internes de type voutes qui modifient la mesure de sa masse par la balance, aussi le sable est-il réhomogénéisé régulièrement par action mécanique (mélange).

Afin d'obtenir des conditions de gravure les plus reproductibles possibles et donc des résultats comparables, nous décidons de travailler en mode dynamique, afin que chaque partie de l'échantillon balayé reçoivent la même quantité de sable et soit balayé par la partie central du jet, qui est la plus efficace. Nous discuterons par la suite des paramètres de balayage choisis, afin de garantir la plus grande homogénéité de sablage avec notre montage.

Influence de la distance buse-substrat

Lorsque l'on grave un substrat de façon statique, la zone érodée apparaît circulaire, avec une zone centrale, correspondant, à la zone la plus profondément gravée (voir fig.2.9) [17]. Grâce à la détermination du profil de chaque trou, on peut mesurer le diamètre du jet au niveau du verre (sur la fig. 2.9, elle est notée L), et tracer ensuite l'évolution de ce diamètre en fonction de la distance buse-substrat (voir fig. 2.11). Il apparaît que, pour les deux dimensions de particules testées, le diamètre du trou augmente avec la distance buse-substrat et égale le diamètre de la buse pour une distance nulle. On remarque que jusqu'à 5 mm, le diamètre des trous générés par les deux dimensions de particules est le même puis qu'ensuite, la différence s'accroît car pour une distance de 10 mm, les diamètres sont de respectivement 4 et 5 mm pour des particules de respectivement 10 μm et 30 μm , alors que pour une distance de 30 mm, le diamètre vaut respectivement 7 et 10 mm. Comme les positions stables de la buse correspondent à des distances de 15 mm à 30 mm, on choisit donc une distance de 20 mm, ce qui correspond à un diamètre d'impact de respectivement 6 mm et de 8 mm pour des particules de 10 μm et 30 μm . Ces mesures sont confirmées par la mesure de la largeur de canaux obtenus sans masque en mode de balayage unidimensionnel (c'est -à-dire en déplaçant la buse selon une seule direction). Ce diamètre d'impact est suffisant pour assurer, lors de l'utilisation en mode

dynamique une gravure suffisamment homogène de la surface comme nous le verrons par la suite.

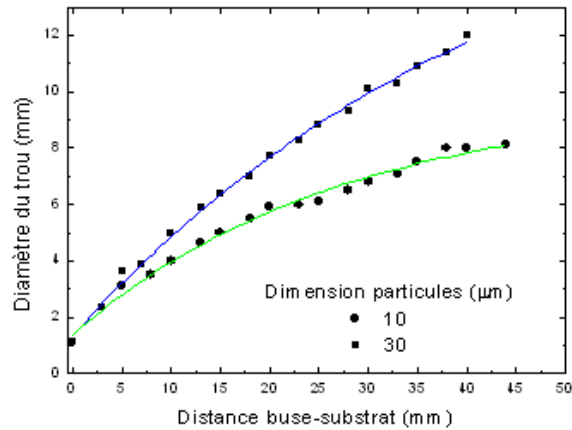


FIG. 2.11: Evolution du diamètre du jet au niveau du verre en fonction de la distance buse-substrat avec deux dimensions de particules.

2.3 Le substrat

Le substrat choisi est le verre d'oxyde de type silico-vitro-calciq ue ou "float glass" en raison de ces nombreux atouts évoqués précédemment pour la microtechnique, cependant, le verre que l'on utilise revêt deux formes : il se présente soit sous forme de lamelles de microscope rectangulaires d'épaisseur 1 mm (Menzel-Glaser), soit il se présente sous forme de wafers de 10 cm de diamètre et épais de 550 µm (Guinchard, Yverdon-les-Bains, Suisse), forme qui nous permet de travailler dans des conditions proches de celles correspondant à la réalisation des microsystèmes. Comme ces deux substrats ont des compositions chimiques et une densité légèrement différentes (voir tableau 2.1), nous avons étudié leur taux d'érosion pour nous assurer de leur similarité. Nous avons donc gravé, dans les mêmes conditions (voir fig. 2.12), des wafers de verre épais de 0,5 mm et des lamelles de verre épaisses de 1 mm et l'étude de leur taux d'érosion respectif en fonction de la pression appliquée, montre que pour les deux substrats, l'évolution du taux d'érosion en fonction de la pression est similaire et que les valeurs sont très proches. Les différences observées peuvent être attribuées plus à la fluctuation du flux de particules (phénomène inhérent au procédé) qu'à la très légère différence de composition. On en déduit que ces deux verres, de compositions similaires, ont le même taux d'érosion et se comportent de la même façon face au sablage.

Composition	Wafer de "verre à vitre"	Lamelles de microscope
SiO ₂	70.8 %	72.2 %
Na ₂ O	13.9 %	14.3 %
CaO	8.4 %	6.4 %
MgO	4.4 %	4.3 %
Al ₂ O ₃	1.5 %	1.2 %
K ₂ O	0.4 %	1.2 %
SO ₃	0.3 %	0.30 %
Fe ₂ O ₃	0.08 %	0.03 %
densité (10 ³ kg/m ³)	2.49 ± 0.01	2.47 ± 0.01
épaisseur (mm)	0.55	1

TAB. 2.1: Compositions et caractéristiques des verres utilisés

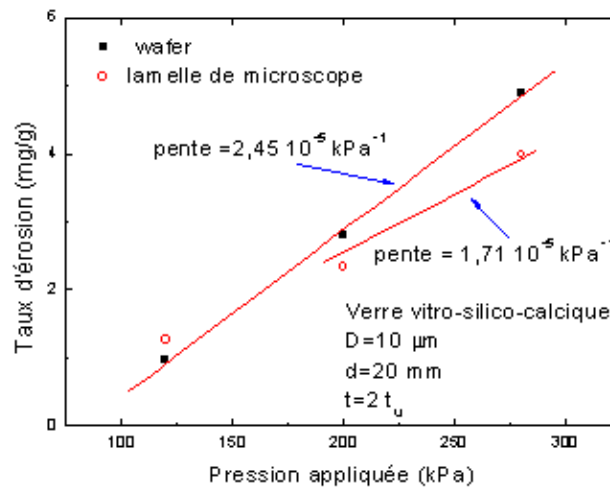


FIG. 2.12: Evolution du taux d'érosion en fonction de la pression appliquée d'une lamelle de microscope et d'un wafer de verre.

2.4 Caractérisation de l'érosion du verre

Après avoir choisi les particules, le substrat, déterminé la distance buse-substrat et décidé de travailler avec un jet de particules perpendiculaire au substrat, nous pouvons

étudier l'évolution de l'érosion en fonction des autres paramètres comme la pression et le temps de gravure. Cependant, il nous reste encore à déterminer quel mode de travail nous allons adopter. Nous allons donc, discuter du choix du mode de travail, puis nous étudierons le taux d'érosion en fonction de la pression appliquée et du temps de gravure.

2.4.1 Choix du mode de travail

Comme nous l'avons déjà évoqué, notre montage expérimental nous permet de travailler en mode statique, semi-dynamique ou dynamique.

Le mode statique

Le mode statique consiste, à laisser la buse fixe au-dessus de la zone à sabler, mais du fait des propriétés du jet de particules (forme, distributions de vitesses et de dimensions,...) le trou produit peut s'approcher par une gaussienne comme nous l'avons vu précédemment [8]. L'efficacité du jet est donc plus importante au centre et la profondeur gravée y est aussi plus importante. Il en résulte qu'en statique, le centrage de la buse par rapport au motif est très important car, lorsque le substrat est masqué, le masque peut être fortement érodé et dégradé et la structure endommagée, en cas de mauvais centrage, ce qui rend l'utilisation en statique assez délicate. L'existence de cette zone centrale plus érosive du centre du jet cause une inhomogénéité de gravure qui s'accroît avec le temps comme le montre la modélisation de l'évolution d'un trou en fonction du temps de gravure, car la gravure est due à l'effet des particules primaires mais aussi à l'effet des particules secondaires (issues des rebonds sur les parois), ce qui complexifie l'étude [8]. En plus de ce phénomène, comme le flux de sable varie au cours du temps, il est alors très difficile de comparer le résultat de différentes gravures effectuées en statique. Pour s'affranchir de la zone centrale plus érosive, du centrage du jet et limiter l'effet des fluctuations du débit sur la gravure, nous décidons de travailler en mode dynamique, car en balayant une grande surface, le jet érode d'une manière plus uniforme la surface du substrat et la quantité de sable utilisée est la même sur toute la surface.

Les modes semi-dynamique et dynamique

Influence de la vitesse de balayage En mode semi-dynamique ou dynamique, la buse balaie selon le cas soit une ligne soit une surface. Nous avons mesuré le taux d'érosion du verre dans ces deux modes en utilisant 4 couples de vitesses de balayage : la vitesse

selon X valant soit 0,41 mm/s ce qui correspond à la vitesse minimale possible pour notre moteur, soit 0,83 mm/s qui correspond à la vitesse précédant la vitesse minimale (il s'agit de la tension alimentant le moteur juste au-dessus de la tension minimale nécessaire). La vitesse selon Y valant soit 0 mm/s ce qui correspond au balayage d'une ligne, soit 16 mm/s qui est la vitesse maximale du moteur.

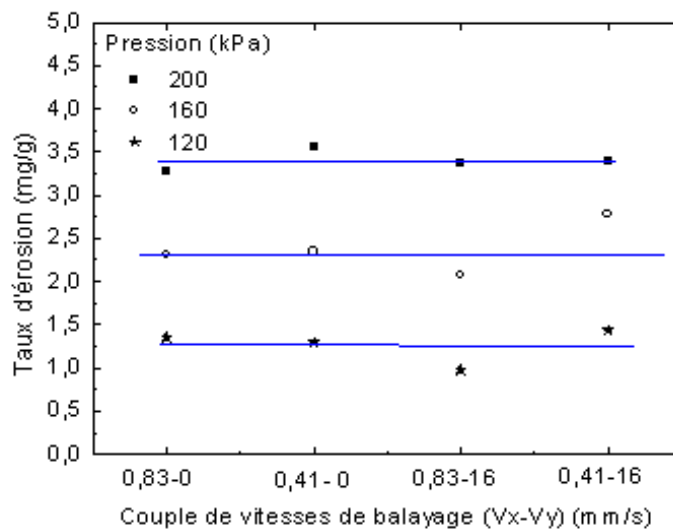


FIG. 2.13: Evolution du taux d'érosion en fonction des couples de vitesses de balayage sélectionnés, pour différentes pressions.

La mesure du taux d'érosion en fonction de ces quatre couples de balayage, pour une pression, montre que le taux d'érosion reste constant (voir fig. 2.13). Le taux d'érosion est donc indépendant des vitesses de balayage utilisées. Comme le taux d'érosion reste constant en fonction des 4 couples de vitesses de balayage pour les 3 pressions différentes testées, cela montre que ce phénomène n'est pas lié à la pression. Le taux d'érosion, en mode dynamique ne dépend pas des vitesses de balayage, quelle que soit la pression appliquée, c'est une caractéristique du procédé. Aussi, des échantillons gravés à la même pression et pendant la même durée en mode dynamique sont comparables mêmes si les vitesses de balayage sont différentes.

Homogénéité de gravure Cependant, une observation de la surface de l'échantillon, nous montre que la surface gravée avec le couple (0,41-16 mm/s) est plus homogène, il s'agit du couple de vitesses extrêmes que notre montage peut offrir. En effet, avec ce couple de vitesses et des cales selon X espacées de 76 mm et de 48 mm selon Y (distances

maximales dans les deux cas) et une buse fixée à 20 mm, le jet large de 6 mm parcourt toute la largeur selon l'axe Y en 2,6 s, temps qui permet à la buse de se déplacer selon X de 1,08 mm, ce qui conduit à un parcours faisant un angle de $1,5^\circ$ par rapport à l'axe Y, ce qui est très proche de la verticale (voir fig.2.14).

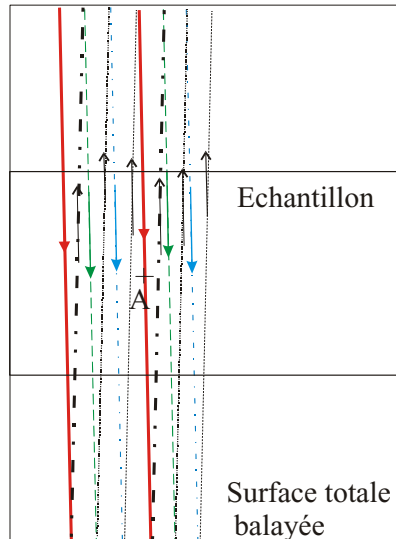


FIG. 2.14: Représentation du trajet du jet de sable sur l'échantillon. Le jet de 6 mm de large est représenté par deux lignes parallèles de même type (pleine, pointillée...) allant d'un bout à l'autre de la surface balayée selon l'axe Y (vitesses de balayage : $V_x=0,41$ mm/s, $V_y=16$ mm/s) et commençant par éroder toute la zone devant le point A.

Avec le couple de vitesses (0,83 mm/s-16 mm/s), l'angle est de 3° par rapport à l'axe des Y, le zigzag est donc moins serré et donc l'homogénéité de gravure du substrat est altérée. Afin de s'assurer de la meilleure homogénéité de gravure possible dans ces conditions, nous plaçons l'échantillon (dont la zone sablée est large d'environ 20 mm), au centre de la zone balayée par le jet. En effet, au centre, le "zigzag de balayage" est le plus resserré, et un point, par exemple le point A représenté sur la fig. 2.14, est balayé 1 fois selon l'axe X par toute la largeur du jet en 7 passages selon l'axe Y, soit en 18 s. Il est ainsi gravé plusieurs fois par toute la zone efficace du jet, ce qui nous affranchi d'un défaut de centrage et assure un bon balayage de la surface. D'autre part, le fait d'éroder un point en le gravant par des gravures répétées très courtes, permet de limiter l'effet des fluctuations de débit, en moyennant la quantité de sable reçue. Enfin, le centre de la surface balayée, correspond à une zone où la vitesse des moteurs est homogène, cela nous permet de nous affranchir des ralentissements des moteurs dûs aux chocs des translateurs sur les cales.

La configuration la meilleure, compte tenu de notre montage, consiste donc à positionner l'échantillon au centre de la zone balayée et à utiliser le couple de vitesses qui offre, dans notre cas, le balayage le plus homogène possible de notre échantillon, à savoir

$V_x=0,41$ mm/s et $V_y=16$ mm/s. Pour maintenir l'homogénéité de gravure, nous avons fixé la longueur de la surface balayée, qui correspond à l'axe pour lequel la vitesse est la plus faible, à savoir l'axe X. Nous avons également maintenu la largeur de la surface totale balayée selon Y constante, pour maintenir les caractéristiques du "zig-zag". La surface totale est donc balayée 1 fois selon la direction X en 190 s, temps que nous noterons t_u . La durée de gravure totale sera toujours choisie comme un multiple de t_u , qui est le "temps expérimental unitaire", afin de toujours balayer une surface complète de l'échantillon. Il est à noter cependant, que les paramètres de balayage choisis, bien que n'étant pas les paramètres optimaux, (il faudrait réduire encore la vitesse de déplacement selon l'axe X pour améliorer l'homogénéité) correspondent aux meilleurs atteignables avec notre montage, et nous offrent une homogénéité de gravure suffisante, aussi seront-ils utilisés durant toute l'étude. Des modifications apportées au montage expérimental, permettraient d'améliorer encore l'homogénéité de la gravure, en diminuant la vitesse de balayage selon l'axe X, car des simulations ont montré que l'homogénéité serait la meilleure, au centre du zig-zag, pour une vitesse de balayage maximale selon X de 0,26 mm/s [18].

Durée de gravure Comme nous cherchons à mettre en évidence l'influence du temps de gravure sur la gravure, nous décidons de graduer notre axe temporel en multiple de t_u . En effet, le temps de gravure total, dépend des conditions de balayage et de la surface balayée, ce qui signifie que sa valeur n'est, en soi, pas très représentative. Le temps de gravure le plus représentatif est le temps de gravure effectif, qui correspond au temps de gravure unitaire d'une surface de $1 \mu\text{m}^2$. Ce temps doit ensuite être multiplié par le nombre de passages de la buse selon les axes X et Y, pour rendre compte de la durée de gravure d'une telle surface. Dans notre cas, en se basant sur le temps nécessaire au jet pour parcourir toute la largeur de la surface en Y (2,6 s) et en tenant compte de la largeur du jet, qui est responsable du fait qu'une surface unitaire de $1 \mu\text{m}^2$ est balayée 7 fois selon l'axe Y lors d'un seul passage de la buse selon X, on calcule qu'une surface de $1 \mu\text{m}^2$ est gravée 1 fois selon X en 0,43 ms, ce qui est 2 millions de fois plus faible que t_u ($t_u=190\text{s}$) (il est à noter qu'en mode dynamique, le temps de gravure effectif est beaucoup plus faible qu'en mode statique, rendant toute comparaison impossible).

Cette durée étant, par ailleurs proportionnelle à t_u , il apparaît que l'évolution d'une grandeur en fonction du temps de gravure ne sera donc pas affectée si on ne connaît pas le temps effectif de gravure, dont la valeur n'apporte pas d'informations essentielles. L'information la plus importante étant l'augmentation du temps de gravure et l'évolution de la grandeur qui en découle, aussi utilise-t-on la durée t_u comme temps "unitaire".

2.4.2 Influence de la pression appliquée

Pour mettre en évidence l'influence de la pression appliquée, nous avons gravé des lames de verre non structuré avec des particules de $10\ \mu\text{m}$, en plaçant la buse à $20\ \text{mm}$ du substrat et en utilisant aussi bien le mode dynamique que semi-dynamique avec deux couples de vitesse de balayage déjà utilisés précédemment ($V_x = 0,41\ \text{mm/s}$ et $V_y = 0\ \text{mm/s}$ ou $16\ \text{mm/s}$), car le taux d'érosion n'en dépend pas. Le taux d'érosion du verre a tendance à augmenter en fonction de la pression appliquée, mais on peut distinguer deux zones dans la courbe : une première jusqu'à $100\ \text{kPa}$ pour laquelle la pression augmente faiblement avec la pression appliquée, puis une seconde à partir de $100\ \text{kPa}$, pour laquelle le taux d'érosion augmente proportionnellement à la pression appliquée avec un coefficient directeur de l'ordre de $3 \cdot 10^{-5}\ \text{kPa}^{-1}$ (voir fig.2.15). Il en résulte qu'une augmentation de pression d'un facteur 1,5 multiplie le taux d'érosion par 1,9 : en effet, à $200\ \text{kPa}$, il est de $3,5\ \text{mg/g}$ alors qu'à $300\ \text{kPa}$, il est de $6,7\ \text{mg/g}$. L'augmentation de pression constitue un bon moyen pour augmenter rapidement le taux d'érosion.

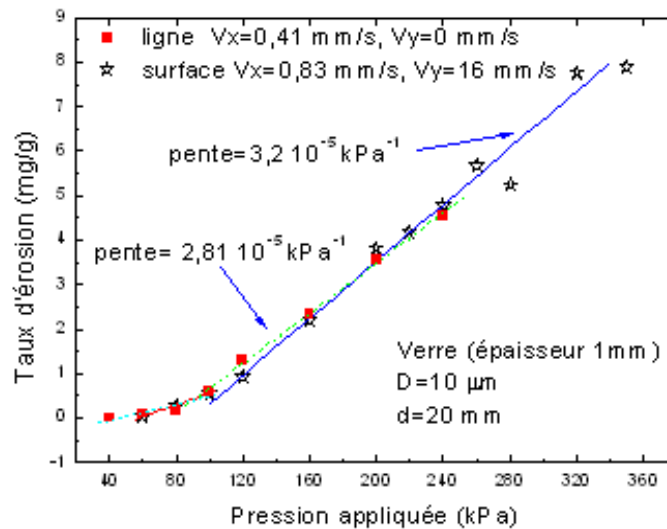


FIG. 2.15: Evolution du taux d'érosion en fonction de la pression appliquée selon le mode de balayage, dynamique ou semi-dynamique.

La valeur du taux d'érosion, qui est une caractéristique de l'interaction particules substrat, est donc proportionnelle à la pression appliquée dès $100\ \text{kPa}$. Comme d'après la littérature, la vitesse des particules est liée à la pression appliquée (voir éq. 1.1)[19] et que l'énergie des particules est principalement cinétique, on en déduit que le taux d'érosion

est proportionnel à l'énergie des particules (voir éq.2.8) (K représente le coefficient de proportionnalité).

$$E_r = KP = KV^2 d^{0,57} = K \frac{E_c * 2}{m} d^{0,57} \quad (2.8)$$

On peut expliquer le fait que le taux d'érosion soit proportionnel à la pression à partir de 100 kPa, par le fait que, dès que la pression appliquée est de 120 kPa, le mode d'érosion est le mode "fragile" (voir fig. 2.6), alors qu'en dessous de cette pression, ce n'est pas forcément le cas. Toutes les particules n'ont alors probablement pas suffisamment d'énergie pour éroder le verre en mode fragile ce qui fait qu'une fraction des particules contribue de manière efficace à l'érosion, ce qui explique la faible valeur de l'érosion, pour ces pressions. Le taux d'érosion est donc dépendant de l'énergie des particules incidentes qui est déterminée par la pression appliquée.

2.4.3 Influence du temps de gravure

Afin de connaître la manière dont le taux d'érosion varie en fonction du temps de gravure, nous avons repris les mêmes paramètres de gravure que précédemment en fixant la pression à 200 kPa et en augmentant le temps de gravure de $2 t_u$ à chaque expérience. Le taux d'érosion en mode dynamique, après les deux premiers balayages selon X vaut 3,5 mg/g, puis il augmente légèrement pour atteindre la valeur de 4,2 mg/g, valeur qui reste ensuite constante avec l'augmentation du temps de gravure (voir fig. 2.16) et est cohérente avec les résultats précédents.

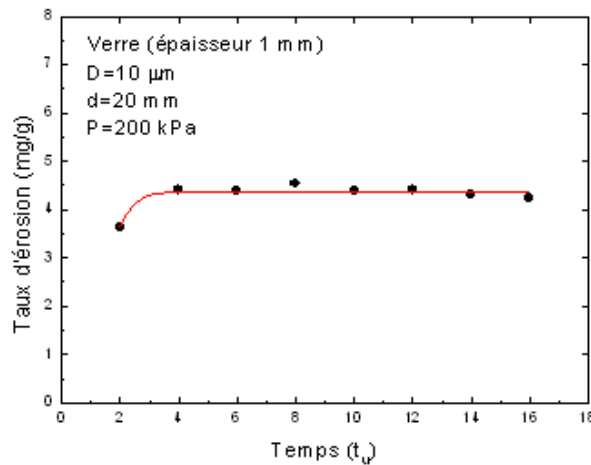


FIG. 2.16: Evolution du taux d'érosion du verre en fonction du temps de gravure ($D=10 \mu\text{m}$, $P=200 \text{ kPa}$).

On peut expliquer ce phénomène par le fait qu'au début de l'érosion, la surface rencontrée par les particules est lisse et les particules arrivent perpendiculairement sur toute la surface (voir fig. 2.17). Après 2 passages de la buse sur toute la surface exposée selon la direction la plus lente, celle-ci est plus rugueuse et la profondeur est suffisante pour qu'il y ait des phénomènes de rebonds des particules sur la surface à cause des aspérités de la surface (voir fig. 2.17). Donc, dès que la surface est rugueuse et la profondeur suffisante, le taux d'érosion devient indépendant du temps de gravure et caractérise, comme nous l'avons déjà mentionné, l'interaction particules substrat.

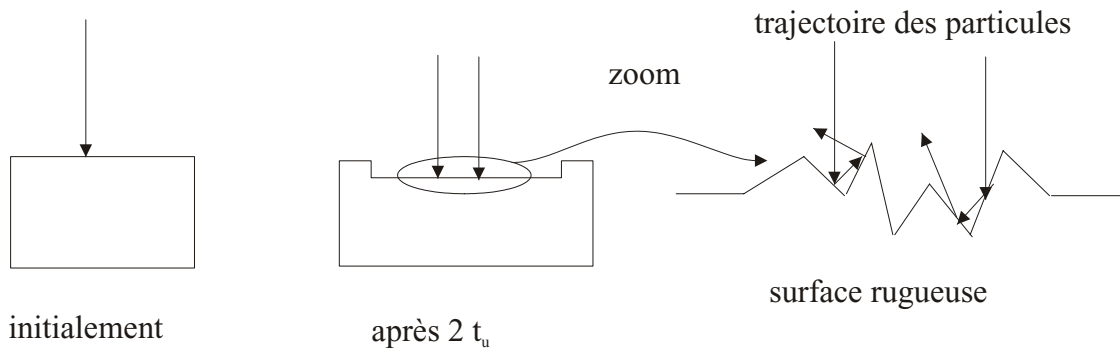


FIG. 2.17: Schéma de principe illustrant l'évolution de la gravure au cours du temps : au départ la surface est lisse, après un certain temps de gravure, la surface est rugueuse et la cavité suffisamment profonde pour engendrer des rebonds.

2.4.4 Influence de la dimension des particules

Pour étudier l'influence de la dimension des particules, des lames de verre ont été gravées comme précédemment à 200 kPa, mais avec des particules de 30 μm . Nous avons d'une part étudié le taux d'érosion, et d'autre part observé le bord des cavités gravées et mesuré leur profondeur.

Etude du taux d'érosion

L'étude du taux d'érosion en fonction du temps de gravure montre que, comme précédemment, le taux d'érosion est constant mais vaut 6,6 mg/g soit 1,6 fois celui obtenu avec des particules de 10 μm . Pour essayer d'expliquer cette différence de valeur du taux d'érosion, nous nous sommes intéressés au volume érodé par une particule. En effet, le taux d'érosion peut aussi s'interpréter comme étant proportionnel au volume de verre (ϑ_v) érodé sur le volume de sable utile ($\vartheta_{sab,utile}$), or le volume de verre érodé peut être assimilé au produit entre le nombre moyen d'impacts (N_{imp}) et le volume moyen d'un impact créé par une particule (ϑ_{imp}) (voir éq. 2.9) en supposant que la densité de particules

sur la surface est constante. Le nombre moyen d'impacts dépend du nombre de fois que la buse balaie la surface utile ($n_x n_y$) et du nombre moyen de particules par unité de temps (N_p), il est raisonnable de penser qu'une fraction K_e des particules produit des impacts suffisamment importants pour éroder le verre (voir éq. 2.9).

$$\vartheta_v = N_{imp} * \vartheta_{imp} = K_e * N_p * n * \vartheta_{imp} \quad (2.9)$$

$$\vartheta_{sab,utile} = n * N_p * \vartheta_{1p} \quad (2.10)$$

$$E_r = \frac{m_v}{m_{sab}} = \frac{\rho_v}{\rho_{sab}} * \frac{K_e * \vartheta_{imp}}{\vartheta_{1p}} \quad (2.11)$$

D'autre part, le volume de sable utile est proportionnel au volume d'une particule (ϑ_{1p}) multiplié par le nombre moyen de particules par unité de temps (N_p) multiplié par le nombre de fois que la buse balaie la surface (voir éq. 2.10). On aboutit ainsi à l'expression du taux d'érosion dépendant du volume d'un impact et de celui d'une particule (voir éq. 2.11). Par l'estimation du volume moyen d'un impact et de celui d'une particule, on peut calculer le taux d'érosion : en effet le volume d'une particule peut être calculé en assimilant le volume de la particule à celui d'une sphère. Et le volume d'un impact est proportionnel à la largeur de l'impact multiplié par sa profondeur et sa largeur [20]. Pour illustrer notre propos, et compte tenu de la forme de la plupart des impacts observés, nous avons approximé son volume à celui d'une demi-sphère pour laquelle le rayon est assimilé à la largeur du lobe de l'impact, qui constitue à la fois la largeur, la profondeur et la longueur de l'impact. Ainsi, à partir de photos d'impacts, qui constituent un exemple d'impact, nous avons mesuré la largeur maximale d'un lobe pour chaque dimension de particule (représentée par un trait blanc noté (i) sur la fig. 2.7) ce qui nous amène à une largeur de respectivement 6,5 et 19 μm pour des particules de respectivement 10 et 30 μm . A partir de ces exemples, on a calculé un "volume moyen d'un impact", qui vaut respectivement $9 \cdot 10^{-16} \mu\text{m}^3$ et $2,9 \cdot 10^{-14} \mu\text{m}^3$ pour des particules de 10 et 30 μm , que l'on a utilisé avec l'éq. 2.11, pour calculer le rapport des taux d'érosion avec des particules de 10 et 30 μm , pour une pression de 200 kPa (volume d'une particule de 10 $\mu\text{m} = 5,2 \cdot 10^{-16} \mu\text{m}^3$ et celui d'une particule de 30 $\mu\text{m} = 1,4 \cdot 10^{-14} \mu\text{m}^3$). Le résultat, dans ce cas, aboutit à un rapport égal à 1,2 alors qu'expérimentalement, d'après la fig. 2.16, le rapport est de 1,6 lorsque le taux d'érosion est stabilisé.

Il est important de signaler que le calcul permettant d'aboutir au taux d'érosion à partir du volume d'impact d'une particule est assez approximatif car l'estimation du volume de l'impact d'une particule a été effectuée sur un seul impact qu'on a supposé être représentatif de l'impact moyen, et non après une étude statistique. D'autre part, le calcul du volume est surévalué car l'impact est constitué de deux lobes, dont le volume n'est pas celui d'une demi-sphère et dont la profondeur est difficile à estimer. L'approximation du

volume de l'impact par une sphère est ainsi supérieure à celui qu'il occupe dans le verre. Par ailleurs, les particules n'étant pas sphériques, le volume d'une particule est entaché d'erreur et nous avons supposé que tout le volume de verre érodé était égal au nombre d'impacts multiplié par le volume d'un impact or certaines particules peuvent enlever un volume de matière plus important que d'autres et toutes les particules ne créent pas d'impacts. Une étude statistique permettrait de réduire ces erreurs.

Toutefois, ces approximations nous permettent d'obtenir des ordres de grandeur valables, et la comparaison du rapport entre les taux d'érosion caractéristiques des particules de $30\ \mu\text{m}$ et $10\ \mu\text{m}$, à celui des volumes des impacts et des particules, met en évidence que le taux d'érosion est proportionnel au volume d'impact des particules car les rapports sont du même ordre de grandeur. On peut ainsi relier la différence d'efficacité érosive des particules de dimensions différentes à la taille de l'impact provoqué.

Observation du bord des cavités et mesure des profondeurs

L'observation du bord d'une cavité érodée avec les deux dimensions de particules (voir fig. 3.20), montre que selon la dimension de particule utilisée le bord est plus ou moins net. Sur la figure 3.20, on observe que les écarts à la ligne surimposée, indiquant le tracé idéal, sont moins importants pour les particules de $10\ \mu\text{m}$ que pour celles de $30\ \mu\text{m}$. Cette observation confirme que l'impact d'une particule à pression égale dépend de la dimension de la particule et montre que cela affecte, outre le taux d'érosion, la qualité de la gravure.

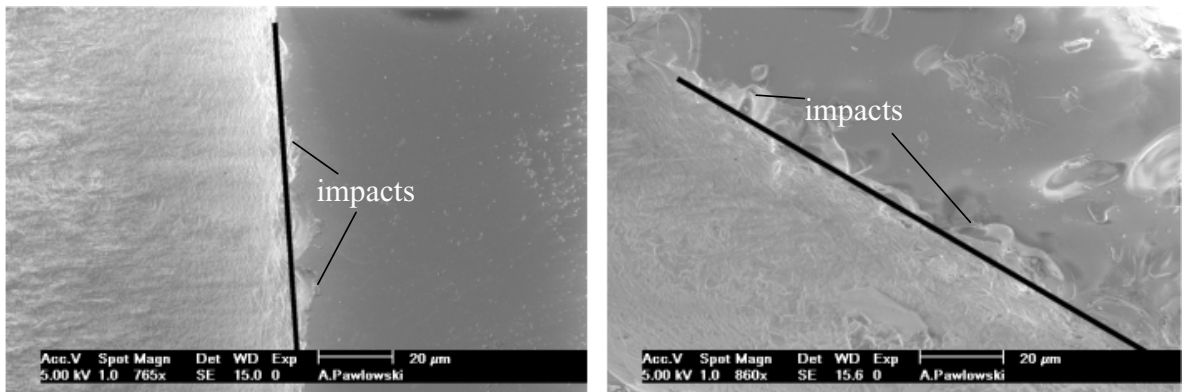


FIG. 2.18: Bords de surfaces gravées (a) avec des particules de $30\ \mu\text{m}$ à $200\ \text{kPa}$ et (b) avec des particules de $10\ \mu\text{m}$ à $200\ \text{kPa}$.

Par ailleurs, des mesures de profondeur réalisées sur des canaux gravés dans les mêmes conditions (pression de $200\ \text{kPa}$, distance buse-substrat de $20\ \text{mm}$, $V_x=2\ \text{mm/s}$, $V_y=0$)

mm/s) mais avec respectivement des particules de 10 μm et 30 μm , montrent que la profondeur dépend de la dimension des particules car elle est de respectivement 118 μm et 168 μm pour la même durée de gavage (ici 79 s correspondant à 2 passages du jet sur la surface). On calcule le rapport des profondeurs gravées, et il apparaît que la profondeur gravée avec des particules de 30 μm est 1,42 fois plus importante que celle gravée avec des particules de 10 μm .

On retrouve le même ordre de grandeur que précédemment entre les taux d'érosion et les volumes d'impact, ce qui confirme que le taux d'érosion et la profondeur gravée, pour une pression donnée, dépendent de la dimension des impacts créés par les particules, eux-mêmes dépendant de la dimension des particules utilisées.

2.5 Conclusion

L'érosion par microsablage fait intervenir un grand nombre de paramètres comme l'a montré la description du montage expérimental, dont les principaux sont la pression appliquée, le substrat, les particules, la distance buse-substrat et le mode de travail. Aussi est-il nécessaire, pour pouvoir caractériser l'érosion du verre, de fixer un certain nombre de ces paramètres. L'érosion étant due tout d'abord à l'interaction substrat particules, nous avons fixé ces deux éléments. Nous avons choisi d'utiliser un verre d'oxydes de type vitro-silico-calcique et des particules d'alumine. Nous les avons choisies anguleuses car cette forme génère un taux d'érosion élevé. Nous avons décidé de travailler avec deux dimensions de particules, qui ont été choisies de telle sorte que la majorité des particules ait suffisamment d'énergie pour que l'érosion ait lieu en mode "fragile". Comme la distance entre la buse et le substrat détermine le diamètre du jet de particules sur le substrat, nous avons fixé cette distance. L'angle d'incidence choisi est celui pour lequel le taux d'érosion est maximal pour le verre, c'est -à-dire que la buse est placée perpendiculairement au substrat.

Comme l'étude du jet de particules a montré que celui-ci occasionne du fait de ses propriétés, un trou en forme de gaussienne et que le débit de particules varie au cours du temps, nous avons décidé de travailler en mode de balayage. Ce mode, consiste à éroder la surface de l'échantillon par un passage régulier, sur toute la surface de l'échantillon, du jet de particules. Pour assurer la meilleur homogénéité de gravure possible, l'échantillon est placé au centre de la zone balayée maintenue constante et les vitesses de balayage sont choisies de telle sorte qu'une soit très inférieure à l'autre (16 mm/s pour l'axe des Y et 0,41 mm/s pour l'axe des X). Ainsi toute la surface de l'échantillon est érodée par toute

la surface du jet et notamment par la zone efficace et la quantité de sable reçue par toute la surface est moyennée, ce qui nous affranchit des variations du débit.

Les paramètres comme la distance buse-substrat, l'angle d'incidence du faisceau par rapport au substrat, la surface totale et les vitesses de balayage, la nature et la forme des particules ont donc été fixés. La pression appliquée, le temps de gravure et la dimension des particules sont les seuls paramètres variables.

L'étude du taux d'érosion, dans ces conditions de gravure montre qu'à partir d'une pression de 100 kPa, la valeur de celui-ci est proportionnelle à la pression appliquée. Le taux d'érosion dépend de l'énergie des particules, qui est déterminée par la pression appliquée. L'utilisation de particules plus grandes augmente également le taux d'érosion, ce qui confirme l'importance de l'énergie des particules sur le taux d'érosion. En revanche, la valeur du taux d'érosion est indépendante du temps de gravure, c'est donc une caractéristique de l'interaction particules substrat pour une énergie donnée de particules.

Comme nous souhaitons améliorer le procédé de microsablage, en augmentant sa résolution, tout en lui conservant son aspect simple, peu coûteux, une première manière d'agir est d'augmenter le taux d'érosion afin d'obtenir une gravure plus rapide. L'érosion étant liée à l'énergie des particules, nous décidons d'augmenter cette énergie en modifiant la pression appliquée. On pourrait aussi utiliser des particules plus grandes, mais les impacts étant plus volumineux, la gravure est certes plus efficace mais la perte de résolution et de définition est trop importante. Une autre manière consiste à améliorer la résolution du procédé. Comme un des facteurs limitant la résolution de la gravure, est la dimension des particules, nous décidons d'utiliser des particules plus petites pour minimiser leur impact. Nous choisissons donc d'utiliser des particules de dimension 10 μm avec des pressions supérieures à 100 kPa. L'autre facteur limitant, étant la résolution du masque, nous allons, après avoir testés différents matériaux utilisés comme masque, proposer un nouveau procédé de masquage. Nous voulons proposer un procédé qui nous permette d'obtenir une résolution maximale de l'ordre de 20 μm .

Bibliographie

- [1] Operating and service instructions Dual tank microblaster MB1002, Comco Inc., 1999.
- [2] www.comcoinc.com
- [3] www.gfmesstechnik.com/english/mainmenu/index01_products.html
- [4] I. Finnie, Some reflections on the past and future of erosion, *Wear*, 186-187, 1-10, 1995.
- [5] I. M. Hutchings, Transitions, treshold effects and erosion maps, *Key Engineering Materials*, 71, 75-92, 1992.
- [6] G. L. Sheldon, I. Finnie, On the ductile behavior of nominally brittle materials during erosive cutting, *Trans. ASME B (J. Eng. for Industry)*, 88B, 387-392, 1966.
- [7] S. Wada, Effects of hardness and fracture toughness of target materials and impact particles on erosion of ceramic materials, *Key Engineering Materials*, 71, 51-74, 1992.
- [8] P. J. Slikkerveer, Mechanical etching of glass by powder blasting, Thèse, 1999.
- [9] H. Wensink, Fabrication of microstructures by powder blasting, Thèse, Université de Twente, NL, 2002.
- [10] Marvin E. Goldstein, *Aeroacoustics*, Ed. Mac Graw Hill, 1976.
- [11] E. Belloy, S. Thurre, E. Walkiers, A. Sayah, M. A. M. Gijs, The introduction of powder blasting for sensor and microsystem applications, *Sensors and Actuators*, 84, 330-337, 2000.
- [12] S. Yuu, K. Ikeda, T. Umekage, Flow-field prediction and experimental verification of low Reynolds number gas-particule turbulent jets, *Colloids and surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, 109, 13-27, 1996.
- [13] P. H. Shipway, I.M. Hutchings, A method for optimizing the particle flux in erosion testing with a gas-blast apparatus, *Wear*, 174, 169-175, 1994.
- [14] K. Anand, S. K. Hovis, H. Conrad, R. O. Scattergood, Flux effects in solid particle erosion, *Wear*, 118, 243-257, 1987.

-
- [15] D. R. Andrews, N. Horsfield, Particle collisions in the vicinity of an eroding surface, J. Phys. D : Appl. Phys., 16, 525-538, 1983.
- [16] F. H. in't Veld, P. J. Slikkerveer, Towards prediction of flux effects in powder blasting nozzles, Wear, 215, 131-136, 1998.
- [17] S. Bouzid, N. Bouaouadja, Effect of impact angle on glass surfaces eroded by sand blasting, Journal of the European Ceramic Society, 20, 481-488, 2000.
- [18] Communication personnelle de M. Gueissaz, Asulab.
- [19] A. N. J. Stevenson, I. M. Hutchings, Scaling laws for particle velocity in the gas-blast erosion test, Wear, 181-183, 56-62, 1995.
- [20] B. Lawn, Fracture of brittle solids, Cambridge University Press, 2nd edition, 1993.

Chapitre 3

Elaboration d'un nouveau masque en élastomère

La différence de comportement significative concernant l'érosion, pour un angle d'incidence de 90° , entre les matériaux fragiles et les matériaux ductiles ou élastiques, est mise à profit pour délimiter les zones à structurer dans le verre [1, 2, 3]. Les métaux ou les élastomères, ayant un taux d'érosion minimal à 90° , ils apparaissent comme des matériaux adaptés au masquage. Toutefois, le masque (nature, forme,...) influe avec les particules, sur les structures obtenues (qualité, dimension, résolution...), aussi son choix est-il important. Dans le but de proposer un masque simple d'utilisation, peu coûteux et permettant d'améliorer la résolution du procédé de microsablage, nous avons étudié le taux d'érosion et la sélectivité de plusieurs matériaux comme le métal couramment utilisé ou un élastomère.

3.1 Masque en acier inoxydable

D'après la littérature, il apparaît qu'un des matériaux, le plus souvent utilisé comme masque est le métal à cause de sa bonne résistance face à l'érosion [2, 4]. Il peut être utilisé soit sous forme d'un masque métallique de contact ou sous une forme électrodéposée [5]. Nous décidons d'utiliser un masque métallique de contact en acier inoxydable, résistant au sablage, simple à structurer par ablation laser et à utiliser, et est très souvent employé dans la littérature [6, 7].

3.1.1 Etude du taux d'érosion de l'acier inoxydable

Pour caractériser l'érosion de l'acier inoxydable, nous avons gravé à 200 kPa, avec des particules de 10 μm en mode dynamique ($V_x=0,41$ mm/s, $V_y=16$ mm/s) à une distance $d=20$ mm, une plaque épaisse de 0,5 mm non structurée, dont nous avons déterminé le taux d'érosion. Le taux d'érosion de l'acier inoxydable (voir fig. 3.1), qui est lui aussi constant dans le temps, vaut 1,1 mg/g, ce qui est inférieur d'un facteur 4 à celui du verre (4,2 mg/g, voir chapitre précédent) [1, 2].

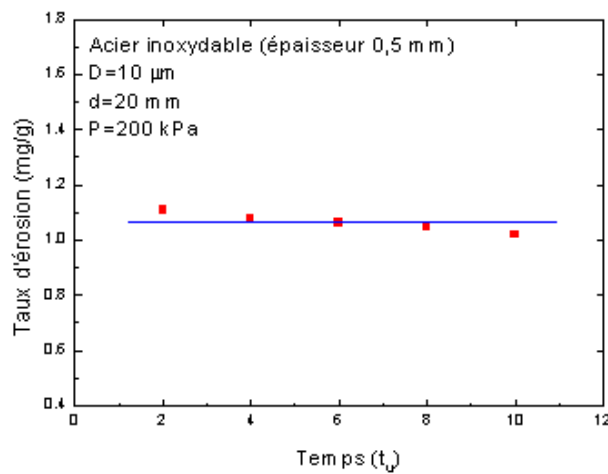


FIG. 3.1: Evolution du taux d'érosion de l'acier inoxydable en fonction du temps de gravure.

Cette différence du taux d'érosion donne un à-priori favorable à l'utilisation du métal comme masque, cependant l'étude du taux d'érosion ne fournit pas assez d'informations sur l'aptitude d'un matériau (ici le métal) à servir de masque. On fait appel alors à la notion de sélectivité S , qui compare l'érosion d'un matériau (masque) par rapport à l'érosion d'un autre (substrat) par l'intermédiaire du rapport des vitesses de gravure respectives des deux matériaux (voir éq. 3.1). Si les deux matériaux ont été gravés dans les mêmes conditions (pression, surface balayée, vitesses de balayage de la buse (V_x , V_y) et temps de gravure identiques), alors la sélectivité se résume au rapport des hauteurs gravées des deux matériaux (voir éq. 3.2).

$$S = \frac{V_{g,sub}}{V_{g,m}} \quad (3.1)$$

$$S = \frac{h_v}{h_m} \quad (3.2)$$

3.1.2 Etude de la sélectivité

Pour déterminer la sélectivité, nous avons gravé une plaque de verre et de métal dans les mêmes conditions (décrites auparavant), mais la mesure des hauteurs gravées est délicate. En effet, ayant travaillé en mode dynamique, afin d'assurer un balayage de la surface uniforme, les hauteurs des matériaux perdus sont souvent faibles, aussi, la détermination de la sélectivité selon l'éq. 3.2 n'est pas assez représentative en raison des erreurs de mesure. La mesure du profil (voir fig.3.2) d'une cavité très large (5 cm de large) gravée dans ces mêmes conditions, met en évidence, que l'angle entre ce profil et le profil idéal (pointillé sur la fig. 3.2) est très faible car il vaut 2° : la mesure de la profondeur de la cavité ($111 \mu\text{m}$) et celle de la largeur sur laquelle a lieu la déclivité (3 mm), ont permis, par des règles trigonométriques de base, de le calculer. Comme ce profil est très proche de la verticalité, on peut donc approximer le volume érodé à celui d'un parallélépipède rectangle de surface $\text{Surf}_{\text{utile}}$ et de profondeur h , car l'erreur sur le volume, due à la très légère inclinaison du profil (2°) par rapport à la verticale (indiquée en pointillé) est très faible et limitée aux bords de la cavité. La justesse de cette approximation est vérifiée par la bonne adéquation entre la hauteur calculée de cette large cavité gravée à 200 kPa, pendant $2 t_u$, à partir du taux d'érosion qui vaut $60 \mu\text{m}$, et la hauteur moyenne mesurée au palpeur à air qui est de $58 \mu\text{m}$, ce qui est très proche de $60 \mu\text{m}$.

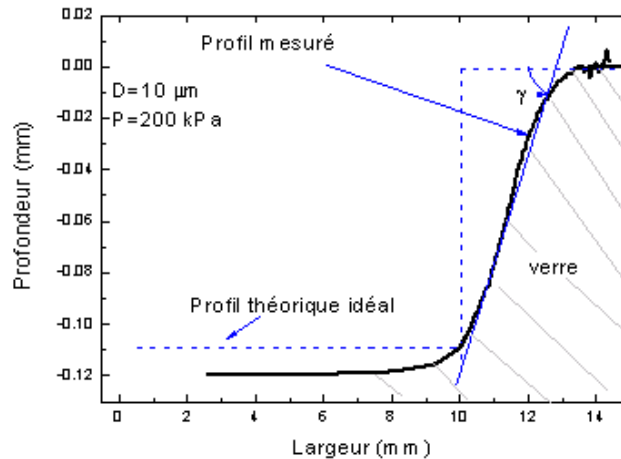


FIG. 3.2: Mesure par interférométrie optique du profil d'une cavité large et profonde ($111 \mu\text{m}$) gravée par microsablage. L'angle entre ce profil et le profil théorique idéal, pente de 90° par rapport à l'horizontal, calculé d'après les dimensions du triangle (3 mm de large et $111 \mu\text{m}$ de hauteur) est de 2° .

La sélectivité peut donc être calculée à partir du rapport des taux d'érosion des deux matériaux gravés dans les mêmes conditions connaissant leur masse volumique respective

(voir éq. 3.3 dans laquelle les indices v et m se rapportent respectivement au verre et au masque). Comme les surfaces balayées sont les mêmes, l'expression de la sélectivité se simplifie pour aboutir à l'équation 3.4.

$$\frac{Er_v}{Er_m} = \frac{h_v}{h_m} * \frac{\rho_v * Surf_{utile,v}}{\rho_m * Surf_{utile,m}} * \frac{m_{sab,m}}{m_{sab,v}} \quad (3.3)$$

$$\implies S = \frac{Er_v}{Er_m} * \frac{\rho_m}{\rho_v} * \frac{m_{sabv}}{m_{sabm}} \quad (3.4)$$

La sélectivité de l'acier inoxydable par rapport au verre vitro-silico calcique, déterminée de cette manière (voir éq. 3.4) avec $\rho_m = 7,8 \text{ g/cm}^3$ et $\rho_v = 2,47 \text{ g/cm}^3$ est constante dans le temps et égale à 15 (voir fig. 3.3). Cette valeur indique que théoriquement pour graver 1 mm de verre, une épaisseur de métal de $67 \text{ }\mu\text{m}$ suffirait, or notre plaque est épaisse de $500 \text{ }\mu\text{m}$, ce qui est largement supérieur.

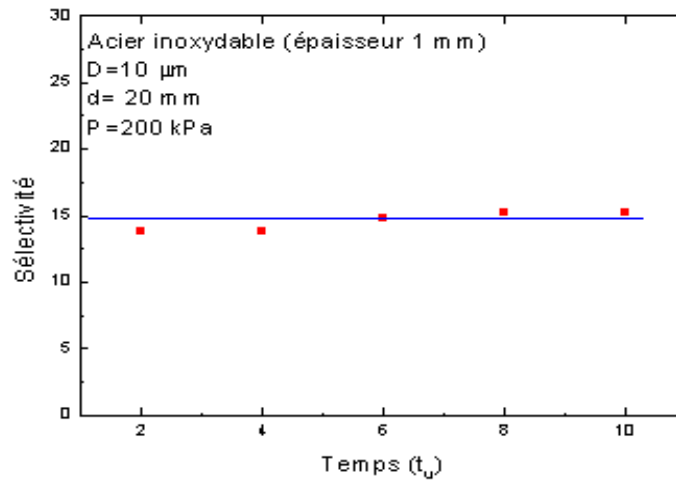


FIG. 3.3: Evolution de la sélectivité de l'acier inoxydable par rapport au verre en fonction du temps de gravure ($P= 200 \text{ kPa}$, $D=10 \text{ }\mu\text{m}$).

3.1.3 Utilisation de ce masque métallique

Procédé

Le masque de contact que nous utilisons se présente sous forme d'une plaque d'acier inoxydable épaisse de 0,5 mm structurée par ablation laser (voir fig. 3.4). De la cire thermodurcissable (Apiezon wax) se liquéfiant à 100 ° C est appliquée sur le substrat puis le masque est posé dessus (voir fig. 3.5 (i)).

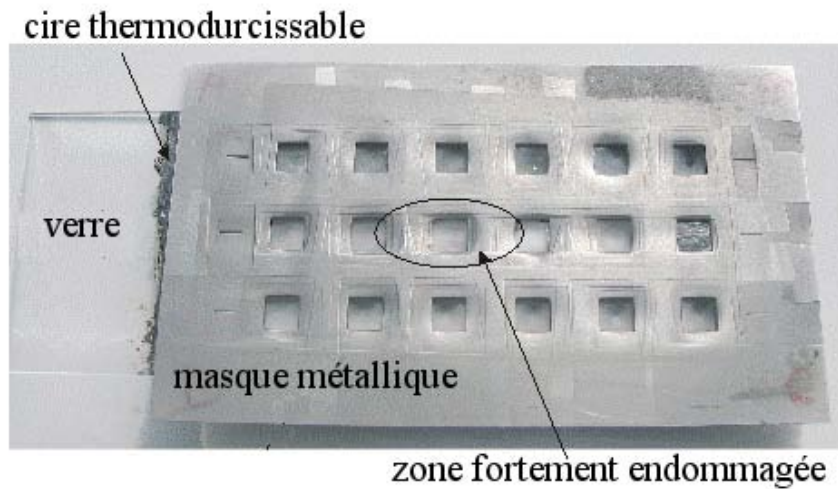


FIG. 3.4: Masque en acier inoxydable de 0,5 mm d'épaisseur collé sur un substrat de verre par une cire thermodurcissable, ayant subi de nombreuses heures de microsablage (plus d'une dizaine).

En se refroidissant, cette cire se solidifie assurant ainsi une bonne adhérence entre le masque et le substrat. L'excédent de cire, subsistant dans les zones à graver, est éliminé par microsablage lors du premier balayage de la buse à cause de la fragilité de la cire durcie (voir fig. 3.5 (ii)).

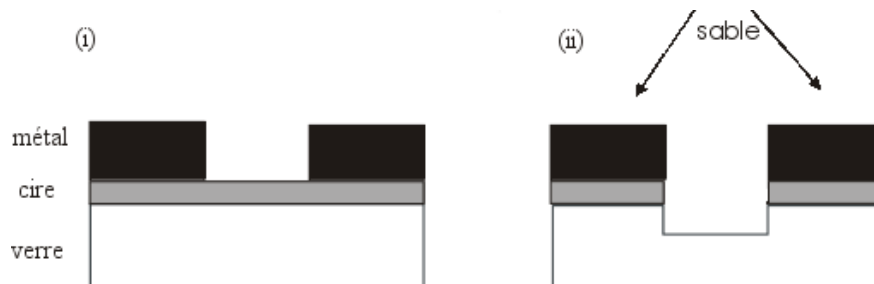


FIG. 3.5: Utilisation d'un masque métallique avec (i) dépôt de la cire pour coller le masque, (ii) gravure par sablage.

Réalisations

Ce type de masque permet, par exemple, en association avec des particules de $30\ \mu\text{m}$, de réaliser des structures larges d'au moins $100\ \mu\text{m}$, comme l'illustre la figure 3.6. Il apparaît sur cette figure, que les canaux sont bien distincts les uns des autres, mais qu'ils sont plus larges que ceux initialement dessinés sur le masque : les canaux ont été dessinés larges de $100\ \mu\text{m}$ espacés de $100\ \mu\text{m}$, or sur la fig. 3.6, bien que photographiée avec un léger angle, la distance entre les canaux est plus petite. Cela met en évidence le phénomène de sous-gravure (qui sera discuté par la suite), lié à l'adhérence du masque et qui peut altérer la résolution des structures et même leur définition, si celles-ci sont trop rapprochées. Une autre manifestation de la perte d'adhérence du masque, est l'observation d'impacts sur les bords des canaux (voir fig. 3.6). Ce type de masque est utilisé avec succès pour la réalisation de canaux isolés larges d'au moins $100\ \mu\text{m}$ pouvant servir à des applications fluidiques, ou pour la réalisation de trous isolés larges d'au moins $100\ \mu\text{m}$ pour assurer des connections à ces canaux par exemple. Cependant, la qualité des structures obtenues et leurs dimensions sont limitées par la dimension des particules, mais aussi, par les limitations du masque (adhérence, dimension,...). En effet, la diminution de la dimension des particules à $10\ \mu\text{m}$, ne permet pas de réaliser des structures de dimensions inférieures à $50\ \mu\text{m}$, à cause des limitations du masque.

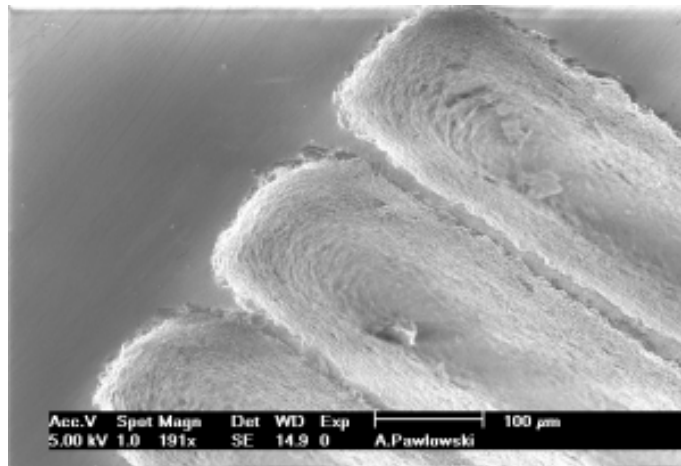


FIG. 3.6: Exemple de canaux de $100\ \mu\text{m}$ de large réalisés avec des particules de dimension $30\ \mu\text{m}$ et un masque métallique de contact épais de $0,5\ \text{mm}$ ($P=200\ \text{kPa}$, $d=20\ \text{mm}$, $t=4\ t_u$).

3.1.4 Limitations de ce masque métallique de contact

L'utilisation d'un masque métallique de contact nécessite, en plus d'une bonne résistance à l'érosion, une certaine tenue mécanique pour pouvoir être manipulé (voir fig. 3.5), aussi utilise-t-on des plaques d'une épaisseur bien supérieure à celle minimale découlant de la sélectivité (sélectivité de 15) [8]. Par exemple, si on utilise une plaque d'acier inoxydable de $250\ \mu\text{m}$ au lieu de $500\ \mu\text{m}$, alors un phénomène de courbure du masque apparaît, de façon très marquée après la gravure (voir fig. 3.7), alors que pour une épaisseur de $500\ \mu\text{m}$ ce phénomène est négligeable. Cette courbure rend l'adhésion du masque sur le substrat plus difficile malgré l'utilisation de cire, ce qui altère la qualité des structures réalisées : la zone autour du masque est endommagée par la gravure, le motif peut être élargi ou déformé du fait de la sous-gravure ainsi favorisée. Ce phénomène de courbure peut être attribué aux contraintes et au stress générés dans le masque par son bombardement par les particules, (on peut rapprocher ce phénomène du martèlement d'une tôle qui vise à modifier sa courbure) et comme il se manifeste d'autant plus que la plaque est fine, une plaque relativement épaisse (de $500\ \mu\text{m}$) est le plus souvent utilisée (voir fig.3.4).

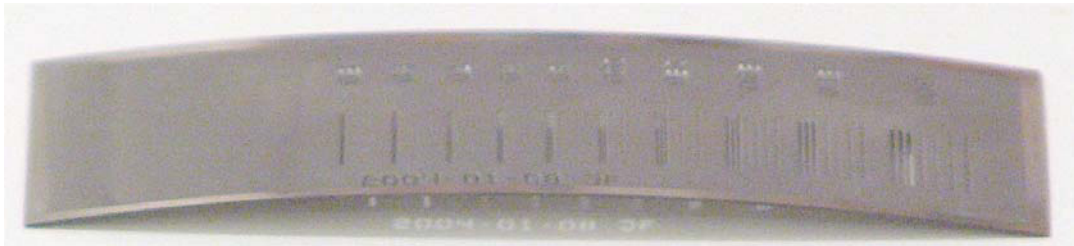


FIG. 3.7: Masque métallique de $250\ \mu\text{m}$ d'épaisseur très courbé suite à 4 utilisations représentant environ 2h de sablage.

Une autre limitation est constituée par la méthode de structuration du masque car l'ablation laser engendre des débris et des imperfections comme des gouttelettes de métal, qui altèrent la qualité du motif reproduit (voir fig. 3.8). Cette technique limite aussi la résolution du masque, car la dimension minimale d'une ouverture dépend de l'épaisseur de la plaque. L'observation de canaux de différentes largeurs réalisés dans une plaque d'acier inoxydable de $500\ \mu\text{m}$ d'épaisseur (épaisseur utilisée en pratique), montre que les canaux larges de $50\ \mu\text{m}$ apparaissent déformés car leurs extrémités sont arrondies (voir fig. 3.8, le contour noir surimposé). Ces canaux, constituent, donc pour cette épaisseur de plaque, la limite de résolution du masque. D'autre part, pour garder le masque en une pièce unique, il n'est pas possible de réaliser des structures de type plot isolé, on ne peut que définir des structures de type canal ou trou. Enfin, le fait d'utiliser une couche adhésive fragile pour maintenir le masque sur le substrat, constitue une autre limitation au masque, car

l'épaisseur de cire n'étant pas homogène, cela peut entraîner une différence d'épaisseur gravée dans le substrat. La cire fragile, peut aussi par son excès ou son absence provoquer de la sous-gravure, facteur limitant également la résolution.

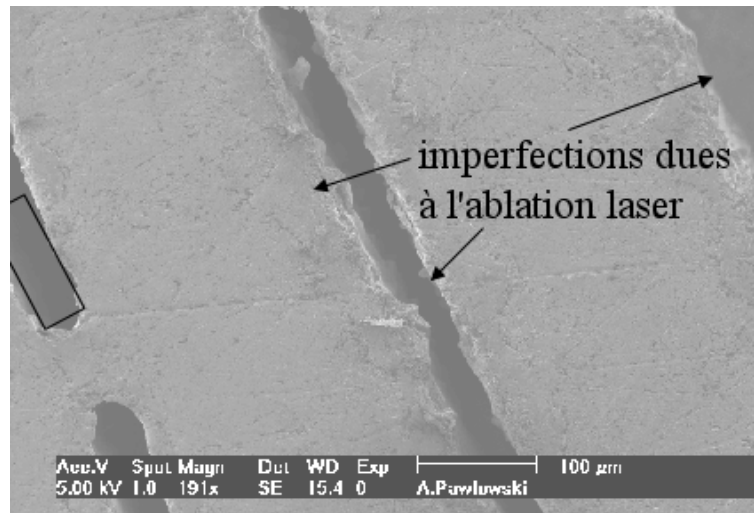


FIG. 3.8: Photo MEB de canaux de 50 μm de large structurés par ablation laser dans une plaque d'acier inoxydable de 500 μm d'épaisseur montrant les débris et la perte de résolution du motif (voir rectangle surimposé).

3.1.5 Conclusions

Le masque métallique de contact est un masque facile d'utilisation, qui permet, associé à des particules de 30 μm , la réalisation de structures de plus de 100 μm de large. Ce type de masque offre un coût intéressant et une facilité de structuration, toutefois, en raison de la non adhérence du masque au substrat (nécessité de coller le masque sur le substrat), la sous-gravure qui dégrade l'état de surface du verre et altère le motif peut être favorisée. Cependant, la principale limitation de ce type de masque provient de l'ouverture minimale obtenue, qui est de 50 μm en raison des conditions requises pour que le masque résiste au sablage et du mode de structuration du masque. On ne peut donc pas, même en diminuant la taille des particules à 10 μm , réaliser des structures de dimensions inférieures à 50 μm .

Pour diminuer la dimension minimale des structures, il faut d'une part diminuer la dimension des particules (utilisation de particules de 10 μm) mais aussi la taille des ouvertures dans le masque. Comme la diminution de l'épaisseur de la plaque métallique augmente la résolution du masque mais que ce masque devient très vite inutilisable, nous décidons donc d'utiliser une résine photosensible et de la structurer par photolithographie, technique très utilisée en microsystèmes qui permet de réaliser, selon l'épaisseur de la résine utilisée, des ouvertures pouvant atteindre 1 μm [9].

3.2 Masque photosensible

Comme nous l'avons déjà évoqué, des masques photosensibles résistants à l'érosion [5] ont déjà été utilisés pour réaliser des structures par microsablage. Nous décidons de choisir une résine photosensible (UV de 365 nm) utilisée en microtechnique [10, 11, 12] à cause notamment de son important facteur d'aspect (il s'agit du rapport entre la hauteur et la largeur de la structure) [13] mais jamais utilisée pour le microsablage. Cette résine époxy connue sous le nom de SU8, qui a été développée par IBM-Watson Research Center (US Patent No. 4882245 (1989)) [14, 15], permet, en outre, d'obtenir des structures avec des flancs presque verticaux [16, 17]. Il s'agit, de plus, d'une résine négative qui peut se déposer sous forme de couches épaisses (plusieurs dizaines de micromètres) contrairement aux résines photosensibles usuellement utilisées pour structurer les wafers [9], (des essais préalables avec de telles résines n'ont pas donné de résultats probants).

3.2.1 Procédé

Le SU8 utilisé est le SU8 2035 de la firme MicroChemical (MCC) [18] qui permet la réalisation de couches d'épaisseur variant de 30 μm à 100 μm . Nous choisissons de tester le comportement face à l'érosion d'une couche de SU8 de 100 μm d'épaisseur polymérisée selon le procédé ci-dessous, établi grâce à la fiche d'information du produit [16, 18] :

(i) le SU8 déposé grâce à une "spinneuse" (vitesse de rotation 1000 tours/min) subit un premier recuit, pendant 5 min à 65° C puis 20 min à 95° C (voir fig. 3.9 (i)).

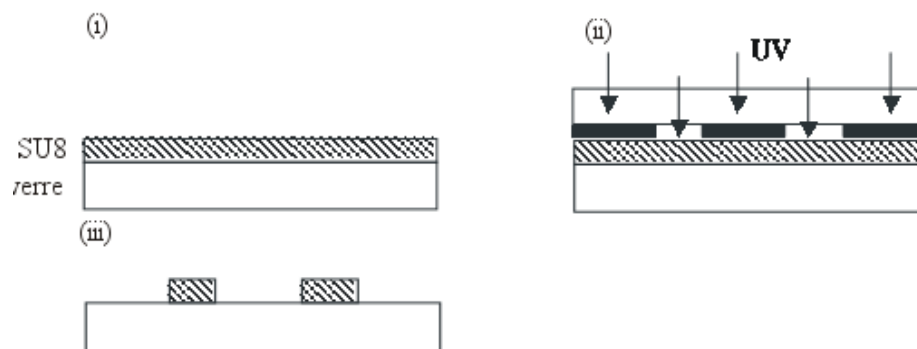


FIG. 3.9: Procédé de structuration du SU8 (i) dépôt du SU8 et premier recuit, (ii) exposition aux UV (iii) développement du SU8 après le second recuit.

(ii) le SU8 est ensuite exposé aux UV (365 nm) pour recevoir en deux étapes, une énergie de 580 mJ/cm², soit deux expositions de 29 s espacées d'1 min pour amorcer les

réactions de polymérisation (voir fig. 3.9 (ii)). Puis le SU8 subit un deuxième recuit : il est placé à 55 ° C et subit une montée en température avec une rampe de 2°/min, jusqu'à 65 ° C, où il reste 1 min (voir fig.3.10). Puis il est placé à 75 ° C et subit une seconde montée en température, avec la même rampe jusqu'à 95 ° C, où il reste 10 min (voir fig.3.10). Ensuite, le SU8 est refroidi toujours selon la même rampe de température.

(iii) le SU8 est finalement développé avec du PGMEA (Propylène Glycol Méthyl Ether Acétate) pendant 2 fois 3 min et est rincé avec de l'isopropanol (voir fig. 3.9 (iii)).

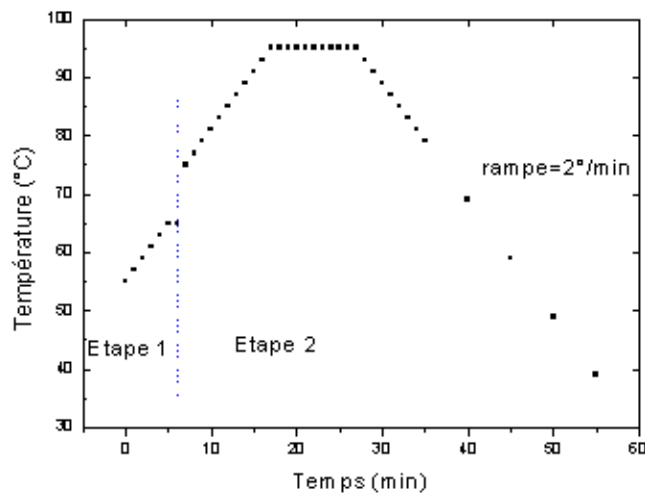


FIG. 3.10: Rampes de température utilisées lors du second recuit en deux étapes du SU8.

3.2.2 Etude du taux d'érosion

L'étude du taux d'érosion du SU8 en fonction de la pression appliquée, a été menée comme précédemment pour le verre en mode dynamique sur de grandes surfaces de SU8 (voir fig. 3.11). Il apparaît que le taux d'érosion du SU8 vaut 1,5 mg/g à 200 kPa contre 4,2 mg/g pour le verre avec la même pression appliquée, ce qui constitue une différence d'un facteur 2,8. Par ailleurs, on constate que ce taux d'érosion, comme celui du verre, augmente linéairement avec la pression appliquée avec un coefficient directeur de la droite du même ordre de grandeur que celui du verre.

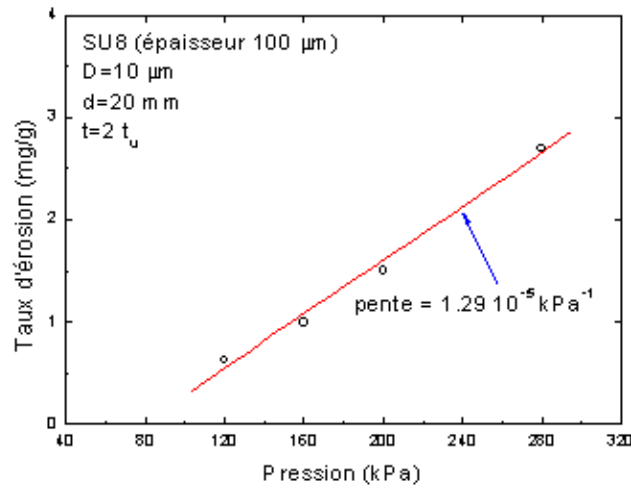


FIG. 3.11: Evolution du taux d'érosion du SU8 en fonction de la pression appliquée, ($D=10 \mu\text{m}$, $d=20 \text{ mm}$, $t=2 t_u$)

3.2.3 Etude de la sélectivité

La détermination de la sélectivité, déterminée à partir des mesures de hauteurs gravées (voir éq. 3.2) par un profilomètre mécanique de type Alphastep, montre que la sélectivité du SU8 par rapport au verre vaut environ 1 (voir fig. 3.12) et reste constante avec la pression appliquée.

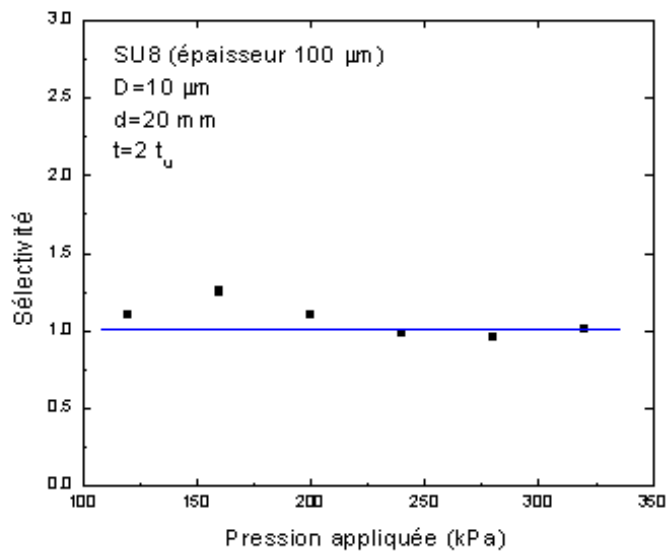


FIG. 3.12: Evolution de la sélectivité du SU8 par rapport au verre en fonction de la pression appliquée ($D=10 \mu\text{m}$, $d=20 \text{ mm}$, $t=2 t_u$).

Cette étude met en évidence que le SU8 se grave à la même vitesse que le verre, ce qui signifie que pour graver 1 mm de verre, il faut au moins 1 mm de SU8.

3.2.4 Limitations du SU8 et conclusions

Comme la sélectivité vaut 1, cela impose une couche de SU8 aussi épaisse que la profondeur souhaitée et donc un dépôt multicouches du SU8 et des temps de polymérisation atteignant plusieurs heures [18]. Par exemple, pour traverser un wafer de 500 μm d'épaisseur, cela nécessite un masque de SU8 de 500 μm , ce qui se traduit par 5 couches de SU8 de 100 μm , et nécessite 5 heures de recuit et de refroidissement ce qui, comparé au temps de sablage nécessaire, est nettement plus important. D'autre part, le SU8 est une résine, qui une fois polymérisée, est particulièrement difficile à retirer [18, 15]. Cependant, il peut servir de moule à un autre élastomère et être ensuite éliminé par microsablage [19].

Tous ces éléments montrent que le SU8 n'est pas adapté pour structurer profondément le verre (facteur d'aspect > 1), et que son retrait n'est pas aisé malgré ses propriétés photosensibles intéressantes. Nous allons donc tester un autre type de matériau, également utilisé comme masque pour le sablage, qui est un élastomère [3, 20, 21, 22].

3.3 Un polymère élastique

Les élastomères, qui sont des polymères possédant des propriétés élastiques, sont aussi utilisés pour structurer le verre par microsablage comme l'atteste la littérature [3, 20, 21, 22]. Ils offrent l'avantage de ne commencer à être érodés, qu'après un certain temps de sablage appelé temps "d'incubation", [20, 22, 23], et de posséder un faible taux d'érosion en incidence normale [20, 24]. Toutefois, tous les élastomères ne résistent pas de la même manière à l'érosion, comme l'atteste la littérature [22].

3.3.1 Procédé

Nous avons choisi d'utiliser un élastomère souvent utilisé dans la réalisation des microsystèmes [25, 26, 19, 27, 28] en raison de ses nombreuses propriétés comme son élasticité ou sa biocompatibilité [30], qui est le PolyDiméthylSiloxane, plus connu sous le nom de PDMS, mais qui n'a pas encore été utilisé pour le microsablage. Le PDMS, de formule $[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_n$ est un élastomère de la famille des polysiloxanes pour lesquels les atomes de

silicium et d'oxygène sont reliés entre eux. Le PDMS offre une transition de température vitreuse (T_g) de l'ordre de $-130\text{ }^\circ\text{C}$, ce qui fait que pour des températures supérieures à celle-ci, il reste élastique, ce qui signifie qu'en pratique, il l'est toujours dans les conditions normales de laboratoire. Il possède aussi de bonnes propriétés diélectriques [29], de bonnes propriétés mécaniques, telle une grande compressibilité et une grande perméabilité aux gaz. Il possède, de plus, une faible tension de surface, est hydrophobe et stable thermiquement [30]. Comme il est aussi non toxique, peu irritant, se structure aisément par moulage et peut polymériser à température ambiante, ce matériau apparaît donc très intéressant pour les microsystemes. Comme nous souhaitons réaliser un masque, sa grande capacité de déformation élastique, sa faible réactivité chimique et sa simplicité de mise en oeuvre, nous apparaissent comme des atouts permettant d'améliorer la technique de microsablage. Nous avons choisi d'utiliser le PDMS Sylgard 184 (Dow Corning), non photosensible, qui se présente sous forme de deux composants à mélanger, une base (l'élastomère proprement dit) et un agent polymérisateur. Les deux composants sont à mélanger dans une proportion respective de 10 :1 en masse et après polymérisation pendant 24 h à température ambiante ou pendant 1 h à $100\text{ }^\circ\text{C}$, on obtient du PDMS élastique [29]. Nous allons étudier le taux d'érosion de ce PDMS pour connaître sa résistance à l'érosion, puis sa sélectivité vis-à-vis du verre pour déterminer si ce matériau constitue un masque potentiel.

3.3.2 Etude du taux d'érosion

Nous avons mesuré, en fonction du temps, le taux d'érosion d'un échantillon rectangulaire composé d'une couche de PDMS d'1 mm d'épaisseur posée sur un support, et il apparaît clairement, contrairement au cas du métal, du verre et du SU8, deux zones dans la courbe (voir fig. 3.13) : une première zone pour laquelle le taux d'érosion est négatif, puis une deuxième pour laquelle il est positif et vaut environ 10^{-2} mg/g , ce qui est bien inférieur à celui du verre et du métal.

Comme d'après la définition du taux d'érosion, le signe dépend de la masse de l'échantillon perdue (voir éq. 3.5), le signe négatif du taux d'érosion traduit le fait que la masse de l'échantillon après gravure est supérieure à la masse initiale.

$$m_{PDMS} = m_{PDMS,initiale} - m_{PDMS,t} \quad (3.5)$$

Cela correspond donc à un apport de matière sur l'échantillon et comme, durant la gravure, on n'ajoute pas de PDMS, cette augmentation de masse peut être attribuée aux particules d'alumine qui se déposent sur l'échantillon ou y pénètrent. A partir d'une certaine durée de gravure (aux environs de 14 -16 t_u), le taux d'érosion devient positif (la masse finale

est inférieure à la masse initiale), ce qui traduit une perte de masse de l'échantillon qui est attribuée au phénomène d'érosion.

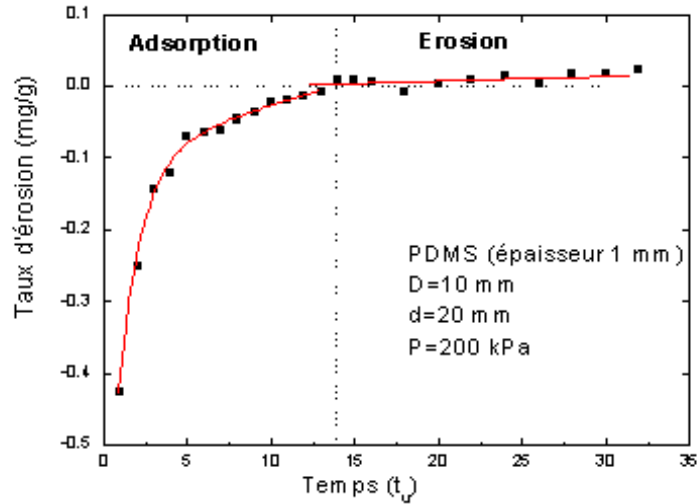


FIG. 3.13: Evolution du taux d'érosion de l'échantillon en fonction du temps de gravure ($D=10 \mu\text{m}$, $P=200$ kPa, $d=20$ mm).

Comme le taux d'érosion représente le rapport entre la masse perdue de sable et celle perdue du matériau, et que la masse de sable augmente linéairement avec le temps, nous avons tracé l'évolution de la masse de l'échantillon en fonction du temps pour mieux interpréter la courbe du taux d'érosion.

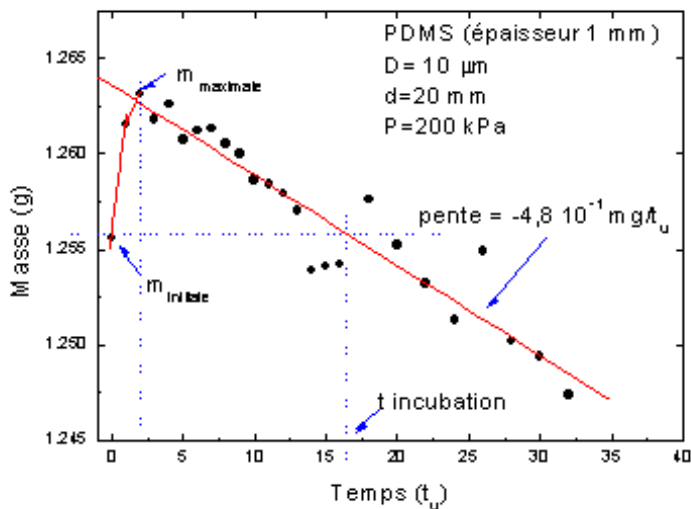


FIG. 3.14: Evolution de la masse de PDMS en fonction du temps de gravure montrant la masse maximale et le temps d'incubation.

L'évolution de la masse de l'échantillon en fonction du temps de gravure (voir fig. 3.14) montre d'abord une augmentation puis ensuite une décroissance linéaire en fonction du temps. On retrouve ici le phénomène "d'incubation" caractéristique des élastomères, qui correspond au fait que l'élastomère ne s'érode pas dès le début du sablage : la masse de l'échantillon augmente, puis ensuite, celle-ci décroît d'abord en restant supérieure à la masse initiale et ensuite en y étant inférieure, traduisant le phénomène d'érosion de l'élastomère. D'après la définition du taux d'érosion, l'érosion débute quand celui-ci est positif, phénomène qui se produit lorsque la masse de l'échantillon est inférieure ou égale à la masse initiale. Cependant, la masse étant comparée à la masse initiale, il existe une période pendant laquelle bien que le taux d'érosion soit négatif, l'érosion a lieu puisque la masse de l'échantillon diminue, c'est le cas entre $3 t_u$ (durée correspondant à la masse maximale) et $16 t_u$ (durée correspondant au moment où la masse redevient égale à la masse initiale). A partir de cette durée de gravure, la masse est inférieure à la masse initiale, ce qui indique que l'érosion de l'élastomère a lieu, ce qui est confirmé par la valeur positive du taux d'érosion (voir fig. 3.13). La détermination précise du temps d'incubation est assez délicate car ce temps correspond au moment où la masse de l'échantillon est inférieure ou égale à la masse initiale, ce qui se produit à $16 t_u$ (voir fig. 3.14) ou lorsque le taux d'érosion devient positif, ce qui se produit à $14 t_u$ (voir fig. 3.13). On en déduit que dans notre cas, le temps d'incubation du PDMS est de l'ordre de $15 t_u$. Cependant, dès que la gravure a débuté, la valeur du taux d'érosion reste relativement constante au cours du temps et est de l'ordre de $1,25 \cdot 10^{-2} \text{ mg/g}$ (voir fig. 3.15) contre $4,2 \text{ mg/g}$ pour le verre, d'où un facteur 336 de différence, ce qui laisse à penser que le PDMS est un bon matériau pour servir de masque (densité PDMS 1,05, densité du verre).

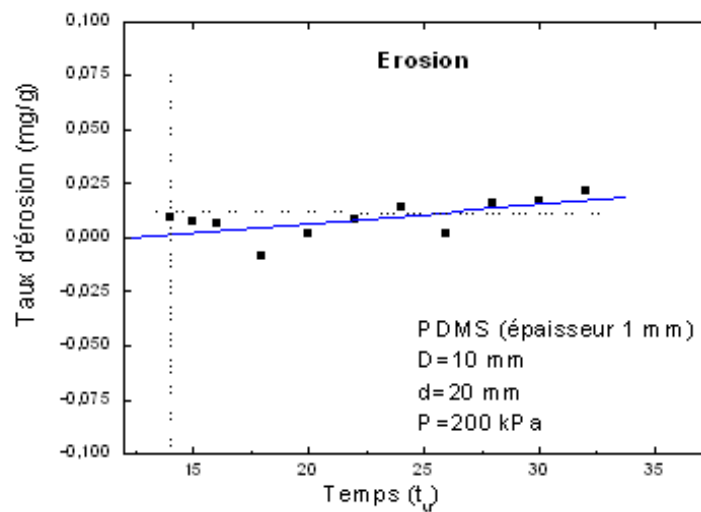


FIG. 3.15: Zoom sur l'évolution du taux d'érosion à partir du moment où celui-ci est positif.

L'observation, au MEB, d'une bande de PDMS sur du verre coupé transversalement, nous permet d'observer plus en détail la surface du PDMS qui est rugueuse et apparaît plus sombre que le PDMS du centre de la bande non exposé au sablage (voir fig. 3.16). Lors de la coupe, un fragment de la partie supérieure de la bande de PDMS s'est déchiré, puis rabattu sur la tranche de PDMS (voir partie cerclée de la fig.3.16 (a)), permettant ainsi l'observation à plus fort grossissement de la surface du PDMS (voir fig.3.16 (b)). La surface du PDMS est plus sombre, a un aspect boursoufflé et est incrustée de particules d'alumine. Cette observation confirme l'absorption de particules d'alumine par le PDMS, mise en évidence par l'augmentation de masse de l'échantillon de PDMS, au début de la gravure. L'épaisseur de cette fine pellicule contenant des particules d'alumine, présente sur les 3 côtés du PDMS exposés au sablage, a été mesurée sur la fig.3.16 (a) et est de $1 \mu\text{m}$. Le suivi de la masse en fonction du temps, d'un échantillon de PDMS, gravé dans les mêmes conditions, nous a permis de mesurer une masse supplémentaire acquise par l'échantillon de $7,4 \text{ mg}$ (voir fig.3.14).

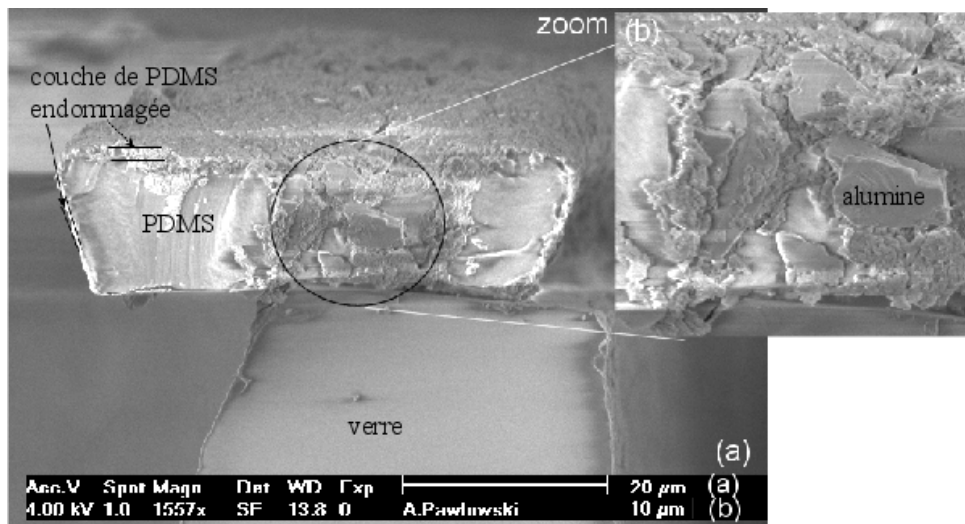


FIG. 3.16: Photo MEB d'une coupe transversale d'une bande de verre surmontée du masque de PDMS épais de $50 \mu\text{m}$ ($D=10 \mu\text{m}$, $P=200 \text{ kPa}$, $d=20 \text{ mm}$, $t=20 t_u$). Durant la coupe, une fine couche du haut du masque s'est rabattue sur la tranche, ce qui permet d'observer des particules d'alumine enfoncées dans le PDMS sur la partie zoomée (b).

En supposant que cette masse supplémentaire provient des particules d'alumine et qu'elle est répartie uniformément sur toute la surface rectangulaire gravée, on peut en déduire le volume correspondant à cette masse et donc la hauteur correspondante connaissant la masse volumique de l'alumine. On trouve, que pour notre surface gravée ($74 \text{ mm} \times 24 \text{ mm}$), cette masse correspond à une épaisseur de $1,1 \mu\text{m}$. La très bonne adéquation entre la mesure faite sur la figure et celle effectuée grâce aux mesures de masse, confirme l'absorption des particules par le PDMS au cours du microsablage, en surface du PDMS.

3.3.3 Etude de la sélectivité

La détermination de la sélectivité du PDMS par rapport au verre à partir du taux d'érosion, (voir fig. 3.17) montre également, comme dans le cas du taux d'érosion, deux zones : une première zone où la sélectivité est négative et décroît linéairement jusqu'à un temps de gravure de $12 t_u$, puis une deuxième, correspondant au moment où la sélectivité devient brusquement positive à partir de $14-16 t_u$, temps qui correspond au temps d'incubation. Le PDMS est érodé et la sélectivité diminue alors linéairement avec le même coefficient que dans la première zone et vaut 100. Comme dans les deux zones, la dépendance linéaire est la même, cela confirme que dès $6 t_u$, l'érosion débute mais celle-ci n'est représentative qu'à partir du temps d'incubation. La forte valeur de la sélectivité nous montre que pour graver 1 mm de verre, une épaisseur de $10 \mu\text{m}$ de PDMS suffirait, ce qui est un atout considérable pour le PDMS.

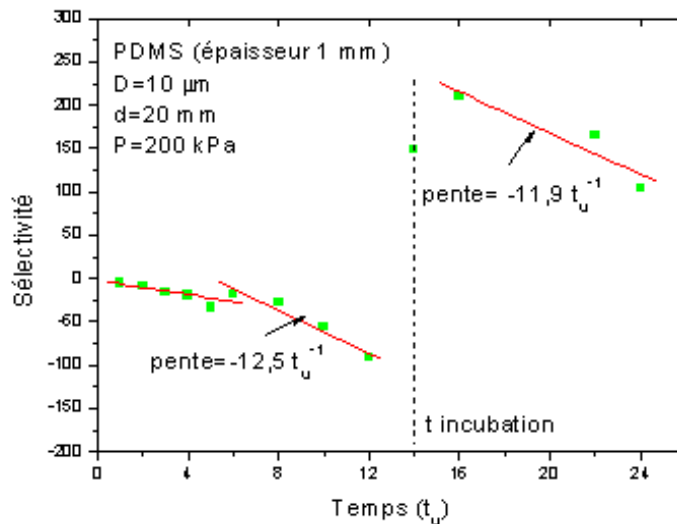


FIG. 3.17: Evolution de la sélectivité du PDMS par rapport au verre en fonction du temps de gravure.

3.3.4 Limitations du PDMS et conclusions

Le PDMS, après cette étude préliminaire apparaît comme un matériau de choix pour servir de masque en raison d'une sélectivité par rapport au verre importante (7 fois plus importante que pour l'acier inoxydable). D'autre part, l'existence d'un temps d'incubation, et d'un taux d'érosion faible ($1,25 \cdot 10^{-2} \text{ mg/g}$) par rapport au verre, donnent des atouts supplémentaires au PDMS. Cependant, la principale limitation du PDMS réside dans sa structuration, qui n'est pas aisée du fait de sa non photosensibilité. Cette limita-

matériau	métal	SU8	PDMS
structuration	ablation laser	photolithographie	moulage
limitation	dimension structure, adhérence	vitesse de gravure, retrait	structuration
sélectivité matériau/verre	15	1	100

TAB. 3.1: Rcapitulatif des paramtres des matriaux tests

tion nous amène à proposer un nouveau procédé de masquage afin d'exploiter les atouts du PDMS.

3.4 Proposition d'un nouveau procédé de masquage

La comparaison des atouts et limitations des différents matériaux étudiés, mis en évidence par l'étude des différentes sélectivités, montre que le PDMS offre la meilleure sélectivité mais n'est pas facilement structurable, car il n'est pas photosensible (voir tab.3.1).

Elle montre aussi que le SU8, photosensible se grave, une fois polymérisé, à la même vitesse que le verre, mais ne peut pas être retiré aisément. Le métal offre une sélectivité intéressante mais ses limitations dimensionnelles et la nécessité de le fixer au substrat sont des inconvénients majeurs pour la réalisation d'un masque simple d'emploi et de haute résolution. Une manière d'améliorer la résolution du microsablage en utilisant le métal a été proposée et consiste à définir sur le substrat des zones par photolithographie, dans lesquelles du cuivre est électrodéposé sur une épaisseur de $50 \mu\text{m}$ [5] (voir l'état de l'art). Cependant, ce masque performant (résolution de $15 \mu\text{m}$) est assez complexe à mettre en oeuvre car l'électrodéposition du cuivre est un procédé délicat et son retrait fait appel à des traitements chimiques complexes, aussi décide-t-on de reprendre l'idée de structuration par photolithographie, déjà présente dans la littérature [25, 19, 26], mais d'utiliser un élastomère à la place du métal.

Les propriétés respectives du PDMS et du SU8, nous amène à proposer un nouveau masque alliant SU8 et PDMS : les propriétés photosensibles du SU8 sont exploitées pour réaliser des structures qui servent à structurer le PDMS par moulage. Le SU8 est ensuite éliminé par gravure à la même vitesse que le verre. Cette association permet donc d'augmenter la résolution du masque tout en lui conférant une résistance et une sélectivité élevées.

3.4.1 Nouveau procédé proposé

Pour réaliser ce nouveau masque, nous avons tout d'abord réalisé un masque de verre et chrome comprenant des structures de deux types (trou ou plot), de différentes formes (ronds, carrés, triangles, canaux), et de dimensions variant de 10 à 400 μm regroupées dans des carrés de 1 cm de côté arrangés selon des lignes et regroupés par quart de wafer pour structurer le SU8 par photolithographie (voir fig. 3.18).

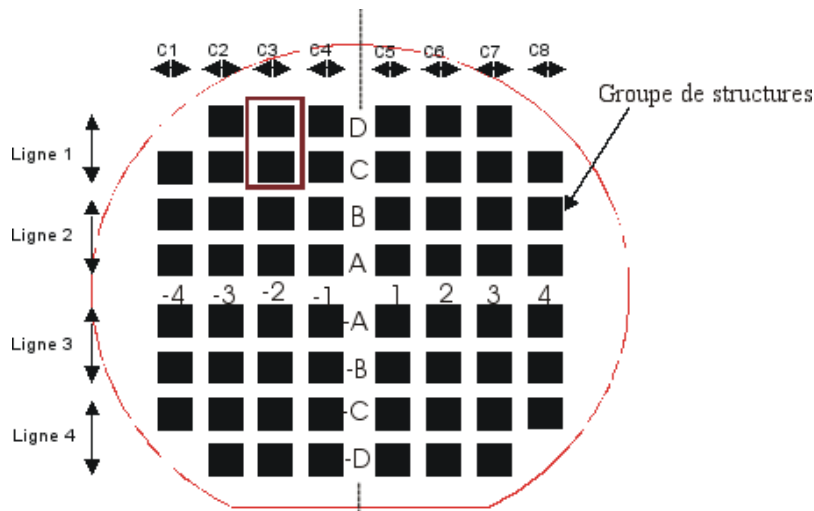


FIG. 3.18: Représentation schématique de la disposition des différentes zones des structures de dimensions variant de 10 à 400 μm sur un wafer de verre de 10 cm de diamètre. La zone encadrée correspond à des structures qui auront les mêmes conditions de sablage et la moitié gauche est le négatif de la partie droite.

La moitié droite du wafer est le négatif de la moitié gauche, à savoir qu'une structure de type trou sur la partie droite sera une structure de type plot sur la partie gauche, comme l'illustre la figure 3.19, qui représente un exemple de structures inverses obtenues après gravure.

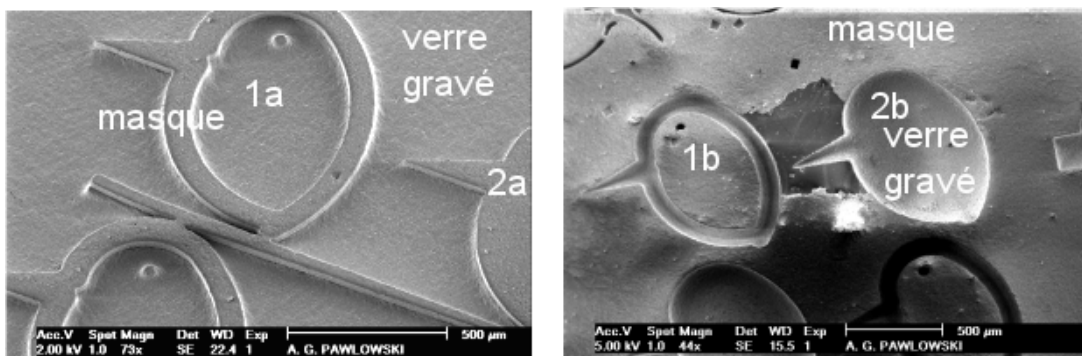


FIG. 3.19: Photos MEB de structures de forme "oiseau" identiques et inverses : la structure de gauche est de type plot alors que celle de droite est de type trou. Les motifs 1a et 2a sont de type plot et 1b et 2b sont de type trou.

Une couche de SU8 d'une épaisseur moyenne de $55 \mu\text{m}$ est déposée (vitesse de rotation de la spinneuse 2000 tours/min)(voir fig : 3.21 (i)), recuite à 65°C pendant 3 min puis à 95°C pendant 6 min [18]. Elle est ensuite exposée aux UV pendant 2 fois 22 s, ce qui correspond à une dose de $440 \text{ mJ}/\text{cm}^2$ puis recuite pour la seconde fois pendant respectivement 1 min et 5 min aux mêmes températures que précédemment (voir fig. 3.21 (ii)) atteintes en utilisant des rampes de température (voir fig. 3.10) [18]. Le SU8 est ensuite développé pendant 2 fois 3 min dans du PGMEA (Propylène Glycol Méthyl Ether Acétate) et rincé à l'isopropanol (voir fig. 3.21 (iii)). Il en résulte des structures de SU8 d'une épaisseur moyenne de $54 \mu\text{m}$, de formes variées (plots en forme de croix, d'hexagones, plots rectangulaires,...) et de dimensions variant de 10 à $200 \mu\text{m}$. Les plots de 10 et $15 \mu\text{m}$ définis sur le masque, sont présents mais couchés (voir fig. 3.20 (a)) probablement à cause d'un manque d'adhérence du SU8 sur le verre. Ce manque d'adhérence peut être attribué à une surface de contact entre le verre et le SU8 trop petite car une croix de $10 \mu\text{m}$ de large et $200 \mu\text{m}$ de long ainsi que des plots rectangulaires de $10 \mu\text{m}$ sont résolus (voir fig.3.20 (b, i)). D'autre part des structures de type plot espacées de 10 ou $15 \mu\text{m}$ sont définies, aussi on en déduit que la résolution du moule en SU8 est, dans notre cas, de $10 \mu\text{m}$. Cette résolution nous convient parfaitement, car nous allons ensuite sabler ces structures avec des particules de dimension moyenne $10 \mu\text{m}$, ce qui implique que la résolution du procédé ne sera pas meilleure que $10 \mu\text{m}$, aussi nous décidons de conserver cette épaisseur de SU8 pour l'appliquer à notre procédé.

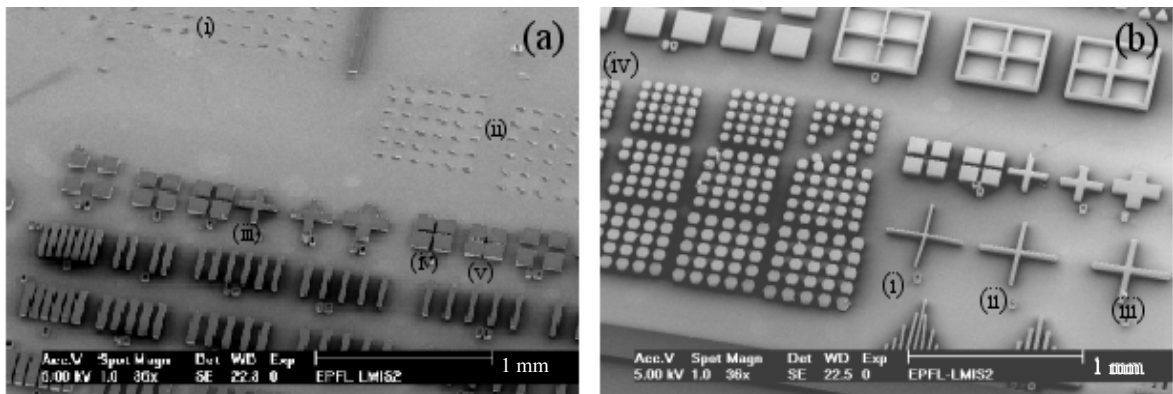


FIG. 3.20: Structures de SU8 de $54 \mu\text{m}$ d'épaisseur avec les largeurs suivantes pour (a) : (i) $10 \mu\text{m}$, (ii) $15 \mu\text{m}$ (iii) $30 \mu\text{m}$, $100 \mu\text{m}$ et (v) $15 \mu\text{m}$ pour (b) : (i) $10 \mu\text{m}$, (ii) $20 \mu\text{m}$, (iii) $30 \mu\text{m}$ (iv) $50 \mu\text{m}$.

Le PDMS liquide visqueux est coulé dans les structures (voir fig.3.21 (iv)) et l'excès est raclé afin qu'il ne reste qu'une couche excessivement fine de PDMS sur le sommet des structures en SU8. Afin d'enlever les bulles d'air, le wafer est ensuite mis sous vide 15 min et cette opération de remplissage suivie d'une mise sous vide est répétée deux fois

afin de bien combler les trous, puis le PDMS est polymérisé à une température de $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ au four pendant 1 h afin de conférer à celui-ci ses propriétés d'élastomère [29]. Le PDMS adopte donc par moulage, la structure inverse de celle en SU8. Le wafer est ensuite gravé (fig. 3.21 (v)) et le masque est retiré par une action mécanique (fig. 3.21 (vi)).

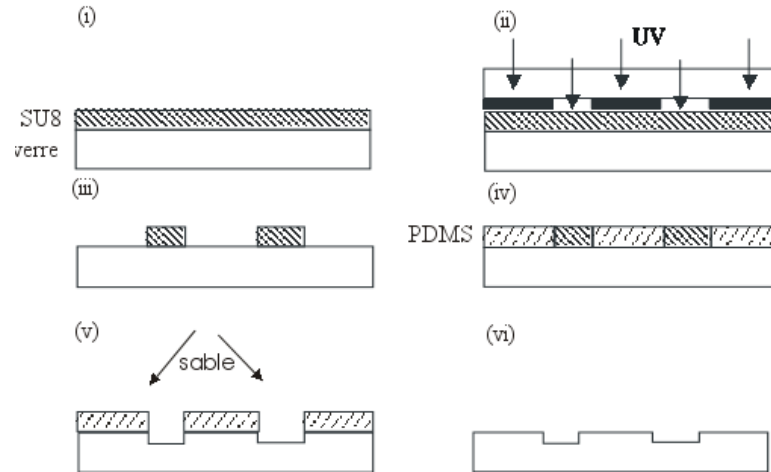


FIG. 3.21: Schéma montrant la réalisation (b) d'un masque PDMS/SU8; (i-iii) Dépôt et structuration du SU8, (iv) Dépôt du PDMS (v) gravure et (vi) retrait du PDMS .

3.4.2 Etude de la sélectivité

Ce nouveau masque est donc composé de deux matériaux : le SU8, destiné à être gravé et le PDMS destiné à protéger le verre. La sélectivité du SU8 par rapport au verre a déjà été déterminée et vaut 1, ce qui l'assimile du point de vue érosif au verre. La sélectivité du PDMS non structuré et épais de 1 mm, a aussi été déterminée et vaut 100.

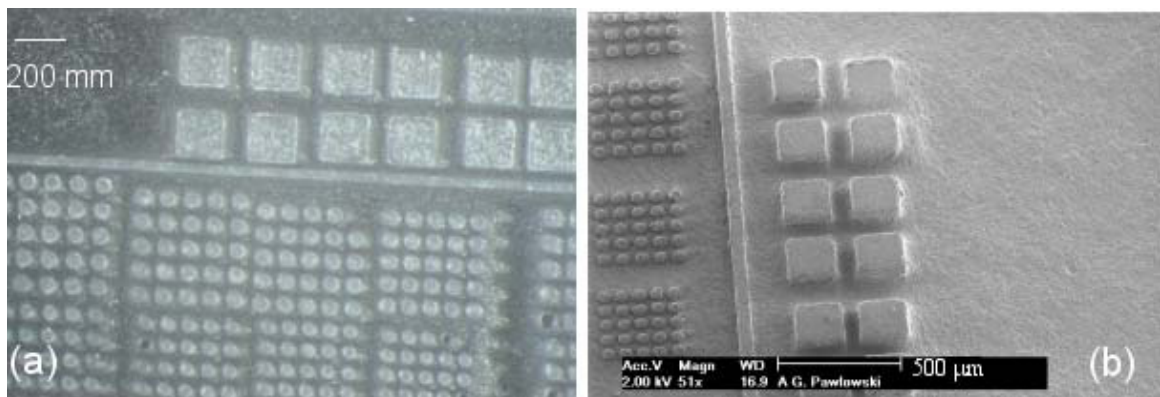


FIG. 3.22: Photos de structures prises (a) au microscope optique et (b) au MEB montrant l'aspect du PDMS après gravure ($P=200\text{ kPa}$, $D=10\text{ }\mu\text{m}$, $t=6\text{ }t_u$).

Pour déterminer la sélectivité du PDMS structuré, nous avons prélevé des échantillons de PDMS larges de $500 \mu\text{m}$, que nous avons observé sur la tranche avant et après gravure, mais comme la surface du PDMS est rugueux et incrusté de particules suite au sablage (voir fig. 3.22), la mesure de la hauteur gravée est délicate. La profondeur de verre gravé a été mesurée dans des canaux larges de $200 \mu\text{m}$ et comprend la hauteur de SU8 initial (qui a servi de moule au PDMS) et la profondeur de verre gravé. Il apparaît que la sélectivité déterminée à partir de ces mesures décroît puis se stabilise à 23 à partir de $14 t_u$ (voir fig. 3.23).

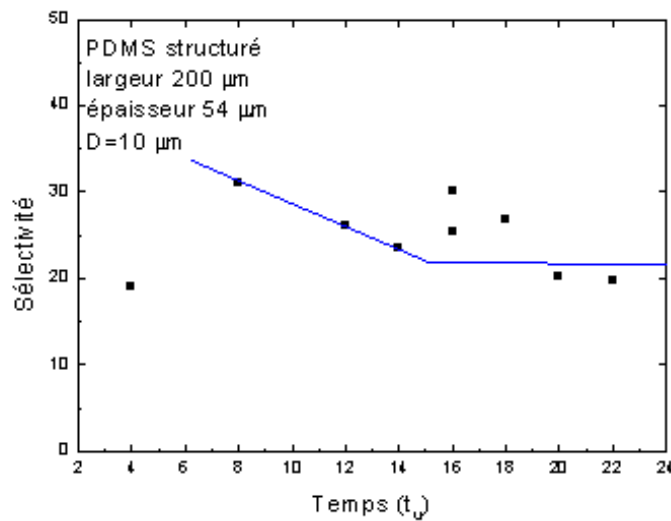


FIG. 3.23: Evolution de la sélectivité du PDMS structuré par rapport au verre en fonction du temps de gravure mesuré à l'aide de bandes de $500 \mu\text{m}$ et des canaux de $200 \mu\text{m}$ de large ($P=200 \text{ kPa}$, $D=10 \mu\text{m}$).

Cette décroissance peut s'expliquer à l'aide du temps d'incubation, qui fait que pendant cette durée, le PDMS ne s'érode pas, ce qui conduit à une sélectivité très élevée (tendant vers l'infini en théorie car la vitesse de gravure du PDMS est nulle). Puis, dès que le phénomène d'érosion est prépondérant, la sélectivité prend une valeur qui reste constante dans le temps car le mécanisme de gravure est indépendant du temps (comme les précédentes études sur le verre nous l'ont confirmé). Toutefois, cette sélectivité dans le cas du PDMS structuré et épais de $55 \mu\text{m}$ est inférieure à celle du PDMS non structuré épais de 1 mm , d'un facteur 4. On peut expliquer cette différence de sélectivité par la différence d'épaisseur de la couche de PDMS, qui induit une résistance à l'érosion différente. En effet, l'épaisseur de la couche du polymère influence la vitesse de polymérisation du PDMS [31, 32] et par conséquent, la manière dont se construit le polymère, ce qui peut modifier ses propriétés élastiques, très fortement liées à la structure du polymère (noeud de réticulation). Il semblerait que plus le polymère est épais et plus la vitesse de

polymérisation est faible, ce qui induit, que pour le même temps de polymérisation, le PDMS épais est moins polymérisé que le fin.

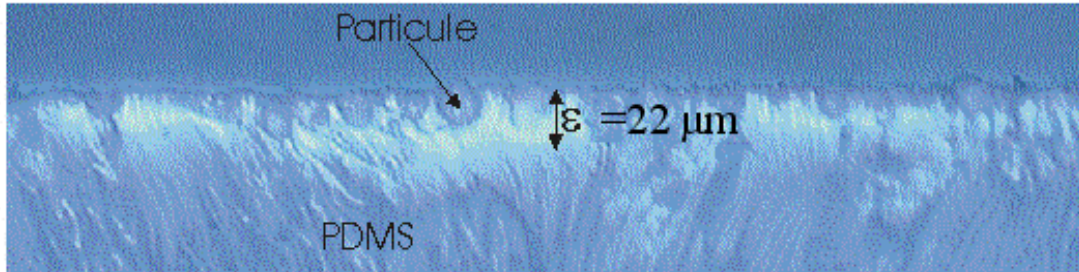


FIG. 3.24: Photo optique d'une coupe d'un échantillon de PDMS épais ($D=10\ \mu\text{m}$, $P=200\ \text{kPa}$, $t=4\ t_u$).

D'autre part, lors de la gravure, des particules se fixent sur sa surface ou s'incrudent dans le PDMS (augmentation de la masse de l'échantillon). L'observation de nombreuses coupes transversales de PDMS épais (gravés avec différents temps de gravure), dont la figure 3.24 est un exemple, confirme le phénomène d'absorption des particules d'alumine et montre la présence d'une zone "affectée" sous la surface gravée, d'une hauteur ε , qui apparaît plus claire que le reste du PDMS. Cette zone "affectée" est probablement due aux impacts des particules qui altèrent ainsi le PDMS sur une épaisseur de l'ordre de $20\ \mu\text{m}$ (voir fig. 3.24) [33, 34], ce qui correspond, selon l'épaisseur du PDMS, à respectivement 38 % pour une épaisseur de $54\ \mu\text{m}$ et à 2 % d'une épaisseur de $1000\ \mu\text{m}$. On peut donc en déduire que l'altération est plus conséquente dans le cas du PDMS fin que dans le cas du PDMS épais. Cette altération peut contribuer à diminuer la résistance du PDMS et par conséquent à diminuer sa sélectivité, qui reste toutefois supérieure à celle du masque métallique de contact, confirmant la pertinence du choix de ce matériau comme masque.

3.4.3 Conclusions

Le PDMS, une fois structuré par l'intermédiaire du SU8 offre toujours une bonne sélectivité (23) malgré une diminution par rapport au PDMS non structuré. Le SU8 apparaît comme un excellent moyen de structurer le PDMS et ainsi de compenser la non photosensibilité du PDMS. Ce masque simple à réaliser, possède donc de bons atouts pour la microstructuration par microsablage, même si la présence de SU8 peut apparaître comme un inconvénient, car il faut d'abord éroder le SU8 avant de pouvoir graver le verre.

3.5 Conclusion

Deux types de matériaux sont utilisés comme masque pour la technique de structuration par microsablage : les métaux et les élastomères. Le masque métallique de contact (épais de 0,5 mm), très utilisé est parfaitement approprié, en association avec des particules de 30 μm , pour des structures larges d'au moins 100 μm . Des structures plus petites, de l'ordre de 50 μm , peuvent être réalisées avec des dimensions de particules plus petites et un masque métallique de contact moins épais, mais on atteint alors les limites de ce masque. Le recours à la photolithographie s'avère nécessaire pour créer, dans le masque des structures de plus petites dimensions, aussi cherche-t-on des matériaux photosensibles et résistants au sablage. La plupart des résines photosensibles ne résistant pas à l'érosion, nous avons décidé d'utiliser une résine epoxy, souvent utilisée pour la réalisation des microsystèmes et connue sous le nom de SU8. Le SU8, photosensible, permet d'amener la résolution du masque à environ 10 μm , mais comme il se grave aussi vite que le verre, il est nécessaire de l'associer à un autre matériau plus résistant (métal sous forme électrodéposée ou élastomère, par exemple). Le SU8, qui est ensuite éliminé par sablage, sert alors à structurer le matériau qui protège le verre, ce qui améliore la résolution du masque.

Nous décidons donc, à partir de ces résultats, d'associer le SU8 au Polydiméthylsiloxane (PDMS), polymère élastique très utilisé en microtechnique car peu toxique et simple d'utilisation. Cet élastomère n'a jamais été utilisé pour le microsablage et n'étant pas photosensible, sa structuration n'est pas aisée. Nous décidons d'utiliser le PDMS commercialisé par Dow Corning (Sylgard 184). Il offre, une fois structuré par moulage, une bonne sélectivité, de l'ordre de 23, qui est plus importante que celle du masque métallique de contact. Associé au SU8, il constitue donc un masque simple à mettre en place, peu coûteux d'une résolution de 10 μm . Cette résolution, associée à des particules de 10 μm offre la possibilité de réaliser des structures de dimensions inférieures à la centaine de microns et d'atteindre une résolution maximale de quelques dizaines de microns.

Ce nouveau masque constitue donc une innovation pour la structuration par microsablage, aussi nous allons, dans la suite de ce document, caractériser le comportement de ce nouveau masque face à l'érosion. Puis nous caractériserons les structures obtenues, en nous concentrant sur l'influence des dimensions de celles-ci sur la gravure et nous déterminerons la résolution maximale du sablage avec ce nouveau masque.

Bibliographie

- [1] I. Finnie, Some reflections on the past and future of erosion, *Wear*, 186-187, 1-10, 1995.
- [2] I. M. Hutchings, Transitions, threshold effects and erosion maps, *Key Engineering Materials*, 71, 75-92, 1992.
- [3] D. -S. Park, M. -W. Cho, H. Lee, W. - S. Cho, Micro-grooving of glass using micro-abrasive jet machining, *Journal of Materials Processing Technology*, 146, 234-240, 2004.
- [4] I. M. Hutchings, R. E. Winter, Particle erosion of ductile metals : a mechanism of material removal, *Wear*, 121-126, 1973.
- [5] H. Wensink, Fabrication of microstructures by powder blasting, Thèse, Université de Twente, NL, 2002.
- [6] E. Belloy, S. Thurre, E. Walkiers, A. Sayah, M. A. M. Gijs, The introduction of powder blasting for sensor and microsystem applications, *Sensors and Actuators*, 84, 330-337, 2000.
- [7] P. J. Slikkerveer, Mechanical etching of glass by powder blasting, Thèse, 1999.
- [8] E. Belloy, A. Sayah, M. A. M. Gijs, Powder blasting for three-dimensional microstructuring of glass, *Sensors and Actuators A*, 86, 231-237, 2000
- [9] M. Madou, *Fundamentals of microfabrication*, CRC Press, 2002.
- [10] L. Dellmann, S. Roth, C. Beuret, L. Paratte, G.-A. Racine, H. Lorenz, M. Despont, P. Renaud, P. Vettiger, N. F. de Rooij, Two steps micromoulding and photopolymer high-aspect ratio structuring for applications in piezoelectric motor components, *Microsystem Technologies*, 4, 147-150, 1998.
- [11] C.-H. Ho, K.-P. Chin, C.-R. Yang, H.-M. Wu, S.-L. Chen, Ultrathick SU-8 mold formation and removal, and its application to the fabrication of LIGA-like micromotors with embedded roots, *Sensors and Actuators A*, 102, 130-138, 2002.

- [12] H. Lorenz, M. Despont, P. Vettiger, P. Renaud, Fabrication of photoplastic high-aspect ratio microparts and micromolds using SU-8 UV resist, *Microsystem Technologies*, 4, 143-146, 1998.
- [13] V. Seidemann, J. Rabe, M. Feldmann, S. Büttgenbach, SU8-micromechanical structures with in situ fabricated movable parts, *Microsystem Technologies*, 8, 348-350, 2002.
- [14] J. M. Shaw, J. D. Delorme, N. C. LaBianca, W. E. Conley, S. J. Holmes, Negative photoresists for optical lithography, *IBM Journal of Research and Development*, 41, 81-94, (1997).
- [15] <http://www.aveclafaux.freeservers.com/SU-8.html>
- [16] T. Kohlmeier, V. Seidemann, S. Büttgenbach, H. H. Gatzert, Application of UV depth lithography and 3-D microforming for high aspect ratio electromagnetic microactuator components, *Microsystem Technologies*, 8, 304-307, 2002.
- [17] Y.-J. Chuang, F.-G. Tseng, W.-K. Lin, Reduction of diffraction effect of UV exposure on SU-8 negative thick photoresist by air gap elimination, *Microsystem Technologies*, 8, 308-313, 2002.
- [18] http://www.microchem.com/products/su_eight.htm
- [19] K. S. Ryu, C. Liu, Precision patterning of PDMS thin films : a new fabrication method and its applications, *Micro Total Analysis Systems*, 1, 112-114, 2002.
- [20] N.-M. Barkoula, J. Karger-Kocsis, Review processes and influencing parameters of the solid particle erosion of polymers and their composites, *Journal of Materials Science* 37, 3807-3820, 2002.
- [21] P. H. Shipway, N. K. Ngao, Microscale abrasive wear of polymeric materials, *Wear*, 255, 742-750, 2003.
- [22] P. J. Slikkerveer, M. H. A. van Dongen, F. J. Touwslager, Erosion of elastomeric protective coatings, *Wear*, 236, 189-198, 1999.
- [23] J. Li, I. M. Hutchings, Resistance of cast polyurethane elastomers to solid particle erosion, *Wear*, 135, 293-303, 1990.
- [24] J. C. Arnold, I. M. Hutchings, A model for the erosive wear of rubber at oblique impact angles, *J. Phys. D : Appl. Phys.*, 25, A222-A229, 1992.
- [25] B.-H. Jo, L. M. Van Lerberghe, K. M. Motsegood, D. J. Beebe, Three-dimensional micro-channel fabrication in polydimethylsiloxane (PDMS) elastomer, *J. Microelectromechanical Syst.*, 9, 76-81, 2000.

-
- [26] U. Kloter, H. Schmid, H. Wolf, B. Michel, D. Juncker, High-resolution patterning and transfert of thin PDMS films : fabrication of hybrid self-sealing 3D microfluidic systems, Proc. of the IEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), 745-748, 2004.
- [27] J. C. Lötters, W. Olthuis, P. H. Veltink, P. Bergveld, The mechanical properties of the rubber elastic polymer polydimethylsiloxane for sensor applications, J. Micromech. Microeng. 7, 145-147, 1997.
- [28] T. Fuji, PDMS-based microfluidic devices for biomedical applications, Microelectronic Engineering, 61-62, 907-914, 2002.
- [29] <http://www.dowcorning.com>
- [30] S. J. Clarson, J. A. Semlyen, Siloxane polymers, Polymer science and technology series.
- [31] T. R. E. Simpson, B. Parbhoo, J. L. Keddie, The dependance of the rate of crosslinking in poly(dimethyl siloxane) on the rate of coatings, Polymer 44, 4829-4838, 2003.
- [32] D. W. Van Krevelen, Properties of polymers, Elsevier Science B. V., 1990.
- [33] J. C. Arnold, I. M. Hutchings, Erosive wear of rubber by solid particles at normal incidence, Wear, 161, 213-221, 1993.
- [34] J. C. Arnold, I. M. Hutchings, The mechanisms of erosion of unfilled elastomers by solid particle impact, Wear, 138, 33-46, 1990.

Chapitre 4

Caractérisation et limites du procédé de microsablage avec le masque PDMS/SU8

Le PDMS, d'après les premiers résultats (taux d'érosion, sélectivité), possède de bonnes propriétés de résistance, aussi nous avons utilisé, pour la première fois, ce nouveau masque de PDMS/SU8 pour le microsablage. Nous avons étudié la résistance de ce masque et l'avons caractérisé en fonction des principaux paramètres expérimentaux. Nous avons ensuite étudié les structures gravées en nous intéressant à l'influence des dimensions des structures sur la gravure, aspect qui, jusqu'à présent, n'a été que peu étudié. Nous avons finalement déterminé la résolution du procédé, en étudiant les facteurs pouvant l'altérer ou la modifier, comme la forme des structures ou leur agencement.

4.1 Etude et caractérisation du masque

Le PDMS ayant une sélectivité élevée (23), nous l'avons structuré sur des wafers que nous avons ensuite gravé. Nous avons testé une grande gamme de pressions, deux épaisseurs de PDMS, deux dimensions de particules pour évaluer la résistance du PDMS vis-à-vis de l'érosion, grâce à l'observation de l'état de surface du verre protégé. Nous avons ensuite observé l'évolution des flancs du PDMS au cours du temps que nous pouvons comparer à l'évolution d'autres élastomères.

4.1.1 Influence de la pression appliquée

Nous avons gravé des structures de différentes dimensions et formes, structurées précédemment dans le masque de $50\ \mu\text{m}$ d'épaisseur, grâce au masque de verre chrome présenté au chapitre 3, avec 4 pressions différentes et pour chacune de ces pressions, le temps de gravure a été progressivement augmenté pour passer de $2\ t_u$ à $16\ t_u$.

Etat de surface du verre

L'observation du verre protégé par le masque montre que celui-ci est altéré après des durées de gravure différentes selon la pression appliquée :

Pour une pression de 440 kPa, dès un temps de gravure de $4\ t_u$ le verre est fortement impacté, alors que pour une pression appliquée de 200 kPa, après une durée de gravure 4 fois plus grande que précédemment, aucune dégradation notable du verre n'est observable. Pour les pressions appliquées de 360 kPa et 280 kPa, les premiers impacts apparaissent après un temps de gravure de $10\ t_u$ et le verre est sérieusement dégradé à partir de respectivement $12\ t_u$ et $14\ t_u$.

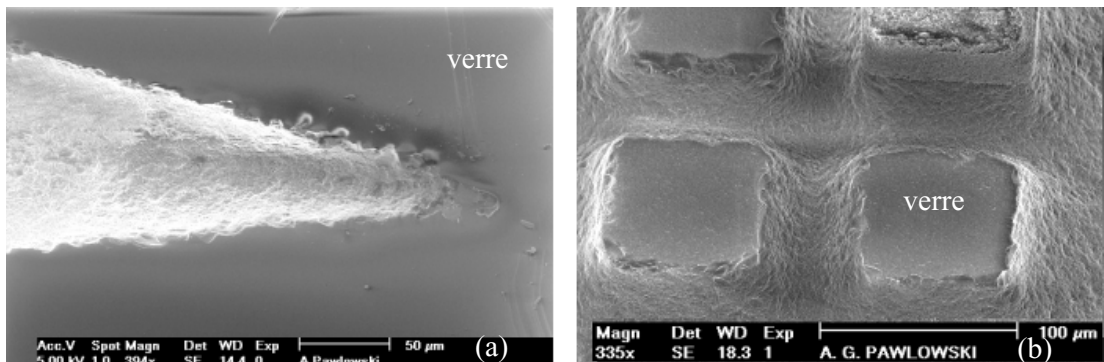


FIG. 4.1: Photos MEB montrant l'état de surface du verre, après retrait du masque en PDMS épais de $50\ \mu\text{m}$, après que l'échantillon ait subi une gravure avec des temps respectifs de (a) $4\ t_u$ et (b) $8\ t_u$ à 200 kPa, avec des particules de $10\ \mu\text{m}$.

De même, pour une pression de 440 kPa, plus aucune structure ne subsiste pour une durée de gravure supérieure à $4\ t_u$ alors que pour les pressions de 280 et 360 kPa, au-delà de respectivement 6 et 8 balayages de la surface, la plupart des structures apparaissent dégradées et les plus petites ont disparu. Toutes ces observations mettent en évidence que, la pression appliquée et la durée de gravure, sont à considérer ensemble, pour évaluer la résistance du masque. Par exemple, la surface du verre protégée par $50\ \mu\text{m}$ de PDMS lorsqu'il est gravé à 200 kPa, apparaît toujours intact pour des durées de gravure de 4

et $8 t_u$ (voir fig. 4.1) alors que pour une pression de 440 kPa, le verre est très impacté après une durée de gravure de $4 t_u$. Comme, nous avons déterminé pour une pression de 200 kPa, un temps d'incubation de $15 t_u$, et que la surface de verre est intact jusqu'à des durées de gravure de $16 t_u$, on peut penser, que si le temps de gravure est inférieur à celui du temps d'incubation, le verre n'est pas affecté. Pour vérifier cette hypothèse, nous allons déterminer pour différentes pressions, le temps d'incubation.

Détermination du temps d'incubation

Pour déterminer le temps d'incubation, nous avons suivi, au cours du temps, la masse d'échantillons de PDMS épais, gravés avec des pressions appliquées différentes et des particules de $10 \mu\text{m}$ (voir fig. 4.2). Il apparaît, que la masse de l'échantillon normalisée (m/m_0), selon la pression appliquée, suit deux comportements différents : pour les pressions élevées (520 kPa et 440 kPa), la masse augmente respectivement jusqu'à $1 t_u$ (voir fig. 4.2 courbe (i)) et $2 t_u$ (voir fig. 4.2 courbe (ii)) puis elle diminue, alors que pour les pressions faibles, (200 et 280 kPa), la masse ne cesse d'augmenter (voir fig. 4.2 courbe (iii)).

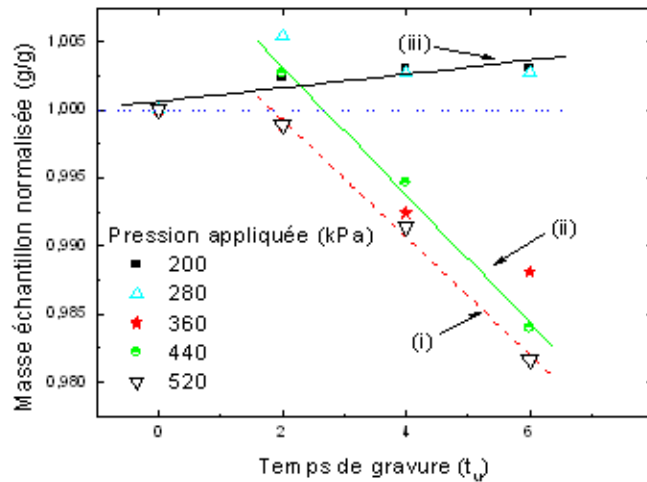


FIG. 4.2: Evolution de la masse normalisée d'un échantillon de PDMS en fonction du temps de gravure et de la pression appliquée ($D=10 \mu\text{m}$).

Comme précédemment, au chapitre 3, nous pouvons en déduire le temps d'incubation, qui est une des caractéristiques des élastomères, cependant pour plus de facilité, nous avons tracé l'évolution de la différence normalisée de la masse de l'échantillon par rapport à la masse initiale de l'échantillon ($(m_0 - m_t)/m_0$). Comme ce rapport s'annule lorsque le temps d'incubation est atteint, on peut ainsi aisément le déterminer. Les résultats

obtenus permettent de tracer l'évolution du temps d'incubation en fonction de la pression appliquée (voir fig. 4.3), et cette évolution montre que le temps d'incubation diminue avec la pression appliquée (le temps d'incubation à 200 kPa a été déterminé au chapitre 3).

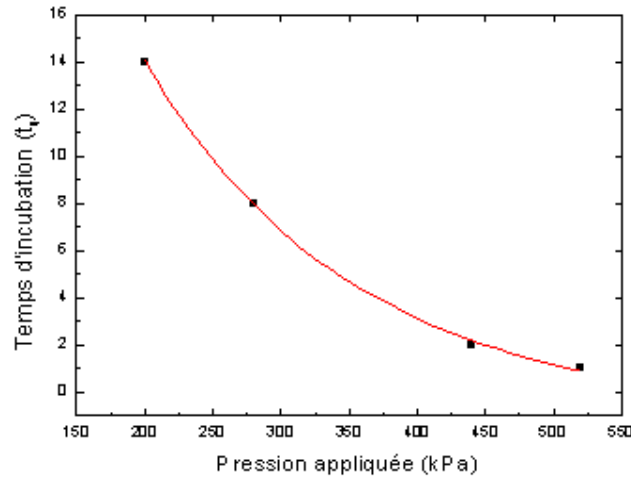


FIG. 4.3: Evolution du temps d'incubation en fonction de la pression appliquée ($D=10 \mu\text{m}$).

On peut ainsi expliquer la destruction de la majorité des structures observées, pour des pressions de 440 kPa ou 360 kPa dès 2 ou 6 balayages de la surface par la buse. En effet, ces durées de gravure sont égales ou supérieures d'un facteur 1,5 aux temps d'incubation (voir fig. 4.3), on en déduit donc que lorsque le temps de gravure est supérieur au temps d'incubation, la dégradation des structures et de l'état de surface du verre, peut être attribuée à l'érosion du masque.

La diminution du temps d'incubation en fonction de la pression appliquée, a pour conséquence de faire débiter plus précocément la gravure du PDMS (le PDMS peut s'éroder quasiment en même temps que le SU8), ce qui fait que le temps d'incubation, qui est un avantage pour les basses pressions (200, 280 kPa) peut devenir un inconvénient pour les hautes pressions (520 kPa ou 440 kPa). On en déduit que le PDMS protège d'autant plus efficacement le verre que le temps d'incubation est important. Pour quantifier la résistance du PDMS, on étudie son taux d'érosion en fonction de la pression appliquée.

Etude du taux d'érosion

L'étude de l'évolution du taux d'érosion en fonction de la pression montre que le taux d'érosion du PDMS augmente linéairement avec la pression (voir fig.4.4), comme dans le cas du verre. L'augmentation est telle, que lorsque la pression appliquée double, le taux

d'érosion double également. Il est à noter que cette courbe a été réalisée pour une durée de gravure de $2 t_u$, durée qui est égale ou supérieure au temps d'incubation du PDMS pour une pression de 440 et 520 kPa, ce qui signifie que seul le PDMS soumis à ces pressions est érodé. Pour les pressions inférieures à 440 kPa, il n'y a pas d'érosion pour cette durée de gravure, c'est pourquoi les valeurs trouvées sont soit nulles soit négatives. Cette figure nous indique donc la valeur du taux d'érosion du PDMS pour les hautes pressions qui est de respectivement 0,2 mg/g et 0,3 mg/g pour des pressions de 440 et 520 kPa, contre 0,01 mg/g, pour une pression de 200 kPa. Le taux d'érosion augmente donc avec la pression appliquée, ce qui augmente la dégradation du PDMS.

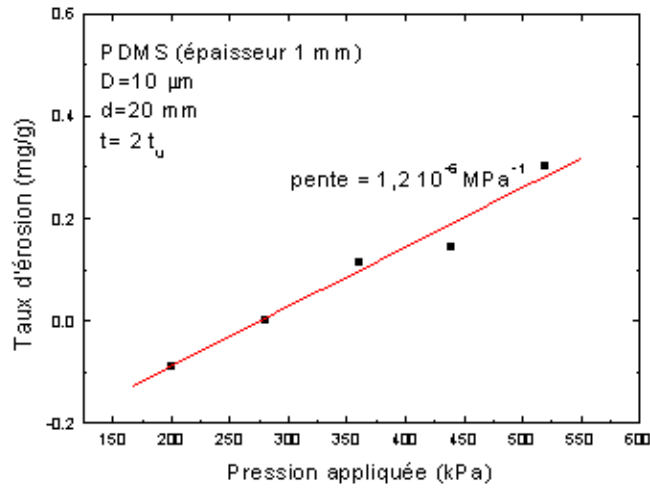


FIG. 4.4: Evolution du taux d'érosion du PDMS en fonction de la pression appliquée.

A partir de ces données et de l'équation 3.4 reliant la sélectivité et les taux d'érosion, on peut connaissant, les taux d'érosion respectifs du verre et du PDMS, déduire la sélectivité pour chaque pression. On se place dans le cas où le verre et le PDMS ont été gravés dans les mêmes conditions (même durée, même pression et même surface totale balayée), ce qui implique que les quantités de sable utilisées sont les mêmes, ce qui simplifie l'équation 3.4 (voir éq. 4.1)

$$S = \frac{Er_v}{Er_{PDMS}} \frac{\rho_{PDMS}}{\rho_v} \quad (4.1)$$

Comme le rapport des masses volumiques est constant et connu ($\rho_v = 2,49$ et $\rho_{PDMS} = 1,05$), la sélectivité, qui est un bon indicateur de la résistance du masque vis-à-vis de l'érosion est proportionnelle au rapport des taux d'érosion. Le taux d'érosion du verre étant, quelle que soit la pression de l'ordre de quelques mg/g, il en résulte que plus le

taux d'érosion du PDMS est bas et plus la sélectivité est élevée. La résistance du masque est donc plus élevée pour les basses pressions. Bien que ce calcul ait été fait pour du PDMS sous forme de couche épaisse, l'évolution sera la même pour le PDMS structuré car précédemment une étude nous a montré que le changement d'épaisseur modifiait la valeur de la sélectivité mais pas son évolution. On en déduit que la sélectivité du PDMS, une fois que l'érosion a débuté, diminue avec la pression appliquée et par conséquent la résistance à l'érosion également. On en conclut que pour que la résistance du PDMS soit suffisante, sa sélectivité doit être importante, ce qui est le cas pour une pression de 200 kPa (sélectivité de 23) mais pas pour une pression de 440 kPa (sélectivité de 2). Les observations de l'état de surface du verre après gravure avec différentes pressions, confirment ces résultats et indiquent que la résistance du masque est suffisante pour une pression de 200 kPa (voir fig.4.1). Il peut aussi convenir pour graver des structures à des pressions de 280 kPa et 360 kPa, mais pendant une durée de gravure courte.

4.1.2 Influence de l'épaisseur du PDMS

Les pressions de 200 et 280 kPa, se révélant être les plus appropriées, nous décidons, pour étudier l'influence de l'épaisseur du PDMS sur la résistance du masque, d'observer l'état de surface du verre protégé par un masque de PDMS de respectivement 30 μm et 50 μm d'épaisseur, après avoir été gravé, pendant la même durée (inférieure au temps d'incubation), aux pressions respectives de 200 et 280 kPa. La figure 4.5 nous montre qu'après avoir subi, pendant la même durée, une gravure à 200 kPa, le verre protégé par 30 μm de PDMS est impacté (voir fig. 4.5 (a)) alors que celui protégé par 50 μm de PDMS est intact (voir fig. 4.5 (b)).

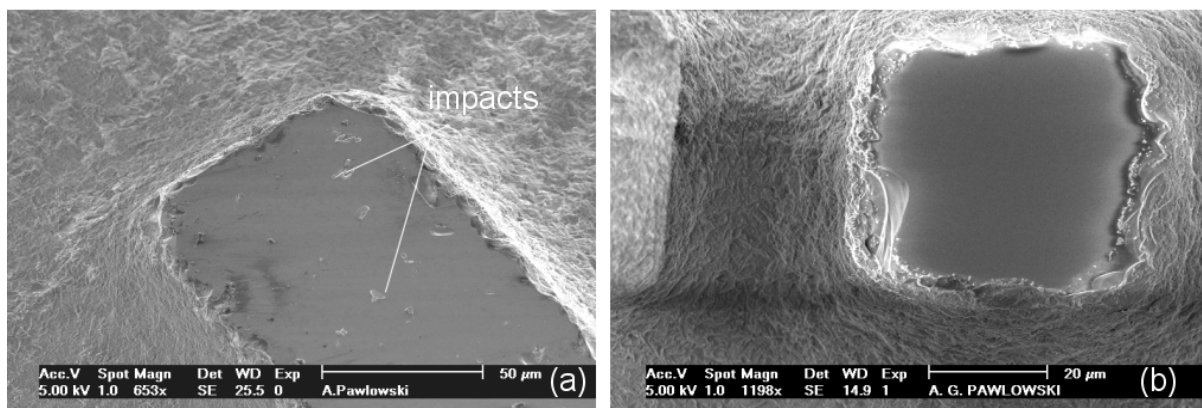


FIG. 4.5: Photos MEB montrant la surface du verre protégée par un masque de PDMS de différentes épaisseurs (a) 30 μm et (b) 50 μm après gravure et retrait du masque ($P=200$ kPa, $D=10$ μm , $t=4 t_u$).

De même, lorsque la pression appliquée est de 280 kPa, le verre protégé par un masque de PDMS de 30 μm est impacté (voir fig. 4.6 (a)) alors que celui protégé par une épaisseur de 50 μm est intact (voir fig. 4.6 (b)).

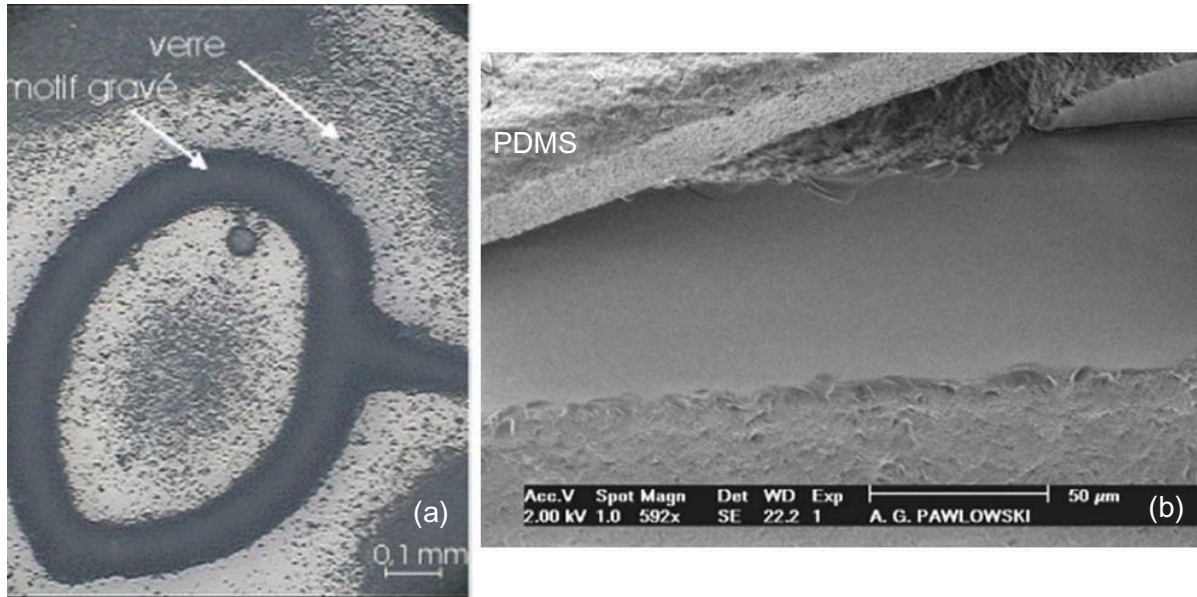


FIG. 4.6: Photos MEB montrant la surface du verre protégée par un masque de PDMS de différentes épaisseurs (a) 30 μm et (b) 50 μm après gravure et retrait du masque ($P=280$ kPa, $D=10$ μm , $t=4 t_u$).

On en conclut qu'une épaisseur de 30 μm de PDMS est insuffisante pour protéger efficacement le verre, aussi bien à 200 kPa qu'à 280 kPa. Dans ce cas, la pression appliquée et les particules étant les mêmes, le facteur influençant la résistance du masque est l'épaisseur de celui-ci. Statistiquement toutes les particules ont la même énergie et les dommages qu'elles créent sont similaires, aussi la dégradation du verre, pour la même pression ne peut pas provenir d'une différence d'énergie des particules, ou d'une érosion précoce du PDMS comme précédemment. On émet l'hypothèse que la dégradation de la surface du verre est ici due, à des déformations mécaniques du PDMS, qui pour une épaisseur de 30 μm sont suffisamment importantes pour impacter le verre. La pression appliquée associée à des particules très énergétiques peuvent déformer suffisamment le PDMS pour le traverser et impacter le verre, comme en témoigne la figure 4.7, qui présente un morceau de particule fiché dans le substrat masqué durant la gravure.

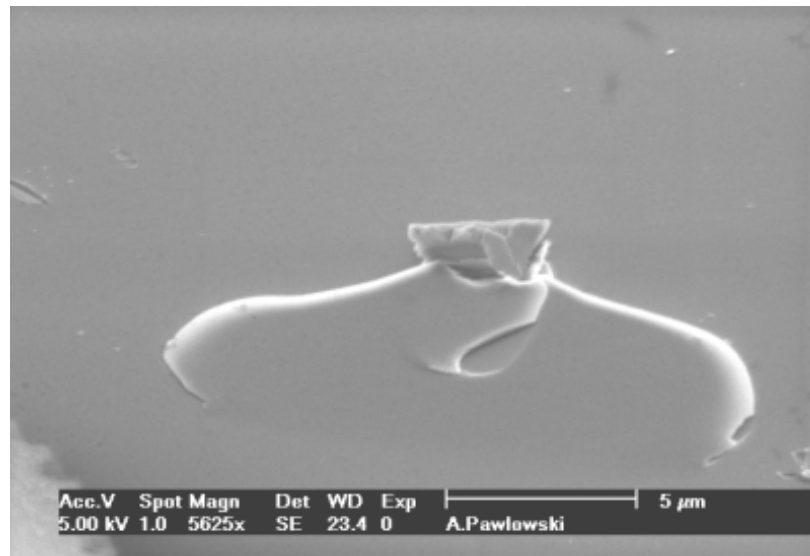


FIG. 4.7: Photo MEB d'un impact de particule, observé, après retrait du masque de PDMS, sur un substrat protégé lors de la gravure. Un fragment de particule de $10\ \mu\text{m}$ apparaît enfoncé dans le substrat ($P=200\ \text{kPa}$).

En revanche, l'augmentation du nombre d'impacts sur la surface peut être attribuée à l'augmentation de pression car ce phénomène s'observe à épaisseur constante lorsque la pression appliquée augmente. En effet, l'augmentation de pression se traduit par une augmentation de la vitesse des particules et donc de leur énergie. Les particules étant plus énergétiques, les déformations qu'elles engendrent sont alors plus importantes et peuvent impacter davantage le verre. D'autre part, la déformation liée à la pression étant plus importante, le nombre de particules pouvant impacter la surface aussi.

On peut aussi relier l'état de surface du verre à la proportion de la hauteur de la zone "altérée" (observée sur du PDMS épais au chapitre 3) par rapport à l'épaisseur du masque, car pour les deux pressions ($P=200$ et $280\ \text{kPa}$) et les deux épaisseurs (30 et $50\ \mu\text{m}$), lorsque le verre est impacté, la zone "altérée", d'une épaisseur de l'ordre d'une vingtaine de microns, représente $66\ \%$ de l'épaisseur du masque alors que lorsque la surface est intacte, cette zone altérée ne représente que $40\ \%$ de l'épaisseur totale du masque. On en déduit donc qu'une épaisseur minimale d'au moins le double de la zone "altérée" (zone endommagée par les chocs des particules) est nécessaire pour protéger efficacement le verre, soit dans notre cas une épaisseur de $40\ \mu\text{m}$.

4.1.3 Influence de la dimension des particules

L'observation d'une surface de verre protégée par un masque de PDMS épais de $50\ \mu\text{m}$ et soumise au sablage avec la même pression et des particules de respectivement $10\ \mu\text{m}$ et $30\ \mu\text{m}$ apparaît dans le premier cas intact (voir fig. 4.8 (a)) alors que dans le second, il apparaît fortement impacté (voir fig. 4.8 (b)).

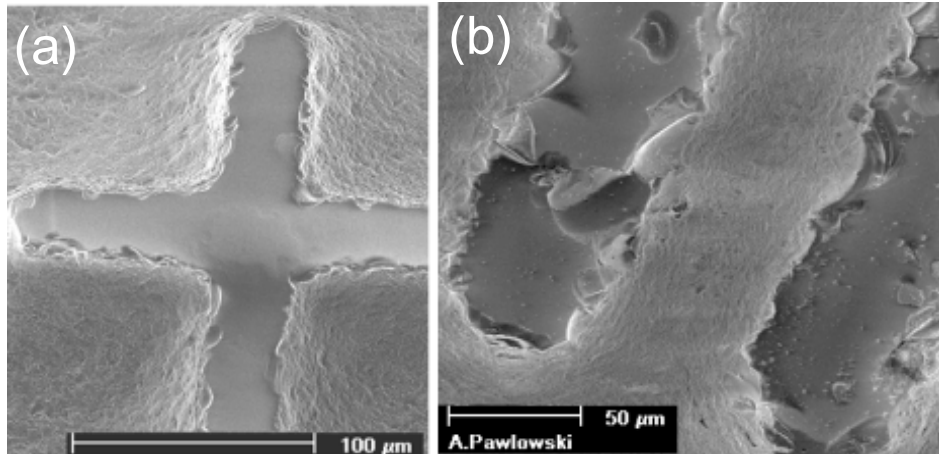


FIG. 4.8: Photos MEB de structures protégées par $50\ \mu\text{m}$ de PDMS et gravées avec respectivement des particules de (a) $10\ \mu\text{m}$ et (b) $30\ \mu\text{m}$ ($t=8\ t_u$, $P=200\ \text{kPa}$).

Comme précédemment, on peut relier ces impacts à l'énergie des particules, car à pression égale des particules de $30\ \mu\text{m}$ possèdent une énergie plus importante que celles de $10\ \mu\text{m}$. Les particules de $30\ \mu\text{m}$ peuvent donc déformer davantage le PDMS et de manière suffisante pour impacter le verre. En effet, d'après les mesures de vitesses des particules, les particules de $30\ \mu\text{m}$ ont une vitesse inférieure à celle des particules de $10\ \mu\text{m}$ [1], mais leur masse étant plus importante, leur énergie est globalement plus importante d'un facteur 16. Cette augmentation d'énergie correspondrait à une multiplication de la vitesse des particules par un facteur 4, ce qui, correspondrait soit à une très forte augmentation de la pression soit à une diminution de la distance buse substrat. Compte tenu de nos conditions expérimentales, cela nous est impossible avec des particules de $10\ \mu\text{m}$. Il ressort donc, que pour une pression donnée, l'augmentation de dimension des particules augmente considérablement l'énergie des particules et cela affecte très fortement la résistance du PDMS. Le PDMS est donc adapté comme masque, pour du microsablage avec des particules de $10\ \mu\text{m}$.

4.1.4 Influence du temps de gravure

Etat de surface du verre

Comme nous l'avons déjà évoqué, le temps de gravure est un paramètre à prendre en compte dans la résistance du masque, qui doit être inférieur au temps d'incubation pour que la sélectivité soit importante. Pour une pression de 200 kPa, le temps d'incubation étant de $15 t_u$, la sélectivité est importante et la résistance du masque aussi. Cependant, après 22 balayages de la surface par le jet, on observe quelques impacts sur le verre (voir fig. 4.9). En effet, l'observation attentive de l'état du verre de bandes larges de $50 \mu\text{m}$ et espacées de canaux de $50 \mu\text{m}$ montre quelques tâches claires qui correspondent à des impacts (voir fig. 4.9 (a) et (d) qui est un agrandissement d'une de ces zones claires). Comme des bandes, de même dimension, apparaissent intactes après 20 balayages (voir fig. 4.9 (d)), on en déduit que cette durée de 22 balayages constitue la limite de résistance du masque de PDMS de $50 \mu\text{m}$ d'épaisseur pour une pression de 200 kPa.

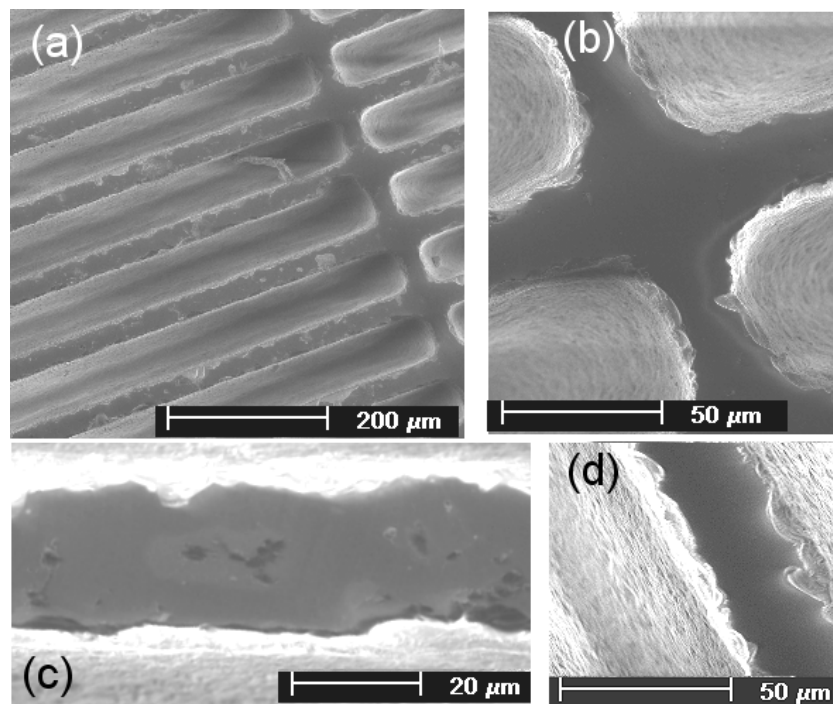


FIG. 4.9: Photos MEB de l'état de surface du verre protégé par un masque de PDMS de $50 \mu\text{m}$ d'épaisseur : structures larges (a, c) de $50 \mu\text{m}$ et (b) de $100 \mu\text{m}$ espacées de $50 \mu\text{m}$ ($t=22 t_u$, $D=10 \mu\text{m}$, $P=200 \text{ kPa}$), (d) structure large de $50 \mu\text{m}$ espacée de $50 \mu\text{m}$ ($t=20 t_u$, $D=10 \mu\text{m}$, $P=200 \text{ kPa}$).

Toutefois, la surface du verre d'une bande deux fois plus large que précédemment également espacée de canaux de $50 \mu\text{m}$, et gravée pendant $20 t_u$ apparaît intacte, ce qui

semble indiquer que, dans une certaine mesure, la dimension de la structure influence la résistance du masque (voir fig. 4.9 (b)). Il ressort de ces observations, que le PDMS résiste bien à la gravure normale à 200 kPa, pour une durée de gravure, pouvant atteindre 1,5 fois le temps d'incubation. Pour cette pression, l'érosion du PDMS est assez faible et une épaisseur de 50 μm est suffisante pour que, au cours du temps, sa diminution ne soit pas trop importante. Les déformations, dues à l'énergie des particules et à la pression appliquée, ne peuvent atteindre la surface du verre qu'après un temps de gravure très long. Cependant, il serait intéressant d'étudier l'évolution des flancs du PDMS, pour évaluer l'impact de la gravure latérale sur le PDMS.

Evolution des flancs du PDMS en fonction du temps

L'étude du profil du masque constitue un complément à l'étude de la sélectivité, car l'évolution du profil est significative de la gravure latérale du PDMS, qui peut avoir un impact sur la résolution des structures gravées. Comme le PDMS est structuré par moulage dans des structures en SU8, le profil initial du PDMS est similaire à celui du SU8, qui est d'après la fig. 4.10 (a) quasi vertical.

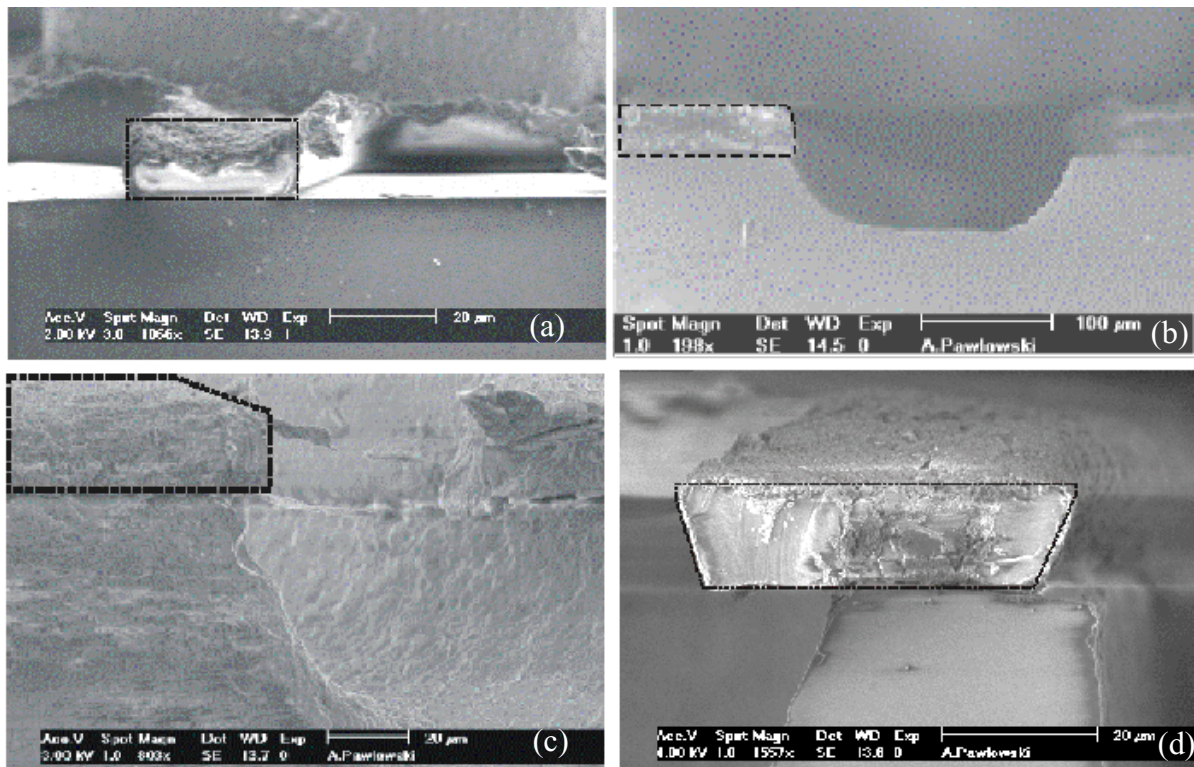


FIG. 4.10: Photos MEB montrant (a) le profil du SU8 gravé pendant 4 t_u , puis (b-d) l'évolution des flancs du PDMS en fonction du temps car (b) est gravé pendant 4 t_u , (c) pendant 10 t_u et (d) pendant 20 t_u ($P=200$ kPa, $D=10$ μm).

Le profil évolue ensuite en fonction du temps de gravure : le profil reste quasi vertical pendant un certain temps (voir fig. 4.10 (b)) et a une forme rectangulaire (voir la surimposition du rectangle sur la figure). Le profil s'arrondit ensuite par le sommet (voir fig. 4.10 (c)) et après un important temps de gravure, le profil prend une forme plus trapézoïdale (voir fig. 4.10 (d)). Ces observations, effectuées sur des coupes d'échantillons peuvent être entachées d'erreur, car le PDMS étant élastique, il peut se déformer lors de la coupe ou se translater (voir fig. 4.10 (d)). Néanmoins, ces observations montrent que, contrairement à d'autres élastomères, comme l'Ordyl, dont le comportement a été étudié dans la littérature [2], le flanc ne s'arrondit pas au cours de la gravure. L'évolution des flancs du PDMS se rapproche de celle des flancs de l'élastomère LF55GN, lui aussi étudié [2] et qui offre une bonne sélectivité, mais qui de part sa forte viscosité, ne permet pas de réaliser des structures de l'ordre de $20 \mu\text{m}$ de large [3, 4].

A partir des observations réalisées sur de nombreux profils et dont la figure 4.10 est représentative, on a essayé d'expliquer l'évolution du profil du PDMS en fonction du temps de gravure (voir fig. 4.11) :

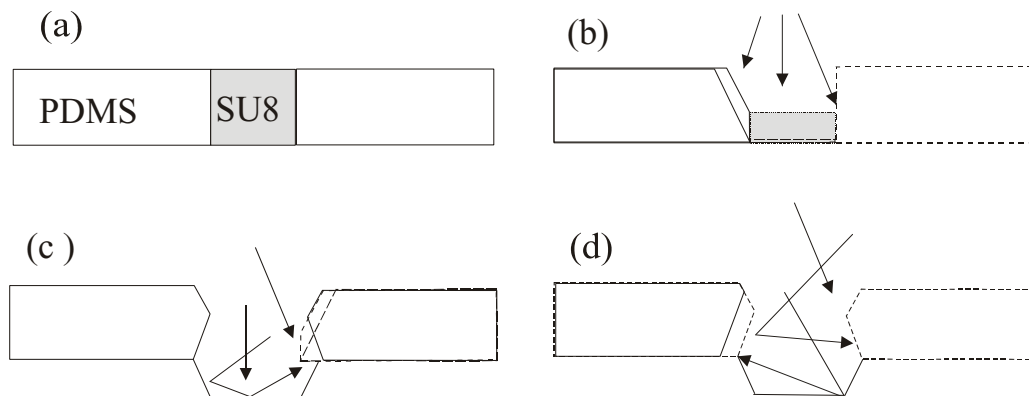


FIG. 4.11: Evolution du profil du PDMS en fonction du temps de gravure (a) SU8 et PDMS initial (b) le profil s'érode sous l'effet des particules incidentes, (c) érosion du PDMS à cause des particules secondaires (d) gravure du PDMS par les rebonds des particules par le dessous.

(a) initialement les profils du SU8 et du PDMS sont identiques (la partie grisée symbolisant le SU8).

(b) lorsque la gravure débute, les particules gravent aussi bien le SU8 que le PDMS, ce qui entraîne l'arrondissement du sommet du profil.

(c) lorsque la profondeur de la cavité créée est suffisante, alors les rebonds des particules sur les parois entraînent une érosion du masque en PDMS par le dessous qui vient s'ajouter à la précédente.

(d) la gravure sous le masque, due aux rebonds des particules, lorsqu'elle se poursuit conduit à la forme du profil en forme de trapèze.

L'évolution du profil du PDMS apparaît donc liée à celle d'un trou en fonction du temps, qui fait intervenir les particules primaires puis secondaires et qui a été modélisée dans la littérature. Cette assertion semble être confirmée par l'observation de flancs de PDMS au MEB après gravure. La figure 4.12, montre qu'après gravure, la surface du PDMS apparaît altérée car on observe sur le dessus des "boursoufflures", témoins des dommages provoqués par la gravure et sur les flancs des sillons. De tels dommages peuvent être rapprochés de certains dommages observés sur des élastomères et rapportés dans la littérature [5, 6, 7, 8, 9]. Les sillons notamment, peuvent être interprétés comme la conséquence d'une érosion par des particules ayant une incidence oblique alors que les trous sont plus caractéristiques d'une érosion normale. L'érosion sous incidence oblique peut donc provenir des particules secondaires, provenant des rebonds des particules sur les flancs de la structure. Néanmoins, une observation plus systématique des flancs du PDMS serait nécessaire pour vérifier cette hypothèse.

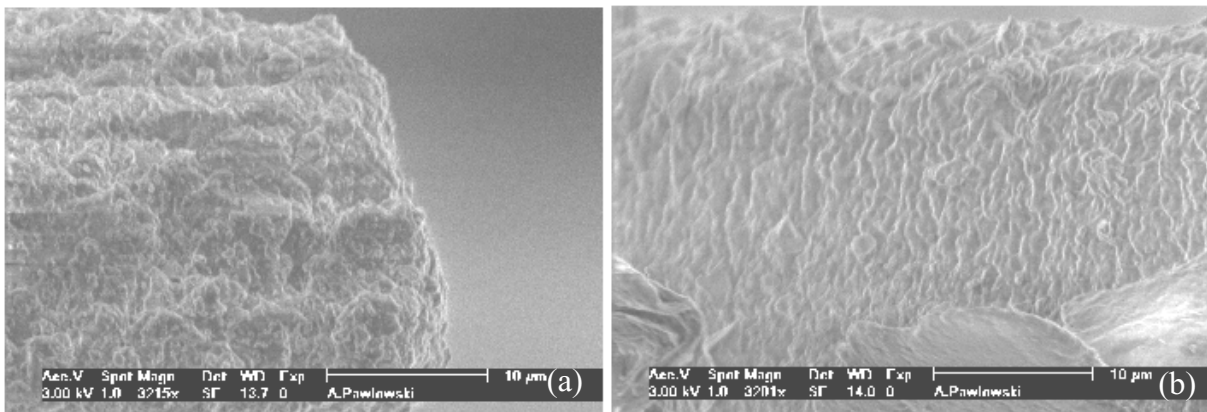


FIG. 4.12: Photo MEB montrant l'état de surface du PDMS structuré (a) vue sur le dessus et (b) vue sur les flancs ($P=200$ kPa, $t=10 t_u$, $D=10 \mu\text{m}$).

Le PDMS présente donc une bonne résistance à l'érosion latérale, ce qui constitue un atout pour la limitation de la sous-gravure et donc pour le contrôle des dimensions des structures gravées.

4.1.5 Conclusions

L'état de surface du verre apparaît comme un bon indicateur de la résistance du masque en PDMS structuré par le SU8. L'observation de l'état de surface du verre, montre

que selon la pression appliquée et le temps de gravure, l'état du verre peut être altéré ou intact. Le taux d'érosion du PDMS qui augmente avec la pression, et le temps d'incubation qui diminue en fonction de la pression appliquée, permettent de relier ces observations de la surface du verre à la résistance du PDMS, qui diminue avec la pression appliquée. En effet, tant que la durée de gravure est inférieure au temps d'incubation, alors la sélectivité est infinie. Le PDMS est très résistant et la surface du verre est intact. Mais dès que la durée de gravure est supérieure au temps d'incubation, l'érosion du PDMS a lieu et la sélectivité prend une valeur finie, et le verre peut être impacté. Cependant, l'altération du verre est rapidement atteinte et observée pour des pressions élevées alors que pour des pressions basses, le temps d'incubation étant élevé, la durée de gravure doit être plus importante pour dégrader le verre. Dans ce cas, la dégradation du verre, peut être attribuée aux impacts causés par les particules. D'autre part, il apparaît qu'à pression et durée de gravure égales, le verre peut être dégradé selon l'épaisseur du PDMS, montrant qu'une épaisseur minimale est nécessaire pour protéger le verre. Lorsque cette épaisseur est insuffisante, alors les déformations liées aux impacts des particules ou à la pression, sont suffisantes pour impacter le verre. Si l'énergie des particules est plus importante du fait d'une augmentation de pression ou du fait d'une augmentation de dimension, alors ce phénomène est amplifié.

La dégradation du verre sous le masque peut donc s'expliquer de deux façons :

- soit le PDMS est érodé plus précocément et plus fortement en raison de l'augmentation de pression,
- soit en raison de la pression appliquée, les déformations dues aux impacts des particules énergétiques et de la pression, sont suffisantes pour impacter le verre,

Une combinaison des deux phénomènes est également possible.

Le masque de PDMS est suffisamment résistant à la gravure pour une pression de 200 kPa, la sélectivité vaut alors 23 et l'épaisseur minimale est de 50 μm . La dimension des particules la plus adaptée est 10 μm . Par ailleurs, le fait que les flancs du PDMS s'altèrent peu avec le temps de gravure, traduit une érosion latérale du PDMS faible et constitue un avantage pour ce masque.

4.2 Etude de la gravure

Nous avons étudié la gravure des structures obtenues avec ce nouveau procédé de masquage, en mettant en évidence l'influence des dimensions des structures sur la profondeur gravée. Pour ce faire, nous avons d'abord étudié l'évolution de la profondeur gravée en fonction du temps de gravure, puis l'évolution de la profondeur en fonction de la largeur des structures. Nous nous sommes intéressés aussi bien à la gravure normale, responsable de la profondeur gravée, qu'à la gravure latérale responsable de la sous-gravure afin de quantifier l'influence des dimensions des structures sur la gravure (celle-ci a déjà été observée mais pas quantifiée).

4.2.1 En fonction du temps de gravure

L'observation de coupes de canaux confirme l'évolution typique de la forme du profil obtenu par microsablage, qui a été modélisée [10, 1] : le profil en forme de U obtenu après un temps de gravure court (voir fig. 4.13 (a)) prend une forme de V, lorsque le temps de gravure augmente (voir fig. 4.13 (b)).

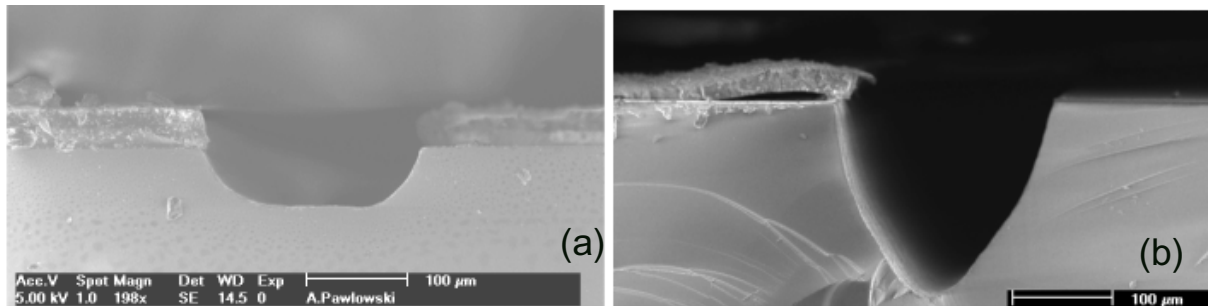


FIG. 4.13: Photos MEB de coupes transversales de canaux larges de $200 \mu\text{m}$ gravés pendant (a) $4 t_u$ et (b) $16 t_u$ ($P=200 \text{ kPa}$, $D=10 \mu\text{m}$).

La mesure du profil d'un canal de $200 \mu\text{m}$ de large, par interférométrie optique après différents temps de gravure, confirme cette évolution (voir fig. 4.14). La forme du canal évolue vers la forme en V, montrant que le SU8 ne perturbe pas l'évolution du profil. L'établissement de ces profils permet des mesures précises de la profondeur de la structure (voir fig. 4.14), qui seront utilisées pour la suite de l'étude. Cependant pour les durées de gravure concernées, le profil ne prend pas encore la forme de "tétine" caractéristique du procédé de microsablage, qu'il acquiert lorsque la durée de gravure est plus importante [10, 1].

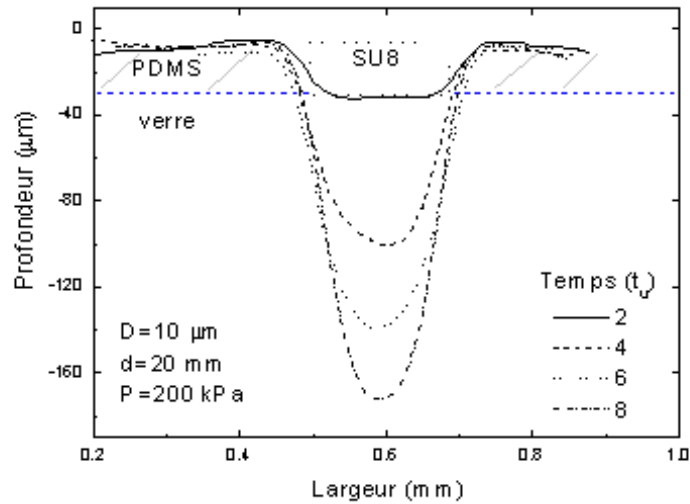


FIG. 4.14: Evolution dans le temps du profil d'un canal de 200 μm de large mesuré par interférométrie optique ($P=200$ kPa, $D=10$ μm).

La mesure de la profondeur de canaux de différentes largeurs effectuée, après des durées de gravure croissantes, montre que la profondeur gravée augmente lorsque le temps de gravure augmente (voir fig. 4.15). Cependant, à durée de gravure égale, la profondeur est différente pour les 4 largeurs de canaux étudiées, ce qui induit une dépendance entre la profondeur gravée et la largeur de la structure. La profondeur augmente linéairement avec le temps de gravure, mais de manière différente selon la dimension : ainsi la profondeur d'un canal de 200 μm de large vaut 150 μm alors que celle d'un canal de 50 μm de large, n'en vaut que 100 μm (voir fig. 4.15).

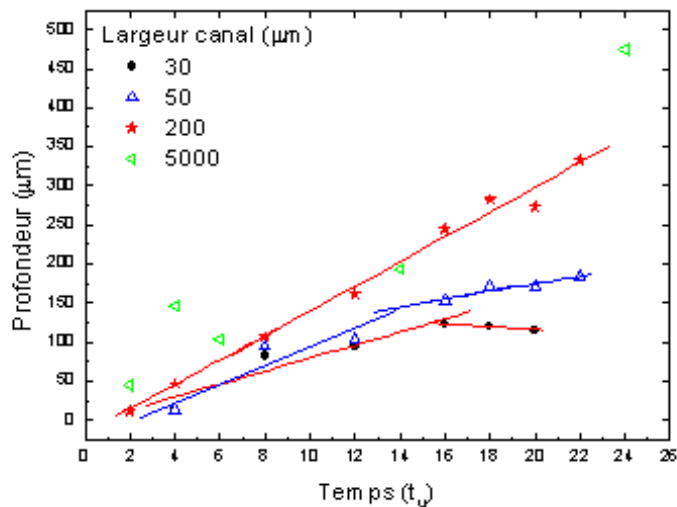


FIG. 4.15: Evolution de la profondeur gravée en fonction du temps de gravure pour différentes largeurs de canal ($P=200$ kPa, $D=10$ μm).

Cette différence de profondeur, pour une même durée de gravure, peut être attribuée à la dimension du canal qui semble influencer la vitesse de gravure. Toutefois, comme les profondeurs mesurées pour une grande surface gravée (canal large de 5 mm), appartiennent à la même courbe que celle issue des mesures de profondeur d'un canal de $200\ \mu\text{m}$ de large, cela montre que pour des structures de largeur supérieure à $200\ \mu\text{m}$, la vitesse de gravure devient indépendante de la dimension. La profondeur, proportionnelle au temps de gravure, montre que pour ces structures, la vitesse de gravure est constante. En revanche, pour des canaux de $30\ \mu\text{m}$ et $50\ \mu\text{m}$ de large, la profondeur est tributaire de la largeur, car, à partir d'une certaine durée de gravure, elle augmente plus faiblement ou tend à diminuer (voir fig. 4.15). On peut rapprocher cette baisse de la vitesse de gravure, de l'évolution du profil d'une structure en fonction du temps, qui en raison des rebonds des particules sur les bords de la structure, évolue vers une forme en tétine, ce qui a pour conséquence de limiter la gravure normale et donc la vitesse de gravure. On en déduit que la profondeur gravée est proportionnelle au temps de gravure mais que la vitesse de gravure est liée à la largeur des structures. La vitesse de gravure est constante en fonction du temps, mais elle peut être limitée et réduite si la structure possède une largeur inférieure à $200\ \mu\text{m}$.

4.2.2 En fonction des dimensions des structures

Nous allons maintenant étudier l'influence de la dimension des structures sur la gravure, car l'observation de profils de canaux de largeurs différentes, gravés dans les mêmes conditions, montre que ces canaux présentent des profondeurs différentes : ceux larges de respectivement $30\ \mu\text{m}$, $40\ \mu\text{m}$ et $50\ \mu\text{m}$ apparaissent profonds de $30\ \mu\text{m}$, $40\ \mu\text{m}$ et $50\ \mu\text{m}$ (voir fig. 4.16).

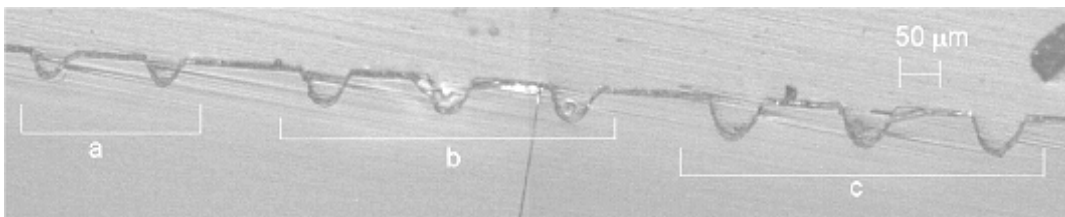


FIG. 4.16: Coupes transversales de canaux de respectivement de (a) $30\ \mu\text{m}$, (b) $40\ \mu\text{m}$, (c) $50\ \mu\text{m}$ ($D=10\ \mu\text{m}$ $P=280\ \text{kPa}$, $t=4\ t_u$) observées par microscopie optique après polissage.

Ce phénomène a déjà été observé pour des particules de dimensions plus importantes [10, 1] et il a été montré que la différence de profondeur entre un canal de petite largeur et une grande surface diminue lorsque la dimension des particules utilisées diminue [1]. Il

est à noter, que les coupes transverses de la fig. 4.16, qui ont été polies (selon la méthode du tripode) après avoir été préalablement enrobées dans de la glue, pour en préserver le profil, montrent que tout le SU8 a été érodé car le verre apparaît gravé. Nous avons étudié l'évolution de la profondeur gravée et l'évolution de la sous-gravure (gravure latérale) en fonction de la dimension du canal. Ces résultats, pourront par la suite être utilisés pour l'agencement des structures.

Etude de la profondeur gravée

Afin de vérifier et de quantifier ce phénomène, nous avons mesuré de façon systématique, au microscope optique la profondeur de nombreuses structures de type canal de largeurs différentes et après avoir moyenné les résultats, nous les avons regroupés sur la figure 4.17. Ces mesures de profondeur prennent en compte l'épaisseur initiale moyenne de SU8 ($54 \mu\text{m}$) qui recouvre les motifs à graver, car il s'agit du premier matériau à être exposé au sablage. Comme ces deux matériaux s'érodent à la même vitesse (sélectivité de 1), le SU8 peut être assimilé à du verre, ce qui permet d'ajouter la hauteur initiale de SU8 à celle mesurée de verre gravé.

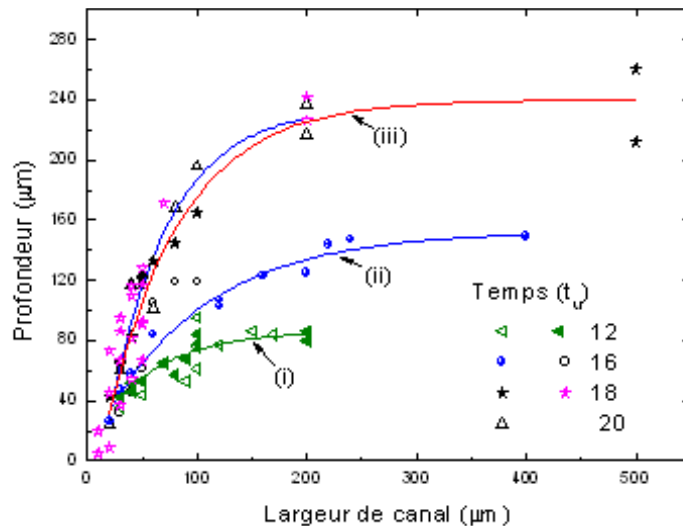


FIG. 4.17: Evolution de la profondeur de verre gravé en fonction de la dimension du canal pour différents temps de gravure ($P=200 \text{ kPa}$, $D=10 \mu\text{m}$).

La figure 4.17 montre que, d'une manière générale, pour une durée de gravure fixée, la profondeur gravée augmente avec la largeur du canal jusqu'à une certaine largeur, à partir de laquelle, elle se stabilise. Par exemple, pour un temps de gravure de $12 t_u$, la largeur à partir de laquelle la profondeur gravée se stabilise, peut être estimée à $150 \mu\text{m}$ (voir fig.4.17

(i). L'observation de ce même phénomène en fonction de la largeur du canal pour d'autres durées de gravure (voir fig. 4.17 (ii,iii)), confirme qu'à partir d'une certaine largeur, la profondeur ne dépend plus de la largeur de la structure. Il est toutefois difficile, à partir de la fig. 4.17, de déterminer la largeur pour laquelle la profondeur devient indépendante de la dimension de la structure. Elle semble se situer aux alentours de 150-200 μm selon la courbe utilisée. Aussi pour s'affranchir de la durée de gravure, et déterminer cette largeur de façon plus précise, nous calculons à partir de ces mesures, la profondeur gravée, en moyenne, par un passage du jet selon l'axe X durant un balayage complet de la surface totale, en divisant la profondeur gravée par le nombre de passages de la buse selon l'axe X. En considérant la durée t_u comme une unité de temps, on obtient ainsi une "vitesse de gravure moyenne" pendant la durée nécessaire au jet pour parcourir toute la distance X en mode dynamique. Cette "vitesse" $\mu\text{m}/t_u$ est un bon indicateur expérimental, car la vitesse de gravure lui est proportionnelle (on rappelle que t_u est dépendant du montage expérimental).

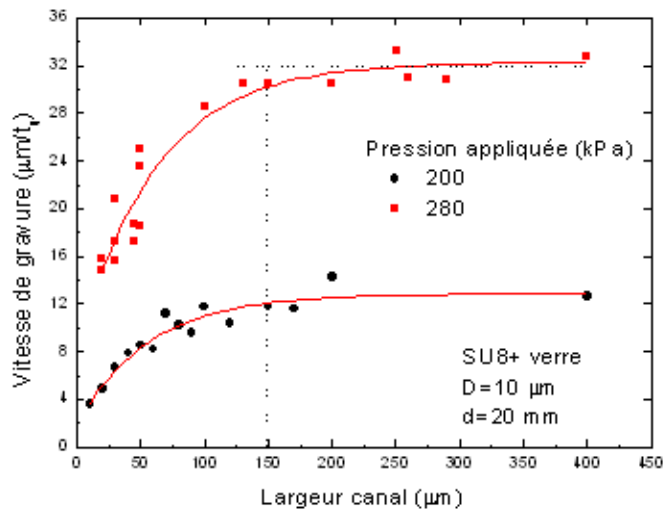


FIG. 4.18: Evolution de la "vitesse de gravure" moyenne en fonction de la largeur du canal et de la pression appliquée ($D=10 \mu\text{m}$).

L'évolution de cette "vitesse de gravure" en fonction de la dimension du canal est la même que celle de la profondeur car elle augmente avec la dimension du canal jusqu'à se stabiliser à partir d'une largeur de 150 μm (voir fig. 4.18). A partir de cette largeur, la vitesse de gravure devient indépendante de la largeur du canal, devient constante et vaut 13 $\mu\text{m}/t_u$ pour une pression appliquée de 200 kPa (voir fig. 4.18). La comparaison de cette valeur à celle obtenue pour la gravure d'une surface "infinie" (surface de verre non délimitée par un masque) qui est de 15 $\mu\text{m}/t_u$, montre que ces valeurs sont proches. Aussi des structures de largeur supérieure à 150 μm , peuvent être considérées, dans ces

conditions de gravure, comme de grandes surfaces. (La différence entre les deux valeurs peut s'expliquer par une différence dans la valeur du débit). L'évolution de la vitesse de gravure pour une pression de 280 kPa étant la même que précédemment (voir fig. 4.18), on en déduit que la largeur, pour laquelle la vitesse de gravure devient constante, est indépendante de la pression (voir fig. 4.18). Mais cette largeur semble être liée à la dimension des particules car pour des particules d'alumine de 30 μm , la vitesse de gravure se stabilise pour une largeur de 300 μm , soit 10 fois la dimension des particules [11].

En revanche, la pression influence la vitesse de gravure, car pour un même temps de gravure ($4 t_u$), la profondeur d'un canal de 200 μm de large est de 120 μm (d'après fig. 4.18) avec une pression de 280 kPa, alors qu'avec une pression de 200 kPa, la profondeur est de 52 μm (d'après fig. 4.18). Cela montre que l'augmentation d'un facteur 1,4 de la pression multiplie par 2 la profondeur gravée. Pour obtenir la même profondeur de 120 μm , en restant à pression constante, il faudrait balayer la surface 16 fois, ce qui correspondrait à multiplier la durée de gravure par 4 (voir fig. 4.17). L'augmentation de la pression appliquée permettrait d'augmenter rapidement la profondeur gravée, mais comme en ce faisant, l'état de surface du verre situé sous le masque serait sérieusement altéré (comme nous l'avons montré au paragraphe précédent), nous choisissons d'augmenter le temps de gravure pour augmenter la profondeur gravée.

L'augmentation de la vitesse de gravure avec la largeur du canal peut être attribuée au fait que, pour accéder à la surface du verre à graver, celle-ci doit présenter, théoriquement, des dimensions égales à, au moins une fois la dimension des particules utilisées, ce qui correspond pour des particules de 10 μm , à une surface dont une des dimensions est d'au moins 10 μm . Mais plus la structure est large et plus la surface à graver est importante et plus le nombre de particules pouvant impacter la surface est grand. D'autre part, plus la surface exposée est grande et plus la probabilité qu'une particule soit efficace et érode le verre est grande. Ainsi on augmente à la fois le nombre d'impacts et leur probabilité, ce qui explique l'augmentation de la vitesse de gravure lorsque la largeur du canal est plus grande. La profondeur d'une structure dépend donc, pour une dimension donnée de particules, à la fois du temps de gravure et de la dimension de la structure. Une fois cette dépendance établie, on pourra utiliser la profondeur comme un paramètre afin de s'affranchir de cette double dépendance.

Etude de la sous-gravure

La gravure latérale peut être estimée, par la mesure de la sous-gravure, qui se traduit par un élargissement ou un rétrécissement des structures selon leur type (canal ou plot).

Pour une structure de type canal, la sous-gravure (voir fig.4.19), est le résultat d'une gravure non souhaitée sous le masque. Cette sous-gravure peut être attribuée aux particules qui rebondissent sur les parois de la structure et érodent latéralement le verre, ce qui élargit la structure [10, 11].

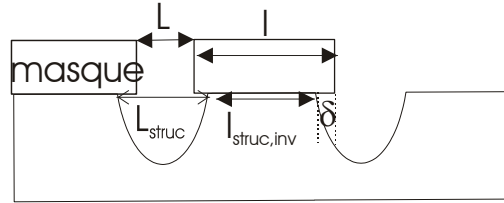


FIG. 4.19: Schéma de principe définissant la sous-gravure. L désigne l'ouverture du masque initiale et L_{struc} la largeur de la structure après gravure. De même pour les structures inverses dont la largeur est initialement de l puis de $l_{struc,inv}$.

La sous-gravure est déterminée par la mesure des dimensions des structures gravées (trous ou canaux) que l'on compare aux dimensions initiales de la structure sur le masque et que l'on rapporte à chaque côté de la structure (voir éq. 4.2). Ainsi l'élargissement d'un canal vaut le double de la sous-gravure, et si les canaux sont régulièrement espacés, alors le rétrécissement de la structure inverse les séparant vaut également le double de cette sous-gravure mesurée.

$$\delta_{struc} = \frac{L_{struc} - L}{2} = \frac{l_{struc} - l}{2} \quad (4.2)$$

Dans le cas du masque métallique de contact collé sur le verre, des mesures de largeur des canaux montrent que des canaux larges, initialement de $100 \mu\text{m}$, sont larges après gravure de respectivement $180 \mu\text{m}$, lorsqu'ils ont été gravés avec des particules de $30 \mu\text{m}$ et larges de $140 \mu\text{m}$ lorsqu'ils ont été gravés avec des particules de $10 \mu\text{m}$. Ces mesures montrent que la sous gravure pour des canaux initialement de même largeur et gravés durant la même durée ($4 t_u$), dépend de la dimension des particules. L'importante sous-gravure dans le cas des particules de $30 \mu\text{m}$, peut être reliée d'une part aux impacts des particules qui sont plus grands pour des particules plus grosses. Et d'autre part, au masque, car dans le cas du masque métallique, l'existence d'une couche fragile entre le masque et le verre, facilement érodable, peut favoriser la sous-gravure. La mesure de la sous-gravure d'un canal similaire gravé dans les mêmes conditions, mais avec le masque de PDMS/SU8 laisse apparaître un élargissement de $15 \mu\text{m}$. Et par ailleurs, l'observation de structures de type plots, qui se sont cassés lors de l'observation, montre que l'adhérence entre le verre et le PDMS est excellente, car il reste du verre sous le talon de PDMS (voir fig. 4.20 (a)). Le masque de PDMS étant directement déposé sur le substrat, l'adhérence entre le substrat et le verre, est un phénomène complexe lié à la nature des chaînes du PDMS (longueur, nature) qui fait que les forces d'adhésion entre le verre et le PDMS

sont plus ou moins importantes [12]. On en conclut, que l'adhérence entre le masque et le verre, est un paramètre important pour la sous-gravure. Ainsi, une bonne adhérence entre le verre et le substrat contribue à minimiser la sous-gravure. Le comportement des flancs du PDMS au cours de la gravure, qui ne s'arrondissent pas, contribue aussi à cette faible sous-gravure. Cependant, l'adhérence peut être altérée par l'infiltration de particules sous le masque (voir fig.4.20 (b)).

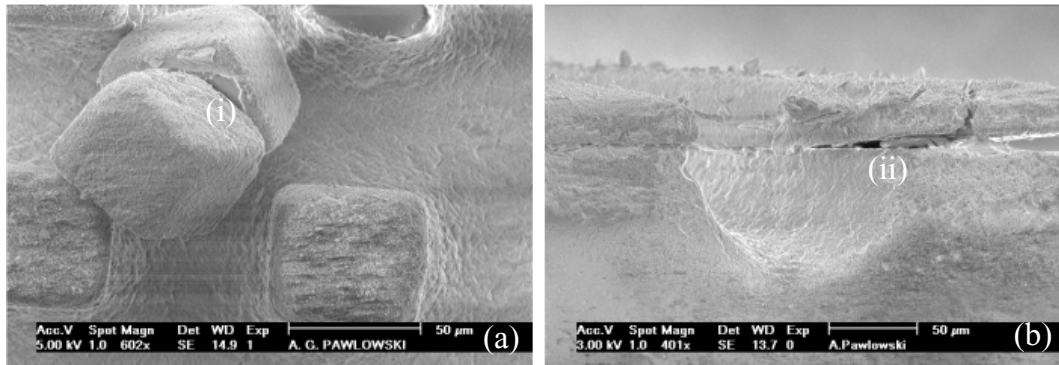


FIG. 4.20: Photos MEB (a) de plots carrés de PDMS épais de 50 μm détachés du substrat et gardant du verre sous le talon (i) et (b) de bandes de PDMS de 50 μm de large présentant (ii) des infiltrations de particules sous le masque.

La sous-gravure apparaît comme un phénomène indésirable, qui peut être amplifié par un manque d'adhérence du substrat et qu'il est intéressant de quantifier afin de minimiser les dommages occasionnés. En effet, la disparition de canaux, initialement larges et espacés de 30 μm , gravés pendant une longue durée (voir fig.4.21 (a)) peut être attribuée à la sous-gravure. Les structures inverses séparant les canaux ont disparu mais pas le masque, ce qui favorise cette raison.

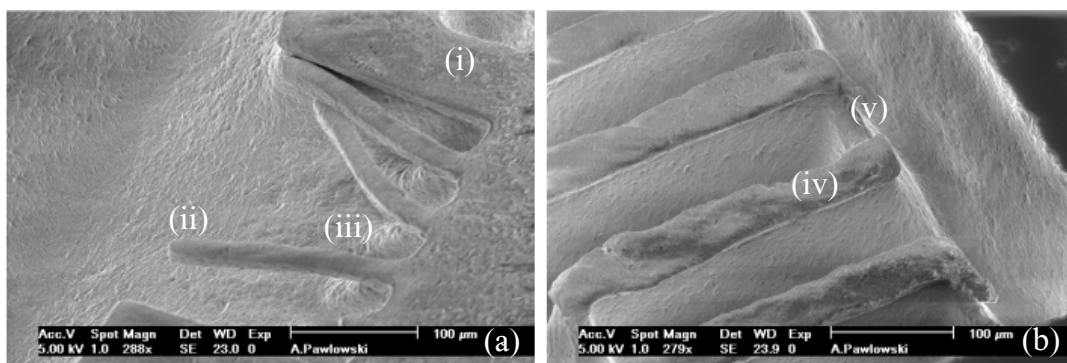


FIG. 4.21: Photos MEB présentant des exemples de défauts d'adhérence (a) pour des canaux de 30 μm espacés de 30 μm ($t=16 t_u$, $P=200$ kPa, $D=10$ μm) avec (i) zone où le masque est adhérent, (ii) zone où le masque est détaché, (iii) zone où le verre est gravé sous le masque, (b) pour des structures de type serpentin ($t=22 t_u$, $P=200$ kPa, $D=10$ μm) avec (iv) les zones intactes et (v) les zones endommagées.

On peut également relier cette dégradation à la surface de contact du masque sur le verre, car une structure inverse (voir fig.4.21 (a,i)) plus large n'est pas affectée. Cependant, lorsque le temps de gravure est encore plus grand et que la structure inverse est étroite, la structure altérée peut être dépouvue de PDMS. Dans ce cas, l'altération de la partie la plus fine de la structure peut être attribuée à une disparition prématurée du masque soit à cause d'un manque d'adhérence de celui-ci sur le verre, soit à cause de la sous-gravure, qui en réduisant la surface de contact entre le masque et le verre favorise la disparition du PDMS, soit enfin à cause de l'érosion du PDMS ((voir fig.4.21 (b)).

La sous-gravure, est donc un phénomène à prendre en compte lors de l'agencement des structures afin de les préserver. En effet, une sous-gravure excessive peut provoquer la disparition de certaines structures, si celles-ci sont trop rapprochées. Nous allons donc, dans ce paragraphe, mesurer et étudier la sous-gravure, afin de déterminer quels paramètres de gravure l'influencent.

Les mesures de la sous-gravure, pour des canaux de 3 largeurs différentes gravés pendant des durées différentes, montrent que celle-ci augmente avec le temps (voir fig.4.22). La sous-gravure semble se stabiliser pour les canaux les plus larges (large de 200 μm) après une durée de gravure correspondant à 20 balayages de la surface selon l'axe X.

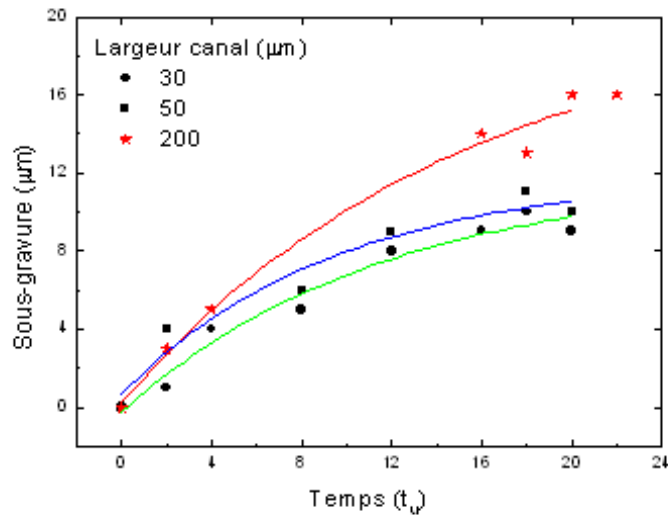


FIG. 4.22: Evolution de la sous-gravure en fonction du temps de gravure pour 3 canaux de différentes largeurs ($D=10 \mu\text{m}$, $d=20 \text{ mm}$, $P=200 \text{ kPa}$) .

Comme le temps de gravure et la profondeur sont liés, on trace l'évolution de la sous-gravure en fonction de la profondeur gravée (voir fig. 4.23). Il apparaît que la sous-gravure augmente avec la profondeur et que les points expérimentaux, issus des mesures

des différents canaux, forment un ensemble qu'on peut linéariser (voir fig. 4.23).

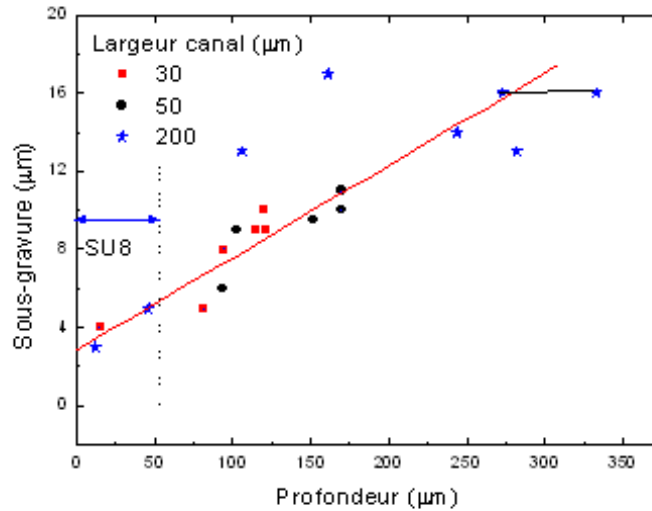


FIG. 4.23: Evolution de la sous-gravure en fonction de la profondeur gravée ($P=200$ kPa, $D=10$ μm).

A partir d'une profondeur de 250 μm , la sous-gravure devient maximale, constante et vaut 16 μm , ce qui correspond à $1,5$ fois la dimension des particules utilisées. La sous-gravure est proportionnelle à la profondeur gravée, elle-même tributaire de la largeur du canal et du temps de gravure (voir fig. 4.17, 4.18), jusqu'à ce qu'elle se stabilise à partir d'une profondeur de 300 μm . On remarque, qu'avec ce masque de PDMS/SU8, l'élargissement d'un canal de 100 μm , gravé avec des particules de 10 μm , dans les mêmes conditions que ceux obtenus avec un masque métallique de contact (durée de gravure identique de $4 t_u$), est de l'ordre de 14 μm , ce qui est bien inférieur aux 40 μm mesurés précédemment. Cette faible sous-gravure peut être attribuée à la bonne adhérence du PDMS sur le verre et à son comportement vis-à-vis de la gravure (flancs non arrondis), vus précédemment. On confirme ainsi que le masque est un paramètre intervenant dans la sous-gravure en plus de la profondeur, de la dimension des particules et du temps de gravure.

Il est à noter que l'augmentation de pression augmente la valeur de la sous-gravure, car pour une pression appliquée de 280 kPa et des durées de gravure identiques, la sous-gravure d'un canal large de 200 μm , vaut 10 μm (voir fig. 4.24) contre 5 μm pour une pression de 200 kPa (voir fig. 4.22).

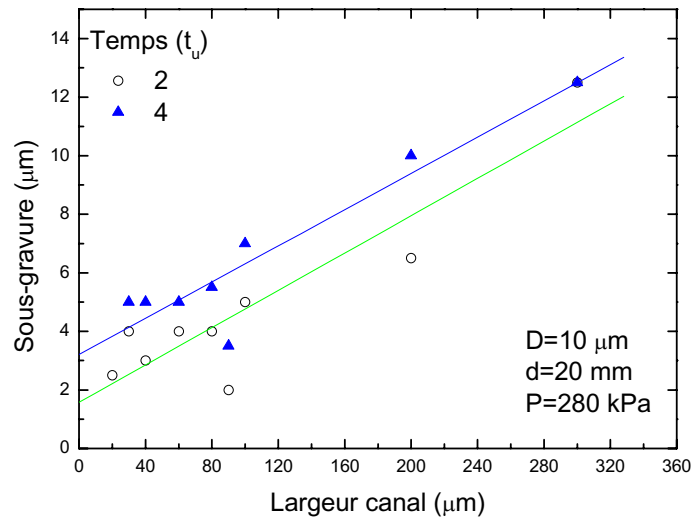


FIG. 4.24: Evolution de la sous-gravure en fonction de la largeur du canal pour 2 temps de gravure pour une pression appliquée de 280 kPa ($D=10 \mu\text{m}$, $d=20 \text{ mm}$).

Une des conséquences, est qu'à temps de gravure égal, la sous-gravure est plus importante avec une pression de 280 kPa, ce qui engendre la destruction des structures les plus fines (voir fig. 4.25). Cependant, comme par ailleurs, l'augmentation de pression multiplie la profondeur par 2 pour la même durée de gravure, cela confirme la proportionnalité entre sous-gravure et profondeur gravée. On en déduit que la relation entre la sous-gravure et la profondeur est indépendante de la pression appliquée. Lors de l'observation des structures, pour en déterminer la résolution, la sous-gravure n'est pas à négliger pour une interprétation correcte des observations, car elle peut altérer les structures et donc leur résolution.

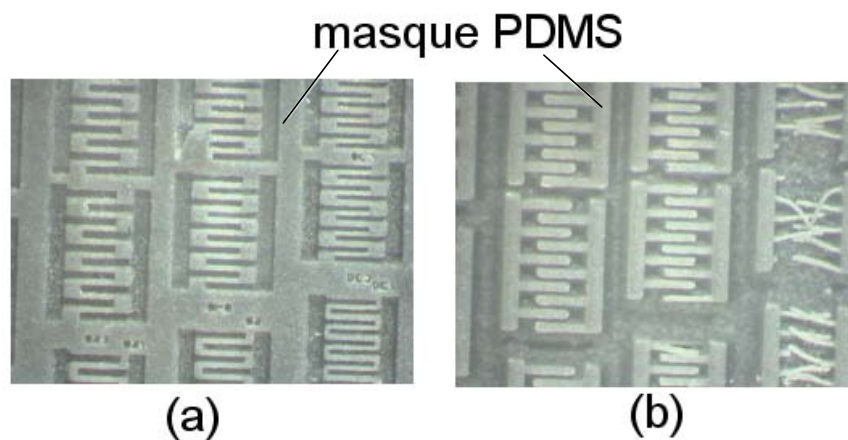


FIG. 4.25: Photos optiques de structures en "serpentin" réalisées avec un masque de PDMS/SU8 épais de $50 \mu\text{m}$ et gravées à respectivement (a) 200 kPa et (b) 280 kPa ($t=8 t_u$, $D=10 \mu\text{m}$).

4.3 Détermination de la résolution du procédé

La résolution en microsablage, est tributaire à la fois de la dimension des particules, qui est un paramètre déterminant pour l'érosion, et de la résolution du masque. En effet, comme nous en avons discuté au chapitre 3, pour améliorer la résolution du procédé, il est nécessaire, de simultanément augmenter la résolution du masque et de diminuer la dimension des particules. Nous avons donc utilisé des particules de $10\ \mu\text{m}$ et le nouveau procédé de masquage combinant SU8 et PDMS, dont la résolution est de $10\ \mu\text{m}$, dimension qui correspond à la dimension de la plus petite structure obtenue en SU8. Nous définissons la résolution, comme étant égale à la plus petite structure gravée définie après gravure, par analogie avec la photolithographie. Nous allons, dans un premier temps, considérer les structures de type canal ou trou, dont nous allons déterminer la résolution. Puis, dans un deuxième temps, nous déterminerons la résolution des structures de type plot (carré et rectangulaire), qui sont les structures inverses. Cependant, la résolution des structures inverses, qui ne sont pas gravées, est tributaire de la dimension des canaux les entourant, aussi cette détermination se fait de manière indirecte. Pour chaque type de structures, nous nous intéresserons également à la définition des structures, pour mettre en évidence, d'éventuels facteurs limitants.

4.3.1 Résolution attendue

Nous avons, par analogie avec la photolithographie, défini la résolution comme étant égale à la plus petite structure gravée définie après gravure. Cette structure doit être gravée et posséder la même forme qu'initialement sur le masque. Nous allons déterminer la résolution maximale "attendue", en supposant que les particules utilisées sont sphériques et de diamètre D (voir fig. 4.26), et qu'une ouverture ne peut être gravée, théoriquement, que si cette ouverture présente des dimensions au moins égales à D , donc dans notre cas $10\ \mu\text{m}$. Cependant, une ouverture d'une surface D^2 ne permet qu'à une seule particule d'impacter le substrat à une distance $D/2$ du bord du masque, à cause de la présence du masque, ce qui réduit la surface d'impact. Et comme, statistiquement, toutes les particules ne sont pas efficaces et que toutes n'ont pas la dimension D , la probabilité d'impact est faible. D'autre part, l'angulosité des particules réduit encore la probabilité d'impact à cause de la forme de la particule et augmente la difficulté d'évacuer la particule une fois le verre impacté.

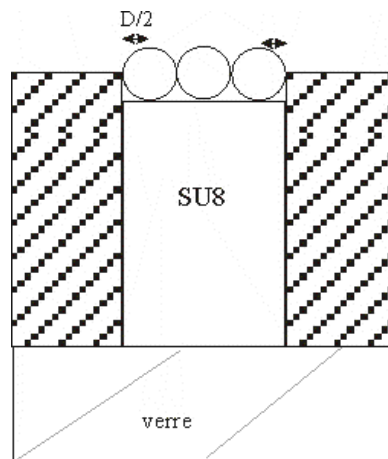


FIG. 4.26: Schéma de principe illustrant la résolution des structures obtenues avec ce nouveau masque de PDMS/SU8.

Dans notre cas, comme la résolution du masque est de $10\ \mu\text{m}$, et que les particules sont de dimension $10\ \mu\text{m}$, la résolution maximale attendue ne peut pas être meilleure que $10\ \mu\text{m}$. Cependant, comme une ouverture carrée de $20\ \mu\text{m}$, (surface d'impact de $100\ \mu\text{m}^2$), peut être impactée simultanément par 4 particules sphériques au lieu d'une pour une ouverture carrée de $10\ \mu\text{m}$, la probabilité d'impact est plus importante. On peut donc raisonnablement penser, que cette ouverture est plus propice aux impacts de particules anguleuses et donc que $20\ \mu\text{m}$ constitue une résolution plus probable.

4.3.2 Résolution des canaux et des trous

Résolution des canaux

Pour déterminer la résolution, nous avons observé de nombreuses structures de type canal et de type trou avec des formes différentes (carré, rond, triangulaire), et nous nous sommes attachés à chercher les plus petites structures définies après gravure.

L'observation de nombreuses structures de type canal, dont la longueur est bien supérieure à la largeur, gravées dans des conditions similaires de gravure ($P=200\ \text{kPa}$, particules de $10\ \mu\text{m}$) avec une durée de gravure faible, montre que des canaux larges de $20\ \mu\text{m}$ apparaissent définis et gravés alors que ceux de $10\ \mu\text{m}$ de large ne le sont pas, comme l'illustre la figure 4.27.

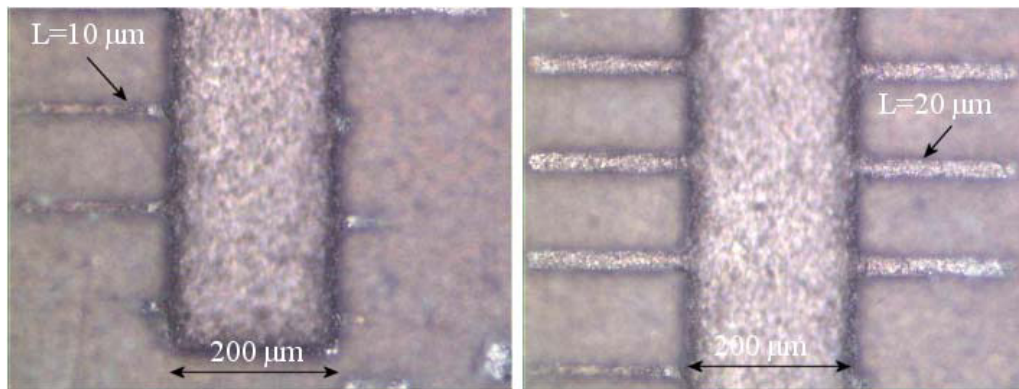


FIG. 4.27: Photos optiques de canaux de respectivement 10 μm et 20 μm de large après gravure ($P=280$ kPa, $t=2 t_u$, $D=10$ μm).

L'observation de ces mêmes canaux gravés avec une pression de 200 kPa, montre que la résolution est de 20 μm , même si les canaux de 10 μm de large sont en partie gravés en raison du temps de gravure important (16 t_u) (voir fig.4.28). Ce temps de gravure important, en exposant de manière prolongée la surface de 10 μm de large aux impacts, favorise la gravure des structures les plus petites en augmentant le nombre et la probabilité des impacts. Il apparaît donc, qu'expérimentalement la résolution des canaux est de 20 μm , ce qui est moins bon que la résolution attendue et correspond à la résolution possible. Cette résolution n'est pas modifiée par le temps de gravure, ni par la pression, elle est donc intrinsèque au procédé, c'est-à-dire, au masque et aux particules.

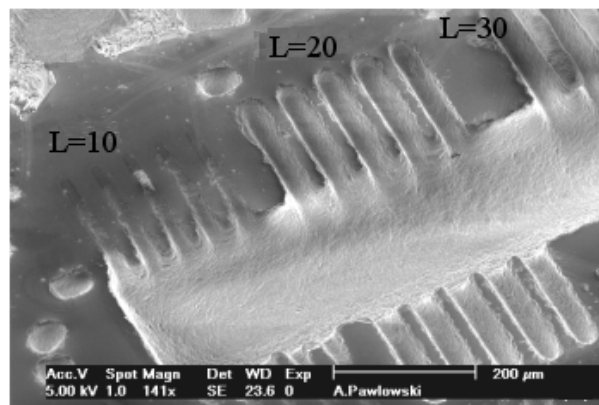


FIG. 4.28: Photo MEB de canaux de 10 μm , 20 μm et 30 μm de large reliés par un canal large de 100 μm ($D=10$ μm , $P=200$ kPa, $t=16 t_u$).

Définition des canaux

L'observation de canaux gravés dans les mêmes conditions, mais de dimensions variables montre que leur résolution est différente. En effet, des canaux larges de $20\ \mu\text{m}$, longs de $60\ \mu\text{m}$ et espacés de $30\ \mu\text{m}$ apparaissent déformés, très arrondis et l'espacement entre eux est parfois altéré (voir fig.4.29), contrairement à ceux larges de $20\ \mu\text{m}$, longs de $200\ \mu\text{m}$ et espacés de $100\ \mu\text{m}$ qui sont distincts et légèrement arrondis sur leur largeur (voir fig. 4.28).

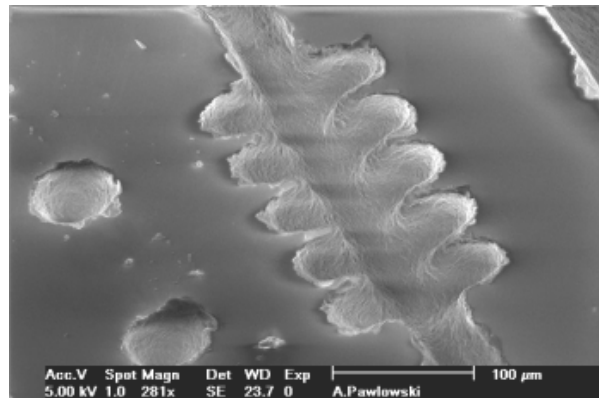


FIG. 4.29: Photo MEB de canaux de $20\ \mu\text{m}$ de large et longs de $60\ \mu\text{m}$ reliés par un canal de $100\ \mu\text{m}$ de large ($D=10\ \mu\text{m}$, $P=200\ \text{kPa}$, $t=16\ t_u$).

On en déduit que les dimensions des canaux influencent leur définition, en effet plus le canal a une longueur supérieure à sa largeur et plus sa forme après gravure est conservée. Cette altération de la définition, a des conséquences sur la résolution, car dans le cas des canaux de $60\ \mu\text{m}$ de long, la résolution n'est pas de $20\ \mu\text{m}$. La dégradation de la définition des structures peut être imputée soit à une mauvaise adhérence très locale du masque (déformation du motif), soit à la sous-gravure importante. A cause de la grande durée de gravure, la largeur des structures inverses séparant les canaux est réduite d'environ $16\ \mu\text{m}$ d'après 4.22, ce qui cause une altération de la résolution des canaux. Nous avons observé des structures de type trou de différentes formes, pour savoir si la forme influence la résolution des trous.

Résolution des trous

L'observation de structures de type trou carré, montre que certains trous de $20 \mu\text{m}$ de côté, sont gravés et définis mais d'autres sont arrondis alors que des trous de $30 \mu\text{m}$ de côté apparaissent bien définis (voir fig. 4.30 (a)). La résolution des trous est donc inférieure à celle mesurée précédemment pour les canaux, car elle est de $30 \mu\text{m}$. Les trous sont définis, mais le verre n'est pas encore gravé, seul le SU8 l'est à cause de la faible durée de gravure et de la faible vitesse de gravure de ces trous. L'observation de nombreux trous triangulaires équilatéraux, à différents temps de gravure, montre que les plus petits trous qui sont gravés sont larges de $60 \mu\text{m}$ (voir fig. 4.30 (b)).

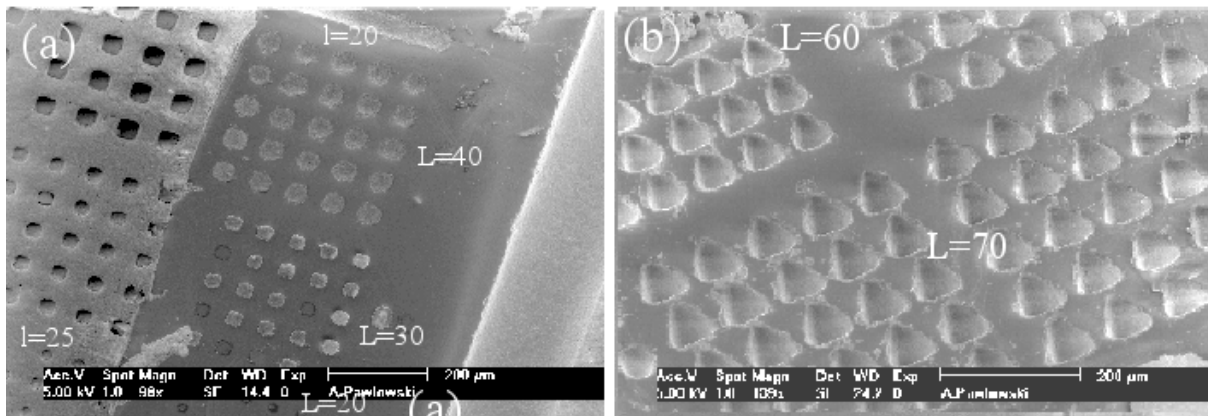


FIG. 4.30: Photos MEB de (a) trous carrés de $20 \mu\text{m}$, $30 \mu\text{m}$ et $40 \mu\text{m}$ de côté ($P=200 \text{ kPa}$, $D=10 \mu\text{m}$, $t=4 t_u$), (b) de trous triangulaires isocèles de $60 \mu\text{m}$ et $70 \mu\text{m}$ de large ($D=10 \mu\text{m}$, $P=200 \text{ kPa}$, $t=16 t_u$). Les dimensions indiquées sont en μm .

Ces observations mettent en évidence que la résolution est différente selon la forme du trou : la résolution d'un trou carré est de $30 \mu\text{m}$ et celle d'un trou triangulaire est de $60 \mu\text{m}$ alors que la résolution d'un canal est de $20 \mu\text{m}$. On peut essayer d'expliquer la différence de résolution en comparant à chaque fois les surfaces exposées au microsablage : dans le cas d'une ouverture carrée de $30 \mu\text{m}$ de côté, la surface d'impact correspond à $400 \mu\text{m}^2$ ($((L-D)/2)^2$), et celle d'un trou triangulaire de $60 \mu\text{m}$ à une surface de $1250 \mu\text{m}^2$, contre $100 \mu\text{m}^2$ pour un carré de $20 \mu\text{m}$ de côté et $50 \mu\text{m}^2$ pour un triangle de base et de hauteur $20 \mu\text{m}$. La surface exposée au microsablage d'un trou de $30 \mu\text{m}$ de côté est 4 fois plus importante que la surface d'un carré de $20 \mu\text{m}$ de côté, ce qui augmente la probabilité d'impact ou le nombre d'impacts, car cette surface peut être impactée, en supposant les particules sphériques par 9 particules, soit 2,5 fois plus que pour un trou de $20 \mu\text{m}$ de côté. On en déduit donc, que pour que la gravure ait lieu, la surface exposée doit être suffisamment grande pour permettre à suffisamment de particules d'impacter la surface.

Dans notre cas, il semblerait que cette surface corresponde à une surface impactable par une dizaine de particules.

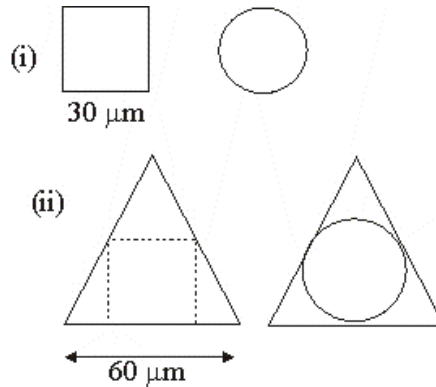


FIG. 4.31: Schéma des dimensions minimales théoriques de trous carrés, ronds et triangulaires.

Ce phénomène se produit aussi pour les triangles et on remarque qu'un trou triangulaire de base et de hauteur $60\ \mu\text{m}$ contient un cercle ou un carré de $30\ \mu\text{m}$ de large, ce qui correspond à la dimension minimale déterminée précédemment pour un trou carré (voir fig. 4.31). Ainsi la forme d'un trou, en délimitant la surface exposée au microsablage détermine la résolution qui vaut, respectivement 2D pour des canaux longs, 3 D pour des trous carrés ou ronds et 6D pour des trous triangulaires. La résolution est donc moins élevée que la résolution attendue. La meilleure résolution est obtenue pour les structures de type canal, qui en raison de leur longueur bien supérieure à leur largeur, offre une surface d'exposition au microsablage importante (un canal large de $20\ \mu\text{m}$ et long de $200\ \mu\text{m}$, offre une surface de $1900\ \mu\text{m}^2$ soit 190 plus importante que celle d'un carré de $20\ \mu\text{m}$ de côté).

Définition des trous

Les trous les plus difficiles à obtenir sont les trous triangulaires, comme le montre la fig. 4.32, présentant un trou triangulaire de $110\ \mu\text{m}$ de largeur et de hauteur aux angles légèrement arrondis. Cette déformation peut s'expliquer par le fait que, lors de la gravure, la forme évolue vers une forme ronde, car un triangle contient un cercle, qui est la zone la plus accessible aux particules.

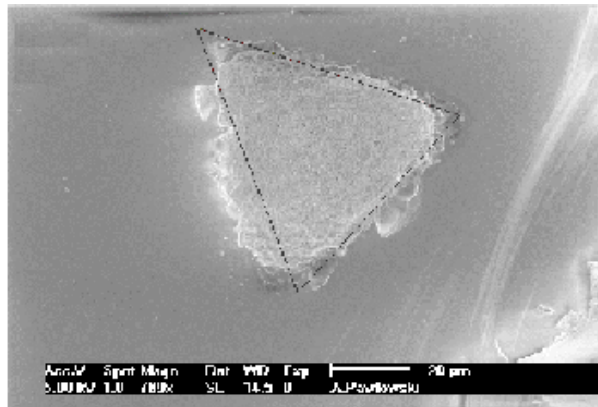


FIG. 4.32: Photo MEB d'un trou triangulaire de $110 \mu\text{m}$ avec un contour surimposé montrant la différence entre la forme idéale et la forme obtenue ($P=200 \text{ kPa}$, $D=10 \mu\text{m}$, $t=4 t_u$).

On peut remarquer, que ce phénomène se produit également, sur les triangles plus petits (voir fig. 4.30 (b)). Cette déformation peut être attribuée à de la sous-gravure d'autant plus importante que la durée de gravure est grande. Cela entraîne une gravure excessive du centre du triangle au détriment des pointes. La réalisation de triangles plus pointus (voir fig. 4.1) est plus aisée, car de part sa forme allongée, il s'apparente à un canal et l'observation attentive de ce triangle, permet de déterminer, la largeur à partir de laquelle la gravure ne peut plus avoir lieu, qui est la largeur minimale nécessaire à la gravure.

Conclusions

La résolution des structures de type canal est donc de $20 \mu\text{m}$, ce qui correspond à la meilleure résolution. Cette résolution est indépendante du temps de gravure et de la pression appliquée, mais dépend de la forme de la structure. En effet, la résolution des trous carrés est de $30 \mu\text{m}$ et celle des triangles de $60 \mu\text{m}$. Cependant, comme on l'a entrevu avec les canaux, l'agencement des structures de type canal ou trou est important, en raison de la sous-gravure, qui peut altérer la résolution. Aussi allons-nous étudier la résolution des structures de type plot (carré ou rectangulaire).

4.3.3 Résolution des plots

Afin de déterminer la résolution des structures de type plot, on peut soit observer des plots isolés, pour s'assurer que la gravure autour d'eux ne subit aucune restriction, soit des plots plus rapprochés les uns des autres. Comme après gravure, la majorité des plots isolés a disparu, on décide d'étudier des plots rectangulaires relativement proches avant d'étudier des plots carrés régulièrement espacés pour déterminer la cause de leur disparition.

Résolution de plots rectangulaires

Comme un plot rectangulaire peut être assimilé à une zone de verre rectangulaire non gravé entre des canaux, on décide d'observer des canaux gravés pendant un temps court, dont les espacements sont variables, afin de déterminer l'espacement minimal qui préserve leur définition. On obtient ainsi la largeur minimale d'un plot rectangulaire défini après gravure et donc sa résolution. Des canaux larges de $40\ \mu\text{m}$ et $50\ \mu\text{m}$ espacés de $40\ \mu\text{m}$ et $20\ \mu\text{m}$, apparaissent définis comme l'illustre la figure 4.33, mais s'ils sont espacés de $10\ \mu\text{m}$, ils ne sont plus définis (les dommages observés sur les canaux de $50\ \mu\text{m}$ sont dûs à un défaut dans le masque avant gravure). L'observation de trous de côté $30\ \mu\text{m}$ et $40\ \mu\text{m}$, gravés pendant un temps court, séparés les uns des autres avec des distances différentes confirme que $20\ \mu\text{m}$ constitue la distance d'espacement minimale entre eux pour qu'ils soient définis (voir fig. 4.30). On en déduit que la résolution des structures de type plot rectangulaire est de $20\ \mu\text{m}$.

Cependant, l'observation de trous larges de $100\ \mu\text{m}$ espacés de $20\ \mu\text{m}$ et gravés pendant une courte période ($2\ t_u$) sont définis alors que ceux gravés 8 fois plus longtemps ($16\ t_u$) ne le sont pas. Cette altération de la résolution peut être attribuée à la sous-gravure, car pour la même durée de gravure ($16\ t_u$), ces mêmes trous, espacés de $30\ \mu\text{m}$ sont définis (voir fig. 4.34 (a)). Cependant, l'observation plus attentive de la surface du verre entre ces trous montre que celle-ci est partiellement endommagée, traduisant un début d'érosion (voir fig. 4.34 (b)). D'autre part, la largeur de cette structure de type plot rectangulaire se trouve rétrécie, à cause de la sous-gravure, qui agrandit les trous. Pour cette durée de gravure et des trous de $100\ \mu\text{m}$ de côté, cette réduction est après $16\ t_u$ de $22\ \mu\text{m}$ (voir fig. 4.18, 4.23), ce qui explique la disparition d'un espacement initial de $20\ \mu\text{m}$ entre eux et explique aussi qu'un espacement initial de $30\ \mu\text{m}$ subsiste mais en étant maintenant large de $8\ \mu\text{m}$. Cette largeur de $8\ \mu\text{m}$ apparaît comme la largeur minimale d'une structure de type plot rectangulaire pour que des trous restent définis.

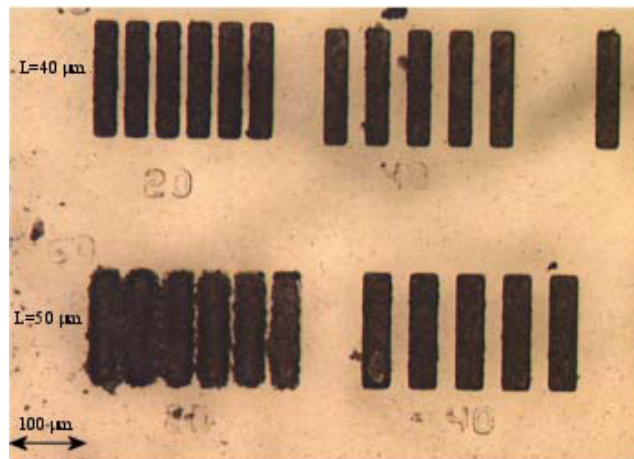


FIG. 4.33: Photo optique de canaux de 40 μm et 50 μm de large espacés de 20 μm et de 40 μm ($P=280$ kPa, $t=2 t_u$, $D=10$ μm). L'espacement est indiqué directement sur le wafer en μm .

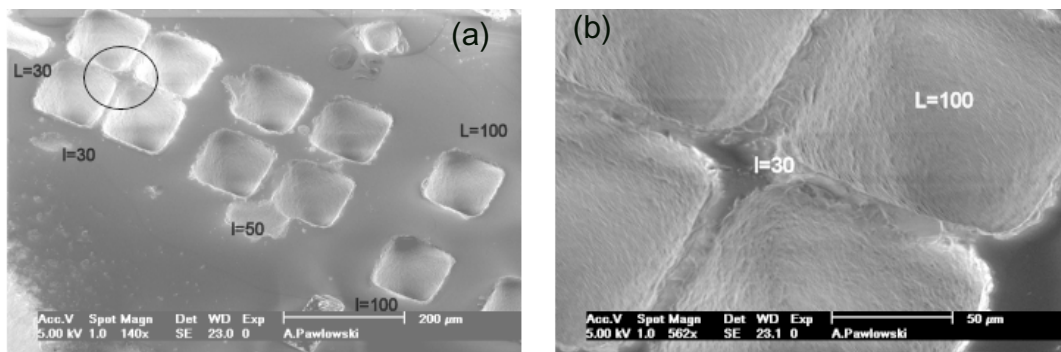


FIG. 4.34: Photos MEB (a) de trous carrés de 100 μm de côté espacés de 100, 50 et 30 μm avec (b) un zoom sur les structures espacées de 30 μm ($P=200$ kPa, $t=16 t_u$, $D=10$ μm). Les dimensions indiquées sont en μm .

La résolution maximale d'une structure de type plot rectangulaire, est de 20 μm , cependant cette résolution, en raison de la sous-gravure peut être altérée par l'agencement des structures de type trou ou canal définissant ces structures. C'est ainsi que la résolution peut être réduite à 30 μm , aussi est-il important de tenir compte de la sous-gravure dans l'agencement des structures à graver. Ce phénomène s'observe plus particulièrement pour des plots carrés.

Définition des plots rectangulaires

Concernant la conservation de la forme, des structures de type plot rectangulaire larges de 150 μm gravées pendant 20 t_u , apparaissent avec des angles à peine arrondis (voir fig. 4.35 (a)), alors que s'ils sont larges de 50 μm ou de 30 μm (durée de gravure 16 t_u),

ils présentent des angles plus arrondis (voir fig. 4.35 (b,c)). Cela montre que la largeur du plot influence la qualité de reproduction, car selon la largeur du plot rectangulaire, la forme est conservée. Pour des plots rectangulaires larges de $30\ \mu\text{m}$ gravés pendant $16\ t_u$, le bord le plus petit est également arrondi (voir fig. 4.35 (b)). La figure 4.35 (d), qui est un agrandissement de la fig. 4.35 (c), montre que le canal séparant ces plots rectangulaires est à peine arrondi et que le plot est rétréci, en raison de la sous-gravure.

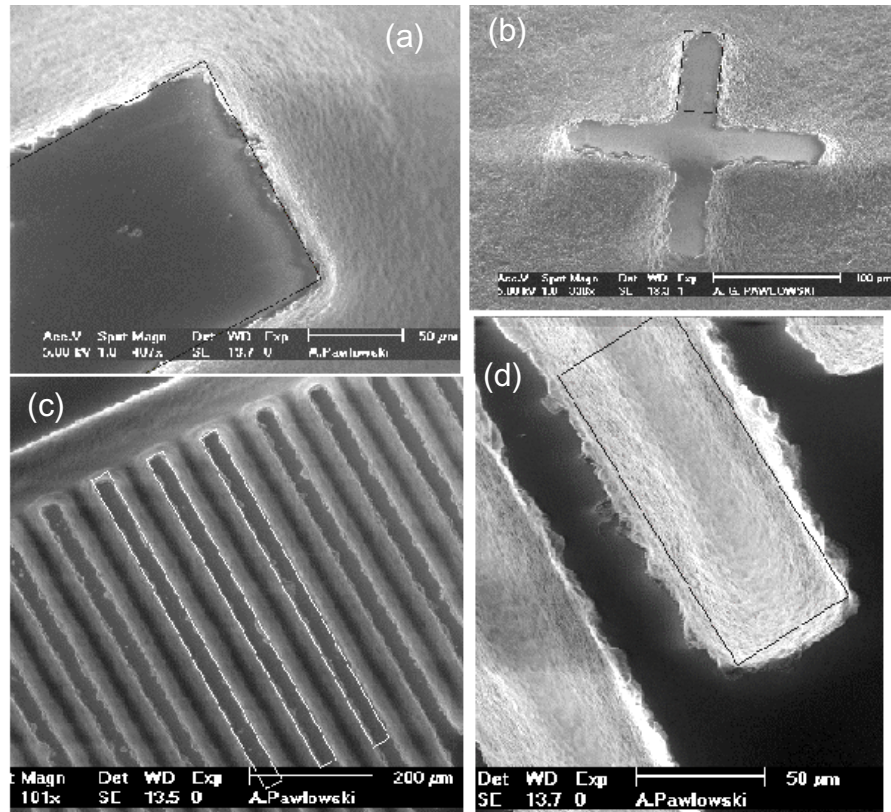


FIG. 4.35: Photos MEB de structures larges (a) de $150\ \mu\text{m}$ (b) de $30\ \mu\text{m}$ (c) et (d) de $50\ \mu\text{m}$ gravés pendant respectivement $20\ t_u$ (a, c, d) et $16\ t_u$ (b) dans les mêmes conditions ($D=10\ \mu\text{m}$, $P=200\ \text{kPa}$), les structures (c,d) sont espacées par des canaux de $50\ \mu\text{m}$ de large.

Résolution des plots carrés

L'observation de plots carrés, possédant encore le masque, de différentes dimensions, gravés dans les mêmes conditions, montre que des plots carrés de 50 et $40\ \mu\text{m}$ de côté sont bien résolus alors que ceux de $20\ \mu\text{m}$ de côté sont quasi-inexistants (voir fig. 4.36). Les plots de $30\ \mu\text{m}$ de côté, ont une base carrée et un sommet arrondi, ce qui traduit une dégradation du masque, comme le montre la surimposition de forme sur le plot de côté $30\ \mu\text{m}$ (voir fig. 4.36). Cette observation confirme les observations effectuées sur les profils de PDMS, qui montre qu'au début de l'érosion, la gravure du masque a lieu sur le dessus

du masque et qu'ensuite, le PDMS est attaqué par le dessous à cause de la sous-gravure. On en déduit, que la résolution des plots carrés est de $40\ \mu\text{m}$, et que pour subsister un plot doit avoir une surface de contact avec le substrat suffisante, qui semble être de $1600\ \mu\text{m}^2$, dans notre cas .

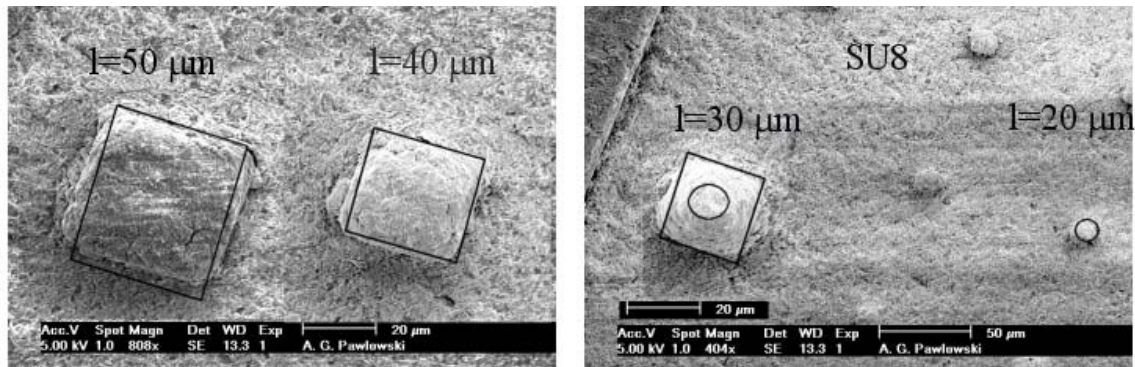


FIG. 4.36: Photos MEB de plots carrés de différentes dimensions montrant l'influence de la dimension sur la résolution du plot ($D=10\ \mu\text{m}$, $P=200\ \text{kPa}$, $t=4\ t_u$).

L'observation de plots sur des échantillons, gravés dans les mêmes conditions mais avec deux temps de gravure différents, montre que des plots de $50\ \mu\text{m}$, régulièrement espacés de $40, 50$ et $60\ \mu\text{m}$, sont encore présents après un temps de gravure de 8 balayages de la surface selon X (voir fig.4.37 (a)), alors qu'après 12 balayages, ces mêmes plots espacés de $25, 30$ et $35\ \mu\text{m}$ ont disparu (voir fig.4.37 (b)). On précise, que sur la fig. 4.37 (a), seuls la première colonne de ces plots a été gravée, les autres ayant été préservées du sablage. Les autres plots de côté 70 et $80\ \mu\text{m}$, espacés de $40, 50$ et $60\ \mu\text{m}$ (voir fig.4.37 (a)) apparaissent définis, tout comme ceux de 60 et $70\ \mu\text{m}$ espacés de $25, 30$ et $35\ \mu\text{m}$ (voir fig.4.37 (b)).

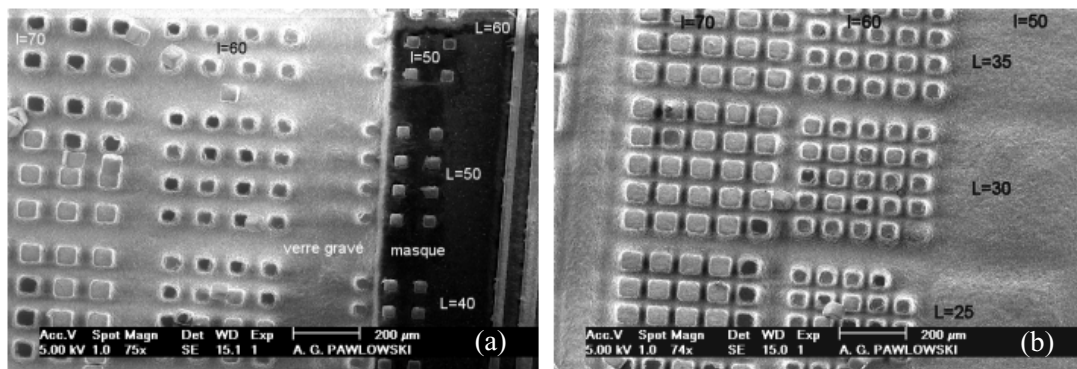


FIG. 4.37: Photos MEB de plots de dimensions identiques gravés avec des temps de gravure différents de respectivement (a) $8\ t_u$ et (b) $12\ t_u$ ($P=200\ \text{kPa}$, $D=10\ \mu\text{m}$). Les dimensions indiquées sont en μm .

On attribue cette disparition à la sous-gravure, car ces plots de $50\ \mu\text{m}$, sont apparus définis pour des durées de gravure inférieures. En effet, la sous-gravure engendrée par la gravure de canaux de $30\ \mu\text{m}$ de large, pour ce temps de gravure ($12\ t_u$) vaut $8\ \mu\text{m}$ (voir fig.4.22), ce qui entraîne une réduction de la dimension d'un plot carré, entouré de 4 canaux de $30\ \mu\text{m}$, de $16\ \mu\text{m}$. Donc, un plot de $50\ \mu\text{m}$ de côté, est après gravure, réduit à un plot de côté $34\ \mu\text{m}$ et un plot de $60\ \mu\text{m}$ de côté à un plot de $44\ \mu\text{m}$ de côté. Comme les plots de $50\ \mu\text{m}$ ont disparu et que ceux de $60\ \mu\text{m}$ ont subsisté, on en déduit qu'un plot subsiste, si après gravure, sa dimension minimale est d'au moins $44\ \mu\text{m}$, ce qui correspond à une surface de contact de $1,9\ 10^3\ \mu\text{m}^2$. L'observation des mêmes plots gravés plus longtemps ($20\ t_u$) montre que les plus petits plots subsistants, sont ceux de $60\ \mu\text{m}$ de côté, qui après gravure ont un côté de $42\ \mu\text{m}$ (d'après la fig.4.22), ce qui confirme le résultat précédent.

Ces observations, nous confirment, que pour subsister un plot, doit avoir une surface de contact minimale avec le substrat pour garantir une adhérence suffisante, qui se traduit par un côté d'au moins $40\ \mu\text{m}$. Comme des plots carrés régulièrement espacés peuvent s'assimiler à des canaux se coupant à angle droit, la connaissance de la sous-gravure d'un canal, qui est fonction de la largeur du canal, du temps de gravure ou de la profondeur gravée (voir fig. 4.22 et 4.23), permet de prévoir, selon le temps de gravure et la dimension initiale du plot, s'il subsistera dans un agencement donné ou de déterminer l'agencement des plots, afin qu'ils subsistent après gravure.

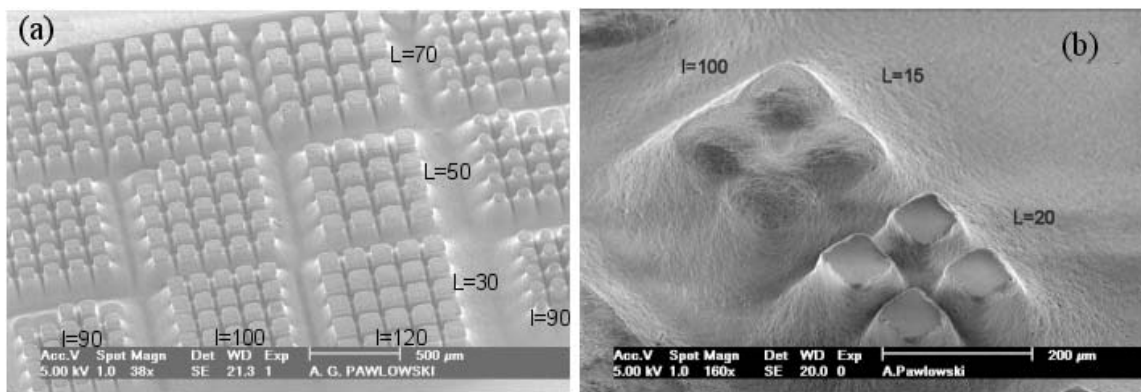


FIG. 4.38: Photos MEB de plots carrés de $100\ \mu\text{m}$ (a) espacés de $30\ \mu\text{m}$, $50\ \mu\text{m}$, $70\ \mu\text{m}$ et (b) espacés de 15 et $20\ \mu\text{m}$, gravés pendant respectivement (a) $20\ t_u$ et (b) $16\ t_u$ avec des particules de $10\ \mu\text{m}$, et une pression de $200\ \text{kPa}$. Les dimensions indiquées sont en μm .

Par exemple, des plots de $90\ \mu\text{m}$ de large, espacés de $30\ \mu\text{m}$ vont après $20\ t_u$ subsister car malgré la sous-gravure (voir fig. 4.22) leur dimension n'est réduite qu'à $70\ \mu\text{m}$, ce qui est supérieur à $40\ \mu\text{m}$. La figure 4.38 (a) confirme leur présence et leur bonne définition,

de même que ceux espacés de $70 \mu\text{m}$, qui bien que réduits à des plots d'environ $60 \mu\text{m}$ sont suffisamment importants. La disparition de quelques plots est attribuée dans ce cas à un décollement local du masque. Par ailleurs, l'observation de plots larges (de $100 \mu\text{m}$ de large), espacés de $20 \mu\text{m}$ et définis après une durée de gravure de $16 t_u$, montre que la résolution d'un canal est bien de $20 \mu\text{m}$ (voir fig. 4.38(b)) car ces plots sont définis alors que ceux espacés de $15 \mu\text{m}$, ne le sont pas. On retrouve la même résolution que précédemment.

Définition des plots

Les structures de type plot triangulaire, apparaissent plus difficiles à réaliser car la surimposition du tracé théorique d'un triangle équilatéral, de $70 \mu\text{m}$ de large, sur le plot montre que le plot isolé obtenu présente des angles arrondis (voir fig. 4.39). Les structures de type plot rond sont les plus faciles à reproduire, cependant comme, pour les plots carrés (voir fig. 4.36), ils doivent être d'un diamètre d'au moins $40 \mu\text{m}$ pour subsister après la gravure.

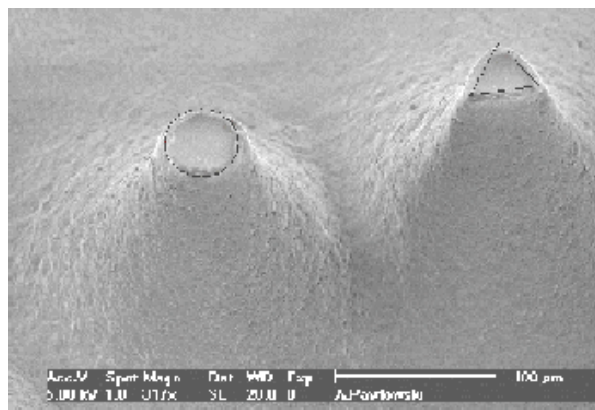


FIG. 4.39: Photo MEB de plots rond et triangulaire de $70 \mu\text{m}$ de large après gravure ($D=10 \mu\text{m}$, $P=200 \text{ kPa}$, $t=16 t_u$).

4.3.4 Conclusions sur la résolution

La résolution des structures, c'est à dire la dimension de la structure la plus petite définie, varie selon la forme de la structure : la meilleure résolution est celle des canaux car elle vaut $20 \mu\text{m}$ et la moins bonne est celle des trous triangulaires car elle vaut $60 \mu\text{m}$. Mais la résolution des structures de type canal ou trou, est indépendante du temps de gravure et de la pression. Pour être défini, un plot de verre doit avoir un côté d'au moins

40 μm , ce qui correspond à la surface minimale de contact entre le PDMS et le verre. En revanche, comme dans le cas des canaux, la résolution maximale de plots rectangulaires est de 20 μm . Cependant notre étude a montré que l'agencement des structures gravées est un facteur important dans la présence et la définition de celles-ci, car des structures trop rapprochées peuvent être détruites à cause de la sous-gravure pour un temps de gravure important. La distance minimale entre les structures dépend donc de la dimension des structures gravées et de la profondeur gravée (ou du temps de gravure), aussi la connaissance de la sous-gravure en fonction de la profondeur est-elle primordiale pour agencer au mieux les structures et éviter ainsi une perte de résolution importante.

4.4 Conclusion

Ce nouveau masque, composé de PDMS pour protéger le verre et de SU8 pour le structurer, possède une bonne résistance face à l'érosion car sa sélectivité vis-à-vis du verre, pour une pression appliquée de 200 kPa, est élevée (23). Nous avons montré que la résistance du PDMS est différente selon la pression appliquée : l'augmentation de pression diminue le temps d'incubation, caractéristique des élastomères et cela diminue la sélectivité du PDMS. Ainsi, lorsque le temps d'incubation est petit, le PDMS s'érode plus rapidement ce qui diminue sa sélectivité. L'augmentation de pression augmente également le taux d'érosion, donc lorsque le PDMS est érodé, il est dégradé plus rapidement. Par ailleurs, nous avons montré que l'augmentation de pression, du temps de gravure ou de la dimension des particules utilisées, altère la qualité de la surface du verre protégé par le masque, de même que la diminution de l'épaisseur du masque. Le PDMS structuré, est donc un matériau, résistant et adapté à l'érosion, qui dans certaines conditions de gravure, à savoir pour des pressions faibles (inférieures à 300 kPa), des durées de gravure de l'ordre de 1,5 fois le temps d'incubation et pour des particules de 10 μm , est adapté à une utilisation en tant que masque (voir tableau 4.1).

Dans ces conditions, on a montré que la profondeur gravée dépend de la dimension des structures : la vitesse de gravure augmente avec la largeur de la structure tant que celle-ci est inférieure à 150 μm . A partir de cette largeur, la vitesse de gravure devient constante et indépendante de la largeur de la structure, il s'agit de la vitesse de gravure d'une surface de verre non masquée. Nous avons aussi étudié l'influence des dimensions des structures sur la gravure latérale, en mesurant la sous-gravure. On a montré que la sous-gravure dépend linéairement de la profondeur gravée, elle-même dépendante du temps de gravure et de la largeur de la structure. La sous-gravure maximale est d'une quinzaine de microns

Paramètres	Masque PDMS/SU8
Pression optimale	200 kPa
Pression maximale	280 kPa
Résolution maximale des structures	20 μm
Temps de gravure maximal	22 balayages de la surface
Profondeur gravée maximale	350 μm
Épaisseur du masque minimale	50 μm
Facteur d'aspect maximal	2
Sous-gravure maximale	16 μm
Vitesse de gravure maximale	14 $\mu\text{m}/t_u$
Forme optimale	courbe et rectangulaire
Dimension des particules utilisées	10 μm

TAB. 4.1: Conditions optimales de gravure, caractéristiques de la gravure et limites du procédé

pour des canaux d'une profondeur supérieure à 275 μm , à partir de laquelle elle semble se stabiliser. Cette faible sous-gravure, est attribuée à la bonne résistance et adhérence du masque, qui font que, durant la gravure, les flancs du PDMS ne s'arrondissent pas, limitant ainsi la gravure latérale.

Malgré la résistance limitée du PDMS, qui engendre une dégradation du verre à partir d'une certaine durée de gravure et de la sous-gravure importante, ce nouveau masque, nous a permis de réaliser des canaux de 50 μm de large espacés de 50 μm , possédant un facteur d'aspect de 2, comme l'illustre la fig. 4.40.

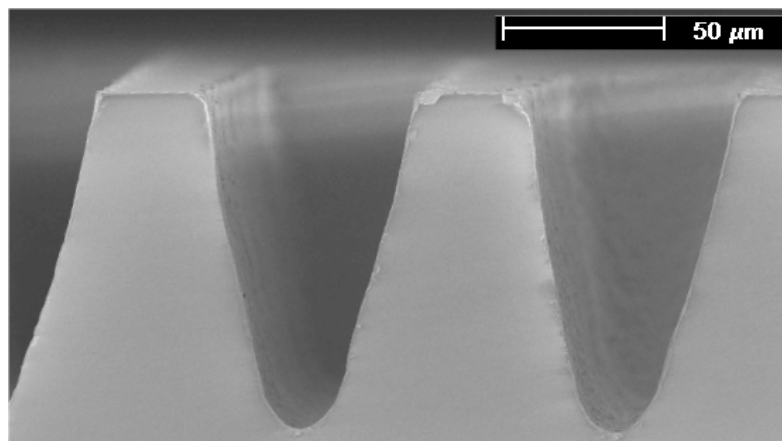


FIG. 4.40: Photo MEB d'une coupe de canaux larges et espacés de 50 μm , profonds de 100 μm obtenus après une durée de gravure de 22 t_u , durée maximale avant l'observation de dégradations sur le verre ($P=200$ kPa, $D=10$ μm , $t=22$ t_u).

Nous avons mis en évidence que la résolution maximale des structures gravées est de $20 \mu\text{m}$, et que cette résolution dépend de la forme et du type de structure. Il ressort également de nos observations, que la résolution peut être altérée par la sous-gravure, si les structures ne sont pas correctement agencées. Aussi, la connaissance de la sous-gravure en fonction de la profondeur gravée, est-elle importante et à prendre en compte lors de l'agencement des structures.

Bibliographie

- [1] H. Wensink, Fabrication of microstructures by powder blasting, Thèse, Université de Twente, NL, 2002.
- [2] P. J. Slikkerveer, M. H. A. van Dongen, F. Touwslager, Erosion of elastomeric protective coatings, *Wear*, 236, 189-198, 1999.
- [3] A.-G. Pawlowski, E. Belloy, A. Sayah, M. A. M. Gijs, Power blasting patterning technology for microfabrication of complex suspended structures in glass, *Microelectronic Engineering*, 67-68, 557-565, 2003.
- [4] A. Sayah, V. K. Parashar, A.-G. Pawlowski, M. A. M. Gijs, lastomer for powder blasting microfabrication, *Sensors and actuators A*, to be published 2005.
- [5] N.-M. Barkoula, J. Karger-Kocsis, Review processes and influencing parameters of the solid particle erosion of polymers and their composites, *Journal of Materials Science* 37, 3807-3820, 2002.
- [6] P. H. Shipway, N. K. Ngao, Microscale abrasive wear of polymeric materials, *Wear*, 255, 742-750, 2003.
- [7] D. -S. Park, M. -W. Cho, H. Lee, W. - S. Cho, Micro-grooving of glass using micro-abrasive jet machining, *Journal of Materials Processing Technology*, 146, 234-240, 2004
- [8] J. C. Arnold, I. M. Hutchings, Erosive wear of rubber by solid particles at normal incidence, *Wear*, 161, 213-221, 1993
- [9] J. C. Arnold, I. M. Hutchings, The mechanisms of erosion of unfilled elastomers by solid particle impact, *Wear*, 138, 33-46, 1990.
- [10] P. J. Slikkerveer, Mechanical etching of glass by powder blasting, Thèse, 1999.
- [11] E. Belloy, S. Thurre, E. Walkiers, A. Sayah, M. A. M. Gijs, The introduction of powder blasting for sensor and microsystem applications, *Sensors and Actuators*, 84, 330-337, 2000.

- [12] A. Galliano, S. Bistac, J. Schultz, Adhesion and friction of PDMS networks : molecular weight effects, *Journal of Colloid and Interface Science*, 256, 372-379, 2003.

Conclusion et perspectives

La technique de structuration par sablage, technique de structuration ancienne et "traditionnelle", a été adaptée avec succès à la microstructuration, grâce à l'utilisation d'un masque qui la rapproche des techniques "non traditionnelles". Par rapport aux autres techniques de microstructuration des verres d'oxydes, celle-ci est peu coûteuse et rapide, elle est donc intéressante. Le principe du sablage est celui de l'érosion, et le taux d'érosion quantifie cette interaction substrat-particule. Le substrat choisi est le verre vitro-silico-calcique, matériau fragile mais biocompatible, et les particules utilisées sont des particules d'alumine anguleuses. L'étude du taux d'érosion a montré que l'énergie des particules détermine dans un premier temps le type d'érosion, et dans un second la valeur du taux d'érosion. En effet, pour que l'érosion soit rapide, l'énergie des particules doit être supérieure à une énergie seuil qui, pour le verre, est de 25 nJ. A partir de ces résultats, nous avons déterminé que des particules d'alumine, d'une dimension minimale de 6 μm , ont une énergie supérieure à cette énergie seuil. La mesure du taux d'érosion, avec des particules de dimension moyenne 10 μm , en fonction de l'angle d'incidence du jet, permet de vérifier que ces particules ont suffisamment d'énergie. Le taux d'érosion maximal a été mesuré pour un angle d'incidence de 90 ° : c'est une caractéristique de l'érosion des matériaux fragiles en mode "fragile". Ces résultats, et les contraintes du montage expérimental, nous ont permis de fixer un certain nombre de paramètres qui influencent la gravure : on a choisi d'éroder les échantillons avec des particules anguleuses d'alumine de dimension 10 μm , en plaçant la buse toujours perpendiculairement au substrat, à une distance fixe du substrat. Nous avons utilisé le mode de balayage pour éroder l'échantillon de manière reproductible et homogène.

Dans ces conditions de gravure, on a montré que le taux d'érosion du verre est constant dans le temps, est indépendant des vitesses de balayage choisies et augmente avec l'augmentation de pression appliquée. On a aussi mis en évidence que la valeur du taux d'érosion augmente lorsque la dimension des particules augmente, néanmoins les impacts étant plus gros, la définition de la gravure est altérée.

Le but de notre travail étant d'étudier et d'améliorer le procédé de microsablage, nous avons cherché à développer un masque simple d'utilisation, peu coûteux, d'une bonne résolution pour améliorer la résolution du procédé et qui possède une bonne résistance à l'érosion. Des matériaux comme les métaux et les élastomères qui ont une érosion minimale sous incidence normale du faisceau de particules, sont souvent utilisés comme masque. Cependant, la résolution des masques métalliques de contact étant limitée par leur mode de structuration et les contraintes liées au sablage, on envisage un autre matériau pour le masque. Une manière d'améliorer la résolution du masque est de le structurer par photolithographie; le problème est que la résistance au sablage de la plupart des résines photosensibles est insuffisante. Une résine époxy photosensible connue sous le nom de SU8, nous offre une résolution satisfaisante, mais sa sélectivité (de 1) étant trop faible pour servir de masque, nous décidons de proposer un nouveau masque composé de deux matériaux : l'un est un élastomère très utilisé dans la réalisation des microsystèmes, le Polydiméthylsiloxane (PDMS), qui offre une excellente sélectivité, et l'autre est le SU8, qui permet de structurer le PDMS par moulage. Le masque ainsi constitué offre une bonne sélectivité, est simple à mettre en oeuvre, offre une résolution de 10 μm et le SU8 s'érode comme le verre au cours de la gravure.

L'étude de ce nouveau masque a montré que la résistance du masque est altérée lorsque la pression appliquée augmente : pour une même durée de gravure, le verre protégé par le masque apparaît impacté et les structures gravées sont fortement endommagées. L'étude de l'évolution du temps d'incubation en fonction de la pression, montre que ce temps diminue avec la pression appliquée, ce qui cause une érosion plus précoce du PDMS. Comme le taux d'érosion du PDMS augmente également avec l'augmentation de pression, une augmentation de pression se traduit donc par une érosion plus précoce et plus importante, qui dégrade le masque plus rapidement. Ce masque apparaît donc indiqué pour des pressions basses (environ 200 kPa) et pour des durées de gravure de l'ordre du temps d'incubation (1-1,5 fois temps incubation). En revanche, la bonne tenue des flancs lors de la gravure et la bonne adhérence du masque au substrat constituent des atouts pour ce masque.

Nous avons étudié l'influence, peu étudiée jusqu'à présent, des dimensions des particules sur la gravure et nous avons montré que la profondeur gravée d'un canal dépend de la largeur du canal et du temps de gravure. En ramenant la profondeur gravée pour chaque dimension, à un temps de gravure identique, nous avons pu montrer que la vitesse de gravure augmente avec la largeur du canal jusqu'à une certaine largeur à partir de laquelle elle devient indépendante. Cette largeur de 175 μm correspond à environ 10 fois la dimension des particules. Nous avons aussi quantifié la gravure latérale, qui se traduit

par de la sous-gravure, laquelle est proportionnelle à la profondeur gravée. Lorsque la profondeur gravée devient indépendante de la dimension des structures, cette sous-gravure se stabilise à une quinzaine de microns. L'observation de nombreuses structures nous a permis de montrer que pour ne pas altérer les structures gravées, la sous-gravure doit être prise en compte pour l'agencement des structures. Par ce biais, la résolution maximale du procédé, qui est de $20\ \mu\text{m}$, n'est pas altérée. Cette résolution dépend de la forme et du type de structure, par exemple la résolution de trous triangulaires est moins bonne que celle de canaux ou que celle de plots carrés.

L'altération de certaines structures observées peut par conséquent être attribuée à trois causes :

- soit le masque est érodé en raison de la forte pression appliquée ou en raison d'un temps de gravure élevé,
- ou bien, la sous-gravure détruit les structures inverses, qui séparent les structures,
- ou encore, la structure est érodée en raison d'un manque d'adhérence du masque sur le substrat, accentué par la sous-gravure, car ce sont souvent les zones protégées les plus fines qui disparaissent.

Un des apports originaux de notre travail, a été de montrer, à travers ce nouveau procédé de masquage, que le PDMS pouvait être utilisé comme masque pour le microsablage. Ce masque, nous a en effet prouvé son intérêt, son efficacité et sa contribution à l'amélioration de la résolution du microsablage. La résolution la meilleure est de $20\ \mu\text{m}$, le facteur d'aspect maximal est de 2 et la sous-gravure est réduite, du fait de sa bonne résistance au microsablage. Un autre apport a été l'étude de l'influence des dimensions des structures sur la gravure, montrant ainsi l'importance des dimensions des structures sur la vitesse de gravure. On a également montré que la sous-gravure dépendait de la profondeur gravée, elle-même liée à la dimensions des structures. Ainsi, en tenant compte du fait que la vitesse de gravure est différente selon la largeur des structures, un bon agencement de celles-ci permet d'obtenir la meilleure résolution possible. En regroupant, par exemple, des structures de dimensions comparables et en les espaçant suffisamment, on peut obtenir des structures de dimensions contrôlées et de profondeurs comparables. La connaissance de la sous-gravure en fonction de la profondeur, apporte la possibilité de prévoir les conséquences sur la gravure et donc de les éviter par anticipation dans l'arrangement des structures.

Les perspectives de ce travail sont de deux types : les applications possibles et les améliorations. Les applications possibles du microsablage, en tant que technique alterna-

tive de microstructuration sont multiples. On pourrait par exemple, envisager d'utiliser notre nouveau masque pour réaliser, en fluide, des canaux de l'ordre de 20-40 μm . Dans la réalisation de MEMS, ce masque peut être utile pour réaliser des trous de connection sur des capteurs de verre, car le masque de PDMS offre l'avantage de protéger le reste du dispositif de la gravure sans altération de celui-ci. Ce masque peut aussi être appliqué à la réalisation de micro-pompes pouvant servir dans le domaine biologique ou médical. On peut aussi envisager la réalisation de canaux régulièrement espacés, de facteur d'aspect 2 pour la réalisation de filtres, par exemple. On peut aussi, envisager de créer des structures suspendues pouvant servir à des capteurs, en changeant l'angle d'incidence de la buse.

Les perspectives d'amélioration concerne tout d'abord l'amélioration de la résistance du masque vis-à-vis du temps de gravure et de la pression appliquée en modifiant par exemple, sa composition. Pour ce faire, on pourrait étudier l'évolution de la sélectivité, à pression constante, en changeant le rapport entre l'agent polymérisant et le monomère du PDMS. On pourrait aussi développer un PDMS photosensible afin d'éliminer le SU8, qui constitue certes une légère augmentation du temps de gravure mais qui a pour mérite de donner des profils quasi-verticaux au masque. On pourrait aussi envisager de modifier la résistance du masque au microsablage, en y incluant des nanoparticules. Une autre perspective, serait d'améliorer l'adhérence entre le masque et le verre ou de traiter la surface gravée, afin de réduire la rugosité de la surface. On pourrait également modifier le montage expérimental, et notamment les moteurs entraînant la buse pour assurer une homogénéité de gravure encore plus importante, ou modifier la façon dont est évacué le sable, pour minimiser encore les fluctuations du débit de particules. On pourrait ensuite, étendre ce procédé à d'autres matériaux fragiles, difficilement structurables, comme par exemple des céramiques ou des aimants.

Remerciements

Je tiens à remercier le Professeur M. A. M. Gijs de m'avoir accueillie au sein du laboratoire de microsystemes (LMIS2) à l'Ecole Polytechnique de Lausanne, de m'avoir encadrée et de m'avoir donnée l'occasion de réaliser cette thèse traitant de microsystemes et de microsablage. Je remercie tous les membres du jury, à savoir les docteurs Cugat du Laboratoire d'Electrotechnique de Grenoble, Gueissaz de Asulab de Marin, Hoffmann de l'Institut d'Optique Appliquée (EPFL) et Abdeljalil Sayah du LMIS2 de m'avoir accordé de leur attention et de leur temps.

Je tiens aussi à remercier tout particulièrement le docteur Abdeljalil Sayah, pour sa disponibilité, ses conseils et son aide et le docteur Patrick Hoffmann, pour avoir été mon parrain et m'avoir soutenue.

Je remercie aussi toute l'équipe du CIME pour sa précieuse expérience dans le domaine de la microscopie électronique, les bibliothécaires pour leur patience, les membres du CMI pour leurs compétences et les mécaniciens pour leur collaboration.

Je tiens à rendre un grand merci aux étudiants qui se sont impliqués dans cette étude et notamment, Céline de Lavallaz, Nicolas Thivolle et Ursina Streit. Je remercie aussi mes collègues pour leur aide et en particulier ceux qui ont partagé mon bureau pendant ces années pour leurs conseils, leur bonne humeur et leur amitié.

Publications

A.-G. Pawlowski, E. Belloy, A. Sayah, M. A. M. Gijs, Powder blasting patterning technology for microfabrication of complex suspended structures in glass, *Microelectronic Engineering*, 67-68, 557-565, 2003.

A.-G. Pawlowski, A. Sayah, M. A. M. Gijs, Accurate masking technology for high-resolution powder blasting, *J. Micromech. Microeng.*, 15, S60-S64, 2005.

A.-G. Pawlowski, A. Sayah, M. A. M. Gijs, Precision Poly(Dimethyl Siloxane) masking technology for high resolution powder blasting, *J. of Micromechanical Systems*, 14, 619-624, 2005.

E. Belloy, A.-G. Pawlowski, A. Sayah, M. A. M. Gijs, Microfabrication of high-aspect ratio and complex monolithic structures in glass, *J. of Micromechanical Systems*, 11, 521-527, 2002.

A. Sayah, V. K. Parashar, A.-G. Pawlowski, M. A. M. Gijs, Elastomer mask for powder blasting micorfabrication, *Sensors and Actuators A*, to be published, 2005.

Anne-Gabrielle Pawlowski
Rue Jean-André Venel 13
CH-1400 Yverdon les Bains
Tél: 00 41 24 425 58 37
e-mail :anne-gabrielle.pawlowski@epfl.ch



Docteur ès Sciences /Ingénieur Matériaux Microélectronique Mécanique

FORMATION:

- 2001/2005 Préparation et obtention du **doctorat** intitulé « **Développement et étude d'une technique de sablage à haute résolution** » à l'Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, (CH).
- 1999/2000 **DEA(Dipôme d'Etudes Approfondies) Sciences des Matériaux** (Université de Caen, F)
Diplôme d'ingénieur en Matériaux, Microélectronique et Mécanique, ISMRa (Institut des Sciences de la Matière et du Rayonnement), **ENSI** (Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieur de Caen), F.
Projet de fin d'études à *Philips Composants et Semiconducteurs* à Caen sur “**l'étude de mécanismes engendrant des corrosions dans des circuits intégrés**”.
Travail en équipe, **travail bibliographique** et pratique (tests), **propositions de mécanismes..**
- 1997/1998 **Maîtrise de physique mention Assez Bien**, Université de Versailles Saint-Quentin-en-Yvelines), (F)
- Langues **Anglais**: bonnes connaissances
Allemand: bonnes connaissances
Polonais : connaissances

Logiciels informatiques **Word, Corel Draw, Scientific Work Place, Origin**

EXPERIENCES PROFESSIONNELLES :

- 2001/2005 **Gestion du laboratoire de microsablage** dans le cadre du projet de doctorat, EPFL, Lausanne (CH), Travail en **salle blanche**, caractérisation d'échantillons au **MEB** et microscopie optique,
Assistanat : Traduction d'un cours de microtechnologies de 1^{ère} année de l'anglais en français, **Conduite de travaux pratiques** en salle blanche (2^{ème} année).
Conférences : poster à Micro and Nano Engineering (MNE) 02, Lugano (CH), et poster à Micro Mechanics Europe (MME) 04 , Louvain (B).
Publication de 4 articles dans les journaux : J. Microtech. Microeng, J. of Microelectromechanical Systems, Microelectronic Engineering.
Participation active aux portes ouvertes des 150 ans de l'EPFL
- 2000 Stage « **Mise au point et caractérisation d'électrodes minces nanostructurées pour supercondensateurs** » , EADS (European Aeronautic Defence and Space Company), Friedrichshafen, (D). Pratique de **l'allemand**, **acquisition de méthodes de recherche**, travail en équipe en laboratoire, **réalisation** d'électrodes par voie électrochimique puis **caractérisation** par méthodes physiques et électrochimiques.
- 1999 Stage « **Mise au point de la gravure trous sur des plaques 4 pouces en AsGa** » UMS (United Monolithic Semiconductor), coentreprise des groupes μ Thalès et EADS, Orsay, (F). **Acquisition de méthodes expérimentales** permettant l'obtention rapide de résultats, étude de la gravure RIE, **préparation** des échantillons puis **analyse des résultats**.
- 1998 « **Mesure de précision et détermination 3D des lignes de champ d'un aimant supraconducteur** » ,CEA (Commissariat à l'Energie Atomique), Saclay, (F).
Travail en anglais, **conception et réalisation** d'une sonde (principe de la RMN), **mesure précise** du champ magnétique (précision : 0,0001 T au lieu de 0.1T).

EXPERIENCES EXTRA-PROFESSIONNELLES :

- 1998-2000 Responsable du club peinture sur soie de l'école d'ingénieur
- Sport Escrime, randonnée pédestre, ski alpin
- Loisirs Ornithologie, crochet, broderie
- Autres Cours de soutien scolaire à domicile, soutien à l'association Pro Natura et bénévole aux EHNV (hôpital d'Yverdon).