



**HAL**  
open science

# Conception et réalisation d'une matrice de microéjecteur thermique adressable individuellement pour la fonctionnalisation de biopuce

David Jugieu

► **To cite this version:**

David Jugieu. Conception et réalisation d'une matrice de microéjecteur thermique adressable individuellement pour la fonctionnalisation de biopuce. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Institut National Polytechnique de Toulouse - INPT, 2005. Français. NNT : 2005INPT005H . tel-00009522v2

**HAL Id: tel-00009522**

**<https://theses.hal.science/tel-00009522v2>**

Submitted on 17 Jun 2005

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

N° d'ordre : 2208

## THESE

présentée

pour obtenir

**LE TITRE DE DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE TOULOUSE**

École doctorale : Génie Electrique, Electronique et Télécommunication

Spécialité : "Conception des circuits microélectroniques et microsystèmes" (CCMM)

Par Mr David JUGIEU

Titre de la thèse    CONCEPTION ET REALISATION D'UNE MATRICE DE  
MICROEJECTEUR THERMIQUE ADRESSABLE  
INDIVIDUELLEMENT POUR LA FONCTIONNALISATION DE BIOPUCE.

Soutenue le    Mars 2005

devant le jury composé de :

|                  |                    |
|------------------|--------------------|
| MM. C.COLIN      | Présidente         |
| MM. A.M. GUE     | Directeur de thèse |
| MM. M. LALLEMAND | Rapporteur         |
| M. D. COLLARD    | Rapporteur         |
| MM. C. COLIN     | Membre             |
| M. J.M. DORKEL   | Membre             |
| M. T. CAMPS      | Invité             |

Je remercie Messieurs LAPRIE et GHALLAB, Directeurs successifs du Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes du CNRS de Toulouse pour m'avoir permis de réaliser cette thèse en ces lieux. Je remercie aussi les responsables successifs de l'Ecole Doctorale GEET, Messieurs MARTINEZ et GRAFFEUIL, ainsi que Monsieur CAZARRE, responsable du DEA CCMM pour leur engagement dans la formation doctorale.

Je remercie également Anne-Marie GUE qui m'a accueilli dans le groupe Microsystème et Intégration de Système dont elle est responsable, avec ce que cela incombe administrativement et humainement. Durant ces années de thèse, elle m'a supporté, soutenu, motivé et encadré ; elle m'a offert de bonnes conditions de travail et m'a permis de me découvrir moi-même. J'aimerais lui dire simplement et sincèrement merci.

Je souhaiterais aussi remercier les rapporteurs Madame M.LALLEMAND et Monsieur D.COLLARD qui ont accepté de se plonger dans ce sujet pluridisciplinaire, ainsi que les membres du jury, Madame C.COLIN et Messieurs J.M.DORKEL et T.CAMPS, pour avoir parfaitement rempli leur rôle d'analyse scientifique. La soutenance en fût particulièrement intéressante de même que les remarques judicieuses mises en avant ont apporté des angles d'approches supplémentaires.

Il me reste enfin a remercier les personnes avec qui j'ai travaillé durant ces années : à savoir pour commencer Ty PHOU mon prédécesseur, qui m'a aidé pour rentrer rapidement dans le vif du sujet. Ensuite, viennent les personnes de la salle blanche dont les portes m'ont été ouvertes par N.FABRE que je remercie également. Je pense en particulier à : David BOURRIER, Véronique CONEDERA, Ludovic SALVAGNAC, Bernard ROUSSET, Laurent BOUSQUEROL, David COLLIN, Hugues GRANIER, pour leur bonne humeur, leur disponibilité, leur dynamisme, la qualité de leur travail et de leur conseil ; sans oublier P.F.CALMONT que j'ai torturé durant ma thèse pour la réalisation des masques de plus en plus complexes. Enfin, de manière générale, je remercie l'ensemble du Service TEAM qui m'a permis de travailler dans de bonnes conditions et dans la bonne humeur.

Enfin, je tiens à remercier particulièrement Maxime DUMONTEIL, tout d'abord pour le travail réalisé ensemble et pour m'avoir supporté aussi. Ses conseils éclairés et son humour m'ont permis de décompresser dans les pires moments et ses qualités humaines en font un personnage digne d'être connu et apprécié. Je n'oublie pas Alexandre MARCHESE qui au-delà de ses compétences scientifiques, a contribué avec Maxime et David à détendre l'atmosphère de certaines journées fiévreuses !

Merci à tous.

---

---

## LISTE DES SYMBOLES

|                    |                                      |
|--------------------|--------------------------------------|
| $a_l$              | Inertance de la région liquide       |
| $e$                | Épaisseur de la couche conductrice   |
| $E(\vec{x})$       | Champ électrique                     |
| $\varepsilon$      | Émissivité                           |
| $\vec{F}$          | Densité de flux                      |
| $h$                | Coefficient de convection            |
| $I$                | Intensité                            |
| $J$                | Taux de nucléation                   |
| $J_a$              | Nombre de Jacob                      |
| $\vec{J}(\vec{x})$ | Flux de courant                      |
| $k$                | Conductivité thermique               |
| $k_B$              | Constante de Boltzmann               |
| $L$                | Chaleur latente                      |
| $L$                | Longueur de la résistance            |
| $M_l$              | Masse molaire du liquide             |
| $N_i$              | Nombre de carré de la zone $i$       |
| $N_A$              | Nombre d'Avogadro                    |
| $n$                | Nombre de barrette                   |
| $P_{SAT}$          | Pression saturante                   |
| $P_0$              | Pression du liquide à l'état initial |
| $P_{total}$        | Puissance totale                     |
| $P_{actif}$        | Puissance active                     |
| $q(\vec{x})$       | Densité de flux de chaleur           |
| $R(t)$             | Taux de croissance                   |
| $R$                | Résistance                           |
| $R_{carré}$        | Résistance par carré                 |
| $R_{total}$        | Résistance totale                    |
| $R_{actif}$        | Résistance de la zone active         |

---



---

|                        |  |
|------------------------|--|
| $R_{carrédiff}$        | Résistance par carré de la zone diffusée                 |
| $R_{carrédiodeimpl}$   | Résistance par carré de la zone implanté localement      |
| $R_{carrérésistifimp}$ | Résistance par carré de la zone implanté pleine plaque   |
| $R_{carréN}$           | Résistance par carré de la zone implanté de type N       |
| $R_{carréP}$           | Résistance par carré de la zone implanté de type P       |
| $\rho_l$               | Densité du liquide                                       |
| $\rho_v$               | Densité de la vapeur                                     |
| $\rho$                 | Résistivité électrique                                   |
| S                      | Section de la résistance                                 |
| $\sigma$               | Conductivité électrique                                  |
| $\sigma_t$             | Constante de Stephan-Boltzman                            |
| $t$                    | Temps  |
| $T$                    | Température  |
| $T_{amb}$              | Température ambiante                                     |
| $T_0$                  | Température du liquide à l'état initial                  |
| $T_v$                  | Température de la vapeur                                 |
| $T_{SAT}$              | Température de saturation                                |
| $U$                    | Différence de potentiel électrique                       |
| $V$                    | Tension appliquée aux bornes de la résistance chauffante |
| $V_t$                  | Tension de seuil   |
| $V_p$                  | Tension parasite   |
| $V_f$                  | Tension de fonctionnement                                |
| $V_{seuil}$            | Tension seuil  |
| $V_{gi}$               | Tension du groupe i                                      |
| $V_{app}$              | Tension appliquée  |
| $V_i$                  | Tension mesuré i   |

---

---

|   |             |
|---|-------------|
| <b>INTRODUCTION</b>   | <b>-1-</b>  |
| <b>CHAPITRE I</b>   |             |
| <b>I - DÉFINITION D'UNE PUCE ADN</b>  | <b>-4-</b>  |
| <b>I.1 - Structure de l'ADN : Rappels</b>   | <b>-4-</b>  |
| <b>I.2 - Puce à ADN : Structure et principe de fonctionnement</b>                           | <b>-6-</b>  |
| <b>II - LES TECHNIQUES DE FABRICATION DE PUCE ADN</b>                                       | <b>-7-</b>  |
| <b>III – LES EJECTEURS THERMIQUES</b>   | <b>-11-</b> |
| <b>III.1 - Principe de fonctionnement</b>   | <b>-11-</b> |
| <b>III.2 - Etat de l'art</b>  | <b>-12-</b> |
| <b>III.2.1 - Ejecteur de type « Roofshooter »</b>   | <b>-13-</b> |
| <b>III.2.2 - Ejecteur de type « Backshooter »</b>   | <b>-15-</b> |
| <b>III.2.3 - Ejecteur à valves virtuelles</b>   | <b>-16-</b> |
| <b>III.2.4 - Ejecteur à parois adiabatiques</b>   | <b>-19-</b> |
| <b>III.2.5 - Ejecteur sans bulles</b>   | <b>-20-</b> |
| <b>III.3 – Conclusions</b>  | <b>-21-</b> |
| <b>IV – POSITIONNEMENT DU PROBLEME</b>  | <b>-21-</b> |
| <b>V - MICRO EJECTEUR MATRICIEL POUR LA SYNTHÈSE IN SITU DE L'ADN SUR<br/>LES BIO PUCES</b> | <b>-23-</b> |
| <b>V.1 - Travaux antérieurs</b>   | <b>-23-</b> |
| <b>V.2 – Prospective de travail</b>   | <b>-26-</b> |
| <b>REFERENCE</b>  | <b>-27-</b> |

---

---

**CHAPITRE II**

|   |             |
|---|-------------|
| <b>I - CONCEPTION DE L'ACTIONNEUR THERMIQUE</b>                             | <b>-31-</b> |
| <b>I.1 - Présentation du simulateur COVENTOR</b>                            | <b>-31-</b> |
| <b>I.2 - Simulation des micro-éjecteurs de première génération</b>          | <b>-34-</b> |
| <b>I.2.1 - Etudes préliminaires</b>   | <b>-34-</b> |
| <b>I.2.2 - Description du modèle</b>  | <b>-36-</b> |
| <i>A : Résistance en fonction de la température</i>                         | <b>-38-</b> |
| <i>B : La conductivité thermique du polysilicium</i>                        | <b>-41-</b> |
| <i>C : Conductivité thermique du nitrure de silicium</i>                    | <b>-41-</b> |
| <b>I.2.3 - Résultats de simulation</b>                                      | <b>-42-</b> |
| <b>II - SIMULATION DES MICROEJECTEURS A ANNEAU RESISTIF CIRCULAIRE</b>      | <b>-45-</b> |
| <b>II.1 - Description du nouveau modèle</b>                                 | <b>-46-</b> |
| <b>II.2 - Résultats de simulations</b>                                      | <b>-46-</b> |
| <b>III - CONCEPTION DU SYSTEME D'ADRESSAGE INDIVIDUEL DES EJECTEURS</b>     | <b>-48-</b> |
| <b>III.1 - Principe de cette technologie</b>                                | <b>-48-</b> |
| <b>III.2 - Ajustement aux microéjecteurs ronds</b>                          | <b>-51-</b> |
| <b>III.2.1 - Détermination de la puissance nécessaire au fonctionnement</b> | <b>-52-</b> |
| <b>III.2.2 – Détermination des dopages à mettre en œuvre</b>                | <b>-54-</b> |

---

---

|  |             |
|--|-------------|
| <i>A : Calcul de la résistance par carré du micro éjecteur rond</i>  | <i>-54-</i> |
| <i>B : Détermination du dopage</i>   | <i>-56-</i> |
| <i>C : Etude des paramètres d'implantation</i>   | <i>-59-</i> |
| <b>REFERENCE</b>   | <b>-65-</b> |
| <b>CHAPITRE III</b>  |             |
| <b>I - RAPPEL DE LA TECHNOLOGIE EXISTANTE</b>  | <b>-66-</b> |
| <b>I.1 - Réalisation de la membrane</b>  | <b>-68-</b> |
| <b>I.2 - La résistance chauffante</b>  | <b>-69-</b> |
| <b>I.3 - La buse d'éjection</b>  | <b>-70-</b> |
| <b>I.4 - Libération de la membrane et réalisation du réservoir</b>   | <b>-70-</b> |
| <b>II - PROCEDE TECHNOLOGIQUE GLOBAL DE REALISATION DES EJECTEURS DE SECONDE GENERATION</b>  | <b>-71-</b> |
| <b>III - MISE AU POINT DE LA FILIERE TECHNOLOGIQUE DE REALISATION DES DIODES D'ADRESSAGE DANS LA RESISTANCE CHAUFFANTE EN POLYSILICIUM</b> | <b>-73-</b> |
| <b>IV - PROCEDE DE REALISATION DES BUSES</b>   | <b>-79-</b> |
| <b>V – REALISATION DE MATRICES ADRESSABLES</b>   | <b>-81-</b> |
| <b>V.1 - Les masques</b>   | <b>-81-</b> |
| <b>V.2 – La réalisation technologique</b>  | <b>-86-</b> |
| <b>V.3 – caractérisation des réalisations technologiques</b>   | <b>-87-</b> |
| <b>V 4 - Montages des matrices</b>   | <b>-90-</b> |

---

---

|  |              |
|--|--------------|
| <b>VI – BILAN DES REALISATIONS</b>   | <b>-92-</b>  |
| <b>REFERENCE</b>   | <b>-92-</b>  |
| <b>CHAPITRE IV</b>   |              |
| <b>I - CARACTERISATIONS ELECTRIQUES DES STRUCTURES EN VECTEURS</b>   | <b>-93-</b>  |
| <b>I.1 - Ejecteurs à barrettes de type N</b>   | <b>-93-</b>  |
| <b>I.1.1 - Une barrette implantée et deux diodes diffusées rectilignes</b>   | <b>-94-</b>  |
| <b>I.1.2 - Deux barrettes implantées et deux diodes diffusées rectilignes</b>  | <b>-95-</b>  |
| <b>I.1.3 - Trois barrettes implantées et deux diodes diffusées rectilignes</b>                                       | <b>-96-</b>  |
| <b>I.1.4 - Une barrette implantée et deux diodes diffusées en forme de T</b>   | <b>-97-</b>  |
| <b>I.1.5 - Deux barrettes implantées et deux diodes diffusées en forme de T</b>                                      | <b>-98-</b>  |
| <b>I.1.6 - Trois barrettes implantées et deux diodes diffusées en forme de T</b>                                     | <b>-99-</b>  |
| <b>I.2 - Ejecteurs à barrettes de type P</b>   | <b>-100-</b> |
| <b>I.2.1 - Barrettes implantées avec diodes diffusées rectilignes</b>  | <b>-100-</b> |
| <b>I.2.2 - Barrettes implantées avec diodes diffusées en forme de T</b>  | <b>-100-</b> |
| <b>I.3 - Bilan de ces caractérisations</b>   | <b>-101-</b> |
| <b>II - CARACTERISATIONS ELECTRIQUES DES STRUCTURES EN VECTEURS A RESISTANCE EN POLYSILICIUM D'ÉPAISSEUR REDUITE</b> | <b>-102-</b> |
| <b>II.1 - Barrettes de type N</b>  | <b>-102-</b> |
| <b>II 1.1 - Barrettes implantées et deux diodes diffusées rectilignes</b>  | <b>-102-</b> |
| <b>II.1.2 - Barrettes implantées et deux diodes diffusées en forme de T</b>  | <b>-103-</b> |

---

---

|  |              |
|--|--------------|
| <b>II 2 - Barrettes de type P</b>                                    | <b>-104-</b> |
| <b>II.2.1 - Une barrette et deux diodes diffusées rectiligne</b>     | <b>-104-</b> |
| <b>II.2.2 - Deux barrettes et deux diodes diffusées rectilignes</b>  | <b>-105-</b> |
| <b>II.2.3 - Trois barrettes et deux diodes diffusées rectilignes</b> | <b>-105-</b> |
| <b>II.3 - Barrettes et deux diodes diffusées en formes de T</b>      | <b>-106-</b> |
| <b>II.4 - Bilan des caractérisations</b>                             | <b>-107-</b> |
| <b>II.5 - Structures sans barrettes implantées</b>                   | <b>-107-</b> |
| <b>III - CARACTERISATIONS ELECTRIQUES DES MATRICES</b>               | <b>-109-</b> |
| <b>III.1 - Matrice implantée/diffusée avec une barrette</b>          | <b>-109-</b> |
| <b>III.1.1 - Matrice 45°</b>   | <b>-110-</b> |
| <b>III.1.2 - Matrice 45° coudée</b>                                  | <b>-111-</b> |
| <b>III.1.3 - Matrice avec colonne en poly silicium</b>               | <b>-112-</b> |
| <b>III.1.4 - Matrice verticale</b>                                   | <b>-113-</b> |
| <b>III.1.5 - Bilan de ces caractérisations</b>                       | <b>-114-</b> |
| <b>III.2 - matrice implanté diffusé sans barrettes</b>               | <b>-114-</b> |
| <b>III.2.1 - Matrice 45°</b>   | <b>-115-</b> |
| <b>III.2.2 - Matrice 45° coudé</b>                                   | <b>-116-</b> |
| <b>III.2.3 - Matrice avec colonne en poly silicium</b>               | <b>-117-</b> |
| <b>III.2.4 - Matrice verticale</b>                                   | <b>-118-</b> |
| <b>III.2.5 - Bilan de ces caractérisations</b>                       | <b>-119-</b> |
| <b>IV - CARACTERISATIONS DE LA MATRICE A COLONNE DE POLYSILICIUM</b> | <b>-120-</b> |

---

|   |              |
|---|--------------|
| <b>IV.1 - Etude de la dispersion des caractéristiques au sein de la matrice</b> | <b>-120-</b> |
| <b>IV.2 - Etude des courants parasites</b>                                      | <b>-121-</b> |
| <b>IV.3 - Etude infra rouge de la matrice</b>                                   | <b>-125-</b> |
| <b>V - BILAN GLOBAL DE CES CARACTERISATIONS</b>                                 | <b>-128-</b> |
| <b>CONCLUSION</b>   | <b>-129-</b> |
| <b>ANNEXE 1</b>   | <b>-133-</b> |
| <b>ANNEXE 2</b>   | <b>-142-</b> |
| <b>ANNEXE 3</b>   | <b>-155-</b> |

---

# Introduction



C'est à la fin des années 1980 que l'on commence à parler du concept de microsysteme. En effet, les opérations traditionnelles d'oxydation, de diffusion, de dépôt de couche minces de la microélectronique se voient complétées par l'apparition de technique de micro usinage en volume et en surface du silicium. Cette nouvelle micro technologie du silicium laisse entrevoir de nombreuses possibilités d'intégration de formes géométriques plus complexes de manière à miniaturiser et intégrer des fonctions supplémentaires tout en restant compatible avec la présence des circuits intégrés. Cette possibilité de structuration en trois dimensions du silicium permet de créer des cavités, des poutres, des membranes et des structures suspendues qui vont être à la base de micro dispositifs ayant la possibilité d'interagir avec l'environnement. C'est le concept des microsystemes. Il nous est désormais possible de concevoir des « micro » systemes complexes intégrant plusieurs fonctions sur le même dispositif. Par exemple un capteur peut être associé à l'électronique de traitement du signal, à l'amplification, au conditionnement puis finalement à un ou plusieurs actionneurs soit par intégration monolithique, mais plus généralement en assemblant les divers composants à l'aide de technologies très avancées de type SOP.

Les productions les plus connues sont les accéléromètres et les capteurs de pression, qui ont été exploités essentiellement dans les domaines industriels tels que l'automobile, l'aéronautique et l'électroménager. Depuis ces dix dernières années, le domaine biomédical devient un secteur privilégié pour les microsystemes. Il existe une très forte demande pour améliorer la qualité du diagnostic et des traitements. Les microsystemes trouvent tout leur intérêt dans ce secteur pour lequel la demande de capteurs miniaturisés et multiparamétriques va grandissante avec l'évolution des nouvelles techniques de diagnostic, de médecine ambulatoire et d'exploration fonctionnelle mini invasive. Les systemes miniaturisés sont en effet susceptibles d'être introduits dans des endroits difficiles d'accès, de procéder à des mesures peu intrusives ou encore de consommer beaucoup moins de réactif pour les analyses et autre diagnostic.

Le champ d'application des microsystemes est donc très large, et leur conception fait appel à de nombreux domaines connexes comme la mécanique, l'optique, l'électronique ou la micro fluidique (discipline associée aux écoulements de fluides dans les structures de faibles dimensions). Les microsystemes à fluides comprennent tous les types de dispositifs qui permettent de détecter, de contrôler ou d'agir sur les fluides. Leur apparition reste récente. Les applications des microsystemes à fluides sont nombreuses. L'aéronautique s'intéresse notamment au développement de capteurs de pressions, d'actionneurs situés sur les voilures

pour modifier les écoulements de couches limites et proposer une alternative aux lourds organes hydrauliques conventionnels. Le secteur automobile développe par exemple des micro-injecteurs haute pression pour les chambres de combustion, des micros capteurs pour la détection de baisses de pression dans les pneumatiques. Les imprimantes grand public sont constituées pour la plupart de micro buses à jets d'encre. Mais ce sont certainement les secteurs de la biologie, de la chimie, de l'environnement ou encore de l'agroalimentaire qui présentent le plus fort potentiel d'application. Les besoins en termes de microsystèmes à fluides sont nombreux et beaucoup de laboratoires se sont lancés dans l'aventure pour effectuer la conception, la réalisation et l'optimisation.

Le séquençage de plusieurs génomes vivants et d'une grande partie du génome humain a pu être réalisé et a ouvert de nombreuses perspectives. Cette expérience a montré la nécessité de développer des outils d'analyse rapides et fiables. C'est ainsi qu'ont vu le jour de nouveaux systèmes d'analyse : les puces à ADN.

Une description simple et rapide d'une puce ADN peut se résumer en ces quelques lignes : une matrice de cellules réactives ( $100 * 100 \mu\text{m}$  ou moins) est fabriquée sur un support solide (substrat) qui peut être en silicium, en verre ou en plastique. Sur chaque cellule réactive sont immobilisés plusieurs millions de séquences ADN mono brin qui peuvent être caractérisées en quelques heures.

Au-delà de l'analyse et du séquençage des gènes, cette technique permet aussi d'être utilisées dans la pharmacogénomie, la détection de maladie, la toxigénomie, la détection de bactérie pour le traitement des eaux etc. C'est pourquoi, le milieu scientifique et industriel est en effervescence au vu de ces perspectives.

Le développement de cet outil d'analyse est en pleine croissance et suscite une importante activité de recherche dans de nombreux domaines. En effet, si la biochimie s'occupe de la synthèse des mono brins d'ADN, de la chimie des surfaces et de la fixation des sondes, il n'en reste pas moins qu'il faut trouver une méthode et des outils pour fonctionnaliser ces puces à ADN. Au vu des dimensions et des quantités de produit à manipuler, il nous paraît alors évident que la micro voire la nano technologie sont capables de répondre à cette demande. C'est en effet un procédé dérivé de la technologie de la micro électronique qui est à la base de la fabrication de puces ADN faisant partie des plus performantes : le procédé AFFYMETRIX.

C'est dans cette perspective que le LAAS-CNRS s'est impliqué dans le domaine. Notre choix a donc été de s'appuyer sur l'expérience du laboratoire en microsystème pour créer un système permettant de fonctionnaliser les puces à ADN en visant la synthèse in situ de l'ADN, par voie chimique, sur les unités d'hybridation des puces. Il se fonde donc sur la

réalisation d'un outil permettant de délivrer les bases azotées constituant l'ADN de façon localisée et à la demande. Ce travail déjà engagé, dans le cadre d'une première thèse, a permis de jeter les bases de la réalisation d'une matrice d'éjecteurs thermiques répondant à cet objectif et de démontrer la fiabilité de l'approche.

Le travail présenté dans ce mémoire décrit l'optimisation de ce micro éjecteur thermique et sa disposition sous forme matricielle en y intégrant une fonction passive permettant l'adressage individuel qui permettra de délivrer les bases azotées de façon localisée et à la demande.

Ce document se décompose en quatre parties :

Le premier chapitre décrit les différentes filières technologiques mises en œuvre durant ces dernières années pour la fabrication des puces à ADN en rapportant les avantages et inconvénients afin de montrer l'intérêt de notre approche.

La seconde partie présente la phase de conception de la matrice adressable. Ce chapitre comprend la phase de simulation et optimisation des premiers éjecteurs en tenant compte des mécanismes de fonctionnement. S'en suit la phase d'intégration de ces microéjecteurs sous forme de matrice adressable sur une membrane avec la présentation de la technique d'adressage.

Le chapitre trois retranscrit la phase de mise au point de la technologie qui nous a permis de réaliser les composants.

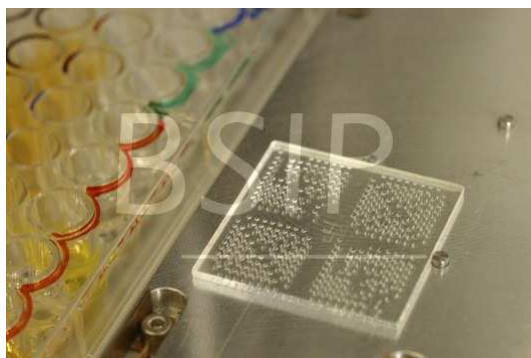
Pour finir, la dernière partie est dédiée à la caractérisation des réalisations technologiques et la démonstration des propriétés d'adressage de notre matrice.

# Chapitre I

Un tour d'horizon dans  
le domaine des puces

ADN

**L**es Biopuces sont nées de la rencontre de la microélectronique, des microsystèmes et de la biologie. Elles sont dédiées à l'analyse biologique et répondent à des enjeux de miniaturisation, de haut débit et de sensibilité de la nouvelle biologie. De quelques cm<sup>2</sup> seulement, elles sont conçues pour analyser des milliers de séquences d'ADN ou de protéines, pour paralléliser, automatiser et miniaturiser des réactions enzymatiques ou pour analyser des événements discrets au sein d'une cellule unique. Les domaines d'application de ces puces sont variés : la recherche fondamentale, médicale, pharmaceutique ; le diagnostic et la thérapeutique ; la Santé Publique, l'agroalimentaire et l'environnement ; le génie biologique et les biotechnologies.



**Figure I.1 : Puce du CEA pour le criblage de produits pharmaceutiques, la puce est recouverte de 400 gouttes environ, de 50 nanolitres chacune**

Les puces ADN, résultat de la fixation de brins d'ADN sur un support solide, sont l'un de ces systèmes.

## **I - DEFINITION D'UNE PUCE ADN**

### **I.1 - Structure de l'ADN : Rappels**

L'ADN ou acide désoxyribonucléique est un acide nucléique formé par la répétition de sous-unités appelées « nucléotides ». Les « nucléotides » sont constitués de trois éléments : l'acide phosphorique + un sucre + une base azotée. Les bases azotées sont au nombre de quatre : Adénine, Guanine, Thymine et la Cytosine. « In vivo » l'ADN est composé de deux brins associés l'un à l'autre et enroulés sous forme d'hélice, dite structure secondaire, qui est le résultat de l'appariement des bases azotées de façon complémentaire, l'Adénine avec la Thymine et la Cytosine avec la Guanine. Les paires de base de l'ADN sont perpendiculaires à l'axe de la double hélice. Chaque organisme a un code unique qui contrôle son développement et son fonctionnement. Le nombre et l'arrangement de ces bases déterminent qui nous sommes, notre apparence et les maladies auxquelles nous sommes prédisposés.

L'ADN humain contient environ trois milliards de paires de bases, groupées dans des gènes qui contrôlent les fonctions spécifiques. La structure schématisée de l'ADN est donnée sur la figure I.2.



Figure I.2 : Représentation d'un segment de la molécule d'ADN

L'ADN a la propriété remarquable de passer d'une structure simple brin à une structure double brin de manière réversible ; c'est cette réaction d'association mieux connue sous le nom de réaction d'hybridation, utilisée en biologie moléculaire pour l'étude de l'ADN dans des conditions physico-chimiques données, qui sera la base du fonctionnement de la puce ADN.

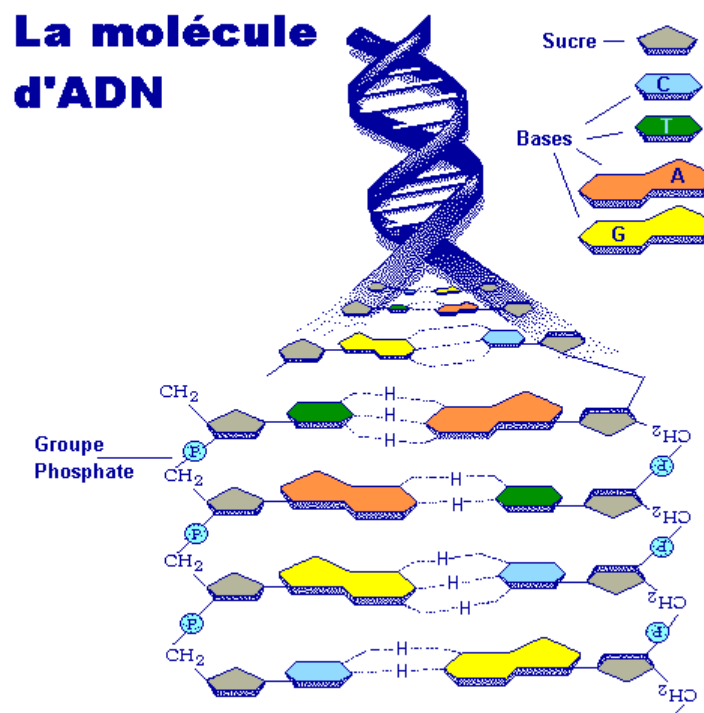
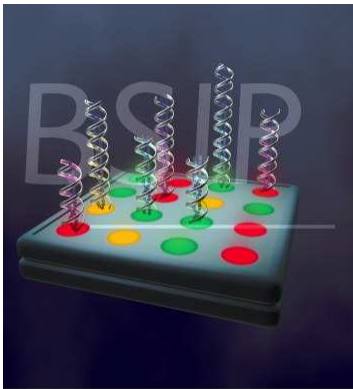


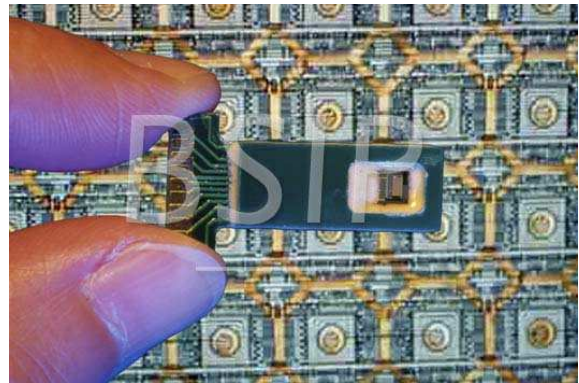
Figure I.3 : L'hybridation de la molécule d'ADN

## I.2 - Puce à ADN : Structure et principe de fonctionnement

Une puce ADN se présente comme une matrice de micro surfaces appelées unités d'hybridation (UH). Sur les UH sont reportés des monobrins d'ADN dont on connaît les séquences de nucléotides ou du moins une partie. Ces brins d'ADN sont alors appelés « sonde ». La puce présente donc autant de points d'association possible pour identifier l'ADN inconnu que d'unités d'hybridation. Les brins d'ADN à identifier sont appelés « cibles ». Nous verrons le principe de fonctionnement de la puce ADN un peu plus loin.



**Figure I.4 :** La puce à ADN détecte la présence d'ADN spécifique et peut être utilisée comme un indicateur rapide en diagnostic clinique, recherche etc



**Figure I.5 :** Biopuce MICAM à faible densité capable de recevoir 128 séquences différentes d'ADN. En arrière plan, vue au microscope des plots contenant les sondes à ADN

Le support est une surface plane comportant des puits. Du point de vue matériaux, le verre est fréquemment utilisé car il regroupe un certain nombre de propriétés comme une bonne stabilité chimique, il est de plus peu onéreux, stable mécaniquement, non polaire et chimiquement inerte. Le silicium, également utilisé, a l'avantage de pouvoir être usiné à très grande échelle en utilisant les technologies des circuits intégrés. De plus, le silicium permet d'intégrer des dispositifs d'assistance au greffage des sondes ou des dispositifs pour la détection<sup>1</sup>. Enfin il permet aussi, après une oxydation ( $\text{SiO}_2$ ), de réutiliser les techniques de fixation développées pour le verre. Il est toutefois beaucoup plus onéreux que ce dernier.

Sur ces substrats, les mono brins d'ADN sont fixés suivant deux méthodes possibles : soit le brin d'ADN est reporté directement (il est pré synthétisé), soit les nucléotides sont déposés successivement de manière à générer ainsi les séquences d'ADN. Cette dernière méthode est appelée synthèse in situ. De manière générale, cette fixation se fait par simple adsorption, par greffage, par l'utilisation de polymères spécifiques ou par l'utilisation de molécules d'affinité moléculaire. Quelle que soit la méthode de fixation employée, une étape préalable, qui est la fonctionnalisation de la surface, est généralement nécessaire. Cette étape est en fait un traitement chimique de la surface ou du moins de l'UH pour la rendre réactive



envers le groupement que l'on souhaite fixer. Ces molécules intermédiaires (Linkers en anglais) sont utilisées comme maillon entre la surface et la sonde de manière à masquer les propriétés de surface du support ou à accroître l'accessibilité du monobrin d'ADN pour faciliter l'hybridation.

Le fonctionnement de la puce ADN (Figure I.6) est basé sur le principe d'hybridation complémentaire entre les brins sondes et la cible. En tenant compte de la propriété d'hybridation des brins d'ADN complémentaires, l'idée est de mettre en contact le brin d'ADN cible avec un maximum de cas possibles d'ADN synthétique dont on connaît le positionnement sur la puce et la séquence, afin qu'il y trouve son complémentaire pour une réaction d'hybridation. En général, de manière à augmenter les probabilités d'hybridation, on réalise une amplification du brin d'ADN cible suivant la méthode de Polymerase Chain Reaction (PCR) asymétrique qui permet de dupliquer en grande quantité des séquences déterminées à partir d'un premier brin dit parent. L'information sur le séquençage est alors obtenue en repérant le brin sonde hybridé avec la cible ; pour cela des marqueurs sont placés sur les cibles qui permettent, après une étape de lavage enlevant les cibles qui n'ont pas réagi, de faire une lecture en position (X, Y) d'autant d'UH différentes ayant réagi avec autant de cibles différentes. La méthode classique d'analyse est la fluorescence : un laser excite les marqueurs fluorescents accrochés aux cibles hybridées et un microscope à fluorescence confocal associé à un ordinateur permet de cartographier la matrice.

## II - LES TECHNIQUES DE FABRICATION DE PUCE ADN

Le principe de fabrication d'une puce ADN est de disposer sur des unités d'hybridation les monobrins d'ADN. Comme on l'a déjà vu, il y a principalement deux façons de faire ce report soit en faisant la synthèse directement au niveau de l'UH, soit en transférant d'un réservoir à une UH, un brin sonde déjà synthétisé.

De manière générale, c'est cette dernière méthode que l'on rencontre le plus souvent ; elle consiste à déposer des solutions contenant les brins d'ADN à l'aide de bras robotisés portant un outil capable de transférer les solutions de réactif d'un réservoir à une zone de substrat fonctionnalisée. L'outil le plus rencontré est le capillaire ou la micropipette. Cette technique de fabrication a permis déjà à de nombreuses compagnies de commercialiser des machines permettant de fabriquer des puces ADN.



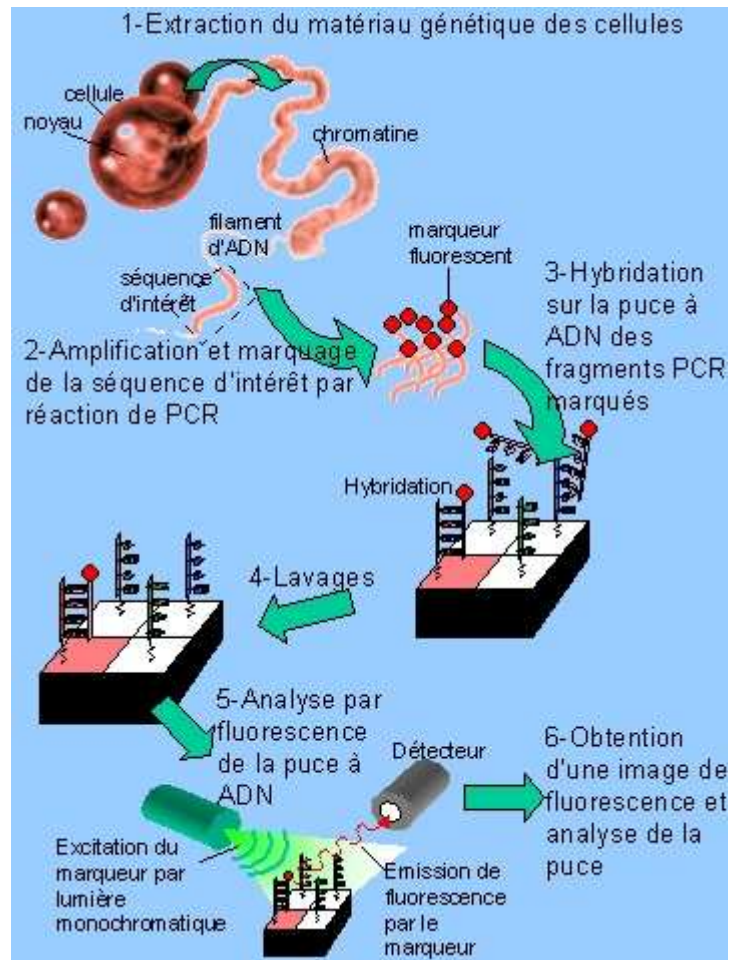


Figure I.6: Principe de fonctionnement d'une puce ADN

Trois principes d'adressage sont rencontrés :

L'adressage mécanique par micropipettes déplacées par un robot adressant les zones fonctionnelles délimitées par une plaquette de microtitration<sup>2</sup>. Cette technique permet d'obtenir des matrices de puces d'ADN de 4,84 mm<sup>2</sup> comportant 49 UH. Ici, le diamètre interne de sortie de la micropipette ainsi que la viscosité de la solution déterminent les volumes transférés, donc la taille de l'unité d'hybridation, et la résolution du dépôt. En optimisant ces derniers paramètres, l'équipe de J. Derisi<sup>3</sup> utilise des pointes capables de transférer 5nL de solution sur des substrats de verre réalisant ainsi des matrices de 1 cm<sup>2</sup> comportant cette fois 1161 UH.

De manière à s'affranchir du problème de volume transférable, une des alternatives est d'utiliser les propriétés électrochimiques et/ou électrophorétiques des sondes. De cette manière, NANOGEN, par exemple, arrive à réaliser des puces de 10 000 UH de 25µm en utilisant les techniques de la microélectronique pour la réalisation de ses électrodes<sup>4</sup> d'adressage électrochimique.

Enfin, une autre technique rencontrée est l'adressage de ces zones fonctionnalisées par jet. Cela offre l'intérêt de ne pas avoir de contact entre le support et l'outil de distribution et cela fonctionne sur le principe de l'impression à jet d'encre. Les gouttelettes de solutions sondes sont générées par des éjecteurs de type piézoélectrique ou thermique<sup>5</sup>. Il est envisageable d'atteindre une densité de 100000 UH de 25µm sur une surface de 4cm<sup>2</sup>.

En ce qui concerne la fixation des oligonucléotides par synthèse in situ, la technologie principalement rencontrée est la technique dite de l'adressage photochimique. Essentiellement développée par affymetrix<sup>6</sup>, elle consiste en une méthode combinatoire qui permet de synthétiser une grande variété de séquences d'oligonucléotides en parallèle avec un temps de fabrication assez court pour une synthèse in situ. Le procédé d'Affimétrie, présenté sur la figure I.7, consiste à illuminer sélectivement un substrat de verre comportant des nucléotides avec leur protecteur photolabile. Cette exposition à travers un masque enlève les groupes protecteurs, ce qui donne accès à des régions déprotégées où le couplage chimique avec de nouveaux nucléotides va pouvoir s'opérer. Un nouveau masque est alors utilisé, et permet de réaliser un nouveau couplage. Par répétition de ce procédé, on obtient une matrice d'oligonucléotides comportant jusqu'à 25mers. Il faut donc quatre masques pour pouvoir faire une séquence successive comportant les quatre bases azotées différentes<sup>7</sup>. De nos jours la résolution des puces ainsi réalisées est de l'ordre de 25µm et la densité est d'environ 300 000 UH/cm<sup>2</sup>.

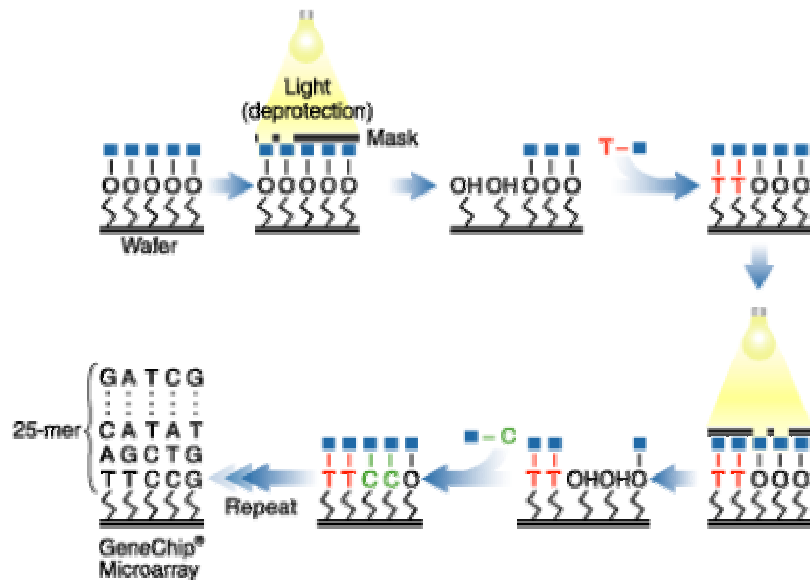


Figure I.7 : Technique de fonctionnalisation d'une bio puce par photolithographie

Pour se dispenser de la réalisation de jeux de masques, deux groupes de recherche, à l'université du Wisconsin<sup>8</sup> et celle de Houston<sup>9</sup>, ont mis au point une technique faisant intervenir des micro miroirs qui vont orienter le faisceau de lumière sur les zones à

déprotéger. La matrice ainsi réalisée est de 2,25 cm<sup>2</sup> et comporte 2300 cellules. Enfin toujours dans le domaine du masquage, E. D. Southern et al, ont développé une méthode qui repose sur le dépôt de nucléotides protégés sur un support de verre<sup>10</sup>. La réaction se déroule dans une cellule de téflon étroitement jointe à la surface du verre et connectée à un synthétiseur d'oligonucléotides programmé de façon à coupler les nucléotides dans un ordre défini. Le téflon sert de masque. La lame est déplacée manuellement sur un rail selon un motif défini en fonction de la séquence à synthétiser. La dé-protection du groupement protecteur se fait par insolation UV.

Les techniques par jet sont également utilisées pour la synthèse in-situ. Le principe est ici de coupler à un synthétiseur et d'envoyer des agents chimiques à l'aide d'éjecteurs piézoélectriques qui vont déprotéger les nucléotides<sup>11</sup>. Enfin toujours en utilisant les éjecteurs piézoélectriques, la méthode PROTOGENE consiste cette fois en une éjection de bases azotées qui sont envoyées directement sur les unités d'hybridation<sup>12</sup>. En 32 secondes, 262000 sites de 50µm sont remplis par des injecteurs individuels empilés de façon à réaliser une tête d'impression de 64 buses espacées de 400µm délivrant des gouttelettes de 33pL.

L'étude et la comparaison des différents outils de fonctionnalisation des puces montrent que, même si celles-ci sont au point, pour certaines même commercialisées et présentant des avantages certains, il existe néanmoins pour chacune d'elles des inconvénients non négligeables. L'évolution observable est d'une part la diminution de la taille de l'unité d'hybridation et l'augmentation de leur densité qui sont liées à la miniaturisation des outils. D'autre part une augmentation des cadences de réalisation permet de compenser les dispositifs de faible densité. Le développement le plus marquant de ces 15 dernières années est certainement la fabrication des oligonucléotides sondes par synthèse in situ suivant le principe de photolithographie proposé par affymetrix.

Il permet une haute densité de plots mais avec un rendement faible dû aux réactions de photo-déprotection. Le temps et le coût de création des masques entraînent une perte de flexibilité dans la génération de puces, même si cette technique favorise une production de masse. L'approche de Nanogen réalisant la fixation d'oligonucléotides pre-synthétisé en utilisant des électrodes conduit à une densité faible, mais le rendement est élevé et la méthode est flexible. Le point commun de ces techniques est malheureusement un coût élevé de mise en œuvre par le coût des sondes (stockage, ...), du support ou de l'outillage.

En couplant les microéjecteurs, qui offrent un bon rendement, avec la synthèse in situ de monobrins d'ADN, qui apporte une grande flexibilité dans le choix des oligonucléotides à synthétiser, on obtient une alternative qui serait susceptible de faire rapidement des puces de

haute densité et pour un faible coût de production. Le coût de l'équipement quant à lui ne serait pas non plus exorbitant.

Une variété de principe est envisageable pour l'actionnement des micro-éjecteurs : les actionnements mécaniques de type piézoélectrique<sup>13</sup>, à onde acoustique<sup>14</sup>, électrostatique<sup>15</sup> et enfin les actionnements dits thermiques<sup>16,17,18</sup> que l'on rencontre dans le monde de l'impression. Les actionneurs de type piézoélectrique et thermique sont les plus courants, preuve en est la commercialisation d'imprimantes à jet d'encre par Canon, Epson, Hewlett-Packard et autres... L'intégration des techniques comme l'actionnement piézoélectrique ou électrostatique a montré une limite au niveau de leur résolution (300dpi et <10kHz) de par le besoin de place pour l'actionnement et le déplacement. L'actionnement acoustique quant à lui est abandonné car non répétable. Il semblerait que l'actionnement par une bulle thermique soit le plus prometteur et permette d'avoir une résolution jusqu'à 1000dpi à une forte fréquence<sup>19,20</sup>.

### III – LES EJECTEURS THERMIQUES

#### III.1 - Principe de fonctionnement

De manière générale, un éjecteur thermique est constitué d'un réservoir contenant le liquide à éjecter, d'une résistance chauffante placée dans le réservoir et d'un orifice constituant la buse d'éjection. La résistance chauffante est alimentée par une impulsion de courant de forte amplitude et de courte durée de manière à générer localement un échauffement suffisant pour amener le liquide porteur à une température supérieure à sa température d'ébullition. Cette rapide surchauffe, communément appelée la « mise à feu », permet de générer une bulle de vapeur qui augmente plus rapidement que le front d'onde de la pression. De cette manière, c'est le volume dans le réservoir de liquide qui croît et ne laisse qu'une possibilité au fluide pour retrouver un état d'équilibre : éjecter une goutte par la buse d'éjection. Lorsque le chauffage est arrêté, la bulle implose et la capillarité au niveau de l'entrée des canalisations d'alimentation suffit à réalimenter le petit réservoir en liquide et le cycle peut reprendre. De tels systèmes équipent les imprimantes à jet d'encre, dont certaines sont capables de distiller des microgouttes de deux picolitres et dont le diamètre n'excède pas une quinzaine de microns<sup>21</sup>.

De multiples paramètres et facteurs sont à considérer pour la réalisation d'éjecteurs thermiques :

- ils doivent être simples d'utilisation avec un faible coût de fabrication
- ne pas produire de gouttes satellites
- il ne faut aucune interaction avec les éjecteurs non actionnés, que ce soit au remplissage de la chambre d'éjection ou lors de l'éjection
- il faut que la période entre l'éjection et le remplissage soit la plus courte possible pour avoir une forte fréquence d'utilisation.
- lors de la « mise à feu », il faut pouvoir prévenir la surchauffe de la résistance et l'éjection prématurée de fluide de la chambre fluidique.

Pour cela, la structure doit être dessinée en tenant compte des deux périodes : durant la « mise à feu », la structure doit pouvoir transférer la chaleur efficacement au fluide dans la chambre fluidique ; après la « mise à feu », cette même structure doit transférer le résidu de chaleur à l'intérieur de la tête d'impression et non pas dans le fluide de manière à favoriser le refroidissement de la résistance avant la mise à feu suivante.

La performance d'un éjecteur est donc étroitement liée à la structure de la chambre d'éjection, des canaux d'alimentation, de la résistance, de la génération des bulles et de la taille de ses composants.

### **III.2 - Etat de l'art**

Ces dix dernières années, de nombreux résultats expérimentaux et numériques ont donné lieu à des articles ou des brevets : deux grandes familles de micro éjecteurs thermiques se dégagent de ces écrits. La première est lorsque la goutte est éjectée de façon tangentielle à la résistance chauffante (« Side shooters ») et l'autre correspond à l'éjection de la goutte suivant la normale à l'élément chauffant (« Roof shooters »). Récemment est apparue le « Backshooter » dont le principe est décrit par Bhaskar et Leban<sup>22</sup> : l'éjection est perpendiculaire au radiateur mais dans la direction opposée à celle de la croissance de la bulle. C'est ce principe qui a permis le développement des éjecteurs monolithiques utilisant la technologie silicium.

### III.2.1 - Ejecteur de type « Roofshooter »

De manière conventionnelle, un éjecteur thermique du type « roofshooter » est représenté par le schéma suivant<sup>23</sup> :

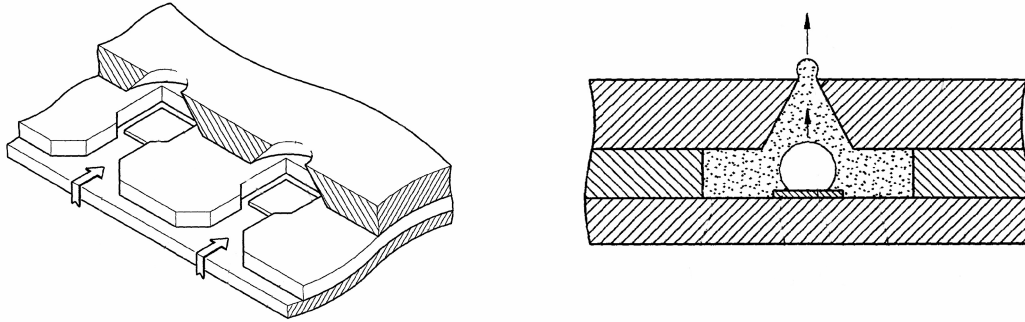


Figure I.8: Vue en perspective et en coupe illustrant la structure d'un éjecteur thermique

Cette structure est obtenue à partir d'un substrat de silicium sur lequel une succession de couches de matériaux sont déposées. Une première couche permet de réaliser des résistances chauffantes ; elle est suivie d'un autre dépôt dans lequel sont gravées les chambres de mise à feu ainsi que les amenées de liquide à partir du réservoir. Enfin, une couche supplémentaire de matériaux est déposée pour former la buse d'éjection, elle est pour cela percée en regard de la chambre et de la résistance.

Hewlett-Packard reprend et améliore cette structure générique<sup>24</sup> comme représentée sur les figures I.9 et I.10.

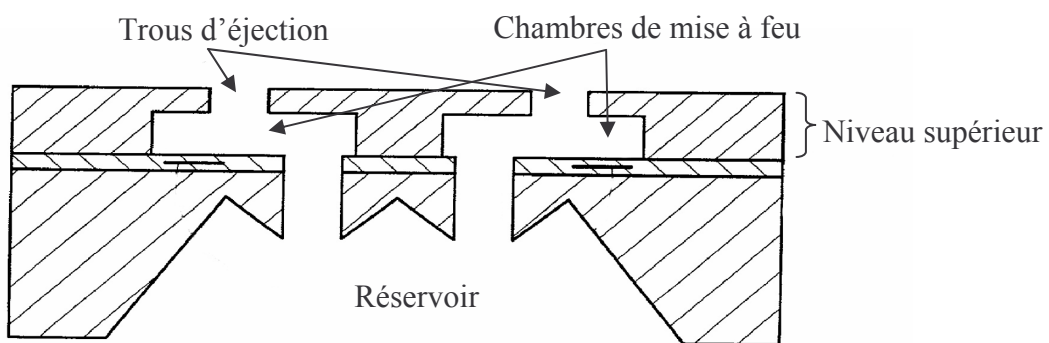
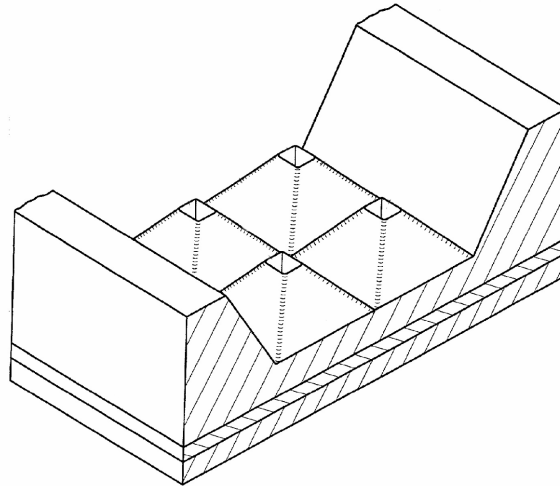


Figure I.9: Vue en coupe d'un éjecteur « Roofshooter » Hewlett-Packard



**Figure I.10 : Vue en perspective de la face arrière**

En face avant d'un substrat silicium, un niveau supérieur définit les orifices d'éjection et la chambre fluide de mise à feu. Ce niveau est réalisé à l'aide d'une résine épaisse, Su8 par exemple.

En face arrière, le substrat de silicium présente une structure en forme de pyramides tronquées. Leurs arêtes sont gravées de manière à définir des ouvertures carrées, connectant les chambres fluidiques au réservoir. L'élément actionnant l'éjection est réalisé sur le substrat, c'est une résistance réalisée par un empilement de couches minces. Le dispositif peut avoir une ou plusieurs chambres fluidiques et une ou plusieurs pyramides tronquées qui définissent la connexion fluide avec la chambre.

Un avantage important de cette structure en dents de scie est d'augmenter la surface de contact du substrat avec le fluide pour mieux refroidir la résistance. De plus, ce profil permet d'éviter la déformation de la couche supportant la résistance lors de l'augmentation de chaleur.

Comme l'éjecteur HP que nous venons de décrire, la plupart des éjecteurs thermiques rencontrés dans le commerce utilisent une résistance chauffante placée directement sur un substrat épais<sup>25</sup>. Ce type de structure implique un certain nombre d'inconvénients. Le premier est une perte d'énergie non négligeable dissipée dans le substrat. La montée en température du micro système peut de plus créer des interférences thermiques entre éjecteurs voisins, ce qui altère la qualité et les rendements des éjections. On voit donc l'intérêt de favoriser un bon transfert de chaleur dans la direction perpendiculaire à la résistance, c'est-à-dire vers le fluide à éjecter et non dans le plan de la résistance. Pour obtenir un tel confinement, l'utilisation de



matériaux de faible conductivité thermique semble être la solution mais la mise en œuvre reste encore délicate.

Les canaux d'alimentation en fluide de la chambre de mise à feu sont aussi à la base de certains inconvénients comme un temps de remplissage long entre deux éjections et un phénomène d'interférences entre deux éjecteurs voisins.

Un dernier point, reste celui de l'élimination des gouttes satellites. Celles-ci proviennent essentiellement de la vitesse d'éjection qui, étant importante, provoque la formation d'un long jet. Ce dernier se fragmente en une multitude de petites gouttes qui viennent se déposer autour du point d'impact prévu et ce phénomène est augmenté si on déplace rapidement la tête d'impression. La buse d'éjection elle-même peut créer des gouttes satellites de par son dessin, sa capacité à être non mouillée par le liquide, etc.

### III.2.2 - Ejecteur de type « Backshooter »

L'éjecteur thermique de type « Back shooter » a été développé pour répondre à ces remarques. La structure proposée par M. A. Rahman et al<sup>26</sup> en 1999, schématisée sur la figure I.11, est donc constituée d'une résistance réalisée sur une membrane fine. Ceci permet d'avoir une bonne répétitivité au niveau de la nucléation des bulles. En effet, la perte de chaleur dans le milieu extérieur est infime par rapport à la perte dans le substrat dans le cas du « roofshooter » et la majorité de l'énergie thermique générée est transférée au liquide pour la formation de la bulle de vapeur. Le trou d'éjection est réalisé sur la membrane supportant la résistance chauffante et un réservoir commun alimente en fluide par des canaux la chambre de mise à feu.

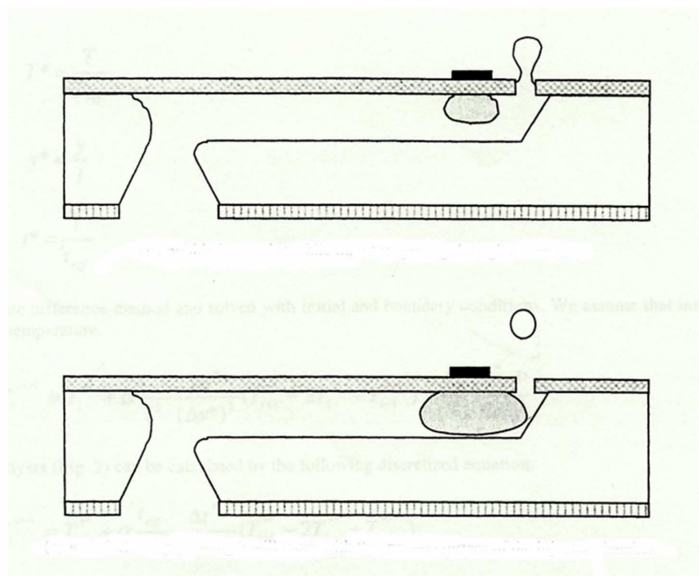


Figure I.11 : Principe du "back shooter" d'après M. A. Rahman et al.



Ici, la membrane en  $\text{SiN}_x$  isole thermiquement et permet de ne pas dissiper la chaleur dans le silicium qui est un bon conducteur thermique. Le plan incliné est conçu pour minimiser la formation de gouttelettes satellites. En effet, lorsque la bulle croît et pousse le liquide hors de la chambre de mise à feu, elle vient au contact de la paroi inclinée. A ce moment là, elle coupe la queue de la goutte et collapse. La queue du jet est alors aspirée pour reformer un ménisque et le liquide du réservoir d'alimentation remonte dans la chambre. La goutte de tête ainsi libérée se met sous forme sphérique grâce aux forces de tension de surface<sup>26</sup>.

### III.2.3 - Ejecteur à valves virtuelles

Ce principe a été étendu et amélioré jusqu'à la réalisation d'une valve virtuelle<sup>27</sup> où la bulle elle-même est utilisée comme une pompe et comme une valve. La résistance chauffante à cette fois-ci une forme de U asymétrique entourant l'orifice d'éjection.

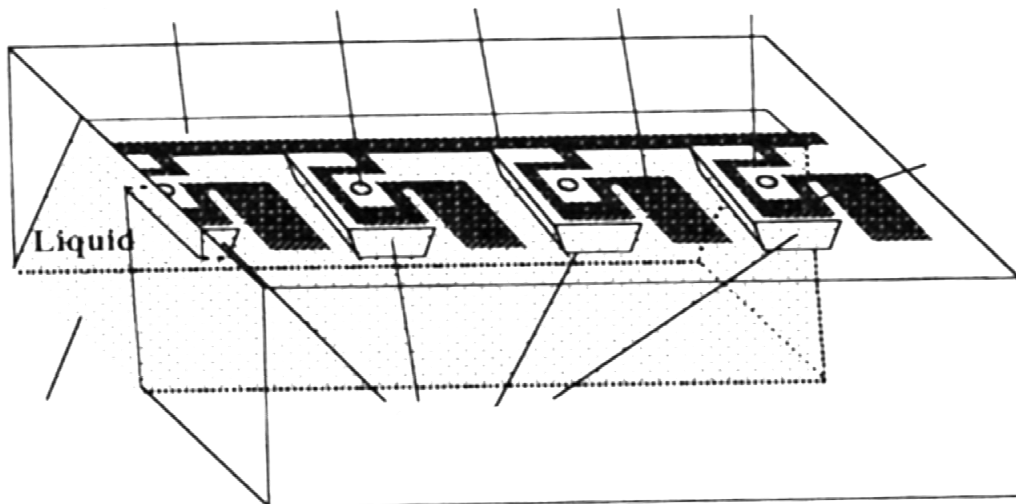


Figure I.12 : Micro éjecteur à valve virtuelle d'après Fan-Gang Tseng et al.

Le principe de l'éjection est donné sur la figure I.13. Lorsqu'on alimente la résistance comportant les deux éléments chauffants en série d'un pulse de courant, le plus petit élément résistif chauffe plus rapidement (car il a un pouvoir dissipateur plus grand) et fait une bulle qui vient fermer le canal ; de cette manière il crée une chambre de mise à feu. Ensuite le second élément résistif, dont la bulle croît plus lentement, est alors mis en action pour éjecter le fluide de manière classique. Lorsque la première bulle collapse, ouvrant ainsi la chambre d'éjection, se crée une dépression suffisante pour que le fluide venant du réservoir soit aspiré plus rapidement que si il y avait un rétrécissement physique dans le canal. La seconde bulle en collapsant aussi favorise ce remplissage. Cette technique d'isoler activement la chambre d'éjection par une « bulle-valve » permet aussi d'avoir un canal de forte section qui est plus apte à absorber les variations de pression au cours des phénomènes d'éjection et de remplissage et évite ainsi de créer des instabilités sur les autres buses d'éjection. Les deux résistances chauffantes étant déclanchées quasiment en même temps, les deux bulles générées coalescent très rapidement pour ne former qu'une seule bulle. De ce fait, il n'y a quasiment plus aucune queue d'éjection et donc plus de gouttes satellites. La proximité des doubles résistances chauffantes du trou d'éjection fait que le volume qui reste confiné par la bulle est faible et est facilement absorbé dans la goutte sphérique par les forces de tension de surface.

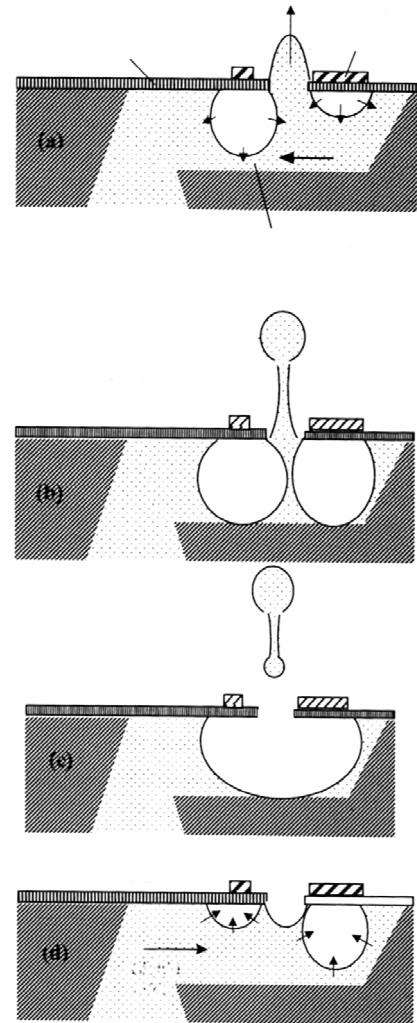


Figure I.13 : Principe d'éjection d'un éjecteur à valves virtuelles

Le projet « DomeJet »<sup>28</sup> a été développé dans la même idée de faire une valve virtuelle, pour éviter les gouttes satellites et les phénomènes d'interférence.

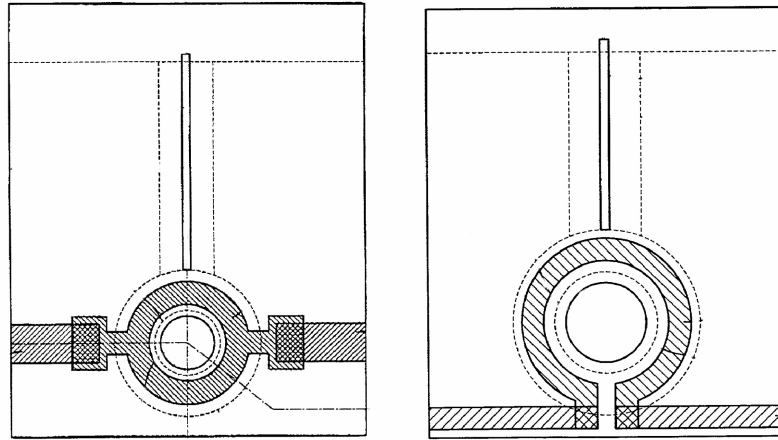


Figure I.14 : Vue du dessus du "DomeJet" annulaire et Oméga

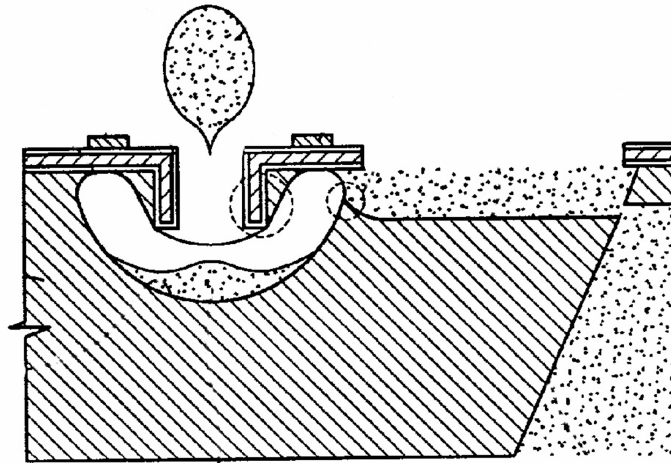


Figure I.15 : Vue en coupe du "DomeJet"

Le « DomeJet » est une structure réalisée également sur silicium. Il comporte une chambre de mise à feu de forme hémisphérique remplie de fluide. L'alimentation se fait par un canal connecté latéralement et par lequel le liquide est délivré grâce aux forces de capillarité. Sa conception et sa réalisation font que ce canal affleure la surface et est de cette façon à la pression atmosphérique. De cette manière, il permet de mieux contenir le retour de fluide durant l'éjection et de dissiper les ondes de pression. L'équilibre des variations de pression est ainsi plus facile et plus rapide à obtenir. Du fait de la présence du canal à proximité de la bulle, une saillie est effectuée pour éviter à la bulle de rentrer dans le canal, lorsque celle-ci est en pleine expansion.

La membrane supportant la résistance chauffante présente une très mauvaise conductivité thermique de manière à minimiser les pertes dans celle-ci et à favoriser le transfert thermique vers le fluide. Cette couche réalise aussi un guide d'éjection pour être certain d'avoir une direction perpendiculaire de la goutte éjectée.

La résistance a une forme annulaire<sup>29</sup> et est en Poly-silicium dopé. Lors de son activation par un pulse de courant, la chaleur générée est transmise au liquide et il y a formation d'une bulle de forme « doughnuts ». Celle-ci, en grossissant, forme un disque qui sépare et pousse le fluide ainsi emprisonné sous forme de gouttes, le tout guidé par la buse. La forme de la résistance (annulaire ou Oméga) permet de réduire le temps de montée et de descente en température, du fait de l'homogénéité de surchauffe et d'une importante interface liquide/résistance. La fréquence d'éjection permise est ainsi élevée. Par ailleurs, la forme hémisphérique de la chambre de mise a feu est plus stable pour la génération de bulle.

### III.2.4 - Ejecteur à parois adiabatiques

Dans le même objectif de favoriser le transfert de chaleur vers le liquide à vaporiser, Maeng Doo-jin et al ont imaginé une structure incluant une couche adiabatique (air ou vide) au dessus de la résistance chauffante<sup>30</sup>, l'air étant meilleur isolant (conductivité thermique de l'air :  $k_{Air} = 0,026 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ ) que le Silicium (Conductivité thermique du silicium :  $k_{Si} = 157 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ ).

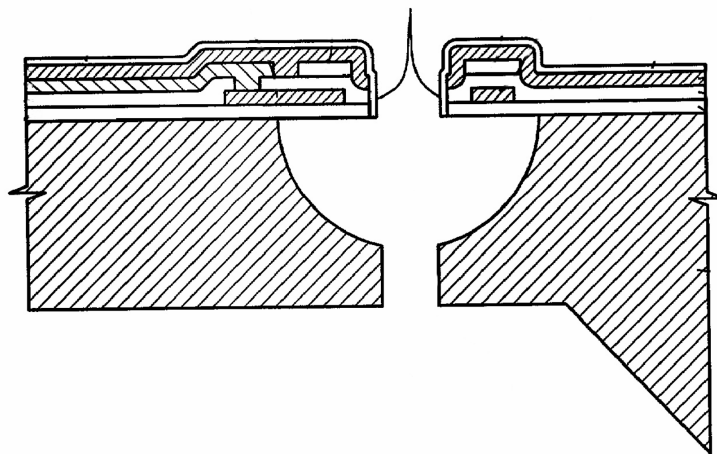


Figure I.16 : Vue en coupe de l'éjecteur avec la couche adiabatique

Comme montré sur la figure I.16, l'anneau de chauffage est large pour couvrir l'ensemble de la zone en contact avec le liquide. De cette manière, les pertes sont diminuées

et le rendement s'en trouve augmenté. La réalisation de la couche adiabatique utilise une technologie de couche sacrificielle.

Le matériau employé est du silicium poly cristallin. Lors de l'étape de la gravure sèche du substrat pour la réalisation de la chambre de mise à feu et du canal, de petites ouvertures permettent aussi d'attaquer la couche sacrificielle. La technique de gravure fait appel à la gravure plasma utilisant des gaz  $XeF_2$  et  $BrF_3$ .

### III.2.5 - Ejecteur sans bulles

Kodak présente aussi un travail qui reprend la résistance sous forme annulaire<sup>31</sup> mais avec des objectifs différents. En effet, l'objectif n'est plus de créer des bulles pour pousser le liquide, mais seulement de jouer sur la tension de surface à la limite de la buse pour actionner l'éjection de gouttes.

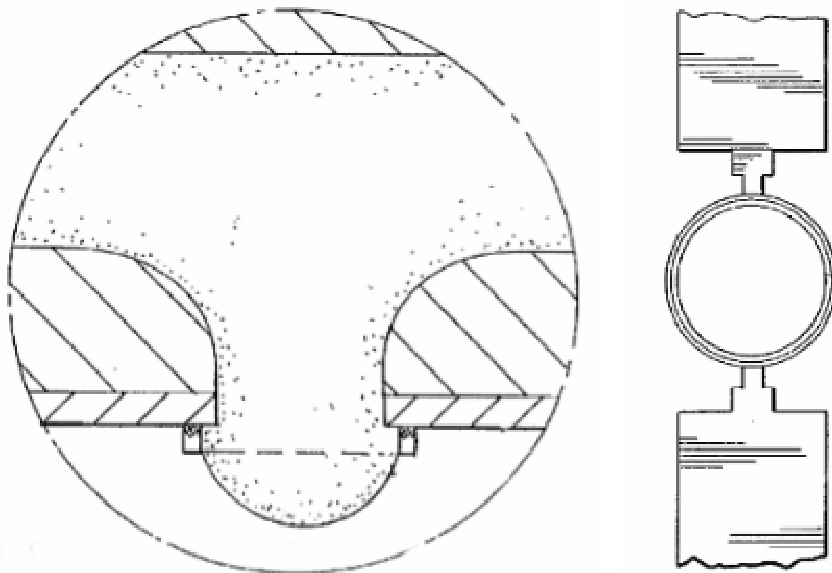


Figure I.17 : Vue de l'éjecteur sans bulle d'après D. S. Ross

La figure I.17 nous montre la vue en coupe d'un substrat comportant un canal d'alimentation en fluide, à pression atmosphérique, et un trou d'éjection où, grâce à la faible dimension du trou et à l'effet de tension de surface, on obtient un ménisque de fluide. Les forces sont en équilibre. L'activation de la résistance annulaire qui se trouve sur la périphérie du ménisque, entraîne donc une augmentation de chaleur et vient perturber l'équilibre entre les forces de tension de surface et les forces de pression qui s'exercent sur le fluide ce qui entraîne la séparation d'une goutte.

### **III.3 - Conclusions**

Pour résumer, les éjecteurs thermiques de type « Back shooter » avec des résistances chauffantes de forme annulaire semblent présenter les meilleures performances. En effet, ces structures permettent de couper assez rapidement la queue de la goutte lors de l'éjection et de cette façon de réduire la formation de gouttes satellites. De plus concernant l'aspect purement thermique, le rendement de la résistance chauffante est meilleur. Enfin, de plus en plus, on réalise la résistance chauffante sur un matériau thermiquement isolant. Ce paramètre a en effet une grande influence sur le rendement à travers les temps de diffusion de la chaleur et le refroidissement.

Les canaux d'alimentation de la chambre de mise à feu sont toujours à l'origine d'une baisse de la fréquence d'éjection en raison du temps nécessaire à leur remplissage par capillarité ; ces canaux peuvent aussi être la cause de problèmes d'interférence entre deux éjecteurs lors de la phase d'éjection par l'intermédiaire d'un mouvement de fluide retour ou par la propagation de l'onde de pression.

La notion de buse d'éjection qui guide les gouttes éjectées apparaît et sa mouillabilité est prise en compte lors des études : en effet si le liquide ne mouille pas trop les parois de la buse, il n'y a pas de résistance lors de la poussée vers l'extérieur et la traînée de la goutte est moins importante.

## **IV – POSITIONNEMENT DU PROBLEME**

L'objectif du travail engagé au LAAS est donc de développer un microsystème d'éjection s'inspirant du jet d'encre thermique pour son excellente résolution, permettant la fonctionnalisation des puces ADN avec une grande flexibilité et à un faible coût. L'option retenue est celle de la synthèse in situ.

L'idée est de disposer de quatre têtes d'éjection correspondant aux quatre nucléotides constituant l'ADN, le tout mis en mouvement par un robot de manière à réaliser les séquences souhaitées. Ces têtes d'éjections seront des matrices de micro éjecteurs actionnables individuellement qui, de manière séquentielle, viendront déposer localement un nucléotide pour créer l'ADN sonde sur le support. Le nombre d'éléments de la matrice d'éjection sera égal au nombre d'unités d'hybridation présentes sur la puce ADN. Enfin l'espacement unitaire entre deux éjecteurs correspondra à l'espacement entre deux unités d'hybridation. Ce projet a été soutenu par les programmes CNRS Génome puis Bio puce.

Le principe de la synthèse in situ des monobrins d'ADN est représenté sur la figure I.18 : tout d'abord le support des unités d'hybridation est traité chimiquement afin de pouvoir fixer le premier nucléotide. Un robot déplace la première matrice au dessus de la puce. Les éjecteurs étant actionnables indépendamment les uns des autres, le premier nucléotide est déposé exclusivement et de façon simultanée sur les UH sélectionnées (Etape 1). Les trois autres têtes sont successivement positionnées de façon à réaliser la première « couche » des séquences à synthétiser (Etapes 2 à 4). Les nucléotides ainsi déposés ont chacun un groupement protecteur afin d'éviter les réactions en chaîne et, pour passer au niveau de synthèse suivant, une étape de dé-protection doit être opérée (Etape 5). Celle-ci est faite de façon collective sur toute la puce. Le niveau suivant de nucléotides peut alors être synthétisé. C'est en répétant ces étapes que l'on peut construire les différentes séquences de brin d'ADN.

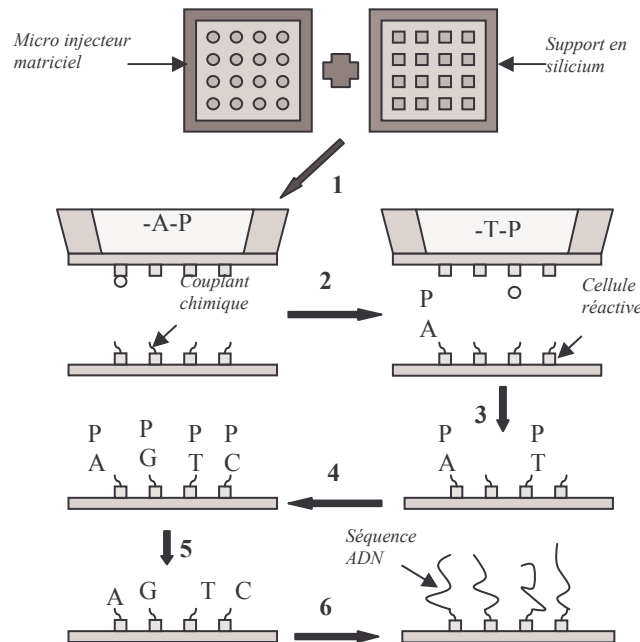


Figure I.18 : Principe de synthèse in situ de l'ADN sur les puces à l'aide des matrices d'éjecteur

Les spécifications générales découlant de ce principe sont les suivantes :

- Le pas maximal entre deux centres de micro éjecteur est de 300µm.
- L'actionnement doit être répétable, à haut rendement et sans interférence entre deux voire plusieurs éjecteurs voisins.
- La direction du jet ne doit pas être variable entre les matrices d'éjecteurs de manière à pouvoir réaliser des empilements corrects.
- Les volumes éjectés doivent être au maximum égaux à quelques nL pour tendre à 25pL.
- Les éjecteurs doivent être actionnables individuellement.

## V - MICRO EJECTEUR MATRICIEL POUR LA SYNTHÈSE IN SITU DE L'ADN SUR LES BIO PUCES

### V.1 - Travaux antérieurs

Le premier objectif a été d'être compatible avec la réalisation de puces intégrant 4096UH/cm<sup>2</sup>. Cette densité correspond à la réalisation, sur une même puce, de toutes les séquences possibles, d'un oligonucléotide de 6 mers. Le cahier des charges qui en découle est reporté dans le tableau I.1.

|                                   |   |
|-----------------------------------|---|
| Cahier des charges structurelles  | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Forte densité d'éjecteur par matrice (4096 éjecteurs/cm<sup>2</sup>)</li> <li>• Ejecteurs actionnables individuellement</li> </ul>   |
| Cahier des charges fonctionnelles | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Reproductibilité de l'éjection (nucléation homogène)</li> <li>• La direction du jet (cône d'ouverture inférieur à 8°)</li> <li>• Quantité éjectée : 25pL à 1nL</li> <li>• Pas de gouttelettes satellites</li> <li>• Prohiber les interactions thermiques entre les éjecteurs</li> <li>• Une matrice par nucléotides (4 matrices)</li> <li>• Chimie des phosphoramitides (utilisation de l'acétonitrile comme solvant)</li> </ul> |

Tableau I.1 : Cahier des charges

La base de l'actionnement est confiée au principe du jet d'encre thermique dont la figure I.19 nous rappelle le fondement :

- Une impulsion électrique est appliquée à la résistance chauffante. A l'interface liquide/solide, proche de la résistance, la température de surchauffe du liquide est atteinte et provoque la nucléation de la bulle.
- Les bulles formées croissent et exercent une poussée sur le volume de fluide enfermé dans la buse d'éjection.
- L'impulsion électrique est finie, la bulle collapse.
- La buse se remplit à nouveau de liquide par un mécanisme de capillarité.

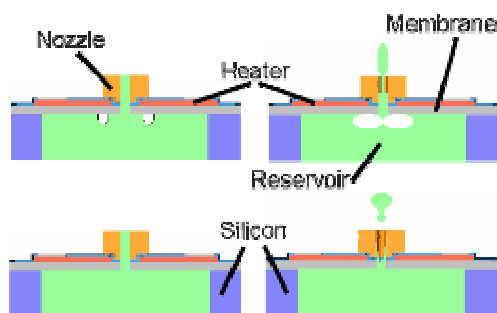


Figure I.19 : Principe du jet d'encre thermique



Comme démontré dans l'état de l'art, le point dur est l'isolement thermique des points d'éjections les uns par rapport aux autres et la qualité du transfert thermique vers le fluide à vaporiser. La structure retenue est représentée sur la figure I.20 ainsi que ses caractéristiques géométriques.

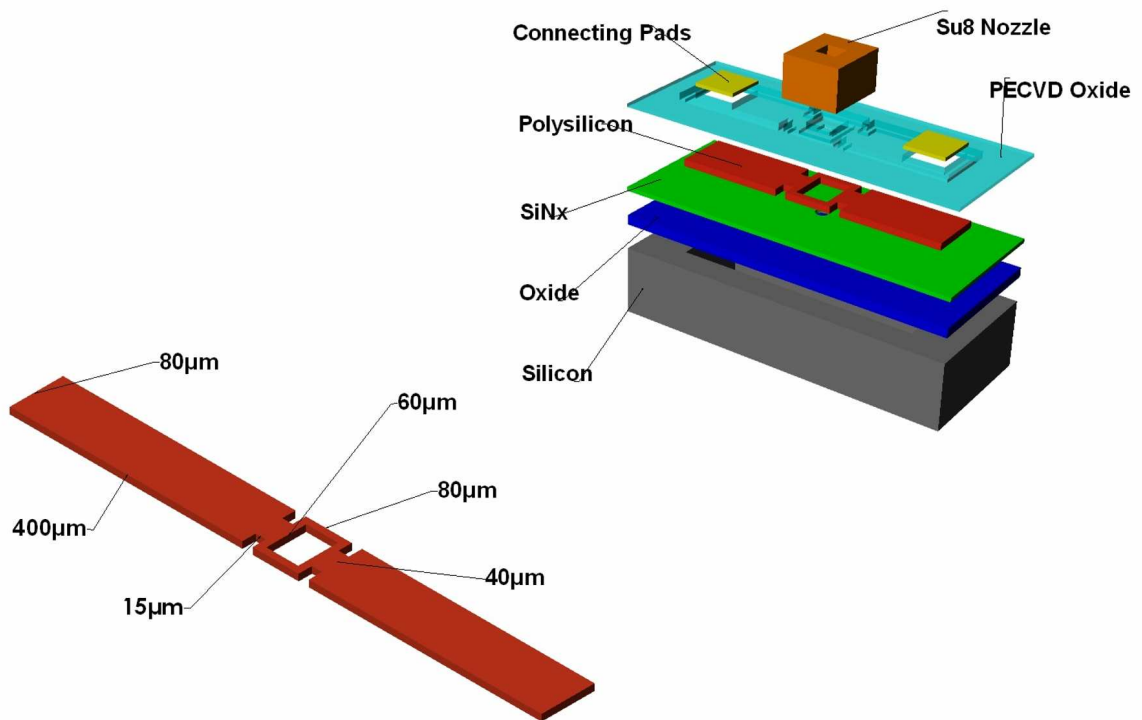


Figure I.20 : Vue 3D d'un micro éjecteur de première génération avec dimensions

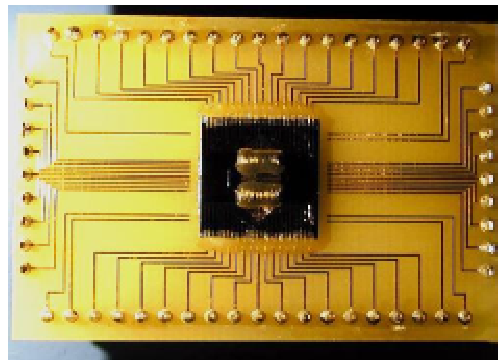
On retrouve une résistance chauffante de forme carrée réalisée sur une membrane de matériau isolant électriquement et thermiquement, percée en son centre et surmontée d'une buse d'éjection. Le substrat sur lequel repose cette membrane est en silicium et il ne comporte pas de chambre de mise à feu à proprement parler. Il n'y a pas non plus de canaux d'alimentation en fluide, l'alimentation se faisant directement par la face inférieure du réservoir. La technologie est ainsi totalement monolithique, il n'y a ni collage ni toute autre technologie incompatible avec une production de masse.

La membrane est un empilement de deux fines couches de matériaux diélectriques, l'oxyde de silicium et un nitrure de silicium non stœchiométrique<sup>32</sup> mis au point au LAAS, notamment pour des actionneurs pyrotechniques sur membrane. Elle présente donc un caractère d'isolant électrique et est aussi thermiquement isolante. De cette façon, on a une faible dissipation de la chaleur dans le plan de la résistance ce qui laisse entrevoir une forte localisation des zones de chauffage. Ainsi est favorisé le transfert de chaleur dans la direction perpendiculaire à la résistance. La membrane a été conçue et réalisée de façon à ne présenter

qu'un faible niveau de contraintes résiduelles et à pouvoir ainsi être libérée sur de grandes surfaces. La résistance chauffante est en polysilicium. La buse, aussi de forme carrée, est réalisée en matériau hydrophobe, une résine époxy, la Su8. Ce matériau est utilisé au LAAS depuis 1998 après la présentation d'IBM à MEMS1997 à Barcelone pour la réalisation de pièces structurales.

Les réservoirs sont fermés par une autre plaque de silicium, percée pour aménager les arrivées de fluides. Pour être testée, la puce est reportée sur un circuit imprimé (PCB) comme le montre la figure I.21, permettant d'assurer la connexion électrique aux appareils de mesure.

Dans une première phase, deux types de structures ont été réalisées<sup>33</sup> : une ligne de vecteur de 30 microéjecteurs et une matrice de 10\*10 micro-éjecteurs. En effet la matrice n'étant pas adressable en l'état, les vecteurs permettent une mise en service simple et rapide. Outre la mise en place et la validation de la technologie de réalisation, cette phase a permis une première évaluation des caractéristiques et performances d'éjection. Elle a permis également, de mettre en évidence bon nombre de difficultés et imperfections.



**Figure I.21 : Puce de première génération réalisé par T.Phou monté sur le PCB**

Les caractérisations de cette première génération d'éjecteurs ont montré que pour de faibles tensions d'alimentation de l'ordre de 3 à 15Volts, l'éjection est faiblement reproductible et de nombreuses gouttes satellites sont observées. Par contre pour une tension de 25Volts et une impulsion de 50 $\mu$ s l'éjection semble propre. La fonctionnalité est démontrée, la technologie validée, mais de nombreux points restent à régler<sup>34</sup>.

## V.2 – Prospective de travail

Les résultats obtenus avec les premières structures sont particulièrement encourageants. Il reste toutefois, pour atteindre l'objectif final, à :

- Concevoir et intégrer un dispositif d'adressage permettant d'actionner individuellement les éjecteurs.
- Amener le dispositif aux niveaux de précision, de reproductibilité et de fiabilité requis par l'application.

En effet, de nombreux inconvénients et imperfections ont pu être observés lors des premiers essais :

- La direction du jet n'est pas suffisante pour être conforme au cahier des charges ( $<8^\circ$ ).
- Pour les forts volumes éjectés, une bulle d'air rentre sous la membrane, à la suite de l'éjection et empêche donc toute éjection ultérieure.
- La buse en Su8 subit, pour de fortes températures, une dégradation qui altère progressivement son adhérence.
- Malgré un dessin évolué, les pertes thermiques ne sont pas minimales.
- Le montage de la puce (capotage et PCB) doit être adapté à la matrice, permettre une manipulation aisée et la connexion à l'électronique de commande.

Le travail de thèse présenté dans ce mémoire a donc consisté à reprendre, point par point, les problèmes évoqués ci-dessus et leur trouver une solution. Comme nous le verrons en détail, par la suite, les causes sont souvent complexes, et il a été nécessaire de revoir le dispositif de façon globale. Au bilan, on peut toutefois relever que :

Le dessin de la résistance chauffante a été optimisé de manière à réduire les inhomogénéités de température.

La structure et la technologie de réalisation de la buse ont été revues de manière à obtenir une meilleure direction du jet.

L'adressage individuel des éjecteurs a été intégré à la matrice. Cette partie correspond à l'intégration de diodes dans la structure du micro éjecteur au niveau de la résistance en polysilicium. Ce travail, qui représente un volume d'études non négligeable, a été effectué en étroite collaboration avec T.Camps et M.Dumonteuil.

## REFERENCE

- 
- [1] [www.nanogen.com](http://www.nanogen.com)
- [2] A. D. Mirzabekov et al., « Theoretical analysis of the kinetics of DNA hybridation with gel-immobilized oligonucleotides », *Biophysical Journal*, 1996, Vol.71, 2795-2801.
- [3] J. Derisi et al., « Use of a cDNA microarray to analyse gene expression patterns in human cancer », *Nature Genetics*, 1996, Vol. 14(4), 457-460.
- [4] P. Swanson et al., « A fully multiplexed CMOS biochip for DNA analysis », *Sensor and Actuators B*, 2000, Vol. 64, 22-30.
- [5] T. Okamoto et al., « Microarray fabrication with covalent attachment of DNA using Bubble Jet Technology », *Nature Biotechnology*, 2000, Vol. 18, 384-385.
- [6] [www.affymetrix.com](http://www.affymetrix.com)
- [7] K. Takahashii et al., « A Photochemical/chemical direct method of synthesizing high-performance desoxyribonucleic acid chips for rapid and parallel gene analysis », *Sensor and Actuators B*, 2002, Vol. 83, 67-76.
- [8] S. Singh-Gasson, « Maskless fabrication of light-directed oligonucleotide microarrays using a digital micromirror array », *Nature BioTechnology*, 1999, Vol. 17, 974-978.
- [9] E. LeProust et al., « Digital Light-Directed Synthesis. A Microarray Platform That Permits Rapid Reaction Optimisation on a Combinatorial Basis », *Journal of Combinatorial Chemistry*, 2000, Vol. 2, 349-354.
- [10] E. M. Southern, « DNA chips: analysing sequence by hybridization to oligonucleotides on a large scale », *Trends in Genetics*, 1996, Vol. 12(3), 110-115.
- [11] T. P. Therriault et al., « DNA Microarrays. A Practical approach », Edition M. Schena, Oxford Press, New York, 1999, 101-119.
- [12] T. Brennan (Protogène), US Patent 5 985 551, 1999.
- [13] S.Sakai, A.Kobayashi, T.Naka, S.Yonekubo, T.Mitsuzawa, S.Shinada, and Seiko Epson Corporation, « Inkjet Recording Head », European Patent no. 0573055A2, April 1993.
- [14] X.Zhu, E.Tran, W.Wang, E.S.Kim, and S.Y.Lee, « Micromachined acoustic-wave liquid ejector », in *Tech. Dig. Solid-State Sensor and Actuator Workshop*, Hilton Head Island, SC, June 1996, pp. 280-282.

- [15] S.Kamisuki, T.Hagata, C.Tesuka, Y.Nose, M. Fujii, and M.Atobe, "A low power, small, electrostatically-driven commercial inkjet head", in Proc IEEE Micro Electro Mechanical Systems, Heidelberg,, Germany, January 1998, pp 63-68.
- [16] I.Endo, Y.Sato, S.saito, T.Nakagiri, S.Ohno, and Canon, Inc., "Bubble jet recording method and apparatus in which a heating element generates bubbles in multiple liquid flow paths to project droplets", U.S.Pat. 4740796, Apr. 1998.
- [17] B.J.Keefe, M.F.Ho, K.J.Courian, S.W.Steinfeild, W.D.Chiders, E.R.Tappon, K.E.Trucba, T.I.Chapman, W.R.Knight, J.G.Mortz, and Hewlett-Packard Compagny, "Inkjet printhead architecture for high speed and high resolution printing", U.S.Pat. 5648805, Oct. 6 1994.
- [18] F.-G Tseng, C.Linder, C.-J Kim, and C.-M Ho, "Control of mixing with micro-injectors for combustion application", in proc. MEMS, ASME Int. Mechanical Engineering Congress and Exposition, vol 59, DSC, Atlanta, GA, Nov. 1996, pp. 183-187.
- [19] P.Krause, E.Obermeter, and W.Wehl, « Backshooter-A new smart micromachined single-chip inkjet printhead », in Tech. Dig. 8th Int. Conf. Solid-State Sensor and Actuators (Transducers '95), Stockholm, Sweden, June 1995, pp. 325-328.
- [20] J.-K.Chen and K.D.Wise, « A high-resolution silicon monolithic nozzle array for inkjet printing », in Tech. Dig. 8th Int. Conf. Solid-State Sensor and Actuators (Transducers '95), Stockholm, Sweden, June 1995, pp. 321-324.
- [21] Collin.S, Pour la science. N° 306 AVRIL 2003. p74-81.
- [22] E. V. Bhaskar, M. A. Leban, "Integrated Thermal Inkjet Printhead and Method Of Manufacture", US Patent 4,847,630 (1989).
- [23] U.S. Pat. No. 4,882,595.
- [24] Liu, Qin; (Corvallis, OR) ; Kawamura, Naoto; (Corvallis, OR) ; Chen, Chien-Hua; (Corvallis, OR); "Fluid-jet ejection device"; U.S. Pat. No. 20020101485.
- [25] P. A. Torpey, R. G. Markham, and Xerox Corporation, "Thermal inkjet printhead", U.S. Pat. 4638337, 1987.
- [26] M. A. Rahman, Y. Zhao and T ; H. Gong, "Dynamic Analysis of a New Micro-machined Valves-less Micro-injector", Part of the SPIE Conference on Microfluidic Devices and Systems II, Santa Clara, California, September 1999, SPIE Vol. 3877.
- [27] Fan-Gang Tseng, Chang-Jin Kim and Chih-Mng Ho, « Ahigh-Resolution High-Frequency Monolithic Top-Shooting Microinjector Free of Satellite Drops – Part 1 :

- Concept, Design and Model », Journal of Microelectromechanical systems, Vol. 11, No. 5, October 2002.
- [28] Sang-Wook Lee, Hyeon-Cheol Kim, Keon Kuk, Yong-Soo Oh, MEMS Lab, Samsung Advanced Institute of Technology, San 14-1, Nongsuh-Ri, Keeheong-Eup, Yongin, Kyongki-Do 449-712, South Korea, “A monolithic inkjet print head : DomeJet”, Sensors and Actuators A 95 (2002), 114-119.
- [29] Lee, Sang-Wook; (Seongnam-city, KR) ; Kim, Hyeon-Cheol; (Seoul, KR) ; Oh, Yong-Soo; (Seongnam-city, KR); “Ink-jet printhead having hemispherical ink chamber and method for manufacturing the same”; U. S. Pat. 20020089570.
- [30] Maeng, Doo-jin; (Seoul, KR) ; Kuk, Keon; (Yongin-city, KR) ; Oh, Yong-soo; (Seongnam-city, KR) ; Kim, Hyeon-cheol; (Seoul, KR) ; Lee, Sang-wook; (Seongnam-city, KR); “Bubble-jet type ink-jet printhead and manufacturing method thereof”; U. S. Pat. 20020075360.
- [31] Ross, David S.; (Fairport, NY); “Ink jet printing using drop-on-demand techniques for continuous tone printing”; U. S. Pat. 20020075355.
- [32] C.Rossi & al, “Realzation and performance of thin SiO<sub>2</sub>/SiN<sub>x</sub> membrane for microheater applications”, Sensors and actuors A, 1998, Vol 64, 241-245.
- [33] T. Phou, D. Jugieu, A.M. Gué, “Design and realization of an ejectors micro-array for In-Situ Oligonucleotide Synthesis on DNA Chip”, La Houille Blanche, Septembre 2003
- [34] T. Phou, « Conception et réalisation d’un micro-éjecteur matriciel pour la fonctionnalisation des biopuces », Thèse Université Paul Sabatier, 2003.

# Chapitre II

Conception d'un  
microéjecteur matriciel

**L**a réalisation d'un micro éjecteur thermique requiert la maîtrise de nombreux paramètres physiques ainsi que le respect du cahier des charges précédemment défini. La conception du dispositif doit donc prendre en compte :

- Les effets thermiques liés au principe même de fonctionnement des éjecteurs
- Le comportement électrique des systèmes d'adressage de la matrice
- Le comportement des fluides en milieu très confiné
- Les technologies disponibles ou potentiellement disponibles pour la réalisation
- Les problèmes de compatibilité liés à l'application biologique

Une étude électrique, mécanique et thermique approfondie doit donc être réalisée pour mieux appréhender ces différents aspects et en déduire les solutions les mieux adaptées.

Les interactions électriques dans les technologies silicium de types CMOS sont bien maîtrisées par l'utilisation de couches isolantes ou couches de passivation constituées de silice ( $\text{SiO}_2$ ) et/ou de nitrure de Silicium ( $\text{SiN}_x$ ). Le poly silicium est un matériau déposé en couche mince, dont la technique de mise en œuvre est maîtrisée au LAAS. Ce matériau sera à la base de la résistance chauffante. Les couches de passivation seront utilisées pour l'isolation électrique entre les différents éléments actifs et également comme couche d'encapsulation du micro éjecteur pour assurer la biocompatibilité de l'ensemble.

Du point de vue de la tenue mécanique, le micro éjecteur est constitué d'une résistance chauffante en polysilicium disposé sur une membrane diélectrique : d'oxyde de silicium ( $\text{SiO}_2$ ) et de nitrure de silicium non stœchiométrique ( $\text{SiN}_x$ ). C'est cet empilement de matériaux qui détermine la robustesse et la solidité du micro système. Les problèmes mécaniques les plus couramment rencontrés dans ce type de technologie sont liés aux contraintes thermo élastiques qui apparaissent lors du dépôt ou du recuit de couches hétérogènes. Aucun logiciel de simulation ne calcule efficacement le niveau et l'évolution de ces contraintes en cours de fonctionnement. Seule l'expérimentation répondra réellement aux questions de tenue mécanique.

La simulation des interactions thermiques est indispensable dans une optique de miniaturisation. Nous avons vu en effet au chapitre précédent que les performances de l'éjecteur étaient liées à ses propriétés thermiques. Le dessin de la résistance chauffante et de son environnement est donc de première importance.

Le travail de conception de la matrice d'éjecteurs a comporté ainsi deux étapes essentielles : la conception thermique de l'actionneur, la conception du système d'adressage électrique.



## **I - CONCEPTION DE L'ACTIONNEUR THERMIQUE**

L'utilisation dans une structure complexe de plusieurs types de matériaux intégrant chacun des caractéristiques thermiques hétérogènes rend très difficile la création d'un modèle analytique suffisamment précis pour décrire toutes les interactions thermiques, surtout avec la présence d'un fluide qui doit opérer un changement de phase. De plus la miniaturisation du dispositif n'autorise pas la mesure des paramètres thermiques par des capteurs extérieurs qui seraient beaucoup trop grossiers en terme de résolution spatiale.

La simulation électrothermique par éléments finis à travers le logiciel COVENTOR offre la possibilité de décrire entièrement la structure du micro éjecteur d'un point de vue géométrique et d'associer à chacun des éléments ses caractéristiques thermiques. Le moteur de calcul se charge ensuite de fournir des résultats de simulations statiques sur la structure en trois dimensions.

Ce paragraphe décrit les différentes étapes de simulation qui ont été nécessaires pour appréhender tous les phénomènes thermiques au sein de la structure du micro éjecteur.

Cette campagne de simulation a permis:

- De confirmer l'utilisation d'une membrane bicouche pour confiner la chaleur autour de la résistance thermique. Et par la même de montrer la non interaction entre deux éjecteurs voisins.
- De définir la structure de la résistance chauffante en polysilicium.
- De prévoir les performances thermiques du micro-éjecteur : puissance nécessaire à l'éjection et dynamique d'éjection.

L'ensemble de ces résultats a conduit à la validation de la géométrie du micro éjecteur intégrant toutes les propriétés nécessaires à la réalisation d'une matrice de micro éjecteur.

### **I.1 - Présentation du simulateur COVENTOR**

Le logiciel COVENTOR est un ensemble intégré d'outils de modélisation pour la mise au point de MEMS. Il comprend un outil intitulé « MEMS Designer » qui permet de dessiner, de spécifier et de modéliser la structure du MEMS. Les différents « SOLVERS » permettent à partir des caractéristiques et données spécifiées dans « MEMS Design » de résoudre les différents systèmes d'équations d'écrivant les comportements physiques : thermiques, électriques, électrostatiques, mécaniques, ... Les résultats peuvent être analysés, sous forme graphique ou directement sur la structure en 3D et les calculs peuvent être réitérés pour

optimiser la structure. La polyvalence de ce logiciel est due à l'indépendance de ses processus et se distingue par ses capacités :

- Création et édition de dessin en 2D.
- Emulation de procédé technologique.
- Génération de modèle en 3D à partir des masques en 2D.
- Maillage en éléments finis.
- Spécification de la simulation et simulation dans de multiples domaines : Electrostatique, mécanique, thermique, micro fluidique.
- Possibilité de faire varier des paramètres lors de la simulation.
- Extraction de paramètres après la simulation et mise sous forme de graphique ou de tableau pour analyse.

Du point de vue de la simulation elle-même, COVENTOR utilise la méthode des éléments finis. La méthode de résolution par éléments finis permet de calculer des grandeurs physiques pour tous les points d'une structure donnée. Pour obtenir un résultat sur un domaine continu, il est nécessaire de discrétiser le volume ou la surface d'étude par un maillage, en la subdivisant en sous éléments: les éléments finis. Tous ces éléments sont interconnectés entre eux par des points particuliers appelés des nœuds. Les solutions sont calculées uniquement pour chaque nœud, et l'approximation de la solution finale est interpolée dans chaque élément en partant des résultats obtenus pour les nœuds les délimitant. On ramène ainsi le problème d'un milieu continu à un ensemble de problèmes discrets contenant un nombre fini d'inconnues qui sont dictées par les lois de conservation de l'énergie. Le problème est alors exprimé sous forme matriciel et est résolu en triangularisant cette matrice. Le module de calcul principalement utilisé est le « solver » appelé « MemETherm ». Il travaille sur le champ thermique et le potentiel électrique résultant d'une tension imposée et/ou d'un courant qui traverse un matériau résistif. Il résout le système d'équations découlant de la conservation de charge électrique et du bilan de l'énergie thermique pour calculer le potentiel électrique et la température. Ces équations sont :

- Equation de conservation de charge électrique :

$$-\nabla \cdot (\sigma(T)\nabla V) = 0$$

- Équilibre de l'énergie thermique :

$$-\nabla \cdot (k(T)\nabla T) = \sigma(T)|\nabla V|^2$$

Avec  $\sigma$  la conductivité électrique,  $T$  la température,  $V$  le potentiel électrique et  $k$  la conductivité thermique. Le terme source de l'équation thermique est l'effet joule dû au flux de courant à travers la résistance. Si un courant traverse un élément  $x(l,s)$ , la densité de puissance dissipée par effet Joule est :

$$q(\vec{x}) = \vec{J}(\vec{x}) \cdot E(\vec{x})$$

Il est à noter que le potentiel est affecté par le changement thermique seulement si la conductivité électrique est dépendante de la température.

Pour compléter la formulation du problème, il faut ajouter les conditions aux limites. En ce qui concerne le domaine électrique, courant et/ou tension sont affectés sur les faces représentant les bornes des composants et pour le domaine thermique deux types de conditions aux limites sont à prendre en compte. Les températures qui sont imposées et les flux thermiques qui sont de plusieurs natures :

- La convection : ces transferts se produisent au voisinage des parois d'un corps dont la température est différente de celle du milieu ambiant. La densité de flux dissipée par convection est de la forme :

$$q = h\Delta T$$

Avec  $q$  la densité de flux thermique,  $h$  le coefficient de convection et  $\Delta T$  la différence de température entre l'ambiante et la température de la paroi.

- Le rayonnement thermique qui est approchée par le rayonnement d'un corps gris est donnée par :

$$q = \varepsilon\sigma_t(T^4 - T_p^4)$$

Avec  $\varepsilon$  l'émissivité de la surface,  $\sigma_t$  la constante de Stefan-Boltzmann et  $T_p$  la température des parois environnantes.

- La conduction dans la matière en régime stationnaire est gouvernée par l'équation de Fourier.

$$\vec{q} = -k \cdot \text{grad}T$$

Où  $\vec{q}$  est la densité de flux de chaleur, k la conductivité thermique.

## I.2 - Simulation des micro-éjecteurs de première génération.

### I.2.1 - Etudes préliminaires

Afin de déduire les caractéristiques et les dimensions du dispositif, une étude des différentes phases du mécanisme d'éjection est nécessaire pour en comprendre les fondements et définir les paramètres clefs. Le fonctionnement du micro-éjecteur se décompose en trois étapes principales :

- Echauffement du liquide à éjecter jusqu'à apparition d'une bulle gazeuse.
- Croissance et coalescence des bulles formées jusqu'à éjection d'une goutte.
- Remplissage de la buse par capillarité.

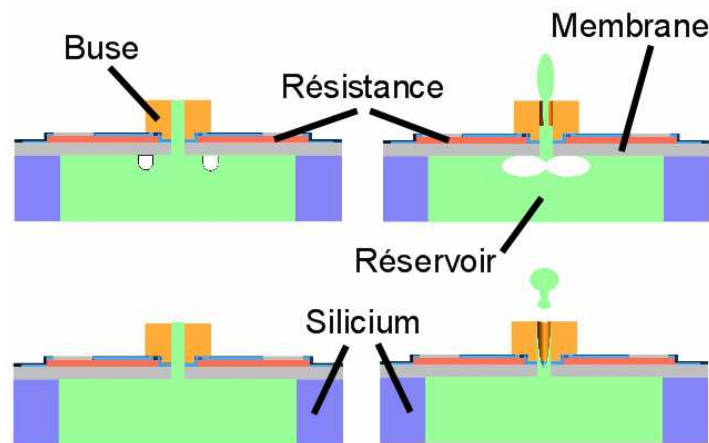


Figure II.1 : Schéma du principe de l'éjection

Il apparaît que la maîtrise de la quantité éjectée, de la direction du jet et de la reproductibilité dépend du parfait contrôle de ces phénomènes.

L'étude des phénomènes de nucléation, homogène et hétérogène, permet de définir le type de mécanisme qu'il est préférable de privilégier. En effet, la nucléation hétérogène est due à la présence d'embryons de bulles piégés à l'interface du liquide et de la zone chauffante, qui vont croître lorsqu'ils seront soumis à un échauffement. Mais ces embryons de bulles ne sont pas reproductibles en taille, nombre et position vu qu'ils dépendent des imperfections de l'interface qui sont un paramètre incontrôlé lors de la réalisation. Ce type de

phénomène apparaît à des températures à peine supérieures à la température d'ébullition. Il est facile à comprendre que ce genre d'incertitude est difficilement compatible avec nos exigences de reproductibilité.

La nucléation homogène est une ébullition en volume dit aussi ébullition hétérogène sur paroi lisse : Ce type de mécanisme fait appel en fait à la génération spontanée de bulle par vaporisation directe du liquide. Il entraîne des phénomènes complexes de changement de phase qui ont besoin d'une surchauffe très importante et rapide du liquide.

Allen & al ont postulé qu'il était préférable d'avoir une nucléation homogène au sein d'une tête d'impression à jet d'encre pour avoir des éjections reproductibles<sup>1</sup> du fait de l'indépendance de ce type de nucléation vis-à-vis de l'état de surface de la zone de chauffe.

L'étude du taux de formation d'un embryon gazeux dû au rassemblement de molécules de haute énergie montre que ce n'est qu'à la température limite de surchauffe que l'on peut observer un taux de nucléation appréciable. Ces températures de surchauffe sont connues pour les liquides et seront donc les conditions à atteindre pour une éjection reproductible et quantifiable. Le taux de nucléation sur une paroi lisse (nombre de germes par unité de volume et de temps) est donné par la formule :

$$J = \frac{N_l^{\frac{2}{3}}(1 + \cos \theta)}{2F} \left( \frac{3F\sigma}{\pi m} \right)^{\frac{1}{2}} \exp \left( \frac{-16\pi F \sigma^3}{3k_B T_l [\eta P_{sat}(T_l) - (P_l)]} \right)$$

$$\text{Avec } \eta = \exp \left( \frac{v_l (P_l - P_{sat}(T_l))}{(R \cdot T_l)} \right)$$

$$\text{Et } F = \frac{2 + 3 \cos \theta - \cos^3 \theta}{4}$$

Avec  $N_l$  le nombre de molécules du liquide par unité de volume,  $m$  la masse molaire,  $k_B$  la constante de Boltzmann en J/K et  $R$  la constante des gaz parfait,  $\theta$  angle de contact,  $T_l$  la température du liquide à l'infinie,  $P_l$  la pression du liquide et  $F$  le facteur d'énergie.

Les aspects hydrodynamiques et thermiques de la croissance des ces bulles ont été examinés de manière à les comprendre et à les relier à l'éjection<sup>2</sup>. Le phénomène de croissance des bulles est dans notre cas lié d'une part à la vaporisation du liquide et d'autre part aux interactions avec son environnement. L'énergie apportée par conduction dans le liquide à l'interface est utilisée pour vaporiser du liquide ou condenser de la vapeur selon le sens du gradient thermique entre les deux phases. Les bilans dynamiques et thermiques inters faciaux sont fortement couplés par l'intermédiaire de la température et de la pression à

l'interface de la bulle. Deux types de régime de croissance successifs sont rencontrés : le régime inertiel et le régime diffusif.

Le régime inertiel apparaît pour une faible différence de température entre les deux phases mais une pression de vapeur avoisinant la pression de vapeur saturante à la température initiale. Le transfert de chaleur est très rapide et la différence de pression contrôle l'évolution de la taille de la bulle. De ce fait la dynamique de ce régime est décrite uniquement par le bilan de la quantité de mouvement. Ceci correspond au premier stade de la croissance de la bulle de vapeur. Le taux de croissance est directement lié à la surchauffe initiale qui linéarise cette croissance inertielle et est donné par l'expression :

$$R(t) = \left[ \frac{2}{3} \left( \frac{(T_0 - T_{SAT}(P_0))}{T_{SAT}(P_0)} \right) \frac{\rho_v L}{\rho_l} \right]^{1/2} t .$$

Le régime diffusif, apparaît pour une température de vaporisation proche de la température de saturation correspondant à la pression dans la phase liquide  $P_O = P_V = P_V(T_{sat})$  et est contrôlé par le bilan d'énergie à l'interface bulle gazeuse/liquide. Le transfert de quantité de mouvement n'est plus le facteur prépondérant, le mouvement de l'interface est lent comparé au régime inertiel. C'est le dernier stade de croissance de la bulle de vapeur, lorsque la surchauffe du liquide près de l'interface bulle gazeuse/liquide est devenue importante. La vitesse de croissance est alors donnée par :

$$R(t) = J_a \sqrt{\frac{12a_1}{\pi}} t \quad \text{Où } J_a = \frac{\rho_l C_p (T_0 - T_v)}{\rho_v L}$$

Avec  $J_a$  le nombre de Jakob,  $t$  le temps,  $C_p$  la chaleur spécifique et  $L$  la chaleur latente.

Enfin cette croissance aboutit suivant les cas à la croissance de quelques germes gazeux jusqu'à coalescence pour former un film de vapeur ou à la formation quasi-instantanée d'un film de vapeur recouvrant la surface de chauffe et au final l'isolant thermiquement du reste du liquide. Dans ce dernier cas, l'étude de la croissance des bulles gazeuses revient à étudier la croissance d'un film gazeux selon Asai<sup>3</sup>.

En résumé, pour avoir une éjection reproductible, il faut que nos dispositifs atteignent les températures de surchauffe limite des liquides à éjecter dans un temps très court de manière à privilégier la nucléation homogène. Le premier objectif est de dimensionner l'éjecteur thermique de manière à satisfaire à cette condition.

### II.2.2 - Description du modèle

La structure simulée est celle d'un éjecteur élémentaire comme rappelée sur la figure II.2. On retrouve le substrat en Silicium (100) d'une épaisseur de  $525\mu\text{m}$  avec son ouverture de  $760\mu\text{m}$  par  $4826\mu\text{m}$  pour réaliser le réservoir de fluide, le tout surmonté du bicouche constituant la membrane ( $1,4\mu\text{m}$   $\text{SiO}_2$  et  $0,6\mu\text{m}$   $\text{SiN}_x$ ) et le trou carré d'éjection de  $20\mu\text{m}$  de côté. Sur cette membrane est réalisée la résistance avec l'anneau de chauffage de forme carrée en poly silicium d'une épaisseur de  $1\mu\text{m}$ . Le tout est recouvert d'un oxyde PECVD de passivation (épaisseur de  $0,5\mu\text{m}$ ) et de la buse d'éjection carré en Su8 ( $100\mu\text{m}$  de côté externe,  $40\mu\text{m}$  de côté interne et  $40\mu\text{m}$  de haut).

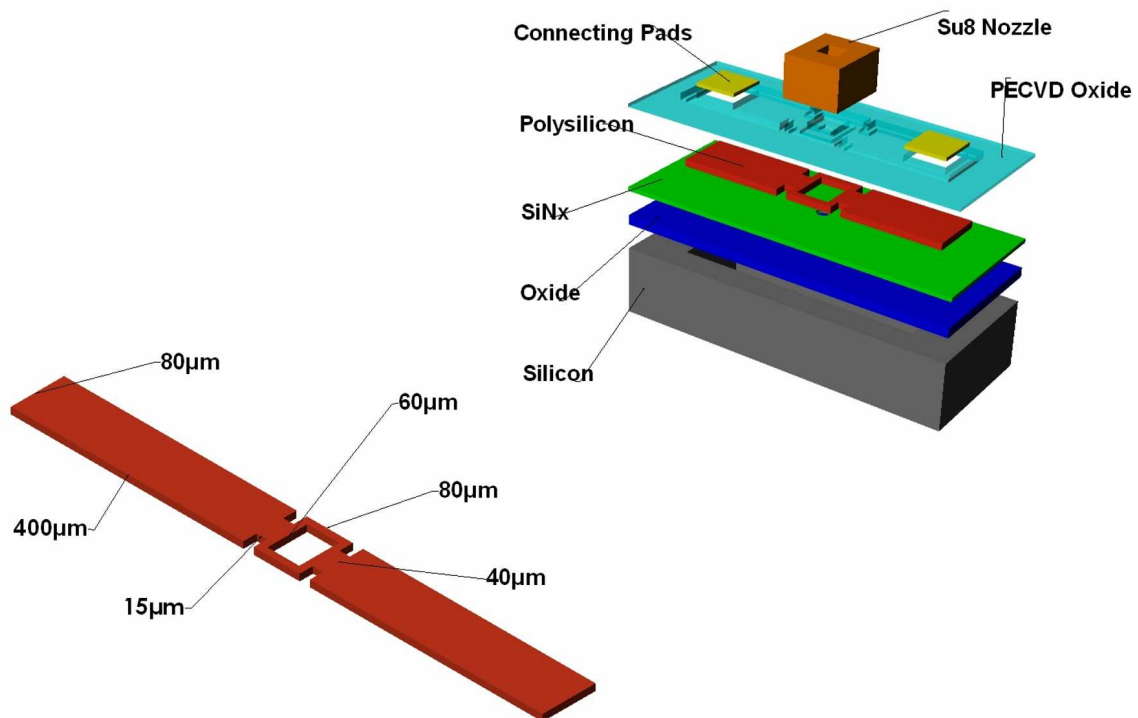


Figure II.2 : Vue 3D d'un micro éjecteur avec ses dimensions

La simulation électrothermique demande de connaître les caractéristiques des matériaux suivantes : les conductivités électrique et thermique, la capacité calorifique, la densité et la constante diélectrique. Les valeurs utilisées sont présentées dans le tableau II.1 :

| MATERIAUX        | MASSE<br>VOLUMIQUE<br>kg/ $\mu\text{m}^3$ | CAPACITE<br>CALORIFIQUE<br>J/kgK | CONDUCTIVITÉ<br>THERMIQUE<br>$\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ | CONDUCTIVITE<br>ELECTRIQUE<br>S/m | CONSTANTE<br>DIELECTRIQUE |
|------------------|---|----------------------------------|--|-----------------------------------|---------------------------|
| Silicium         | $2,34.10^3$                               | 712                              | $1,68.10^2$  | $2.10^4$                          | 11,9                      |
| SiO <sub>2</sub> | $2,27.10^3$                               | 1000                             | 1,4  | 0                                 | 3,9                       |
| SiN <sub>x</sub> | $3,1.10^3$                                | 790                              | 17,4   | 0                                 | 7,5                       |
| Polysilicium     | $3,28.10^3$                               | 700                              | 180  | $5,45.10^4$                       | 8                         |
| Su8              | $1,15.10^3$                               |                                  | 0,2  | 0                                 | 4                         |
| Air              | 1,18                                      | 1010                             | 0,0232   |                                   |                           |
| Eau              | $10^3$                                    | 4180                             | 0,614  |                                   |                           |
| Ethanol          | $7,87.10^2$                               | $2,44.10^3$                      | 0,166  |                                   |                           |
| Acétonitrile     | $7,79.10^2$                               | $2,23.10^3$                      | 0,187  |                                   |                           |

**Tableau II.1:Caractéristiques des matériaux**

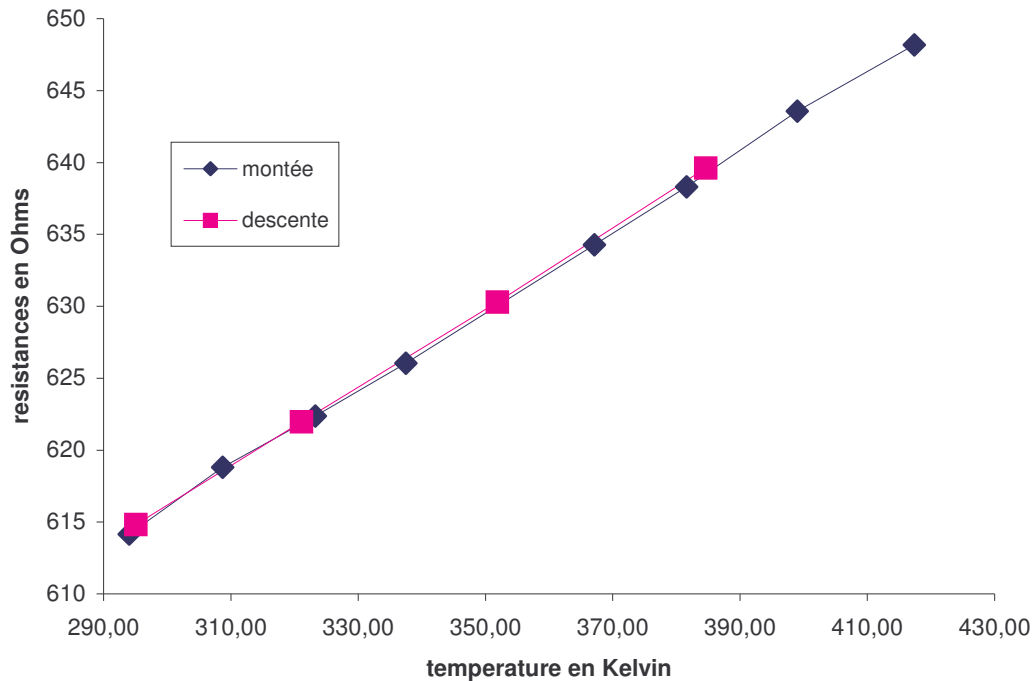
Ces caractéristiques proviennent pour la plupart de la littérature, notamment en ce qui concerne le silicium, l'oxyde de silicium, la Su8 et les fluides. Par contre les caractéristiques des matériaux comme le nitrure de silicium non stœchiométrique et le poly silicium, qui sont des matériaux non standard, ne sont pas bien connues et il a été nécessaire de réaliser des études spécifiques afin de les déterminer. Les études ont été réalisées sur la première génération d'éjecteurs à géométrie carrée<sup>2</sup>.

Pour conserver une continuité, dans les phénomènes thermiques et électriques (même résistance interne, positionnement sur la membrane, ...), les mesures sont réalisées sur le même éjecteur vide de tout liquide.

***A : Résistance en fonction de la température.***

Une ligne de micro-éjecteur montée sur un bornier est placée dans une étuve. Sur un éjecteur, choisi au milieu, une tension constante est appliquée. Une faible variation de température est apportée et nous laissons le système atteindre l'équilibre thermique. L'intensité du courant correspondant est alors relevée. La mesure est renouvelée pas à pas de l'ambiante à 150°C et puis de 150°C à l'ambiante. La courbe obtenue donne la variation de la résistance en polysilicium en fonction de la température. On voit que dans la gamme de température  $[T_{amb}; 150^\circ\text{C}]$ , elle est quasiment linéaire.

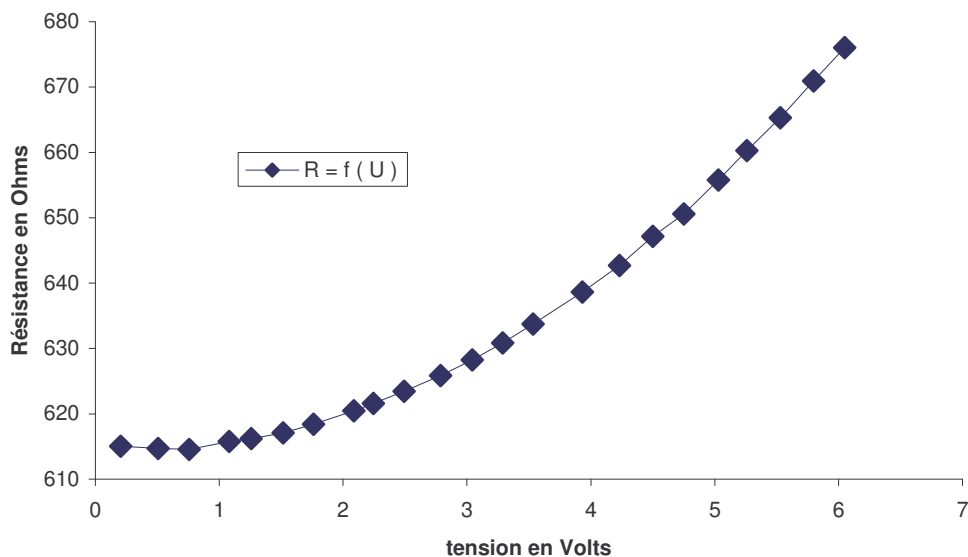




**Figure II.3 : Variation de la valeur de la résistance d'un éjecteur en fonction de la température**

Le même éjecteur est alors placé en fonctionnement à l'air libre et à la température ambiante. La tension appliquée est incrémentée par petites variations de 0 à 6Volts et l'intensité parcourant la résistance est relevée après stabilisation.

On obtient ainsi la caractéristique  $V = f(I)$  et surtout la loi  $R = f(U)$  d'un éjecteur unitaire en fonction de la température.



**Figure II.4 : Variation de la résistance en fonction de la tension aux bornes d'un éjecteur unitaire**

A partir de ces mesures la simulation thermoélectrique de l'éjecteur va permettre de calibrer les propriétés de conduction du poly silicium et du nitrure.

A faible tension, ( $V < 1\text{ Volt}$ ), la résistance de l'éjecteur reste constante et de l'ordre de 614 Ohms. L'échauffement par effet Joule étant négligeable dans ces conditions là, cette valeur permet de déduire la conductivité de polysilicium à température ambiante soit  $5,46 \cdot 10^4 \text{ S/m}$ .

Remarque : en considérant que le polysilicium est uniformément dopé, la résistance par carré est donné par  $R_{\text{carré}} = \frac{\rho}{e}$ , avec  $\rho$  la résistivité en Ohm-centimètre et  $e$  l'épaisseur de la couche de polysilicium. Dans notre cas on trouve alors une résistance par carré d'environ 18,3 Ohms par carré. Cette valeur a été vérifiée expérimentalement par une mesure quatre pointes lors de la réalisation de la couche de polysilicium.

Mais la conductivité du polysilicium varie en fonction de la température comme on a pu le constater lors des mesures précédentes. En effet, lors de l'application d'une puissance électrique à la ligne de polysilicium, celle-ci se transforme en chaleur par effet joule. Suivant la chaleur dissipée, il en résulte une augmentation plus ou moins grande de la température autour de la résistance. Cette variation de température va influencer la mobilité des porteurs au sein du polysilicium. A partir d'un certain seuil de température, la mobilité est diminuée du fait de l'augmentation de l'agitation thermique ce qui se traduit électriquement par une augmentation de résistance.

Les mesures effectuées en étuve permettent d'obtenir la variation de la conductivité électrique du polysilicium en fonction de la température. Pour transformer cette relation  $R = f(T)$  en variation de la conductivité électrique en fonction de la température  $\sigma = f(T)$ , on se sert de l'équation  $R = \left(\frac{L}{S}\right) \times \rho$ . Le rapport  $\frac{L}{S}$  étant considéré constant quelle que soit la température, et connaissant la résistance et la conductivité pour une tension proche de zéro, on en déduit la valeur de ce rapport de forme, soit :

$$\frac{L}{S} = R_{(U=0,01V)} \times \sigma_{U=0,01V}$$

$$\frac{L}{S} = 614,5 \times 5,4 \cdot 10^4 = 3,3 \cdot 10^7 \text{ m}^{-1}$$

Il suffit alors de diviser chaque valeur de résistance mesurée lors de l'expérience par ce rapport de forme pour obtenir alors la variation de la conductivité électrique en fonction de la température pour cette géométrie de résistance dans la gamme  $[0; 150^\circ\text{C}]$ , cette variation est donnée par :

$$\sigma = f(T) = 6,14 \cdot 10^4 - 23(T)$$

En injectant ces paramètres dans le simulateur COVENTORWARE, on retrouve bien le comportement observé lors de l'expérience en étuve comme le montre la courbe de la figure II.5.

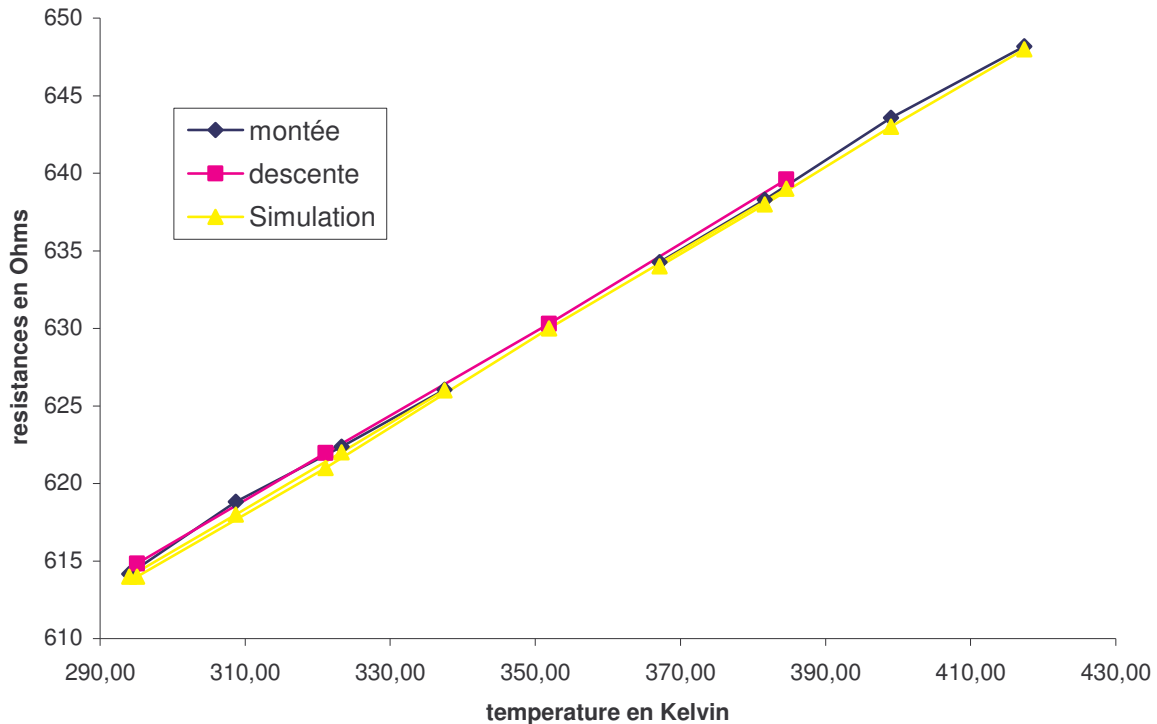


Figure II.5 : Comparaison de la simulation avec l'expérience

### ***B : La conductivité thermique du polysilicium.***

Si la conductivité thermique du polysilicium est une valeur connue, très peu d'études ont été encore réalisées sur sa variation en fonction de la température. On considère en général que cette variation est comparable à celle du silicium avec une pente double de celle-ci. La conductivité thermique  $k$  ( $\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ ) du polysilicium varie suivant :

$$k(T) = 208 - 9,6^3(T).$$

### ***C : Conductivité thermique du nitrure de silicium***

La conductivité thermique du  $\text{SiN}_x$  peut être déterminée expérimentalement sur des structures spécifiques. Mais les autres paramètres ayant été définis par ailleurs et la fiabilité du modèle de simulation ayant été vérifiée, il devient alors possible d'utiliser cette dernière pour déterminer la conductivité thermique du  $\text{SiN}_x$ .

Pour ceci, on réalise une simulation du fonctionnement de l'actionneur thermique pour différentes valeurs de la tension d'alimentation et on modifie la valeur de la conductivité thermique du  $\text{SiN}_x$  jusqu'à avoir parfait accord entre les paramètres et résultats expérimentaux (tension d'alimentation, puissance consommée, valeur de résistance) et les résultats de simulation.

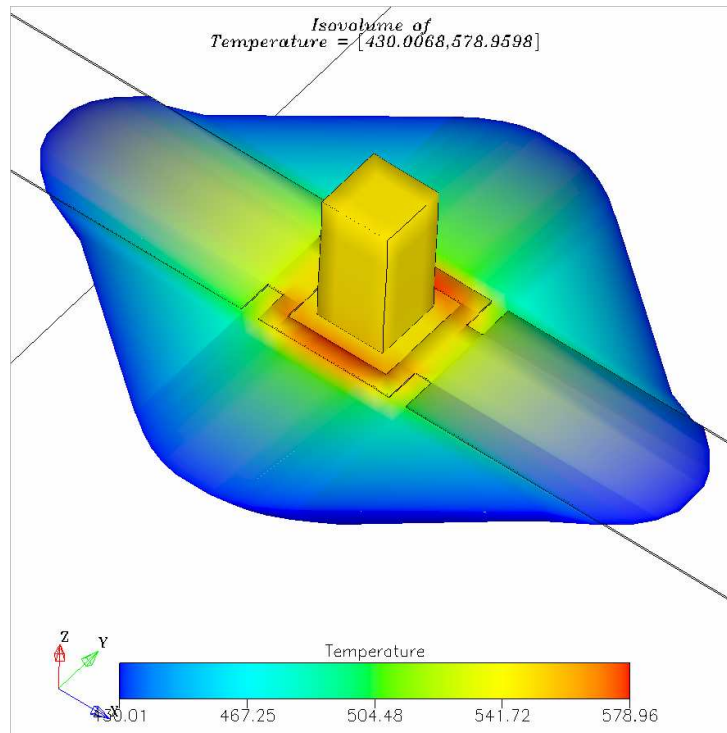
La valeur trouvée au cours de nos simulations est de 17.45W/mK.

### **I.2.3 - Résultats de simulation**

Le modèle en 3 dimensions d'un micro éjecteur situé en milieu d'un vecteur est maintenant bien spécifié du point de vue des caractéristiques utiles pour la simulation électrique et thermique. Il est alors possible de faire une étude comportementale de notre micro système pour déterminer sa réponse thermique en fonction de la tension appliquée aux bornes de la résistance de polysilicium et ceci pour divers cas de remplissage du réservoir. De cette manière, il nous sera alors possible de définir une structure optimale et de connaître la tension à appliquer en fonction des liquides que contiendra le réservoir de manière à obtenir à l'interface liquide membrane la température de surchauffe nécessaire à l'apparition de la nucléation homogène.

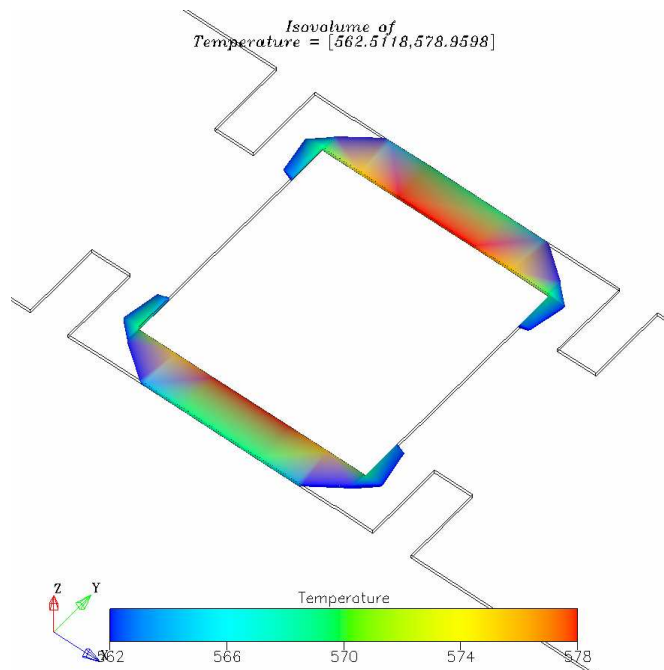
Ces simulations n'ont pu être réalisées que suivant un régime stationnaire, COVENTOR ne permettant pas de faire de simulation en régime transitoire.

Dans le cas du réservoir rempli d'eau que nous voyons sur la figure II.6, on observe les détails de la morphologie du champ thermique généré autour de la zone de chauffe. Cette zone est intéressante puisque c'est le lieu où vont se dérouler la plupart des échanges thermiques avec le milieu extérieur. Le champ thermique est confiné autour de l'élément chauffant et présente une forme plutôt en losange. En effet les isothermes sont étirées le long de la résistance chauffante. La forte conductivité thermique du polysilicium et surtout du substrat en silicium court-circuite faiblement l'écoulement de l'énergie thermique.



**Figure II.6 : Zone de répartition de la température dans le cas de l'eau pour 11,5Volts**

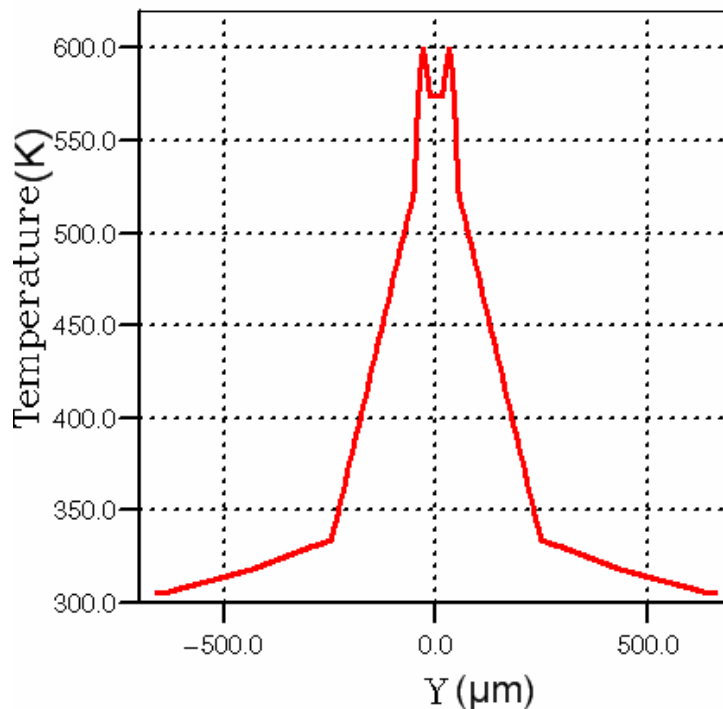
Toutefois une inhomogénéité de la zone de chauffe est observable ; elle se divise en deux parties. La géométrie carrée du centre de la résistance présente deux surfaces parallèles dont la température est plus élevée que dans le reste de la résistance. La superficie de cette zone surchauffée est estimée à  $600\mu\text{m}^2$ .



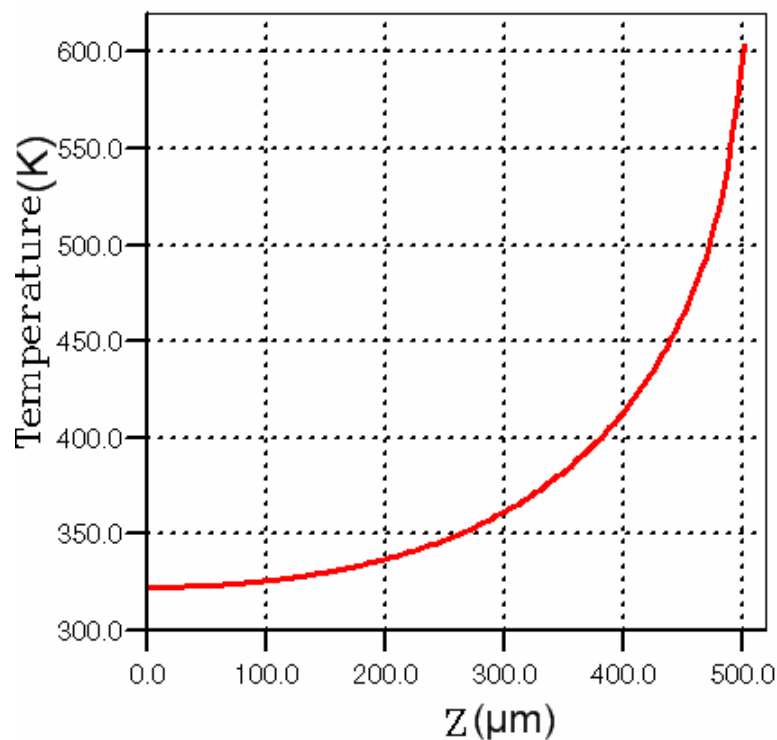
**Figure II.7 : Surface de chauffe maximale pour 11,5Volts**

Mais nous pouvons déjà affirmer que l'élévation de température reste confinée autour de la partie centrale de la résistance chauffante. Donc la membrane diélectrique composée de  $1,6\mu\text{m}$  d'oxyde de silicium et de  $0,4\mu\text{m}$  de nitrure de silicium non stœchiométrique joue bien son rôle de concentrateur de chaleur, mais la zone de surchauffe est trop ponctuelle.

De manière quantitative, la température de surchauffe limite est dépassée pour une tension d'alimentation de 11,5Volts dans le cas de l'eau. En effet, au niveau de l'interface membrane/liquide, la simulation nous donne une température de 593K au centre du trou d'éjection et elle décroît de façon très rapide jusqu'à 575K à une distance de  $11\mu\text{m}$ , comme on peut le voir sur le graphique de la figure II.8. De plus sur ce graphe, on remarque de nouveau l'influence de la géométrie du centre de la résistance sur le profil de température : les deux zones symétriques de forte température 620,4K sont parfaitement visibles. C'est donc certainement sur ces surfaces de chauffe qu'il y aura les premières nucléations gazeuses. La figure II.9 montre l'évolution de la température dans la profondeur du liquide en dessous d'une des deux zones chauffantes.



**Figure II.8 : Courbe de température en Kelvin dans le plan de la membrane et suivant une direction perpendiculaire à la résistance de polysilicium**



**Figure II.9 : Evolution de la température en Kelvin en profondeur dans de l'eau**

Pour ce qui est d'obtenir une nucléation homogène la température semble largement atteinte, même si on est en statique. Enfin, il est intéressant de remarquer la possibilité de faire un film de vapeur dans ce cas du fait d'une surface de chauffe assez importante. Donc il semblerait que même pour un régime transitoire, la membrane soit capable de focaliser la chaleur autour de la résistance chauffante et surtout permet par la même occasion un transfert valable de cette chaleur au liquide présent dans le réservoir.

## **II - SIMULATION DES MICROEJECTEURS A ANNEAU RESISTIF CIRCULAIRE.**

Si les résistances à géométrie carrée permettent bien d'atteindre les températures nécessaires, on voit toutefois qu'elles introduisent une inhomogénéité de température et que la nucléation des bulles ne se fera pas de façon uniforme. Afin de limiter les effets d'instabilité que peut générer cette situation, nous avons choisi de réaliser un éjecteur à géométrie circulaire.

Ainsi, la résistance de polysilicium voit sa couronne de chauffage remplacée par un disque. De plus, de manière à aussi diminuer la valeur totale de la résistance, une diminution de la longueur des bras d'amenée de courant de la résistance est effectuée. De cette façon, la puissance sera minimisée.

## II.1 - Description du nouveau modèle

La nouvelle structure étudiée se compose d'un substrat de silicium (100) d'une épaisseur de  $525\mu\text{m}$  dans lequel on effectue une ouverture rectangulaire de  $500\mu\text{m}$  par  $4826\mu\text{m}$  de façon à réaliser le réservoir qui contiendra le fluide à éjecter. La membrane reste inchangée, c'est toujours un bicouche de  $1,4\mu\text{m}$   $\text{SiO}_2$  et  $0,6\mu\text{m}$   $\text{SiN}_x$ . Par contre, celle-ci est percée d'un trou cylindrique de  $20\mu\text{m}$  de diamètre. Sur cette membrane est alors réalisée une résistance de polysilicium de  $1\mu\text{m}$  d'épaisseur avec cette fois-ci un anneau de chauffage de diamètre externe de  $80\mu\text{m}$  et de  $10\mu\text{m}$  de large. Les amenées de courant de cette résistance passent de  $950\mu\text{m}$  à  $400\mu\text{m}$  de long. On retrouve aussi la couche de PECVD d'oxyde de silicium d'une épaisseur de  $0,5\mu\text{m}$  qui est alors surmontée d'une buse d'éjection en Su8 de  $80\mu\text{m}$  de haut et de diamètre interne  $35\mu\text{m}$  et externe de  $100\mu\text{m}$ .

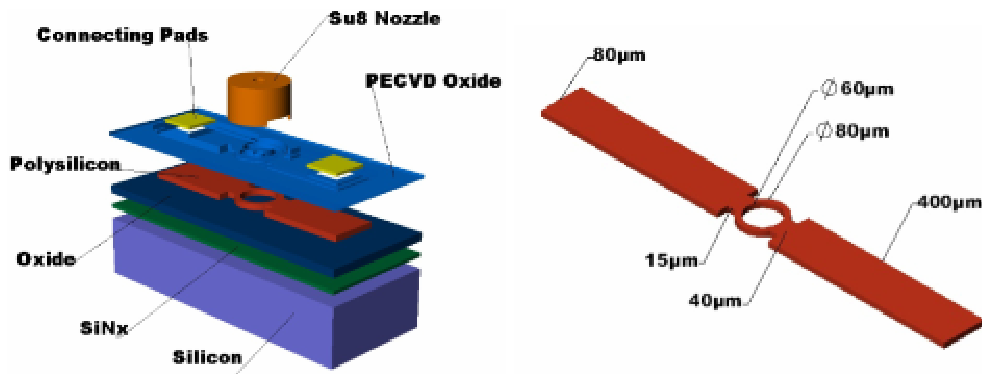


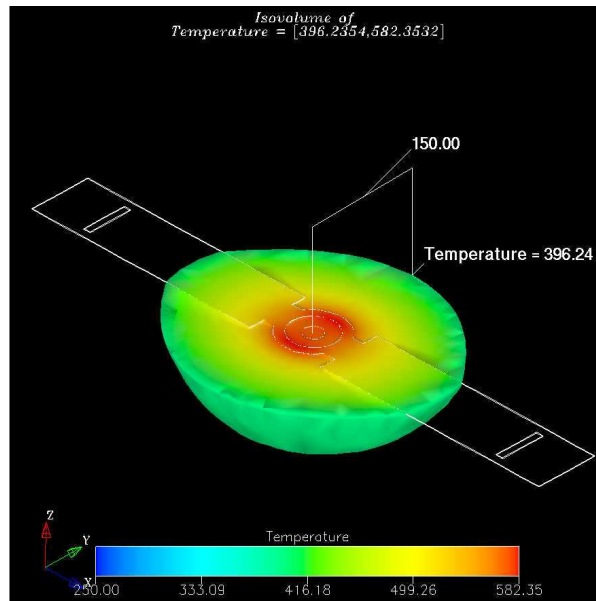
Figure II.10 : Structure simulée de l'éjecteur circulaire.

Nous appliquons le même type d'analyse sur cette structure, c'est-à-dire une étude électrothermique en régime stationnaire de manière à vérifier le comportement de cette structure. Cette étude nous permet de connaître la tension à appliquer pour obtenir des températures de surchauffe limite à l'interface membrane liquide et de confirmer le confinement de cette chaleur.

## II.2 - Résultats de simulations

Le même comportement global que pour la résistance carrée est observé.

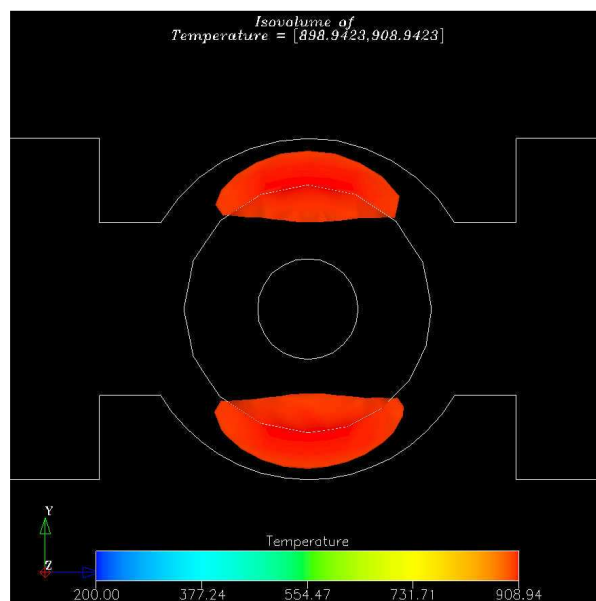




**Figure II.11 : Répartition des isothermes pour 6Volts et le réservoir rempli d'eau**

En effet, la représentation sur la figure II.11 de la résistance chauffante et de ces isothermes montre la concentration du champ thermique de manière sphérique autour de la zone de chauffe. Suivant cette configuration, il est intéressant de voir que la répartition de la chaleur est moins attirée par la conduction thermique du polysilicium. On observe aussi, que à une distance du centre de 150 $\mu\text{m}$ , on retrouve une température proche de l'ambiante ceci pour une tension de 6Volts et un réservoir rempli d'eau.

En ce qui concerne la zone de chauffe, elle est encore une fois divisée en deux. Par contre elle présente cette fois une forme ovoïde dont la surface est donnée pour 1000 $\mu\text{m}^2$ . Sur la figure n° II.12 nous visualisons la répartition de la chaleur sur le polysilicium et la membrane. Elle est plus étalé et offre une plus grande surface d'échange.



**Figure II.12 : Les zones de chauffe**

Au bilan, cette nouvelle structure est encourageante. Elle permet d'atteindre la température de surchauffe limite mais pour une tension inférieure de 11Volts elle passe à 6Volts. La membrane joue toujours aussi bien son rôle de concentrateur de chaleur. Les zones de chaleur sont suivant cette configuration plus proche du trou d'éjection et du point de vue de l'éjection doit permettre un meilleur contrôle.

La taille de la membrane à une influence sur le comportement thermique de l'éjecteur. En effet, plus elle est grande, plus l'élévation de température est importante, à puissance d'actionnement donnée. Ceci est lié au fait que la résistance thermique de la membrane augmente avec la taille. Il sera donc nécessaire de prendre en compte ce phénomène dans la version finale et matricielle du dispositif et d'adapter la puissance d'alimentation de l'éjecteur en fonction de sa position dans la matrice.

### **III - CONCEPTION DU SYSTEME D'ADRESSAGE INDIVIDUEL DES EJECTEURS**

Les procédés technologiques de réalisation des microsystèmes permettent une réduction des dimensions des actionneurs et des capteurs et leur intégration en plus grande densité. Toutefois cette forte densité d'intégration nécessite de développer de nouvelles approches permettant de réduire le nombre d'interconnexions. C'est le problème que nous avons à traiter dans notre cas. En effet, pour adresser individuellement  $L \times C$  éjecteurs, il est nécessaire d'établir  $L \times C$  connexions électriques ce qui représente un encombrement spatial considérable et réduit dramatiquement les possibilités de miniaturisation. Il est donc nécessaire d'imaginer un adressage matriciel capable de connecter  $L \times C$  éjecteurs avec seulement  $L + C$  lignes de commande indépendante. La première possibilité est d'intégrer en série à l'élément actif de la matrice un interrupteur<sup>4</sup> de type BJT ou MOSFET qui autorise ou non l'alimentation de l'élément désiré. Mais dans notre cas la difficulté majeure est de faire ce genre de réalisation sur membrane et d'autre part ce type de technologie est plutôt employé pour des matrices de capteurs à faible niveau de signal. La seconde possibilité est de placer un élément passif en série avec notre actionneur qui déclenchera à partir d'un seuil de commande déterminé<sup>5,6</sup>. Ces éléments sont des diodes PN ou diodes Schottky et des éléments à seuil symétrique présentant une tension à partir de laquelle on passe d'un état bloqué à passant : c'est la tension de seuil. Le principe d'adressage de la matrice est donc de placer sur les chemins des éléments que l'on ne souhaite pas adresser des diodes dont la somme des tensions de seuil est supérieure à la tension de fonctionnement. L'intérêt de cette approche est

la possibilité de les intégrer sur membrane et de ne pas avoir besoin de ligne de commande supplémentaire pour le dispositif d'adressage comme dans le cas des éléments actifs.

Un système d'adressage et sa technologie de réalisation ont donc été développés sur la base des travaux déjà engagés par T. Camps et M. Dumonteuil.

### III.1 - Principe de cette technologie

Le principe de cette technologie est de transformer le dipôle actif, ici la résistance chauffante, en un élément actif à seuil symétrique.

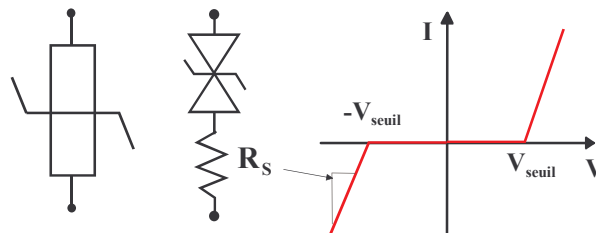


Figure II.13 : Schéma équivalent et caractéristique électrique

La caractéristique  $I(V)$  de la figure II.13 montre, qu'à partir d'une certaine tension, appelée tension de seuil, il y a actionnement du dipôle. Au delà de cette tension de seuil, la caractéristique est linéaire et correspond à la partie résistive utile de notre actionneur. Enfin cet élément seuil produit également une dissipation d'énergie par effet joule, associée à la dissipation de la résistance. Suivant la disposition de ces éléments, on pourra influencer les effets thermiques (homogénéisation, ou gradient).

D'un point de vue technologique, le principe d'intégrer un élément à seuil symétrique dans nos résistances chauffantes est rendu possible par la réalisation de diodes obtenues par implantation et diffusion dans le polysilicium. En utilisant ce procédé, le dopage mixte implantation/diffusion, il est alors possible de réaliser des éléments optimisés. L'élément bloquant étant intégré à l'élément chauffant, il n'est plus nécessaire de dégager latéralement de l'espace pour la réalisation classique d'une diode silicium, d'où un gain en terme de densité d'intégration. Afin de garder la compatibilité avec les procédés réalisés sur membranes suspendues, les éléments sont réalisés dans des couches minces de polysilicium déposées sur les membranes. La fonction « seuil » est obtenue par la création de jonctions  $P^+/N^+$  et  $N^+/P^+$  grâce à l'implantation ou la diffusion dans les motifs de polysilicium. Les différents paramètres d'implantation permettent d'ajuster les tensions de seuil de chaque diode présente, ainsi que la résistance série totale. De plus, le nombre de diodes laisse une liberté supplémentaire pour obtenir des caractéristiques souhaitées pour les éléments.

Si l'on considère la figure II.14, on comprend parfaitement qu'en adressant l'élément de la première ligne et première colonne, on définit des chemins de courant qui ne seront pas capables d'actionner les éjecteurs. L'ensemble de la matrice peut être divisée en trois groupes d'éléments (G1, G2 et G3) comme le montre la figure II.15. Ces groupes sont définis par le sens du courant qui les traverse lorsque l'on actionne l'élément de la première ligne première colonne. Le groupe G2 est constitué de l'ensemble des éléments qui sont susceptibles d'être actionnés en inverse, cela représente le plus gros de la matrice. Les groupes G1 et G3 eux représentent deux groupes minoritaires en nombre où les éléments sont en direct par rapport à l'alimentation.

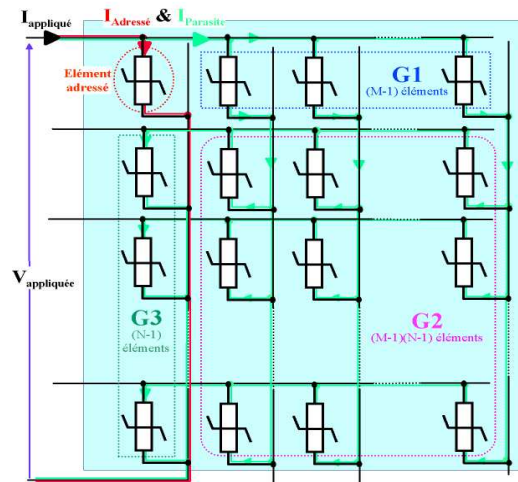


Figure II.14 : Groupe parasite

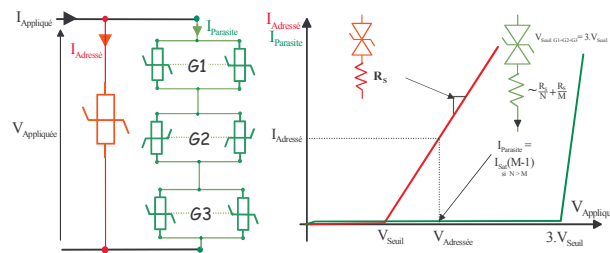


Figure II.15 : Schéma équivalent et caractéristique électrique

La plage d'utilisation en tension est fixée par le seuil de conduction des 3 groupes d'éléments en série et sera donc de  $3V_{Seuil}$ . Tant que la tension appliquée reste inférieure à  $3V_{Seuil}$ , chaque groupe supporte une partie de cette tension et ce sera le plus petit groupe (G1 ou G3) qui limitera la conduction parasite. Cette limite n'est pas restrictive car on peut l'ajuster en jouant sur les paramètres technologiques et topologiques.

### III.2 - Ajustement aux microéjecteurs ronds

Pour mettre en place cette technologie, nous avons travaillé dans un premier temps sur des vecteurs de micro-éjecteurs ronds comportant des diodes réalisées par implantation localisée dans une zone implantée pleine plaque bornée par deux zones diffusées. La figure II.16 illustre cette structure.

La zone d'implantation locale est composée de deux petits rectangles de  $5\mu\text{m}$  de large sur  $10\mu\text{m}$  d'épaisseur disposés sur l'anneau de chauffage suivant le diamètre. Le nombre de ces zones implantées localement est variable de une à trois bandes de façon à mettre en évidence le principe d'addition des tensions de seuil. Pour ce qui est du type de dopant mis en œuvre durant les implantations, plusieurs cas de figure ont été étudiés. Le dopage par diffusion est dans tous les cas un dopage phosphore, ce qui implique que nous obtiendrons toujours une zone de type  $\text{N}^{++}$  diffusée sur les bras d'alimentation de l'éjecteur. Nous jouerons donc sur les types de dopant disponibles pour l'implantation pour faire les configurations suivantes :

- $\text{N}^{++}$ Diffusée/ $\text{N}^+$ Implantée/ $\text{P}^+$ Implanté localement
- $\text{N}^{++}$ Diffusée/ $\text{P}^+$ Implantée/ $\text{N}^+$ Implanté localement

La figure II.16 est un exemple de réalisation comportant trois zones d'implantation localisée.

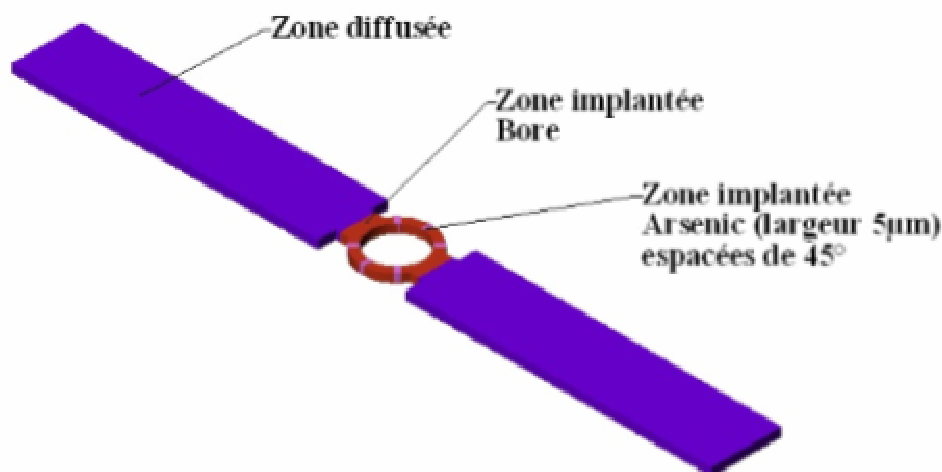


Figure II.16 : Exemple de réalisation

La tension de seuil de la diode à réaliser est liée aux dopages des zones qui la constituent et elle représente une caractéristique fonctionnelle que l'on peut fixer en fonction de nos besoins. Une étude quantitative sur les dopages à mettre en œuvre a été réalisée pour

déterminer les paramètres des implantations respectives. Le paramétrage de la machine d'implantation ionique implique la connaissance de la dose et de l'énergie pour chaque étape d'implantation. Celles-ci sont liées aux dopages que l'on veut obtenir dans les zones implantées. L'outil SILVACO permet de remonter aux valeurs de la dose et de l'énergie nécessaires pour obtenir les dopages désirés.

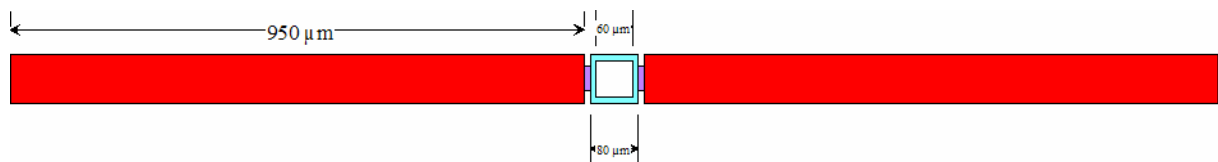
### III.2.1 - Détermination de la puissance nécessaire au fonctionnement

La tension de fonctionnement est la tension à partir de laquelle il doit y avoir éjection pour une puissance électrique appliquée. Cette puissance est transformée en énergie calorifique et provoque ainsi la montée en température qui induit l'éjection. L'hypothèse de travail est de dire que la puissance dissipée dans le système à diode sera la même puissance qui était dissipée dans le système purement résistif. Donc nous allons travailler autour des puissances d'éjections correspondant à chaque fluide.

La température minimale à atteindre pour éjecter une goutte est la température limite cinétique de surchauffe du fluide à éjecter soit  $575,1^{\circ}\text{K}$  pour l'eau ou  $471,5^{\circ}\text{K}$  pour l'éthanol. Le choix de la pente de la caractéristique de l'ensemble des diodes doit nous permettre d'atteindre ces deux puissances en ayant une régulation précise de l'alimentation.

Pour déterminer les points de fonctionnement, on se base sur les caractérisations des microéjecteurs carrés déjà réalisés. D'après les travaux antérieurs<sup>2</sup>, il faut fournir une puissance d'environ  $1,25\text{W}$  pour atteindre le phénomène d'éjection avec de l'eau. Afin de déterminer la puissance à dissiper par nos éléments, il convient de prendre en compte les pertes dans les amenées de courant au niveau du micro éjecteur carré. En négligeant les chutes de tensions dans les lignes d'or, le motif de test peut être découpé de la façon suivante :

- $1,25\text{W}$  pour  $25\text{V}$  soit  $50\text{mA}$  pour une résistance de  $500\Omega$ .
- Le design de l'élément testé était le suivant :



La résistance totale est le produit du nombre de carré constituant cette structure par la résistance par carré caractéristique de notre polysilicium. Ce nombre de carré est quant à lui la

somme des carrés des trois zones :  $N_1$  est le nombre de carré correspondant aux amenées de courant,  $N_2$  correspond au rétrécissement et  $N_3$  est la zone carrée de chauffage.

$$R_{total} = (N_1 + N_2 + N_3) \times R_{carré}$$

$$N_1 = 2 \times \frac{950}{80} = 23,75_{carré}$$

$$N_2 = 2 \times \frac{10}{40} = 0,5_{carré}$$

$$N_3 = \left( 2 \times \frac{10}{80} \right) + \frac{\left( \frac{60}{10} \right)}{2} = 3,25_{carré}$$

$$N_{carrétotal} = 23,75_{carré} + 0,5_{carré} + 3,25_{carré} = 27,5_{carré}$$

La zone active représente donc  $3,75_{carré} (N_2 + N_3)$  sur les  $27,5_{carré}$  de la résistance totale.

$$P_{total} = R_{total} \times I^2 = (N_1 + N_2 + N_3) \times R_{carré}$$

$$P_{actif} = R_{actif} \times I^2 = (N_2 + N_3) \times R_{carré}$$

$$P_{actif} = P_{total} \times \left( \frac{R_{actif}}{R_{total}} \right) = P_{total} \times \frac{(N_2 + N_3)}{N_1 + N_2 + N_3}$$

$$\frac{P_{actif}}{P_{total}} = \frac{(N_2 + N_3)}{(N_1 + N_2 + N_3)} = 0,136$$

Donc 13.6% de la puissance est dissipée dans la zone active. Soit pour 1,25W de puissance totale, 170mW dissipés effectivement. Le point de fonctionnement équivalent sera donc celui qui permettra une dissipation de 170mW dans la zone active. Il en résulte que pour éjecter de l'eau avec notre système il est confortable de travailler dans le domaine de puissance suivant [50mW ; 250mW].

Maintenant que ce domaine de puissance utile est déterminé, pour atteindre les dopages à mettre en œuvre, nous faisons une étude sur la répartition de la résistance carrée le

long de la structure du micro-éjecteur rond. En considérant que seule la zone active de notre système sera vraiment utilisée pour l'actionnement.

### III.2.2 – Détermination des dopages à mettre en œuvre

Maintenant que le domaine de travail au niveau de la puissance d'actionnement est établi, il faut rechercher les dopages permettant d'obtenir une caractéristique I (V) offrant un actionnement valable de l'élément complet. Le principe de fonctionnement de notre micro-éjecteur est basé sur la transformation de l'énergie électrique en énergie thermique par effet joule. Cette transformation est étroitement liée au dopage des différentes zones qui constituent notre structure. Pour fiabiliser l'éjection il est intéressant de concentrer cette transformation sur la partie circulaire du micro éjecteur. Pour cela, nous allons faire en sorte que la résistance soit plus importante dans cette région via les dopages mis en œuvre. On travaille à partir du nombre de carré qui constitue les différentes parties de notre micro éjecteur et connaissant les résistances par carré des différents dopages utilisables, nous allons pouvoir déterminer les meilleurs couples de dopage à mettre en oeuvre.

#### *A : Calcul de la résistance par carré du micro éjecteur rond*

Pour un volume parallélépipédique, dont l'épaisseur  $e$  est constante, la résistance carrée s'écrit :  $R_{carré} = \frac{R}{L/S}$  Le rapport de la longueur par la section  $\frac{L}{S}$  est appelé le nombre de carré de la structure, il est caractéristique de cette structure. De plus la résistance carrée est reliée à la résistivité  $\rho$  pour un dopage constant :  $\frac{\rho}{e} = R_{carré}$

La structure globale des éjecteurs circulaire est celle déjà présentée sur la figure II.10, la résistance de polysilicium est celle que l'on peut observée sur la figure II.16. On a donc ajouté une zone dopée et les amenées de courant sont rallongées de 100 $\mu$ m de chaque côté car il y avait des problèmes de sur gravure du réservoir ce qui fragilisait la membrane. Donc en terme de nombre de carré, il y a très peu de changement. On détermine alors le nombre de carrés pour cette structure connue et on remonte à la partie résistive de notre composant par les valeurs des résistances carrées déterminées.



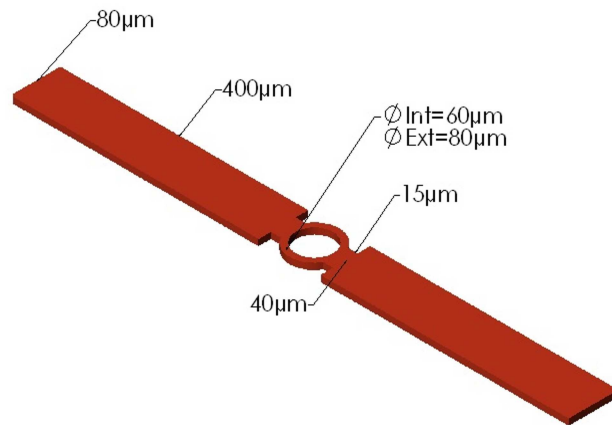
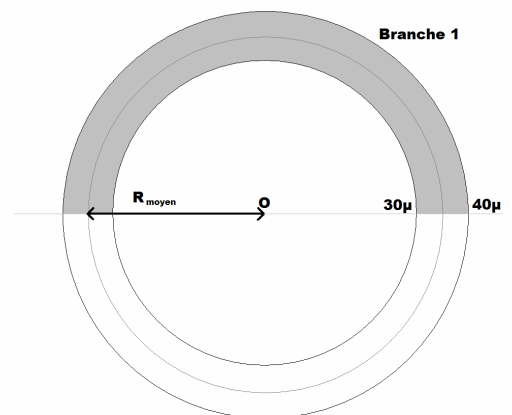


Figure 17 : Dimension de la résistance de polysilicium

- Les amenées de courant comportent à elles deux :  $2 \left( \frac{400}{80} \right) = 10_{\text{carré}}$
- Les petits rétrécissements :  $2 \left( \frac{15}{40} \right) = 0,75_{\text{carré}}$
- L'anneau : le nombre de carrés inclus dans la résistance circulaire correspond au rapport Longueur sur largeur de la résistance rectangulaire qui lui serait équivalente.

Cette résistance équivalente est en fait la résistance équivalente de deux résistances en forme de demi disque, montées en parallèle. Donc le nombre de carrés total correspond à la moitié du nombre de carrés compris dans un demi disque.



$$N_{ul} = \frac{1}{2} (N_{\text{DemiDisque}})$$

$$N_{ul} = \frac{1}{2} \left( \frac{\text{DemiPérimètreMoyen}}{\text{largeur}} \right)$$

$$N_{ul} = \frac{1}{2} \left( \frac{2\pi R_{\text{moyen}}}{2l} \right)$$

$$N_{ul} = \frac{1}{2} \left( \frac{2\pi 35}{2 \times 10} \right) = 5,5_{\text{carré}}$$

Par contre il faut tenir compte du fait que la jonction de cette partie ne se fait pas par la section horizontale de ce disque mais par un plan à 30° ce qui ramène ce nombre de carrés à 3,6<sub>carré</sub>.

- Enfin, les barrettes de 5 μm de large sur 10 μm d'épaisseur représentent chacune

$$\left( \frac{5}{10} \right) = 0,25_{\text{carré}}$$

La résistance de notre micro injecteur à « n » diodes, en fonction de la résistance par carrée des différentes zones, s'écrit comme suit :

$$R = (R_{CarréDiff} \times 10,75_{carré}) + (R_{CarréDiodeIm pl} (n \times 0,25_{carré})) + (R_{CarréRésistif Im pl} (3,6_{carré} - (n \times 0,25_{carré})))$$

Remarque : Ce calcul de résistance par carré explique à lui seul le pourquoi de notre démarche. Nous sommes en présence d'une résistance de zone de chauffe qui représente à elle seule la moitié de la résistance des amenées de courant. Ceci augmente considérablement l'effet de dissipation dans les amenés de courant dues à leur forte résistance et par conséquence diminue considérablement l'effet de concentration de chaleur sur l'anneau. L'objectif est de faire une différence d'au moins un coefficient de 10 entre la résistance d'accès et de la zone de chauffe. Il faut une faible résistance pour ce qui est des amenées de courant et localiser le reste de celle-ci au milieu pour favoriser la zone de chauffe. C'est ce que nous avons réalisé en faisant deux zones de poly silicium de dopage différent. Les amenées de courants seront diffusées alors que le disque de chauffage, lui, sera implanté ce qui lui confèrera une forte résistance.

### ***B : Détermination du dopage***

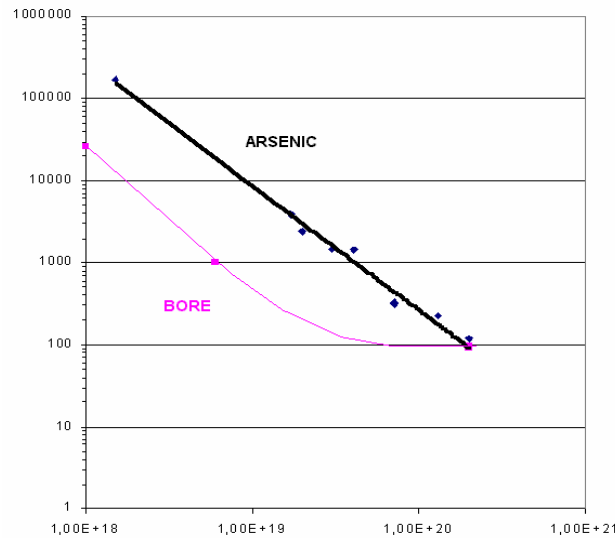
Maintenant, à l'aide des valeurs de résistances par carré des dopages, nous allons déterminer les meilleurs couples de dopage à mettre en œuvre. A partir d'études réalisées sur plusieurs de ces couples de dopage, l'évolution de la résistance carrée en fonction des dopages mis en jeu est tracée. Ces résultats sont reportés ci-dessous.

La méthode des TLM permet de déterminer la variation de la résistance par carrée des différents types dopage de poly silicium utilisés. Le tableau II.2 suivant présente ces résultats :

|                               | <i>Arsenic</i>     |                    |                      | <i>Bore</i>        |                      |                    |
|-------------------------------|--------------------|--------------------|----------------------|--------------------|----------------------|--------------------|
|                               | <i>Procédé 1</i>   | <i>Procédé 2</i>   | <i>Procédé 3</i>     | <i>Procédé 1</i>   | <i>Procédé 2</i>     | <i>Procédé 3</i>   |
| Energie (keV)                 | 50                 | 25                 | 100                  | 30                 | 70-20                | 50                 |
| Dose (atm/cm <sup>2</sup> )   | 3 10 <sup>15</sup> | 10 <sup>16</sup>   | 10 <sup>15</sup>     | 5 10 <sup>13</sup> | 1-2 10 <sup>14</sup> | 10 <sup>16</sup>   |
| Dopage (atm/cm <sup>3</sup> ) | 7 10 <sup>19</sup> | 4 10 <sup>19</sup> | 1,7 10 <sup>19</sup> | 10 <sup>18</sup>   | 6 10 <sup>18</sup>   | 2 10 <sup>20</sup> |
| R (Ohms)                      | 465                | 1570               | 2960                 | 43600              | 1280                 | 113                |
| e (µm)                        | 0,3                | 0,5                | 0,5                  | 0,3                | 0,5                  | 0,5                |

**Tableau II.2 : Variation de la résistance carrée en fonction des dopages**

Ces résultats sont représentés sur les courbes de la figure II.18 montrant l'évolution de la résistance par carré, en fonction du dopage et du type de dopant :

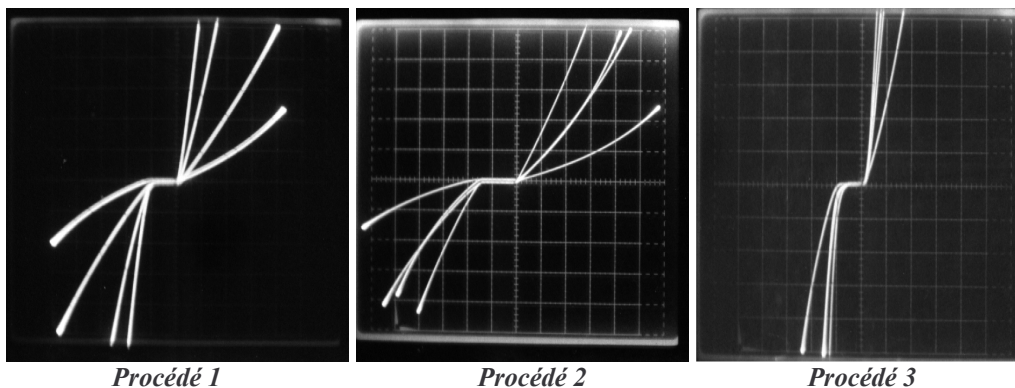


**Figure II.18: Variation de la Résistance par carré en fonction du dopage pour une couche de polysilicium d'épaisseur 0.5µm.**

La tension de seuil relative à ces couples de dopage subit aussi une variation. Elle est présentée sur les figures suivantes où l'on voit aussi l'évolution des pentes des parties résistives et dans le tableau II.3.

|                  | <i>Procédé 1</i>  | <i>Procédé 2</i>  | <i>Procédé 3</i>  |
|------------------|---|---|---|
| Types de diode   | N <sup>++</sup> (7.10 <sup>19</sup> )/ P <sup>+</sup> (10 <sup>18</sup> ) | N <sup>++</sup> (4.10 <sup>19</sup> )/ P <sup>+</sup> (6.10 <sup>18</sup> ) | P <sup>++</sup> (2.10 <sup>20</sup> )/ N <sup>+</sup> (2.10 <sup>19</sup> ) |
| Tension de seuil | 7 Volts   | 5 Volts   | 4,5 Volts   |

**Tableau II.3 : Tension en fonction des procédés technologique**



La comparaison des résultats des trois procédés montre une diminution de la résistance série des diodes en direct, ce qui est en accord avec l'augmentation des dopages. De même, les tensions de claquages  $V_z$  ont diminué.

En reportant ces valeurs dans l'expression de la résistance totale de notre micro éjecteur, nous allons enfin déterminer les couples de dopage qui vont bien.

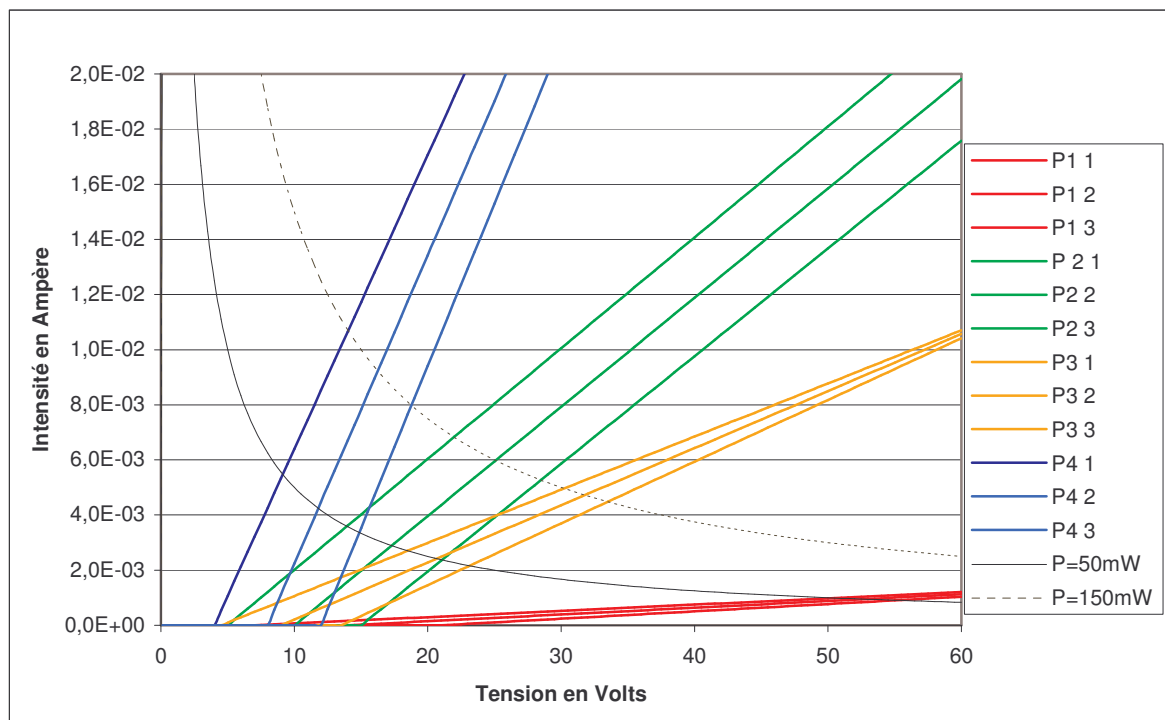
En fonction des paramètres déduits de l'étude précédente on peut alors remonter aux caractéristiques de notre composant en fonction des dopages utilisés. Le tableau suivant

présente la variation de la résistance totale en fonction du nombre « n » de diodes réalisées et des procédés de réalisation. On retrouve aussi la valeur de la tension de seuil et la valeur des résistances par carrés relevées sur le graphique.

|                  | Rtotale n=1 | Rtotale n=2 | Rtotale n=3 | Vt (Volts) | R□n (Ohms) | R□p (Ohms) |
|------------------|-------------|-------------|-------------|------------|------------|------------|
| <b>Procédé 1</b> | 44023,725   | 40811,85    | 37599,975   | 7          | 232,5      | 13080      |
| <b>Procédé 2</b> | 2487,85     | 2524,1      | 2560,35     | 5          | 785        | 640        |
| <b>Procédé 3</b> | 5186,6      | 4825,6      | 4464,6      | 4,5        | 56         | 1500       |

**Tableau II.4 : Estimation des résistances du micro éjecteur en fonction du couple de dopage et du nombre de diodes**

On observe bien la diminution de la résistance globale en fonction de l'augmentation des dopages et du nombre de diodes présentes dans la structure. Le tracé de la caractéristique I (V) de ces structures montre qu'il est possible de faire un adressage en obtenant la puissance voulue et une tension inférieure à 3Vseuil. Par exemple, la structure utilisant les procédés de réalisation n°2 et n°3 permet de faire un actionnement sur l'intervalle de puissance délimité par les courbes d'iso puissance.



**Figure II.19: Caractéristique I (V) de la résistance chauffante comportant de une à trois barrettes suivant les technologies P1, P2 & P3**

Sur ce graphique, les courbes P4 correspondent à une extrapolation des résultats des procédés 1 et 3 ; en prenant le dopage N du procédé 1 et le dopage P du procédé 3, nous devrions arriver à avoir les caractéristiques proposées dans le tableau suivant :

| <b>Procédé 4</b>   | Rtotale n=1 | Rtotale n=2 | Rtotale n=3 | Vt (Volts) | R <sub>op</sub> (Ohms) | R <sub>on</sub> (Ohms) |
|--|-------------|-------------|-------------|------------|------------------------|------------------------|
| P <sup>++</sup> (2.10 <sup>20</sup> ) / N <sup>+</sup> (7.10 <sup>19</sup> ) | 938,8       | 894,8       | 850,8       | 4          | 56                     | 232,5                  |

Tableau II.5 : Détail du procédé n°4

La figure II.20 nous montre une vue détaillée de la zone de fonctionnement de notre micro éjecteur pour le procédé de réalisation n°4.

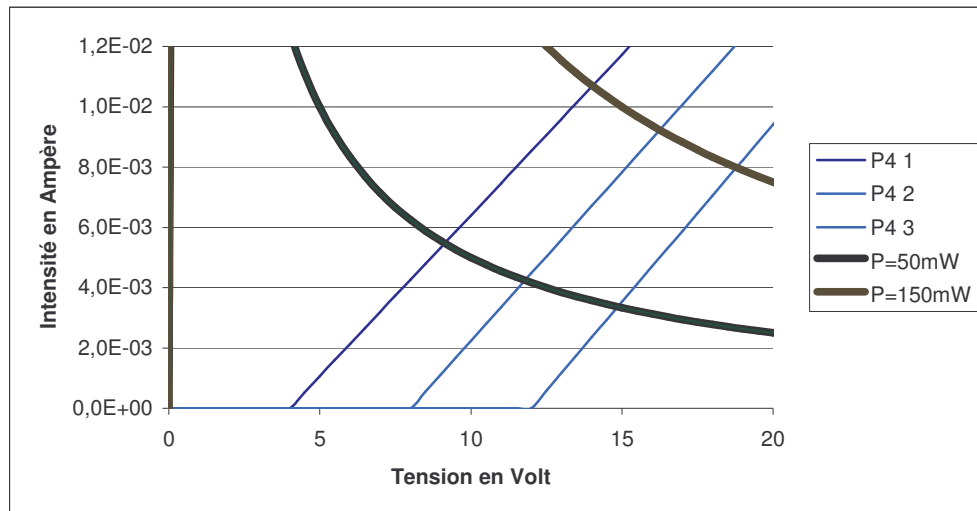
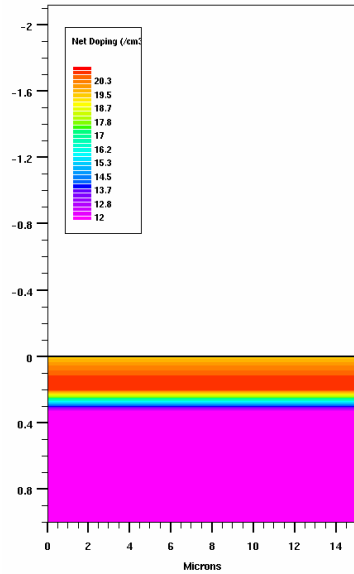


Figure II.20 : Caractéristique I (V) du micro-éjecteur rond comportant 1 à 3 barrettes suivant le procédé P4

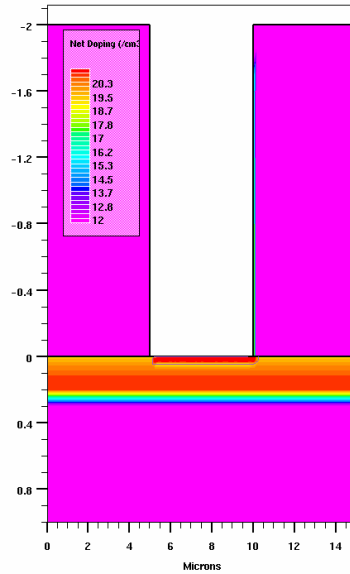
Cette dernière solution laisse une plage de commande allant de 15Volts pour 50mW à 18.5Volts pour 150mW comme nous le voyons sur le graphique précédent.

### *C : Etude des paramètres d'implantation*

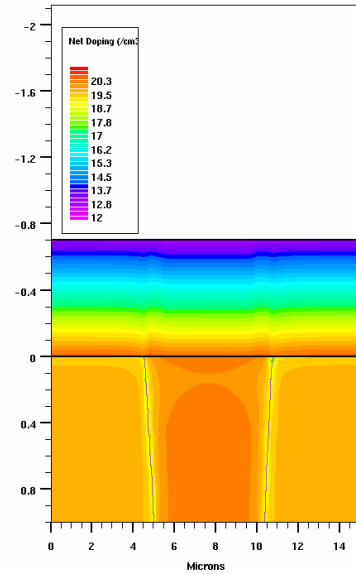
Maintenant que les dopages sont déterminés, il nous faut les doses et énergie correspondantes. Afin de déterminer les doses et énergies de chaque implantation, de valider l'uniformisation des niveaux de dopage et la présence des diodes à travers la totalité du bandeau de polysilicium, la structure suivante est utilisée :



**Implantation 1 :**  
Implantation pleine plaque  
Dose 1 et énergie 1



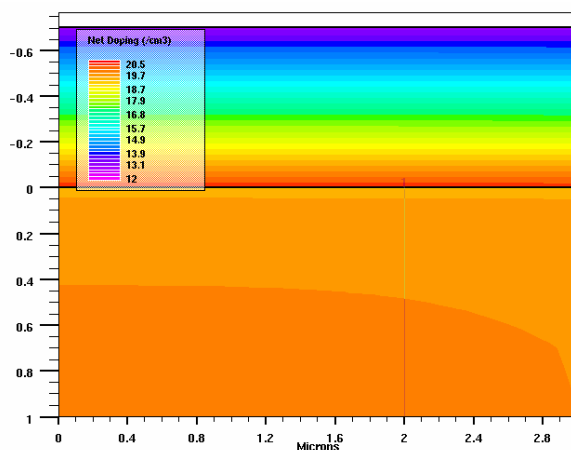
**Implantation 2 :**  
Implantation localisée  
Dose 2 et énergie 2



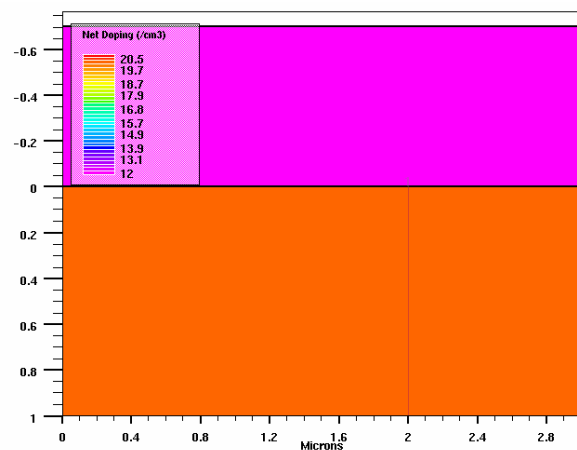
**Dépôt pour éviter l'exo diffusion**  
Protection de la diffusion.  
Recuit à 950°C

Afin de protéger les zones implantées lors de la diffusion des amenées de courants en polysilicium, nous devons encapsuler les zones à protéger. Cette opération peut être faite grâce à un dépôt d'oxyde, ou de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ .

L'étape de diffusion est utilisée pour les zones implantées comme une étape thermique faisant office de recuit. Ce recuit permettant la diffusion des implantations, et l'activation des éléments dopants dans le polysilicium. Lors de cette étape, une exo-diffusion a lieu. Ce phénomène est très influencé par le type d'encapsulant utilisé. Il en résulte donc des variations sur le dopage final du polysilicium.



**Protection avec un oxyde**



**Protection avec du  $\text{Si}_3\text{N}_4$**

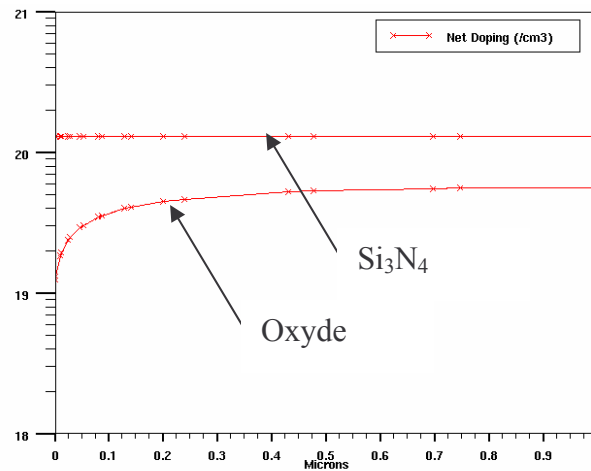


Figure II.21 : Comparaison de l'encapsulation par  $\text{SiO}_2$  et  $\text{Si}_3\text{N}_4$

Ces deux simulations ont été effectuées avec les mêmes paramètres d'implantation et de recuit. On note donc que l'utilisation de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  permet une meilleure uniformisation du niveau de dopage. Les prochaines simulations seront donc réalisées en prenant en compte l'utilisation d'un masquage par une couche de  $0.8\mu\text{m}$  de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ .

- Pour le couple de dopage  $P^+/N^+$  :

Dans le cas du dopage de type P pleine plaque, le bore implanté permet un bon contrôle du dopage dans le polysilicium. Le tableau suivant synthétise des résultats obtenus par simulation.

|                               |               |               |               |               |
|-------------------------------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| Dose (atm/cm <sup>2</sup> )   | $1.10^{16}$   | $5.10^{15}$   | $2,5.10^{15}$ | $1,5.10^{14}$ |
| Energie (keV)                 | 50            | 50            | 50            | 50            |
| Dopage (atm/cm <sup>3</sup> ) | $1,5.10^{20}$ | $7,8.10^{19}$ | $3,8.10^{19}$ | $2,3.10^{18}$ |

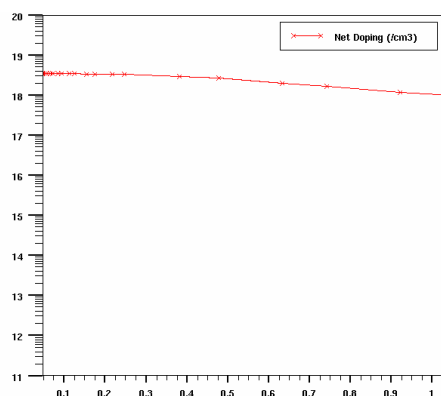
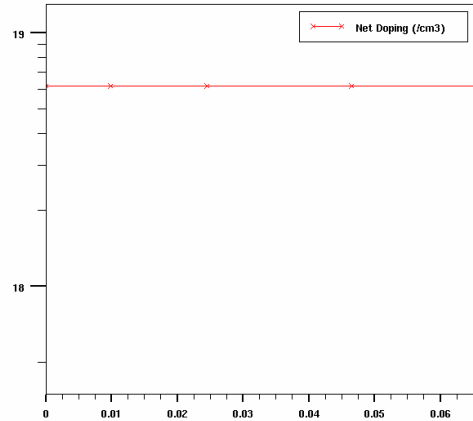


Figure II.22 : Profil de dopage obtenu par une dose  $1,5.10^{14}\text{atm/cm}^2$  Energie 50 keV Dopage  $3,5.10^{18}\text{atm/cm}^3$

On se rend cependant compte que dans le cas de dopages inférieurs à  $10^{19}$ atm/cm<sup>3</sup>, l'uniformité dans le poly silicium n'est plus assurée. Bien que très faible pour du  $10^{18}$ atm/cm<sup>3</sup>, ce défaut s'accroît avec la baisse du niveau de dopage. On peut contrer ce phénomène en allongeant le temps de recuit.

Le résultat le plus précis de simulation réalisée pour obtenir un dopage visé dans la zone la moins dopée du micro éjecteur de type P de  $3,2 \cdot 10^{18}$ atm/cm<sup>3</sup> donne une dose de  $3,2 \cdot 10^{14}$ atm/cm<sup>2</sup> et une énergie 50keV.



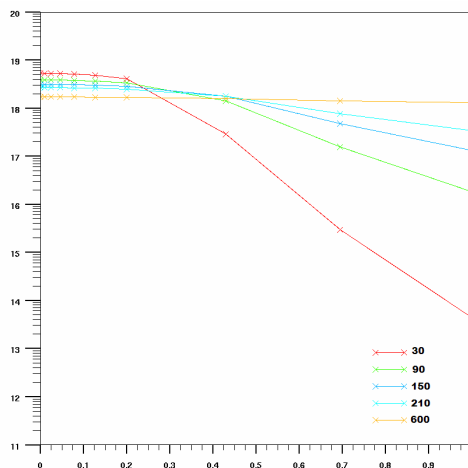
**Figure II.23 : Profil de dopage obtenu pour une dose  $3,2 \cdot 10^{14}$ atm/cm<sup>2</sup> Energie 50keV**

Dans le cas du dopage de type N localisé, les doses et énergie nécessaires à l'implantation sont les suivantes : pour la réalisation de barrettes de type N<sup>+</sup> dans du P<sup>+</sup>, le dopage visé pour la zone la plus dopée de type N est  $3 \cdot 10^{20}$ atm/cm<sup>3</sup> soit une dose de  $3 \cdot 10^{16}$ atm/cm<sup>2</sup> et une énergie de 30keV.

- Pour le couple de dopage N<sup>+</sup>/P<sup>+</sup>

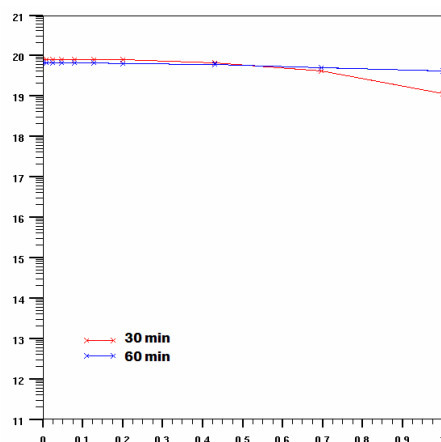
Pour le dopage de type N pleine plaque, l'implantation d'arsenic pose plus de problèmes que celle du bore. En effet, les atomes d'arsenic mettent plus de temps pour diffuser dans la structure. De ce fait, pour un temps de recuit de 30min, les profils de dopage sont nettement non uniformes.





**Figure II.24 : Profil de dopage selon le temps de recuit**

Le résultat plus précis de simulation réalisée pour obtenir un dopage visé dans la zone la moins dopée du micro éjecteur de type N de  $6,0 \cdot 10^{19} \text{atm/cm}^3$  donne une dose de  $6,0 \cdot 10^{15} \text{atm/cm}^2$  et une énergie 50keV.



**Figure II.25 : Profil de dopage selon le temps de recuit (30-60min), Dose  $6.10^{15} \text{atm/cm}^2$  Energie 50keV**

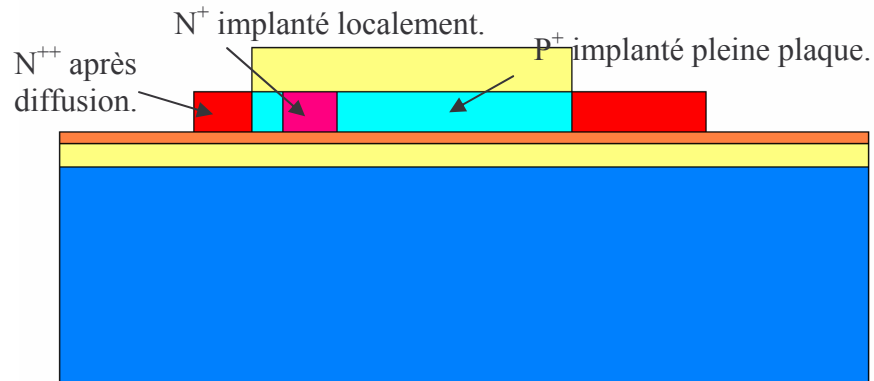
Pour obtenir une répartition uniforme du dopage, nous sommes obligés d'augmenter la durée de l'étape de diffusion, afin de laisser le temps aux atomes de se répartir uniformément dans le polysilicium. La durée doit ainsi passer de 30min à 60min.

Pour le dopage de type P localisée, les doses et énergie nécessaire à l'implantation sont les suivantes : pour la réalisation de barrettes de type P<sup>+</sup> dans du N<sup>+</sup>, le dopage visé pour la zone la plus dopée de type P est  $4 \cdot 10^{20} \text{atm/cm}^3$  soit une dose de  $4 \cdot 10^{16} \text{atm/cm}^2$  et une énergie de 30keV.

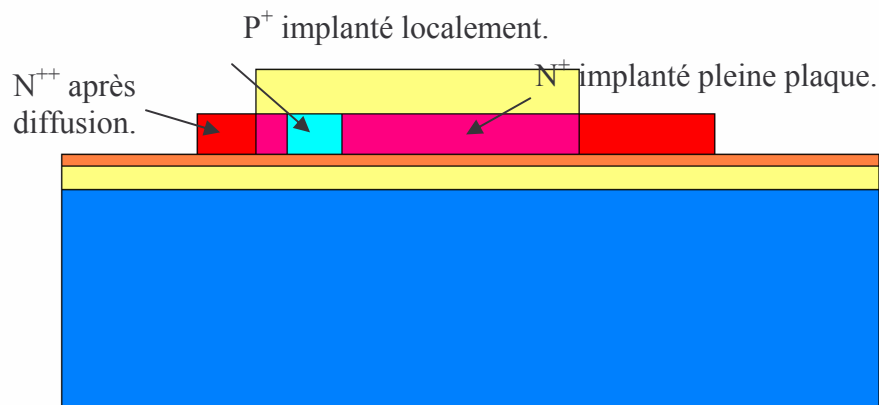
Remarque : La zone d'implantation localisé est la plus dopée car il faut à peu près doubler la quantité de dopant que l'on apporte pour contre balancer le dopage implanté précédemment et laisser la quantité de dopant que l'on désire.

Soit au final, deux types de structures sont rencontrés :

- La première structure est celle qui présente des barrettes  $N^+$  dans du  $P^+$  :



- La seconde structure est celle qui présente des barrettes  $P^+$  dans du  $N^+$  :



Avec les données de notre étude, nous avons tous les éléments pour passer à la réalisation technologique. Nous verrons dans le chapitre suivant, lors de la réalisation des masques, la disposition des barrettes et des masques de protection de la diffusion activation. Nous procéderons aussi à une étude sommaire de l'influence de ce masque d'activation. Nous présenterons également de manière précise la technologie de réalisation avec les problèmes rencontrés et les solutions mises en œuvre. Enfin ces composants seront mis à l'épreuve durant des caractérisations électriques et thermiques que nous présenterons dans le chapitre IV.

**REFERENCE :**

- 
- [1] R. Allen & al, “Thermodynamics and hydrodynamics of thermal ink jets”, Hewlett-Packard journal, may 1985, 21-27.
  - [2] T. Phou, “Conception et réalisation d’un micro injecteur matriciel pour la fonctionnalisation des biopuces”, Thèse de l’université Paul Sabatier de Toulouse, Mai 2003.
  - [3] A. Asai, “Bubble dynamics in boiling under high heat flux pulse heating”, Journal of heat transfer, 1991, Vol. 113, 973-979.
  - [4] Youngner & al, “MEMS Mega-pixel Micro-thrusters Arrays for Small Satellite Station keeping”, 14th annual/USU Conference on Small Satellites.
  - [5] SHARP LCD Application Note, « An examination of Active Matrix Technologies and Components »
  - [6] T.Leroux, « Techniques d’adressage de matrices à cristaux liquides, Optoélectronique », (Volume 1) P. Chavel éditeur scientifique.

# Chapitre III

## Réalisations technologiques

Du micro-éjecteur à la matrice de micro-éjecteurs adressables individuellement

**L**a mise au point d'une filière technologique de fabrication demande de définir des opérations technologiques successives indépendantes et compatibles entre elles. Le fondement du micro-éjecteur réside principalement dans le fait qu'il est réalisé sur membrane pour bien confiner la chaleur autour de la zone de chauffe et pouvoir ainsi intégrer un grand nombre de micro-éjecteurs sans interaction possible. Cette caractéristique représente une contrainte forte qui conditionne l'ensemble de la filière. Les quatre points critiques de la filière sont :

- La réalisation de la membrane : Cette membrane comme nous le verrons, présente un faible niveau de contraintes résiduelles afin de garantir une bonne tenue mécanique et pour cela est réalisée selon une technologie développée au LAAS-CNRS.
- Le chauffage est généré par une résistance chauffante. Ceci ne présente en soi pas de difficulté majeure, mais l'intégration du principe actif de l'adressage au sein même de l'actionneur thermique a constitué une complexification non négligeable du procédé technologique.
- Le troisième point important de cette réalisation technologique est la buse d'éjection en résine époxy Su8. Nous présenterons sa mise en œuvre et ses propriétés.
- Enfin le passage à la matrice apporte son lot de nouvelles étapes technologiques. En effet, un élément important est l'augmentation de la taille de la membrane et des contraintes qu'elle doit supporter du fait des deux niveaux d'or utilisés pour la connexion électrique des éléments de la matrice.

## **I - RAPPEL DE LA TECHNOLOGIE EXISTANTE**

Le procédé technologique de réalisation des vecteurs de micro-éjecteurs sur membrane avec une résistance chauffante en polysilicium dopé et comportant une buse en Su8 a été mis au point dans le cadre de la thèse de T. Phou. Les étapes successives de cette technologie sont représentées par les figures suivantes :

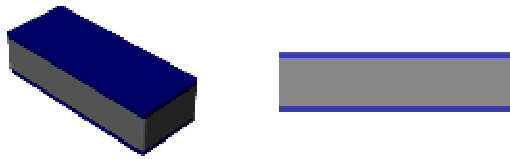


Figure III.1 : Croissance de  $\text{SiO}_2$  ( $e=1,4\mu\text{m}$ )

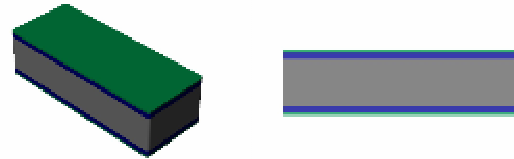


Figure III.2 : Croissance de  $\text{SiN}_x$  ( $e=0,6\mu\text{m}$ )

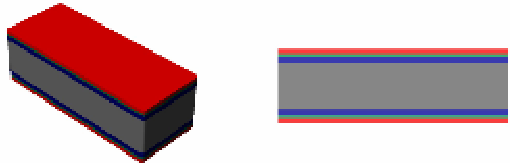


Figure III.3 : Croissance de polysilicium ( $e=1\mu\text{m}$ )

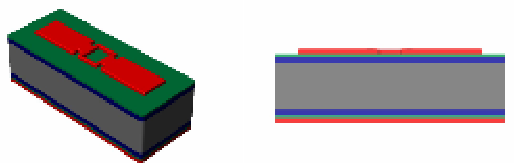


Figure III.4 : Gravure du polysilicium

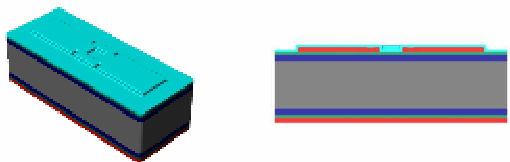


Figure III.5 : dépôt LPCVD de  $\text{SiO}_2$

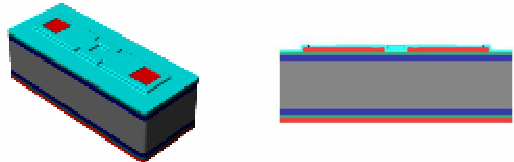


Figure III.6 : Ouverture de contact

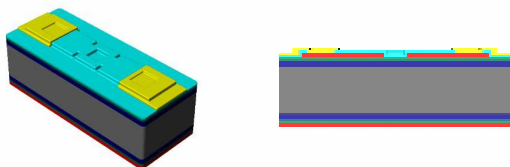


Figure III.7 : Prise de contact Or ( $e=0,5\mu\text{m}$ )

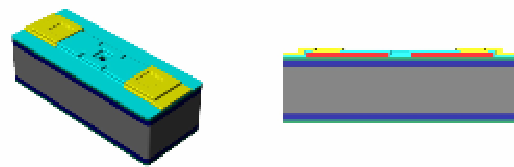


Figure III.8 : Gravure du trou d'éjection dans Oxyde PECVD et dans la membrane

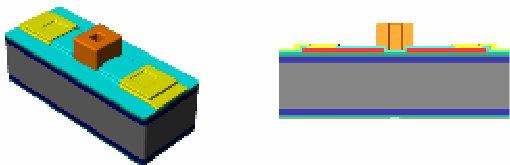


Figure III.9 : Réalisation de la buse Su8

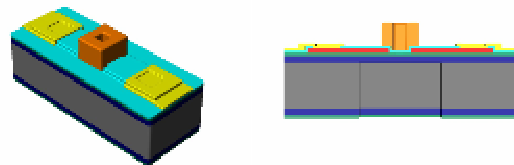


Figure III.10 : Gravure face arrière du silicium

## I.1 - Réalisation de la membrane

Cette membrane doit répondre à des critères bien précis et incontournables pour le bon fonctionnement de ce micro système.

Le premier critère est un facteur thermique. En effet, comme il a été décrit précédemment, le phénomène d'éjection est lié à une augmentation localisée de température. Pour que cette augmentation de température reste localisée, pour un fonctionnement optimum et une non interaction entre micro-éjecteurs, il faut que les matériaux qui entourent la zone de chauffe soient isolants thermiquement. La membrane est donc constituée de matériaux isolants thermiquement et intrinsèquement isolants électriques.

Le critère suivant est un critère de tenue mécanique et de résistance chimique lors de l'utilisation de ce microsysteme. En effet les cycles thermiques répétés maintes fois qui provoquent la dilatation des différents matériaux ne doivent pas fragiliser la membrane. Ce vieillissement sera pris en compte lors de l'établissement du mode d'utilisation. Par ailleurs, pour une bonne répétitivité des éjections de fluide, il est important que la disposition dans l'espace ne soit pas modifiée, c'est-à-dire que les dilatations qui sont incontournables ne doivent pas trop déformer l'environnement de la zone de chauffe qui comprend aussi la zone d'éjection. En effet, si la direction du jet est modifiée à chaque échauffement, il sera difficile de superposer les gouttes. La chimie utilisée quant à elle ne doit pas non plus attaquer les matériaux constitutifs de la membrane même en présence de chaleur qui pourrait activer la dégradation.

Le dernier critère important est un facteur technologique qui n'est pas des moindres. La finalisation de la membrane se fait de manière générale en fin de procédé technologique lors d'une étape dite d'ouverture ou de libération de membrane. Cette dernière étape est critique parce que c'est à ce moment-là que s'exercent les contraintes mécaniques pouvant conduire à la rupture de la membrane. Deux types de contraintes sont à prendre en compte :

- Les contraintes intrinsèques.
- Les contraintes thermiques.

Les contraintes intrinsèques du film sont liées au procédé technologique de croissance employé. Suivant la cinétique du dépôt, des défauts se créent en raison de la variation de la maille cristalline et de son volume. Ces défauts sont sources de contrainte dans la couche déposée.

Les contraintes thermiques ou extrinsèques, elles, sont dues au traitement thermique que l'on fait subir aux diverses couches pendant et après leur dépôt. En effet, les élévations de

température lors des étapes technologiques provoquent la dilatation des matériaux. En redescendant à la température ambiante cette dilatation, qui n'a pas la même amplitude dans les différents matériaux, impose alors soit une compression soit une tension au film déposé ou déjà existant.

La somme de ces contraintes, appelée contrainte résiduelle, provoque une courbure sur l'ensemble du wafer. Lorsqu'une partie du substrat est enlevée par gravure, le wafer reprend alors au moins partiellement sa forme initiale (plane) en se libérant de ces contraintes. C'est à ce niveau que la rupture de membrane est observée.

Compte tenu de ces critères, le choix de la filière de réalisation s'est porté naturellement vers la technologie développée au LAAS pour d'autres applications. La membrane est constituée d'une double couche  $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$ . La couche d'oxyde de silicium est compressive (-300MPa) et la couche de nitrure non stoechiométrique est en tension (+600MPa)<sup>1</sup>. Des études antérieures ont montré alors que leur association permet d'avoir au bilan une contrainte résiduelle qui se compense ; pour une épaisseur totale du bicouche de 2 $\mu\text{m}$  (1,4 $\mu\text{m}$  d'oxyde et 0,6 $\mu\text{m}$  de nitrure), sa valeur est inférieure à 50MPa. Enfin, le critère thermique est également validé, les coefficients de conduction des deux matériaux étant 1,4 $\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$  pour l'oxyde et 17,45 $\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$  pour le nitrure de silicium non stoechiométrique.

En termes pratiques, le film d'oxyde est obtenu par une oxydation thermique dans un four et le film de nitrure de silicium non stoechiométrique se fait par dépôt en phase vapeur (LPCVD). Ces dépôts se font sur les deux faces de chaque wafer.

### **I.2 - La résistance chauffante**

Le choix de la filière technologique pour cette étape de réalisation est, encore une fois, dicté par les impératifs fixés par la présence de la membrane et les possibilités qu'offre la centrale technologique du LAAS. Le choix s'est donc porté vers le polysilicium. La mise en œuvre de ce matériau est réalisée par LPCVD à 605°C, ce qui ne rajoute pas ou très peu de contraintes résiduelles dans le bicouche de la membrane. Le polysilicium est dopé afin d'être peu résistif. Cette étape se fait par diffusion de  $\text{POCl}_3$  jusqu'à la limite de solubilité du phosphore soit de 10<sup>21</sup>atm/cm<sup>3</sup>. L'intérêt de ce dopage par diffusion se retrouve aussi dans le besoin de réaliser un bon contact ohmique. L'épaisseur initiale de ce dépôt est de 1 $\mu\text{m}$  et il se fait sur les deux faces de chaque wafer.

La mise en forme de la résistance se fait par une gravure ionique réactive DRIE.



Cette résistance est ensuite recouverte d'une couche de passivation, qui n'est autre que de l'oxyde de silicium. Ceci permet de protéger la résistance contre les agressions extérieures qu'elle peut rencontrer soit lors des étapes technologiques à venir, soit lors de son utilisation avec les produits chimiques. La mise en œuvre de cette couche d'oxyde est effectuée en phase vapeur assistée par plasma (PECVD) à basse fréquence et à une température de 300°C, ce qui ne perturbe pas l'équilibre des contraintes résiduelles. Son épaisseur est de 0,5µm.

L'alimentation électrique de ces résistances est réalisée par des lignes d'or. Au niveau des extrémités de chaque résistance, une ouverture est réalisée par gravure chimique dans la couche d'oxyde de passivation de façon à ce que l'or déposé puisse prendre contact avec le polysilicium. Ce dépôt d'or de 1µm est précédé d'un dépôt de chrome de 500Angström pour qu'il y ait un contact Ohmique ainsi qu'une bonne adhérence de la couche d'or. Ces dépôts se font à des températures de l'ordre de 150°C qui ne perturbent en rien le bilan des contraintes résiduelles au niveau de la membrane.

### **I.3 - La buse d'éjection**

Pour réaliser le trou d'éjection, la membrane est percée au centre du carré de la résistance chauffante, comme pour les ouvertures de contact. Une attaque chimique de la couche de passivation est réalisée pour accéder au bicouche constituant la membrane. Celle-ci est percée par une gravure sèche par plasma. Le diamètre du trou est de 20µm.

La buse d'éjection est réalisée en résine époxy Su8. Cette résine est utilisée en microsysteme pour ses propriétés structurales. Elle permet d'obtenir des objets d'une bonne résolution, pour des épaisseurs variant de 2µm à plusieurs centaines de microns, et a la particularité d'être résistante chimiquement à un bon nombre de produits. De plus elle possède aussi la propriété d'épouser les reliefs, et de niveler les différences d'épaisseur ; on parle de « planarisation ». Ces avantages vont nous permettre de réaliser une buse d'éjection qui va diriger le jet de la goutte. Au niveau des dimensions, sa hauteur est de 40µm pour une longueur de côté externe de 100µm et le carré interne est de 20µm de côté.

### **I.4 - Libération de la membrane et réalisation du réservoir**

Comme il a été dit au début, la fragilité de la membrane impose que sa libération soit la dernière étape du procédé. Cette ouverture dans le silicium permet aussi de faire le réservoir de fluide à éjecter, commun aux 30 vecteurs que comporte la puce. Deux méthodes de gravure sont possibles en centrale technologique : la gravure par KOH et la gravure sèche

par plasma. La première méthode a été utilisée en début de développement mais des problèmes d'inhomogénéité et de rendement d'ouverture des membranes ont assez rapidement conduit à écarter cette voie. Le passage à la gravure ionique réactive par plasma a permis d'obtenir un rendement de 100% et d'avoir un réservoir de fluide à flancs droits.

Pour le montage du composant, une pièce de silicium doit encore être usinée en salle blanche. Cette pièce appelée « capot » permet de fermer le réservoir et de fixer deux tubes qui maintiendront une alimentation constante du réservoir. Par ailleurs, un PCB a été mis au point pour supporter la puce « capotée » et ses tuyaux d'alimentation : le PCB permet la connexion électrique aux appareils de caractérisation.

## **II - PROCÉDE TECHNOLOGIQUE GLOBAL DE RÉALISATION DES ÉJECTEURS DE SECONDE GÉNÉRATION**

Si la technologie globale du procédé est conservée, de nombreuses modifications doivent être apportées, comme le montre le chapitre précédent, pour atteindre l'objectif final. En particulier :

- Les géométries de la résistance chauffante et du trou d'éjection doivent être modifiées.
- Les diodes d'adressage doivent être intégrées.
- La géométrie de la buse d'éjection et sa technologie de réalisation doivent être revues et corrigées.

Comme par le passé, nous avons conservé deux types de véhicules test : les vecteurs de 30 éjecteurs et des matrices de 10\*10 éjecteurs.

Le procédé utilisé reprend pas à pas celui décrit précédemment, à la seule différence que les masques permettant la délimitation des résistances, l'ouverture du trou d'éjection dans la membrane et la formation de la buse sont différents. D'un point de vue macroscopique, la puce reste un carré de 1,3cm de côté. Pour les lignes de vecteurs, l'ouverture dans le silicium pour la membrane est toujours un rectangle de 5000 $\mu$ m par 500 $\mu$ m et comporte 30 microéjecteurs. Les lignes d'or de connexion des résistances sont d'une largeur de 150 $\mu$ m pour finir à 200 $\mu$ m au bord de la puce. Cette augmentation de largeur est effectuée pour faciliter la connexion lors du montage.

La génération des nouveaux masques se fait par l'intermédiaire d'outils de dessin 2D qui sont à notre disposition au LAAS :

- CREMASK (développé au LAAS et qui est parfaitement adapté à la machine de fabrication de masque mais qui est d'utilisation fastidieuse)
- CADENCE (logiciel de conception microélectronique mondialement utilisé mais qui implique un lourd travail de remaniement des données pour la réalisation des masques).
- CleWin (qui offre le meilleur compromis à l'heure actuelle entre les deux outils).

Les masques correspondant à la résistance chauffante ont donc été modifiés pour former une zone de chauffe annulaire de rayon externe  $40\mu\text{m}$  et d'épaisseur  $10\mu\text{m}$ . La longueur de la piste de polysilicium est aussi ramenée à  $400\mu\text{m}$ .

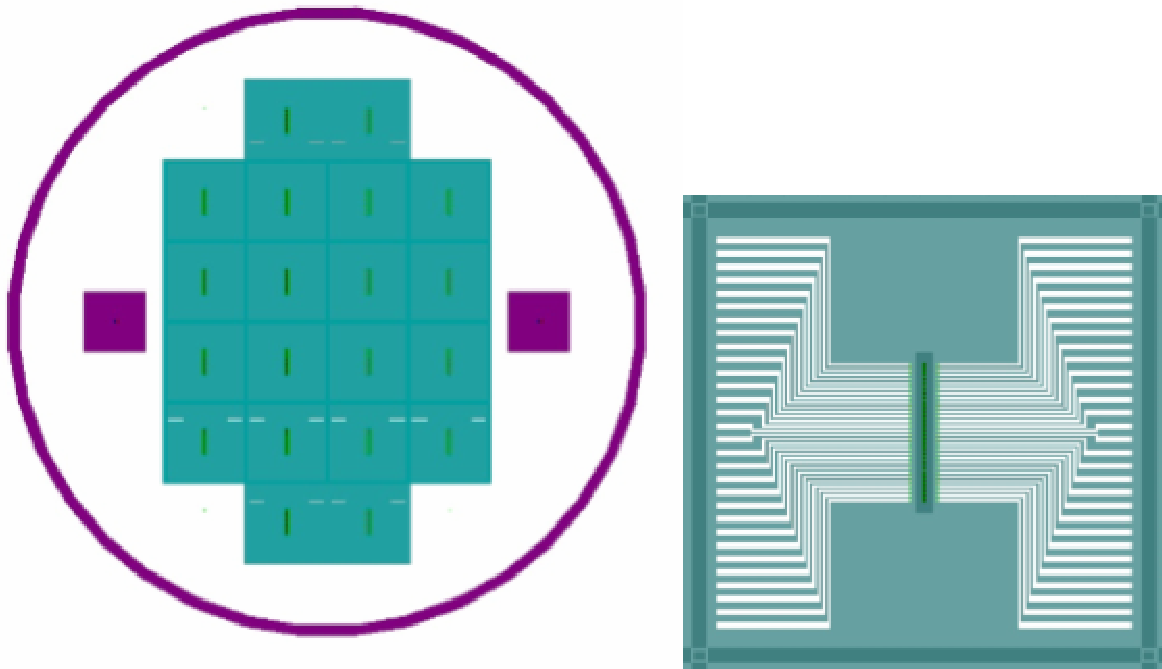


Figure III.11 : Vue globale de l'ensemble du jeu de masque et du motif élémentaire.

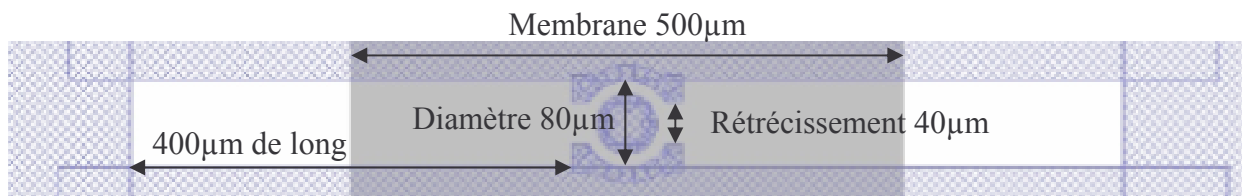


Figure III.12 : Nouveau design de la résistance chauffante : (Longueur totale  $900\mu\text{m}$ , largeur  $80\mu\text{m}$ , épaisseur de l'anneau  $10\mu\text{m}$ ).

*Remarque :* La présence d'un chemin de découpe tout au tour des puces permet de faire une séparation facile des éléments (photo en annexe). Cette technique permet, au niveau du masque utilisé lors de l'ouverture de la membrane, de se passer de la phase de découpe et de sauvegarder aux mieux les membranes qui sont extrêmement fragiles.

La description précise des étapes de réalisation technologique sont décrite en détails dans l'annexe n°1 avec une vue 3D et une vue en coupe pour suivre l'évolution des diverses étapes.

La définition de la résistance de polysilicium de forme annulaire est parfaite.

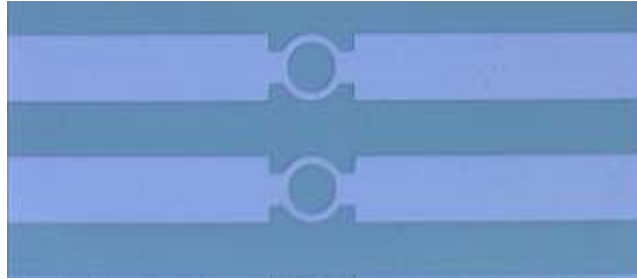


Figure III.13 : Vue au microscope optique du résultat de la gravure du poly silicium.

### III - MISE AU POINT DE LA FILIERE TECHNOLOGIQUE DE REALISATION DES DIODES D'ADRESSAGE DANS LA RESISTANCE CHAUFFANTE EN POLYSILICIUM

Le point clé de l'approche matricielle est certainement de pouvoir adresser individuellement chacun des éjecteurs. Le principe utilisé pour cet adressage matriciel fait appel à des diodes implantées dans le film de polysilicium. Pour calibrer les paramètres de réalisation de ces diodes, les tests ont été effectués sur des micro-éjecteurs « ronds » sous formes vectorielles. De manière globale, la puce ne subit donc pas de modification, seule la résistance chauffante, qui ne change d'ailleurs pas de design, sera affectée par les étapes liées à la réalisation des diodes dans le polysilicium. Cette technologie peut se résumer de manière simpliste par la réalisation d'une alternance de zones implantées qui permet d'avoir des diodes à caractéristique symétrique.

La filière technologique à mettre en œuvre, illustrée sur les figures III.14 à III.18, comprend les étapes suivantes :

- Dopage pleine plaque du polysilicium
- Délimitation de la résistance en polysilicium
- Implantation localisée sur cette même résistance
- Protection des zones d'implantations localisées
- Diffusion de  $\text{POCl}_3$  dans le polysilicium non protégé et activation des zones implantées protégées lors de l'étape précédente.

La suite du procédé technologique reste identique en tous points au procédé décrit plus haut. La description précise des étapes technologiques de ce procédé est présentée dans l'annexe n°2.

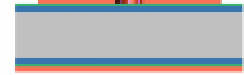
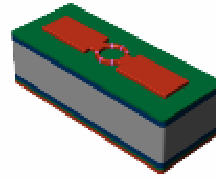
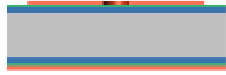
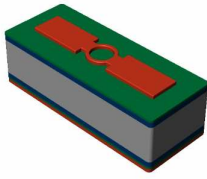


Figure III.14 : Implantation pleine plaque  
Suivi de la gravure du polysilicium

Figure III.15 : Implantation localisée

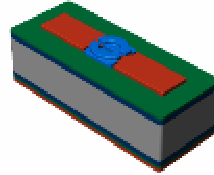
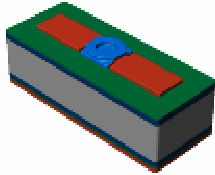


Figure III.16 : Dessin des deux familles de masque de protection de zones implantée

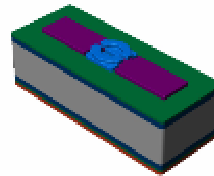
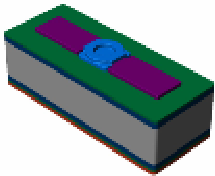


Figure III.17 : Dopage du polysilicium par diffusion et activation des zones implantées

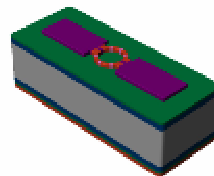
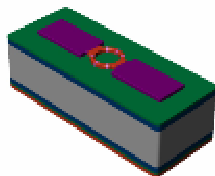


Figure III.18 : Retrait du masque de protection en oxyde

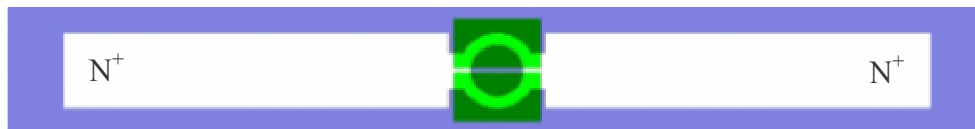
Deux familles de conformation ont été explorées :

La première est définie par rapport au masque de diffusion/activation constitué d'un seul rectangle plein recouvrant la totalité de l'anneau de la résistance. Cela réalise alors une diode plane sur chacun des deux rétrécissements à l'entrée de l'anneau. Une sera passante et l'autre forcément en inverse. Cette configuration amène aussi une augmentation de la résistivité au sein de la zone centrale, ce qui favorise la montée en température.



Figure III.19 : Résistance avec un masque d'activation rectangulaire (90\*108μm)

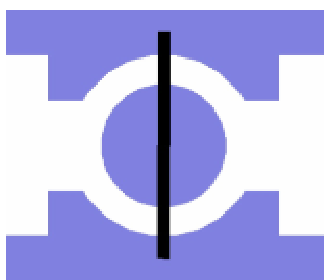
La seconde est définie aussi par rapport au masque de diffusion/activation constitué cette fois ci de deux rectangles qui recouvrent partiellement l'anneau dans l'axe de la résistance. Dans cette topologie, les diodes ainsi réalisées sont dédoublées et forment chacune un plan de chauffe coudé pour chaque bras de l'anneau. De cette manière la chauffe devrait être plus proche du trou d'éjection et en même temps plus localisée sur les bras de l'anneau. La caractéristique de la diode reste inchangée mais la résistance devrait être inférieure à celle de la famille précédente du fait d'une amenée en polysilicium dopé plus importante.



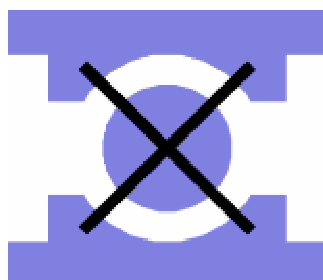
**Figure III.20 : Résistance avec deux masques rectangulaire (90\*51µm) espacés de 6µm**

Le dimensionnement de ces masques est lié aux propriétés de diffusion des dopants dans le polysilicium lors de l'étape thermique de la diffusion/activation. En effet, le dopage par diffusion jusqu'à la saturation du polysilicium, provoque un fort gradient de concentration entre les amenées de courant et l'anneau de chauffage. Cette forte différence de concentration de dopage provoquera une diffusion du dopant sous le masque, du fait du « sur » dopage que nous imposons sur les zones ouvertes. L'étude de ce phénomène montre que suivant le procédé classique de dopage par diffusion utilisé au laboratoire, on a une diffusion sur 5µm de large. Donc cela rapproche la diode du centre de la résistance et permet de focaliser la chauffe.

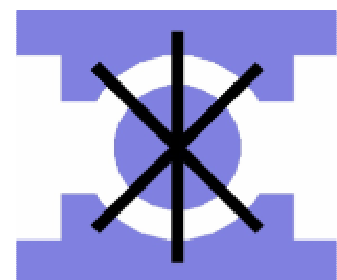
Ces deux familles d'éléments peuvent elles-mêmes être subdivisées en fonction du nombre de zones implantées. La topologie de la subdivision au sein de ces deux familles est la suivante :



**Figure III.21 : Anneau de résistance avec une zone d'implantation localisée (5\*100µm).**



**Figure III.22 : Anneau de résistance avec deux zones d'implantation localisées (5\*100µm) et faisant un angle de 90°.**



**Figure III.23 : Anneau de résistance avec trois zones d'implantation localisées (5\*100µm) et faisant un angle de 45°.**

Dans ce cas, les dimensions mises en œuvre tiennent compte de la diffusion latérale entre deux zones implantées. En effet, cette fois-ci nous avons affaire à une zone

d'implantation localisée qui reçoit une dose plus forte que celle reçue par la totalité de la structure. Du fait de la différence de taille des dopants et de leur concentration, il y aura alors diffusion de la barrette vers l'anneau ou inversement. En moyenne, la distance de diffusion est de  $1\mu\text{m}$ . Dans ce cas extrême, la largeur de barrette effective sera réduite à  $3\mu\text{m}$  et la diode sera quand même préservée.

Cette topologie va permettre de mettre en évidence la qualité de réalisation de ces zones d'implantations localisées et leur influence sur la surchauffe de la résistance. Bien évidemment leur caractérisation montrera aussi leur effet de seuil.

La disposition des diverses zones d'implantation et de diffusion étant fixée, les dopages à mettre en œuvre ont été déterminés en tenant compte de nos critères d'éjection, notamment la plage de puissance dont nous avons besoin. Les couples de dopage à mettre en œuvre sont les suivants :

Implantation pleine plaque :

Lot A :

|                   |                            |
|-------------------|----------------------------|
| Dopant :          | As (N)                     |
| Origine :         | Arsenic                    |
| Refroidissement : | Oui                        |
| Température :     | $-5^{\circ}\text{c}$ .     |
| Dose :            | $6*10^{15}\text{atm/cm}^2$ |
| Energie :         | 50keV.                     |
| Courant limite :  | 180 $\mu\text{A}$          |
| Dopage :          | $6*10^{19}\text{atm/cm}^3$ |
| Masquage          | Non                        |

Lot B :

|                   |                              |
|-------------------|------------------------------|
| Dopant :          | B+ (P)                       |
| Origine :         | BF3                          |
| Refroidissement : | non                          |
| Température :     |                              |
| Dose :            | $3,2*10^{14}\text{atm/cm}^2$ |
| Energie :         | 50keV.                       |
| Courant limite :  | 30 $\mu\text{A}$             |
| Dopage :          | $3,2*10^{19}\text{atm/cm}^3$ |
| Masquage          | Non                          |

Implantation localisée :

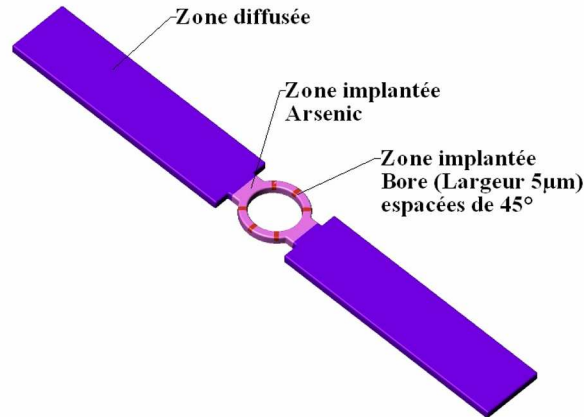
Lot A :

|                   |                            |
|-------------------|----------------------------|
| Dopant :          | B+ (P)                     |
| Origine :         | BF3                        |
| Refroidissement : | Oui                        |
| Température :     | $-6^{\circ}\text{c}$ .     |
| Pression          | 2                          |
| Dose :            | $3*10^{16}\text{atm/cm}^2$ |
| Energie :         | 30keV.                     |
| Courant limite :  | 85 $\mu\text{A}$           |
| Dopage :          | $3*10^{20}\text{atm/cm}^3$ |
| Masquage          | Résine                     |

Lot B :

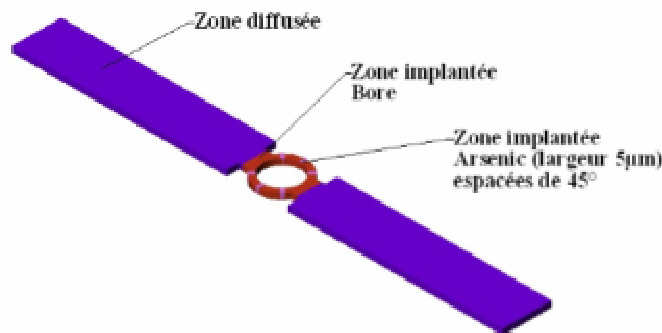
|                   |                            |
|-------------------|----------------------------|
| Dopant :          | As (N)                     |
| Origine :         | AsF3                       |
| Refroidissement : | Oui                        |
| Température :     | $-6^{\circ}\text{c}$       |
| Pression          | 2                          |
| Dose :            | $4*10^{16}\text{atm/cm}^2$ |
| Energie :         | 30keV.                     |
| Courant limite :  | 140 $\mu\text{A}$          |
| Dopage :          | $4*10^{20}\text{atm/cm}^3$ |
| Masquage          | Résine                     |

Ces deux lots nous permettent d'explorer les deux cas de figures autorisés par la technologie. En effet, le lot A, au final, présentera des barrettes  $P^+$  localisées dans une région  $N^+$  bornée par une région  $N^{++}$  comme le montre la figure III.24.



**Figure III.24 : Présentation schématique du lot A**

Alors que le lot B présenté sur la figure III.25, lui, présentera des barrettes  $N^+$  dans un environnement  $P^+$  qui est lui-même bornée par une zone  $N^{++}$ , présentant une diode diffusée/implantée.



**Figure III.25 : Présentation schématique du lot B.**

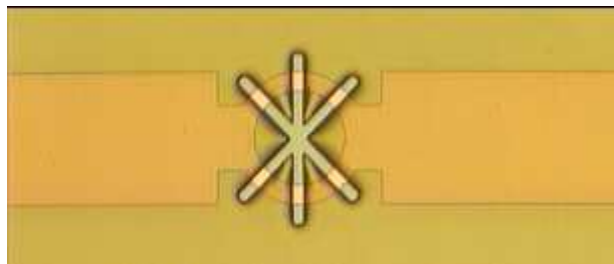
Celle-ci, introduit une difficulté qui est la suivante : le profil des dopages au niveau de la zone diffusée est peu connu. Très peu de caractérisations ont pu être effectuées. De ce fait, la tension de seuil ajoutée par cette diode est difficile à prévoir. A noter que le lot A nous permet de nous affranchir de cette diode et devrait présenter des résultats proches de nos attentes.

Au niveau du procédé technologique, cela implique donc l'ajout de trois nouvelles étapes de réalisation par rapport au procédé sans adressage. Ces étapes interviennent une fois la croissance de la couche de polysilicium de  $1\mu\text{m}$  d'épaisseur effectuée.



Une première implantation est réalisée pleine plaque. Ensuite, comme à l'accoutumée, les résistances de chauffe sont délimitées en utilisant la gravure ionique réactive. Cette première implantation permet d'atteindre des dopages de l'ordre de  $10^{19}$  atm/cm<sup>3</sup> elle constitue la partie résistive de l'élément chauffant.

S'en suit la seconde implantation qui demande cette fois-ci une localisation des zones d'implantations et va permettre de réaliser les diodes d'adressage présentes dans les zones de chauffe. Pour ce faire, un masquage à l'aide d'une résine AZ1529 est effectué. (Dépôt, Photolithographie et révélation). Le fait de travailler en présence d'une résine demande à l'opérateur de refroidir la plaque, lors de l'implantation, pour ne pas dégrader et faire fluer la résine et ainsi garder une localisation des zones à implanter la plus précise possible.

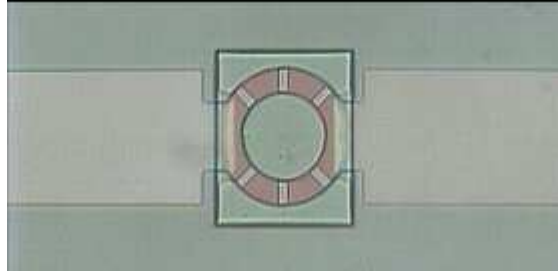


**Figure III.26 : Photo au microscope optique du masque de résine AZ1529 pour la localisation de l'implantation**

Par contre le délaquage de cette résine de délimitation est difficile car elle reçoit au même titre que le polysilicium les ions bombardés. La surface devient vitreuse ce qui diminue considérablement l'effet du solvant, il faut un certain temps pour commencer à l'altérer. Seul un passage assez prolongé au plasma O<sub>2</sub> permet d'attaquer cette couche de résine.

La dernière étape est une étape de dopage par diffusion de POCl<sub>3</sub>. Elle permet de réaliser deux nouvelles diodes en entrée/sortie de la résistance chauffante et en plus de donner aux amenées en polysilicium une faible résistivité. L'intérêt supplémentaire de cette étape est de s'en servir également d'étape thermique d'activation des zones implantées. Mais celles-ci doivent être protégées de sorte qu'elles ne voient pas la diffusion. Il nous faut réaliser alors un nouveau masquage. Ne pouvant utiliser une résine comme lors de l'implantation du fait des fortes élévations de température nécessaires à la diffusion, la réalisation de ce masque de protection diffusion/activation se fait par un dépôt PECVD d'oxyde de 0,75µm d'épaisseur. Ce dépôt pleine plaque est ensuite gravé chimiquement pour ne laisser qu'un cache suivant les figures III.19 et III.20 au dessus des anneaux de chauffe.

Masque de protection diffusion/activation :

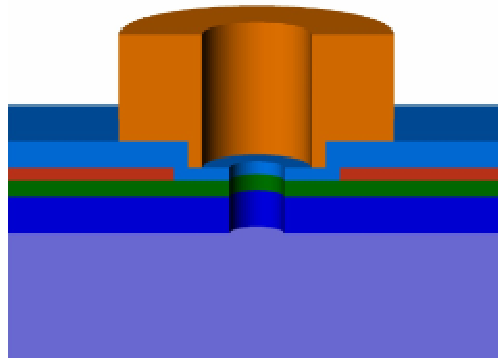


**Figure III.27 : Photo au microscope optique du masque d'oxyde PECVD pour l'étape de diffusion/activation**

Les zones non protégées atteignent ainsi des dopages proches de  $10^{21}$ atm/cm<sup>3</sup>.

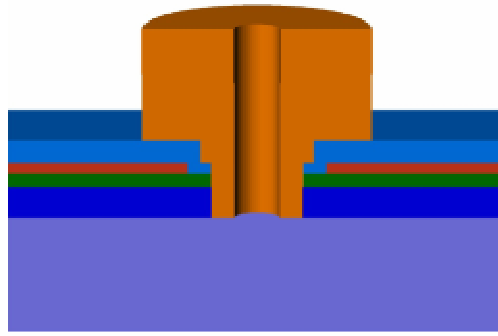
#### **IV - PROCEDE DE REALISATION DES BUSES**

La technologie de réalisation de la buse d'éjection, mise au point pour la première génération d'éjecteurs consistait à former un « anneau » de Su8 autour du trou d'éjection. Afin d'éviter tout problème lié à un défaut d'alignement de la buse par rapport au trou d'éjection, le diamètre intérieur de la buse avait été choisi supérieur au diamètre du trou d'éjection. Le canal d'éjection présentant donc une « marche » brusque comme le montre la figure III.28. Cette rupture brusque pouvant être la cause d'instabilité fluïdique, il convient de trouver une solution technologique mettant à profit les propriétés planarisantes de la Su8 pour permettre d'obtenir un profil de canal parfaitement droit et uniforme.



**Figure III.28 : Vue en coupe schématique de la buse d'éjection de première génération**

L'idée est donc de faire un trou dans la membrane qui est plus grand que le trou d'éjection mais qui reste inférieur au diamètre interne de la résistance chauffante. Enfin la buse d'éjection, quant à elle, avec un diamètre interne plus petit que celui réalisé dans la membrane et un diamètre externe bien plus grand que la résistance chauffante, va permettre d'absorber le dénivelé ainsi créé ; de cette manière le canal d'éjection sera entièrement en Su8 et ne présentera pas de discontinuité.



**Figure III.29 : Vue en coupe schématique de la buse d'éjection à canal continu**

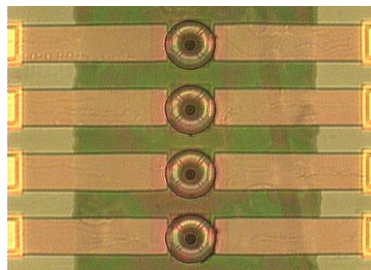
D'un point de vue réalisation technologique, deux nouveaux masques nous sont donc nécessaires : celui comportant les buses et celui qui permet de réaliser les trous d'éjection dans la membrane. Le procédé de dépôt de la résine Su8 est divisé en deux temps. Une première couche de Su8 2005Flex est d'abord déposée pour bien épouser le relief de la résistance et le grand trou dans la membrane. Ensuite une deuxième couche de résine Su8 2075Flex, qui elle est plus visqueuse, permet de réaliser toute la hauteur de la buse en une seule enduction. La difficulté majeure du procédé a résidé dans l'optimisation des étapes d'insolation et de développement des résines. En effet du fait de la forte épaisseur et de la différence de résine au niveau de la base, des problèmes d'ouverture totale de ces buses se sont présentés.

Pour remédier à ceci, il a fallu augmenter le temps de développement et surtout le faire sous vide et sous agitation. Le fait de le faire sous vide nous permet d'être sûr que le révélateur rentre bien dans les buses et l'agitation quant à elle nous garantit un renouvellement de ce même révélateur.

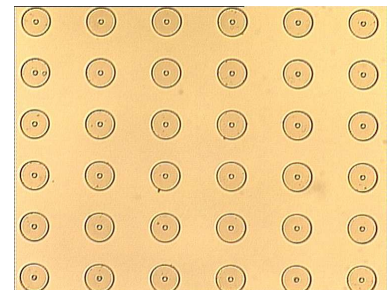
En appliquant cette méthode on obtient des buses bien ouvertes sur toute la hauteur, comme le montre bien les figures III.30 à III.32 où le centre de la buse est bien visible.



**Figure III.30 : Photo au microscope optique du dessous de la buse non ouverte**



**Figure III.31 : Vue au microscope optique des buses non ouvertes**



**Figure III.32 : Vue au microscope des buses bien ouvertes hors motif**

## V – REALISATION DE MATRICES ADRESSABLES

La filière de réalisation des diodes intégrées étant au point, il ne reste plus qu'à la transposer à la réalisation d'une matrice adressable.

En effet la première génération de matrices ne comportait pas d'éléments d'adressages comme le montre la figure III.33. Elle était constituée d'un quadrillage de lignes de polysilicium assurant la connexion des éjecteurs.

Par contre cette réalisation montrait la capacité de la membrane  $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$  à supporter sur une surface importante ( $1,5\text{mm} \times 1,5\text{mm}$ ) une centaine de micro-éjecteurs avec leur buse et leur trou d'éjection.

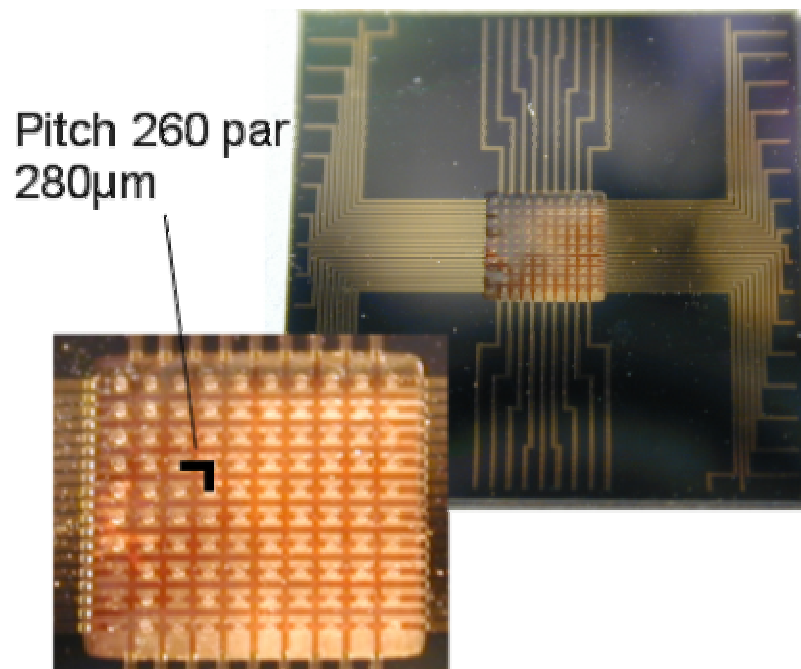


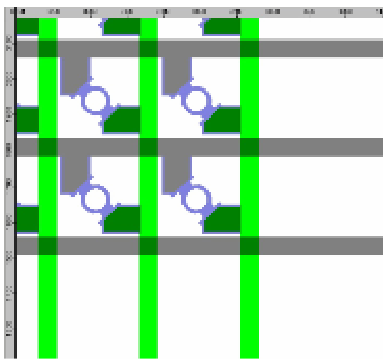
Figure III.33 : Première génération de matrices d'éjecteurs

### V.1 - Les masques

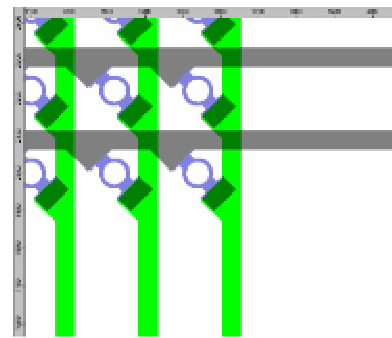
La technologie d'adressage étant souple à mettre en œuvre, vue qu'elle se cantonne à l'anneau de la résistance, de nombreuses possibilités de design s'offrent à nous. Compte tenu de l'expérience acquise sur les phénomènes thermiques grâce à la simulation et aux précédentes réalisations, notre choix s'est arrêté sur la réalisation de quatre matrices différentes qui permettront d'étudier et de valider des points différents.

Dans un souci d'optimisation et de compacité, un remaniement de la forme de la résistance est effectué et la connexion des éjecteurs à l'alimentation électrique se fait par l'intermédiaire de lignes d'or qui viennent au plus près de l'actionneur thermique. Cette

modification implique que deux niveaux de métallisation, séparés par une couche isolante, soient présents sur la membrane. Les résultats des simulations et autres observations montrent que la chaleur se dissipe dans la membrane dans une direction perpendiculaire à la résistance chauffante. Les simulations pour une résistance chauffante purement résistive nous ont montré que cette répartition de chaleur se fait sur un cercle de rayon de  $150\mu\text{m}$ . En gardant à l'esprit le critère de non interaction avec le micro-éjecteur voisin, les résistances sont inclinées à  $45^\circ$  pour laisser libre cette zone d'expansion de chaleur. Deux types de matrices sont donc réalisées, la première où les zones actives sont inclinées à  $45^\circ$  et les plots de raccordements sont mis à la verticale et à l'horizontale pour permettre la connexion des lignes et colonnes, la deuxième, plus compacte où les amenées sont également obliques.

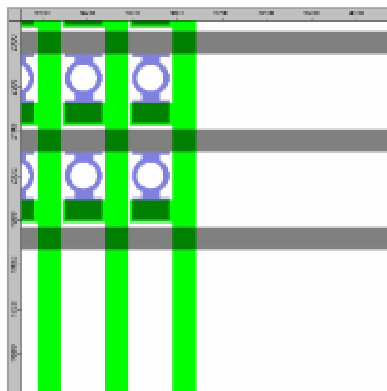


**Figure III.34 : Matrice à amenées verticales et horizontales**



**Figure III.35 : Matrice à amenées à  $45^\circ$**

Une intégration plus dense que celles présentées ci dessus pose le problème de l'influence des lignes d'or sur la zone d'expansion de chaleur. Afin d'étudier ce facteur d'influence un troisième type de matrices est réalisé où les résistances chauffantes sont réduites au minimum et sont positionnées au plus serré.

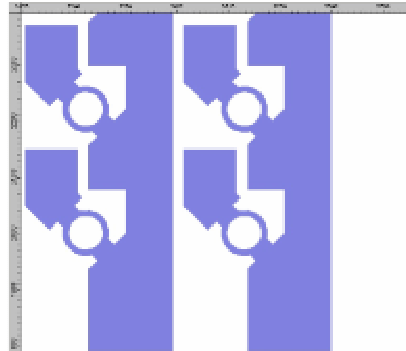


**Figure III.36 : Matrice à résistances verticales et lignes et colonnes compactes**

D'un point de vue technologique, ce type de réalisation est assez lourd en raison de la présence de deux niveaux de métallisation. La mise en œuvre d'un niveau de métallisation demande quatre étapes technologiques chacune. Il faut recouvrir les résistances d'une couche

d'oxyde puis ouvrir cet oxyde pour prendre les contacts sur ces résistances, déposer ensuite le métal et enfin délimiter les connexions. Ce double niveau de métallisation apporte un surcroît d'épaisseur sur la membrane avec son lot de contraintes internes.

Afin de minimiser ces inconvénients, un quatrième type de matrices est réalisé, pour lequel un niveau de métallisation est supprimé et remplacé par une ligne ou une colonne en polysilicium. Le dessin du masque relatif au niveau de délimitation des résistances est modifié comme montré sur la figure III.37 :

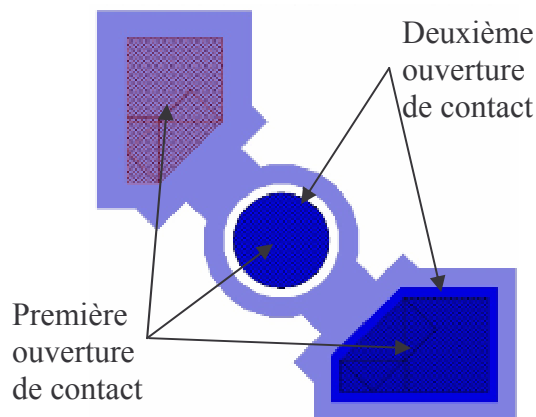


**Figure III.37 : Masque de délimitation des résistances et des colonnes en polysilicium**

Comme il a été dit, les niveaux d'or avec leur lot de couches d'oxyde apportent un surcroît d'épaisseur au niveau de la membrane. Le perçage de la membrane demande alors une plus grande durée de traitement et notamment augmente le temps de gravure humide au buffer HF qui laisse la possibilité d'avoir une importante sur gravure. Afin de s'affranchir de ceci, à chaque ouverture de prise de contact, une ouverture supplémentaire est prévue au niveau du trou d'éjection. De cette façon, arrivée au stade de perçage des trous d'éjection dans la membrane, l'épaisseur à traiter sera la même que celle rencontrée dans les technologies précédentes.

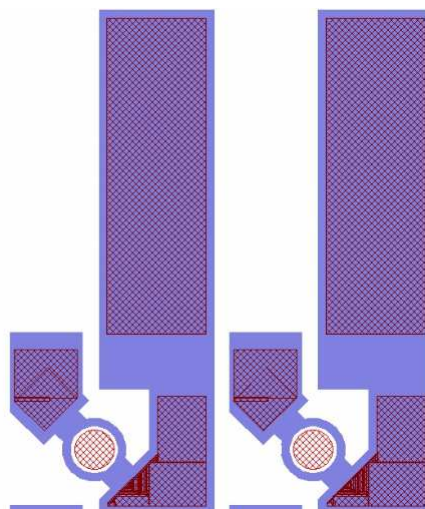
De la même manière, on prend soin de ne pas faire de marche de forte épaisseur au niveau des prises de contact des pistes en or sur les résistances de polysilicium dans les matrices 1, 2 et 3 et en particulier au niveau de la deuxième prise de contact où il y a deux niveaux d'oxyde à descendre soit une épaisseur de  $1\mu\text{m}$ . Pour adoucir cette descente, on réalise une marche intermédiaire. Comme pour le trou d'éjection on procède, lors de l'étape de la première prise de contact relative aux lignes, à une première ouverture à l'emplacement de la deuxième connexion relative aux colonnes. Du fait du caractère symétrique de nos motifs, ces ouvertures auront les mêmes dimensions de façon à avoir la même conduction. Lors de la deuxième prise de contact, cette fois-ci une seule ouverture est réalisée au niveau de la connexion et elle est plus grande que la précédente de manière à réaliser cette marche. De plus l'intérêt de faire cette première ouverture est que, de cette façon, nous nous assurons

du positionnement de cette ouverture par rapport au niveau d'or inférieur pour éviter les courts-circuits.



**Figure III.38 : Exemple de prise de contact : en rouge la première ouverture, en bleu la deuxième ouverture**

Enfin, dans le cadre de la matrice à un seul niveau de métallisation, des plots d'or sont disposés le long des colonnes en polysilicium lors de la réalisation des lignes, pour réduire la résistance de ces connexions. En effet, du fait de la grande différence de résistivité entre ces deux matériaux, cela permettra une meilleure conduction et évitera les montées en température des colonnes de polysilicium.



**Figure III.39 : Ouverture dans l'oxyde pour la prise de contact Or**

Enfin des matrices de tests ainsi que des motifs de tests sont directement incorporés sur le wafer pour nous aider à mieux caractériser les phénomènes électriques. Nous les présenterons dans le chapitre de caractérisation qui suit.

La répartition sur la plaquette de silicium est optimisée pour inclure un maximum de composants mais aussi de matrices test et de motifs de test.



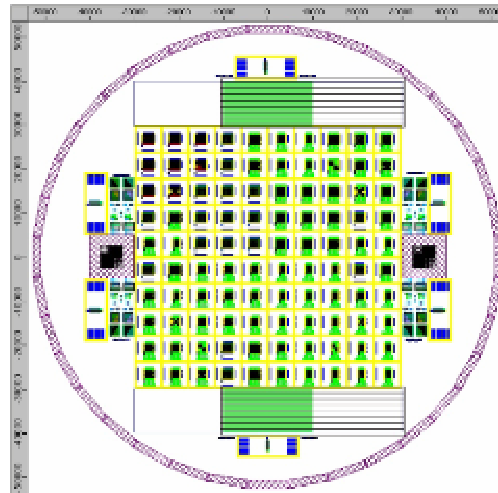


Figure III.40 : Vue globale du positionnement des matrices sur le wafer

Les quatre types de matrices réalisées sont rappelés de façon synthétique sur la figure III.41.

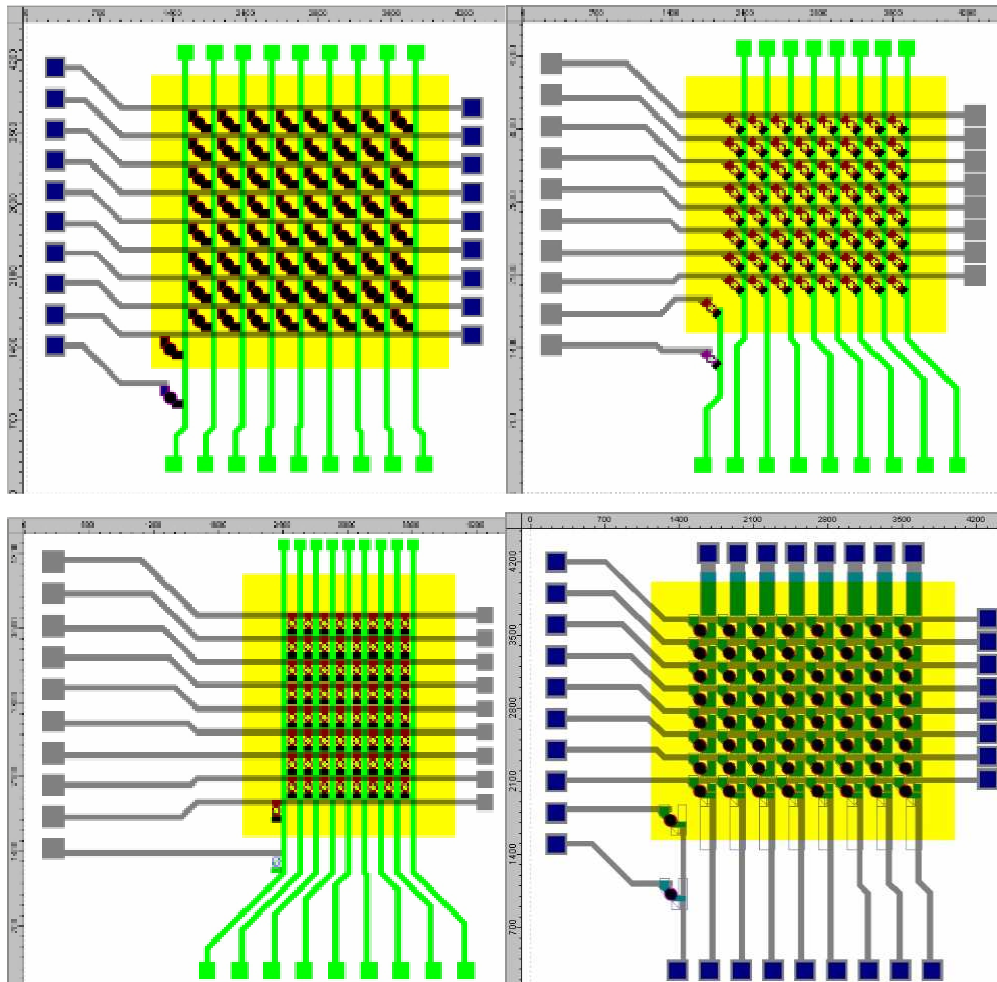


Figure III.41 : Vue synthétique des quatre matrices.



Les différents dopages mis en œuvre par implantation sont regroupés dans le tableau III.1 pour la famille à barrette P et le tableau III.2 pour la famille à barrettes N. Dans ce dernier cas, les résultats de la deuxième implantation s'étant montrés peu concluants, le système d'adressage a été ramené aux seules diodes obtenues par diffusion en entrée et sortie des résistances chauffantes.

|       | Dose N (atm/cm <sup>2</sup> )<br>et Energie (keV) | Dopage N<br>(atm/cm <sup>3</sup> ) | Dose P (atm/cm <sup>2</sup> )<br>et Energie (keV) | Dopage P<br>(atm/cm <sup>3</sup> ) |
|-------|---|------------------------------------|---|------------------------------------|
| Lot A | $3.10^{15} - 50$                                  | $6.10^{19}$                        | $1,5.10^{16} - 50$                                | $2,4.10^{20}$                      |
| Lot B | $5.10^{15} - 50$                                  | $1.10^{20}$                        | $2.10^{16} - 50$                                  | $3.10^{20}$                        |
| Lot C | $7,5.10^{15} - 50$                                | $1,5.10^{20}$                      | $2,5.10^{16} - 50$                                | $3,5.10^{20}$                      |
| Lot D | $1.10^{16} - 50$                                  | $2.10^{20}$                        | $3.10^{16} - 50$                                  | $4.10^{20}$                        |
| Lot E | $1,5.10^{16} - 50$                                | $3.10^{20}$                        | $4.10^{16} - 50$                                  | $5.10^{20}$                        |

Tableau III.1 : Ensembles des dopages utilisés

|       | Dose P (atm/cm <sup>2</sup> )<br>et Energie (keV) | Dopage P<br>(atm/cm <sup>3</sup> ) |
|-------|---|------------------------------------|
| Lot F | $3.10^{15} - 50$                                  | $6.10^{19}$                        |
| Lot G | $5.10^{16} - 50$                                  | $1.10^{20}$                        |
| Lot H | $1.10^{16} - 50\text{keV}$                        | $2.10^{20}$                        |
| Lot I | $1,5.10^{16} - 50\text{keV}$                      | $3.10^{20}$                        |

Tableau III.2 : Ensemble des dopages utilisés

### V.1 – La réalisation technologique

La technologie de réalisation des diodes est identique en tous points au procédé décrit précédemment, seules les étapes relatives aux niveaux d'or sont présentées ici à l'aide des schémas suivant : (La description précise des étapes technologiques de ce procédé est présentée dans l'annexe n°3).

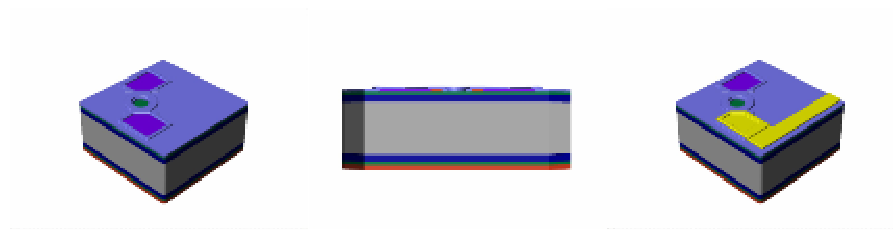


Figure III.42 : Ouverture de contact

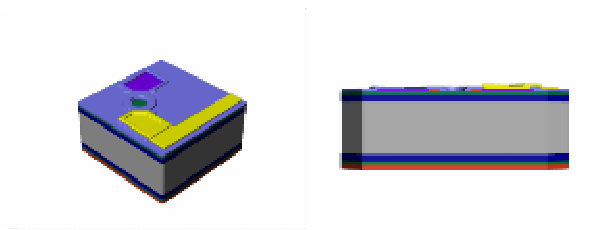


Figure III.43 : Ligne Or

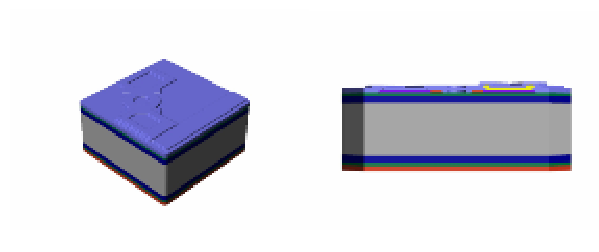


Figure III.44 : Dépôt PECVD SiO<sub>2</sub> (e=0,5µm)

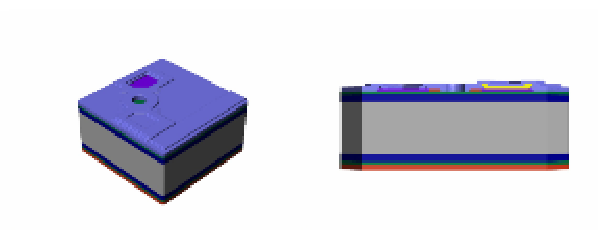


Figure III.45 : Ouverture de contact

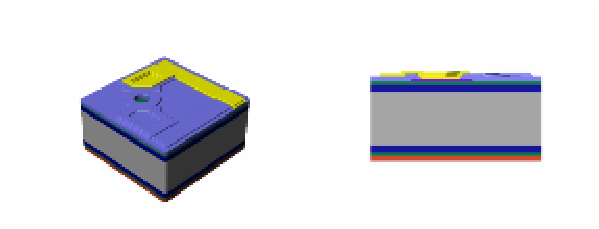


Figure III.46 : Colonne Or

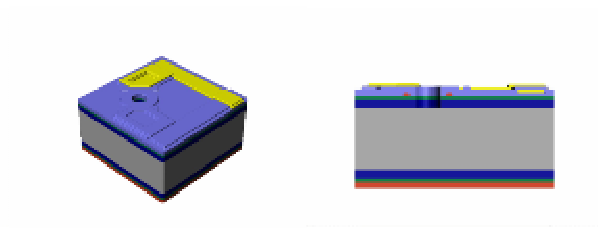


Figure III.47 : Ouverture du trou

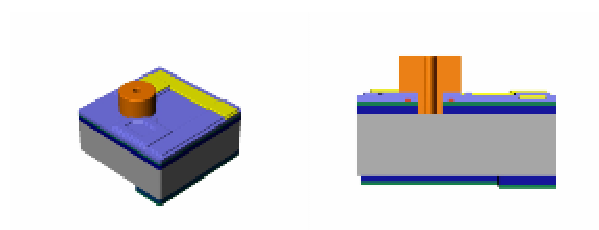


Figure III.48 : Buse Su8

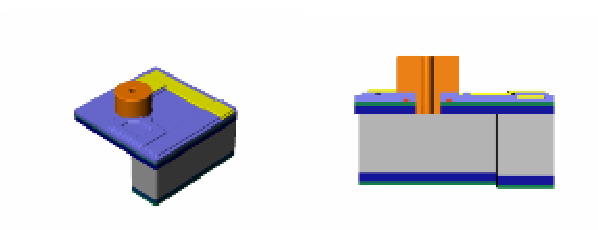


Figure III.49 : Ouverture de la membrane

### V.3 – caractérisation des réalisations technologiques

Malheureusement, les lots ABCDE ont été rendus inexploitable. En effet, lors de l'étape d'implantation, du fait des fortes doses reçues, la résine est devenue impossible à enlever. Par contre les lots FGHI, eux, ont pu être menés au bout de la technologie. Voici donc quelques photos retraçant les étapes de la fabrication :

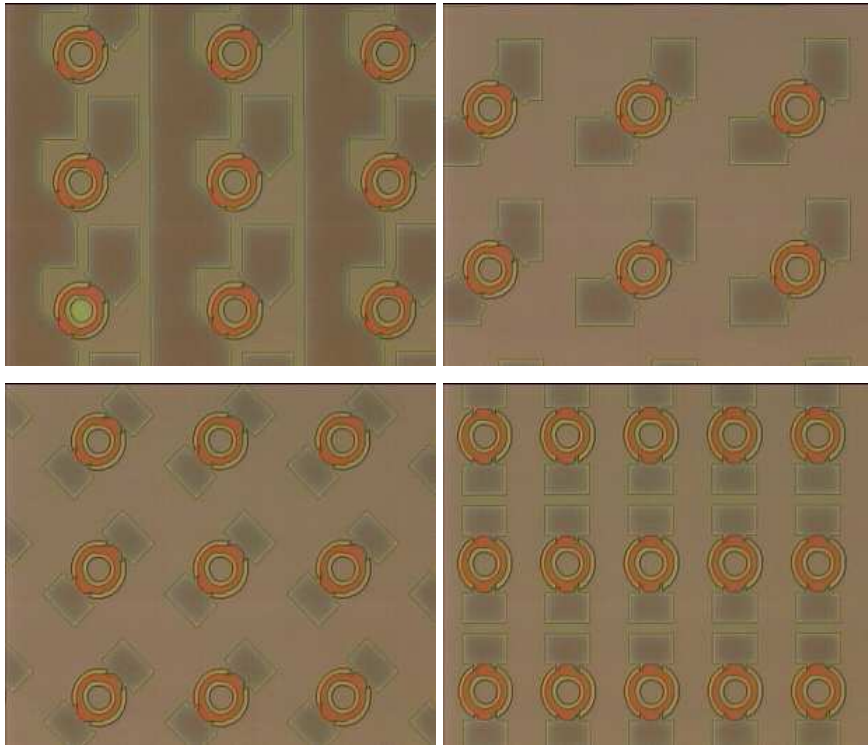


Figure III.50 : Eléments en polysilicium diffusé/activé avec le masque d'oxyde (lot H & I).

On peut voir grâce à la différence de couleur la qualité de la délimitation des résistances et principalement celle des zones à différents types de dopage.

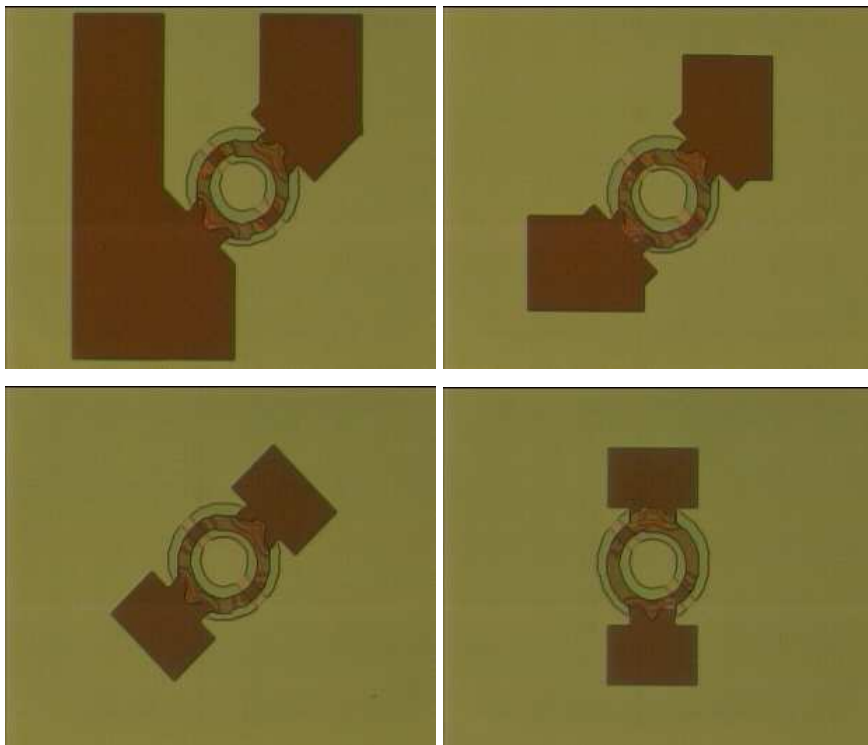


Figure III.51 : Eléments en polysilicium avant diffusion/activation avec le masque d'oxyde (lot F & G)

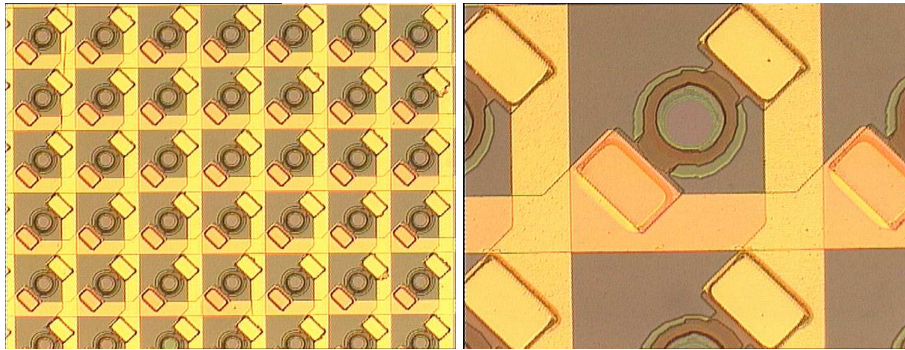


Figure III.52 : Vue des deux niveaux d'or pour la matrice 45°

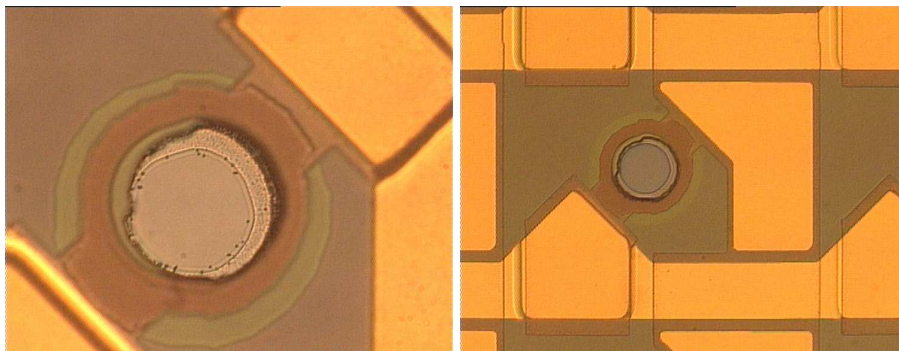


Figure III.53 : Ouverture des trous d'éjection par gravure sèche

Ensuite vient le stade de réalisation des buses en Su8 avec le procédé mis en place dans la partie précédente.

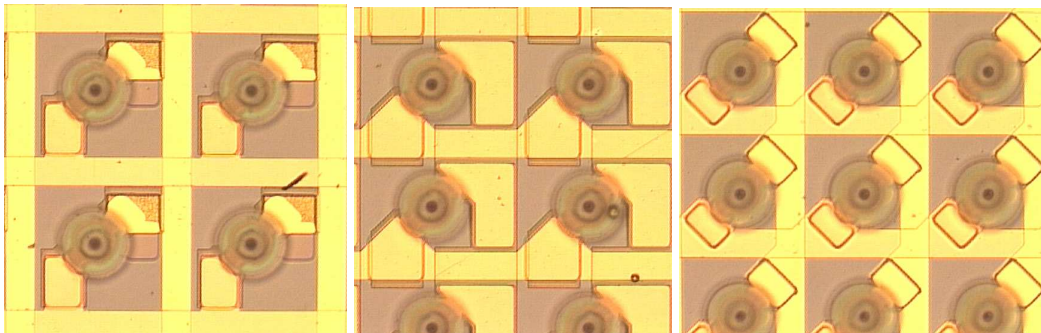


Figure III.54 : vue au microscope des buses sur les matrices.

Et pour finir, on libère les membranes par une gravure par plasma. La figure III.55 donne un aperçu du résultat de cette gravure.

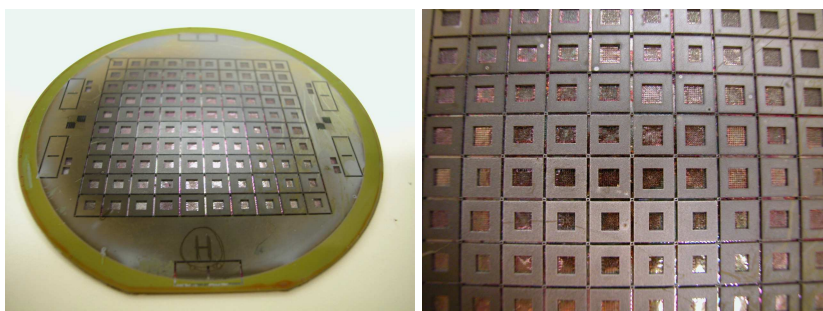


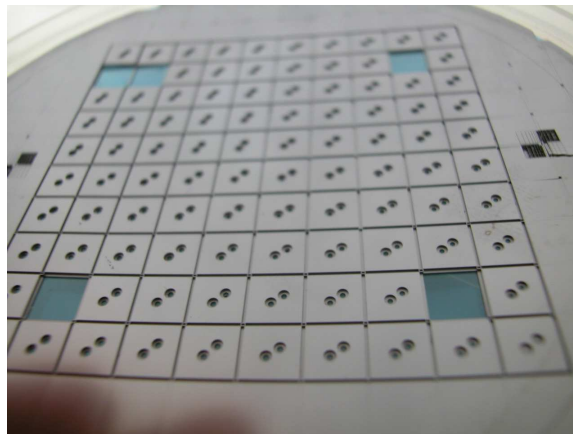
Figure III.55 : Vue du wafer après gravure plasma.

#### V 4 - Montages des matrices

Pour réaliser le montage des puces comportant la matrice sur membrane, une autre pièce de silicium est encore réalisée en salle blanche. Elle a pour rôle de fermer le réservoir. De plus, comme on veut alimenter ce réservoir en flux tendu, il est nécessaire d'avoir une amenée de liquide et un reflux. Donc deux trous sont prévus pour connecter deux tuyaux dont un est relié à l'alimentation en fluide et l'autre est connecté à un trop plein.

Le dessin de cette pièce est en accord avec la dimension des nouvelles puces soit un carré de 5,5mm de côté. La position des trous est déterminée en fonction de la taille et de la position de la membrane.

Cette pièce nécessite deux gravures profondes, une face avant de l'ordre de 200 $\mu$ m et une autre en face pour réaliser le trou débouchant. Elles sont constituées de trou circulaire dont le diamètre est pour la face égal à celui du diamètre externe du tuyau ; quant au diamètre de celui de la face arrière, il correspond au diamètre interne du tuyau. Bien entendu ces trous sont tous deux coaxiaux. Ces capots sont réalisés sur des substrats en silicium (100) comme pour les puces de micro-éjecteur.



**Figure III.56: vue générale des capots après découpe à la scie diamantée**

*Remarque :* le capot est découpé à la dimension de la puce de manière à faciliter l'alignement manuel lors du montage.

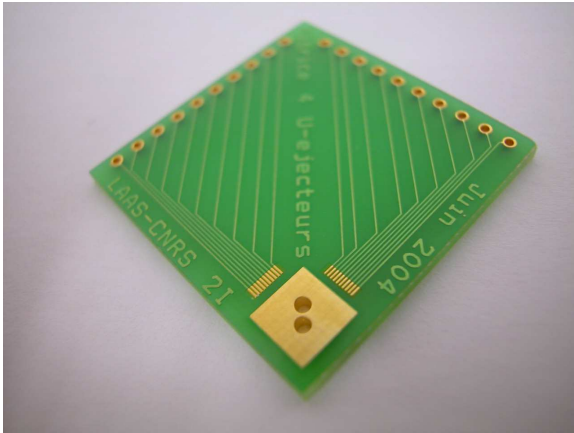
Le détail d'un capot découpé est donné sur la figure ci-contre.



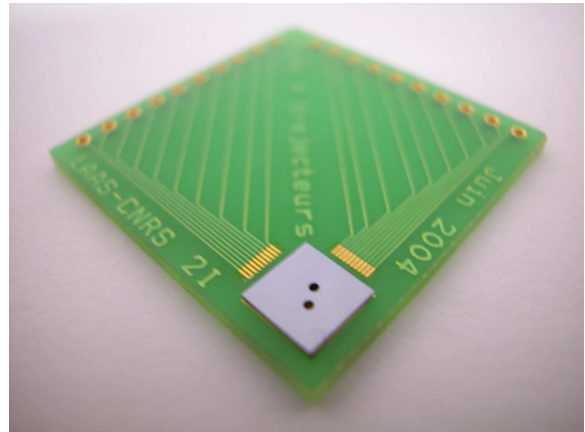
Afin d'une part de pouvoir connecter facilement la puce aux appareils de mesure et d'autre part de pouvoir l'intégrer à un robot de dépôt automatique développé par ailleurs au laboratoire, les puces sont montées sur un support électronique (PCB). La structure du PCB est donnée sur la figure III.57. Les lignes de contact de la puce sont reliées aux pistes du PCB par WEDGE Bonding, c'est-à-dire par micro soudure thermosonique d'un fil, puis les fils sont protégés par une pâte siliconée. Les détails du



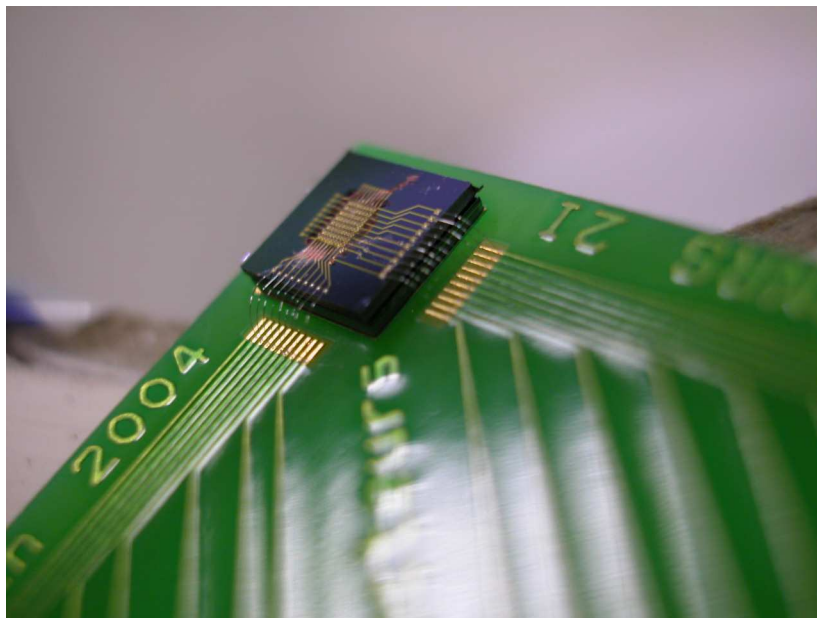
procédé sont donnés dans l'annexe 3. Les figures III.58 à III.60 illustrent les principales étapes de ce procédé de report et montre une puce après assemblage.



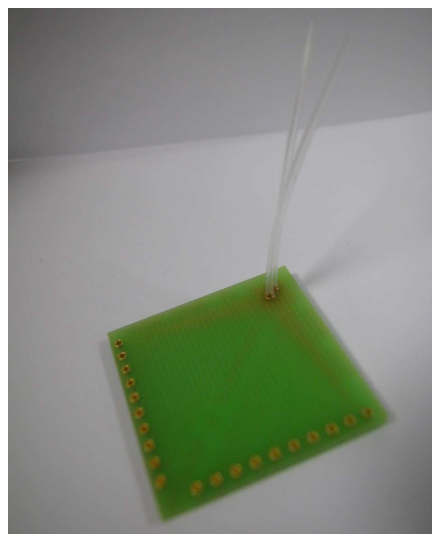
**Figure III.57 : PCB vierge**



**Figure III.58 : PCB avec capot**



**Figure III.59 : PCB avec capot et puce câblée**



**Figure III.60 : PCB avec les tuyaux collés**

## **VI – BILAN DES REALISATIONS**

Au cours de cette mise au point du procédé technologique, de nombreux problèmes ont été rencontrés, notamment au niveau de l'élimination de la résine après l'implantation. En effet, cette étape, qui fut fatidique aux matrices à double implantation, est rendue difficile du fait de la montée en température du wafer et du bombardement ionique qui la rend vitreuse.

La réalisation des masques d'oxyde pour la protection des zones implantées lors de la diffusion reste à optimiser, car malgré le plus grand soin mis à la réalisation de la gravure humide, il semble que l'attaque est plus rapide au niveau de l'interface polysilicium/oxyde, ce qui pénalise la protection.

Enfin, l'étape d'ouverture de membrane est aussi critique, étant donné que la plaque à graver doit être collée sur un autre wafer. En effet les buses sont déjà réalisées et empêchent l'utilisation de la tournette pour faire l'enduction de résine en face arrière. De ce fait le collage peut emprisonner des bulles d'air qui fragilisent les membranes durant la gravure ou durant le décollage des plaques.

Malgré ces difficultés, la technologie a été menée à bien et des matrices adressables, sur membrane, sont disponibles pour être testées.

## **REFERENCE**

- 
- [1] C. Rossi, « Conception et réalisation d'un système de réhydratation pour patch transdermique à partir de micro actionneurs pyrotechniques », thèse Université P. Sabatier, Décembre 1997 et Rapport LAAS N° 97520.

# Chapitre IV

Caractérisation des

Microéjecteurs

Matriciels



**L**e micro éjecteur est un système complexe du point de vue de son fonctionnement car il met en jeu des phénomènes électrothermiques et fluidiques. Les travaux antérieurs effectués par T. Phou ont permis d'en comprendre le principe de fonctionnement. Ils nous ont permis de mieux appréhender le comportement thermique d'un éjecteur par la connaissance de l'élévation de la température en fonction de la puissance électrique appliquée. Enfin, ils nous ont aussi permis de valider la tenue de la structure face aux fortes élévations de température auquel l'éjecteur est soumis. Pour ce qui est du domaine fluide, il a pu montrer la réalité de l'éjection par une observation directe des gouttes formées sur une lame de verre ainsi qu'une évaluation des quantités éjectées et des vitesses d'éjection.

Les divers types de structures que nous avons conçus et réalisés sont des dispositifs dont le fonctionnement se complexifie par le passage du vecteur à la matrice et l'intégration de diodes. Comme on l'a vu dans le chapitre précédent, le travail effectué durant cette thèse a principalement porté sur la mise en place de la technologie de réalisation de matrices de micro éjecteurs adressables individuellement. Le but a été de trouver la meilleure configuration suivant le type de dopage, la valeur de ces dopages et la disposition qui permet d'avoir non seulement l'adressage mais aussi d'atteindre les puissances nécessaires pour l'éjection.

Dans ce chapitre, nous allons présenter les caractérisations électriques et thermiques qui ont été réalisées sur les structures décrites dans le chapitre précédent. En effet de manière quantitative, nous allons expliquer l'évolution de nos recherches pour en arriver à une structure fonctionnelle.

## **I - CARACTERISATIONS ELECTRIQUES DES STRUCTURES EN VECTEURS**

Ces caractérisations sont menées à l'aide d'une station de mesure sous pointe de type « CASCADE » et à l'aide d'un testeur de courant bas niveau « KEITHLEY 4200 ». Ces caractérisations sont faites directement sur wafer et donc avec un réservoir vide.

### **I.1 - Ejecteurs à barrettes de type N**

Ce cas correspond à une implantation pleine plaque de Bore et une implantation localisée d'arsenic.

### I.1.1 - Une barrette implantée et deux diodes diffusées rectilignes

Le vecteur considéré ici a la topologie représentée sur la figure IV.1 :

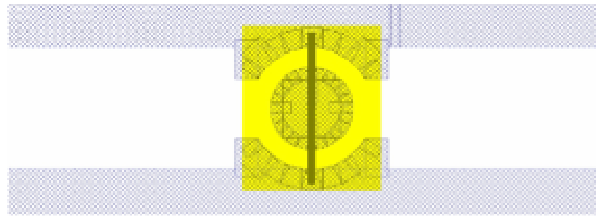


Figure IV.1 : Vue schématique des trois zones de dopage : la barrettes verticale représente la zone d'implantation localisée, le rectangle du milieu représente le masque d'activation diffusion et les bras de part et d'autre sont les zones diffusées  $N^{++}$

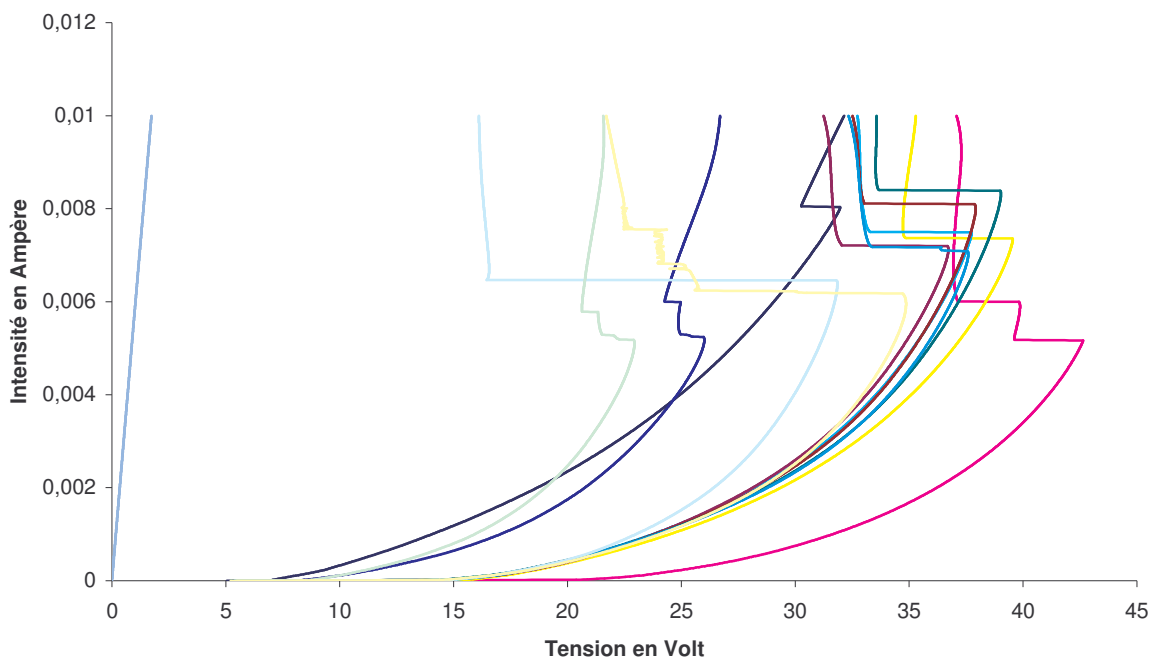
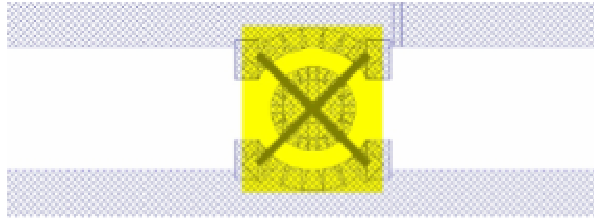


Figure IV.2 : Caractéristiques I (V) des vecteurs comportant une seule barrette N

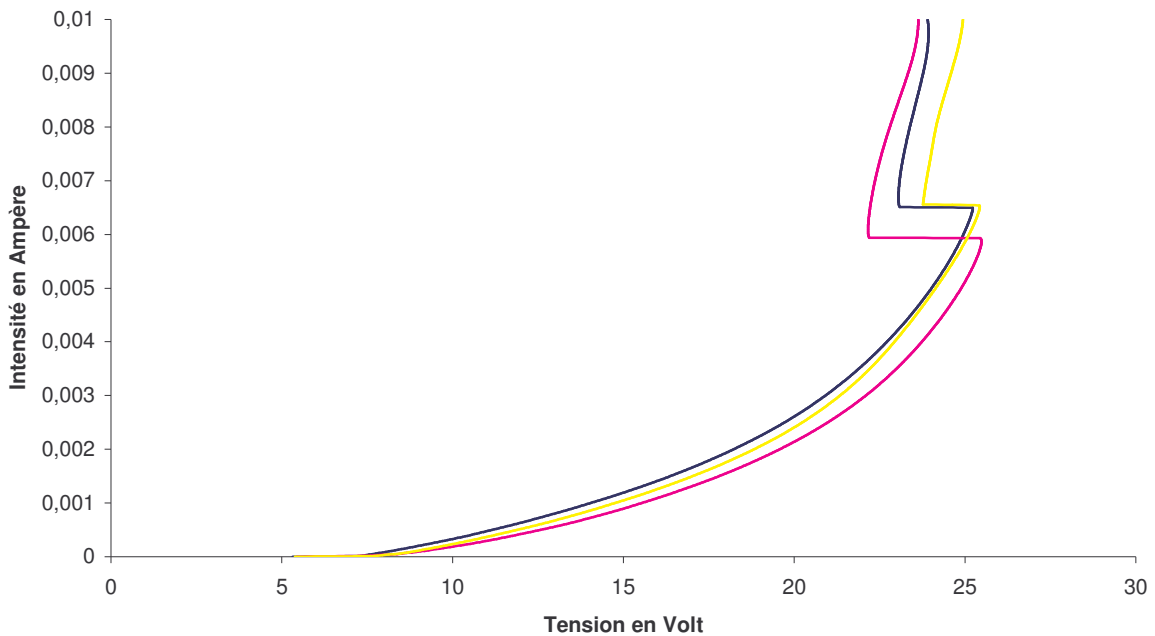
Nous observons ici des courbes non reproductibles sur l'ensemble du lot. Il y a globalement présence du phénomène de diode mais la tension de seuil est très variable (7Volts ; 14Volts et 21Volts) et la pente de ces caractéristiques présente une courbure importante.

### I.1.2 - Deux barrettes implantées et deux diodes diffusées rectilignes

Le vecteur considéré ici a la topologie représentée sur la figure IV.3 :



**Figure IV.3 : Vue schématique des trois zones de dopage : la croix représente la zone d'implantation localisée, le rectangle du milieu représente le masque d'activation diffusion et les bras de part et d'autre sont les zones diffusées N++**

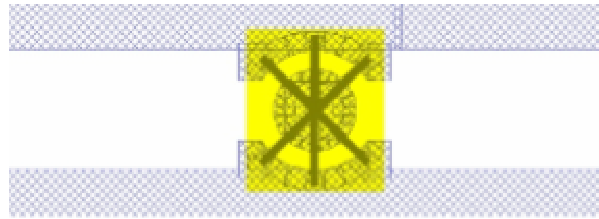


**Figure IV.4 : Caractéristiques I (V) des vecteurs comportant deux barrettes N**

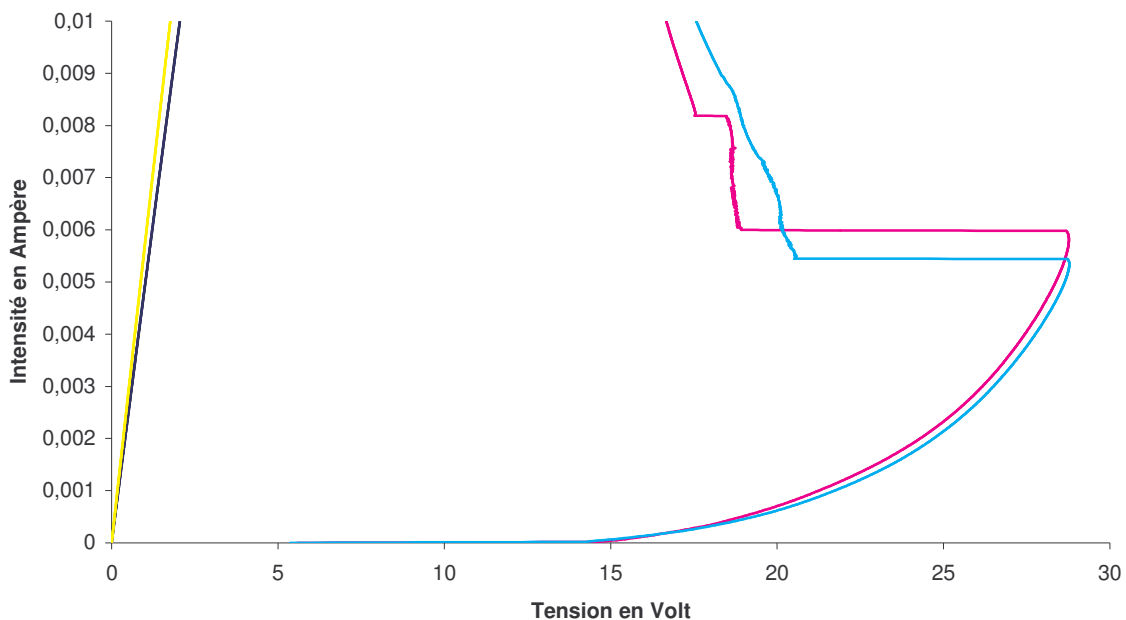
Dans ce cas, nous rencontrons des courbes semblables au cas précédent mais la tension de seuil reste relativement constante aux environs de 7Volts. Les caractéristiques apparaissent toutefois en désaccord théorique avec la présence des barrettes. En effet, nous devrions avoir une tension seuil du double de la famille à une barrette. Bien que la tension de seuil de cette famille soit difficile à déterminer, à la vue des résultats, elle semble ne pas correspondre.

### I.1.3 - Trois barrettes implantées et deux diodes diffusées rectilignes

Le vecteur considéré ici a la topologie représentée sur la figure IV.5 :



**Figure IV.5 : Vue schématique des trois zones de dopage : la croix représente la zone d'implantation localisée, le rectangle du milieu représente le masque d'activation diffusion et les bras de part et d'autre sont les zones diffusées N++**

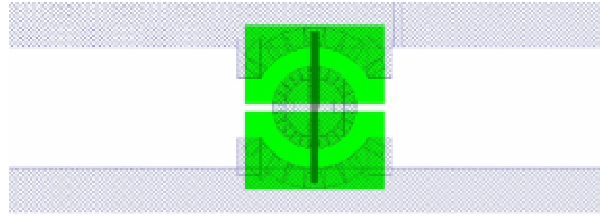


**Figure IV.6 : Caractéristiques I (V) des vecteurs comportant trois barrettes N**

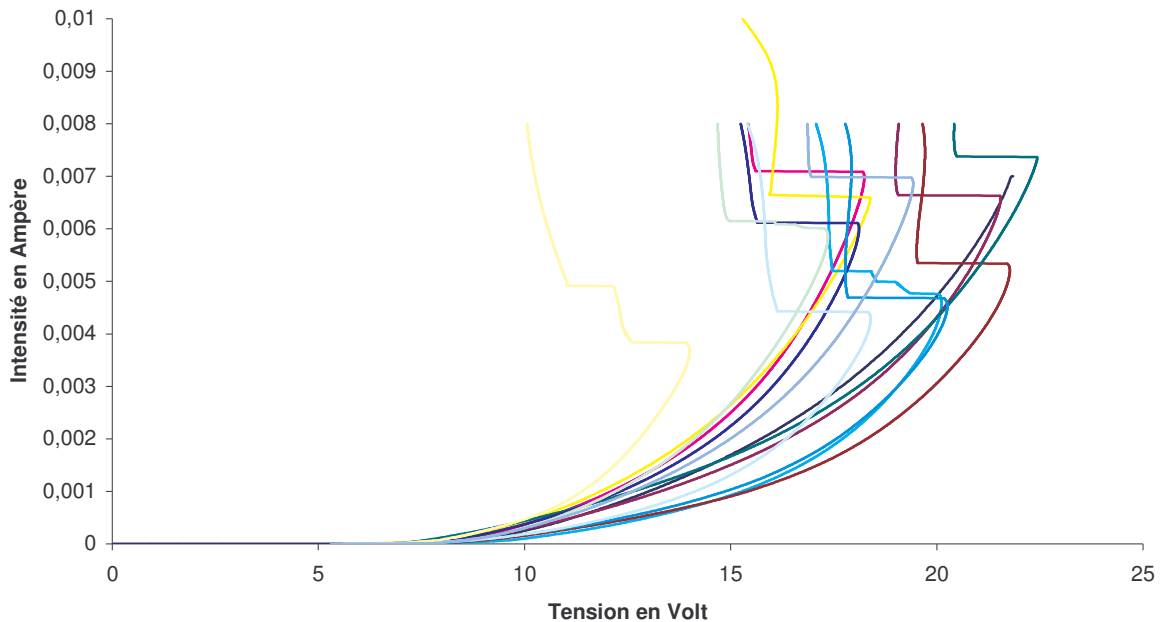
Cette fois-ci sur l'ensemble du lot, deux cas sont rencontrés. Soit le composant est purement résistif, soit il présente une forme de caractéristique similaire aux précédentes avec un déclenchement pour une tension de seuil de 14Volts et une partie résistive présentant une courbure. Encore une fois les résultats ne sont pas en accord avec la théorie, nous devrions nous trouver plutôt aux environs de 21Volts.

### I.1.4 - Une barrette implantée et deux diodes diffusées en forme de T

Le vecteur considéré ici a la topologie représentée sur la figure IV.7 :



**Figure IV.7 : Vue schématique des trois zones de dopage : la barrette verticale représente la zone d'implantation localisée, les rectangles au milieu représentent le masque d'activation diffusion et les bras de part et d'autre sont les zones diffusées N++**

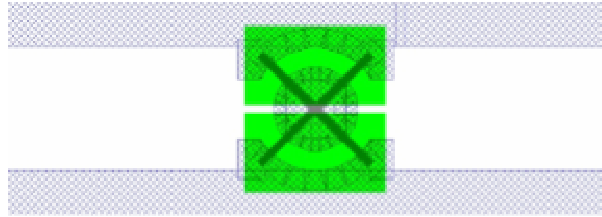


**Figure IV.8 : Caractéristiques I (V) des vecteurs comportant une barrette N**

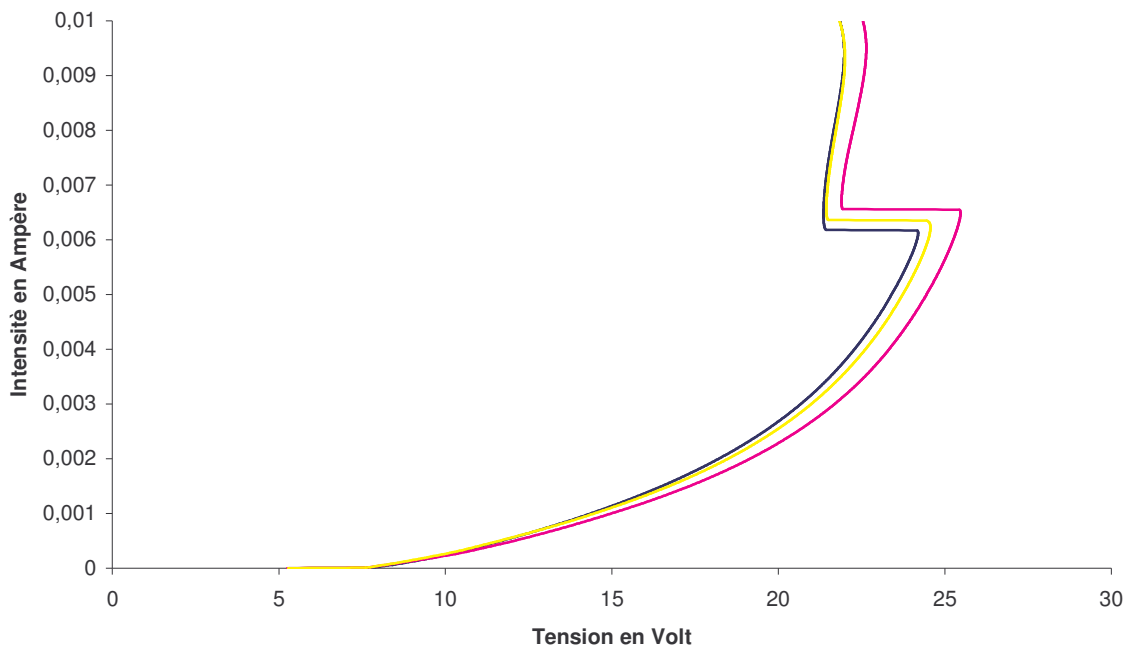
Dans cette configuration, les composants utilisant deux masques de diffusion activation semblent plus homogènes. En effet les caractéristiques offrent un déclenchement pour une tension de seuil comprise entre 7 et 8Volts. La partie résistive des caractéristiques courant/tension présente encore une forte courbure. Mais l'ensemble reste plus régulier en comparaison des composants à un seul masque.

### I.1.5 - Deux barrettes implantées et deux diodes diffusées en forme de T

Le vecteur considéré ici a la topologie représentée sur la figure IV.9 :



**Figure IV.9 :** Vue schématique des trois zones de dopage : la croix représente la zone d'implantation localisée, les rectangles au milieu représentent le masque d'activation diffusion et les bras de part et d'autre sont les zones diffusées N++



**Figure IV.10 :** Caractéristiques I (V) des vecteurs comportant deux barrettes N

Dans ce cas de figure, on retrouve les caractéristiques rencontrées lors de la caractérisation de la structure à deux barrettes et un seul masque. Mais la tension de seuil reste identique par rapport au cas précédent alors que nous devrions avoir le double de celle-ci.

### I.1.6 - Trois barrettes implantées et deux diodes diffusées en forme de T

Le vecteur considéré ici a la topologie représentée sur la figure IV.11 :

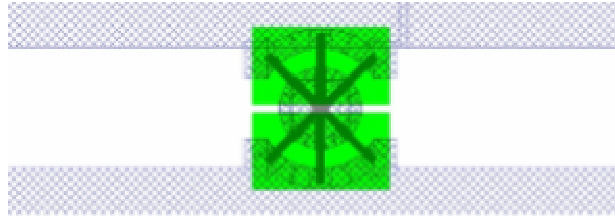


Figure IV.11 : Vue schématique des trois zones de dopage : la croix représente la zone d'implantation localisée, les rectangles au milieu représentent le masque d'activation diffusion et les bras de part et d'autre sont les zones diffusées N++

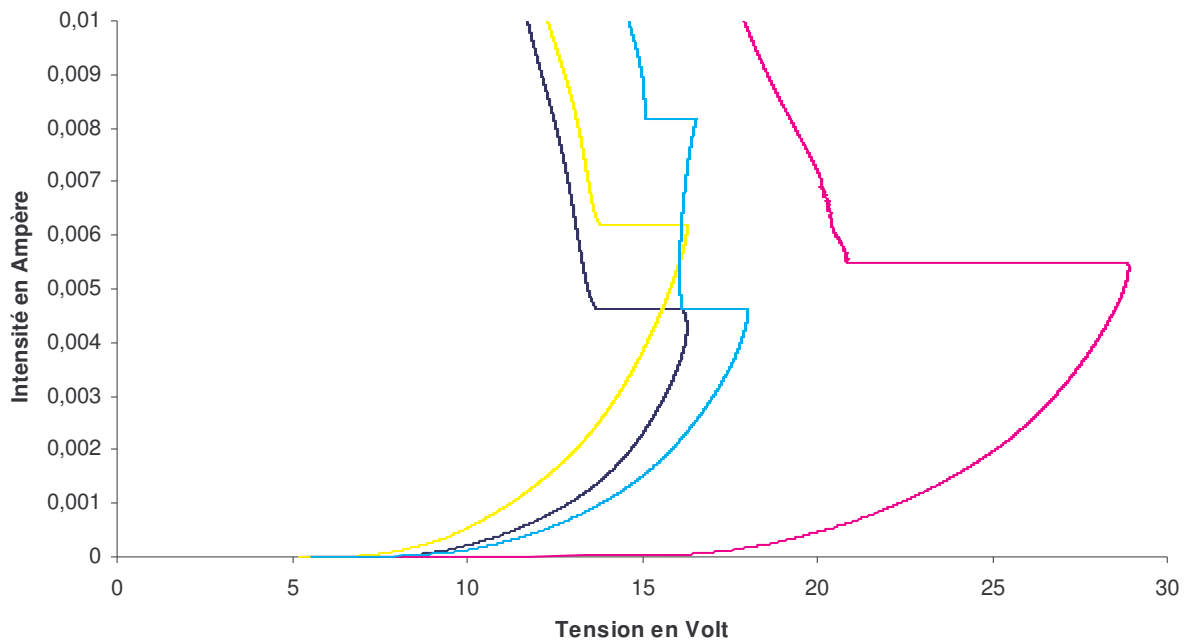


Figure IV.12 : Caractéristiques I (V) des vecteurs comportant trois barrettes N

On retrouve principalement les caractéristiques précédentes avec une tension de seuil avoisinant les 7Volts alors que nous devrions obtenir des tensions de l'ordre de 21Volts.

### I.2 - Ejecteurs à barrettes de type P

Ce cas correspond à une implantation pleine plaque d'arsenic et une implantation localisée de bore. Pour cette configuration de dopage, on obtient quelle que soit la configuration des barrettes les mêmes caractéristiques I (V). La seule conséquence sur les caractéristiques, qui est peu visible, est l'influence apportée par la présence de un ou deux masques de diffusion/activation.

### I.2.1 - Barrettes implantées avec diodes diffusées rectilignes

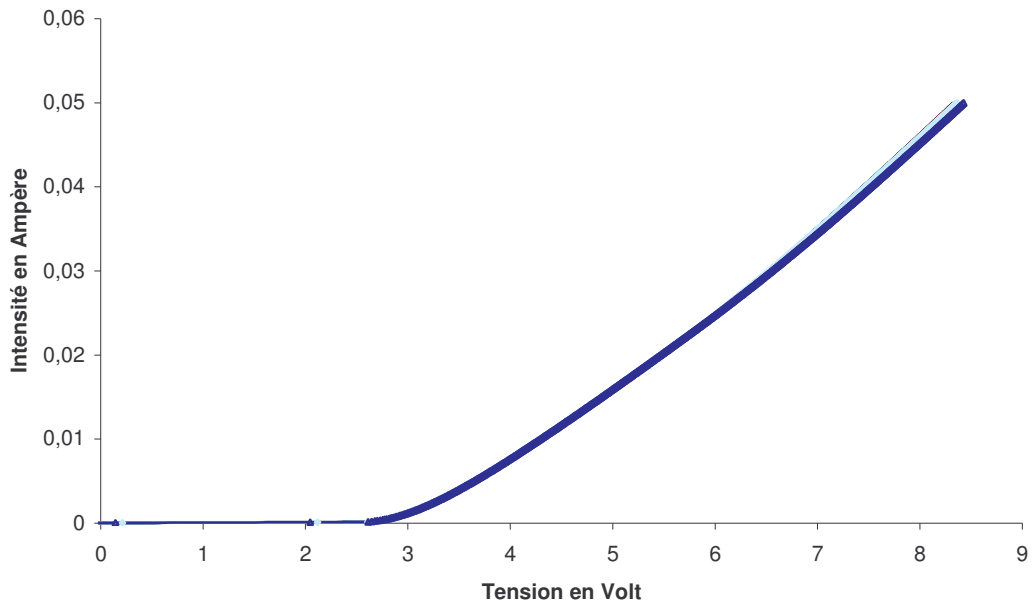


Figure IV.13 : Caractéristique I (V) des vecteurs comportant une, deux ou trois barrettes P

La totalité des éléments du lot, comportant une, deux ou trois barrettes implantées P, présente une caractéristique de diode, avec une tension de seuil de 2,75 Volts et une partie résistive totalement linéaire.

### I.2.2 - Barrettes implantées avec diodes diffusées en forme de T

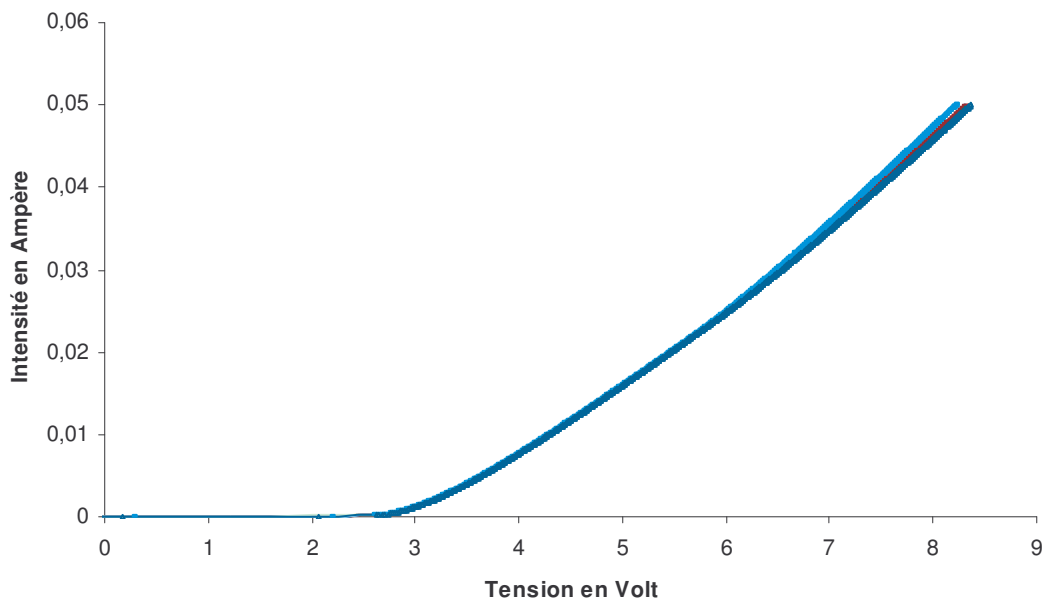


Figure IV.14 : Caractéristiques I (V) des vecteurs comportant une, deux ou trois barrettes P



Ici encore nous retrouvons le même type de courbe mais avec une pente qui est moindre.

### I.3 - Bilan de ces caractérisations

Les réalisations ne répondent pas à nos attentes. En effet, pour la famille de barrettes N les caractéristiques ne sont pas reproductibles pour un même type de structures et présentent une partie résistive courbe. Pour la famille de barrettes P, les réponses électriques sont identiques malgré un nombre de barrettes différents et un masque d'activation/diffusion différent. Cela traduit une instabilité de notre procédé de réalisation. Pour comprendre ces résultats, il est nécessaire de revenir au principe de réalisation des différentes diodes. Les figures IV.15 et IV.16 redonnent ces principes.

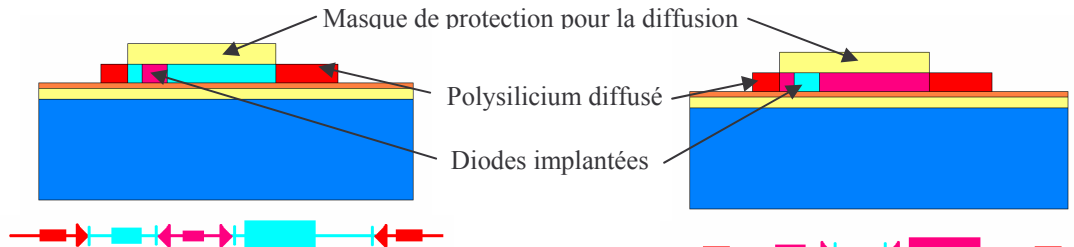


Figure IV.15 : Principe de réalisation de la famille de barrettes N

Figure IV.16 : Principe de réalisation de la famille de barrettes P

On se rend bien compte que la différence se situe au niveau de l'interface de diffusion/activation. En effet, comme le dopage par diffusion est de type  $N^{++}$ , suivant le type de dopage lors de la première implantation, on sera en présence ou pas d'une diode à l'interface de l'implantation/diffusion. Cette diode supplémentaire est générée aux bordures du masque d'oxyde dans le cas d'une implantation pleine plaque de type P suivi de la diffusion de type N. Cette diode semble ne pas être stable et expliquerait ces variations de tension de seuil dans le cas des familles de barrettes N.

Pour expliquer le fait que dans le cas de la famille à barrette P nous n'observons pas l'influence des barrettes, nous émettons l'hypothèse que l'épaisseur de polysilicium est trop importante pour que le profil des zones implantées soit vertical. En effet, même si la famille de barrettes N présente des caractéristiques non répétables, on perçoit l'influence des barrettes. Par contre dans le cas des familles de barrettes P, une seule et même réponse est relevée. Cela laisse à penser que bien qu'il y ait une, deux ou trois barrettes, il n'en résulte qu'une seule zone de dopage de type P. Du fait de la différence de solubilité des deux types de dopant, on peut penser qu'en réduisant l'épaisseur et en augmentant les doses, on devrait pouvoir observer ces phénomènes. C'est ce que nous allons voir dans la partie suivante.

## II - CARACTERISATIONS ELECTRIQUES DES STRUCTURES EN VECTEURS A RESISTANCE EN POLYSILICIUM D'ÉPAISSEUR REDUITE

Afin de régler les problèmes présentés dans le paragraphe précédent, l'épaisseur du polysilicium constituant la résistance chauffante a été ramenée à  $0,5\mu\text{m}$ , contre  $1\mu\text{m}$  à l'origine.

### II.1 - Barrettes de type N

Soit une implantation pleine plaque de bore et une implantation localisée d'arsenic.

Comme on l'a vu précédemment, cette famille présente toujours une diode implantée/diffusée qui est principalement à la base de nos caractéristiques perturbées.

#### II 1.1 - Barrettes implantées et deux diodes diffusées rectilignes

Les cas étudiés sont rappelés sur la figure IV.15 :

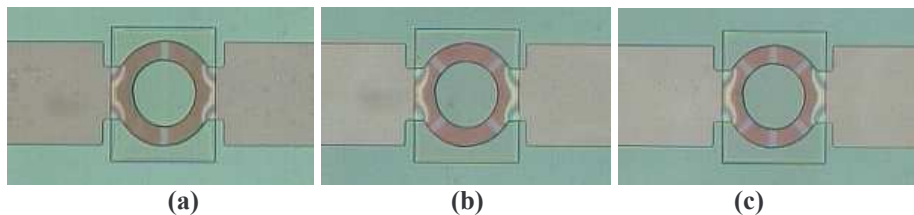


Figure IV.15 : Vue au microscope du résultat après diffusion/activation des vecteurs

On observe sur ces figures un grand rectangle centré sur l'anneau représentant l'oxyde du masque de diffusion/activation. Enfin, les zones claires sous forme de petits rectangles sur l'anneau représentent la localisation de la seconde implantation. En (a), il y a une seule barrette implantée, en (b) il y en a deux et trois pour la figure (c).

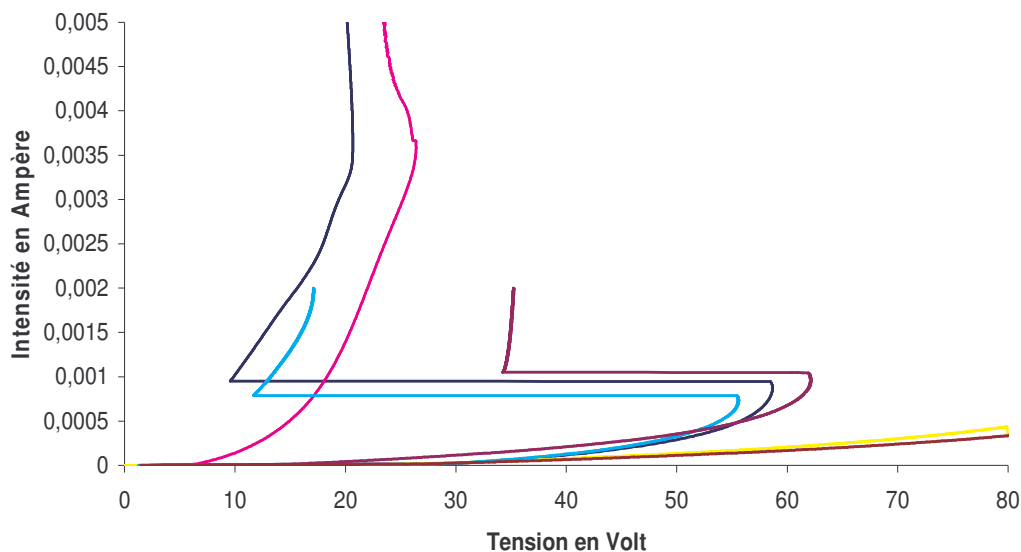


Figure IV.16 : Caractéristique I (V) des vecteurs comportant une, deux et trois barrettes N

Encore une fois nous nous retrouvons avec des caractéristiques qui ne sont pas conformes à nos prévisions et la relation entre nombre de barrettes et tension de seuil est peu visible. De plus, on est toujours en présence d'une partie résistive courbe.

On abandonnera définitivement ce genre de technologie.

### II.1.2 - Barrettes implantées et deux diodes diffusées en forme de T

Les cas étudiés sont rappelés sur la figure IV.17 :

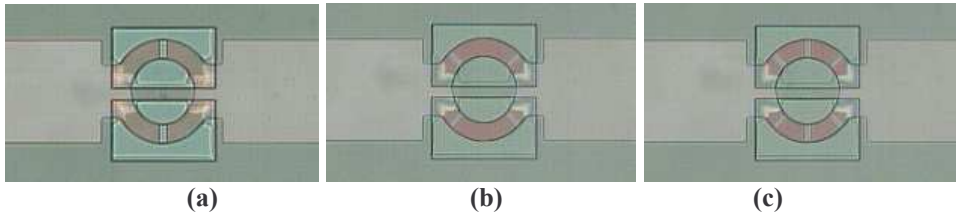


Figure IV.17 : Vue au microscope du résultat après diffusion/activation des vecteurs

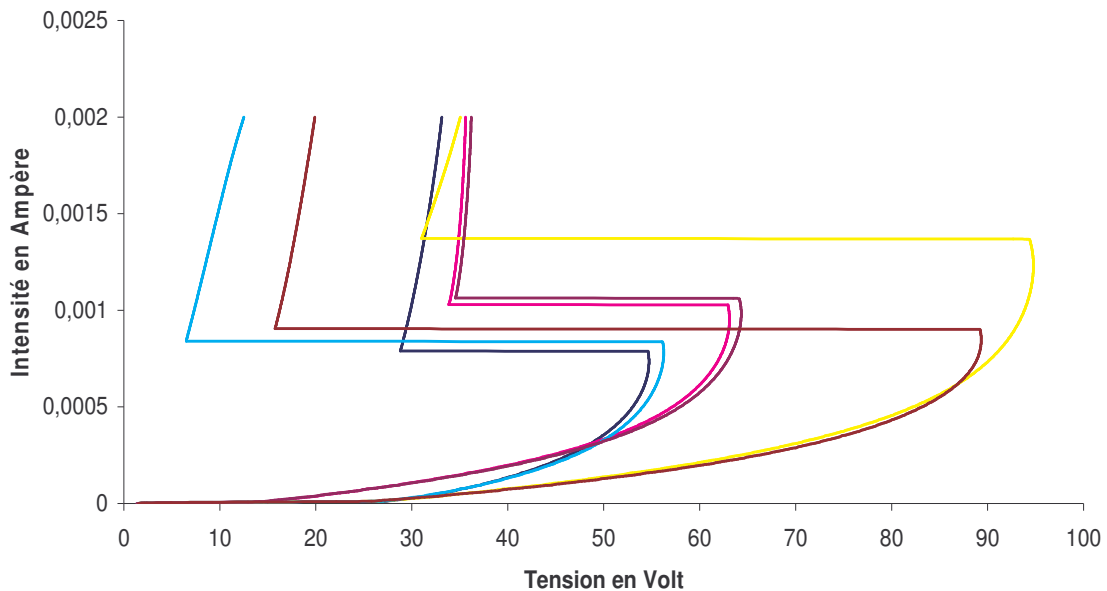


Figure IV.18 : Caractéristique I (V) des vecteurs comportant une, deux et trois barrettes N

La présence des zones diffusées n'apporte ici aucune amélioration et comme précédemment, on abandonnera ce type de technologie.

## II 2 - Barrettes de type P

Soit une implantation pleine plaque d'arsenic et une implantation localisée de bore.

Avec une couche de polysilicium de  $1\mu\text{m}$  d'épaisseur, nous avons obtenu des courbes certes identiques mais ne comportant aucun décrochage. De ce fait, une étude systématique des vecteurs en fonction du nombre de diodes est réalisée, la diminution de l'épaisseur de polysilicium devant permettre d'obtenir des diodes plus franches, mieux marquées. Par contre, par souci de réalisation technologique, le cas comportant deux masques sera étudié plus sommairement du fait de sa faible influence sur la pente de la partie résistive des caractéristiques.

### II.2.1 - Une barrette et deux diodes diffusées rectiligne

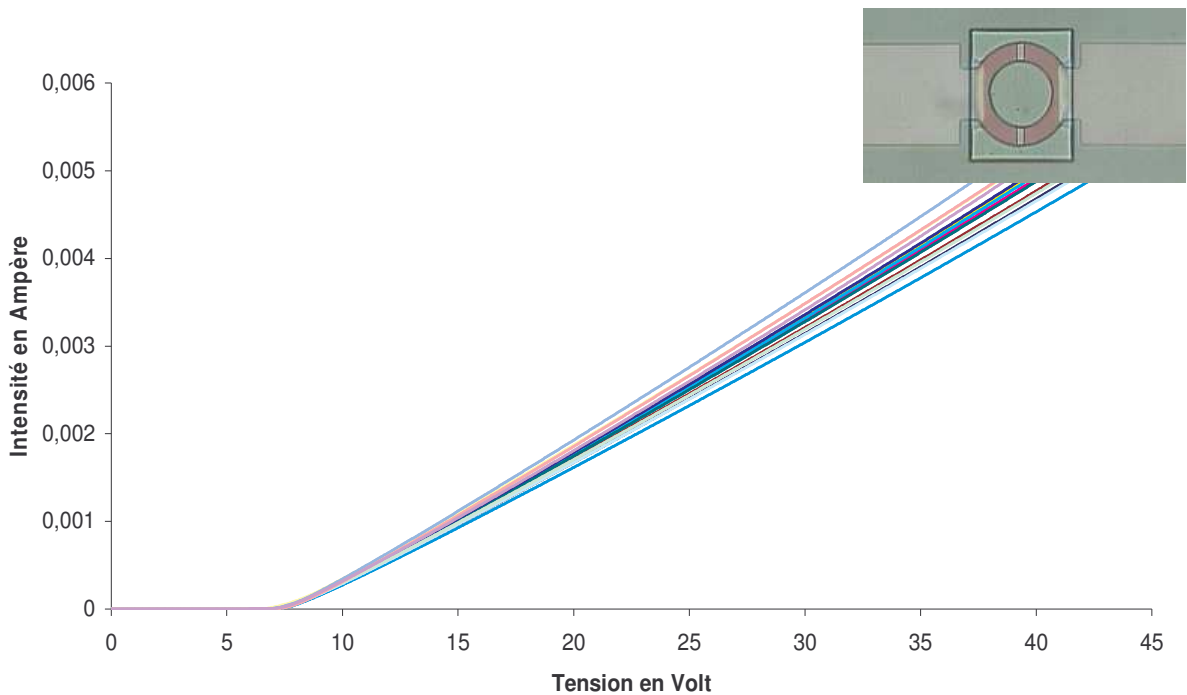


Figure IV.19 : Caractéristique I (V) des vecteurs comportant une barrette P

Cette fois-ci, les caractéristiques sont conformes à nos attentes. En effet, nous observons des caractéristiques de diode parfaites avec une Tension de seuil de 7Volts.

### II.2.2 - Deux barrettes et deux diodes diffusées rectilignes

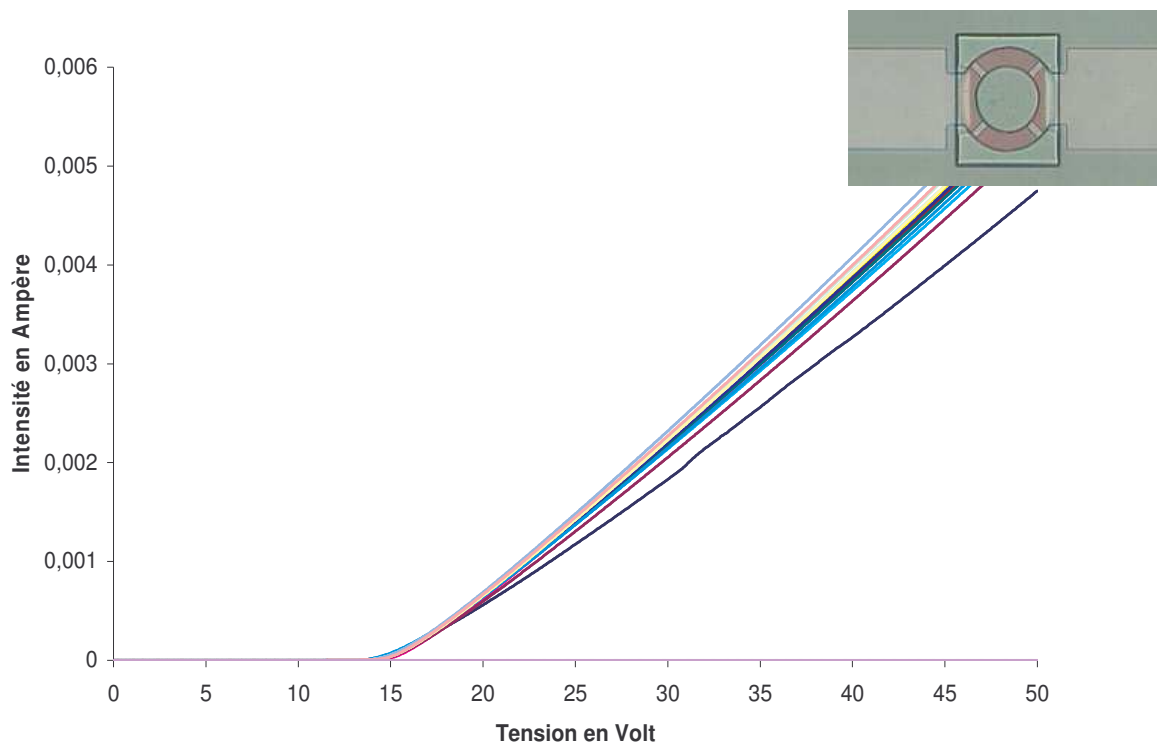


Figure IV.20 : Caractéristique I (V) des vecteurs comportant deux barrettes P

Les caractéristiques sont bonnes, et nous visualisons parfaitement l'influence de la seconde barrette. La tension de seuil est proportionnelle au nombre de barrettes soit 14Volts.

### II.2.3 - Trois barrettes et deux diodes diffusées rectilignes

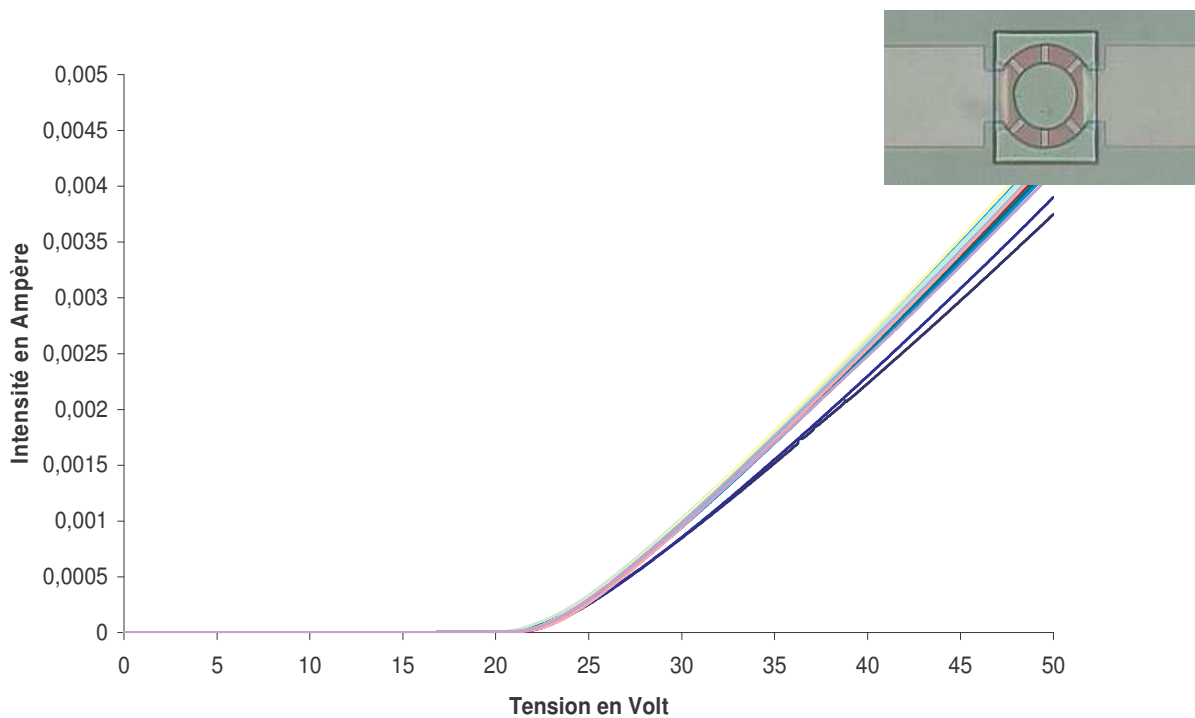


Figure IV.21: Caractéristique I (V) des vecteurs comportant trois barrettes P

Comme précédemment, les caractéristiques de diode sont bonnes avec proportionnalité de la tension de seuil au nombre de barrettes soit 21 Volts.

*Remarque :* On observe une dispersion des courbes qui semble être liée à la réalisation des masques de diffusion activation. Au fur et à mesure que le nombre de diodes augmente dans la structure, il semble que ce phénomène de dispersion disparaisse.

### II.3 - Barrettes et deux diodes diffusées en formes de T

Les cas étudiés sont rappelés sur la figure IV.22 :

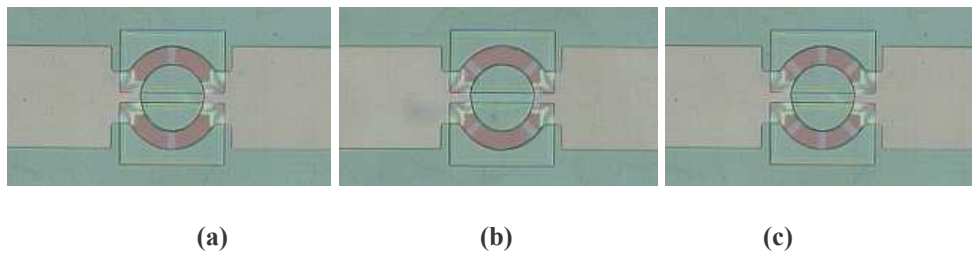


Figure IV.22 : Vue au microscope du résultat après diffusion/activation des vecteurs  
La caractérisation des trois types de structures est reportée sur le même graphique.

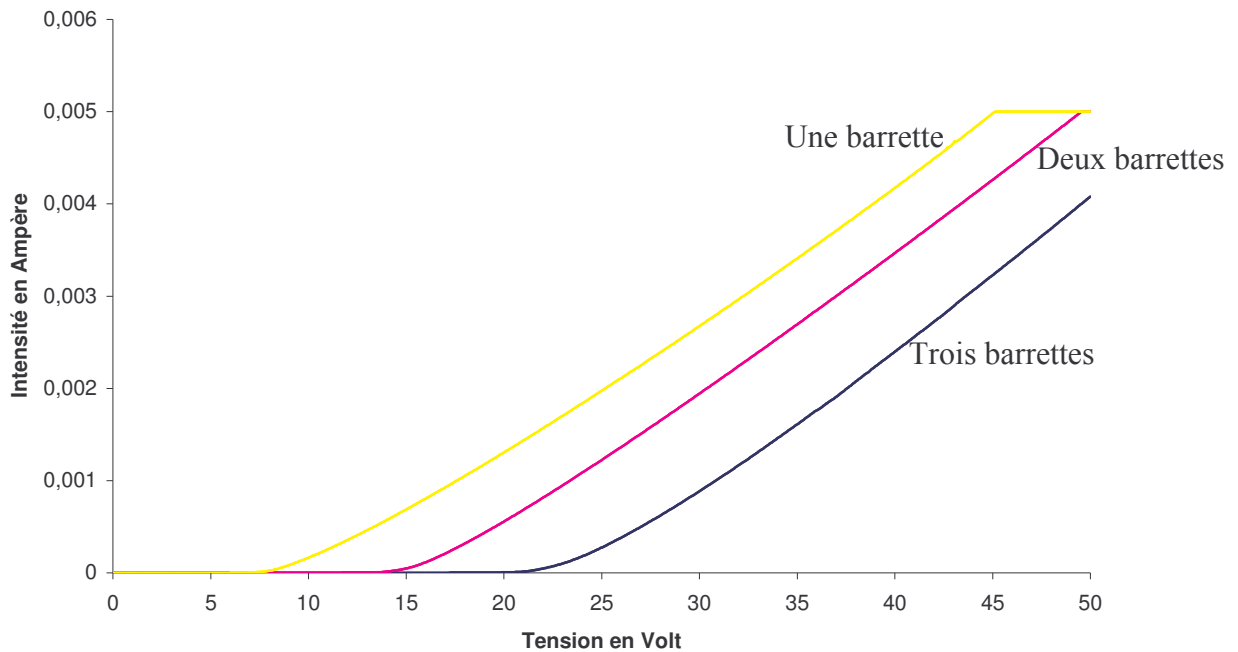


Figure IV.23 : Caractéristique I (V) des vecteurs comportant une, deux et trois barrettes P

La structure utilisant deux masques de diffusion/activation fonctionne bien suivant nos attentes. On observe la proportionnalité de la tension de seuil en fonction du nombre de barrettes et une partie résistive de la caractéristique bien linéaire.

#### **II.4 - Bilan des caractérisations**

Les résultats présentés dans les paragraphes précédents semblent valider nos hypothèses.

Premièrement, la présence de la diode implantée/diffusée avec des diodes implantées localisée semble bien problématique malgré une augmentation du dopage et une diminution de l'épaisseur du polysilicium.

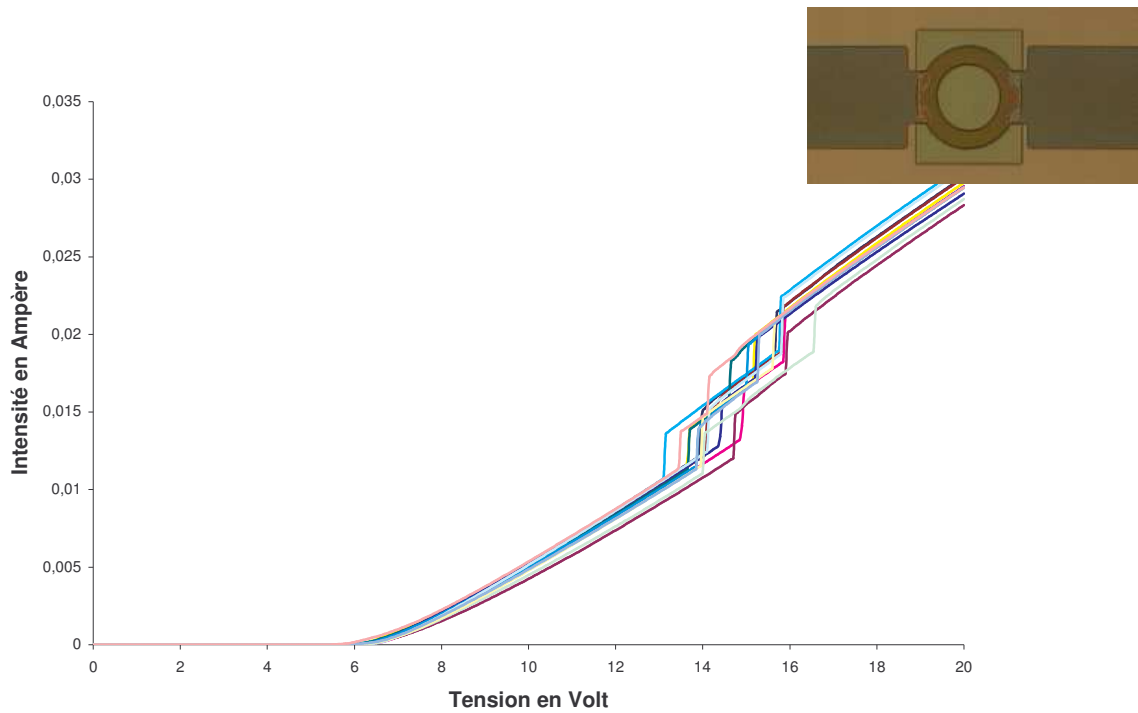
Deuxièmement, les structures présentant des barrettes de types P montre bien l'influence des barrettes du fait de la diminution de l'épaisseur du polysilicium. Enfin, la multiplication du dopage par deux se traduit sur les caractéristiques par une tension de seuil double de celle observée sur les structures précédentes (en comparant les caractérisations de la famille de barrettes P sur polysilicium de  $1\mu\text{m}$  et en considérant qu'il n'y a qu'une seule barrette avec la caractéristique de la même famille mais cette fois ci sur poly silicium de  $0,5\mu\text{m}$  d'épaisseur avec une barrette).

Troisièmement, l'influence de la géométrie du masque d'activation/diffusion est présente mais peu visible, du fait de la faible différence de carrés que ça apporte. Cela se voit pour tous les cas de figure où les caractéristiques sont propres, il y a une variation de la pente de la partie résistive. La partie en polysilicium diffusé est en effet plus grande et diminue de ce fait la résistance globale de notre structure.

#### **II.5 - Structures sans barrettes implantées**

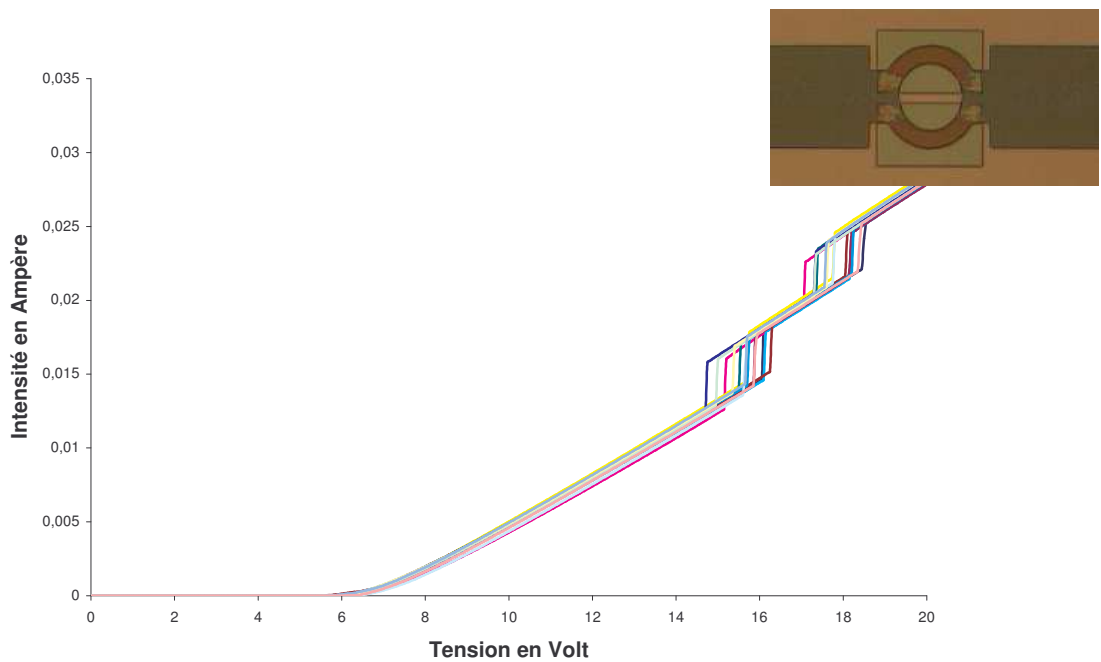
Soit une seule implantation pleine plaque de bore.

Pour mieux connaître l'influence de la diode diffusée/activée, une étude sur une structure ne comportant que ce type de diode est réalisée. Les caractéristiques I (V) obtenues pour les structures à diodes rectilignes et à diodes en forme de T sont reportées sur les courbes des figures IV.24 et IV.25 respectivement.



**Figure IV.24 : Caractéristique I (V) des vecteurs comportant une diode diffusée rectiligne**

Comme le montre ces courbes, les caractéristiques sont assez proches de nos attentes. Elles sont répétitives sur l'ensemble du lot. Toutefois on note la présence d'un saut en courant qui n'apparaît pas à une tension fixe.



**Figure IV.25 : Caractéristique I (V) des vecteurs comportant une diode diffusée en forme de T**

Il est intéressant de remarquer que la disparition des barrettes a permis d'obtenir des caractéristiques de diodes parfaites, notamment par rapport à la partie résistive qui est devenue linéaire. Finalement, cette technologie peut être intéressante du fait qu'elle nécessite deux étapes technologiques en moins, ce qui présente un gain de temps, et la plaquette de



silicium subit moins de traitements thermiques qui peuvent générer des contraintes supplémentaires sur la membrane.

### **III - CARACTERISATIONS ELECTRIQUES DES MATRICES**

Comme vu précédemment, les systèmes à barrettes N sur implantation pleine plaque P et diodes diffusées en entrée/sortie de la résistance chauffantes ne sont pas fonctionnels. De la même manière pour les matrices à barrettes P sur implantation pleine plaque N et diodes diffusées en entrée/sortie de la résistance chauffantes ne sont pas fonctionnels, la deuxième implantation ayant rendu la résine de protection vitreuse, il n'a pas été possible de mener à terme le procédé technologique.

Compte tenu de ces résultats, deux types de matrices sont réalisées et caractérisées. Elles ne comportent qu'une seule implantation pleine plaque et bien évidemment l'étape de diffusion/activation. Enfin le type de dopage mis en jeu est de type P de manière à avoir des diodes de type NPN qui, a priori correspond au meilleur compromis entre technologie et fonctionnalité. La première famille de matrice ne comporte aucune barrette, il n'y a juste que la diode implantée/diffusée délimitée cette fois-ci par un anneau d'oxyde PECVD. La seconde famille correspond à la présence d'une barrette obtenue par diffusion comme les amenées de courant. Les matrices mises en œuvres présentent des formes diverses et variées qui vont influencer la résistance globale de nos éléments. Mais la caractéristique même de la diode reste inchangée.

Enfin une variation sur le dopage est effectuée. Deux types de dopage sont utilisés. Nous verrons ainsi leur influence sur la tension de seuil et la pente de la partie résistive.

#### **III.1 - Matrice implantée/diffusée avec une barrette**

III.1.1 - Matrice 45°

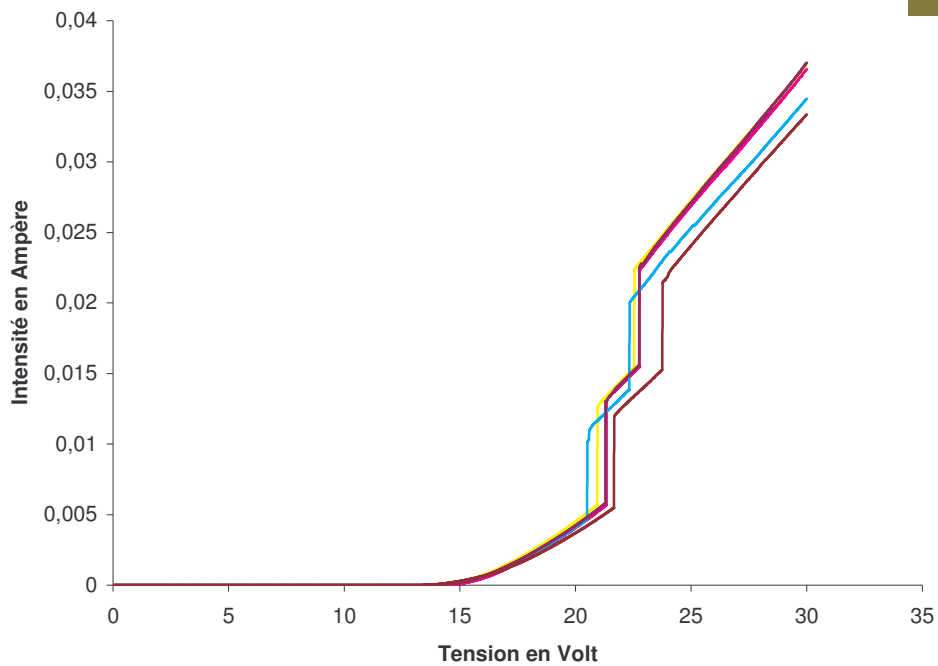
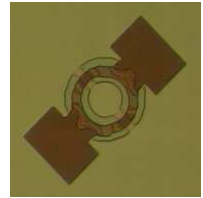


Figure IV.26 : Caractéristique I (V) de matrice 45° implantée avec une dose de  $3.10^{15} \text{atm/cm}^2$

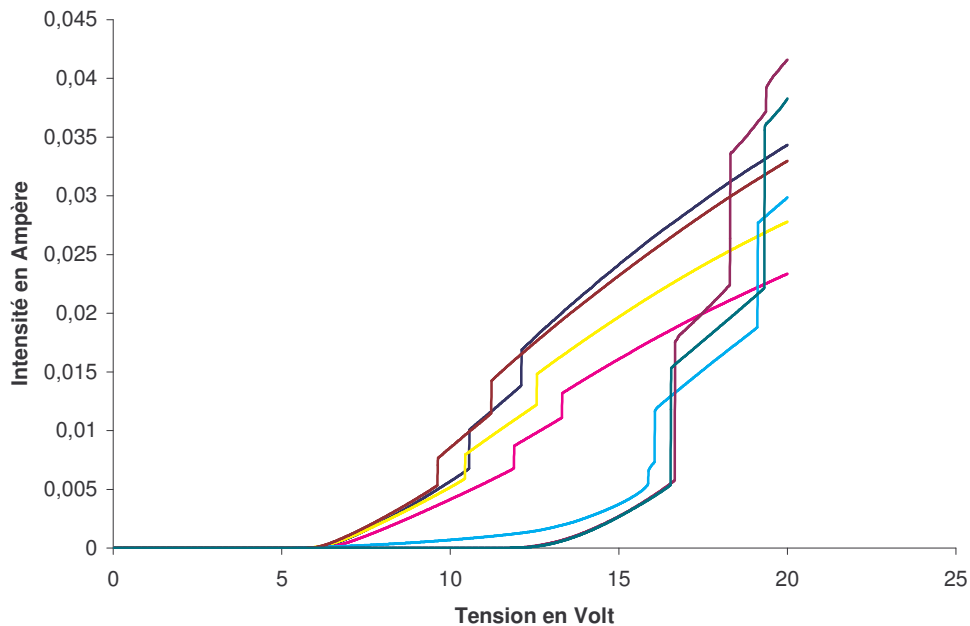


Figure IV.27 : Caractéristique I (V) de matrice 45° implantée avec une dose de  $5.10^{15} \text{atm/cm}^2$

Nous sommes en présence ici de caractéristiques typiques de diodes malgré la présence de sauts de courant. Il semble que pour le premier lot, la tension de seuil soit de l'ordre de 14,5Volts. Pour le second lot, bien que les courbes soient dispersées, nous avons une tension de seuil dans le meilleur cas de 6Volts et de 12Volts.

## III.1.2 - Matrice 45° coudée

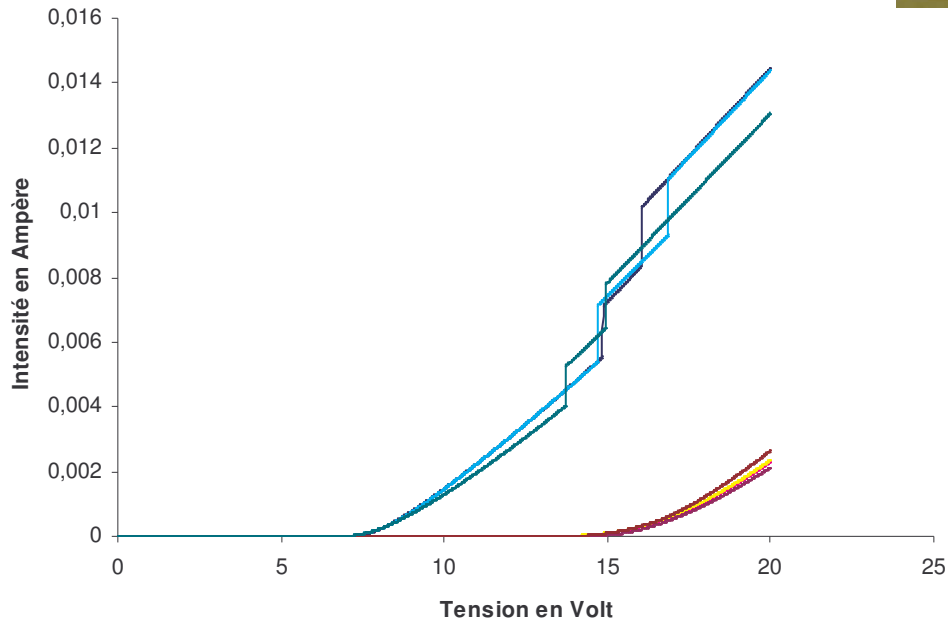
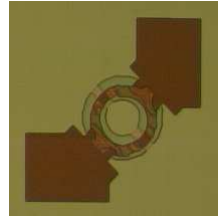


Figure IV.28 : Caractéristique I (V) de matrice 45° coudée implantée avec une dose de  $3.10^{15} \text{atm/cm}^2$

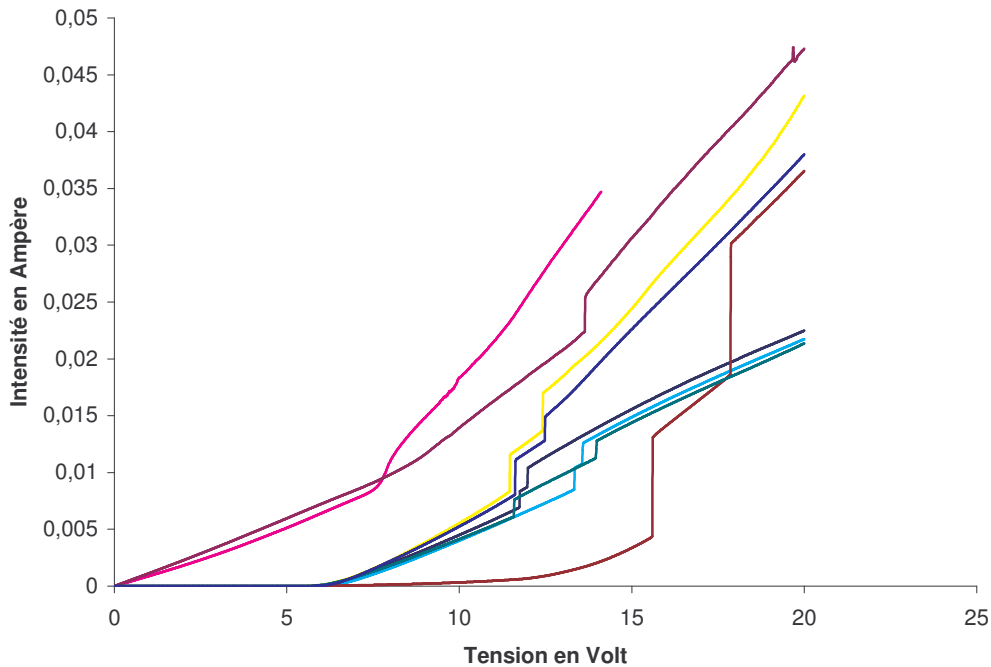


Figure IV.29 : Caractéristique I (V) de matrice 45° coudée implantée avec une dose de  $5.10^{15} \text{atm/cm}^2$

Pour ce type de réalisation, on retrouve nos caractéristiques habituelles qui présentent pour le premier lot des tensions de seuil de 7 et 14Volts pour les mêmes raisons que précédemment. Pour le deuxième lot, la tension de seuil est majoritairement 6Volts.

### III.1.3 - Matrice avec colonne en poly silicium

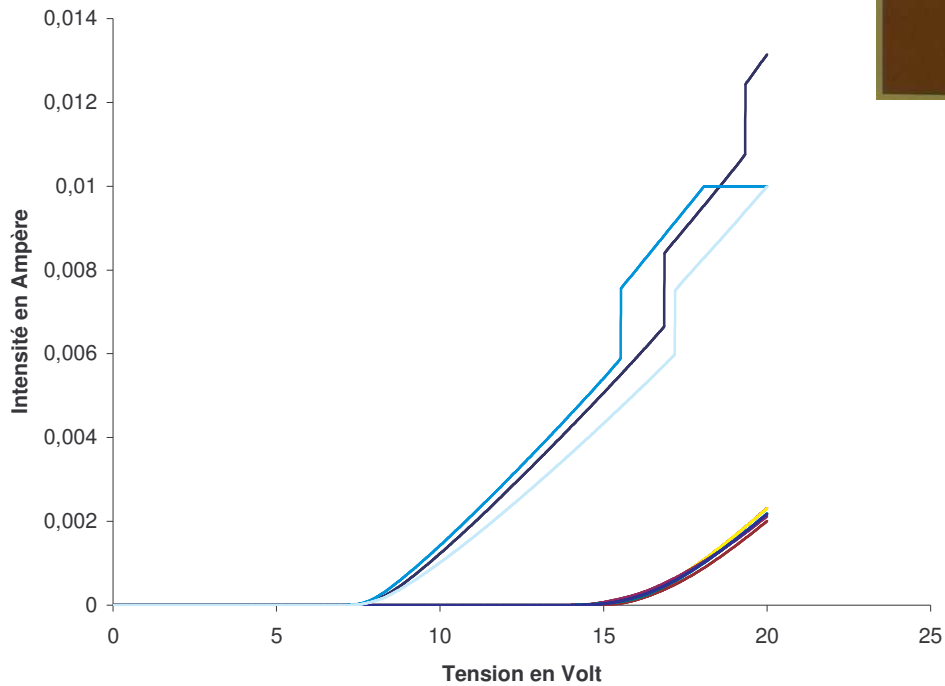


Figure IV.30 : Caractéristique I (V) de matrice polysilicium implantée avec une dose de  $3.10^{15} \text{atm/cm}^2$

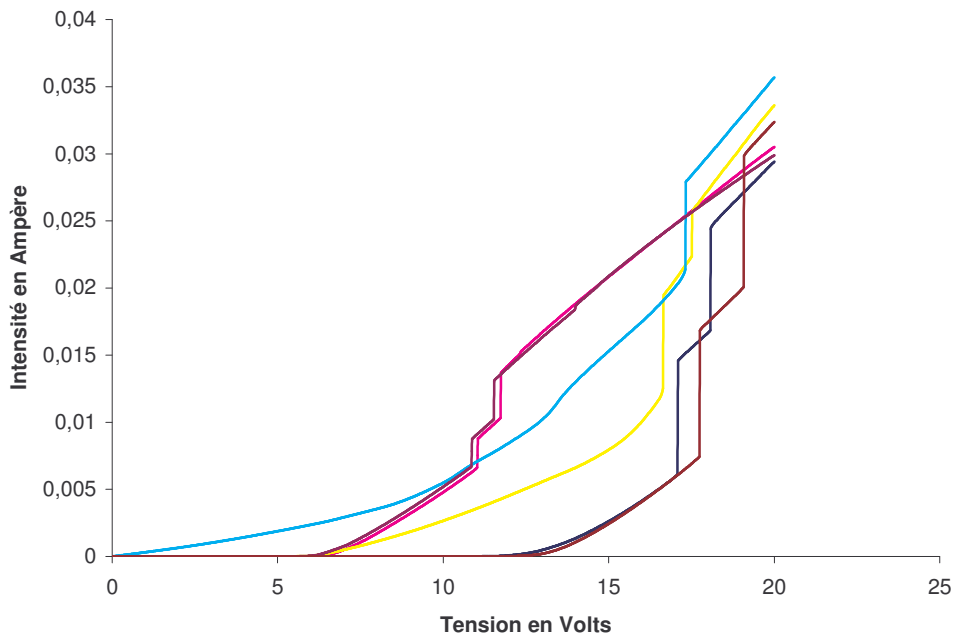


Figure IV.31 : Caractéristique I (V) de matrice polysilicium implantée avec une dose de  $5.10^{15} \text{atm/cm}^2$

Les caractéristiques du premier lot semblent de meilleure qualité, le saut de courant apparaissant pour des valeurs de tensions plus élevées. Nous retrouvons les deux tensions de seuil de 7 et 14Volts. Pour le deuxième lot, on retrouve deux jeux de résultats pour des tensions de seuil de 6 et 12Volts.

### III.1.4 - Matrice verticale

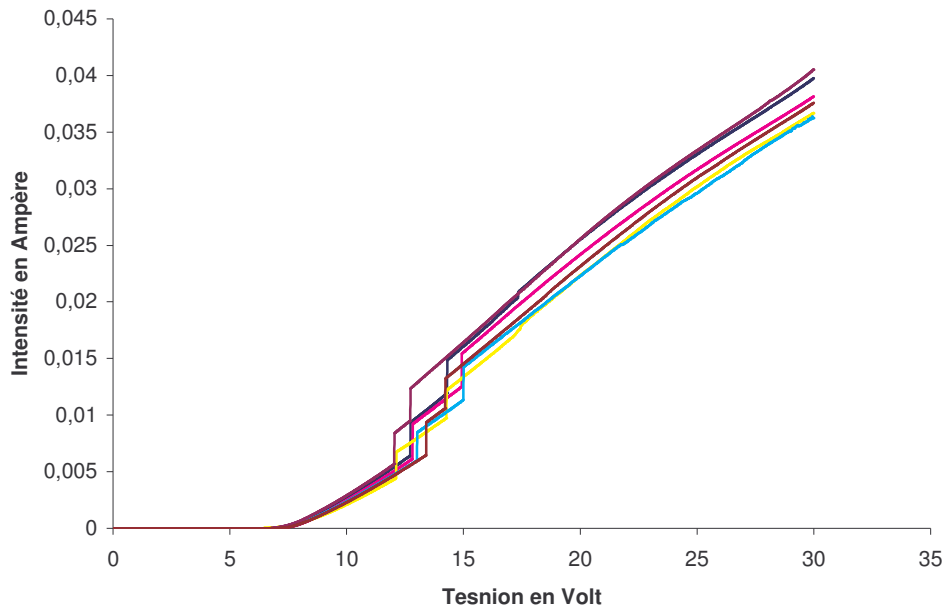


Figure IV.32 : Caractéristique I (V) de matrice verticale implantée avec une dose de  $3.10^{15}$  atm/cm<sup>2</sup>

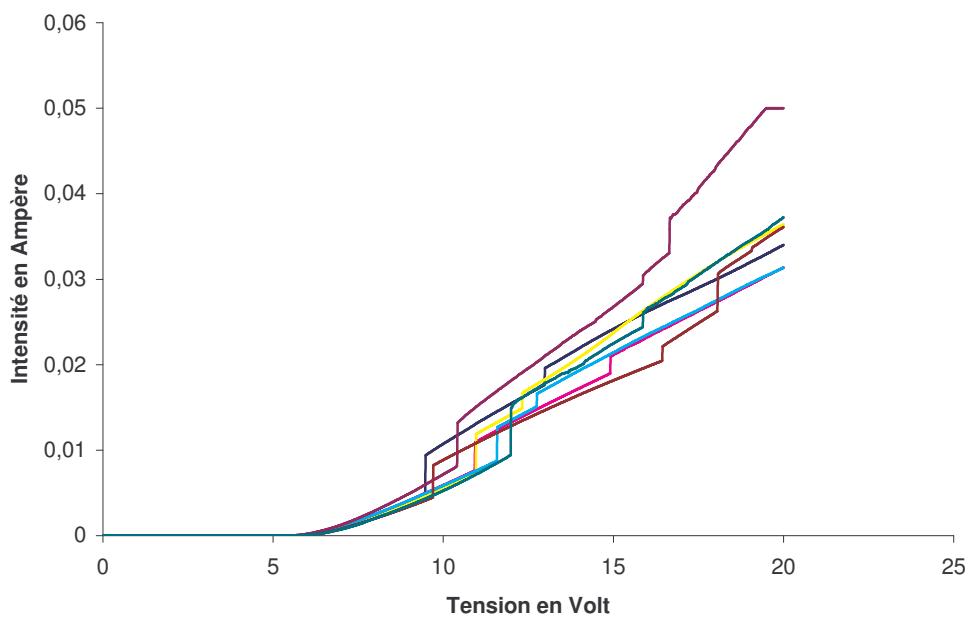


Figure IV.33 : Caractéristique I (V) de matrice verticale implantée avec une dose de  $5.10^{15}$  atm/cm<sup>2</sup>

Au niveau de cette structure, nous n'observons plus de dualité des résultats dans les deux lots. Ceci vient d'un problème de conception du masque relatif à la réalisation de la barrette. Celle-ci est inclinée de  $45^\circ$  au lieu d'être horizontale. Il y a alors une homogénéisation de la zone centrale qui fait disparaître cette barrette. La tension de seuil du premier lot est de 7Volts et pour le second lot de 6Volts.

### **III.1.5 - Bilan de ces caractérisations**

Ce type de réalisation semble encore une fois instable du moins avec la technologie mise en œuvre. En effet pour chaque lot, les caractérisations présentent deux faisceaux de courbes, sauf dans le cas de la matrice verticale. La seule différence résulte du mauvais positionnement de la barrette dû à une erreur de conception du masque. Sa disposition à 45° implique l'homogénéisation de la barrette lors de l'étape de diffusion du fait de la faible distance entre les deux zones. De cette manière il ne reste qu'une seule diode à l'entrée/sortie de l'anneau. Par contre cette réalisation permet de mettre en évidence la possibilité de faire des diodes uniquement avec une étape d'implantation pleine plaque et une étape de diffusion/activation et cela confirme que même dans ce cas de figure, on peut obtenir un doublement de la tension de seuil en ajoutant une diode. Enfin, on suppose que ce phénomène de dispersion de caractéristique dans ce cas là est dû soit à une mauvaise réalisation technologique notamment par rapport à la réalisation du masque de diffusion activation, soit un problème lié à l'étape de diffusion/activation qui aurait peut-être mérité un plateau thermique plus long. Enfin le fait d'augmenter le dopage ne diminue pas sensiblement la tension de seuil. Ce type de réalisation ne sera donc pas retenu pour notre système d'adressage.

### **III.2 - matrice implanté diffusé sans barrettes**

## III.2.1 - Matrice 45°

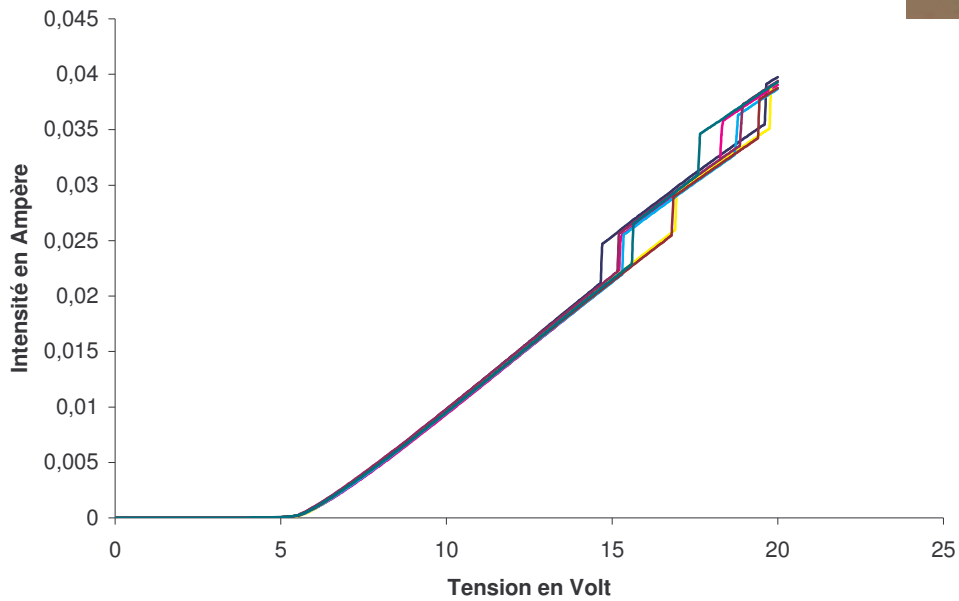


Figure IV.34 : Caractéristique I (V) de matrice 45° implantée avec une dose de  $1.10^{16}$  atm/cm<sup>2</sup>

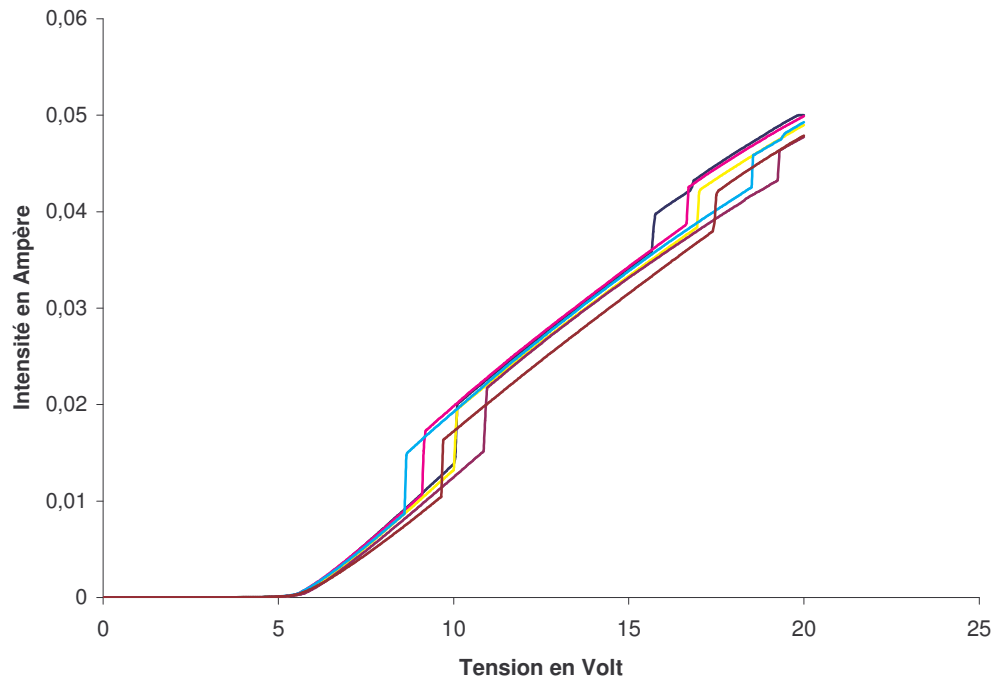


Figure IV.35 : Caractéristique I (V) de matrice 45° implantée avec une dose de  $1,5.10^{16}$  atm/cm<sup>2</sup>

Les caractéristiques obtenues ici, montrent que cette technologie est encourageante du fait de la bonne homogénéité des résultats. Enfin, ces réalisations présentent toutes deux des sauts de courant mais le premier lot se distingue pour le moment par une plage d'utilisation confortable sans ces artéfacts. Pour finir, la tension de seuil est aux environs de 5,5Volts.

III.2.2 - Matrice 45° coudé

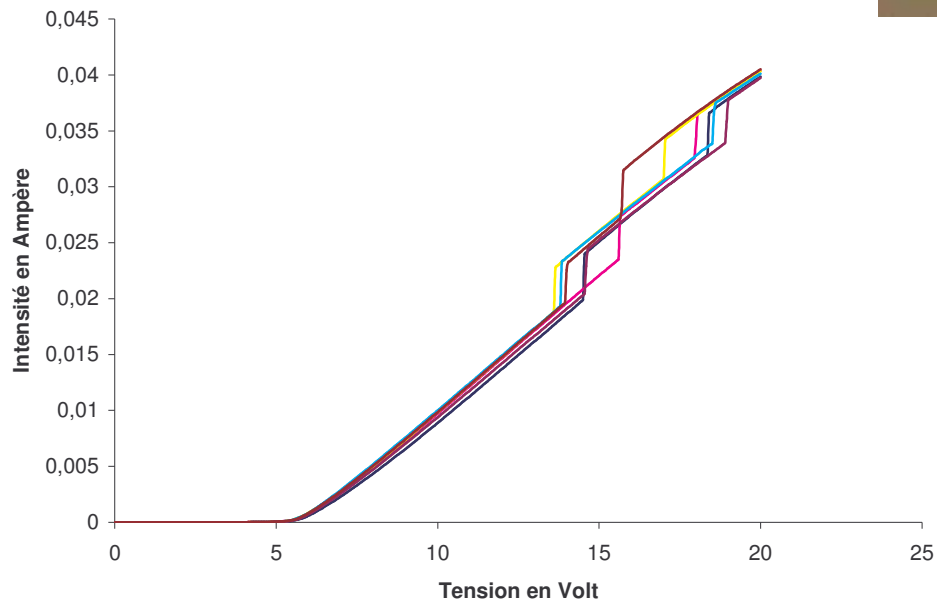
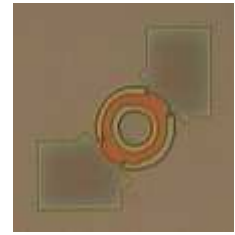


Figure IV.36 : Caractéristique I (V) de matrice 45° coudée implantée avec une dose de  $1.10^{16}$ atm/cm<sup>2</sup>

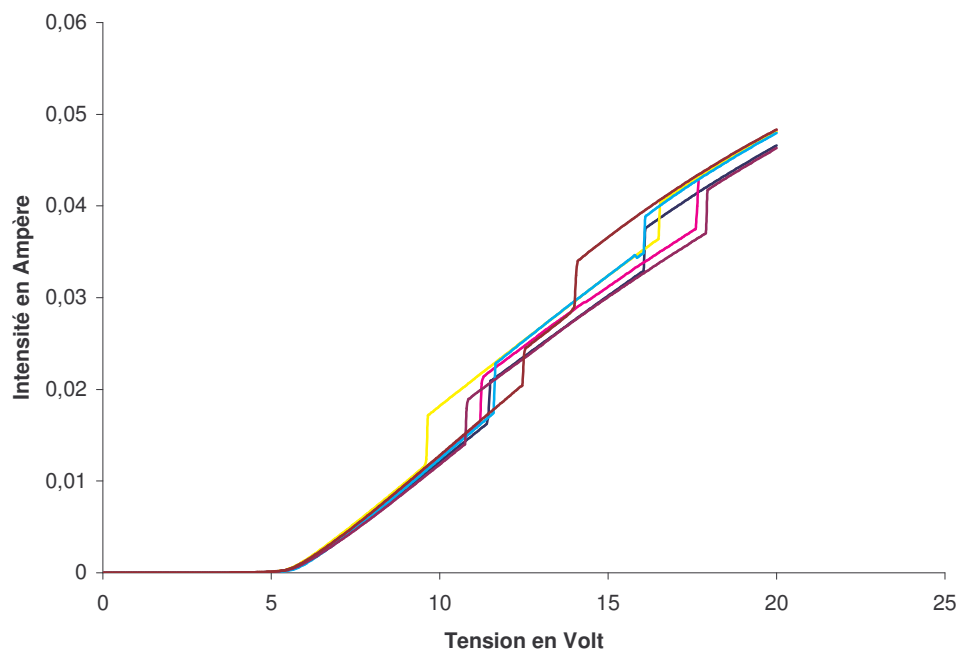


Figure IV.37 : Caractéristique I (V) de matrice 45° coudée implantée avec une dose de  $1,5.10^{16}$ atm/cm<sup>2</sup>

Même remarques que précédemment. La forme de l'élément ne modifie pas les caractéristiques de la diode.



### III.2.3 - Matrice avec colonne en poly silicium

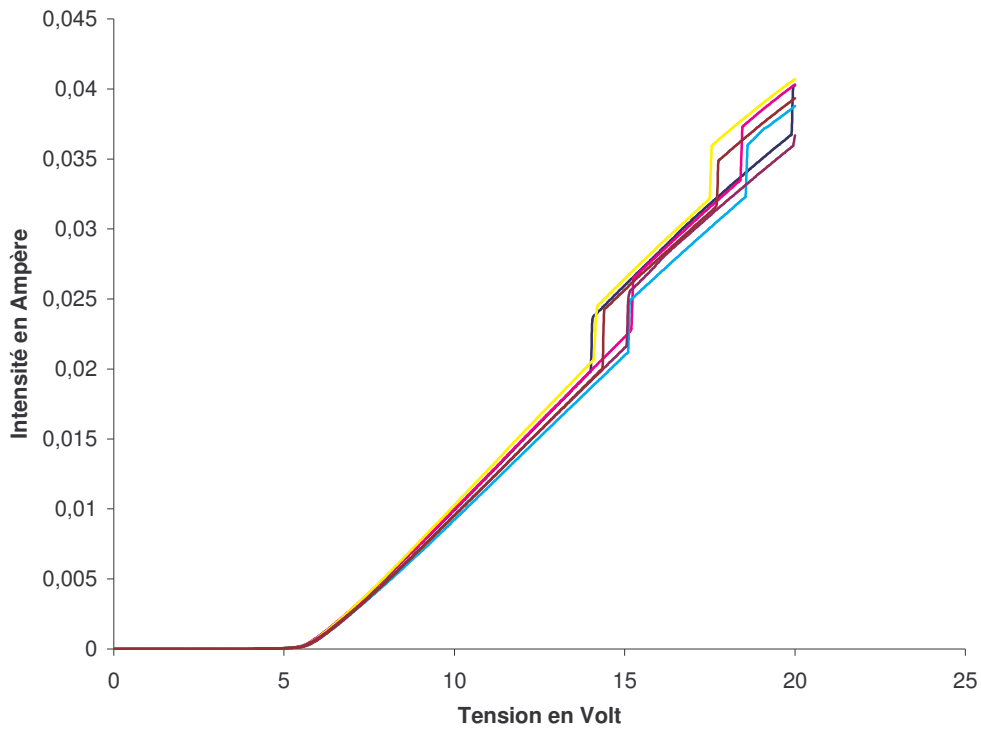


Figure IV.38 : Caractéristique I (V) de matrice polysilicium implantée avec une dose de  $1.10^{16}$  atm/cm<sup>2</sup>

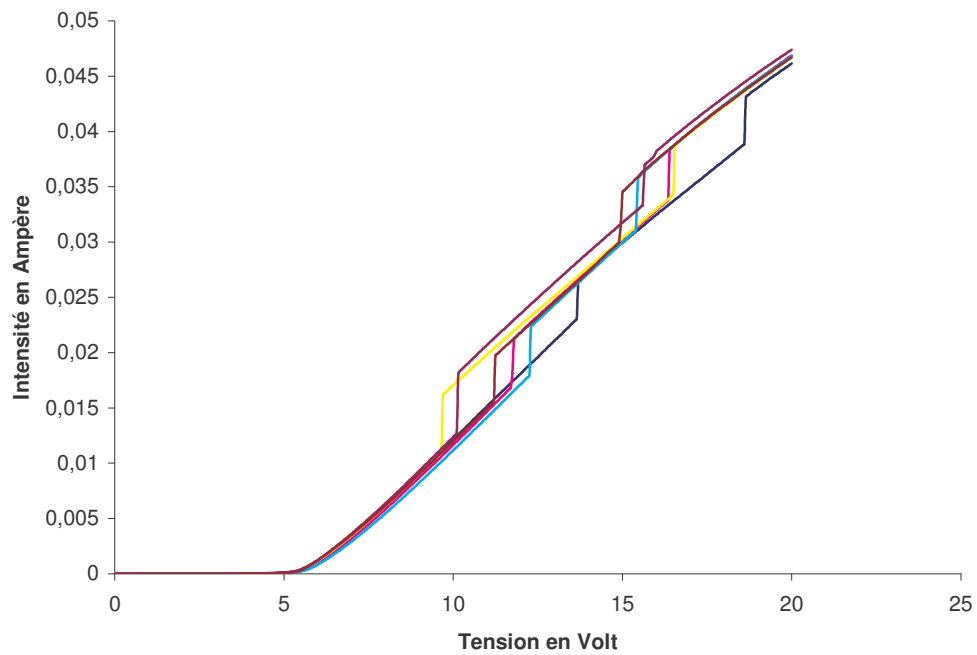


Figure IV.39 : Caractéristique I (V) de matrice polysilicium implantée avec une dose de  $1,5.10^{16}$  atm/cm<sup>2</sup>

III.2.4 - Matrice verticale

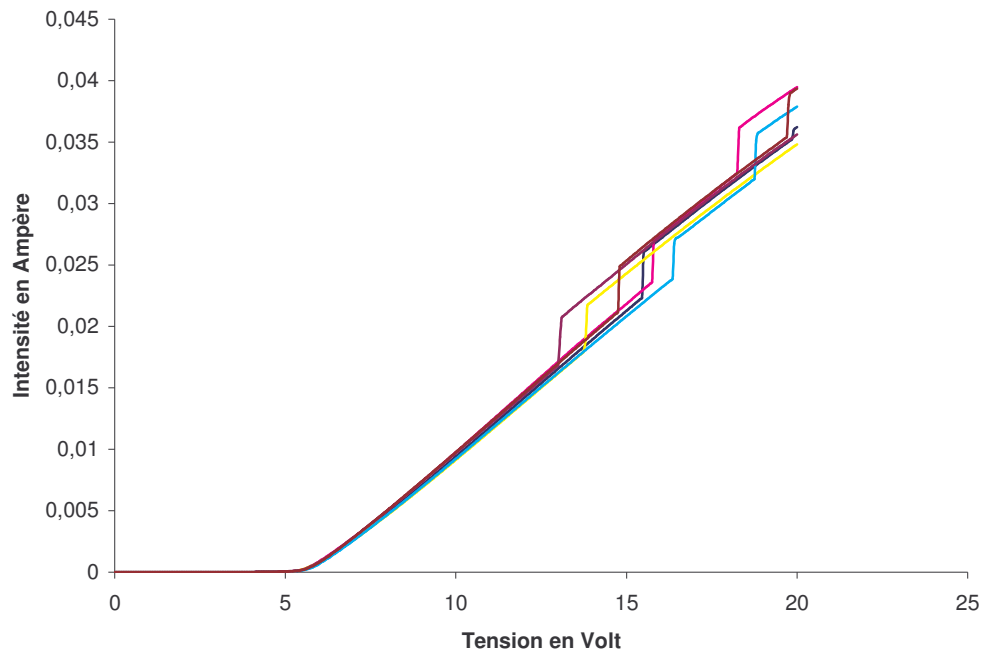
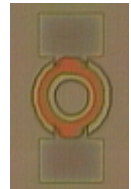


Figure IV.40 : Caractéristique I (V) de matrice verticale implantée avec une dose de  $1.10^{16}$  atm/cm<sup>2</sup>

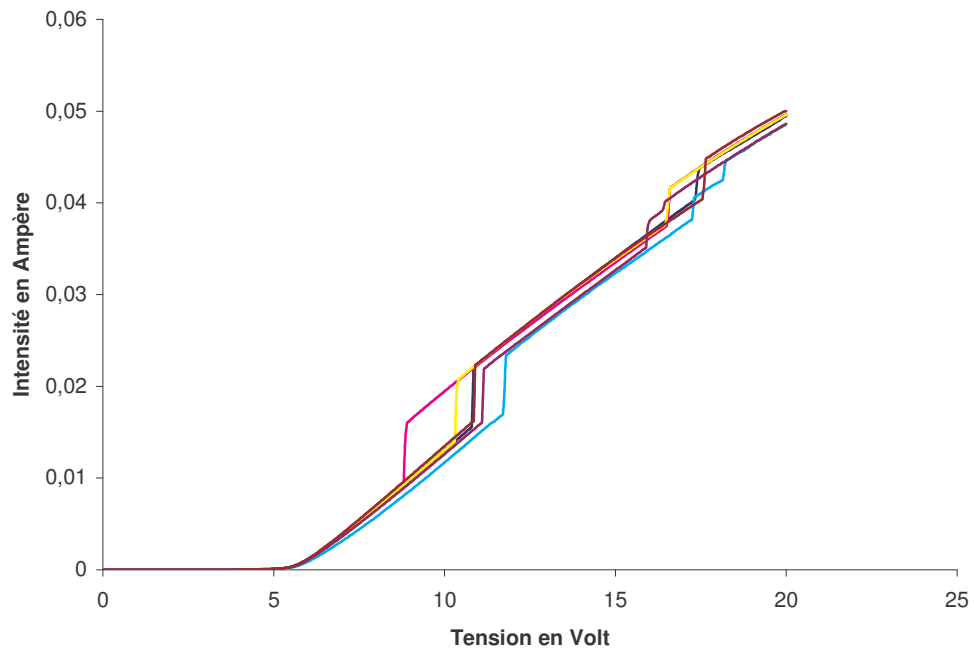


Figure IV.41 : Caractéristique I (V) de matrice verticale implantée avec une dose de  $1,5.10^{16}$  atm/cm<sup>2</sup>

### III.2.5 - Bilan de ces caractérisations

Les caractéristiques des diodes réalisées s'avèrent compatibles avec notre utilisation. Sur la totalité des wafers réalisés et sur la globalité des diverses structures, les caractéristiques montrent la même répétitivité. On retrouve la même tension de seuil de 5,5Volts, la partie résistive est toujours aussi linéaire et les sauts de courant se rencontrent en dehors de la plage d'utilisation que nous nous étions fixée. Ces sauts d'intensité semblent liés au profil de dopage de la jonction diffusée/implantée. En effet celui-ci n'est pas parfaitement plan et une zone de « pincement » apparaît en profondeur, cette zone étant source de claquage lorsque la tension s'élève. D'où la nécessité de réaliser des structures de type  $N^{++}_{diff}[NPN]_{impl}N^{++}_{diff}$  pour faire disparaître ce profil de dopage qui comme on la voit apporte une instabilité. Malgré ce comportement, ces structures permettent d'atteindre les puissances utiles pour l'éjection bien que le pilotage en soit plus délicat. Cette technologie sera donc celle qui nous permettra de faire l'adressage de nos éjecteurs au sein de la matrice.

Les variations de dopage que nous avons effectuées n'ont pas de conséquences visibles sur la tension de seuil et sur la pente de la partie résistive. Il se peut que le niveau de dopage influence le positionnement des sauts de courant puisqu'on les observe pour des tensions plus faibles pour le dopage de  $1,5 \cdot 10^{16} \text{atm/cm}^2$ . Mais ceci n'est pas clairement démontré. Par contre, par rapport au test réalisé sur un vecteur, avec une dose de  $3 \cdot 10^{15} \text{atm/cm}^2$ , on observe une diminution de la tension de seuil.

Le lot ayant reçu la dose  $1 \cdot 10^{16} \text{atm/cm}^2$  correspond le mieux à nos attentes. Une étude complémentaire est donc effectuée une fois les lignes et colonnes d'or réalisées et en prenant le contact au niveau des plots d'or prévus à cet effet. On concentre notre étude sur la matrice comportant des colonnes en polysilicium, cette technologie offrant jusqu'à présent un bon rendement et permettant de s'affranchir d'une étape supplémentaire de dépôt d'or.

## IV - CARACTERISATIONS DE LA MATRICE A COLONNE DE POLYSILICIUM

### IV.1 - Etude de la dispersion des caractéristiques au sein de la matrice

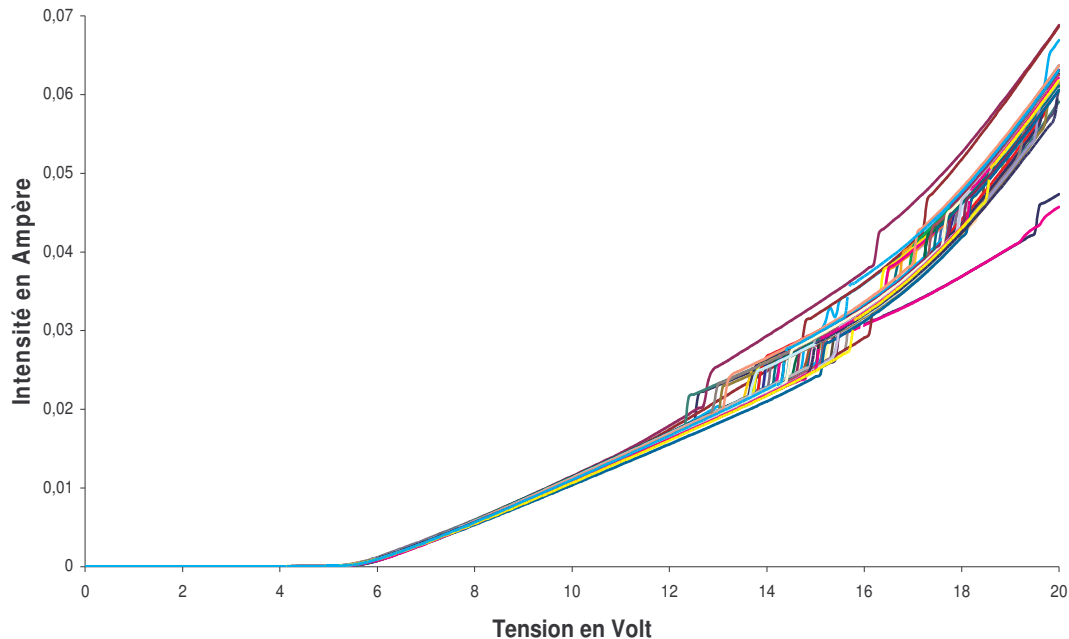


Figure IV.42 : Caractérisation I (V) de la matrice à colonne de polysilicium

Sur l'ensemble du wafer, les matrices testées ont le type de caractéristiques présentées sur la figure IV.42. Ce graphique représente la réponse électrique de tous les éléments d'une même matrice en prenant les contacts sur les plots d'or. On observe que le faisceau de courbe est assez compact et que la tension de seuil est autour de 5,5Volts. Enfin les sauts de courant que l'on rencontre sont, comme on le prévoyait, au delà du domaine d'utilisation. En effet l'apparition de ces artéfacts, sur l'ensemble des caractéristiques des éléments de chaque matrice, se produit à partir d'une tension de 12Volts. Or, pour notre utilisation, la tension nécessaire est inférieure à celle-ci. De plus, l'actionnement sera induit par une impulsion de puissance qui asservira donc le signal à ces changements de pente. Il est important de signaler qu'il n'y aura pas de déclenchement de la part des autres éjecteurs de la matrice car on travaille bien en deçà des  $3V_t$  qui est la valeur maximale d'utilisation. (cf. chapitre II). Nous verrons lors de l'étude des matrices de test l'impact sur les autres groupes d'éjecteurs durant un actionnement.

Remarques : Durant ces caractérisations, la station de test sous pointe permet de visualiser le composant étudié ceci à l'aide d'une caméra standard. Au cours de nos mesures, on a observé la « luminescence » des dispositifs.

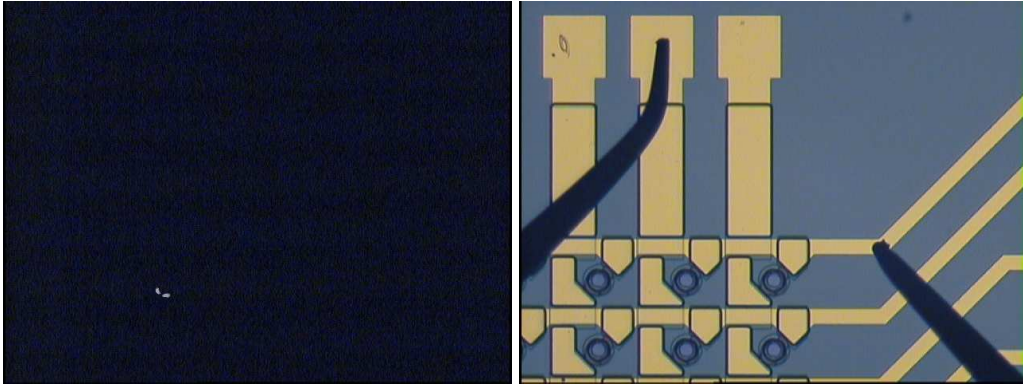


Figure IV.43 : Observation lors de la caractérisation sous pointe.

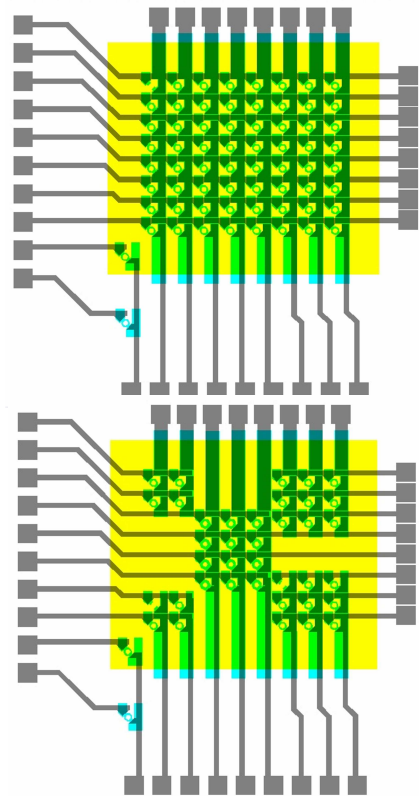
Par contre cette observation n'a pu être synchronisée avec la prise de mesure donc nous ne savons pas précisément à quelle puissance nous nous trouvons lors de la prise de cette photo. Ce petit plus d'information nous montre à quel point il y a une grande dissipation d'énergie au sein du composant puisque le polysilicium émet dans le visible alors que nous sommes encore sur silicium, les membranes n'étant pas encore ouvertes.

## IV.2 - Etude des courants parasites

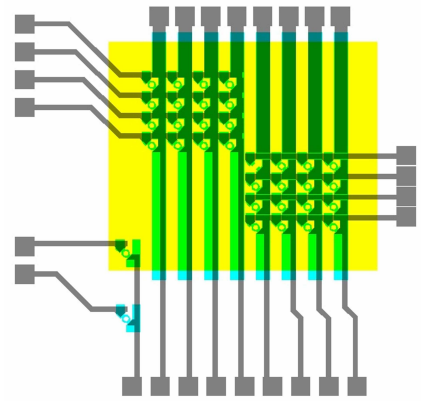
Les matrices de tests sont des matrices dont on a enlevé l'élément (1,1). De cette façon, nous allons pouvoir mettre en évidence la part que joue chaque groupe dans la tenue en tension lors d'un actionnement classique et de montrer la possibilité de faire des matrices contenant beaucoup plus d'élément.

Elles sont au nombre de 3 par type de matrice :

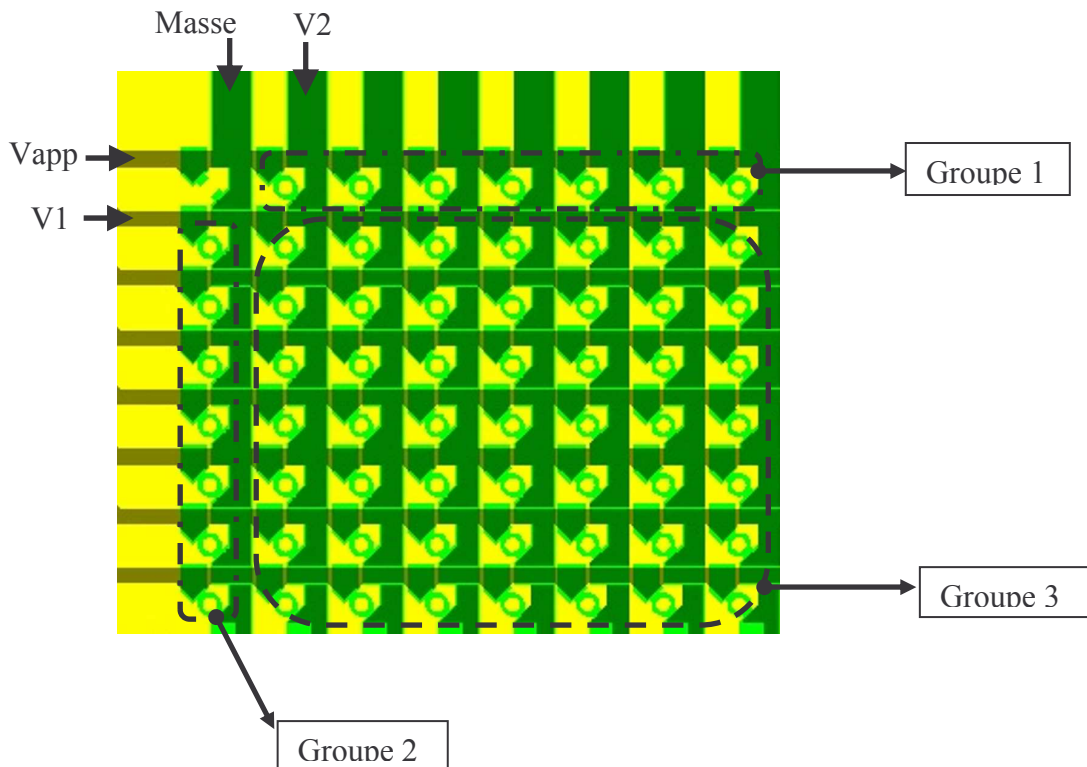
- Matrice à colonne de polysilicium de type 8 par 8 moins le premier élément. Elle permet de contrôler la caractéristique I (V) des chemins parasites.
- Matrice à colonne de polysilicium de type 2 par 2 et 3 par 3. Sur la même structure on a disposé ces matrices et les matrices correspondantes sans le premier élément de manière à caractériser les chemins parasites. Au centre de cette matrice est disposée une matrice 4 par 3 éléments dont l'anneau à cette fois une épaisseur de 20 $\mu$ m contre 10 $\mu$ m habituellement.



- Et pour finir, une structure comportant une matrice 4 par 4 et son homologue sans le premier élément.



Pour pouvoir étudier l'influence des groupes parasites, on travaille cette fois ci avec quatre points de mesure qui sont réparties comme indiqué sur la figure suivante :



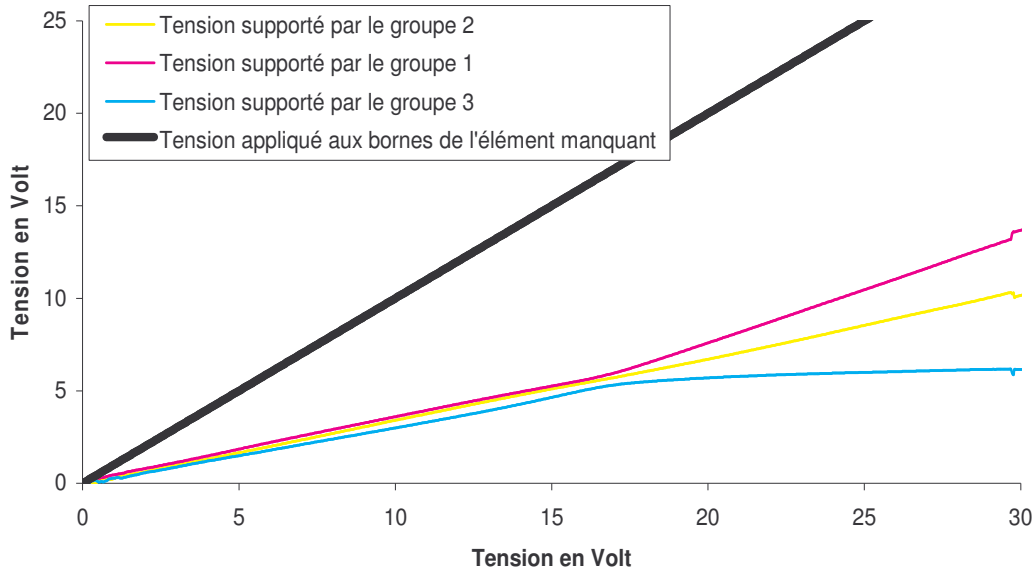
De cette manière, nous allons pouvoir relever l'évolution des tensions aux bornes de chaque groupe en appliquant la tension aux bornes de l'élément manquant et en relevant les tensions V1 et V2. En posant les égalités suivantes :

$$Vg1 = Vapp - V2$$

$$Vg2 = V1$$

$$Vg3 = V2 - V1$$

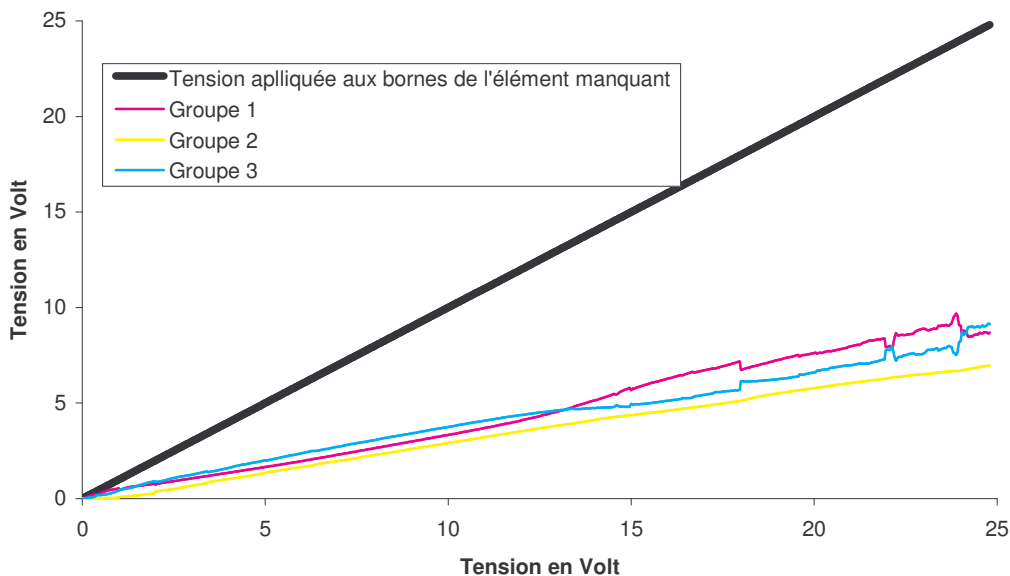
et en traçant l'évolution des tensions en fonction de la tension appliquée, on obtient les courbes suivantes.



**Figure IV.44 : Caractéristiques des tensions supportées par les groupes voisins de l'élément manquant pour une matrice 8 par 8 moins un élément**

Ici on voit que jusqu'à environ  $3V_t$ , les trois groupes supportent chacun environ le tiers de la tension appliquée. Jusqu'à  $2V_t$ , ce sont les groupes 1 & 2 qui supportent la tension du fait qu'ils comportent peu d'éjecteurs, au delà ils restent proche de leur tension de seuil. Le groupe 3 prend alors la relève car il comporte plus d'éléments et demande un plus grand courant de fuite. Etant donné que nous travaillerons en dessous de  $3V_t$ , la tension perçue par le reste de la matrice n'est pas suffisante pour actionner des éjecteurs parasites.

Les résultats obtenus pour les autres matrices sont présentés dans les figures suivantes :



**Figure IV.45 : Caractéristique des tensions supportées par les groupes voisins de l'élément manquant pour une matrice 4 par 4 moins un élément**

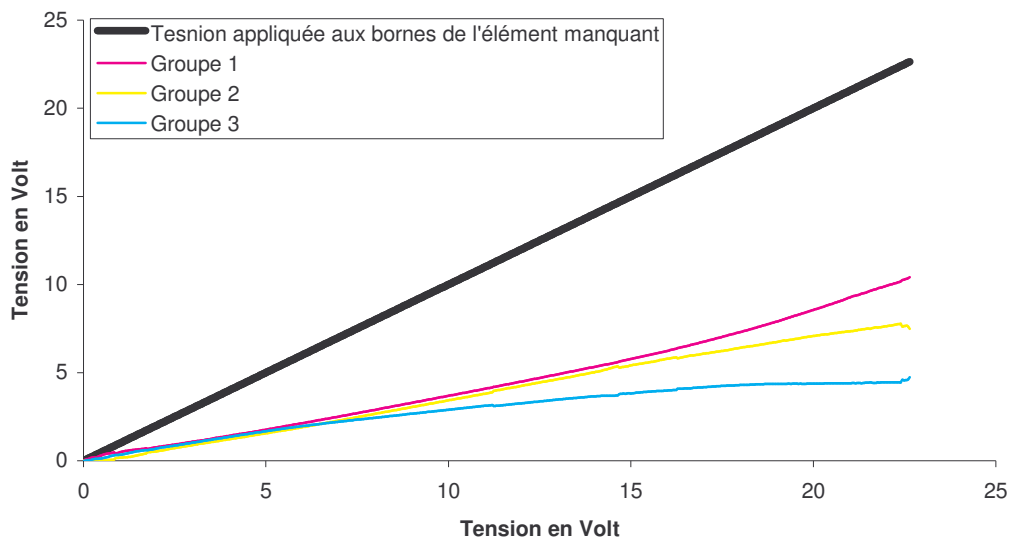


Figure IV.46 : Caractéristique des tensions supportées par les groupes voisins de l'élément manquant pour une matrice 3 par 3 moins un élément

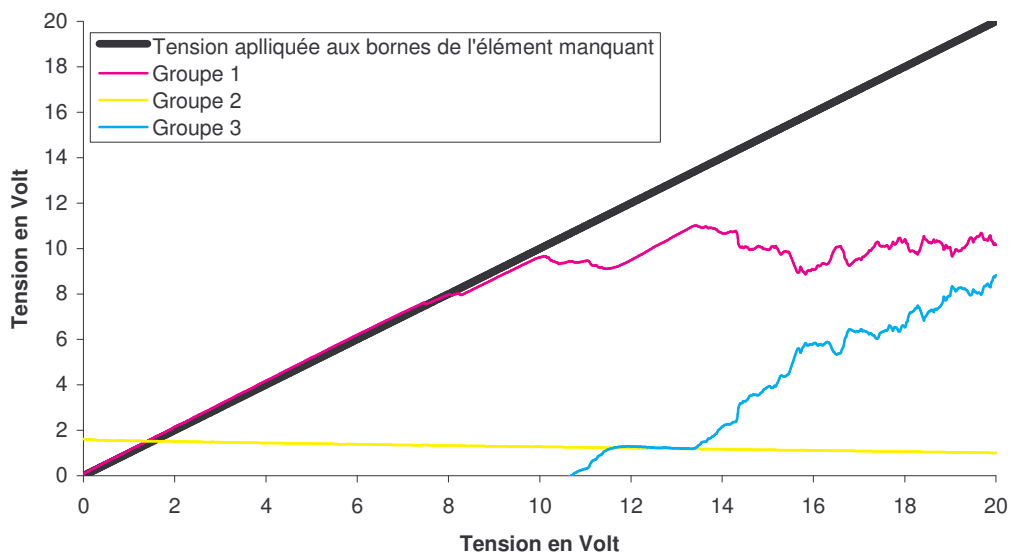


Figure IV.47 : Caractéristique des tensions supportées par les groupes voisins de l'élément manquant pour une matrice 2 par 2 moins un élément

Ces caractéristiques montrent que jusqu'à une matrice 3 par 3 on a la possibilité de faire de l'adressage par ce principe ce qui est logique. Pour des matrices 2 par 2 il n'y a pas d'intérêt. On observe que les trois groupes supportent toujours le tiers de la tension appliquée.

Ce que nous apportent ces caractérisations c'est tout d'abord une vérification électrique de la qualité à adresser un élément pour une tension comprise entre  $V_t$  et  $3V_t$ .

Ensuite elles prouvent que cette technique peut s'appliquer pour une large gamme de matrice ; ici de matrice 3 par 3 jusqu'à 8 par 8. Mais cela laisse entrevoir des matrices de 64 par 64 voire plus.



La caractérisation des éléments ayant des anneaux de résistance de 20µm de large donne des résultats tout à fait comparables aux matrices 8 \* 8 classiques.

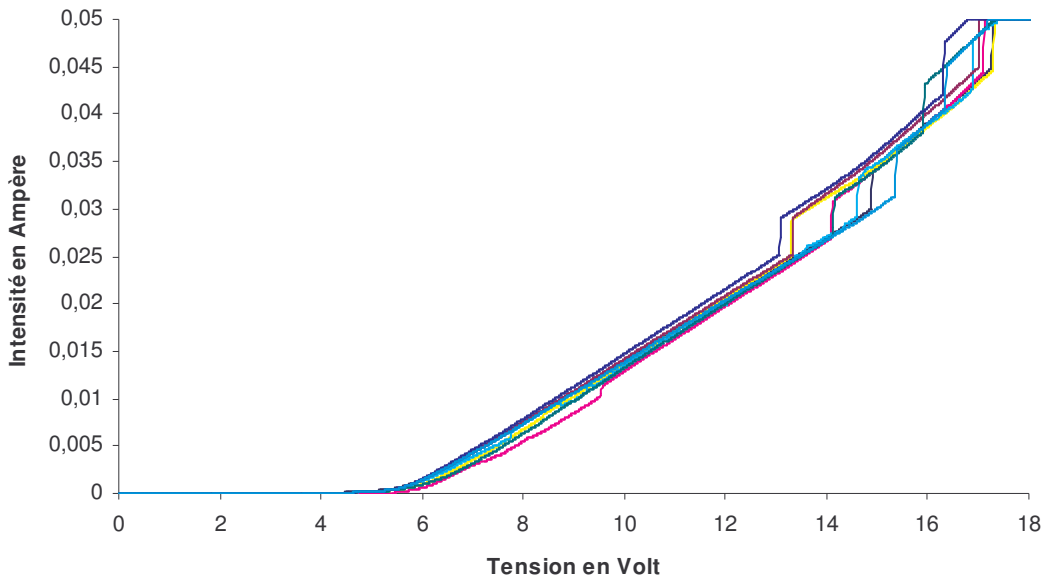


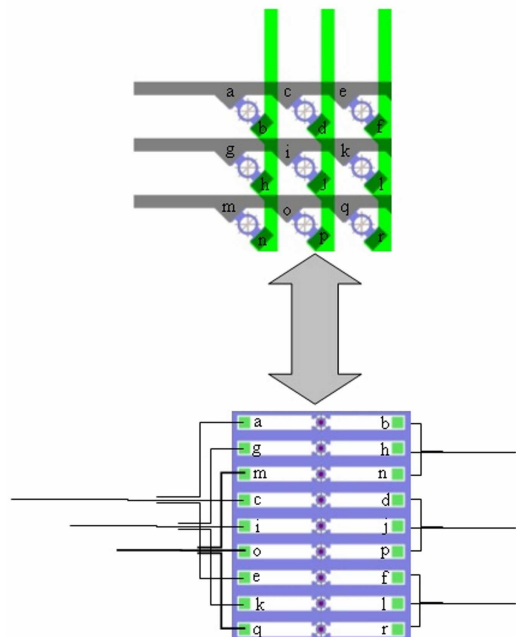
Figure IV.48 : Caractéristique I (V) des éléments à anneau de 20µm d'épaisseur

Durant cette caractérisation, nous avons procédé à la même petite expérience qui est de faire une observation à l'aide de la caméra disponible sur la station CASCADE. Une fois encore la luminescence est observée.

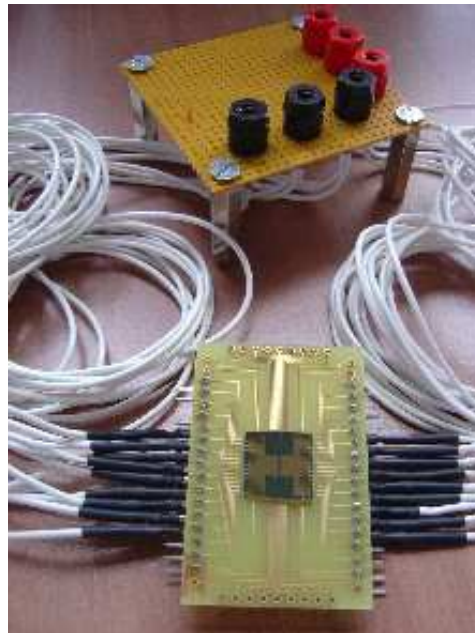
### IV.3 - Etude infra rouge de la matrice

Enfin, pour clore ce chapitre sur la caractérisation, nous avons mis en évidence l'adressage des éléments de la matrice à l'aide d'une caméra infra rouge de type JADE III MW utilisant l'interface Hardware & Software de CEDIP Infrared Systems.

Pour être sûr du bon fonctionnement des diodes pour un adressage matriciel, une matrice « reconstituée » est réalisée à partir d'un vecteur comportant trois barrettes de type P à l'aide de connexion extérieure. Ceci permet de vérifier la propriété d'adressage que procure les diodes implantées. L'idée pour faire une matrice est de réaliser le montage présenté sur le schéma ci contre :

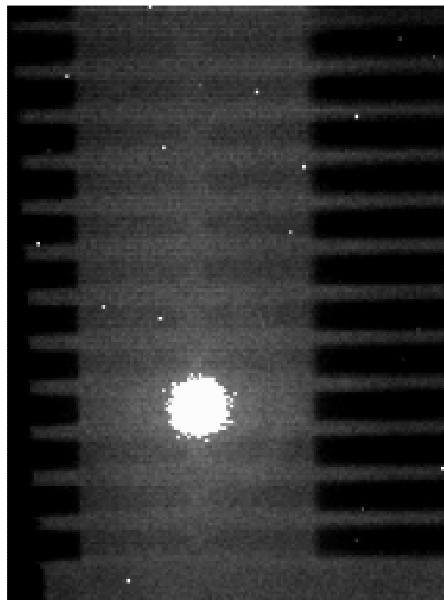


Pour cela, une puce de la famille des barrettes P est découpée et montée sur un PCB de manière à reporter la connectique pour réaliser notre montage.



**Figure IV.49 : Dispositif de test pour valider le rôle des diodes au niveau de l'adressage matriciel.**

Le test effectif est une observation par caméra infra rouge disponible au LAAS. Il n'a pas pour but de faire de la mesure de température mais juste de faire une localisation de la chauffe en fonction de l'élément de la matrice « reconstituée » choisie. Voici pour l'élément (2 ; 6) l'image obtenue :



**Figure IV.50 : Image à l'aide d'une caméra infra rouge de la fonctionnalisation de l'adressage matriciel.**

Donc en plus d'être sûr d'avoir des diodes réalisées dans la résistance de polysilicium, la possibilité d'adressage est démontrée. Par contre ce n'est qu'une matrice 3\*3, et les

puissances mises en jeu ne sont pas celles qu'il nous faut pour éjecter suivant notre cahier des charges.

Les matrices réalisées par la suite ont donné les résultats suivants :

Ceci nous a permis d'obtenir pour une tension de 10 Volts soit une puissance de 150mW les images présentées sur les figures suivantes :

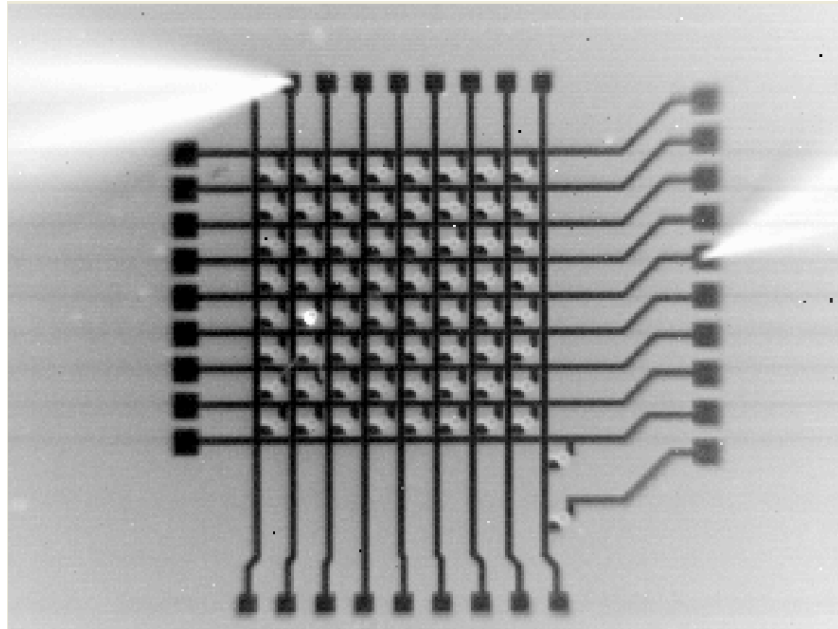


Figure IV.51 : Actionnement de l'élément 7; 4

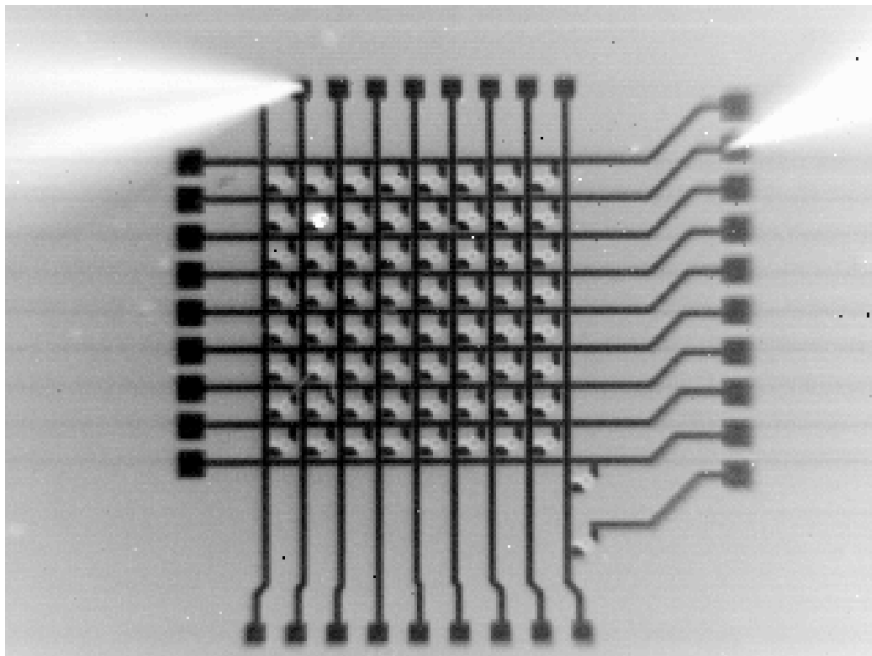


Figure IV.52 : Actionnement de l'élément 7; 7

Sur ces photos, nous visualisons les pointes de couleur blanche qui permettent de venir alimenter la ligne est la colonne souhaitées.

Même si la résolution de la caméra n'est pas suffisante pour faire une étude précise, on voit que seul l'élément adressé est chauffé et la zone de chauffe parfaitement confinée.

### **V - BILAN GLOBAL DE CES CARACTERISATIONS**

La technologie initialement prévue faisait intervenir une implantation pleine plaque suivie d'une implantation localisée de type opposé dans du polysilicium de  $1\mu\text{m}$  d'épaisseur, puis une étape de diffusion qui sert aussi à l'activation des zones implantées protégées par un masque d'oxyde. Il s'est avéré que l'épaisseur de silicium poly cristallin était trop importante et que la caractéristique des diodes ainsi obtenues n'était pas satisfaisante. Les problèmes ont été levés en réduisant l'épaisseur du polysilicium à  $0,5\mu\text{m}$  et en doublant les dopages. Si les systèmes à barrettes N dans du polysilicium implanté pleine plaque P ne sont pas fonctionnels, les résultats sont par contre très encourageants pour les systèmes à barrettes P dans du polysilicium implanté pleine plaque N. Enfin pour des raisons de simplification du procédé technologique nous avons essayé de ne faire qu'une étape d'implantation de type P. Là aussi les résultats sont contre toute attente enthousiasmants. Donc le passage aux matrices est réalisé en utilisant ces deux protocoles. Il ne reste donc que le lot à une seule implantation qui est divisé en deux groupes : le premier comporte une barrette diffusée, le second lui n'en comporte pas. Il s'avère que ce dernier est celui qui fonctionne le mieux. Malgré la présence de plusieurs types de matrice, la matrice à colonnes de polysilicium est étudiée avec soins. Elle permet une réalisation technologique avec son seul niveau d'or. De là les caractéristiques d'éjecteurs sont mesurées et étudiées pour montrer la fiabilité de notre réalisation.

Pour conclure, nous avons là une matrice à colonnes de polysilicium qui répond à nos attentes à savoir de tenir une puissance de 150mW de manière à éjecter et ceci sans qu'il y ait actionnement des autres éléments. Il reste encore à la mettre à l'épreuve sur un banc de caractérisation fluide.

D'autres études restent à mener notamment pour faire un travail sur la pente de la partie résistive des caractéristiques des éléments pour assurer une sécurité d'actionnement.

*Remarque :* L'absence de modification lors de caractérisation à bas niveau (imposé par la modification de l'environnement thermique dû à l'ouverture de la membrane) confirme bien la non dégradation des performances globales. La contrainte induite par la libération de la membrane n'affecte pas ou peu les courants parasites.

# Conclusion

Ce travail de thèse a permis de consolider trois principaux aspects de la réalisation d'une matrice de microéjecteurs thermiques, adressables individuellement, pour la fonctionnalisation de puce ADN.

Une première structure prototype développée par T. Phou, avait montré qu'il était possible de délivrer des gouttes de fluide de faible volume à la demande. Un procédé technologique avait été mis au point pour réaliser un vecteur de microéjecteurs comportant une résistance chauffante, supportée par une membrane diélectrique non contrainte et qui permet d'atteindre des températures de chauffe élevées tout en confinant la chaleur autour d'un trou d'éjection.

A partir de ce prototype, les études réalisées ont montré l'importance de la forme de la résistance chauffante pour atteindre les températures d'éjection. Dans un souci d'optimisation, nous avons dimensionné une nouvelle résistance chauffante à géométrie circulaire. De cette manière, l'échauffement est plus homogène ; ce qui permet de garantir une nucléation uniforme en paroi, phénomène indispensable pour obtenir une éjection régulière et reproductible.

Afin d'obtenir une meilleure direction du jet, un remaniement de la buse d'éjection a été opéré. Pour commencer, la hauteur a été augmentée de manière à mieux « canaliser » le jet. Comme la résistance sa géométrie est devenue circulaire afin de limiter les instabilités. Enfin son ouverture est réduite à la dimension du trou d'éjection et la technologie de fabrication a été modifiée de manière à avoir un conduit d'éjection rectiligne.

Pour finir, la part la plus importante de travail a été consacrée à la mise en place du système d'adressage des éjecteurs en matrice. La difficulté réside dans une nécessité d'une forte densité d'intégration, dans la faible dimension des éjecteurs, et dans le fait que les éjecteurs sont supportés par une membrane diélectrique suspendu. La solution que nous avons mise en œuvre est l'intégration de diodes à seuil symétrique au sein même de la résistance chauffante. En effet, ces diodes sont réalisées dans le polysilicium constituant la résistance chauffante par des étapes successive de dopage par implantation et diffusion. Le travail effectué a permis de mettre au point la filière technologique pour réaliser ce type de composant. Ainsi des matrices 8\*8 adressables individuellement et comportant une diode en entrée/sortie implantée diffusée ont pu être réalisées. Le système d'adressage est compatible avec les puissances nécessaires à l'éjection tout en gardant la chaleur confinée autour du trou d'éjection et sans actionner les autres éjecteurs.

Il reste cependant un certain nombre de points à valider pour mener à terme ce projet. Le premier point est la validation du comportement thermique des éjecteurs et l'affinement du

modèle thermique. Comme on l'a vu dans la partie conception, les modèles mis en place prennent en compte les propriétés physiques des matériaux structuraux. Les caractéristiques, comme les conductivités thermique et électrique, sont sensibles à l'influence de la température et leurs variations ont donc une influence importantes dans la modélisation du système. Le nitrure de silicium non stœchiométrique employé lors de la réalisation de l'éjecteur a été décrit par une conductivité thermique constante déduite à partir de mesures électriques réalisées sur le composant lui-même, ce qui a induit une incertitude sur le comportement de l'éjecteur à haute température. Une étude thermique de ce matériau serait utile au vu de son rôle dans le confinement de la chaleur dans le plan transverse de la membrane.

Les simulations ont été effectuées dans un domaine statique et le comportement dynamique a seulement été approché par un modèle analytique simple. Donc une étude 3D en dynamique est nécessaire pour appréhender le comportement en régime transitoire et avoir une vision plus précise de la dynamique du système éjecteur + fluide. Ce point n'est cependant critique que vis-à-vis des interactions entre voisins. En effet, chaque étape d'éjection étant suivi d'une étape chimique « longue » (réaction + dé-protection), les fréquences d'éjections sont faibles et permettent au système de revenir à l'équilibre thermique entre chaque éjection.

D'une manière générale, une validation rigoureuse des températures atteintes doit être faite. En effet, de maigres mesures en Infra rouge ont été tentées mais la faible résolution des microscopes IR ne permet pas d'avoir une information pertinente. Cela nous a permis de confirmer une tendance, mais ne nous a pas donné de précision valable. La méthodologie qui semble la mieux adaptée aux dimensions de notre dispositif est l'utilisation de l'AFM thermique permettrait de faire une cartographie thermique précise de la résistance chauffante du microéjecteur. Le couplage entre mesures électriques et modélisation sera également un élément de caractérisation et de suivi du comportement thermique. Ceci nécessitera toutefois que le comportement thermique des diodes soit intégré dans l'outil de simulation. En effet, les diodes mises en place apportent chacune un plan de chauffe au niveau de la jonction PN et/ou NP. Ceux-ci ne sont pas sans effet sur la répartition de la température autour de la zone de chauffe et il serait donc intéressant de faire une étude de ces effets en fonction des dopages. Pour compléter ce travail, une observation du positionnement des ces barrettes permettrait de mettre en évidence leur influence sur la forme de la zone de chauffe et homogénéité.

Enfin une étude plus structurale par rapport à la disposition de l'éjecteur sur la membrane serait aussi intéressante. La dissipation thermique est en effet influencé par la

distance de l'éjecteur en bord de membrane et il conviendrait soit de déterminer la distance minimale entre le bord de la membrane et la résistance chauffante pour que l'on puisse considérer que l'ensemble des éjecteurs soit soumis aux mêmes conditions de fonctionnement, soit de commander l'alimentation électrique en fonction de la position de l'éjection dans la matrice.

Une étude de la tenue mécanique de la membrane serait ensuite pertinente pour rendre compte de son état de contrainte. Il a été observé que la membrane était fragile. En effet, il s'avère qu'avec le temps une relaxation des contraintes mécaniques est opérée ce qui a pour effet de mettre la bicouche de membrane en compression. Une étude sommaire a montré que la présence des niveaux de métallisation sur la membrane a impliqué des dépôts d'oxyde supplémentaires par rapport à la structure primaire pour laquelle elle a été développée. Cet apport d'oxyde et de métaux entraîne une augmentation des contraintes intrinsèques liées à ces matériaux mais aussi des contraintes thermiques dues aux étapes successives de dépôts. Un calcul simpliste tenant compte des valeurs de contraintes des divers oxydes et du nitrure de silicium montre que la membrane se trouve alors en compression avec une contrainte interne calculée d'environ 60MPa. Ce qui peut être aggravé par la présence des niveaux d'or et de la résistance en polysilicium. Pour remédier à ceci, deux voies sont possibles : une voie technologique qui consiste en une réduction de l'épaisseur de l'oxyde thermique qui devrait permettre de compenser cette sur-contrainte ; ou une voie structurale qui serait de diminuer la portance de cette membrane en scindant la surface ouverte lors de la réalisation de la membrane en petits carrés. Cela réaliserait un cloisonnement du réservoir dont les parois soutiendraient la bicouche avec les microéjecteurs et les connectiques or. La totalité des couches qui sont empilées et la disposition des éléments constitutifs peuvent influencer la tenue mécanique au repos mais aussi lors du fonctionnement de la matrice. Une étude en dynamique de la réponse de la membrane lors de l'échauffement localisé permettrait de mettre en évidence si cela induit une déformation non négligeable et de le mettre en correspondance avec le cône d'ouverture du jet. En effet, si la montée en température induit une déformation localisée dans le plan du trou d'éjection, cela entraîne une déviation de la goutte éjectée. Il faudrait relier ce phénomène à la taille de la membrane et la disposition des éléments chauffants de manière à trouver le meilleur compromis.

A partir de là, il semble que l'on aurait un bon outil d'ingénierie pour concevoir des matrices de microéjecteur adaptable à toutes sortes de liquide à éjecter.

Le deuxième point est une caractérisation électrique plus poussée. Une étude de fiabilité des courants dans les éléments d'éjections permettrait de mettre en évidence la bonne



répétitivité des résultats obtenue. Une étude préliminaire a déjà été réalisée et s'est montrée très encourageante. Elle nous montre, pour les composants finalisés, une bonne reproductibilité des caractéristiques électriques. Pour concrétiser cette étude, une application de cycle successif permettrait de mettre en évidence le vieillissement des caractéristiques et son influence sur les caractéristiques et performances des éjecteurs.

Pour ce qui est du système d'adressage en particulier, il serait intéressant de refaire un lot de matrices comportant des diodes implantées P compte tenu que nous avons rencontré des problèmes technologiques tout à fait surmontables lors de notre tentative. Cela permettrait de valider cette technique et d'obtenir des composants dont la caractéristique  $I(V)$  serait plus sûre pour l'actionnement. Il faudrait ensuite travailler sur la pente de la partie résistive de la caractéristique de l'élément en jouant sur les dopages et la forme des zones implantées afin de l'augmenter de telle sorte que la tension d'actionnement n'atteigne jamais  $3V_t$  et de cette façon conforter l'adressage en évitant l'actionnement des groupes parasites.

Le dernier point est bien évidemment la caractérisation fluidique pour valider les dernières évolutions technologiques et fonctionnelles. En effet, il faut maintenant valider les points fonctionnels propres à l'éjection. Il faut dans un premier temps faire des essais d'éjection pour valider la fonctionnalité et vérifier la non interaction entre éjecteurs voisins et l'absence de gouttelettes satellites. Enfin, il faudra quantifier le volume éjecté ainsi que la vitesse d'éjection, mesurer l'angle de tir. De cette manière, nous montrerons la possibilité de faire un système d'éjection de gouttes localisées et sur demande. Les premiers essais seront réalisés sur solvant pur et suivis par des essais solvant + nucléotides. L'influence de la présence de nucléotides sur les conditions d'éjection devra alors être étudiée et il devra être vérifié que ceux-ci ne sont pas affectés par les élévations de températures locales. Pour ce faire, un banc de caractérisation fluidique (figure 1) est en cour de réalisation.



**Figure 1 : Banc de caractérisation fluidique**

Le travail à effectuer encore représente un effort supplémentaire de quelques mois. Cependant les éléments technologiques sont en place et le travail devrait très rapidement porter ses fruits.

# Annexe 1

Procédé de réalisation

de vecteur de

microéjecteurs dit

« ronds »

L'évolution du procédé est présentée ici pour un micro-éjecteur sur les trente que contient la puce. Une vue en trois dimensions et une vue en coupe dans l'axe de la résistance permettent de rendre compte des effets de chaque étape.

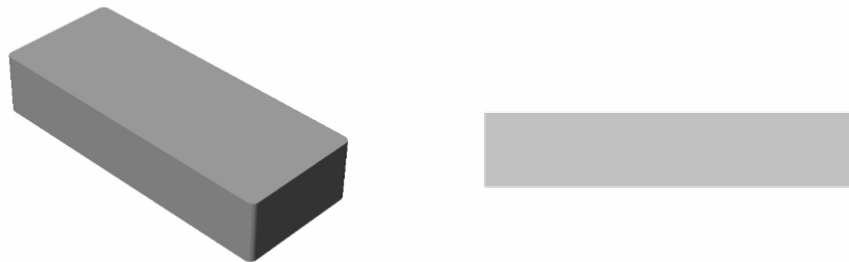
Le substrat utilisé est du silicium : Orientation cristalline (100).  
 Epaisseur de 525 $\mu$ m.  
 Type P.

## I - CROISSANCE THERMIQUE D'OXYDE DE SILICIUM SiO<sub>2</sub> (E=1,4 $\mu$ M)

### 1 - Nettoyage avant oxydation :

Lors de sa conservation, une couche d'oxyde dit «oxyde natif» croit avec le temps.

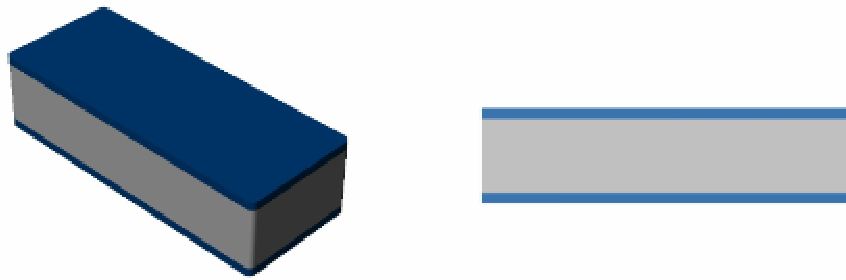
|                           |  |
|---------------------------|--|
| Décontamination organique | H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (1/1) 2min rinçage eau DI. |
| Attaque SiO <sub>2</sub>  | HF dilué (10%) 30s Rinçage eau DI.   |
| Séchage                   | Rinceur/Sécheur par centrifugation Semitool PSC-101                                      |



### 2 - Oxydation thermique :

Réalisée dans un four

| Température | Temps   | Débits                     |
|-------------|---------|----------------------------|
| 600°C       | 5s      | N <sub>2</sub> = 1,5 l/min |
| 600°C       | 5s      | O <sub>2</sub> = 3 l/min   |
| 1150°C      | 55min   | O <sub>2</sub> = 3 l/min   |
| 1150°C      | 30min   | O <sub>2</sub> = 3l/min    |
| 1150°C      | 3h10min | H <sub>2</sub> = 1,8cc/min |
| 1150°C      | 2h      | O <sub>2</sub> = 3l/min    |
| 1150°C      | 10min   | Ar = 3l/min                |
| 600°C       | 1h      | Ar = 3l/min                |
| 600°C       | 10s     | Ar = 3l/min                |
| 600°C       | 10s     | N <sub>2</sub> = 0,5 l/min |

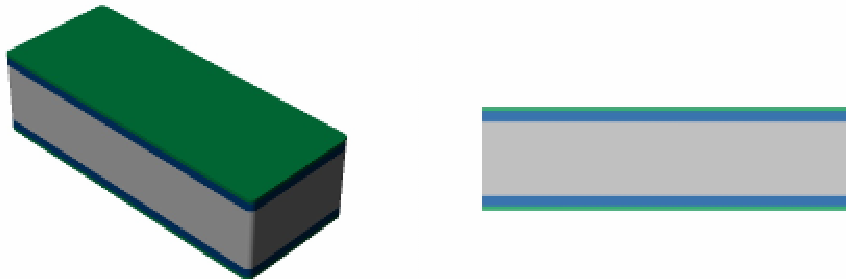


Contrôle de l'épaisseur : ellipso mètre (Rocolph research auto el).

## II - CROISSANCE THERMIQUE DE NITRURE DE SILICIUM NON STOECHIOMETRIQUE $\text{SiN}_x$ ( $E=0,6\mu\text{m}$ ) :

Réalisée dans un four.

| Température | Vitesse de dépôt  | Gaz                                       | Pression |
|-------------|-------------------|---|----------|
| 800°C       | 66,7 Angstrom/min | $\text{SiH}_2\text{Cl}_2$ & $\text{NH}_3$ | 400mTorr |



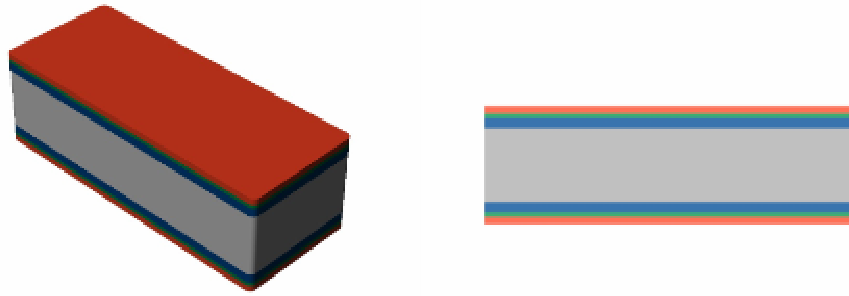
Contrôle de l'épaisseur : ellipso mètre (Rocolph research auto el).

A ce stade, la membrane est réalisée.

## III - DEPOT D'UN FILM DE POLYSILICIUM ( $E=1\mu\text{m}$ ) PAR LPCVD:

Réalisée dans un four.

| Température | Vitesse de dépôt | Gaz            | Pression |
|-------------|------------------|----------------|----------|
| 605°C       | 90Angstrom/min   | $\text{SiH}_4$ | 300mTorr |



Contrôle de l'épaisseur : mesure au profilomètre.

#### IV – DOPAGE DU POLYSILICIUM PAR DIFFUSION :

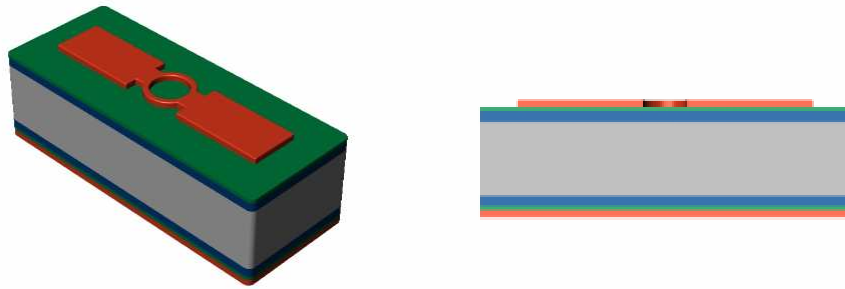
Réalisée dans un four.

| Température | Temps | Débits  |
|-------------|-------|---|
| 950°C       | 5min  | N2 = 800cc/min, O2 = 100cc/min                  |
| 950°C       | 10min | POCl3 = 25mg/min N2 = 800cc/min, O2 = 100cc/min |
| 950°C       | 10min | N2 = 800cc/min, O2 = 100cc/min                  |

Contrôle de la résistivité : mesure au testeur quatre pointe.

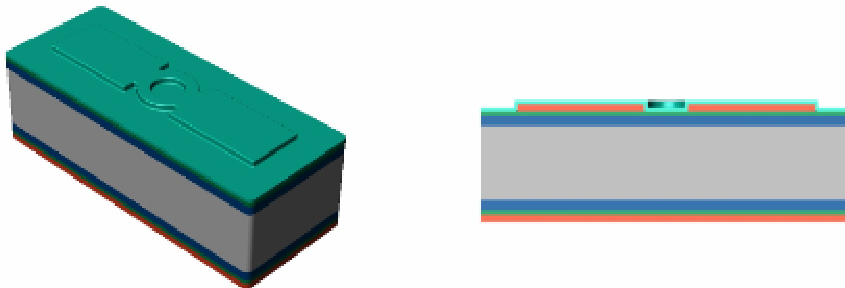
#### V - DELIMITATION DU DESIGN DES RESISTANCES :

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| Déshydratation masque :              | étuve (100°C) 20min.   |
| Déshydratation plaque Silicium :     | étuve (200°C) 20min.   |
| Dépôt promoteur d'adhérence :        | Hexa MéthylDisilaSane (HMDS) sous vapeur.  |
| Enduction de résine à la tournette : | AZ1529 (5000Tr/min, 5000Tr/min/s, 30s).  |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante 105°C pendant 1min.  |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS. 12s 20mW/cm <sup>2</sup> à 405nm.   |
| Développement :                      | AZ développer + eau DI (1/1) pendant 30s.  |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.   |
| Post recuit :                        | Plaque chauffante 115°C pendant 1min.  |
| Gravure polysilicium :               | « Deep Reactive Ionique Etching » réalisé à l'ICP de chez STS. Mélange de SF6 & CF4. Pression : 10mT, Puissance RF : 450 W. 0,4µm/min. |
| Dissolution résine :                 | Plasma O2. TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor. Puissance 800W, débit O2 1000ccm, 15min.  |



## VI - DEPOT D'OXYDE DE SILICIUM PECVD ( $E=0,5\mu\text{m}$ ) :

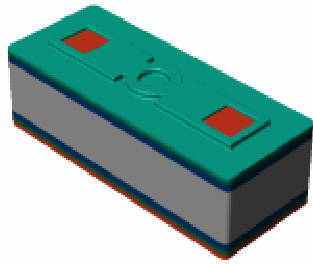
|             |                                       |
|-------------|---------------------------------------|
| Nettoyage : | H2SO4+H2O2 (1/1) 2min rinçage eau DI. |
| Dépôt :     | SiH4 + N2O, 300°C, 6000Angström/min.  |



Cet oxyde réalisé à basse fréquence et basse température permet de ne pas rajouter ou peu des contraintes.

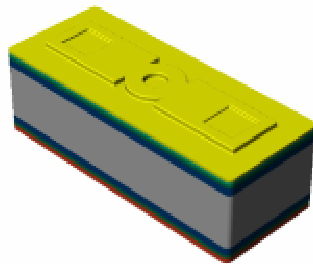
## VII - OUVERTURE DANS L'OXYDE POUR PRISE DE CONTACT OR :

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| Déshydratation masque :              | étuve (100°C) 20min.  |
| Déshydratation plaque Silicium :     | étuve (200°C) 20min.  |
| Dépôt promoteur d'adhérence :        | HMDS.   |
| Enduction de résine à la tournette : | AZ1529 (5000Tr/min, 5000Tr/min/s, 30s).   |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante 105°C pendant 1min.   |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS 12s 20mW/cm <sup>2</sup> à 405nm.                                 |
| Développement :                      | AZ développer + eau DI (1/1) pendant 30s.   |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Post recuit :                        | Plaque chauffante 115°C pendant 1min.   |
| Attaque chimique :                   | Les zones ouvertes dans la résine sont attaquées au buffer HF.                            |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Dissolution résine :                 | Plasma O2. TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor. Puissance 800W, débit O2 1000ccm, 15min. |



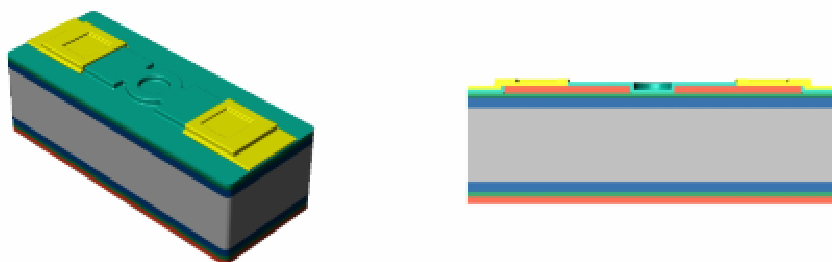
### VIII - DEPOT DE CHROME/OR (500ANGSTRÖM DE CHROME ET 1µM D'OR) :

|                |  |
|----------------|--|
| Préchauffage : | 1h à 150°C.  |
| Dépôt :        | Variant 3119M COATER SYSTEM. (Planétaire, évaporation avec canon électron, Vit 20Angström/min, 150°C, 5*10 <sup>-7</sup> Tor). |



### IX - DELIMITATION DES PISTES EN OR :

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| Déshydratation masque :              | étuve (100°C) 20min.   |
| Déshydratation plaque Silicium :     | étuve (200°C) 20min.   |
| Enduction de résine à la tournette : | AZ1529 (5000Tr/min, 5000Tr/min/s, 30s).  |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante 105°C pendant 1min.  |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS 12s 20mW/cm <sup>2</sup> à 405nm.  |
| Développement :                      | AZ développer + eau DI (1/1) pendant 30s.  |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.   |
| Post recuit :                        | Plaque chauffante 115°C pendant 1min.  |
| Attaque chimique :                   | Les zones ouvertes dans la résine sont attaquées au KI + I <sub>2</sub> .  |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.   |
| Attaque chimique :                   | Les zones ouvertes dans la résine sont maintenant attaquées au « Microform Chromium Etchant V » de chez Rockwood.  |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.   |
| Dissolution résine :                 | Plasma O <sub>2</sub> . TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor. Puissance 800W, débit O <sub>2</sub> 1000ccm, 15min. |



## X - RECUI DE L'OR :

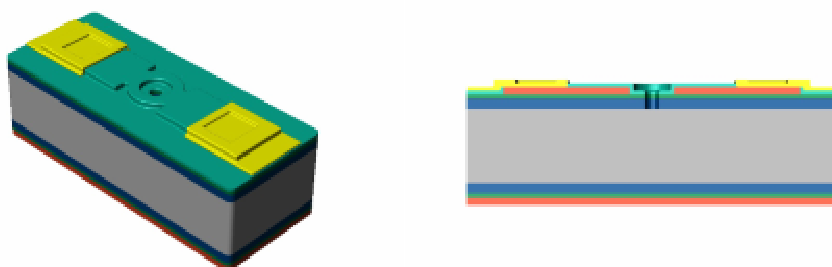
Recuit dans un four.

| Température | Temps | Gaz |
|-------------|-------|-----|
| 250°C       | 20min | N2  |

## XI - OUVERTURE DES TROUS D'EJECTION DANS LA MEMBRANE :

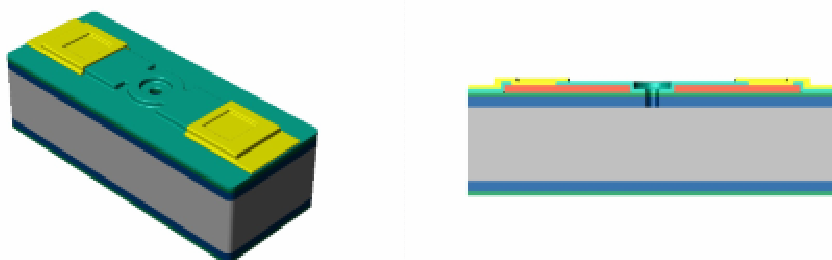
|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| Déshydratation masque :              | étuve (100°C) 20min.  |
| Déshydratation plaque Silicium :     | étuve (200°C) 20min.  |
| Dépôt promoteur d'adhérence :        | HMDS.   |
| Enduction de résine à la tournette : | AZ4562 (5000Tr/min, 2000Tr/min/s, 30s).   |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante 115°C pendant 2min.   |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS 12s 20mW/cm <sup>2</sup> à 405nm.   |
| Développement :                      | AZ 400K + eau DI (20ml/70ml) toutes les 30s rinçage à l'eau DI.   |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Attaque chimique :                   | Les zones ouvertes dans la résine sont attaquées au buffer HF. (Rinçage régulier à l'eau DI pour renouveler la solution au niveau des petites ouvertures) |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Gravure ionique réactive :           | utilisation de la GIR100 de chez Alcatel. Débit CF4 : 50ccm. Pression : 200µBar, Puissance RF : 60 W. temps : 1H30.                                       |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Dissolution résine :                 | Plasma O2. TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor. Puissance 800W, débit O2 1000ccm, 15min.   |





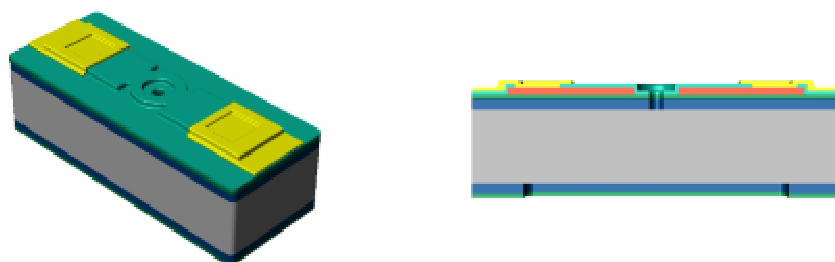
## XII - PRE OUVERTURE DANS LA COUCHE DE POLYSILICIUM :

|  |   |
|--|---|
| Protection face avant :                    | Cire Apièzon.   |
| Gravure polysilicium sur la face arrière : | Bain attaque polysilicium (1vol.HF + 71vol.HNO3 + 28vol.H2O). |
| Contrôle :                                 | celui-ci est visuel, on obtient un changement de couleur.     |
| Dissolution Cire :                         | Trichlo + acétone + eau DI.                                   |
| Séchage :                                  | Azote.  |



## XIII - PRE OUVERTURE DANS LES COUCHES DE NITRURE ET D'OXYDE :

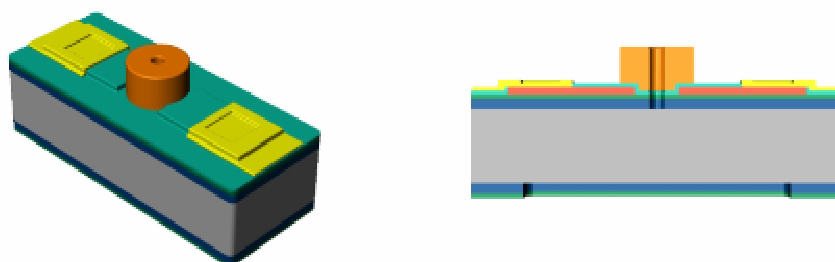
|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| Séchage masque :                     | étuve (100°C) 20min.  |
| Séchage plaque Silicium :            | étuve (200°C) 20min.  |
| Dépôt promoteur d'adhérence :        | HMDS.   |
| Enduction de résine à la tournette : | AZ4562 (5000Tr/min, 2000Tr/min/s, 30s).   |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante 115°C pendant 2min.   |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS 12s 20mW/cm <sup>2</sup> à 405nm.   |
| Développement :                      | AZ 400K + eau DI (20ml/70ml) toutes les 30s rinçage à l'eau DI.   |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Gravure ionique réactive :           | utilisation de la GIR100 de chez Alcatel. Débit CF4 : 50ccm. Pression : 200µBar, Puissance RF : 60 W. temps : 1H30. |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Dissolution résine :                 | Plasma O2. TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor. Puissance 800W, débit O2 1000ccm, 15min.                           |



#### XIV - REALISATION DES BUSES EN SU8 :

La Su8 est une résine structurale permettant de faire de forte épaisseur comme ici 80 $\mu$ m. elle est aussi de type époxy et photosensible ce qui nous permet de l'utiliser en photolithographie.

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| Séchage masque :                     | étuve (100°C) 20min.   |
| Nettoyage :                          | plasma O2. Puissance 800W, Dédit O2 1000ccm, 1min.   |
| Enduction de résine à la tournette : | Su8 2075Flex (500Tr/min, 100Tr/min/s, 5s ; 2000Tr/min, 300Tr/min/s, 30s). Volume 9ml.  |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante programmable. (5min à 65°C, 19min à 95°C, Descente à 25°C).  |
| Bourrelet :                          | enlèvement de résine sur le bord de la plaque pour faciliter la photolithographie. La plaquette est disposée sur la tournette (5000Tr/min, 5000Tr/min/s, 30s) et munie d'une seringue contenant de l'acétone on balaye perpendiculairement le bord de la plaque. |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS 85s 10mW/cm <sup>2</sup> à 365nm.  |
| Post recuit :                        | Plaque chauffante programmable. (1min à 65°C, 9min à 95°C, Descente à 25°C).   |
| Développement :                      | Propylène Glycol Monométhyl Ether Acétate (PGMEA) rinçage à l'isopropanol.   |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.   |
| Recuit final :                       | Plaque chauffante programmable. (1min à 65°C, 1min à 110°C, Descente à 25°C).  |

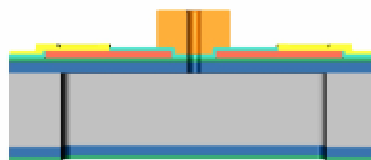
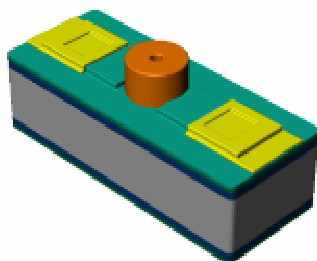


Les buses sont réalisées, la hauteur est contrôlée au Tencor.

## XV - OUVERTURE DES MEMBRANES :

La résine utilisée pour la délimitation des zones de gravure est une résine dite épaisse qui est réalisée uniquement par les membres de l'équipe du groupe TEAM dont ils sont les seuls d'ailleurs à connaître le procédé. Quoiqu'il en soit, les plaques reçoivent cette protection.

|                                     |   |
|-------------------------------------|---|
| Protection face avant par Collage : | Patte thermique disposée à la seringue sur le tour de la plaque sans fermer le contour. Disposition d'une plaque de silicium poly double face. (Méplat aligné).                 |
| Dégazage :                          | « Wafer Substrate Bonding ».  |
| Gravure silicium :                  | « Deep Reactive Ionique Etching » réalisé à l'ICP de chez STS. SF6 plasma de gravure & C4F8 plasma de passivation des flancs. Pression : 30mTor, Puissance RF : 800 W. 3µm/min. |
| Contrôle :                          | observation au microscope optique.  |
| Dissolution résine :                | Plasma O2. TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor. Puissance 800W, débit O2 1000ccm, 15min.   |
| Décollage :                         | plaque chauffante pour ramollir la graisse thermique.   |
| Séparation des puces :              | grâce aux chemins de découpe gravés en même temps que l'ouverture de la membrane, les puces se détachent facilement.  |



*Remarque :* Comme l'ouverture doit se faire sur 525µm d'épaisseur la plaquette subit une forte augmentation de température sur le temps que dure la gravure. Cette montée en température pourrait si elle n'était pas évacuée contraindre fortement les membranes mais aussi le substrat. Le bâti de gravure comporte un système de refroidissement par un flux d'hélium qui vient sous pression au dos de la face gravée. Or la face mise en regard de ce flux est la face avant et la pression exercée par ce flux briserait les membranes juste après leur libération. C'est pour éviter cela que la plaque est collée à l'aide d'une patte thermique et du « wafer Substrate Bonding » a une autre plaque de silicium (le coté poli en regard du flux pour une meilleure évacuation de chaleur). La colle est mise sur le pourtour de la plaque mais ce dernier n'est pas fermé pour laisser les pressions s'équilibrer avec la montée en température.

# Annexe 2

Procédé de réalisation

de vecteur de

microéjecteurs

« ronds » avec diodes

L'évolution du procédé est présenté ici pour un des trentes microéjecteur que contient la puce et pour une sous famille de trois diodes implantées. Une vue en trois dimensions et une vue en coupe dans l'axe de la résistance permettent de rendre compte des effets de chaque étape.

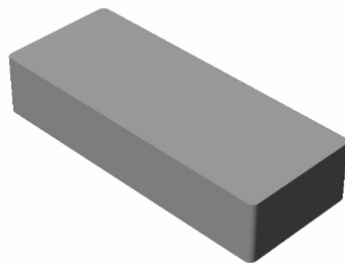
Le substrat utilisé est du silicium : Orientation cristalline (100).  
 Epaisseur de 525 $\mu$ m.  
 Type P.

## I - CROISSANCE THERMIQUE D'OXYDE DE SILICIUM SiO<sub>2</sub> (E=1,4 $\mu$ M)

### 1 - Nettoyage avant oxydation :

Lors de sa conservation, une couche d'oxyde dit «oxyde natif» croit avec le temps.

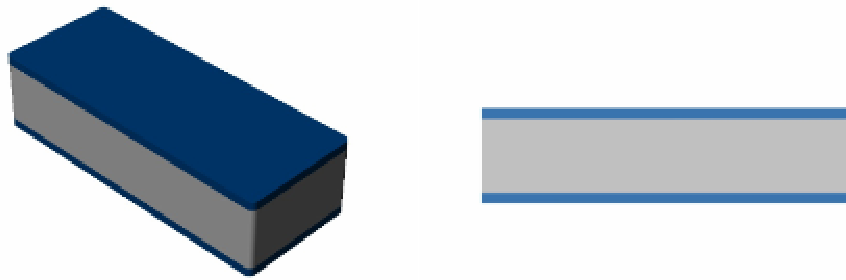
|                           |  |
|---------------------------|--|
| Décontamination organique | H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (1/1) 2min rinçage eau DI. |
| Attaque SiO <sub>2</sub>  | HF dilué (10%) 30s Rinçage eau DI.   |
| Séchage                   | Rinceur/Sécheur par centrifugation Semitool PSC-101                                      |



### 2 - Oxydation thermique :

Réalisé dans un four

| Température | Temps   | Débits                     |
|-------------|---------|----------------------------|
| 600°C       | 5s      | N <sub>2</sub> = 1,5 l/min |
| 600°C       | 5s      | O <sub>2</sub> = 3 l/min   |
| 1150°C      | 55min   | O <sub>2</sub> = 3 l/min   |
| 1150°C      | 30min   | O <sub>2</sub> = 3l/min    |
| 1150°C      | 3h10min | H <sub>2</sub> = 1,8cc/min |
| 1150°C      | 2h      | O <sub>2</sub> = 3l/min    |
| 1150°C      | 10min   | Ar = 3l/min                |
| 600°C       | 1h      | Ar = 3l/min                |
| 600°C       | 10s     | Ar = 3l/min                |
| 600°C       | 10s     | N <sub>2</sub> = 0,5 l/min |

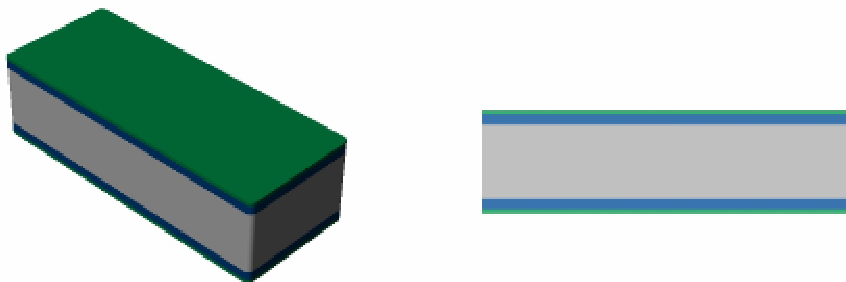


Contrôle de l'épaisseur : ellipso mètre (Rocolph research auto el).

## II - CROISSANCE THERMIQUE DE NITRURE DE SILICIUM NON STOECHIOMETRIQUE $\text{SiN}_x$ ( $E=0,6\mu\text{m}$ ) :

Réalisé dans un four.

| Température | Vitesse de dépôt  | Gaz                                       | Pression |
|-------------|-------------------|---|----------|
| 800°C       | 66,7 Angstrom/min | $\text{SiH}_2\text{Cl}_2$ & $\text{NH}_3$ | 400mTorr |



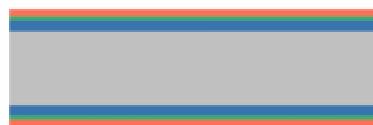
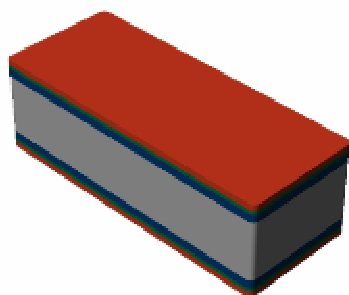
Contrôle de l'épaisseur : ellipso mètre (Rocolph research auto el).

A ce stade, la membrane est réalisée.

## III - DEPOT D'UN FILM DE POLYSILICIUM ( $E=0,5\mu\text{m}$ ) PAR LPCVD:

Réalisée dans un four.

| Température | Vitesse de dépôt | Gaz            | Pression |
|-------------|------------------|----------------|----------|
| 605°C       | 90Angstrom/min   | $\text{SiH}_4$ | 300mTorr |



Contrôle de l'épaisseur : mesure au profilomètre.

#### IV - IMPLANTATION PLEINE PLAQUE

Deux types de lot d'implantation sont réalisés à l'aide de l'implanteur du LAAS, le NV4206.

Lot A :

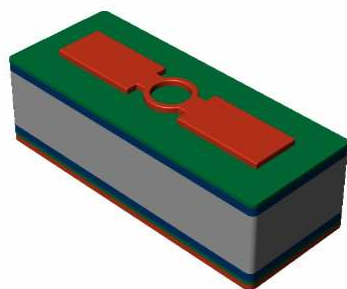
|                   |  |
|-------------------|--|
| Dopant :          | As                                     |
| Origine :         | Arsenic                                |
| Refroidissement : | Oui                                    |
| Température :     | -5°C.                                  |
| Dose :            | 6*10 <sup>15</sup> atm/cm <sup>2</sup> |
| Energie :         | 50 KeV.                                |
| Courant limite :  | 180µA                                  |
| Masquage          | Non                                    |

Lot B :

|                   |  |
|-------------------|--|
| Dopant :          | B+                                       |
| Origine :         | BF3                                      |
| Refroidissement : | non                                      |
| Température :     |  |
| Dose :            | 3,2*10 <sup>14</sup> atm/cm <sup>2</sup> |
| Energie :         | 50 KeV.                                  |
| Courant limite :  | 30µA                                     |
| Masquage          | Non                                      |

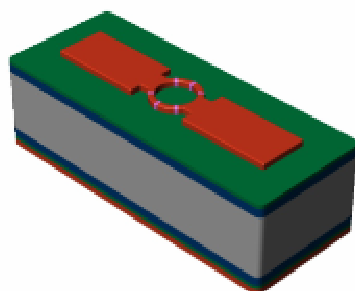
#### V - DELIMITATION DU DESIGN DES RESISTANCES :

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| Déshydratation masque :              | étuve (100°C) 20min.   |
| Déshydratation plaque Silicium :     | étuve (200°C) 20min.   |
| Dépôt promoteur d'adhérence :        | Hexa MéthylDissilaSane (HMDS) sous vapeur.   |
| Enduction de résine à la tournette : | AZ1529 (5000Tr/min, 5000Tr/min/s, 30s).  |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante 105°C pendant 1min.  |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS. 12s 20mW/cm <sup>2</sup> à 405nm.   |
| Développement :                      | AZ développer + eau DI (1/1) pendant 30s.  |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.   |
| Post recuit :                        | Plaque chauffante 115°C pendant 1min.  |
| Gravure polysilicium :               | « Deep Reactive Ionique Etching » réalisé à l'ICP de chez STS. Mélange de SF6 & CF4. Pression : 10mT, Puissance RF : 450 W. 0,4µm/min. |
| Dissolution résine :                 | Plasma O2. TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor. Puissance 800W, débit O2 1000ccm, 15min.  |



## VI - IMPLANTATION LOCALISEE :

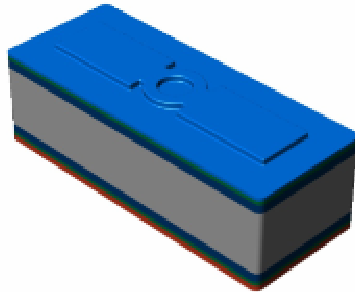
| Déshydratation masque :  | étuve (100°C) 20min.  |                   |  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |      |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
|--|---|-------------------|--|---------|--|----------|----|----------|----|-----------|-----|-----------|------|-------------------|-----|-------------------|-----|---------------|-------|---------------|------|------------|---|------------|---|--------|--|--------|--|-----------|---------|-----------|---------|------------------|------|------------------|-------|------------|--------|------------|--------|
| Déshydratation plaque Silicium :   | étuve (200°C) 20min.  |                   |  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |      |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Dépôt promoteur d'adhérence :  | Hexa MéthylDissilaSane (HMDS) sous vapeur.  |                   |  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |      |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Enduction de résine à la tournette :   | AZ1529 (5000Tr/min, 5000Tr/min/s, 30s).   |                   |  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |      |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Pré recuit :   | Plaque chauffante 105°C pendant 1min.   |                   |  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |      |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Alignement insolation :  | MA150 de chez KARL SUSS. 12s 20mW/cm <sup>2</sup> à 405nm.  |                   |  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |      |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Développement :  | AZ développer + eau DI (1/1) pendant 30s.   |                   |  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |      |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Contrôle :   | observation au microscope optique.  |                   |  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |      |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Post recuit :  | Plaque chauffante 115°C pendant 1min.   |                   |  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |      |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Implantation :   |   |                   |  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |      |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th colspan="2" style="text-align: center;">Lot A :</th> <th colspan="2" style="text-align: center;">Lot B :</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Dopant :</td> <td>B+</td> <td>Dopant :</td> <td>As</td> </tr> <tr> <td>Origine :</td> <td>BF3</td> <td>Origine :</td> <td>AsF3</td> </tr> <tr> <td>Refroidissement :</td> <td>Oui</td> <td>Refroidissement :</td> <td>Oui</td> </tr> <tr> <td>Température :</td> <td>-6°C.</td> <td>Température :</td> <td>-6°C</td> </tr> <tr> <td>Pression :</td> <td>2</td> <td>Pression :</td> <td>2</td> </tr> <tr> <td>Dose :</td> <td>3*10<sup>16</sup> atm/cm<sup>2</sup></td> <td>Dose :</td> <td>4*10<sup>16</sup> atm/cm<sup>2</sup></td> </tr> <tr> <td>Energie :</td> <td>30 KeV.</td> <td>Energie :</td> <td>30 KeV.</td> </tr> <tr> <td>Courant limite :</td> <td>85µA</td> <td>Courant limite :</td> <td>140µA</td> </tr> <tr> <td>Masquage :</td> <td>Résine</td> <td>Masquage :</td> <td>Résine</td> </tr> </tbody> </table> |   | Lot A :           |  | Lot B : |  | Dopant : | B+ | Dopant : | As | Origine : | BF3 | Origine : | AsF3 | Refroidissement : | Oui | Refroidissement : | Oui | Température : | -6°C. | Température : | -6°C | Pression : | 2 | Pression : | 2 | Dose : | 3*10 <sup>16</sup> atm/cm <sup>2</sup> | Dose : | 4*10 <sup>16</sup> atm/cm <sup>2</sup> | Energie : | 30 KeV. | Energie : | 30 KeV. | Courant limite : | 85µA | Courant limite : | 140µA | Masquage : | Résine | Masquage : | Résine |
| Lot A :  |   | Lot B :           |  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |      |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Dopant :   | B+  | Dopant :          | As                                     |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |      |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Origine :  | BF3   | Origine :         | AsF3                                   |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |      |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Refroidissement :  | Oui   | Refroidissement : | Oui                                    |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |      |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Température :  | -6°C.   | Température :     | -6°C                                   |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |      |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Pression :   | 2   | Pression :        | 2                                      |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |      |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Dose :   | 3*10 <sup>16</sup> atm/cm <sup>2</sup>  | Dose :            | 4*10 <sup>16</sup> atm/cm <sup>2</sup> |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |      |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Energie :  | 30 KeV.   | Energie :         | 30 KeV.                                |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |      |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Courant limite :   | 85µA  | Courant limite :  | 140µA                                  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |      |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Masquage :   | Résine  | Masquage :        | Résine                                 |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |      |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Dissolution résine :   | Plasma O2. TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor. Puissance 800W, débit O2 1000ccm, suivant les doses de 15min à 1h. |                   |  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |      |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |





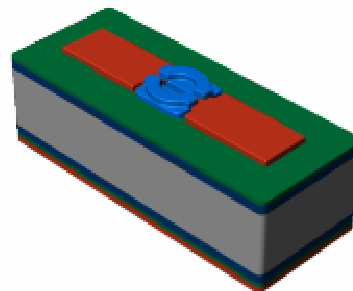
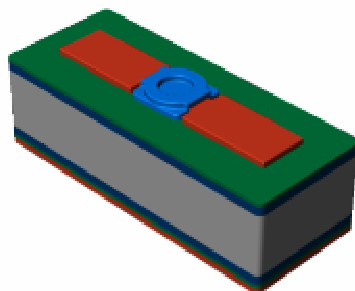
### VII - DEPOT D'OXYDE DE SILICIUM PECVD (E=0,75µM):

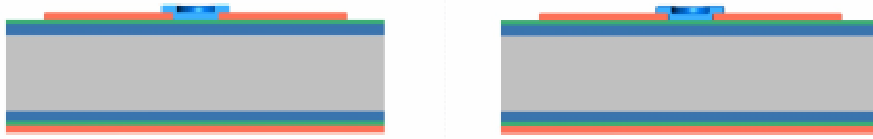
|             |                                       |
|-------------|---------------------------------------|
| Nettoyage : | H2SO4+H2O2 (1/1) 2min rinçage eau DI. |
| Dépôt :     | SiH4 + N2O, 300°C, 6000Angström/min.  |



### VIII – DESIGN DES MASQUES DE PROTECTION DES ZONES IMPLANTEES :

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| Déshydratation masque :              | étuve (100°C) 20min.  |
| Déshydratation plaque Silicium :     | étuve (200°C) 20min.  |
| Dépôt promoteur d'adhérence :        | HMDS.   |
| Enduction de résine à la tournette : | AZ1529 (5000Tr/min, 5000Tr/min/s, 30s).   |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante 105°C pendant 1min.   |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS 12s 20mW/cm <sup>2</sup> à 405nm.                                 |
| Développement :                      | AZ développer + eau DI (1/1) pendant 30s.   |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Post recuit :                        | Plaque chauffante 115°C pendant 1min.   |
| Attaque chimique :                   | Les zones ouvertes dans la résine sont attaquées au buffer HF.                            |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Dissolution résine :                 | Plasma O2. TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor. Puissance 800W, débit O2 1000ccm, 15min. |

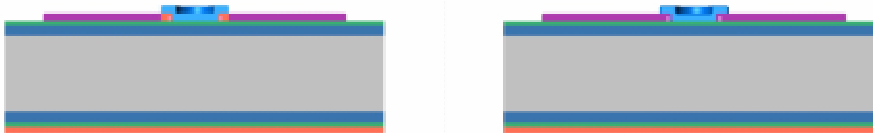
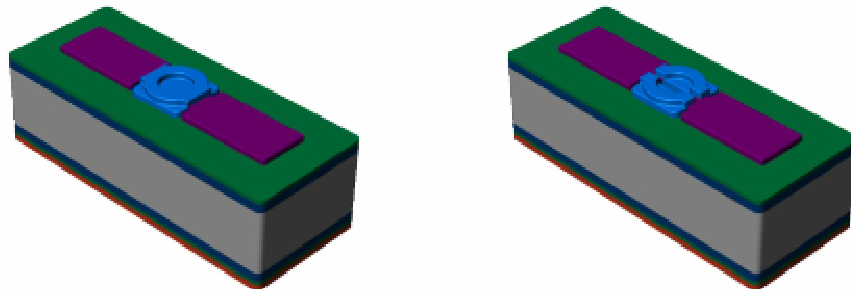




## IX – DOPAGE DU POLYSILICIUM PAR DIFFUSION ET ACTIVATION DES ZONES IMPLANTEES:

Réalisé dans un four.

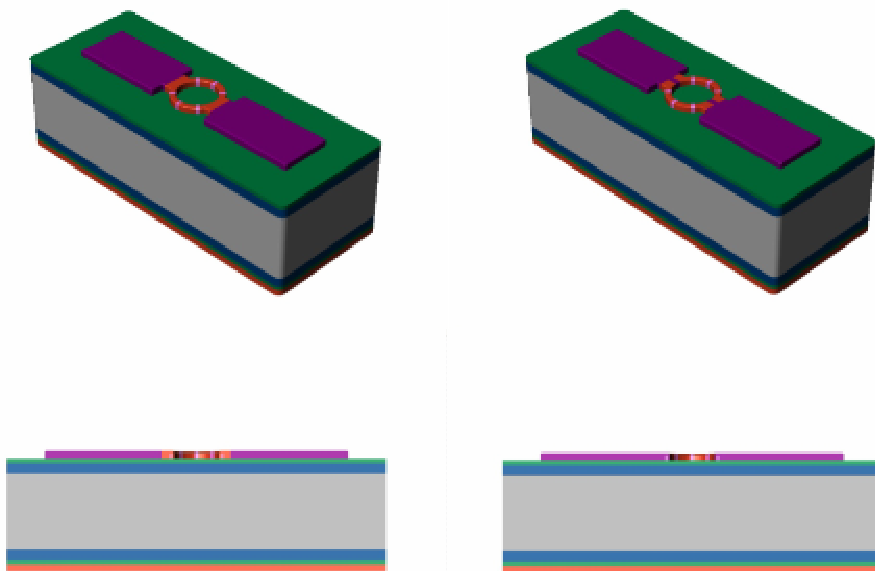
| Température | Temps | Débits  |
|-------------|-------|---|
| 950°C       | 5min  | N2 = 800cc/min, O2 = 100cc/min                  |
| 950°C       | 10min | POCl3 = 25mg/min N2 = 800cc/min, O2 = 100cc/min |
| 950°C       | 10min | N2 = 800cc/min, O2 = 100cc/min                  |
| 905°C       | 10min | N2 = 800cc/min                                  |



Contrôle de la résistivité : mesure au testeur quatre pointe.

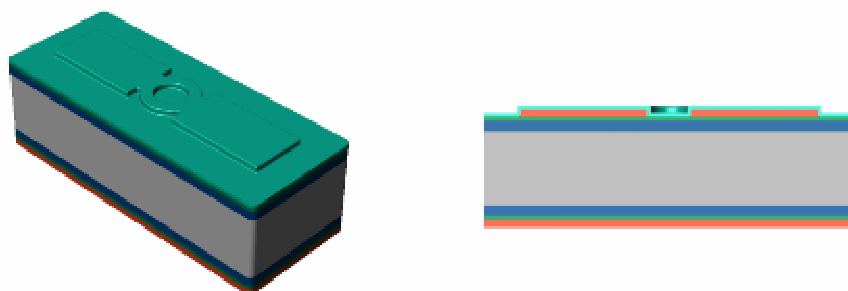
**X – RETRAIT DU MASQUE DE PROTECTION EN OXYDE :**

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| Déshydratation masque :              | étuve (100°C) 20min.   |
| Déshydratation plaque Silicium :     | étuve (200°C) 20min.   |
| Dépôt promoteur d'adhérence :        | HMDS.  |
| Enduction de résine à la tournette : | AZ1529 (5000Tr/min, 5000Tr/min/s, 30s).  |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante 105°C pendant 1min.  |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS 12s 20mW/cm <sup>2</sup> à 405nm.  |
| Développement :                      | AZ développer + eau DI (1/1) pendant 30s.  |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.   |
| Post recuit :                        | Plaque chauffante 115°C pendant 1min.  |
| Attaque chimique :                   | Les zones ouvertes dans la résine sont attaquées au buffer HF.   |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.   |
| Dissolution résine :                 | Plasma O <sub>2</sub> . TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor. Puissance 800W, débit O <sub>2</sub> 1000ccm, 15min. |



**XI - DEPOT D'OXYDE DE SILICIUM PECVD (E=0,5µm) :**

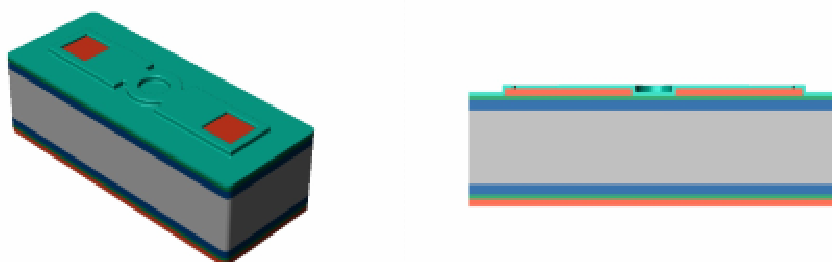
|             |  |
|-------------|--|
| Nettoyage : | H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (1/1) 2min rinçage eau DI. |
| Dépôt :     | SiH <sub>4</sub> + N <sub>2</sub> O, 300°C, 6000Angström/min.                            |



Cet oxyde réalisé à basse fréquence et basse température permet de ne pas rajouter ou peu des contraintes.

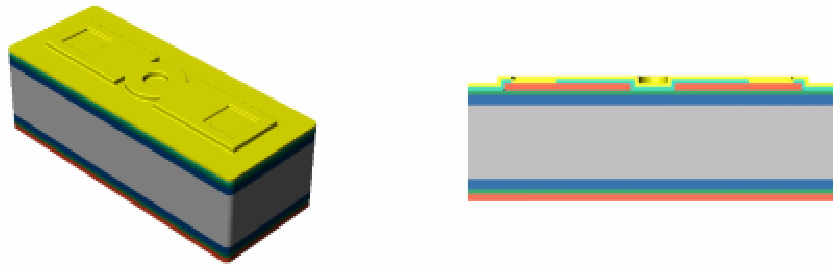
## XII - OUVERTURE DANS L'OXYDE POUR PRISE DE CONTACT OR :

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| Déshydratation masque :              | étuve (100°C) 20min.   |
| Déshydratation plaque Silicium :     | étuve (200°C) 20min.   |
| Dépôt promoteur d'adhérence :        | HMDS.  |
| Enduction de résine à la tournette : | AZ1529 (5000Tr/min, 5000Tr/min/s, 30s).  |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante 105°C pendant 1min.  |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS 12s 20mW/cm <sup>2</sup> à 405nm.  |
| Développement :                      | AZ développer + eau DI (1/1) pendant 30s.  |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.   |
| Post recuit :                        | Plaque chauffante 115°C pendant 1min.  |
| Attaque chimique :                   | Les zones ouvertes dans la résine sont attaquées au buffer HF.   |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.   |
| Dissolution résine :                 | Plasma O <sub>2</sub> . TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor. Puissance 800W, débit O <sub>2</sub> 1000ccm, 15min. |



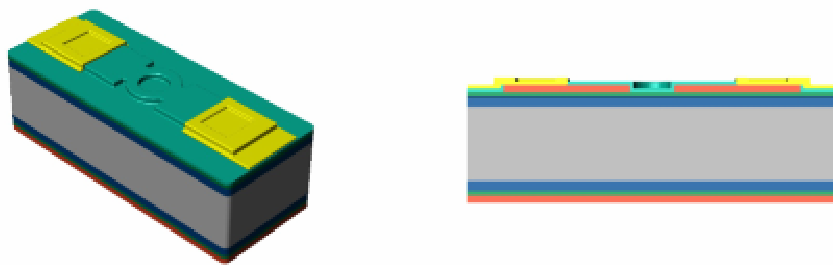
## XIII - DEPOT DE CHROME/OR (500ANGSTRÖM ET 1µM D'OR) :

|                |  |
|----------------|--|
| Préchauffage : | 1h à 150°C.  |
| Dépôt :        | Variant 3119M COATER SYSTEM. (Planétaire, évaporation avec canon électron, Vit 20Angström/min, 150°C, 5*10 <sup>-7</sup> Tor). |



#### XIV - DELIMITATION DES PISTES EN OR :

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| Séchage masque :                     | étuve (100°C) 20min.   |
| Séchage plaque Silicium :            | étuve (200°C) 20min.   |
| Enduction de résine à la tournette : | AZ1529 (5000Tr/min, 5000Tr/min/s, 30s).  |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante 105°C pendant 1min.  |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS 12s 20mW/cm <sup>2</sup> à 405nm.  |
| Développement :                      | AZ développer + eau DI (1/1) pendant 30s.  |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.   |
| Post recuit :                        | Plaque chauffante 115°C pendant 1min.  |
| Attaque chimique :                   | Les zones ouvertes dans la résine sont attaquées au KI + I <sub>2</sub> .  |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.   |
| Attaque chimique :                   | Les zones ouvertes dans la résine sont maintenant attaquées au « Microform Chromium Etchant V » de chez Rockwood.  |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.   |
| Dissolution résine :                 | Plasma O <sub>2</sub> . TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor. Puissance 800W, débit O <sub>2</sub> 1000ccm, 15min. |



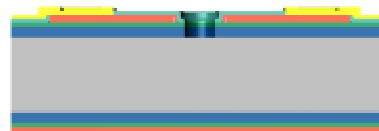
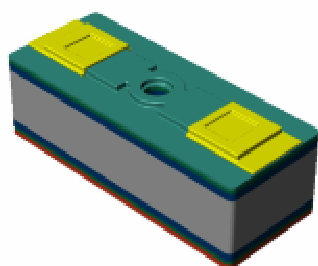
#### XV - RECUIF DE L'OR :

Recuit dans un four.

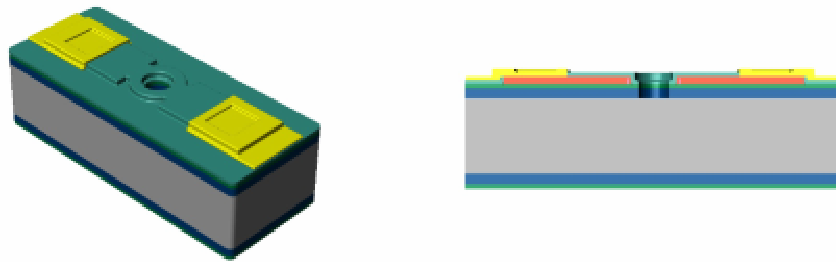
| Température | Temps | Gaz            |
|-------------|-------|----------------|
| 250°C       | 20min | N <sub>2</sub> |

**XVI - OUVERTURE DES TROUS D'EJECTION DANS LA MEMBRANE :**

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| Déshydratation masque :              | étuve (100°C) 20min.  |
| Déshydratation plaque Silicium :     | étuve (200°C) 20min.  |
| Dépôt promoteur d'adhérence :        | HMDS.   |
| Enduction de résine à la tournette : | AZ4562 (5000Tr/min, 2000Tr/min/s, 30s).   |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante 115°C pendant 2min.   |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS 12s 20mW/cm <sup>2</sup> à 405nm.   |
| Développement :                      | AZ 400K + eau DI (20ml/70ml) toutes les 30s rinçage à l'eau DI.   |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Attaque chimique :                   | Les zones ouvertes dans la résine sont attaquées au buffer HF. (Rinçage régulier à l'eau DI pour renouveler la solution au niveau des petites ouvertures) |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Gravure ionique réactive :           | utilisation de la GIR100 de chez Alcatel. Débit CF <sub>4</sub> : 50ccm. Pression : 200µBar, Puissance RF : 60 W. temps : 1H30.                           |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Dissolution résine :                 | Plasma O <sub>2</sub> . TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor. Puissance 800W, débit O <sub>2</sub> 1000ccm, 15min.  |

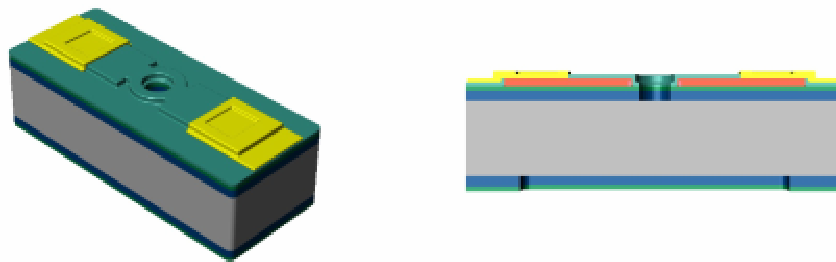
**XVII - PRE OUVERTURE DANS LA COUCHE DE POLYSILICIUM :**

|  |  |
|--|--|
| Protection face avant :                    | Cire Apièzon.  |
| Gravure polysilicium sur la face arrière : | Bain attaque polysilicium (1vol.HF + 71vol.HNO <sub>3</sub> + 28vol.H <sub>2</sub> O). |
| Contrôle :                                 | celui-ci est visuel, on obtient un changement de couleur.                              |
| Dissolution Cire :                         | Trichlo + acétone + eau DI.  |
| Séchage :                                  | Azote.   |



### XVIII - PRE OUVERTURE DANS LES COUCHES DE NITRURE ET D'OXYDE :

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| Séchage masque :                     | étuve (100°C) 20min.  |
| Séchage plaque Silicium :            | étuve (200°C) 20min.  |
| Dépôt promoteur d'adhérence :        | HMDS.   |
| Enduction de résine à la tournette : | AZ4562 (5000Tr/min, 2000Tr/min/s, 30s).   |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante 115°C pendant 2min.   |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS 12s 20mW/cm <sup>2</sup> à 405nm.   |
| Développement :                      | AZ 400K + eau DI (20ml/70ml) toutes les 30s rinçage à l'eau DI.   |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Gravure ionique réactive :           | utilisation de la GIR100 de chez Alcatel. Débit CF <sub>4</sub> : 50ccm. Pression : 200µBar, Puissance RF : 60 W. temps : 1H30. |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Dissolution résine :                 | Plasma O <sub>2</sub> . TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor. Puissance 800W, débit O <sub>2</sub> 1000ccm, 15min.              |

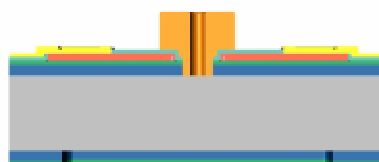
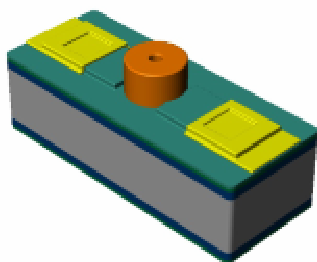


### XIX - REALISATION DES BUSES EN SU8 :

La Su8 est une résine structurale permettant de faire de forte épaisseur comme ici 100µm. elle est aussi de type époxy et photosensible ce qui nous permet de l'utiliser en photolithographie. Pour cette étape technologique, deux types de résine Su8 sont utilisés. La première est la 2005Flex qui est moins visqueuse et permet une meilleure « planarisation » au

niveau du trou dans la membrane de manière à faire une bonne assise pour la buse. Le reste de la buse est réalisé comme d'habitude la 2075Flex.

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| Séchage masque :                     | étuve (100°C) 20min.   |
| Nettoyage :                          | plasma O2. Puissance 800W, Débit O2 1000ccm, 1min.   |
| Enduction de résine à la tournette : | Su8 2005Flex (700Tr/min, 300Tr/min/s, 30s). Volume 6ml.  |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante programmable. (1min à 65°C, 2min à 95°C, Descente à 25°C).   |
| Enduction de résine à la tournette : | Su8 2075Flex (500Tr/min, 100Tr/min, 5s ; 2000Tr/min, 300Tr/min/s, 30s). Volume 9ml.  |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante programmable. (5min à 65°C, 19min à 95°C, Descente à 25°C).  |
| Bourrelet :                          | enlèvement de résine sur le bord de la plaque pour faciliter la photolithographie. La plaquette est disposée sur la tournette (5000Tr/min, 5000Tr/min/s, 30s) et munie d'une seringue contenant de l'acétone on balaye perpendiculairement le bord de la plaque. |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS 85s 10mW/cm <sup>2</sup> à 365nm.  |
| Post recuit :                        | Plaque chauffante programmable. (1min à 65°C, 9min à 95°C, Descente à 25°C).   |
| Développement :                      | Propylène Glycol Monométhyl Ether Acétate (PGMEA) rinçage à l'isopropanol.   |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.   |
| Recuit final :                       | Plaque chauffante programmable. (1min à 65°C, 1min à 110°C, Descente à 25°C).  |



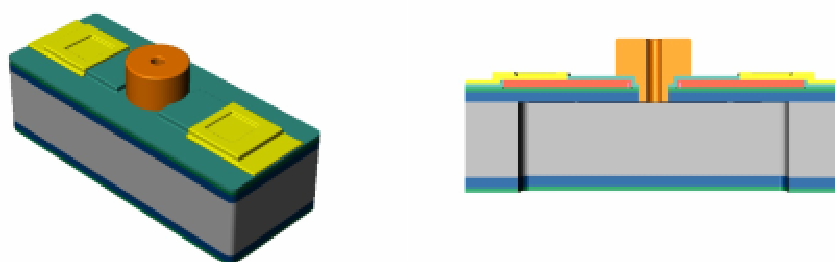
Les buses sont réalisées, la hauteur est contrôlée au Tencor.

## XX - OUVERTURE DES MEMBRANES :

La résine utilisée pour la délimitation des zones de gravure est une résine dite épaisse qui est réalisée uniquement par les membres de l'équipe du groupe TEAM dont ils sont les seuls d'ailleurs à connaître le process. Quoiqu'il en soit, les plaques reçoivent cette protection.



|                                     |   |
|-------------------------------------|---|
| Protection face avant par Collage : | Patte thermique disposé à la seringue sur le tour de la plaque sans fermé le contour. Disposition d'une plaque de silicium poly double face. (Méplat aligné).                   |
| Dégazage :                          | « Wafer Substrate Bonding ».  |
| Gravure silicium :                  | « Deep Reactive Ionique Etching » réalisé à l'ICP de chez STS. SF6 plasma de gravure & C4F8 plasma de passivation des flancs. Pression : 30mTor, Puissance RF : 800 W. 3µm/min. |
| Contrôle :                          | observation au microscope optique.  |
| Dissolution résine :                | Plasma O2. TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor. Puissance 800W, débit O2 1000ccm, 15min.   |
| Décollage :                         | plaque chauffante pour ramollir la graisse thermique.   |
| Nettoyage :                         |   |
| Séparation des puces :              | grâce aux chemins de découpe gravés en même temps que l'ouverture de la membrane, les puces se détachent facilement.  |



Remarque : Comme l'ouverture doit se faire sur 525µm d'épaisseur, la plaquette subit une forte augmentation de température sur le temps que dure la gravure. Cette montée en température pourrait si elle n'était pas évacuée contrairement fortement les membranes mais aussi le substrat. Le bâti de gravure comporte un système de refroidissement par un flux d'hélium qui vient sous pression au dos de la face gravée. Or la face mise en regard de ce flux est la face avant et la pression exercée par ce flux briserait les membranes juste après leur libération. C'est pour éviter cela que la plaque est collée à l'aide d'une patte thermique et du « wafer Substrate Bonding » à une autre plaque de silicium (le côté polie en regard du flux pour une meilleure évacuation de chaleur). La colle est mise sur le pourtour de la plaque mais ce dernier n'est pas fermé pour laisser les pressions s'équilibrer avec la montée en température.

# Annexe 3

Procédé de réalisation  
de matrice de  
microéjecteurs  
adressables

L'évolution du procédé est présenté ici pour un des soixante quatre micro-éjecteurs que comporte la première matrice décrite au début et pour une sous famille de trois diodes implantées. Une vue en trois dimensions et une vue en coupe dans l'axe de la résistance permettent de rendre compte des effets de chaque étape.

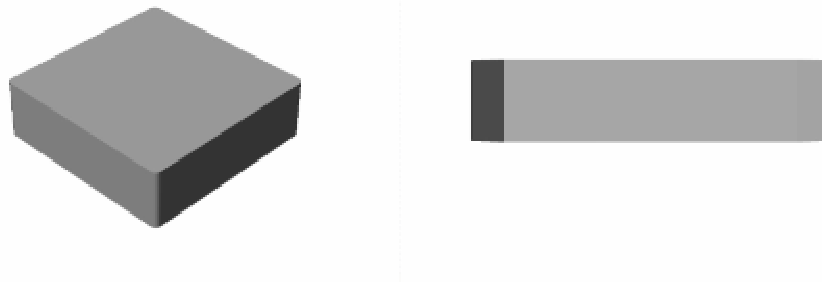
Le substrat utilisé est du silicium : Orientation cristalline (100).  
 Epaisseur de 525 $\mu$ m.  
 Type P.

## I - CROISSANCE THERMIQUE D'OXYDE DE SILICIUM SiO<sub>2</sub> (E=1,4 $\mu$ M)

### 1 - Nettoyage avant oxydation :

Lors de sa conservation, une couche d'oxyde dit «oxyde natif» croit avec le temps.

|                           |  |
|---------------------------|--|
| Décontamination organique | H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (1/1) 2min rinçage eau DI. |
| Attaque SiO <sub>2</sub>  | HF dilué (10%) 30s Rinçage eau DI.   |
| Séchage                   | Rinceur/Sécheur par centrifugation Semitool PSC-101                                      |

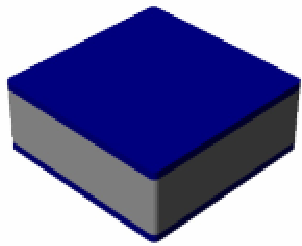


### 2 - Oxydation thermique :

Réalisé dans un four

| Température | Temps   | Débits                     |
|-------------|---------|----------------------------|
| 600°C       | 5s      | N <sub>2</sub> = 1,5 l/min |
| 600°C       | 5s      | O <sub>2</sub> = 3 l/min   |
| 1150°C      | 55min   | O <sub>2</sub> = 3 l/min   |
| 1150°C      | 30min   | O <sub>2</sub> = 3l/min    |
| 1150°C      | 3h10min | H <sub>2</sub> = 1,8cc/min |
| 1150°C      | 2h      | O <sub>2</sub> = 3l/min    |
| 1150°C      | 10min   | Ar = 3l/min                |
| 600°C       | 1h      | Ar = 3l/min                |
| 600°C       | 10s     | Ar = 3l/min                |
| 600°C       | 10s     | N <sub>2</sub> = 0,5 l/min |

Contrôle de l'épaisseur : ellipso mètre (Rocolph research auto el).



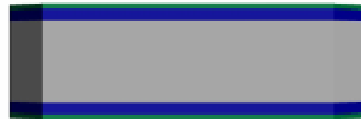
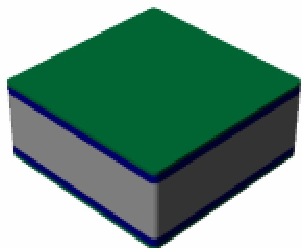
## II - CROISSANCE THERMIQUE DE NITRURE DE SILICIUM NON STœCHIOMETRIE SiNx (E=0,6µm) :

Réalisé dans un four.

| Température | Vitesse de dépôt  | Gaz  | Pression |
|-------------|-------------------|--|----------|
| 800°C       | 66,7 Angstrom/min | SiH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> & NH <sub>3</sub> | 400mTorr |

Contrôle de l'épaisseur : ellipso mètre (Rocolph research auto el).

A ce stade, la membrane est réalisée.

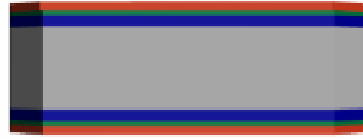
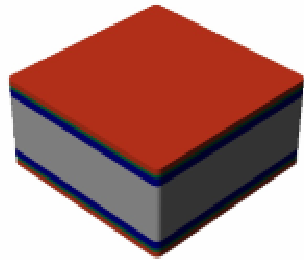


## III - DEPOT D'UN FILM DE POLYSILICIUM (E=0,5µm) PAR LPCVD:

Réalisé dans un four.

| Température | Vitesse de dépôt | Gaz              | Pression |
|-------------|------------------|------------------|----------|
| 605°C       | 90Angstrom/min   | SiH <sub>4</sub> | 300mTorr |

Contrôle de l'épaisseur : mesure au profilomètre.



#### IV - IMPLANTATION PLEINE PLAQUE

Deux types de lot d'implantation sont réalisés à l'aide de l'implanteur du LAAS, le NV4206.

Lot A :

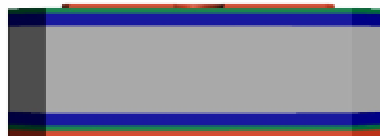
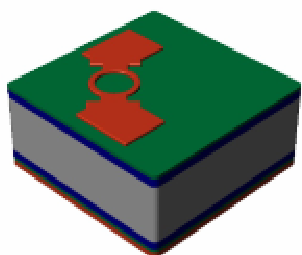
|                   |  |
|-------------------|--|
| Dopant :          | As                                     |
| Origine :         | Arsenic                                |
| Refroidissement : | Oui                                    |
| Température :     | -5°C.                                  |
| Dose :            | 6*10 <sup>15</sup> atm/cm <sup>2</sup> |
| Energie :         | 50 KeV.                                |
| Courant limite :  | 180µA                                  |
| Masquage          | Non                                    |

Lot B :

|                   |  |
|-------------------|--|
| Dopant :          | B+                                       |
| Origine :         | BF <sub>3</sub>                          |
| Refroidissement : | non                                      |
| Température :     |  |
| Dose :            | 3,2*10 <sup>14</sup> atm/cm <sup>2</sup> |
| Energie :         | 50 KeV.                                  |
| Courant limite :  | 30µA                                     |
| Masquage          | Non                                      |

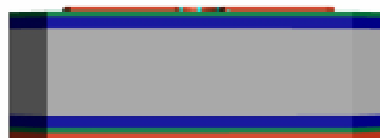
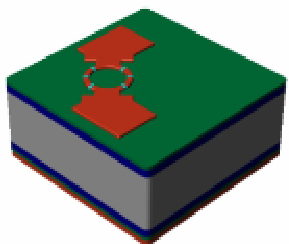
#### V - DELIMITATION DU DESIGN DES RESISTANCES :

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| Déshydratation masque :              | étuve (100°C) 20min.  |
| Déshydratation plaque Silicium :     | étuve (200°C) 20min.  |
| Dépôt promoteur d'adhérence :        | Hexa MéthylDissilaSane (HMDS) sous vapeur.  |
| Enduction de résine à la tournette : | AZ1529 (5000Tr/min, 5000Tr/min/s, 30s).   |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante 105°C pendant 1min.   |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS. 12s 20mW/cm <sup>2</sup> à 405nm.  |
| Développement :                      | AZ développer + eau DI (1/1) pendant 30s.   |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Post recuit :                        | Plaque chauffante 115°C pendant 1min.   |
| Gravure polysilicium :               | « Deep Reactive Ionique Etching » réalisé à l'ICP de chez STS. Mélange de SF <sub>6</sub> & CF <sub>4</sub> . Pression : 10mT, Puissance RF : 450 W. 0,4µm/min. |
| Dissolution résine :                 | Plasma O <sub>2</sub> . TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor. Puissance 800W, débit O <sub>2</sub> 1000ccm, 15min.  |



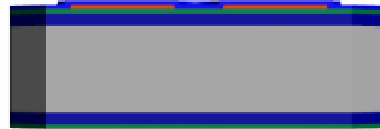
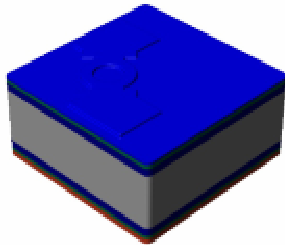
## VI - IMPLANTATION LOCALISEE :

| Déshydratation masque :  | étuve (100°C) 20min.  |                   |  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |    |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
|--|---|-------------------|--|---------|--|----------|----|----------|----|-----------|-----|-----------|------|-------------------|-----|-------------------|-----|---------------|-------|---------------|----|------------|---|------------|---|--------|--|--------|--|-----------|---------|-----------|---------|------------------|------|------------------|-------|------------|--------|------------|--------|
| Déshydratation plaque Silicium :   | étuve (200°C) 20min.  |                   |  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |    |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Dépôt promoteur d'adhérence :  | Hexa MéthylDissilaSane (HMDS) sous vapeur.  |                   |  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |    |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Enduction de résine à la tournette :   | AZ1529 (5000Tr/min, 5000Tr/min/s, 30s).   |                   |  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |    |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Pré recuit :   | Plaque chauffante 105°C pendant 1min.   |                   |  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |    |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Alignement insolation :  | MA150 de chez KARL SUSS. 12s 20mW/cm <sup>2</sup> à 405nm.  |                   |  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |    |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Développement :  | AZ développer + eau DI (1/1) pendant 30s.   |                   |  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |    |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Contrôle :   | observation au microscope optique.  |                   |  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |    |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Post recuit :  | Plaque chauffante 115°C pendant 1min.   |                   |  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |    |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Implantation :   |   |                   |  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |    |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th colspan="2" style="text-align: center;">Lot A :</th> <th colspan="2" style="text-align: center;">Lot B :</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Dopant :</td> <td>B+</td> <td>Dopant :</td> <td>As</td> </tr> <tr> <td>Origine :</td> <td>BF3</td> <td>Origine :</td> <td>AsF3</td> </tr> <tr> <td>Refroidissement :</td> <td>Oui</td> <td>Refroidissement :</td> <td>Oui</td> </tr> <tr> <td>Température :</td> <td>-6°C.</td> <td>Température :</td> <td>-6</td> </tr> <tr> <td>Pression :</td> <td>2</td> <td>Pression :</td> <td>2</td> </tr> <tr> <td>Dose :</td> <td>3*10<sup>16</sup> atm/cm<sup>2</sup></td> <td>Dose :</td> <td>4*10<sup>16</sup> atm/cm<sup>2</sup></td> </tr> <tr> <td>Energie :</td> <td>30 KeV.</td> <td>Energie :</td> <td>30 KeV.</td> </tr> <tr> <td>Courant limite :</td> <td>85µA</td> <td>Courant limite :</td> <td>140µA</td> </tr> <tr> <td>Masquage :</td> <td>Résine</td> <td>Masquage :</td> <td>Résine</td> </tr> </tbody> </table> |   | Lot A :           |  | Lot B : |  | Dopant : | B+ | Dopant : | As | Origine : | BF3 | Origine : | AsF3 | Refroidissement : | Oui | Refroidissement : | Oui | Température : | -6°C. | Température : | -6 | Pression : | 2 | Pression : | 2 | Dose : | 3*10 <sup>16</sup> atm/cm <sup>2</sup> | Dose : | 4*10 <sup>16</sup> atm/cm <sup>2</sup> | Energie : | 30 KeV. | Energie : | 30 KeV. | Courant limite : | 85µA | Courant limite : | 140µA | Masquage : | Résine | Masquage : | Résine |
| Lot A :  |   | Lot B :           |  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |    |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Dopant :   | B+  | Dopant :          | As                                     |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |    |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Origine :  | BF3   | Origine :         | AsF3                                   |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |    |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Refroidissement :  | Oui   | Refroidissement : | Oui                                    |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |    |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Température :  | -6°C.   | Température :     | -6                                     |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |    |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Pression :   | 2   | Pression :        | 2                                      |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |    |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Dose :   | 3*10 <sup>16</sup> atm/cm <sup>2</sup>  | Dose :            | 4*10 <sup>16</sup> atm/cm <sup>2</sup> |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |    |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Energie :  | 30 KeV.   | Energie :         | 30 KeV.                                |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |    |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Courant limite :   | 85µA  | Courant limite :  | 140µA                                  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |    |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Masquage :   | Résine  | Masquage :        | Résine                                 |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |    |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |
| Dissolution résine :   | Plasma O2. TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor. Puissance 800W, débit O2 1000ccm, suivant les doses de 15min à 1h. |                   |  |         |  |          |    |          |    |           |     |           |      |                   |     |                   |     |               |       |               |    |            |   |            |   |        |  |        |  |           |         |           |         |                  |      |                  |       |            |        |            |        |



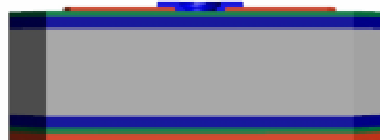
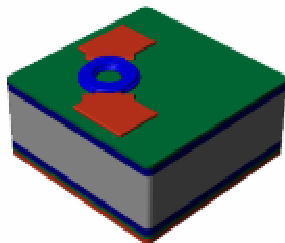
## VII - DEPOT D'OXYDE DE SILICIUM PECVD (E=0,75µM):

|             |                                       |
|-------------|---------------------------------------|
| Nettoyage : | H2SO4+H2O2 (1/1) 2min rinçage eau DI. |
| Dépôt :     | SiH4 + N2O, 300°C, 6000Angström/min.  |



## VIII – DESIGN DES MASQUES DE PROTECTION DES ZONES IMPLANTEES :

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| Déshydratation masque :              | étuve (100°C) 20min.  |
| Déshydratation plaque Silicium :     | étuve (200°C) 20min.  |
| Dépôt promoteur d'adhérence :        | HMDS.   |
| Enduction de résine à la tournette : | AZ1529 (5000Tr/min, 5000Tr/min/s, 30s).   |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante 105°C pendant 1min.   |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS 12s 20mW/cm² à 405nm.   |
| Développement :                      | AZ développer + eau DI (1/1) pendant 30s.   |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Post recuit :                        | Plaque chauffante 115°C pendant 1min.   |
| Attaque chimique :                   | Les zones ouvertes dans la résine sont attaquées au buffer HF.                            |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Dissolution résine :                 | Plasma O2. TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor. Puissance 800W, débit O2 1000ccm, 15min. |



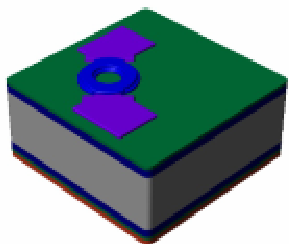
## IX – DOPAGE DU POLYSILICIUM PAR DIFFUSION ET ACTIVATION DES ZONES IMPLANTEES :

Réalisé dans un four.

| Température | Temps | Débits  |
|-------------|-------|---|
| 950°C       | 5min  | N2 = 800cc/min, O2 = 100cc/min                  |
| 950°C       | 10min | POCl3 = 25mg/min N2 = 800cc/min, O2 = 100cc/min |
| 950°C       | 10min | N2 = 800cc/min, O2 = 100cc/min                  |
| 905°C       | 10min | N2 = 800cc/min                                  |

Remarque : sur le fait que l'on ajoute un plateau.

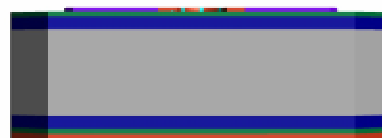
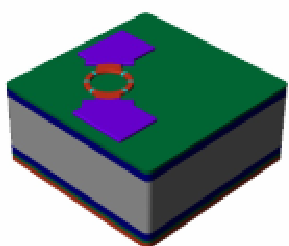
Contrôle de la résistivité : mesure au testeur quatre pointe.



### X – RETRAIT DU MASQUE DE PROTECTION EN OXYDE :

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| Déshydratation masque :              | étuve (100°C) 20min.  |
| Déshydratation plaque Silicium :     | étuve (200°C) 20min.  |
| Dépôt promoteur d'adhérence :        | HMDS.   |
| Enduction de résine à la tournette : | AZ1529 (5000Tr/min, 5000Tr/min/s, 30s).   |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante 105°C pendant 1min.   |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS 12s 20mW/cm <sup>2</sup> à 405nm.                                 |
| Développement :                      | AZ développer + eau DI (1/1) pendant 30s.   |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Post recuit :                        | Plaque chauffante 115°C pendant 1min.   |
| Attaque chimique :                   | Les zones ouvertes dans la résine sont attaquées au buffer HF.                            |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Dissolution résine :                 | Plasma O2. TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor. Puissance 800W, débit O2 1000ccm, 15min. |

Remarque : sur le fait que le retrait de ces protections est difficile car il semblerait que nous soyons en présence de verre au Bhor. Quasiment inattaquable.

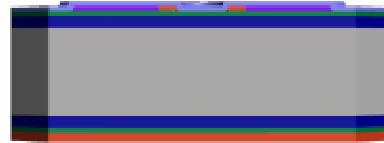
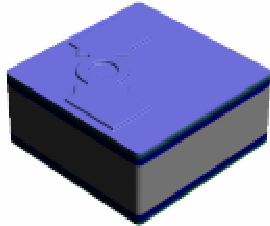




## XI - DEPOT D'OXYDE DE SILICIUM PECVD (E=0,5µM) :

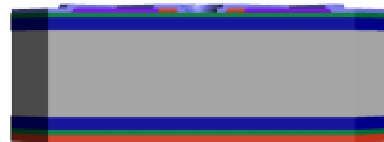
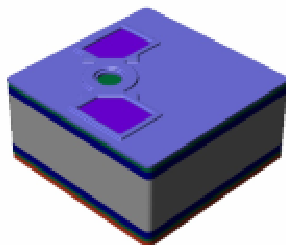
|             |                                       |
|-------------|---------------------------------------|
| Nettoyage : | H2SO4+H2O2 (1/1) 2min rinçage eau DI. |
| Dépôt :     | SiH4 + N2O, 300°C, 6000Angström/min.  |

Cet oxyde réalisé à basse fréquence et basse température permet de ne pas rajouter ou peu des contraintes.



## XII - OUVERTURE DANS L'OXYDE POUR PRISE DE CONTACT OR :

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| Déshydratation masque :              | étuve (100°C) 20min.  |
| Déshydratation plaque Silicium :     | étuve (200°C) 20min.  |
| Dépôt promoteur d'adhérence :        | HMDS.   |
| Enduction de résine à la tournette : | AZ1529 (5000Tr/min, 5000Tr/min/s, 30s).   |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante 105°C pendant 1min.   |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS 12s 20mW/cm <sup>2</sup> à 405nm.                                 |
| Développement :                      | AZ développer + eau DI (1/1) pendant 30s.   |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Post recuit :                        | Plaque chauffante 115°C pendant 1min.   |
| Attaque chimique :                   | Les zones ouvertes dans la résine sont attaquées au buffer HF.                            |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Dissolution résine :                 | Plasma O2. TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor. Puissance 800W, débit O2 1000ccm, 15min. |



### XIII - REALISATION DES COLONNES EN OR PAR LA TECHNIQUE DU « LIFT OFF » :

#### 1 - Dépôt de Titane/Or (500Angström / 0,5µm d'or) :

Le technique dite de « LIFT OFF » consiste cette fois-ci à déposer une résine avant le dépôt du matériau à structurer. Cette résine est ouverte au préalable aux endroits où le matériau déposé doit se situer sur la couche précédente par la succession de deux photolithographies. La première utilise le masque qui permet la délimitation des pistes et la seconde quand à elle utilise un masque totalement transparent pour l'inversion de cette résine.

Le dépôt d'or est ensuite effectué plaque par plaque au Variant pour ne déposer les matériaux uniquement sur la surface et non sur les flancs de la résine pour permettre son élimination.

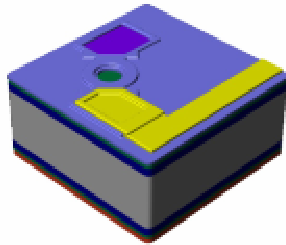
|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| Déshydratation masque :              | étuve (100°C) 20min.  |
| Déshydratation plaque Silicium :     | étuve (200°C) 20min.  |
| Dépôt promoteur d'adhérence :        | HMDS.   |
| Enduction de résine à la tournette : | AZ5214 (1000Tr/min, 5000Tr/min/s, 30s).   |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante 105°C pendant 55s.  |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS 2,7s 20mW/cm <sup>2</sup> à 405nm.  |
| Recuit intermédiaire                 | Plaque chauffante 105°C pendant 55s.  |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS 12s 20mW/cm <sup>2</sup> à 405nm.   |
| Développement :                      | AZ développer + eau DI (1/1) pendant 30s.   |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Post recuit :                        | Plaque chauffante 105°C pendant 10s.  |
| Préchauffage du variant :            | 1h à 150°C.   |
| Dépôt :                              | Variant 3119M COATER SYSTEM. (Planétaire, évaporation avec canon électron, Vit 20Angström/min, Température ambiante, 5*10 <sup>-7</sup> Tor). |

Remarque : le passage du Chrome au Titane est dicté par l'utilisation de la technique du « Lift Off ». En effet le fait de mettre une résine avant le dépôt oblige à faire attention à la température de dépôt qui pourrait la dégrader. Le dépôt de Titane demande une température plus faible que celui du Chrome.

#### 2 - Délimitation des colonnes en or :

Cette délimitation se fait par élimination de la résine qu'il y a autour de ces lignes et qui emportera avec elle le dépôt Ti/Au qu'il y a à sa surface.

|                      |  |
|----------------------|--|
| Dissolution résine : | Becher rempli d'acétone contenant la plaque est placé dans un bain à ultra son, 15min. |
| Contrôle :           | observation au microscope optique.   |



#### XIV - RECUIR DE L'OR :

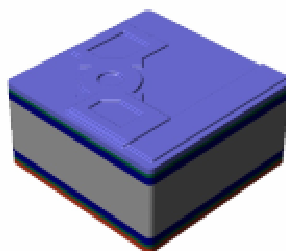
Recuit dans un four.

| Température | Temps | Gaz            |
|-------------|-------|----------------|
| 250°C       | 20min | N <sub>2</sub> |

#### XV - DEPOT DU DEUXIEME NIVEAU D'OXYDE DE SILICIUM PECVD (E=0,5µM) :

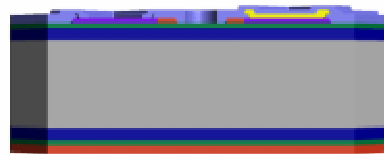
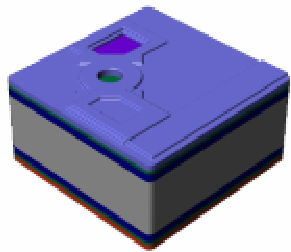
|             |  |
|-------------|--|
| Nettoyage : | H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (1/1) 2min rinçage eau DI. |
| Dépôt :     | SiH <sub>4</sub> + N <sub>2</sub> O, 300°C, 6000Angström/min.                            |

Cet oxyde réalisé à basse fréquence et basse température permet de ne pas rajouter ou peu des contraintes.



**XVI - OUVERTURE DANS L'OXYDE POUR PRISE DE CONTACT OR :**

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| Déshydratation masque :              | étuve (100°C) 20min.  |
| Déshydratation plaque Silicium :     | étuve (200°C) 20min.  |
| Dépôt promoteur d'adhérence :        | HMDS.   |
| Enduction de résine à la tournette : | AZ1529 (5000Tr/min, 5000Tr/min/s, 30s).   |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante 105°C pendant 1min.   |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS 12s 20mW/cm <sup>2</sup> à 405nm.   |
| Développement :                      | AZ développer + eau DI (1/1) pendant 30s.   |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Post recuit :                        | Plaque chauffante 115°C pendant 1min.   |
| Attaque chimique :                   | Les zones ouvertes dans la résine sont attaquées au buffer HF.  |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Dissolution résine :                 | Plasma O <sub>2</sub> . TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor.<br>Puissance 800W, débit O <sub>2</sub> 1000ccm, 15min. |

**XVII – REALISATION DES LIGNES EN OR PAR LA TECHNIQUE DU « LIFT OFF » :****1 - Dépôt de Titane/Or (500Angström / 0,5µm d'or) :**

Le technique dite du « LIFT OFF » consiste cette fois ci à déposer une résine avant le dépôt du matériau à structurer. Cette résine est ouverte au préalable aux endroits ou le matériau déposé doit se situer sur la couche précédente par la succession de deux photolithographies. La première utilise le masque qui permet la délimitation des pistes et la seconde quand à elle utilise un masque totalement transparent pour l'inversion de cette résine.

Le dépôt d'or est ensuite effectué plaque par plaque au variant pour ne déposer les matériaux uniquement sur la surface et non sur les flancs de la résine pour permettre son élimination.

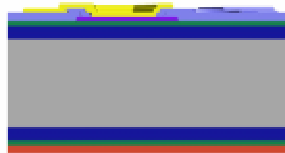
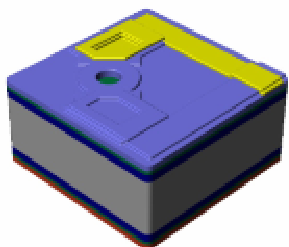
|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| Déshydratation masque :              | étuve (100°C) 20min.  |
| Déshydratation plaque Silicium :     | étuve (200°C) 20min.  |
| Dépôt promoteur d'adhérence :        | HMDS.   |
| Enduction de résine à la tournette : | AZ5214 (1000Tr/min, 5000Tr/min/s, 30s).   |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante 105°C pendant 55s.  |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS 12s 20mW/cm <sup>2</sup> à 405nm.   |
| Recuit intermédiaire                 | Plaque chauffante 105°C pendant 55s.  |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS 2,7s 20mW/cm <sup>2</sup> à 405nm.  |
| Développement :                      | AZ développer + eau DI (1/1) pendant 30s.   |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Post recuit :                        | Plaque chauffante 105°C pendant 10s.  |
| Préchauffage :                       | 1h à 150°C.   |
| Dépôt :                              | Variant 3119M COATER SYSTEM. (Planétaire, évaporation avec canon électron, Vit 20Angström/min, Température ambiante, 5*10 <sup>-7</sup> Tor). |

Remarque : le passage du Chrome au Titane est dicté par l'utilisation de la technique du « Lift Off ». En effet le fait de mettre une résine avant le dépôt oblige à faire attention à la température de dépôt qui pourrait la dégrader. Le dépôt de Titane demande une température plus faible que celui du Chrome.

## 2 - Délimitation des lignes en or :

Cette délimitation se fait par élimination de la résine qu'il y a autour de ces lignes et qui emportera avec elle le dépôt Ti/Au qu'il y a à sa surface.

|                      |  |
|----------------------|--|
| Dissolution résine : | Bécher rempli d'acétone contenant la plaque est placé dans un bain à ultra son, 15min. |
| Contrôle :           | observation au microscope optique.   |



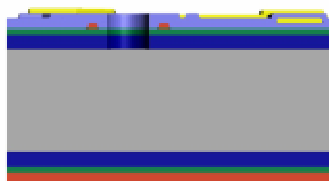
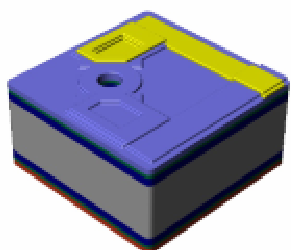
**XVIII - RECUI DE L'OR :**

Recuit dans un four.

| Température | Temps | Gaz |
|-------------|-------|-----|
| 250°C       | 20min | N2  |

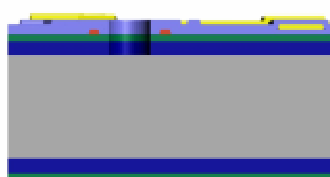
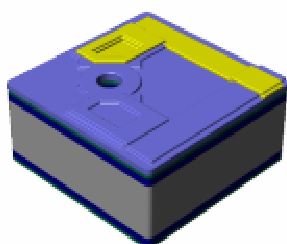
**XIX - OUVERTURE DES TROUS D'EJECTION DANS LA MEMBRANE :**

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| Déshydratation masque :              | étuve (100°C) 20min.  |
| Déshydratation plaque Silicium :     | étuve (200°C) 20min.  |
| Dépôt promoteur d'adhérence :        | HMDS.   |
| Enduction de résine à la tournette : | AZ4562 (5000Tr/min, 2000Tr/min/s, 30s).   |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante 115°C pendant 2min.   |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS 12s 20mW/cm <sup>2</sup> à 405nm.   |
| Développement :                      | AZ 400K + eau DI (20ml/70ml) toutes les 30s rinçage à l'eau DI.   |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Attaque chimique :                   | Les zones ouvertes dans la résine sont attaquées au buffer HF. (Rinçage régulier à l'eau DI pour renouveler la solution au niveau des petites ouvertures) |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Gravure ionique réactive :           | utilisation de la GIR100 de chez Alcatel. Débit CF4 : 50ccm. Pression : 200µBar, Puissance RF : 60 W. temps : 1H30.                                       |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Dissolution résine :                 | Plasma O2. TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor. Puissance 800W, débit O2 1000ccm, 15min.   |



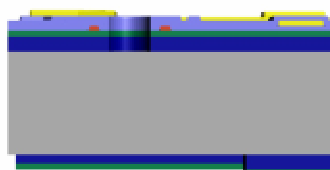
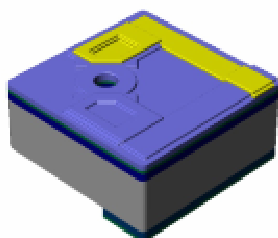
## XX - PRE OUVERTURE DANS LA COUCHE DE POLYSILICIUM :

|  |   |
|--|---|
| Protection face avant :                    | Cire Apièzon.   |
| Gravure polysilicium sur la face arrière : | Bain attaque polysilicium (1vol.HF + 71vol.HNO3 + 28vol.H2O). |
| Contrôle :                                 | celui-ci est visuel, on obtient un changement de couleur.     |
| Dissolution Cire :                         | Trichlo + acétone + eau DI.                                   |
| Séchage :                                  | Azote.  |



## XXI - PRE OUVERTURE DANS LES COUCHES DE NITRURE ET D'OXYDE :

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| Déshydratation masque :              | étuve (100°C) 20min.  |
| Déshydratation plaque Silicium :     | étuve (200°C) 20min.  |
| Dépôt promoteur d'adhérence :        | HMDS.   |
| Enduction de résine à la tournette : | AZ4562 (5000Tr/min, 2000Tr/min/s, 30s).   |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante 115°C pendant 2min.   |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS 12s 20mW/cm <sup>2</sup> à 405nm.   |
| Développement :                      | AZ 400K + eau DI (20ml/70ml) toutes les 30s rinçage à l'eau DI.   |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Gravure ionique réactive :           | utilisation de la GIR100 de chez Alcatel. Débit CF4 : 50ccm. Pression : 200µBar, Puissance RF : 60 W. temps : 1H30. |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.  |
| Dissolution résine :                 | Plasma O2. TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor. Puissance 800W, débit O2 1000ccm, 15min.                           |

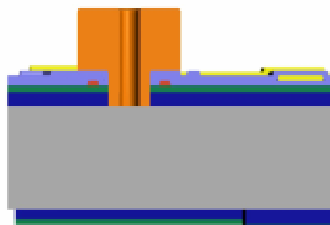
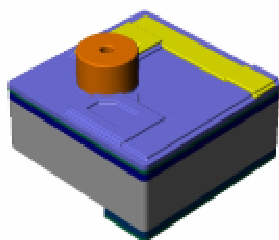


**XXII - REALISATION DES BUSES EN SU8 :**

La Su8 est une résine structurale permettant de faire de fortes épaisseurs comme ici 100µm. elle est aussi de type époxy et photosensible ce qui nous permet de l'utiliser en photolithographie. Pour cette étape technologique, deux types de résine Su8 sont utilisés. La première est la 2005Flex qui est moins visqueuse et permet une meilleure « planarisation » au niveau du trou dans la membrane de manière à faire une bonne assise pour la buse. Le reste de la buse est réalisé comme d'habitude la 2075Flex.

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| Déshydratation masque :              | étuve (100°C) 20min.   |
| Nettoyage :                          | plasma O2. Puissance 800W, Débit O2 1000ccm, 1min.   |
| Enduction de résine à la tournette : | Su8 2005Flex (700Tr/min, 300Tr/min/s, 30s). Volume 6ml.  |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante programmable. (1min à 65°C, 2min à 95°C, Descente à 25°C).   |
| Enduction de résine à la tournette : | Su8 2075Flex (500Tr/min, 100Tr/min, 5s ; 2000Tr/min, 300Tr/min/s, 30s). Volume 9ml.  |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante programmable. (5min à 65°C, 19min à 95°C, Descente à 25°C).  |
| Bouffret :                           | enlèvement de résine sur le bord de la plaque pour faciliter la photolithographie. La plaquette est disposée sur la tournette (5000Tr/min, 5000Tr/min/s, 30s) et munie d'une seringue contenant de l'acétone on balaye perpendiculairement le bord de la plaque. |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS 85s 10mW/cm <sup>2</sup> à 365nm.  |
| Post recuit :                        | Plaque chauffante programmable. (1min à 65°C, 9min à 95°C, Descente à 25°C).   |
| Développement :                      | Propylène Glycol Monométhyl Ether Acétate (PGMEA) rinçage à l'isopropanol. Agitateur 3D sous vide.   |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.   |
| Recuit final :                       | Plaque chauffante programmable. (1min à 65°C, 1min à 110°C, Descente à 25°C).  |

Les buses sont réalisées, la hauteur est contrôlée au Tencor.



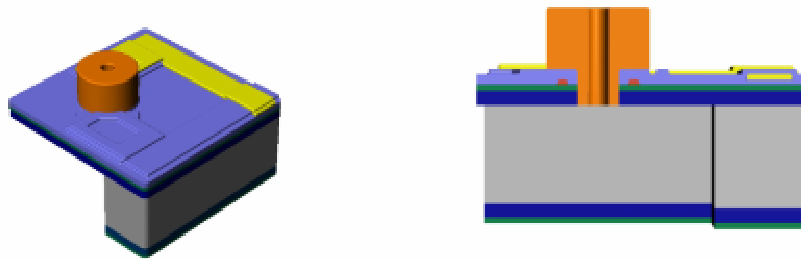


### XXIII - OUVERTURE DES MEMBRANES :

La résine utilisée pour la délimitation des zones de gravure est une résine dite épaisse qui est réalisée uniquement par les membres de l'équipe du groupe TEAM dont ils sont les seuls d'ailleurs à connaître le procédé. Quoiqu'il en soit, les plaques reçoivent cette protection.

|                                     |   |
|-------------------------------------|---|
| Protection face avant par Collage : | Patte thermique disposée à la seringue sur le tour de la plaque sans fermer le contour. Disposition d'une plaque de silicium poly double face. (Méplat aligné).                 |
| Dégazage :                          | « Wafer Substrate Bonding ».  |
| Gravure silicium :                  | « Deep Reactive Ionique Etching » réalisé à l'ICP de chez STS. SF6 plasma de gravure & C4F8 plasma de passivation des flancs. Pression : 30mTor, Puissance RF : 800 W. 3µm/min. |
| Contrôle :                          | observation au microscope optique.  |
| Dissolution résine :                | Plasma O2. TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor. Puissance 800W, débit O2 1000ccm, 15min.   |
| Décollage :                         | plaque chauffante pour ramollir la graisse thermique.   |
| Nettoyage :                         |   |
| Séparation des puces :              | grâce aux chemins de découpe gravés en même temps que l'ouverture de la membrane, les puces se détachent facilement.  |

Remarque : Comme l'ouverture doit se faire sur 525µm d'épaisseur la plaquette subit une forte augmentation de température sur le temps que dure la gravure. Cette montée en température pourrait si elle n'était pas évacuée contraindre fortement les membranes mais aussi le substrat. Le bâti de gravure comporte un système de refroidissement par un flux d'hélium qui vient sous pression au dos de la face gravée. Or la face mise en regard de ce flux est la face avant et la pression exercée par ce flux briserait les membranes juste après leur libération. C'est pour éviter cela que la plaque est collée à l'aide d'une pâte thermique et du « wafer Substrate Bonding » à une autre plaque de silicium (le côté polie en regard du flux pour une meilleure évacuation de chaleur). La colle est mise sur le pourtour de la plaque mais ce dernier n'est pas fermé pour laisser les pressions s'équilibrer avec la montée en température.



## **XXIV - LE MONTAGE POUR LA CARACTERISATION.**

Pour réaliser le montage de cette puce comportant la matrice, une autre pièce de silicium est réalisée en salle blanche comme dans le cas des vecteurs. Ici aussi elle a pour rôle de fermer le réservoir constitué par l'ouverture réalisée dans le substrat lors de la réalisation de la membrane. Elle présente aussi deux trous pour connecter deux tuyaux dont un est relié à un plus gros réservoir et l'autre est connecté à un trop plein.

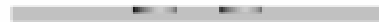
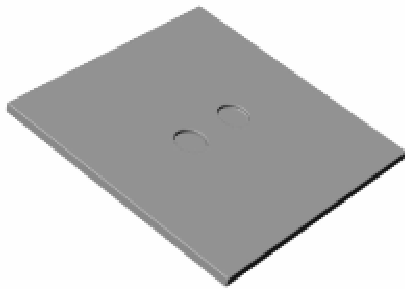
### **1 - Procédé de fabrication du capot :**

Dans ce cas de réalisation, quatre types de capot sont prévus du fait de la réalisation de quatre matrices d'éjecteurs. Le design de la pièce reste identique à ce qui a été décrit dans le cas des vecteurs. Le seul changement est la position des trous et bien entendu la dimension extérieure de la pièce (un carré de 5,5mm de côté) qui est en accord avec la dimension de ces nouvelles puces.

Cette pièce comprend deux gravures profondes, une face avant et une autre en face arrière. Elles sont constituées de trou circulaire dont le diamètre est pour la face avant celui du diamètre interne du tuyau quant au diamètre de celui de la face arrière, il correspond au diamètre externe du tuyau. Bien entendu ces trous sont tout deux coaxiaux. Ces capots sont réalisés sur des substrats en silicium (100) comme pour les puces de micro-éjecteur. Ici on pratique uniquement un usinage direct de se substrat.

**1.1 - Ouverture des trous en face avant (profondeur de 200 $\mu$ m) :**

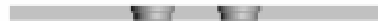
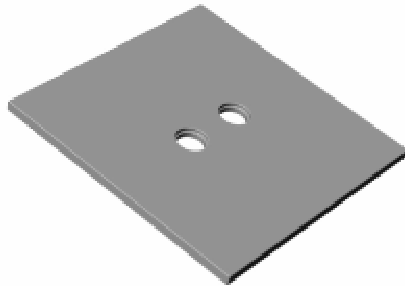
|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| Déshydratation masque :              | étuve (100°C) 20min.   |
| Déshydratation plaque Silicium :     | étuve (200°C) 20min.   |
| Dépôt promoteur d'adhérence :        | HMDS.  |
| Enduction de résine à la tournette : | AZ4562 (5000Tr/min, 2000Tr/min/s, 30s).  |
| Pré recuit :                         | Plaque chauffante 115°C pendant 2min.  |
| Alignement insolation :              | MA150 de chez KARL SUSS 12s 20mW/cm <sup>2</sup> à 405nm.  |
| Développement :                      | AZ 400K + eau DI (20ml/70ml) toutes les 30s rinçage à l'eau DI.  |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique.   |
| Gravure silicium :                   | « Deep Reactive Ionique Etching » réalisé à l'ICP de chez STS. SF <sub>6</sub> plasma de gravure & C <sub>4</sub> F <sub>8</sub> plasma de passivation des flancs. Pression : 30mTor, Puissance RF : 800 W. 3 $\mu$ m/min. |
| Contrôle :                           | observation au microscope optique et mesure au Tencor.   |
| Dissolution résine :                 | Plasma O <sub>2</sub> . TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor. Puissance 800W, débit O <sub>2</sub> 1000ccm, 15min.   |



## 1.2 - Ouverture des trous en face arrière (à la rencontre des ouvertures déjà réalisées) :

La résine utilisée pour la délimitation des zones de gravure est une résine dite épaisse qui est réalisée uniquement par les membres de l'équipe du groupe TEAM dont ils sont les seuls d'ailleurs à connaître le procédé. Quoiqu'il en soit, les plaques reçoivent cette protection.

|                                     |   |
|-------------------------------------|---|
| Protection face avant par collage : | Pate thermique déposé à la seringue sur le tour de la plaque en sans fermé le contour. Disposition d'une plaque de silicium poly double face. (Méplat aligné).                  |
| Dégazage :                          | « Wafer Substrate Bonding ».  |
| Gravure silicium :                  | « Deep Reactive Ionique Etching » réalisé à l'ICP de chez STS. SF6 plasma de gravure & C4F8 plasma de passivation des flancs. Pression : 30mTor, Puissance RF : 800 W. 3µm/min. |
| Contrôle :                          | observation au microscope optique.  |
| Dissolution résine :                | Plasma O2. TEPLA 300 Semi Auto Plasma Processor. Puissance 800W, débit O2 1000ccm, 15min.   |
| Décollage :                         | plaque chauffante pour ramollir la graisse thermique.   |
| Nettoyage :                         |   |
| Découpées :                         | par les soins du service TEAM Scie diamantée (DISCO DAD321).  |



Remarque : le capot est découpé à la dimension de la puce de manière à faciliter l'alignement manuel lors du montage

## 2 - Procédé de montage :

Cette phase de développement a pour but de rendre fonctionnelle la puce en rassemblant toutes les connexions, qu'elles soient électriques et/ou fluidiques. Ceci se fait par l'intermédiaire d'un PCB. Il est muni aussi de deux trous pour les amenées de liquide et de piste en Or pour l'alimentation électrique. Ces trous sont de plus grand diamètre que ceux effectués au niveau du capot pour éviter les problèmes d'alignement lors du montage. Au

sujet de l'alignement, la zone de collage est matérialisée par un carré de même dimension que la puce. Pour la manipulation de ces pièces, une machine de report de puce manuelle est utilisée. Le travail est effectué par les membres du service TEAM.

Le montage comprend des phases de collage et de câblage, elle suit les étapes suivantes :

|                                       |  |
|---------------------------------------|--|
| Dégraissage :                         | Trichlo + acétone + eau DI. Séchage : Azote.   |
| Collage du capot :                    | Préparation de la colle époxy H70E. Répartition de celle-ci, en forme de croix, sur la zone prévue à cet effet au niveau du PCB à l'aide de seringue. Les deux parties sont mises en contact. Première réticulation : étuve à circulation d'air tempéré à 60°C, 12h.   |
| Collage de la puce avec ça membrane : | Préparation de la colle époxy H70E. Répartition de la colle sur le pourtour de la puce à coller. Mise en place des deux substrats. Deuxième réticulation : étuve à circulation d'air tempéré à 60°C, 12h.  |
| Câblage de la puce :                  | C'est le « bonding ». Il est réalisé en utilisant du fil d'or de 25µm de diamètre pour relier les pistes d'or se trouvant sur la face avant de la puce et celle du PCB. La technique employée est le WEDGE Bonding Thermosonique de chez Kuliche and Sofa.   |
| Protection des fils d'or :            | Réalisée à l'aide de silicone biocompatible. Premier dépôt : seringue, entre les fils d'or. Deuxième dépôt : sur l'ensemble du « bonding ». Réticulation : à l'ambiante, 12h. De cette manière les connexions sont enrobées et protégées contre les liquides que nous emploierons lors des tests d'éjection. |
| Fixation des tuyaux d'alimentation :  | Collage des tuyaux : cyanocrylathe, au niveau du trou prévu dans le capot de silicium. Dépôt de silicone : autour de tuyau. Cela étanchéifie le circuit et maintient le tuyau.   |

## **"Conception et réalisation d'une matrice de microéjecteur thermique adressable individuellement pour la fonctionnalisation de biopuce"**

Cette thèse porte sur la conception et la réalisation d'un microsystème d'éjection matriciel monolithique pour la fonctionnalisation in-situ des puces à ADN. L'objectif est de développer un système flexible, peu onéreux et performant, permettant le dépôt localisé de micro-gouttes de réactifs (nucléotides en solution dans l'acétonitrile) afin de synthétiser les séquences d'oligonucléotides in-situ. Les avantages d'un tel système sont le faible coût de l'équipement, une grande flexibilité dans le choix des séquences synthétisées et la possibilité de réaliser des puces à forte densité d'unités d'hybridation.

L'éjection par actionnement thermique a été retenue. Le principe s'inspire du jet d'encre thermique mais l'originalité vient du fait que les éjecteurs sont disposés de façons matricielle avec une très grande densité et sont actionnables individuellement.

La structure retenue intègre une résistance chauffante sur une membrane diélectrique et une buse d'éjection réalisée en résine photosensible Su8. Ces caractéristiques permettent d'atteindre localement des températures suffisamment élevées pour provoquer une ébullition localisée autour de la buse d'éjection. Un procédé technologique original a été mis au point pour intégrer le dispositif d'adressage à cette résistance. Il s'agit de diodes réalisées dans la résistance en polysilicium. Ces diodes sont obtenues par diffusion et implantation de zones N et P. La tension de seuil et le courant de fuite de ces diodes ont été paramétrés en fonction des dopages mis en œuvre de façon à ce que seul le micro-éjecteur actionné ne chauffe.

Les matrices réalisées ont été caractérisées électriquement et thermiquement ; il a été ainsi montré que l'adressage est opérationnel, la puissance thermique offerte est suffisante pour l'éjection. Il a été montré que des gouttelettes de 0,1pL à 3nL pouvaient être éjectées lorsque la tension d'alimentation varie entre 25V et 5V et l'impulsion électrique d'alimentation entre 50μs et 50ms.

### Mots clefs :

Microsystème, microéjecteur, puce ADN, adressage matriciel, diode, membrane diélectrique.

## **"Conception and realisation of a thermal microejector array individually addressed for the functionalization of a biochip"**

This thesis subject will be the design and production of a monolithic ejector array MEMS for the DNA chip in situ synthesis. The aim is to develop cheap, efficient and flexible systems, which allow localized deposit of reactive micro-drop ( nucleic acid in solution with acetonitrile) in order to synthesize the oligonucleotic sequences in situ. The advantages of such systems are a cheaper equipment, a larger flexibility in the choice of synthesized sequences and the possibility of producing some chip with a high density of hybridization units.

We select a thermal driver ejection. The principle is based on a thermal ink-jet but the originality comes from the ejectors which are located in an array with a large density and are individually driven.

The selected structure integrates a heater resistor on a dielectric membrane and a Su8 photopolymerized nozzle. These specificities allow to locally reach temperatures which are high enough to generate the nucleation around the nozzle. An original technological process was made up to integrate the addressing device on this resistor: the diodes made in the polysilicon resistor. These diodes are obtained by diffusion and implantation of N and P zones. The threshold tension and the current leak of diodes were established according to the dopings used in order that only the selected microejector would heat.

The achieved array was electrically and thermally tested; it was found that the addressing system is active, the thermal power proposed is sufficient for the ejection. It was proved that some droplets (0,1pL to 3nL) can be ejected when the driver tension is of 25V and 5V and the electrical pulse of 50μs and 50ms.

### Key words:

MEMS, DNA chip, ejector, array addressed, diodes, dielectric membrane.