



Université de Franche-Comté

Institut FEMTO-ST

École doctorale SPIM



Thèse de Doctorat

Spécialité Sciences pour l'Ingénieur

présentée par

Jorge Albero Silvestre

Mise au point d'une filière de fabrication
de microlentilles par moulage silicium :
Application à l'instrumentation optique
miniature

Thèse dirigée par Christophe Gorecki

Soutenue le 7 Mai 2010 devant la commission d'Examen :

Président	F. CHOLLET, Professeur à l'Université de Franche-Comté, FEMTO-ST Besançon (France)
Rapporteurs	H. P. HERZIG, Professeur à l'EPFL Neuchâtel, Suisse H. THIENPONT, Professeur à la Vrije Universiteit Brussel, Belgique
Examineurs	V. BARDINAL-DELAGNES, HDR Chargée de Recherche CNRS, LAAS Toulouse (France) F. CHERIOUX, HDR Chargé de Recherche CNRS, FEMTO-ST Besançon (France) C. GORECKI, Directeur de Recherche CNRS, FEMTO-ST Besançon (France)

Remerciements

Le travail de thèse présenté dans ce manuscrit a été réalisé au sein du Département Micro-Nano Sciences et Systèmes de l'Institut FEMTO-ST, Université de Franche-Comté, unité associée au CNRS, UMR 6174.

Je remercie tout d'abord Frédéric Cherioux, directeur du Département Micro-Nano Sciences et Systèmes, Eric Lantz, directeur de l'École Doctorale SPIM et Abderrazzak Kadmiri, directeur de l'UFR Sciences et Techniques de l'Université de Franche-Comté pour m'avoir permis de poursuivre et d'achever ma thèse.

Je tiens à remercier tout particulièrement mon directeur de thèse Christophe Gorecki, qui m'a accueilli dans son équipe et m'a offert la possibilité de travailler avec une grande liberté sur un sujet qui m'a passionné dès le début.

J'exprime toute ma gratitude aux membres du jury qui m'ont fait l'honneur d'apporter un regard critique sur mes travaux et en particulier Franck Chollet pour avoir présidé le jury ainsi que Hans Peter Herzig et Hugo Thienpont pour avoir accepté de juger ce mémoire. Je suis également très reconnaissant envers Véronique Bardinal-Delagnes et Frédéric Chérioux pour leur lecture attentive et leurs questions pertinentes.

Je remercie chaleureusement Lukasz Nieradko et Pawel Marc pour leur formidable accueil pendant les premières années, ainsi que pour leur aide dans l'apprentissage de la technologie et les idées qu'ils m'ont apporté. Je remercie également Sylwester Bargiel pour avoir pris en charge les procédés que j'ai du d'arrêter (lors de la rédaction de ma thèse), pour les images, les références et sa passion pour les détails. Je tiens à remercier aussi le Prof. J. Dziuban, qui a beaucoup contribué à ma décision de faire une thèse.

Un très grand merci à Nicolas Passilly, pour m'avoir consacré tout ce temps lors de la rédaction de ma thèse, l'entraînement à l'oral, l'écriture des articles, pour les discussions très intéressantes, la pertinence de ses questions et les bonnes choses pour lesquelles je n'aurai pas assez de pages pour tout énumérer.

Je voudrais aussi remercier toutes les personnes du labo d'optique, de MN2S, de la centrale technologique MIMENTO et de l'IPV qui m'ont aidé au cours de cette thèse, en particulier P. Blind, D. Bitschene, S. Queste, V. Petrini, L. Gauthier-Manuel, L. Robert, R. Salut, S. Clatot, J.-Y. Rauch, sans oublier tous ceux que ne cite pas ici.

Je remercie tous les copains, Marta, Cédric, Claire, Sandra, Cyril, Bertrand, Nico, Débo, Anne-Laure, Adèle, Emilie, Rosa, Ruth, Emilio, Sev, Elodie, Odile, Sonia, Ben, Guillaume, David, Kirsten et Anna, qui m'ont fait sentir en France comme chez moi.

Enfin, je tiens à remercier ma famille qui m'a toujours soutenu quelque soit le pays de destination. Le plus grand merci est pour Ana, qui m'a supporté inconditionnellement et est restée avec moi dans les moments les plus difficiles, et pour Mario, le petit bonheur des derniers mois.

Table des matières

Table des matières	v
Table des Figures	xi
CHAPITRE 1	xi
CHAPITRE 2	xii
CHAPITRE 3	xiv
CHAPITRE 4	xvi
Liste des Tableaux	xvii
Introduction générale	1
Chapitre 1. La microlentille : un composant crucial pour la microoptique	5
1.1 La microlentille, un composant clé de la microoptique	7
1.1.1 Définition de paramètres pertinents de microlentilles	8
1.1.2 Applications des microlentilles	10
1.1.3 Techniques de caractérisation de microlentilles	11
1.1.1.1 Caractérisation de microlentilles par l'interférométrie optique.....	11
1.1.1.2 Principaux interféromètres et algorithmes	12
L'INTERFÉROMÈTRE DE MICHELSON	12

L'INTERFÉROMÈTRE DE TWYMAN-GREEN.....	13
L'INTERFÉROMÈTRE DE MACH-ZEHNDER	14
INTERFÉROMÉTRIE À DÉCALAGE DE PHASE ET LE REPLIEMENT DE PHASE	15
1.1.1.3 Systèmes utilisés	16
PROFILOMÉTRIE OPTIQUE.....	16
INTERFÉROMÈTRE DE MACH-ZEHNDER : MESURES EN TRANSMISSION	17
INTERFÉROMÈTRES TWYMAN-GREEN.....	19
1.2 Etat de l'art des techniques de fabrication de microlentilles	22
1.2.1 Procédés de fabrication de masse	22
1.2.1.1 Microlentilles fabriquées par recuit de résine.....	22
1.2.1.2 Transfert de microlentilles en résine photosensible vers d'autres matériaux	24
1.2.2 Microlentilles fabriquées par écriture locale.....	25
1.2.2.1 Techniques lithographiques.....	25
ÉCRITURE DIRECTE PAR FAISCEAU LASER	25
ÉCRITURE PAR FAISCEAU D'ÉLECTRONS	26
1.2.2.2 Ablation physique.....	27
ABLATION LASER	27
FAISCEAU D'IONS FOCALISÉ	28
USINAGE PAR UNE POINTE EN DIAMANT.....	29
1.2.3 Moulage de microlentilles.....	29
1.2.4 Autres techniques spécialisées.....	30
1.3 Notre approche : associer le micro-usinage du silicium aux technologies micro-optiques	32
1.4 Conclusions	33
Chapitre 2. Filière de fabrication de moules en silicium.....	35
2.1 Le silicium : notre matériau de base.....	35
CRISTALLOGRAPHIE DU SILICIUM	38
2.1.1 Usinabilité du silicium.....	41
2.1.1.1 Oxydation	41
2.1.1.2 Photolithographie.....	45
2.1.1.3 Techniques de gravure humide et gravure sèche.	47
GRAVURE HUMIDE	48
GRAVURE SÈCHE	51
2.1.1.4 Quelques exemples de réalisation de microsystemes silicium.....	52
2.2 Deux procédés complémentaires de gravure humide.....	54

2.2.1 Gravure anisotrope.....	54
LA GRAVURE KOH.....	55
AUTRES RECETTES DE SOLUTIONS DE GRAVURE ANISOTROPE.....	57
2.2.2.1 Principe de la double gravure anisotrope	59
PROCÉDÉ D'ALIGNEMENT PRÉCIS DU MASQUE	63
2.2.1.2 Réalisation expérimentales	65
PROCÉDURE NUMÉRIQUE DE CALCUL.....	65
ÉVALUATION DE LA RUGOSITÉ DES MOULES SILICIUM.....	68
ÉTUDE DE L'UNIFORMITÉ DES MOULES SILICIUM.....	69
EXTENSION DE LA DOUBLE GRAVURE ANISOTROPE AUX MOULES DE FORME NON SPHÉRIQUE	72
2.2.2 Gravure isotrope.....	73
2.2.2.1 Principe de la fabrication de moules par gravure isotrope.....	75
2.2.2.2 Réalisation de moules à empreinte circulaire	77
CONDITIONS EXPÉRIMENTALES DE LA GRAVURE	77
ÉTUDE EXPÉRIMENTALE DE LA GRAVURE ISOTROPE	79
ÉTUDE DE L'UNIFORMITÉ DE MOULES.....	86
2.2.2.3 Réalisation de moules à empreinte non circulaire	87
ÉVALUATION DES EMPREINTES ELLIPTIQUES.....	89
ÉVALUATION DES EMPREINTES TRIANGULAIRES	91
ÉVALUATION DES EMPREINTES HEXAGONALES.....	93
ÉVALUATION DES EMPREINTES CARRÉES.....	96
ÉVALUATION DES EMPREINTES RECTANGULAIRES	96
AUTRES FORMES D'EMPREINTE.....	96
2.3. Conclusions	97
Chapitre 3. Techniques de production de microlentilles à partir des moules silicium.....	101
3.1 Réplication de microlentilles par techniques conventionnelles de micro-moulage.....	101
3.1.1 Matériaux pour le moulage	102
LES MATÉRIAUX THERMOPLASTIQUES	102
LES MATÉRIAUX PHOTOSENSIBLES.....	103
3.1.2 Techniques de moulage	104
MATRIÇAGE À CHAUD.....	104
MOULAGE PAR MICRO-INJECTION	106
MOULAGE UV.....	107

3.1.3 Réplication de microlentilles en polymère et plastique.....	108
MOULAGE PAR MATRIÇAGE À CHAUD	109
MOULAGE PAR MICRO-INJECTION	109
MOULAGE UV	109
3.1.1.1 Analyse des résultats.....	110
ÉTUDE DE MICROLENTILLES À EMPREINTE CIRCULAIRE	110
3.1.1.2 Etude de microlentilles à empreinte non circulaire.....	119
3.2 Micro-moulage à haute température de microlentilles en verre.....	124
3.2.1 Soudure anodique	124
CHOIX DU VERRE POUR LA SOUDURE ANODIQUE	128
CHOIX DE LA CATHODE	129
SOUDURE ANODIQUE À TRAVERS UNE COUCHE INTERMÉDIAIRE.....	130
SOUDURE ANODIQUE DE CAVITÉS SOUS VIDE	130
3.2.2 Micro-moulage du verre en haute température.....	131
3.2.3 Description de la filière de la fabrication de microlentilles en verre	133
3.2.4 Mise au point de la filière de fabrication	134
DÉFINITION DES PARAMÈTRES OPÉRATIONNELS DE LA FILIÈRE	134
CARACTÉRISATION DE MICROLENTILLES EN VERRE	138
3.3 Etude comparative de différentes techniques de moulage	144
3.4 Conclusions	146
Chapitre 4. Deux exemples de validation pour notre filière de fabrication de microlentilles.....	149
4.1 Microscope confocal sur puce	150
4.1.1 Principes de la microscopie confocale.....	151
4.1.2 Architecture du microscope confocal MEMS	152
4.1.3 Intégration des microlentilles sur les actionneurs.....	154
4.2 Réseau de micro-interféromètres sur wafer pour l'inspection des MEMS et MOEMS.....	157
4.2.1 Nouveau concept d'instrumentation parallèle sur wafer	157
4.2.2 Architecture complète du système d'inspection SMARTIEHS.....	158
RESEAU D'INTERFEROMETRES DE TWYMAN-GREEN A ILLUMINATION LASER.....	159
RESEAU D'INTERFEROMETRES DE MIRAU A ILLUMINATION PARTIELLEMENT COHERENTE	160
MONTAGE DU SYSTEME D'INSPECTION COMPLET	161
4.2.3 Réalisation de microlentilles en verre pour l'interférométrie de Mirau du projet SMARTIEHS	163

4.3 Conclusions	166
Conclusion générale et perspectives.....	167
Annexe A. Les polynômes de Zernike.....	171
Annexe B. Liste d'acronymes et abréviations.....	175
Bibliographie.....	179
Liste des publications de l'auteur	193

Table des Figures

CHAPITRE 1

FIG. 1.1. Conception d'une lentille diffractive équivalente à une lentille réfractive pour une longueur d'onde λ donnée.....	7
FIG. 1.2. Paramètres dimensionnels et focalisation d'une lentille convergente.....	9
FIG. 1.3. Exemples d'applications des microlentilles, a) schéma de la différence entre les systèmes d'imagerie avec microlentille (<i>smart-pixel</i>) et sans microlentille, b) schéma des commutateurs optiques qui utilisent des matrices de microlentilles ainsi que des micro-miroirs MEMS avec deux axes de rotation, et image du produit commercial correspondant [DICON] et c) schéma de fonctionnement générale d'un capteur de front d'onde de type Shack-Hartmann.....	10
FIG. 1.4 Schéma de l'interféromètre de Michelson.....	13
FIG. 1.5. Schéma de l'interféromètre de Twyman-Green.....	14
FIG. 1.6. Schéma de l'interféromètre de Mach-Zehnder.....	14
FIG. 1.7. Profilomètres optiques utilisés pour la caractérisation de micro-composants optiques, a) <i>Wyko NT2000</i> de Veeco et b) <i>Microsurf 3D</i> de Fogale.....	17
FIG. 1.8. Vue schématique de l'interféromètre Mach-Zender développé à l'Université Erlangen-Nürnberg.....	18
FIG. 1.9 Vue schématique des systèmes interférométriques utilisés, a) développé à l'université Erlangen-Nürnberg et b) développé à l'institut FEMTO-ST, Université de Franche-Comté.....	21
FIG. 1.10. Procédé de fabrication de microlentilles par recuit de résine : a) dépôt de résine photosensible sur un substrat (silicium, verre ou autres), b) masquage et exposition à la lumière ultra-violette, c) développement de la résine et d) recuit de la résine.....	23
FIG. 1.11. Schéma du principe du transfert de microlentilles : a) Microlentilles en polymère ou résine sur substrat et b) gravure RIE et transfert sur le substrat.....	24
FIG. 1.12. Vues schématiques de systèmes d'écriture locale, a) système d'écriture par faisceau laser utilisé par Rhee <i>et al.</i> [RHEE 2009] et b) système d'écriture par faisceau d'électrons utilisé par Kley <i>et al.</i> [KLEY 1993].....	27
FIG. 1.13. a) Schéma du système d'ablation utilisé pour la fabrication de microlentilles réfractives [NAESSENS 2003] et b) déformation contrôlée d'un substrat de verre avec un laser CO ₂ pour la fabrication de microlentilles réfractives [WAKAKI 1998].....	28
FIG. 1.14. Quelques techniques de fabrication de microlentilles par moulage, a) matriçage à chaud de polymère avec moules silicium et image MEB du résultat [SHEN 2002], b) recuit de verre dans des cylindres gravés sur silicium et image MEB du résultat [MERZ 2003], c) lentilles asphériques par moulage de billes de verre [YI 2005] et d) moulage de verre dans les ouvertures d'un substrat métallique [FIRESTONE 2005].....	30
FIG. 1.15. a) Procédé de fabrication de microlentilles par remplissage de membranes transparentes [TRIPATHI 2009], b) procédé de fabrication de microlentilles accordables par pression ou étirement du matériau [CADARSO 2008] et c) principe des microlentilles accordables par variation de la pression sur une membrane [JEONG 2004].....	31
FIG. 1.16. Étapes principales de la fabrication de microlentilles par gravure humide du silicium et réplification.....	33

CHAPITRE 2

FIG. 2.1. Schéma simplifié de la croissance de cristaux par tirage Czochralski	37
FIG. 2.2. Wafer de silicium d'épaisseur de 2 mm après la gravure de moules de microlentilles. On peut noter les traces concentriques où les accidents des surfaces sont amplifiés à cause d'un mauvais contrôle du gradient de température pendant le tirage de Czochralski.	38
FIG. 2.3. Détermination des principaux plans cristallins du silicium par cordonnées. a) plan (100), b) plan (110), c) plan (111) et d) détermination d'un plan quelconque, en l'occurrence le plan (331).....	39
FIG. 2.4. Cristallographie du silicium, a) deux cubes imbriqués et déplacés de $(1/4, 1/4, 1/4)$ et b) structure diamant formée par l'imbrication des deux cubes de a).....	40
FIG. 2.5. a) Photographie du système de gazes dans un four d'oxydation thermique standard (avec la permission de l'Université Technologique de Wrocław, Pologne) et b) vitesse et épaisseur de croissance du SiO_2 thermique en fonction de la température et le temps d'oxydation.	42
FIG. 2.6. Gravure du SiO_2 en bain humide de BHF, a) la vitesse de gravure en fonction de la concentration de NH_4F [KIKUYAMA 1992] et b) l'effet de la température sur la sous-gravure du SiO_2 [HAKEN 1973].....	43
FIG. 2.7. Vitesse de gravure du SiO_2 en fonction de la concentration de KOH à 72°C [SEIDEL 1990].....	44
FIG. 2.8. Procédé typique de photolithographie : a) dépôt de la résine photosensible, b) Alignement du photo-masque et insolation ultra-violette, c) développement de la résine, d) élimination sélective du SiO_2 par gravure et e) élimination de la résine photosensible.....	45
FIG. 2.9. Image par microscopie optique d'un mauvais résultat de photolithographie. Les motifs, des lignes étroites, sont visiblement dégradées à cause d'une mauvaise qualité de dépôt ainsi qu'un mauvais procédé de développement.	47
FIG. 2.10. Schémas des mécanismes généraux des deux types de gravure, a) humide et b) sèche.....	48
FIG. 2.11. Paramètres typiques de caractérisation de la rugosité d'une surface.	51
FIG. 2.12. Quatre exemples de microsystemes à base de silicium : a) capteur de pression à haute température et fréquence [ZHAO 2006], b) accéléromètre capacitif [WANG 2007], c) scanner 2D à base d'actionneurs à peignes interdigités (la fenêtre au centre permet l'intégration de microlentilles) [LASZCZYK 2010] et d) cristal photonique fabriqué sur silicium [CHELNOKOV 2002].....	53
FIG. 2.13. Effet de la gravure humide KOH du silicium sur un substrat orienté suivant la direction (100). La profondeur des pyramides inversées est proportionnelle à la taille de l'ouverture du masque	56
FIG. 2.14. Principe de la double gravure anisotrope. Sur (f-h), la ligne en pointillé représente la surface initiale du substrat.	59
FIG. 2.15. Bain-marie utilisé pour la gravure KOH. La solution est dans un bécher plongé dans l'eau chauffée dont le niveau est toujours supérieur à celui du KOH dans le bécher, afin de maintenir la température stabilisée de la solution. L'évaporation d'eau est réduite grâce aux billes ainsi qu'au tuyau de contrôle de niveau, lié à un réservoir adjacent.....	60
FIG. 2.16. Évolution du profil d'un moule silicium pendant la deuxième gravure anisotrope (sans masque).....	61
FIG. 2.17. La géométrie définissant la distance critique ainsi que la profondeur des cavités gravées par double gravure anisotrope [KENDALL 1994].....	61
FIG. 2.18. Empreintes gravées en fonction du type d'ouverture du masque (circulaire ou carrée). On peut noter l'élargissement de la base de la pyramide gravée, consécutif à une erreur d'alignement de l'ouverture carrée sur les directions $\langle 110 \rangle$ (les wafers sont de type $\langle 100 \rangle$).	63
FIG. 2.19. Positionnement et motif du masque de pré-gravure (correspondant au côté gauche), ainsi que les détails de la fenêtre d'alignement et son usage.....	64
FIG. 2.20. Fenêtre principale de l'interface utilisateur de notre programme de calcul pour définir les paramètres de la double gravure anisotrope.....	66
FIG. 2.21. Comparaison de profondeurs de moules obtenus expérimentalement et calculés à partir du formalisme de [KENDALL 1994] et [MAYER 1990].....	67

FIG. 2.22. Comparaison des fonctions empiriques définissant le comportement des diamètres selon la formulation de Kendall, en rouge, et notre formule adapté, en noir.....	67
FIG. 2.23. Profils de moules gravés à 53°C et 78°C à partir d'ouvertures de masque de 25 µm x 25 µm.....	69
FIG. 2.24. Image d'un moule silicium avec un certain nombre de défauts visibles, obtenus avec la double gravure KOH. Il est à noter que la gravure accentue ces défauts au point d'introduire des changements de taille dans une même matrice de moules.....	70
FIG. 2.25. Profil 3D en fausses couleurs d'un moule silicium, mesuré par interférométrie TGI, ayant un diamètre de 384.8 µm et une profondeur de 6,4 µm. Il est à noter que la rugosité de la surface extérieure est visible.	70
FIG. 2.26. Deux formes de moules obtenus par double gravure anisotrope, a) empreintes carrées fabriquées à partir d'ouvertures identiques rapprochées et b) moules cylindriques de différentes longueurs et épaisseurs. On peut observer des irrégularités à l'intérieur des cavités à cause des erreurs d'alignement du masque.....	73
FIG. 2.27. Courbes de vitesse de gravure humide isotrope du silicium selon le pourcentage de poids de HF, HNO ₃ et H ₂ O (température de gravure : 25°C). Les vitesses de gravure mesurées par Robbins <i>et al.</i> en mils/min sont converties à µm/min et notées entre parenthèses [ROBBINS 1959].	75
FIG. 2.28. Etapes technologiques pour la fabrication de moules de microlentilles par gravure isotrope du silicium.....	76
FIG. 2.29. Les effets de gravure isotrope : (a) cas idéal d'une gravure isotrope sur des ouvertures de petite et grande taille après une durée de gravure <i>t</i> et (b) effet supplémentaire de la concentration de solution sur la gravure des moules.	77
FIG. 2.30. Effet de charge a) en matrice, la vitesse de gravure est plus importante pour les ouvertures placées en périphérie de la matrice que pour celles au centre et b) quand les ouvertures sont grandes par rapport à la distance qui les séparent, des irrégularités peuvent apparaître.....	79
FIG. 2.31. Comparaison des profondeurs de moules par rapport à l'épaisseur des lignes sur le masque. Gravure sur des substrats de différente orientation.....	80
FIG. 2.32. Evolution de la forme de moules : a) diamètre de l'ouverture de 120 µm après 1 min. de gravure et b) diamètre d'ouverture de 100 µm après 20 min de gravure.....	81
FIG. 2.33. Reconstruction des profils des lignes gravées avec HF/HNO ₃ sur des substrats orientés <111> pour différentes durées de gravure, sans agitation (à gauche) et avec agitation (à droite) : a) 10 min de gravure, b) 20 min de gravure, c) 30 min de gravure et d) 40 min de gravure. En rouge sont marquées les ouvertures dont la taille est la plus grande avec laquelle on peut obtenir des profils sphériques. Il faut noter que les ondulations de la surface (à 0 µm) sont liées à des artefacts dus au balayage de la pointe du profilomètre. Les épaisseurs des lignes gravées sont comprises entre 100 µm et 500 µm (croissant par pas de 20 µm).	82
FIG. 2.34. Vitesses de gravure horizontale et verticale des lignes : a) sans agitation et b) avec agitation sur silicium orienté (111) pendant 10, 20, 30 et 40 minutes et en fonction de la largeur de l'ouverture sur le masque	83
FIG. 2.35. Comparaison des diamètres mesurés et les épaisseurs de lignes gravées pendant 30 minutes avec du HF/HNO ₃ à partir de la même taille d'ouvertures du masque.	84
FIG. 2.36. Profondeurs des moules sphériques mesurés en présence et en absence de l'agitation.....	85
FIG. 2.37. Anisotropie de moules gravés pendant 30 minutes avec la solution HF/HNO ₃ à partir d'ouvertures circulaires sur le masque de différents diamètres, a) 5 µm, b) 40 µm et c) 345 µm. Il faut noter que l'échelle n'est pas la même sur les trois images.....	85
FIG. 2.38. Paramètres dimensionnels utilisés pour la caractérisation des empreintes ainsi que les directions des axes pour la caractérisation des vitesses de gravure.	88
FIG. 2.39. Images MEB de moules de différentes formes mais gardant un profil transversal sphérique : a) formes elliptiques caractérisées par différents rapports de forme, b) matrice de moules triangulaires de hauteur de 116.8 µm et de base de 123.4 µm, et c) matrice de moules hexagonales dont les diamètres circonscrit et inscrit sont respectivement de 115.8 µm et 112.4 µm.	90

FIG. 2.40. Caractère elliptique de moules : a) coefficient d'ellipticité $2a/2b$ des empreintes elliptiques en fonction de la valeur du grand axe sur le masque, b) vitesses de gravure de moules ellipsoïdales selon l'orientation des axes en fonction de la valeur du grand axe sur le masque.	91
FIG. 2.41. Moules de forme triangulaire : a) comparaison des tailles des bases et des hauteurs avant et après la gravure d'une matrice d'empreintes triangulaires écartées entre elles de $60\ \mu\text{m}$, en fonction de la taille de la base sur le masque et b) vitesses de gravure des moules triangulaires selon l'orientation des axes en fonction de la taille de la base dessinée sur le masque.	92
FIG. 2.42. Exemples de moules sur-gravés : a) de forme triangulaire et b) de forme hexagonales. Les deux formes tendent à se circulariser.	93
FIG. 2.43. Moules de forme hexagonale : a) rapport entre les diamètres circonscrits et inscrits $2m/2n$ pour les hexagones du masque et des moules disposés ou non en matrice (pas de séparation de $80\ \mu\text{m}$), en fonction de $2m$ sur le masque et b) vitesses de gravure selon l'orientation des axes des moules gravés (disposés individuellement ou en matrice dont le pas est de $80\ \mu\text{m}$), en fonction de $2m$ sur le masque.	94
FIG. 2.44. Images MEB de moules de différentes formes, ayant des profils sphériques : a) matrice de formes carrées de $220\ \mu\text{m} \times 220\ \mu\text{m}$, mesurées entre les points les plus éloignés des arêtes opposées, b) formes rectangulaires pour créer des microlentilles cylindriques de $996.18\ \mu\text{m}$ de longueur et différents épaisseurs et c) couronnes circulaires de différentes tailles.	95
FIG. 2.45. Rectangles gravés pour créer une matrice dont le taux de remplissage est égal à 100%	97
FIG. 2.46. Surfaces traduisant la gamme de couples profondeur-diamètre du moule accessibles par nos techniques : a) par double gravure anisotrope et b) par gravure isotrope.	98

CHAPITRE 3

FIG. 3.1. Variation du module d'élasticité avec la température des différents types de matériaux, a) polymères amorphes, b) polymères à liaison transversale, et c) polymères semi-cristallins.	103
FIG. 3.2. Schéma de principe du matricage à chaud	105
FIG. 3.3. Schémas de systèmes de moulage par injection, a) système typique et b) système de micro-injection.	107
FIG. 3.4. Schéma du procédé de moulage par insolation ultraviolette	108
FIG. 3.5. Exemple de moule intermédiaire en Ni fabriqué pour le moulage à chaud et la micro-injection.	109
FIG. 3.6. Images de microlentilles répliquées : a) image MEB d'une matrice de microlentilles répliquée par matricage à chaud dont les diamètres et les hauteurs sont de $262\ \mu\text{m}$ et $80\ \mu\text{m}$ respectivement, b) image MEB d'une matrice de microlentilles répliquée par moulage UV dont les diamètres et les hauteurs sont de $196\ \mu\text{m}$ et $77\ \mu\text{m}$ respectivement, et c) exemple de réalisation de microlentilles par micro-injection de polycarbonate répliquées sur un support.	111
FIG. 3.7. Comparaison des profondeurs et épaisseurs mesurées sur des moules silicium et nickel et les pièces moulées en PMMA et SK-9, respectivement	112
FIG. 3.8. Caractérisation optique des microlentilles fabriquées en PMMA et SK-9 : a) comparaison des longueurs focales calculées (Th) avec celles mesurées par sphérométrie (Sph) et l'interféromètre de Mach-Zehnder (MZ), b) comparaison des ouvertures numériques calculées (Th) avec celles mesurées (MZ), c) le plus grand écart (<i>peak-to-valley</i> ou P-V) des aberrations du front d'onde et d) valeur RMS des aberrations du front d'onde. Toutes les valeurs sont représentées par rapport au diamètre de l'ouverture sur le masque.	114
FIG. 3.9. Schéma de la relation géométrique entre les paramètres dimensionnels des moules des microlentilles, qui peut s'extrapoler aux microlentilles.	115
FIG. 3.10. Evolution de longueurs focales mesurées avec des valeurs théoriques, pour des microlentilles sphériques fabriquées par moulage UV, en fonction de leurs diamètres.	116
FIG. 3.11. Profils des microlentilles répliquées à partir de moules fabriqués par double gravure anisotrope du silicium.	117
FIG. 3.12. Schéma du montage pour la mesure des longueurs focales des microlentilles.	118

FIG. 3.13. Comparaison de caractéristiques mesurées et calculées pour les microlentilles fabriquées par double gravure anisotrope : a) évolution de longueurs focales et b) évolution d'ouvertures numériques, en fonction du diamètre de la microlentille.....	118
FIG. 3.14. Images de tâches focales des microlentilles ellipsoïdales : a) focale courte SFL et b) focale longue LFL.....	119
FIG. 3.15. a) Variation de la SFL des microlentilles ellipsoïdales pour trois valeurs de l'axe court 2b (30, 50, 70 μm) par rapport à l'axe long du masque et b) variation de la LFL des microlentilles ellipsoïdales pour les mêmes valeurs de 2b que sur (a) par rapport à l'axe long du masque.....	120
FIG. 3.16. a) Longueur focale mesurée des microlentilles cylindriques par rapport à l'épaisseur du rectangle sur le masque et b) longueur focale des microlentilles hexagonales individuelles par rapport à l'angle circonscrit des hexagones sur le masque.....	121
FIG. 3.17. Agrandissement du motif d'une mire de résolution USAF-1951 utilisée pour déterminer la qualité optique des microlentilles.....	122
FIG. 3.18. Images de la mire de résolution USAF-1951 à travers des microlentilles hexagonales individuelles, fabriquées par moulage UV de la colle photosensible SK9 : a) diamètre $2n=464 \mu\text{m}$, épaisseur de $71 \mu\text{m}$, ON estimée 0.30 ; b) diamètre $2n=310 \mu\text{m}$, épaisseur de $12.7 \mu\text{m}$, ON estimée 0.33. Les zones ou l'image de traits est restituée sans distorsion ont des diamètres de $250 \mu\text{m}$ et $120 \mu\text{m}$, respectivement.....	122
FIG. 3.19. Microlentilles à empreinte carrée fabriquées par moulage UV : a) agrandissement de la matrice de microlentilles moulée; et b) profils des trois matrices de microlentilles différentes mesurés sur la pièce moulée.....	123
FIG. 3.20. Schéma de principe de la soudure anodique entre silicium et verre.....	125
FIG. 3.21. Vue schématique de la migration d'ions pendant la soudure anodique.....	126
FIG. 3.22. Soudure anodique silicium-verre, a) détail d'une soudure anodique à l'aide d'une cathode en forme de pointe et un verre intermédiaire et b) détail de l'onde de soudure qui se propage en s'éloignant de la cathode.....	127
FIG. 3.23. Évolution typique du courant de polarisation pendant la soudure anodique [DZIUBAN 2006].....	128
FIG. 3.24. Schéma simplifié de la soudure anodique sous vide.....	130
FIG. 3.25. Exemple d'une pièce en verre ayant subi un mauvais traitement thermique après la soudure anodique.....	132
FIG. 3.26. Changement du volume molaire en fonction de la température. Il faut noter qu'un refroidissement trop rapide peut faire varier le volume molaire et produire des fissures.....	133
FIG. 3.27. Procédé de micro-moulage de microlentilles en verre de forme cylindrique : a) soudure anodique du moule silicium avec le substrat de verre, b) recuit du verre et remplissage des cavités, c) amincissement et polissage mécanique de la surface du verre, d) protection et photolithographie pour l'élimination sélective du silicium, e) élimination du silicium par gravure face arrière et f) élimination de la résine.....	134
FIG. 3.28. Photographie de la machine de soudure anodique et thermocompression EVG501 [EVG2].....	136
FIG. 3.29. Rampe thermique de recuit utilisée.....	137
FIG. 3.30. Photographie de la polisseuse Logitech PM5 utilisée pour l'amincissement et polissage du verre.....	137
FIG. 3.31. Profils de microlentilles verre recuites et moulées dans des cavités où le vide n'est pas suffisant : a) reste une faible quantité d'air, b) quantité d'air plus élevée et c) pas d'évacuation de l'air.....	140
FIG. 3.32. État du remplissage de moules par du verre.....	141
FIG. 3.33. Exemples de surface de verre libéré par gravure humide du silicium KOH : a) en absence de couche d'oxyde thermique et b) en présence d'une couche d'oxyde thermique et sa tâche focale (longueur focale = $150 \mu\text{m}$).....	142
FIG. 3.34. Microlentilles cylindriques en verre fabriquées à partir des moules silicium : a) par gravure isotrope, de plusieurs tailles différentes et b) par double gravure anisotrope, largeur égale à $195 \mu\text{m}$ pour tous les cylindres.....	143
FIG. 3.35. Quelques exemples de réalisations de microlentilles en verre obtenues à partir de moules gravés isotropiquement : a) microlentilles sphériques de différents diamètres et matrices	

de microlentilles hexagonales, dont l'image de la tâche focale d'une d'elles ($2n=146 \mu\text{m}$, $2m=152 \mu\text{m}$, $f=343 \mu\text{m}$), et b) matrices de couronnes circulaires et microlentilles ellipsoïdales de tailles différentes.....	144
FIG. 3.36. Gamme de longueurs focales de microlentilles réalisées à partir de nos moules silicium fabriqués par gravure humide : a) isotrope et b) double anisotrope - en fonction du diamètre des microlentilles.....	146
 CHAPITRE 4	
FIG. 4.1. Principe de fonctionnement d'un microscope confocal.....	151
FIG. 4.2. Architecture du microscope confocal sur puce [BARGIEL 2006].....	153
FIG. 4.3. Vue en coupe de 2 architectures proposées avec différents blocs d'illumination/détection utilisés, a) VCSEL utilisé en tant que source et détecteur ; et b) source laser accordable et capteur CMOS.....	154
FIG. 4.4. Design et réalisation de la table X-Y : a) vue schématique du placement des électrodes et des ponts d'isolation permettant d'alimenter les électrodes, b) image MEB de la table X-Y avec les détails de l'usage du SiO_2 pour l'isolement de deux cadres. Il faut noter que l'ouverture centrale de la membrane est prête à accueillir une microlentille.....	155
FIG. 4.5. Microactionneur à plaques parallèles : a) électrodes supérieures sur un wafer avant la découpe, b) différentes suspensions de la membrane active fabriqués sur un même wafer, c) électrode et plaque mobile après l'assemblage mais sans la microlentille [BARGIEL 2006] et d) microlentille en verre soudée sur la membrane active de la plaque mobile et agrandissement de la microlentille en verre (diamètre égal à $400 \mu\text{m}$) [LASZCZYK 2008].....	156
FIG. 4.6. Découpe de l'architecture générale des interféromètres sur le système SMARTIEHS. Seulement une des matrices de détection est représentée.....	159
FIG. 4.7. Schéma d'un microinterféromètre individuel de Twyman-Green du système SMARTIEHS. Les éléments diffractifs sont indiqués E.D. (n), $n=1, 2, 3$	160
FIG. 4.8. Schéma d'un microinterféromètre individuel de Mirau : a) vue générale, b) agrandissement du miroir de référence et c) structure de la lame semi-transparente.....	161
FIG. 4.9. Schéma de la station PA200 de SUSS couplée avec à la tête de mesure SMARTIEHS : a) vue frontale et b) vue en perspective.....	162
FIG. 4.11. Fabrication de moules silicium en combinant la double gravure anisotrope et la gravure isotrope.....	164
FIG. 4.12. Premiers résultats de fabrication de microlentilles de grand diamètre combinant la double gravure anisotrope et la gravure isotrope : a) agrandissement de moules et b) agrandissement d'une lentille et son profil.....	165

Liste des Tableaux

TABLEAU 1.1. Objectifs microscope du système TGI	20
TABLEAU 2.1. Quelques propriétés du silicium à 300K [ZHANG, WYBOURNE 1999, IOFFE, ASPNES 1999].....	36
TABLEAU 2.2. Différents usages des indices de Miller pour l'identification des paramètres d'une structure cristalline selon la notation.....	40
TABLEAU 2.3. Principales solutions pour la gravure du silicium.....	49
TABLEAU 2.4. Effets de la concentration de KOH sur la vitesse de gravure du Si [MAYER 1990].....	57
TABLEAU 2.5. Mesures de rugosité sur échantillons gravés en deux temps avec du KOH [ALBERO 2008].	68
TABLEAU 2.6. Uniformité des moules silicium, réalisés par double gravure KOH [ALBERO 2008].....	71
TABLEAU 2.7. Uniformité de moules gravés avec la solution HF/HNO ₃	86
TABLEAU 2.8. Comparaison de paramètres caractéristiques des deux types de gravure humide silicium utilisés pour la fabrication des moules de microlentilles	97
TABLEAU 3.1. Principales propriétés des matériaux plastiques pour le moulage.....	104
TABLEAU 3.2. Profondeurs mesurées sur une matrice d'ouvertures initiales de 150 µm.	113
TABLEAU 3.3 Propriétés principales du verre <i>Borofloat 33</i> ® [SCHOTT].	129
TABLEAU 3.4. Principales propriétés des microlentilles en fonction du procédé de moulage utilisé.....	145
TABLEAU 4.1. Caractéristiques du microscope confocal sur puce.	152
TABLEAU 4.2 Paramètres des lentilles pour l'interféromètre de Mirau.	163
TABLEAU A.1. Polynomes de Zernike de 4 ^{ème} degré [OTTEVAERE 2003].....	172

Introduction générale

Le développement de microlentilles réfractives émerge aujourd'hui comme l'une des technologies remarquables de la microoptique. Depuis plus de 20 ans, différents groupes de recherche et sociétés industrielles ont concentré leurs efforts sur le développement d'un spectre large de techniques de fabrication pour les microlentilles réfractives. En particulier, des recherches visant à réaliser des matrices de microlentilles en verre ont permis la mise au point de nombreux procédés de fabrication tels que la fusion du verre par laser CO₂ [WAKAKI 1998, CALIXTO 2005], l'usinage par pointe de diamant [YI 2005], les techniques de moulage en haute température [SHEN 2002], auxquelles s'ajoutent diverses techniques de thermoformage [POPOVIC 1998, HE 2003] et d'autres méthodes moins conventionnelles comme le dépôt chimique en phase vapeur (CVD), la photoinduction de verres de chalcogénures ou le dosage par seringues [KUBO 1990, HISAKUNI 1995, KEYWORTH 1997]. La plupart de ces méthodes de fabrication, qui font appel à des traitements thermiques, exigeant une gestion rigoureuse des contraintes mécaniques, permettent la réalisation de matrices de microlentilles qui peuvent satisfaire les principaux besoins de systèmes d'imagerie optique et capteurs.

Dans un certain nombre d'applications il est important de disposer de méthodes bien adaptées à la fabrication de masse [LEE 2004], et faire appel aux techniques de prototypage rapide. En particulier, l'utilisation des technologies de microusinage permet la réduction du coût et la miniaturisation des systèmes et des composants microoptiques avec leur intégration monolithique.

Pour atteindre un tel objectif, il nous a semblé nécessaire de proposer une filière de fabrication de composants microoptiques, compatibles avec la technologie MEMS (Micro-Electro-Mechanical Systems), et s'appuyant sur des techniques de moulage silicium faisant appel à la gravure humide du silicium. Une telle approche de microfabrication collective, déjà initiée déjà par autres auteurs [LIMA 2003, LARSEN 2005], permet de faciliter les procédés d'alignement et offre de surcroît un potentiel d'intégration monolithique.

Ce manuscrit présente une technique originale de fabrication de microlentilles à l'échelle du wafer, basée sur le moulage à partir de préformes en silicium qui sont réalisées par la gravure humide. A partir de ces préformes, des microlentilles en polymère ou en plastique peuvent être répliquées par des procédés tels que le matriçage à chaud ou bien le moulage verre à haute température associé à la soudure anodique. Cette dernière technique permet précisément l'intégration monolithique directe de microlentilles en verre sur une membrane de silicium.

Selon les caractéristiques optiques requises de microlentilles (diamètre, ouverture numérique, distance focale), nous utilisons deux techniques différentes pour graver le moule de silicium. La première méthode est la gravure humide anisotrope du silicium dont les vitesses de gravure sont différentes selon l'orientation du plan cristallin attaqué [BARYCKA 1995]. Cette méthode qui exige deux étapes de gravure pour obtenir une forme sphérique, permet de produire des moules adaptés pour des microlentilles de diamètres allant jusqu'à plusieurs millimètres, de faibles ouvertures numériques (inférieures à 0.05) et de longueurs focales de quelques millimètres. La deuxième technique est la gravure humide isotrope, dont la vitesse de gravure reste constante suivant tous les plans cristallins du silicium et leur orientation [ROBBINS 1959]. Cette dernière méthode permet d'obtenir une surface hémisphérique en une seule étape de gravure. Ce type de gravure conduit à des moules qui vont produire des microlentilles dont le diamètre varie de quelques dizaines de microns à quelques centaines de microns (notre maximum est 500 μm), de très grande ouverture numérique allant jusqu'à 0.5 et de longueurs focales de quelques centaines de microns [ALBERO 2009].

À partir de ces moules en silicium des matrices de microlentilles peuvent être fabriquées avec une certaine flexibilité dans le choix de matériaux qui les composent. Dans le cadre de ces travaux de thèse, nous avons ainsi fabriqué des microlentilles en plastique (polymères, polycarbonate) par différentes techniques de réplification telles que le moulage ultra-violet, le micro-moulage par injection et le matriçage à chaud [LEE 2004, HUANG 2008, DUTTA 2007], mais également des microlentilles en verre borosilicaté par le moulage du verre à haute température [CARRASCO 2005, ALBERO 2008].

A l'origine, le sujet de ma thèse devait s'inscrire dans un contexte plus général de réalisation de composants microoptiques pour le projet du microscope confocal sur puce qui sera présenté dans le Chapitre 4. Lorsque nous avons commencé l'étude de différentes techniques de gravure pour la fabrication de ces composants, nous nous sommes rendu compte de la potentialité du

moulage silicium pour la microoptique. En particulier, la technique proposée a été labélisée par le Réseau d'Excellence Européen en Microoptique NEMO comme une de ses technologies phares, justifiant le recentrage du sujet de ma thèse sur la mise au point des techniques de micro-moulage pour la fabrication de composants microoptiques. Les travaux de thèse regroupent alors une large étude de paramètres de gravure du silicium qui vont permettre la fabrication contrôlée des moules de microlentilles dont les méthodes de réplification sont également optimisées et catégorisées. Nous verrons que la filière originale de fabrication de microlentilles proposée, basée sur le moulage silicium, sera validée dans le cadre du projet Européen SMARTIEHS, pour la réalisation des optiques de la matrice de micro-interféromètres de Mirau.

Dans le premier chapitre je présenterai de manière générale les motivations de ce travail de thèse. D'abord, un bref rappel de paramètres dimensionnels et propriétés optiques de microlentilles est donné, ainsi que leurs principales applications sont indiquées. Les techniques de caractérisation de composants microoptiques sont ensuite répertoriées avec une attention particulière pour l'interférométrie. Enfin, un état de l'art de techniques de fabrication de microlentilles est présenté, introduisant notre méthodologie propre.

Le deuxième chapitre se concentre sur l'utilisation de la gravure humide du silicium pour la fabrication de moules de microlentilles, constituant le cœur de ce travail de thèse par ses aspects originaux. Nous présenterons tout d'abord les propriétés du silicium, notre matériau de base, avant d'introduire les différentes techniques adaptés à sa gravure, qui proviennent majoritairement des technologies de fabrication des MEMS. Dans cette description, nous ferons la distinction entre, d'une part, la gravure anisotrope et, d'autre part, la gravure isotrope. Ces deux techniques seront présentées de façon exhaustive, en détaillant les effets de différentes recettes de solutions de gravure sur la forme et la qualité de moules, et analysant l'impact de paramètres critiques de gravure. Finalement, une étude expérimentale permettant de caractériser la qualité des moules sera présentée Cette session de mesures nous a permis d'optimiser les deux procédés de gravure (isotrope et anisotrope) en termes des critères pertinents comme la précision que l'on puisse atteindre, la qualité des moules obtenus et la plage de tailles accessibles.

Le troisième chapitre se concentre sur la fabrication de nos microlentilles à partir des moules silicium. Nous évoquerons les techniques de réplification « classique » à partir de moules avec l'utilisation du plastique via les méthodes de micro-moulage UV, le micro-moulage par injection et le matriçage à chaud. Une partie importante de ce chapitre sera également dédiée au micro-moulage à haute température de microlentilles en verre. Les avantages de cette approche, ainsi que les contraintes et paramètres critiques rattachés à ce procédé seront analysés. Enfin, nous discuterons les résultats de caractérisation des microlentilles ainsi fabriquées pour évaluer de façon qualitative la filière de fabrication proposée.

Dans le quatrième et dernier chapitre, nous présenterons finalement les deux applications qui valident l'utilisation de ces microlentilles, réalisées par micro-moulage : la microscopie optique sur puce. Un doublet de ces microlentilles, monté sur des actionneurs MEMS, sera fabriqué pour réaliser le scanner 3D d'un microscope confocal MEMS. Ce scanner comprend deux micro-actionneurs électrostatiques : un actionneur vertical et une table x-y, chacun d'eux portant une microlentille intégrée monolithiquement sur sa membrane. Le deuxième exemple d'application concerne l'architecture du micro-interféromètre de Mirau ou l'utilisation de microlentilles de grande taille (diamètre de l'ordre de 2,5 mm) et d'ouverture numérique autour de 0,12 est nécessaire. La réalisation d'un tel gabarit de microlentilles est un challenge car les techniques conventionnelles de la microoptique ne sont pas bien adaptées. Dans notre cas, nous verrons que la combinaison de deux types de gravure présentés au deuxième chapitre va permettre de répondre à ce cahier des charges.

Enfin, nous concluons ce mémoire en indiquant quelques perspectives d'avenir pour la valorisation des présents travaux.

Chapitre 1. La microlentille : un composant crucial pour la microoptique

La lentille réfractive est parmi les composants optiques les plus répandus et les plus anciens. Les premières utilisations des lentilles semblent remonter à la Grèce antique. En 423 av. J.-C., le poète Aristophane parle dans sa pièce *Les Nuées* d'un verre à feu, un objet qui n'est en fait rien d'autre qu'une lentille convexe utilisée pour produire du feu en faisant converger les rayons solaires. Quelques siècles plus tard, Pline l'Ancien (23-79) rapporte l'existence d'un objet en émeraude, similaire à une lentille convexe, que l'empereur Néron utilisa pour corriger la myopie lors des spectacles de gladiateurs. Au cours de la même période, Sénèque le Jeune (3 av. J.-C. - 65) décrit l'effet grossissant d'un globe en verre rempli d'eau. C'est bien plus tard, autour du X^{ème} siècle que le mathématicien arabe Alhazen (965-1038) détaille pour la première fois le rôle du cristallin, expliquant en particulier la formation d'images sur la rétine. Mais ce n'est probablement qu'au cours des années 1280 que les lentilles ont commencé à être utilisées largement en tant que lunettes de vue. Dès lors, la lentille est devenue un composant primordial de nombreux outils de la physique comme les télescopes, les microscopes, etc.

La microoptique est apparue autour des années 1980 et peut être définie comme l'ensemble des systèmes et des composants optiques ayant des dimensions de l'ordre du millimètre ou inférieures. Elle regroupe l'ensemble d'éléments qui servent à modifier l'état ou la direction de la lumière, et en particulier à focaliser, à redresser, à polariser un rayon lumineux, ou à constituer un système d'imagerie. On retrouve ainsi sous la forme miniature tous les composants conventionnels de l'optique tels que les lentilles (qui sont le composant clé de ces travaux de

thèse), les polariseurs, les lames à retard de phase, les lames séparatrices ou bien des composants relevant davantage de microsystèmes optiques tels que les micro-miroirs. Les technologies de microoptique ont permis la réalisation à bas coût de systèmes dont les dimensions sont très inférieures à celles utilisant des composants optiques conventionnels.

La microoptique doit son essor, d'une part, aux avancées des technologies optoélectroniques (microlasers, fibres optiques, guides optiques), et d'autre part, aux progrès récents de techniques de microusinage issues de la micro-électronique, permettant de proposer des solutions nouvelles pour la miniaturisation des systèmes optiques. Les premiers besoins en composants microoptiques sont apparus avec le développement des télécommunications par fibre optique, où ils étaient nécessaires pour le couplage de la lumière avec un encombrement minimum. Le *boom* des *télécoms* dans les années 90 a fortement contribué au progrès des technologies microoptiques avec, en particulier, l'utilisation de plus en plus répandue des technologies de fabrication de circuits intégrés. Grâce à la flexibilité de ces techniques de fabrication, combinée avec la réduction de coût offerte par des techniques de réplification, des progrès notables ont été obtenus dans la précision, la fiabilité et la qualité des nouveaux composants microoptiques réfractifs ou diffractifs, suscitant un vif intérêt pour leur utilisation.

L'évolution de la microoptique a bénéficié également de l'avènement des systèmes micro-électro-mécaniques, couramment appelées MEMS (acronyme de l'anglais *Micro-Electro-Mechanical-Systems*). Les MEMS sont des systèmes miniaturisés (dont les tailles sont souvent inférieures au millimètre), fabriqués par les technologies typiques de la microélectronique et qui combinent des fonctions électroniques et mécaniques. Leur principale caractéristique est de réaliser des systèmes incorporant des actionneurs, capteurs et unités de traitement. Les MEMS bénéficient à la fois de leur extrême miniaturisation et d'un rapport performance/coût très avantageux, car ils peuvent être fabriqués en série par des procédés collectifs. Leur taille peut varier en fonction de leur complexité et leur degré d'intégration. Les premiers MEMS, apparus dans les années 80, étaient dédiés à l'aéronautique et à l'instrumentation, par exemple, des capteurs de pression et des accéléromètres. Aujourd'hui, les études de marché montrent qu'il existe 15 champs d'application principaux (capteurs de pression, jet d'encre, accéléromètres, gyroscopes, microphones de silicium, systèmes micro-fluidiques, thermographie, micro-afficheurs & pico-projecteurs, MEMS optiques, MEMS radiofréquence pour la téléphonie mobile, laboratoires sur puce, entre autres), avec des chiffres d'affaires globaux estimés à 7 milliards de dollars US.

Dans les années 1990, la combinaison des MEMS et de la microoptique a donné naissance aux MOEMS (Microsystèmes opto-électromécaniques). L'intégration aux MEMS de composants microoptiques a requis le développement de techniques de fabrication de microlentilles, pour des applications telles que les vidéoprojecteurs, les capteurs de front d'onde [YOON 1996], les caméras miniature de type « *smart-pixel* », ou les systèmes d'analyse sur puce (*lab-on-chip*)

orientés vers la biologie (microscopes) [KWON 2002, HUNG 2009]. En fait, les techniques les plus répandues de fabrication de microlentilles ont été celles présentant les plus grands potentiels d'intégration au sein de microsystèmes. Le choix des matériaux et leurs propriétés mécaniques, thermiques et surtout optiques permettent de définir leur domaine d'application et leurs possibilités d'intégration au sein de ces microsystèmes. Par exemple, le verre, les résines photosensibles et les polymères sont utilisés aujourd'hui quand l'illumination est dans les gammes de longueurs d'onde visibles et ultra-violettes (UV), tandis que d'autres matériaux comme le silicium et l'arséniure de gallium (GaAs) sont plus courants quand l'illumination est dans le domaine infrarouge.

Nous allons dans ce chapitre présenter les principaux paramètres servant à décrire les microlentilles, ainsi que rappeler leurs principales technologies de fabrication. Nous aborderons ensuite quelques techniques permettant leur caractérisation. Enfin, nous présenterons notre approche originale pour la fabrication de microlentilles.

1.1 La microlentille, un composant clé de la microoptique

Les microlentilles constituent un composant particulièrement important de la microoptique. Elles sont en effet requises sur la grande majorité des microsystèmes optiques comme moyens de manipulation des rayons lumineux où constituant des systèmes d'imagerie. Pour couvrir les nombreux besoins des systèmes optiques, des microlentilles réfractives mais aussi diffractives ont été développées. Les lentilles diffractives sont intéressantes en raison de leur miniaturisation et de l'utilisation de technologies planaires facilitant leur fabrication, en revanche, elles sont plus dépendantes de la longueur d'onde incidente que les lentilles réfractives car elles sont caractérisées par une forte dispersion chromatique qui limite leur utilisation aux sources de lumière monochromatiques. En conséquence, la microlentille réfractive reste encore un composant de choix. La figure 1.1 montre la coupe transversale d'une lentille réfractive plan-convexe en la comparant à son équivalent diffractif pour une longueur d'onde λ donnée.

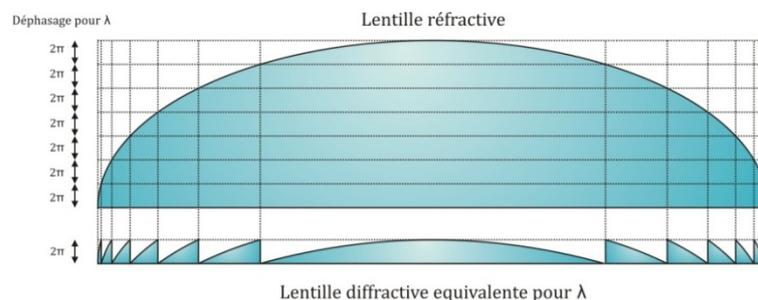


FIG. 1.1. Conception d'une lentille diffractive équivalente à une lentille réfractive pour une longueur d'onde λ donnée.

La lentille diffractive peut être schématisée par la décomposition du profil continu de la lentille réfractive en un ensemble de sections annulaires concentriques dont le profil est un multiple de 2π de la phase introduite sur une onde plane.

1.1.1 Définition de paramètres pertinents de microlentilles

Une lentille sphérique est formée de deux dioptries sphériques qui délimitent un milieu d'indice de réfraction n plongé le plus souvent dans l'air. Leurs caractéristiques sont directement liées à la courbure de ces deux surfaces et à l'épaisseur qui les séparent. Du point de vue géométrique, la microlentille réfractive peut être caractérisée par son diamètre D , ses rayons de courbure R_1 et R_2 et son épaisseur s (souvent nommé *saggita* ou *sag* dans la littérature). À cause des techniques de fabrication, les microlentilles sont souvent de type plan-convexe, c'est-à-dire que l'un de ses rayons de courbure est infini.

On peut réduire la liste de paramètres clés d'une microlentille aux grandeurs suivantes :

- a. Les distances focales, objet et image, d'un système optique centré convergent ou divergent sont, par définition, les distances algébriques séparant respectivement le plan principal objet H du foyer objet F et le plan principal image H' du foyer image F' . Elles sont souvent notées f et f' . Dans le cas par exemple d'une lentille mince, les plans principaux peuvent être confondus avec le centre optique de la lentille et dans ce cas la distance focale image est facilement définie par la distance algébrique séparant le centre optique de la lentille mince du foyer image (qui se trouve sur le plan focal image de la figure 1.2).
- b. L'ouverture numérique (ON) de la microlentille : est une valeur sans dimension définie par l'équation :

$$ON = n \sin \theta \quad (1.1)$$

où

- n est l'indice de réfraction du milieu dans lequel la lentille est plongée et
- θ est l'angle entre l'axe optique et le rayon incident transmis par la lentille le plus écarté de l'axe optique.

Cette valeur permet de mesurer la quantité de lumière qu'une lentille est capable de collecter. Une ouverture numérique faible signifie donc que la lentille collecte moins de lumière qu'une lentille d'ouverture numérique élevée. L'ouverture numérique de la lentille peut aussi être définie comme la tangente de l'angle θ quand ce dernier est suffisamment petit (pour des ON en général inférieures à 0.5). L'ouverture numérique est également liée à la longueur focale par la relation

$$ON = n \tan \theta = n \frac{d/2}{f'} \quad (1.2)$$

où

- d est le diamètre de la lentille et
 - f' est la longueur focal image.
- c. La résolution d'une lentille dépend à la fois de sa distance focale et de son diamètre. Si l'on suppose une lentille parfaite, avec un profil sans aberrations, la résolution maximale de la lentille est donnée par le critère de Rayleigh [SMITH 1978]. Ce dernier critère affirme que, pour une longueur d'onde λ donnée, deux sources ponctuelles peuvent être distinguées quand le motif de diffraction peut être identifié comme résultant de deux objets distincts. Le rayon minimal r de ces points sera la taille minimale de la tache d'Airy (figure de diffraction d'un cercle), donné par

$$r = 1.22 \frac{\lambda f'}{d} = 1.22 \frac{\lambda}{2ON} \quad (1.3)$$

La valeur de r correspond donc aussi à la distance minimale requise entre deux points pour être distingués. On peut également déduire de cette relation qu'une ouverture numérique élevée correspondra à une meilleure résolution (avec un profil de phase parfait).

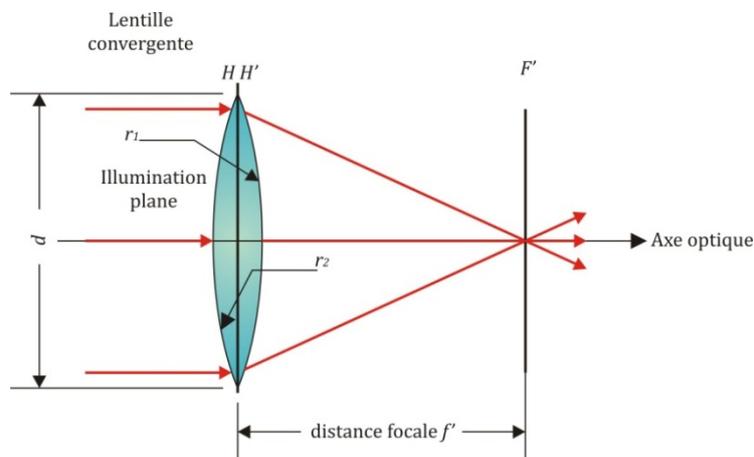


FIG. 1.2. Paramètres dimensionnels et focalisation d'une lentille convergente

- d. Le facteur de remplissage : s'applique aux matrices de microlentilles et caractérise le degré de recouvrement de microlentilles élémentaires. Le facteur de remplissage, qui est un paramètre indispensable à la qualification d'une matrice de microlentilles, correspond au rapport entre la surface occupée par toutes les microlentilles et la surface totale occupée par la matrice. L'efficacité de collection de la lumière d'une matrice de microlentilles est donc proportionnelle à son facteur de remplissage. Un facteur de remplissage élevé est

particulièrement intéressant quand les applications demandent un haut confinement de la lumière comme, par exemple, en sortie des couches de diffusion des écrans à cristaux liquides (LCD) de haute résolution.

1.1.2 Applications des microlentilles

Les applications courantes de microlentilles sont très répandues car nous les retrouvons dans un nombre important d'objets usuels allant de téléphones portables aux scanners de super marchés. Les microlentilles sont utilisées dans une multitude de systèmes d'imagerie utilisant des caméras miniatures (*smart-pixel*) où elles collectent la lumière afin de la focaliser sur des détecteurs ponctuels, augmentant ainsi la sensibilité de détection (Fig. 1.3 (a)).

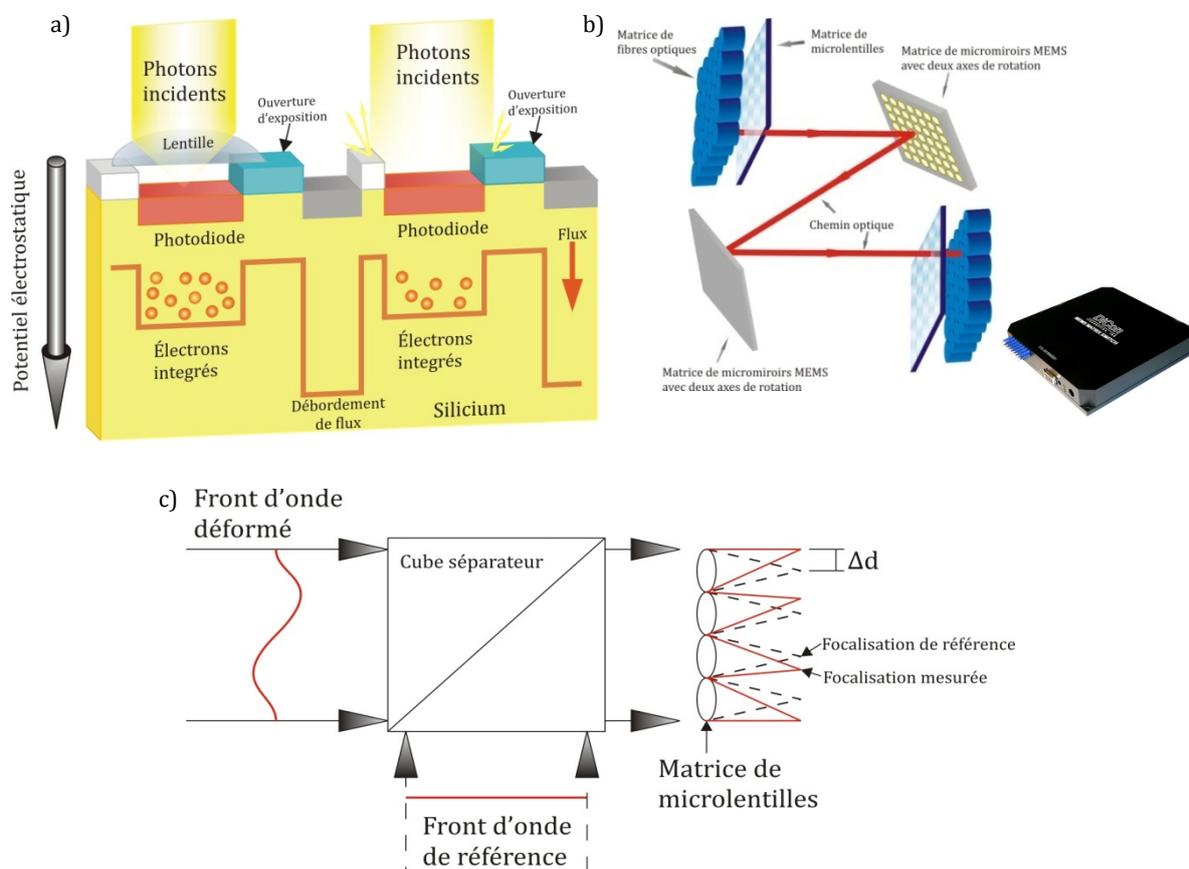


FIG. 1.3. Exemples d'applications des microlentilles, a) schéma de la différence entre les systèmes d'imagerie avec microlentille (*smart-pixel*) et sans microlentille, b) schéma des commutateurs optiques qui utilisent des matrices de microlentilles ainsi que des micro-miroirs MEMS avec deux axes de rotation, et image du produit commercial correspondant [DICON] et c) schéma de fonctionnement générale d'un capteur de front d'onde de type Shack-Hartmann.

On trouve également des matrices de microlentilles comme un élément de base des analyseurs de front d'onde de type Shack-Hartmann. Ces capteurs, utilisés dans l'astronomie ou dans l'ophtalmologie, décomposent un front d'onde incident à l'aide d'une matrice de microlentilles où chacune d'entre elles permet de concentrer les rayons incidents sur un capteur CCD placé au plan focal. Ainsi, le déplacement du point focal sur le capteur CCD par rapport au centre théorique de chaque lentille informe de la courbure du front d'onde locale, c'est à dire pour la zone d'incidence de la microlentille (Fig. 1.3 (c)) [YOON 1996]. La comparaison du front d'onde mesuré avec un front d'onde de référence permet ainsi le calcul des aberrations géométriques. D'autres systèmes, davantage conçus pour les télécommunications, utilisent également des microlentilles, tels que par exemple des matrices de microlentilles utilisées pour l'acheminement des signaux optiques dans les commutateurs optiques 3D (Fig. 1.3 (b)) [DICON].

1.1.3 Techniques de caractérisation de microlentilles

Le développement de nouvelles technologies de fabrication requiert la maîtrise de techniques de métrologie, d'une part pour optimiser les procédés de fabrication et, d'autre part, pour mesurer les performances de l'objet réalisé, permettant de se positionner par rapport à l'état de l'art. Dans le cas des microlentilles, il est nécessaire de mesurer la forme et le profil des surfaces, mais aussi d'évaluer les paramètres paraxiaux tels que la longueur focale et l'ouverture numérique ainsi que les aberrations. Pour une matrice de microlentilles, il est très important de caractériser la dispersion de tailles, ce qui revient généralement à caractériser l'uniformité de la matrice. Même si au cours de ces travaux nous avons fait appel à la profilométrie mécanique, les méthodes d'interférométrie optique sont les plus appropriées comme un moyen de caractérisation offrant une haute résolution.

Dans la suite de ce chapitre, les différentes techniques de caractérisation auxquelles nous avons fait appel seront présentées. Une partie de ces techniques a été disponible grâce à l'accès au centre de métrologie du Réseau Européen d'Excellence en Microoptique (NEMO). Les laboratoires universitaires qui ont collaboré au déroulement de ce projet sont la Vrije Universiteit Brussel et l'Université de Joensuu (Finlande). A FEMTO-ST nous avons utilisé l'interférométrie de Twyman Green et l'interférométrie en lumière blanche.

1.1.3.1 Caractérisation de microlentilles par l'interférométrie optique

L'interférométrie est une méthode de mesure basée sur le phénomène d'interférences issu de la superposition d'ondes spatialement et temporellement cohérentes entre elles. Ce phénomène est dû aux propriétés ondulatoires de la lumière et produit, dans la zone de superposition, un système de franges d'interférences. On dit que le mécanisme d'interférence est obtenu par division du front d'onde lorsque différents points de l'onde incidente interfèrent entre eux, c'est le cas des fentes de Young ou des réseaux de diffraction. En revanche, on parle de division

d'amplitude lorsque les ondes interférant entre elles proviennent de la division en plusieurs faisceaux de l'amplitude de l'onde incidente. C'est le cas des interféromètres tels que l'interféromètre de Michelson, de Mach-Zehnder ou encore de Fabry-Pérot. Le motif d'interférences généré dépend de la forme des fronts d'onde et de leur déphasage, et contient donc des informations sur l'échantillon à mesurer perturbant le trajet des ondes qui interfèrent.

C'est pourquoi l'interférométrie est utilisée dans de nombreux domaines comme l'astronomie, la spectroscopie, l'évaluation de l'indice de réfraction ou de la topographie de surfaces. Dans la caractérisation de composants microoptiques de petite taille et souvent transparents, c'est l'interférométrie en lumière monochromatique que nous avons choisi, apportant la haute résolution (quelques nanomètres) et son caractère non-invasif, c'est-à-dire sans contact.

Au cours de l'histoire, plusieurs architectures d'interféromètres à deux ondes ont été proposés, tous basés sur le principe où une source de lumière cohérente (ou quasi cohérente) est divisée en deux faisceaux à l'aide d'une lame séparatrice ou d'un cube séparateur. Un des faisceaux est perturbé par l'objet à mesurer tandis que le second faisceau sert de référence. Les deux faisceaux, ayant subi un déphasage, sont superposés et interfèrent dans le plan d'un capteur, généralement CCD ou CMOS, permettant d'enregistrer la figure d'interférences.

Le traitement de l'interférogramme consiste alors à démoduler les franges, soit électroniquement, soit à l'aide des algorithmes dits à décalage de phase (souvent utilisée sous l'acronyme de l'anglais *phase shifting interferometry*, PSI), permettant de restituer la cartographie de l'échantillon grâce au calcul de distributions d'amplitude et de phase dans l'interférogramme. Plusieurs techniques à décalage de phase existent, mais celle qui est la plus répandue introduit des modulations de phase de 90° au miroir de référence et exige l'acquisition de 3 à 5 interférogrammes décalés. Cette méthode s'applique, généralement, à la mesure des états de surfaces, mais reste aussi valable pour des mesures d'indice de réfraction [GORSKI 2002].

1.1.3.2 Principaux interféromètres et algorithmes

Parmi les différentes architectures interférométriques on trouve des exemples notables comme les interféromètres de Rayleigh, de Fizeau, de Michelson, de Twyman-Green, de Mach-Zehnder, de Mirau, ou de Fabry-Perot. Dans le cadre de ces travaux de thèse, nous allons porter plus particulièrement notre attention sur les interféromètres de Twyman-Green et de Mach-Zehnder que nous avons utilisés. Mais, dans un premier temps, nous reviendrons sur le principe de l'interféromètre de Michelson qui est à la base de tous ces systèmes interférométriques.

L'INTERFÉROMÈTRE DE MICHELSON

L'interféromètre de Michelson a été conçu entre 1881 et 1887 pour réaliser l'expérience historique de Michelson et Morley. Il s'agissait de tester la loi de composition des vitesses dans les référentiels terrestre et de Copernic par la mise en évidence de l'entraînement de l'éther

(supposé comme la référence absolue dans laquelle la lumière se déplace à la vitesse c dans le vide). Aujourd'hui, les applications de ce type d'interféromètre sont dans les domaines de la spectroscopie, la gravimétrie, le contrôle d'états de surface ou encore les mesures d'épaisseurs optiques.

Son schéma de base est conçu pour des sources de lumière étendues. Il est constitué de deux miroirs perpendiculaires et d'une lame séparatrice orientée à 45° des miroirs qui réalise une division d'amplitude, c'est-à-dire, qui idéalement transmet 50% de la lumière incidente et réfléchit les 50% restant (Fig. 1.4) afin de superposer deux ondes d'amplitudes équivalentes. Le front d'onde plan incident est ainsi séparé en deux faisceaux qui sont ensuite réfléchis par les deux miroirs puis superposés par la même lame séparatrice afin de les faire interférer. Le déphasage de ces deux faisceaux est proportionnel à la différence des chemins optiques (définis comme la distance multipliée par l'indice de réfraction du milieu) parcourus par les deux faisceaux. Cependant, si l'on remplace un des miroirs par un échantillon, ce dernier introduit un déphasage dont l'extraction permet d'accéder à la cartographie 3D de l'échantillon.

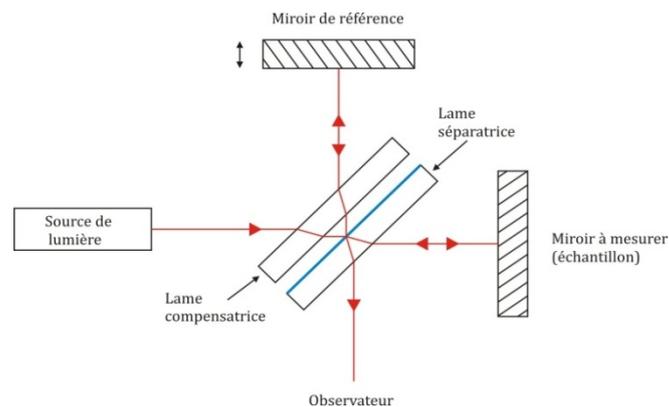


FIG. 1.4 Schéma de l'interféromètre de Michelson.

L'INTERFÉROMÈTRE DE TWYMAN-GREEN

L'interféromètre de Twyman-Green, représenté sur la figure 1.5, a été proposé pour la première fois en 1916 par F. Twyman et A. Green. Son architecture est très proche de celle de Michelson : (a) le miroir de référence est ajustable grâce à un déplacement le long du bras de référence et ainsi permettant de balayer des épaisseurs d'échantillon plus importantes ; et (b) la source de lumière est ponctuelle tandis qu'elle est étendue sur l'interféromètre de Michelson.

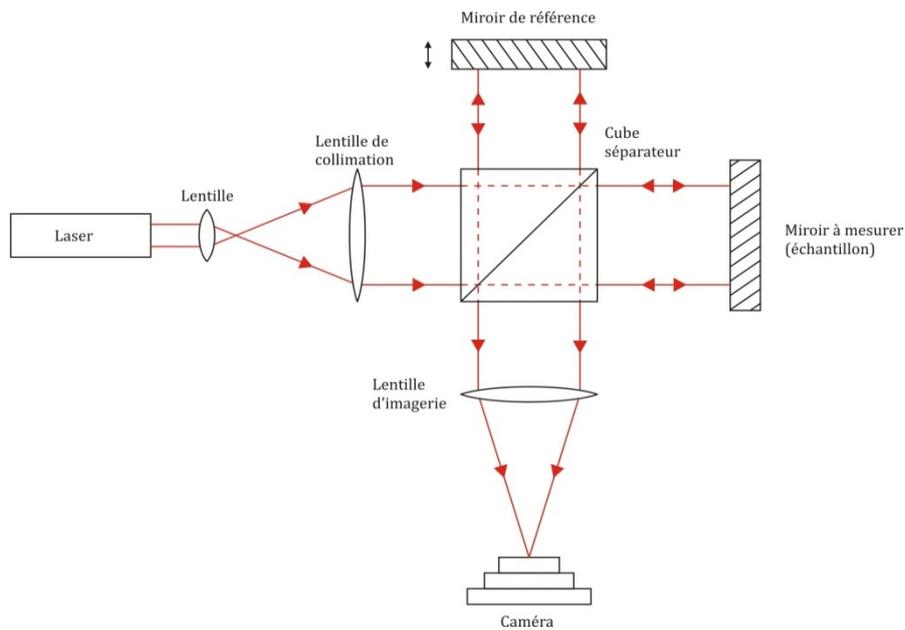


FIG. 1.5. Schéma de l'interféromètre de Twyman-Green

L'INTERFÉROMÈTRE DE MACH-ZEHNDER

Les bases de l'interférométrie Mach-Zehnder ont été proposées par L. Zehnder (en 1891) et L. Mach (en 1892). À différence du Michelson, le principe est de diviser un faisceau optique cohérent suivant deux chemins équivalents mais spatialement séparés puis de les recombiner (Fig. 1.6). Pour cela, deux miroirs et deux lames séparatrices (où cubes séparateurs) sont utilisés pour d'abord diviser et ensuite superposer les deux faisceaux en sortie.

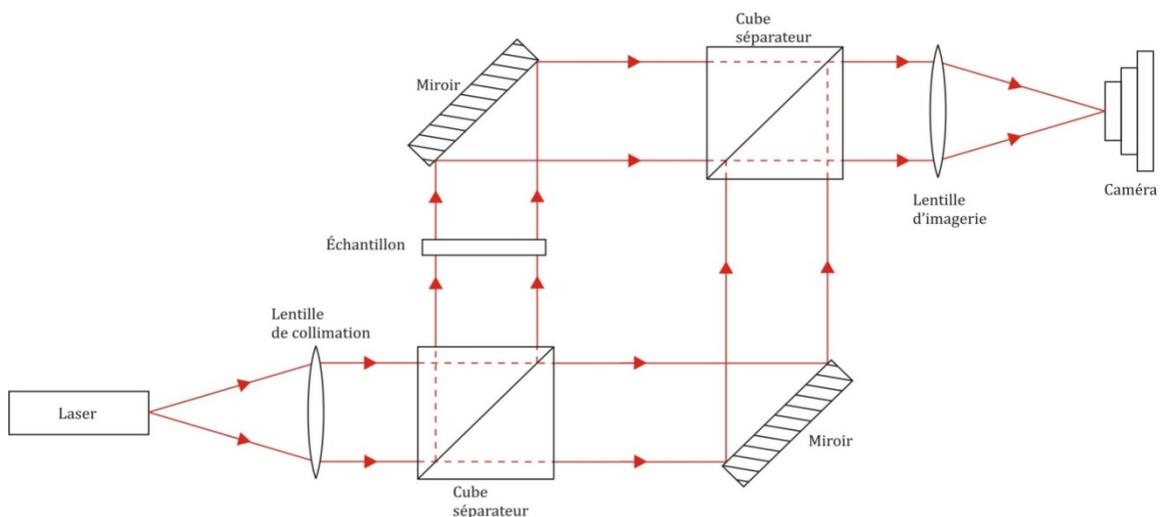


FIG. 1.6. Schéma de l'interféromètre de Mach-Zehnder.

Cette configuration est souvent utilisée pour analyser une figure d'interférence créée par des objets transparents tels qu'une lentille placée sur un des deux bras optiques.

INTERFÉROMÉTRIE À DÉCALAGE DE PHASE ET LE REPLIEMENT DE PHASE

Nous avons vu que la figure d'interférences résultante de la superposition des faisceaux se propageant sur deux bras de l'interféromètre en présence d'un coin d'air, est composée de franges rectilignes sombres et claires. La phase de ces franges suit une fonction cosinus. La présence d'un échantillon à mesurer introduit des distorsions du front d'onde déformant les franges linéaires. L'intensité peut être exprimée comme

$$I(x, y) = I_0(1 + V(x, y) \cos(\Phi_{obj}(x, y) - \Phi_{ref}(x, y))) \quad (1.4)$$

où

- I_0 est l'intensité moyenne,
- V est le facteur de visibilité et
- $\Phi_{obj} - \Phi_{ref}$ est la différence de phase.

Il existe plusieurs méthodes pour mesurer ces trois inconnues, mais nous allons nous concentrer sur le principe de l'interférométrie à décalage de phase (PSI), car c'est la méthode utilisée dans mes travaux de thèse.

Pour accéder à ces trois variables (I_0 , V , $\Phi_{obj} - \Phi_{ref}$), il est nécessaire d'enregistrer au moins trois interférogrammes, chacun d'eux étant déphasé de 90° (0° , 90° , 180°). Pour augmenter la résolution de mesure de l'interféromètre, le nombre de ces acquisitions est ramené à 4 ou 5. Les déphasages sont généralement obtenus par le déplacement du miroir de référence entraîné par un poussoir (ou tube) piézoélectrique (PZT). Dans notre cas l'algorithme utilisé exige l'acquisition de 5 interférogrammes décalés, améliorant la précision de mesure. La distribution discontinue de phase modulo 2π (ou phase pliée) est donnée par :

$$\Phi(x, y) = \tan^{-1} \left[\frac{2(I_2(x, y) - I_4(x, y))}{I_1(x, y) - 2I_3(x, y) + I_5(x, y)} \right] \quad (1.5)$$

$$\Phi_{ref}(x, y) = (r - 1) \frac{\pi}{2} \quad (1.6)$$

où

- I_1 , I_2 , I_3 , I_4 et I_5 sont les distributions d'intensité de chaque interférogramme au point (x, y) et
- $r = 1, 2, 3, 4, 5$.

Ensuite, une étape supplémentaire de calcul consiste à déplier la phase afin d'éliminer les sauts de phase liés à la périodicité du signal d'interférences. Cette dernière opération permet de lever les ambiguïtés sur le nombre entier des cycles de phase ($n2\pi$) :

$$\Phi(x_i, y_j) = \Phi_w(x_i, y_j) + 2\pi m(x_i, y_j) \quad (1.7)$$

où

- $\Phi(x,y)$ est la phase dépliée,
- $\Phi_w(x,y)$ est la phase pliée et
- $m(x,y)$ est le numéro de champ, de valeurs entières.

L'équation (1.7) montre que l'opération de dépliement consiste à soustraire ou ajouter le multiple de 2π pour chaque discontinuité des valeurs de la phase pliée.

Même si l'algorithme PSI est un des algorithmes les plus utilisés, son domaine d'application est limité à l'étude de surfaces ne présentant pas de discontinuités supérieures à $\lambda/2$ (où π) Cette ambiguïté est levée lorsqu'on fait appel aux techniques interférométriques opérant en lumière blanche (où sources de faible cohérence) qui autorisent la mesure d'échantillons dont l'amplitude des accidents de surface comporte des marches supérieures à $\lambda/2$ (où π) [HARUMA 1998, COSTANTINO 2003, HIRAI 2003].

1.1.3.3 Systèmes utilisés

Nous allons voir dans cette section les différents systèmes interférométriques, commerciaux ou non, que nous avons utilisé dans le cadre de ces travaux de thèse.

PROFILOMÉTRIE OPTIQUE

Deux types de profilomètres optiques ont été utilisés pour la caractérisation des surfaces.

D'abord, le profil de surface de nos microlentilles a été mesuré avec un profilomètre optique Wyko NT2000 (Fig. 1.7(a)), disponible grâce à notre collaboration avec le Département de Physique Appliquée et Photonique à VUB (Vrije Universiteit Brussel, Belgique). Ce profilomètre utilise deux méthodes de mesure complémentaires fonctionnant en lumière blanche. Pour des surfaces polies optiquement, dont les accidents de surface sont compris entre 0.1 nm et 160 nm, on travaille en régime PSI. Pour des échantillons très rugueux dont les accidents de surfaces varient entre 160 nm et 2 mm on peut travailler en mode d'interférométrie par balayage vertical (VSI, de l'anglais *vertical scanning interferometry*). L'architecture du Wyko NT2000 est basée sur un microscope interférentiel de type Mirau, qui est également une variante de l'interféromètre de Michelson. La courte longueur de cohérence de la source de lumière blanche entraîne une faible profondeur de champ où se trouvent localisées les franges d'interférences. Il faut donc que

l'échantillon soit placé autour du plan focal afin de bénéficier d'un contraste de franges élevé. Pendant la mesure, le bras de référence qui contient l'objectif interférentiel de Mirau est déplacé verticalement pour assurer le balayage de la surface à différentes distances. Celles-ci sont contrôlées très précisément à l'aide d'un capteur piézoélectrique.

Un second profilomètre optique a été utilisé pour mesurer la rugosité, celui-là étant disponible à FEMTO-ST. Il s'agit d'un profilomètre optique Microsurf 3D de marque *Fogale* [FOGALE] (Fig. 1.7(b)). Le principe de base est le même que celui du système Wyko NT2000. Cependant, quelques différences d'architecture existent entre ces 2 profilomètres, dont la plus importante est le mouvement vertical du translateur PZT du porte-échantillon.

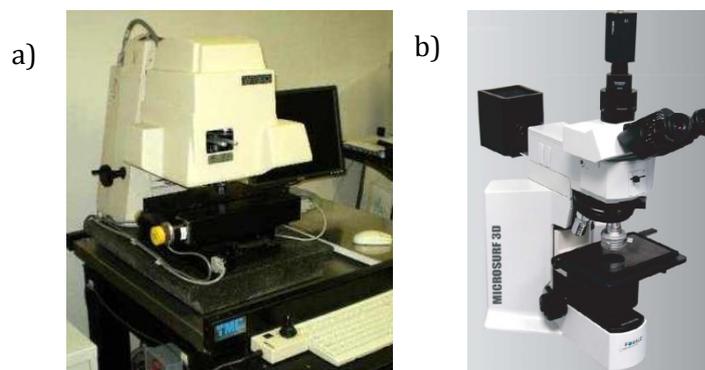


FIG. 1.7. Profilomètres optiques utilisés pour la caractérisation de micro-composants optiques, a) *Wyko NT2000* de Veeco et b) *Microsurf 3D* de Fogale.

INTERFÉROMÈTRE DE MACH-ZEHNDER : MESURES EN TRANSMISSION

Pour la caractérisation des paramètres optiques des microlentilles nous avons utilisé une plateforme interférométrique de Mach-Zehnder (Fig. 1.8), développée par l'université Erlangen-Nürnberg et disponible au Département de Physique Appliquée et de Photonique de l'Université de Bruxelles (VUB) [OTTEVAERE 2003].

L'interféromètre est couplé avec un microscope commercial Carl Zeiss Jena. Dans ce système, le bloc d'illumination est composée d'un laser HeNe et d'un cube séparateur polarisant (qui produit le faisceau d'interrogation et le faisceau de référence) associé à une lame demi-onde qui permet d'ajuster les intensités de deux faisceaux qui interfèrent. Ces derniers sont acheminés par des fibres optiques à maintien de polarisation afin de faire interférer deux faisceaux linéairement polarisés (meilleur contraste de franges). L'échantillon est placé entre deux objectifs de microscope dont le premier ajuste la taille du faisceau sonde et le deuxième adapte le faisceau sortant au système d'imagerie. Ainsi, le faisceau arrivant sur le cube séparateur est élargi et rendu parallèle par un doublet achromatique avant d'être recombinaison avec le faisceau de

référence et collecté par une caméra CCD. Pour contrôler l'état de polarisation du faisceau de référence et forcer l'interférence des deux faisceaux, la fibre à maintien de polarisation est positionnée de manière à maintenir sa polarisation fixe et tournée à 90°. Cette solution évite l'utilisation d'un polariseur positionné devant le capteur CCD, qui diminue en général la qualité du signal détecté.

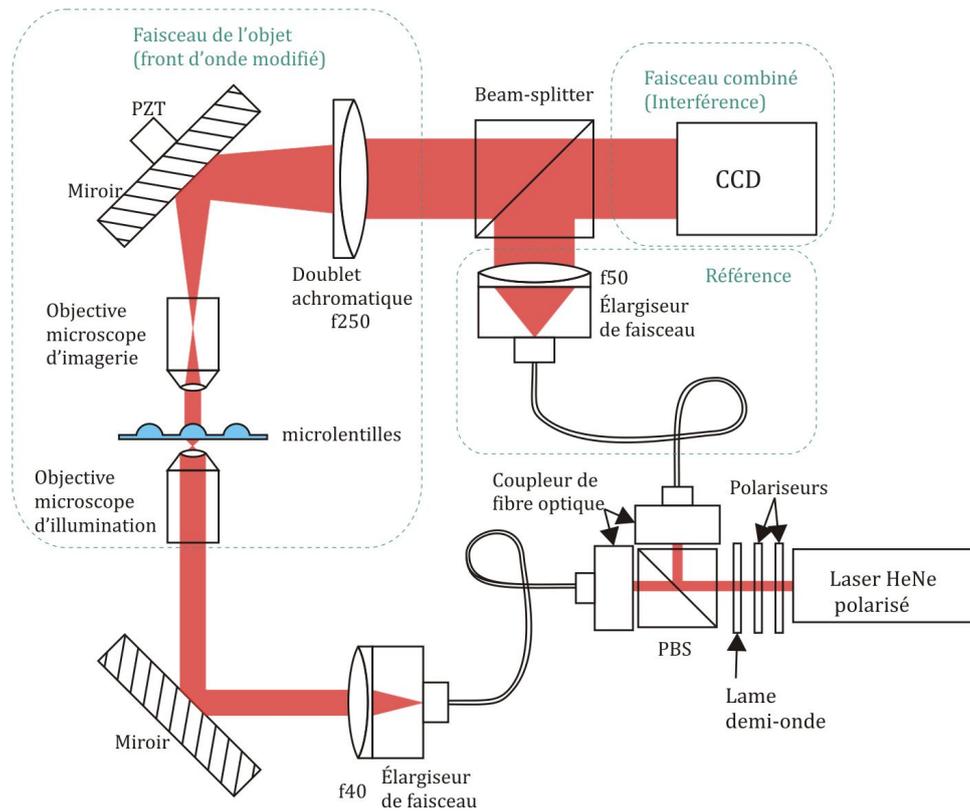


FIG. 1.8. Vue schématique de l'interféromètre Mach-Zender développé à l'Université Erlangen-Nürnberg.

Deux options de mesure restent possibles. Dans la première option, l'onde plane issue du bras de mesure peut être focalisée à l'aide d'un objectif de microscope pour générer une onde sphérique qui permet de réaliser une mesure relative des aberrations sphériques de la microlentille. La mesure des aberrations est obtenue par interférométrie à décalage de phase avec des algorithmes PSI. La mesure expérimentale donne l'accès à la distribution de phase $\Phi(x,y)$ dans le plan de la pupille de sortie, donnée par

$$\Phi(x, y) = \frac{2\pi}{\lambda} \psi(x, y) \quad (1.8)$$

où

- λ est la longueur d'onde de référence et
- $\psi(x,y)$ sont les aberrations d'onde de la lentille analysée.

A partir de ces données, un logiciel calcule la distribution de phase et, après la soustraction de l'inclinaison, du décentrement et de la défocalisation de la microlentille, la déviation par rapport à un front d'onde idéal peut être déduite (mesurée en phase/ λ) grâce à l'ajustement de cette déviation par les coefficients du polynôme de Zernike de 4^{ème} ordre [Voir Annexe A].

La seconde option de ce système est de mesurer la longueur focale des microlentilles. L'objectif de microscope est alors enlevé afin d'illuminer l'échantillon avec une onde plane. La longueur focale peut être évaluée en masquant les zones autour de l'ouverture afin de pouvoir compter les franges depuis le centre jusqu'aux bords de la microlentille (ou jusqu'aux franges visibles quand la lentille a une grande ouverture numérique). Alors, la longueur focale peut être calculée par

$$f = \frac{\pi r_{mask}^2}{\Phi \lambda} \quad (1.9)$$

où

- r_{mask} est la taille du masque ajusté à l'ouverture de la lentille,
- $\Phi=2m\pi$ est la phase mesurée, étant m le nombre de franges comptées depuis le centre jusqu'à la taille de l'ouverture et
- λ est la longueur d'onde du laser.

INTERFÉROMÈTRES TWYMAN-GREEN

Deux systèmes interférométriques de Twyman-Green légèrement différents, ont également été utilisés dans ces travaux de thèse pour la caractérisation de microlentilles.

Un premier interféromètre de Twyman-Green a permis la caractérisation d'écart de profils de nos microlentilles par rapport à une sphère idéale. Cet appareil, développé à l'université Erlangen-Nürnberg était aussi disponible au Département de Physique Appliquée et de Photonique (VUB) (Fig. 1.9(a)) [OTTEVAERE 2003]. Le principe de mesure est basé sur la focalisation d'une onde plane grâce à un objectif de microscope de très grande ouverture numérique afin de générer un front d'onde ayant la même courbure que la lentille à mesurer et ainsi effectuer une mesure relative par rapport à un front d'onde sphérique (comme dans le cas de l'interféromètre de Mach-Zehnder). Pour obtenir la même courbure du front d'onde, on doit faire coïncider le foyer avec le centre de courbure de la microlentille sphérique à mesurer. L'onde réfléchi est donc pratiquement plane à la sortie de l'objectif de microscope contenant seulement les déphasages correspondants aux déviations de surface et aux erreurs d'alignement.

La cohérence temporelle du laser introduit quelques sources d'imprécision comme l'apparition de bruit speckle et présence de franges parasites [SCHWINDER 1995], mais en revanche on obtient

une très bonne visibilité de franges. L'utilisation d'un cube séparateur polarisant aide également à l'élimination des réflexions parasites ainsi que facilite l'ajustement de l'intensité entre les bras de mesure et de référence de l'interféromètre. Une solution supplémentaire pour filtrer la granularité speckle est obtenue par l'utilisation d'une lame diffusante tournante, diminuant la cohérence spatiale tout en maintenant la cohérence temporelle du laser. Cette technique de métrologie est alors utilisée pour mesurer les déviations de sphéricité des microlentilles, mais aussi pour estimer les rayons de courbure.

Le deuxième système d'interférométrie Twyman-Green (qu'on appelle TGI pour le différencier du précédent) dont le schéma est décrit par la figure 1.9(b), a été développé par M. Jozwik dans le cadre de sa thèse de doctorat effectuée au sein du groupe MOEMS de C. Gorecki (département d'Optique, FEMTO-ST). Il a été ensuite adapté pour la caractérisation des moules de microlentilles [GORECKI 2007]. Cette plate-forme expérimentale contient une station sous pointe basée sur un microscope métallurgique Nikon et un interféromètre de Twyman-Green, travaillant en lumière monochromatique. L'interféromètre est constitué d'un cube séparateur dont une des facettes est métallisée et qui joue le rôle du miroir de référence, d'une table de translation pour l'échantillon et d'un tube piézoélectrique vertical effectuant le décalage de phase utilisant cinq interférogrammes. La mesure dynamique est effectuée par l'association de la technique stroboscopique au décalage de phase : on éclaire l'échantillon avec des impulsions lumineuses, synchronisées avec la source du signal d'excitation du MEMS.

Le microscope est équipé d'objectifs corrigés à l'infini et de longues distances de travail. Le Tableau 1.1 résume les caractéristiques de nos objectifs : le grossissement, l'ouverture numérique, la distance de travail, le champ de vision et la résolution latérale. La source de lumière est une diode laser monochromatique ($\lambda=658$ nm), stabilisée en température et dotée des optiques de collimation. L'interférogramme est visualisé et enregistré grâce à une caméra CCD et le traitement de données est effectué par un logiciel commercial appelé *Fringe Application* (Smarttech).

TABLEAU 1.1. Objectifs microscope du système TGI

Grossissement	ON	Distance de travail (mm)	Champ de Vision (mm)	Résolution ($\mu\text{m}/\text{pixel}$)
5X	0.13	22.5	1.250 x 0.950	1.630
10X	0.21	20.3	0.625 x 0.475	0.815
20X	0.35	20.5	0.310 x 0.235	0.405
50X	0.45	13.8	0.125 x 0.095	0.163

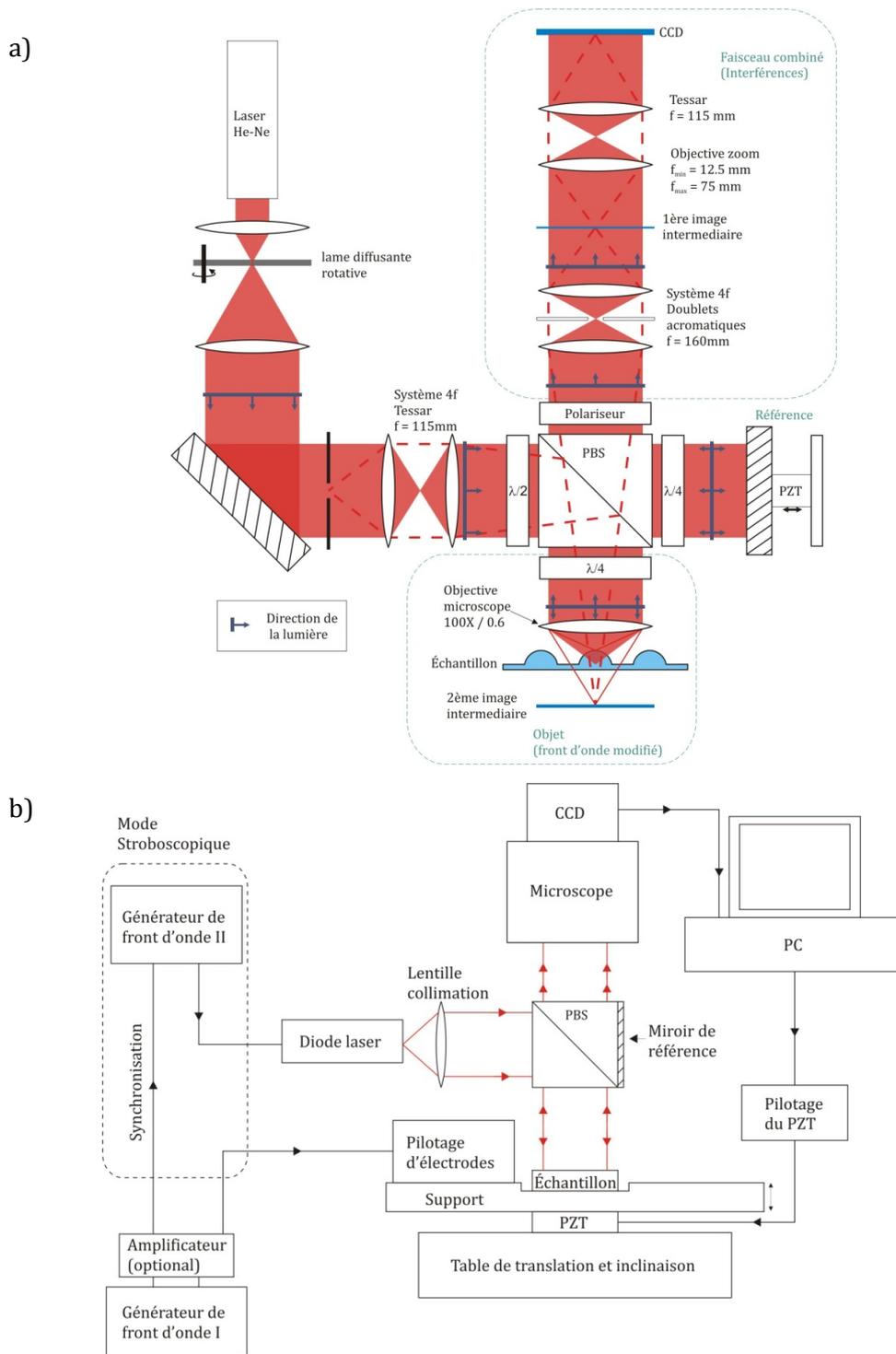


FIG. 1.9 Vue schématique des systèmes interférométriques utilisés, a) développé à l'université Erlangen-Nürnberg et b) développé à l'institut FEMTO-ST, Université de Franche-Comté.

L'équation 1.5 est utilisée pour calculer la distribution de phase pliée et c'est à partir de ces données que la cartographie de phase dépliée $\Phi_c(x,y)$ est obtenue, donnant l'accès au profil de la surface $h(x,y)$ via la relation

$$h(x, y) = \frac{\Phi_c(x,y)}{4\pi} \lambda \quad (1.10)$$

Avec ce système il a été possible d'obtenir le profil 3D de quelques moules fabriqués durant mes travaux de thèse.

1.2 Etat de l'art des techniques de fabrication de microlentilles

Avant d'aborder les travaux réalisés dans le cadre de cette thèse, nous allons présenter une vue d'ensemble des techniques existantes de fabrication de microlentilles. Ces techniques sont classées selon que le procédé de fabrication est collectif, utilisant l'écriture locale où bien ayant recours au moulage. Dans la dernière partie de cette section nous présenterons quelques des procédés parmi les plus originaux et moins courants. Il est important de noter que nous considérons que la technique de fabrication de microlentilles par micro-moulage peut être classée en tant que procédé collectif adapté à la fabrication de masse.

1.2.1 Procédés de fabrication de masse

1.2.1.1 Microlentilles fabriquées par recuit de résine

La fabrication de microlentilles par recuit de résine (souvent qualifié dans la littérature anglophone de *Thermal reflow microlenses* ou *resist melting method*) a été pendant longtemps la seule technique de fabrication de matrices de microlentilles commerciale. C'est aussi pour cette raison qu'elle est probablement aujourd'hui la technique de fabrication de microlentilles la mieux maîtrisée. Dans ce cas, les microlentilles réfractives sont fabriquées par recuit de piliers cylindriques de résine photosensible ou de polymères aux propriétés similaires [POPOVIC 1998]. Tout d'abord, un substrat, habituellement en verre, est recouvert d'une couche de résine photosensible (Fig. 1.10 (a)). Cette couche est structurée par photolithographie [HUTLEY 1990], c'est-à-dire insolée puis développée pour former une série de piliers cylindriques (Fig. 1.10 (b) et (c)). Ensuite, ces piliers sont chauffés à une température supérieure à la température de transition de la résine afin de les faire fondre. Grâce au contrôle des tensions de surface, la forme des cylindres change jusqu'à aboutir à des formes parfaitement semi-sphériques qui correspondent au minimum de l'énergie de surface (Fig. 1.10 (d)). La même technologie peut être également utilisée pour fabriquer des matrices de microlentilles de formes différentes, comme par exemple des microlentilles cylindriques ou des microlentilles ayant une empreinte triangulaire, hexagonale ou carrée [DALY 1990, CHOU 2005, PAN 2007].

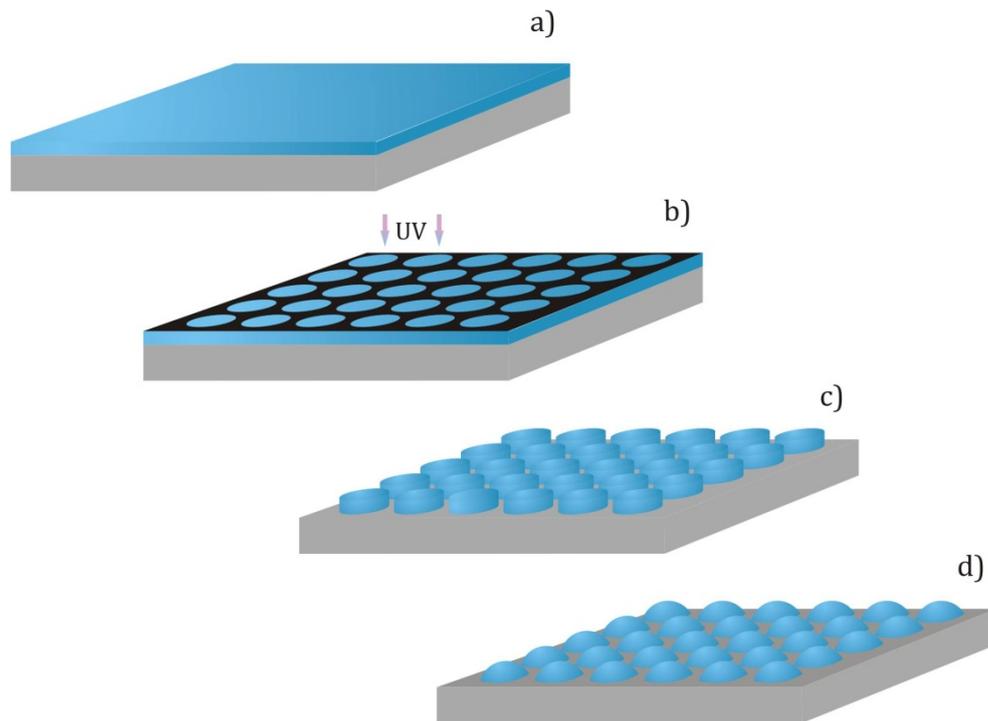


FIG. 1.10. Procédé de fabrication de microlentilles par recuit de résine : a) dépôt de résine photosensible sur un substrat (silicium, verre ou autres), b) masquage et exposition à la lumière ultra-violette, c) développement de la résine et d) recuit de la résine.

Cette technique permet la fabrication de microlentilles couvrant de grandes surfaces avec un facteur de remplissage élevé. L'uniformité entre les différentes microlentilles de la matrice est alors principalement dépendante de l'uniformité de l'épaisseur de la résine photosensible. En revanche, cette technique ne permet pas d'accéder à toutes les tailles et à toutes les formes de microlentilles. En particulier, certaines combinaisons d'épaisseur et de diamètre de cylindres ne peuvent pas être utilisées. Par exemple, une épaisseur trop faible entraîne des déviations de sphéricité au centre des microlentilles, entraînant à leur tour une dégradation significative de la qualité optique de la lentille. C'est la raison pour laquelle cette technique n'était pas appropriée, dans un premier temps, pour la fabrication de microlentilles de faible ouverture numérique ($ON < 0.15$). Plus récemment, des études visant à solutionner ce problème ont porté sur le traitement de la surface du substrat avant le dépôt de la résine photosensible afin de modifier les tensions de surfaces à l'interface substrat-résine, et ainsi augmenter l'angle critique de mouillage [HASELBECK 1993]. Ces travaux ont permis d'atteindre des ouvertures numériques de l'ordre de 0.1. Le préformage du polymère par ablation laser avant le recuit est une autre technique qui permet de varier la géométrie de ces microlentilles, avec l'obtention cette fois des ouvertures numériques plus élevées [JAY 1994]. Cependant, des épaisseurs e trop grandes par rapport au diamètre D du cylindre entraîneront des défauts de forme lors du recuit.

Typiquement, le rapport maximal est $e/D=1/23$. Dans la plupart des cas, cette relation limitera les diamètres à 1000 μm [HUTLEY 1990]. Le diamètre minimal, par contre, est limité par la résolution intrinsèque de la photolithographie (limites liées au phénomène de diffraction de la lumière à travers le masque), qui est d'environ 1 à 2 μm [NUSSBAUM 1997].

On peut noter que la même technique de recuit peut s'appliquer à d'autres matériaux comme le verre [HE 2003]. Le type de verre utilisé est photosensible grâce à sa composition hybride inorganique-organique ($\text{SiO}_2\text{-ZrO}_2$) qui permet de l'usiner par éclairage ultra-violet.

1.2.1.2 Transfert de microlentilles en résine photosensible vers d'autres matériaux

Les microlentilles fabriquées en résine photosensible ne sont pas adaptées à toutes les applications. En général, on leur reproche leurs instabilités thermique et mécanique, ainsi que l'augmentation de l'absorption à cause du vieillissement du matériau, qui produit jaunissement et une perte de transparence, qui peut être relativement grande. C'est pourquoi des procédés ont été développés afin de transférer le profil de surface de ces microlentilles sur d'autres matériaux plus stables et plus transparents. Une de ces techniques consiste à fabriquer les microlentilles en résine photosensible sur le substrat du matériau choisi et ensuite à transférer leur profil dans le substrat par des techniques de gravure sèche ou de gravure à ion réactive (RIE, *reactive ion etching*) (Fig. 1.11). Les atomes sont alors éliminés simultanément de la surface du substrat et de la microlentille jusqu'à ce que la forme de la microlentille soit complètement gravée sur le substrat [STERN 1994].

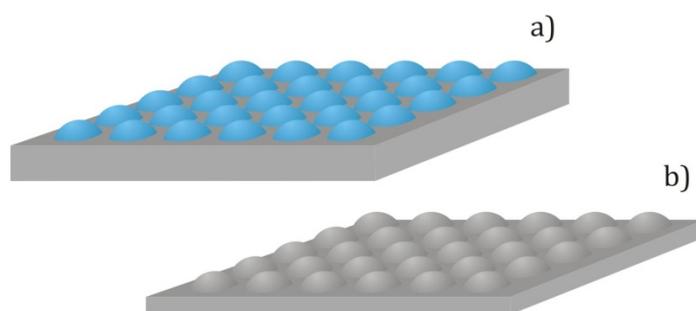


FIG. 1.11. Schéma du principe du transfert de microlentilles : a) Microlentilles en polymère ou résine sur substrat et b) gravure RIE et transfert sur le substrat.

Pour les applications dans la gamme de longueurs d'onde visibles et ultra-violettes, les microlentilles sont transférées sur un substrat de silice, tandis que des matériaux comme le silicium ou l'arséniure de gallium sont préférés pour les applications dans le domaine infrarouge [HASSELBECK 1993]. On peut noter qu'il est également possible de modifier le rayon de courbure

des microlentilles transférées grâce aux caractéristiques de la gravure RIE, et en particulier à l'adaptation de la sélectivité de gravure [NUSSBAUM 1997].

1.2.2 Microlentilles fabriquées par écriture locale

Contrairement aux techniques présentées ci-dessus, cette section se concentre sur l'approche de fabrication qui vise à réaliser la matrice de composants microoptiques élément par élément. Parmi ces techniques, nous évoquerons, dans un premier temps, les techniques ayant un principe lithographique, basées sur l'exposition de résines (optiques ou électroniques) suivies du développement des parties exposées. Dans un deuxième temps, nous décrirons des techniques d'ablation physique, dont les éléments sont créés directement sur le matériau sans aucun procédé préalable de transfert.

1.2.2.1 Techniques lithographiques

Les techniques lithographiques d'écriture directe sont basées sur l'utilisation de faisceaux (optiques, électroniques) effectuant l'exposition locale (écriture) de couches de résine. L'exposition contrôlée de ce type de couches permet la fabrication d'une grande variété de microcomposants optiques. Certaines résines permettent d'obtenir des épaisseurs continues et linéairement dépendantes de la puissance du faisceau d'insolation [GALE 1997]. C'est en modulant l'intensité du faisceau que la résine est plus ou moins exposée à l'insolation, et il en résulte des épaisseurs variant de manière continue. La résolution des profils continus ainsi créés dépend des caractéristiques de la résine et, selon la technique, de la taille du faisceau. Un des avantages majeurs de cette technologie est la fabrication de microlentilles hybrides associant des structures réfractives et diffractives sur le même substrat. Pour ces structures hybrides, les techniques basées sur le recuit de résines photosensibles ne sont pas suffisamment performantes.

On peut classer les techniques lithographiques d'écriture directe en deux catégories : l'écriture directe par faisceau laser et l'écriture directe par faisceau d'électrons.

ÉCRITURE DIRECTE PAR FAISCEAU LASER

La base de cette méthode repose sur une résine photosensible qui est insolée telle que son épaisseur, une fois développée, varie de manière continue en fonction des doses locales de l'intensité d'exposition. Cette exposition est généralement réalisée par un balayage du substrat avec un faisceau laser focalisé dont l'intensité est modulée (Fig. 1.12(a)). Le contrôle du balayage, effectué par ordinateur, permet alors de créer une grande variété de profils microstructurés, comme par exemple des éléments diffractifs ayant un profil continu. Ici, la taille minimale du motif élémentaire que l'on peut réaliser dépend des optiques utilisées pour focaliser le faisceau, ce qui correspond typiquement à quelques centaines de nanomètres, (par

exemple 600nm [KOROLKOV 2006, TAN 2008]). Il est aussi possible d'atteindre ces valeurs avec des dispositifs de moins bonne qualité optique mais équipés d'un système d'auto-focalisation [RHEE 2009]. Les résines photosensibles, utilisées par cette technologie, doivent répondre à un certain nombre des critères stricts d'uniformité et de qualité de surface, et permettre des résolutions submicroniques. De plus, elles doivent avoir des caractéristiques de développement linéaires (dont l'épaisseur dépend linéairement du temps d'insolation) afin de simplifier les designs et les calculs des temps d'exposition et contribuer à de grandes gammes dynamiques. Si la dimension des surfaces à exposer est supérieure à la zone du balayage du faisceau laser, il est alors nécessaire de déplacer le substrat afin d'insoler zone par zone, ce qui entraîne des contraintes d'alignement. Le substrat à usiner est alors placé sur une table de translation X-Y dont le déplacement minimal limite le pas et la précision d'alignement entre chaque exposition (connu comme les effets de *stitching*). La précision de la déflexion aux grands angles du faisceau et la précision de mesure de la hauteur du substrat peuvent alors contribuer aux problèmes de *stitching*. Dans le cas d'éléments à symétrie cylindrique (comme les microlentilles), il est courant de placer le substrat sur une table de rotation pendant que le laser ne se déplace que le long du rayon de l'élément à créer. Des profils complexes peuvent être générés lorsque les propriétés d'exposition (c'est-à-dire la réaction de la résine à l'intensité de l'éclairement laser) sont bien contrôlées. Il est alors possible de fabriquer des éléments microoptiques ayant des profils non-sphériques (lentilles de Fresnel, kinoforms, réseaux de diffraction blazés), ainsi que des éléments microoptiques hybrides réfractif-diffractif.

ÉCRITURE PAR FAISCEAU D'ÉLECTRONS

L'écriture de microstructures par faisceau d'électrons (aussi appelée *e-beam writing*) est une technique alternative où l'insolation de la résine « électronique » est réalisée par un faisceau d'électrons dans une chambre à vide (Fig 1.12(b)). Selon les caractéristiques de la conductivité de la résine et du substrat, il est parfois nécessaire de déposer une couche mince conductrice sous la résine pour éviter les effets de charge qui ont tendance à dévier le trajet des électrons.

Cette technique a fait son apparition au début des années 1980 [FUJITA 1982] et s'est fortement développée depuis. Elle permet aujourd'hui d'atteindre des tailles de faisceau de quelques nanomètres, et le procédé est principalement limité par les paramètres de la résine et les rapports d'aspect des motifs à reproduire [ZHOU 2008]. Par exemple, la diffusion des électrons dans la résine, appelée aussi effet de proximité, augmente les tailles minimales des motifs (typiquement de l'ordre de 20nm). On y retrouve également les mêmes problèmes de *stitching* que dans le cas de l'écriture par faisceau laser.

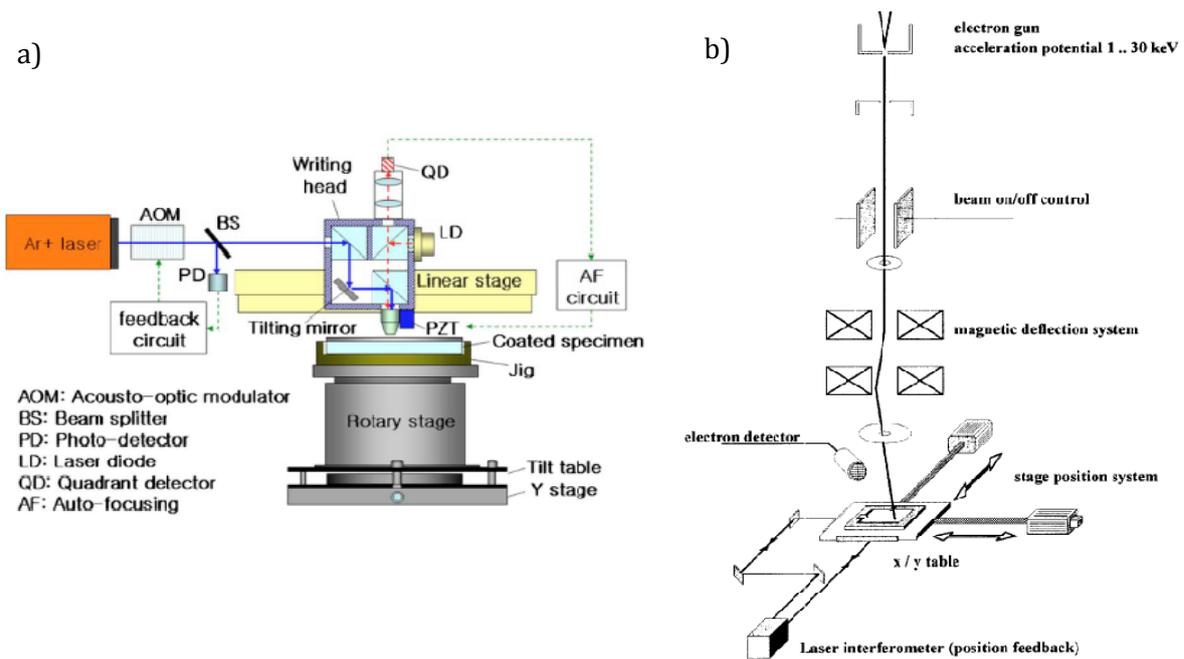


FIG. 1.12. Vues schématiques de systèmes d'écriture locale, a) système d'écriture par faisceau laser utilisé par Rhee *et al.* [RHEE 2009] et b) système d'écriture par faisceau d'électrons utilisé par Kley *et al.* [KLEY 1993].

L'écriture par faisceau d'électrons permet d'atteindre des résolutions bien meilleures à celle obtenue par l'écriture du faisceau laser. Cependant, les équipements pour la lithographie électronique sont encore très coûteux.

1.2.2.2 Ablation physique

Les techniques d'ablation physique sont celles où le matériau est directement enlevé sans avoir recours à la lithographie et au dépôt de résines.

Nous allons présenter quelques variantes de ce procédé de fabrication dans le cas de microcomposants optiques, particulièrement celles qui sont les plus largement utilisés pour la fabrication de microlentilles.

ABLATION LASER

Cette technique se base sur l'ablation directe du matériau par faisceau laser, et concerne généralement des verres ou des polymères. Le faisceau laser focalisé n'est alors pas utilisé pour exposer des résines photosensibles mais pour directement usiner un substrat. Les lasers sont dans ce cas beaucoup plus puissants, et fonctionnent généralement en régime impulsif. Les lasers utilisés à cet effet sont souvent des lasers excimère (ArF, KrF, XeF, KrCl, etc.) générant une illumination ultra-violette. Différentes techniques de balayage et de génération d'impulsions

sont utilisées afin d'obtenir des microstructures ayant des profils continus. (Fig. 1.13(a)) [NAESSENS 2003]. La résolution effective d'ablation dépend du type de laser et du système de focalisation et elle est limitée par la taille et la rugosité résultante de la gravure. Des résolutions jusqu'à 200 nm ont été démontrées [GUO 2009]. On peut rappeler que pour la fabrication de microlentilles réfractives, d'autres auteurs utilisent l'ablation laser afin de préformer un matériau (en l'occurrence du Téflon dopé) avant d'atteindre le profil sphérique tout en améliorant la qualité de surface par un recuit spécifique [MIHAÏLOV 1993].

Des lasers CO₂ ont été également utilisés avec le même principe mais en exploitant les propriétés thermiques du verre pour déformer plutôt qu'enlever le matériau et ainsi fabriquer des microlentilles réfractives (Fig. 1.13(b)) [WAKAKI 1998, CALIXTO 2005].

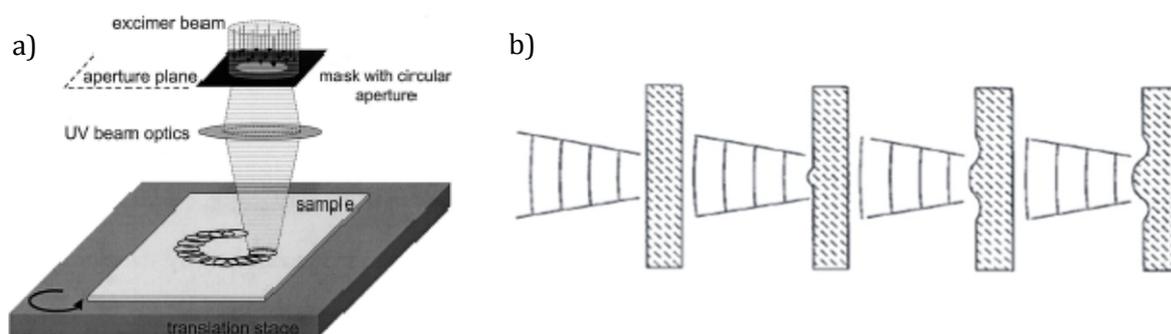


FIG. 1.13. a) Schéma du système d'ablation utilisé pour la fabrication de microlentilles réfractives [NAESSENS 2003] et b) déformation contrôlée d'un substrat de verre avec un laser CO₂ pour la fabrication de microlentilles réfractives [WAKAKI 1998].

FAISCEAU D'IONS FOCALISÉ

L'écriture par faisceau d'ions focalisé, couramment connue comme FIB (acronyme de l'anglais *Focused Ion Beam*) est une autre technique capable de créer des structures de tailles submicroniques sur une grande variété de substrats (comme du verre, du quartz, du silicium, du GaAs ou encore du LiNbO₃). Le principe de ce type d'écriture est le même que l'ablation directe par laser, cependant avec un faisceau d'ions (généralement de gallium), beaucoup plus petit. Le faisceau est contrôlé de manière similaire au faisceau d'électrons, mais on travaille à l'énergie suffisante pour graver le substrat, ce faisceau se comportant comme un outil mécanique d'usinage. La profondeur de gravure dépend de la dose d'ions, celle-ci étant contrôlée par la focalisation du faisceau et le temps d'interaction avec le substrat. Ce temps d'interaction peut être ajusté par le nombre de passages et la vitesse de passage sur la surface. En particulier, procéder par une série de passages rapides permet de mieux contrôler l'échauffement local du substrat. Les profondeurs des motifs sont limitées par la profondeur de focalisation (la divergence du faisceau dégrade alors la verticalité des flancs).

USINAGE PAR UNE POINTE EN DIAMANT

On peut également considérer l'usinage par une pointe en diamant comme une technique d'écriture locale. L'usinage de la surface du matériau est effectué par un diamant monté sur une tête tournante et qui est déplacé circulairement. Cette technique est, par conséquent, limitée à la fabrication d'éléments à symétrie de rotation dont les pentes sont peu prononcées. C'est pourquoi la fabrication des microlentilles se limite à de faibles ouvertures numériques. De plus, le choix des matériaux est limité aux métaux, car le verre est trop fragile pour ce type d'usinage. Cependant, des résultats acceptables ont été obtenus sur des matériaux plastiques [HATAKOSHI 1990], et on trouve aujourd'hui des produits commercialisés qui ont été fabriqués par cette technique [POLYOPTICS]. Les rugosités (*rms*) atteintes avec ce type d'usinage sont de l'ordre d'1 nm. Les premiers équipements qui ont été mis sur le marché travaillaient élément par élément, mais on trouve aujourd'hui des approches basées sur des tours en spirale qui permettent la fabrication de plusieurs éléments en parallèle [YI 2005].

1.2.3 Moulage de microlentilles

Les techniques de fabrication de microlentilles par moulage consistent à répliquer le composant optique à partir d'un moule fabriqué au préalable dans un matériau plus facile à usiner. Dans le cadre de ces travaux de thèse, nous avons développé une filière de fabrication basée précisément sur le moulage silicium. Le principal intérêt de ce procédé de fabrication hybride est d'une part de pouvoir choisir un matériau pour la réalisation du moule qui semble le mieux adapté et bénéficier d'une large gamme de techniques de réplification. Certaines techniques que nous avons déjà présenté peuvent ainsi être utilisées pour la fabrication des moules, comme par exemple l'usinage par diamant. Parmi les techniques de réplification nous citerons par exemple le matricage à chaud adapté au moulage de substrats polymère à partir des tampons fabriqués en silicium (Fig. 1.14(a)) [SHEN 2002], ou bien le moulage par injection qui requiert que le matériau du moule soit résistants à l'application de fortes pressions. D'autres auteurs [MERZ 2003] ont proposé d'utiliser des cavités cylindriques gravées sur silicium, remplies par des ménisques en verre dont le recuit permet le contrôle de la courbure, permettant d'atteindre le gabarit souhaitée de microlentilles (Fig. 1.14(b)), tandis que Lee *et al.* proposent des moules en nickel réalisés par électroformage et utilisés comme un master pour la réplification dans une machine de moulage par injection de différents plastiques [LEE 2004]. Une autre technique consiste à chauffer des moules en carbure de tungstène protégés par une couche de platine pour mouler des billes de verre BK7 et ainsi fabriquer des microlentilles asphériques (Fig. 1.14(c)) [YI 2005]. La lithographie par nano-impression basée sur un moule en Nickel, fabriqué par faisceau de protons, est aussi utilisée pour mouler des composants en polymère [DUTTA 2007]. Différents types de verre peuvent être aussi moulés par compression à chaud avec des tampons usinés par simple perçage ou par diamant afin d'obtenir des matrices de microlentilles (Fig. 1.14(d))

[FIRESTONE 2005]. La gravure sèche isotrope du silicium en deux étapes, c'est-à-dire à travers un masque dans un premier temps puis sans masque est utilisée par Larsen *et al.* afin de créer des moules sphériques qui sont ensuite répliqués par moulage ultra-violet de polymères [LARSEN 2005].

Des approches concernant des techniques industrielles de moulage de plastiques répandues, comme le *roll embossing* sont aussi utilisées. La technique de *roll embossing* consiste à mouler des films, généralement plastiques, à l'aide d'un cylindre tournant sur lequel est placé un moule métallique. Jiang *et al.* fabriquent ces moules par lithographie ultra-violette, et ils substituent le film plastique du *roll embossing* par un système hybride d'injection du plastique au dessus des cylindres de moulage [JIANG 2007]. Le moulage par insolation ultra-violette, réalisé à partir de matériaux liquides qui sont polymérisés par éclairage ultraviolet, est aussi une des techniques les plus répandues. Elle peut d'ailleurs être combinée au matriçage à chaud pour éviter d'utiliser de trop hautes températures et de trop fortes pressions [HUANG 2008].

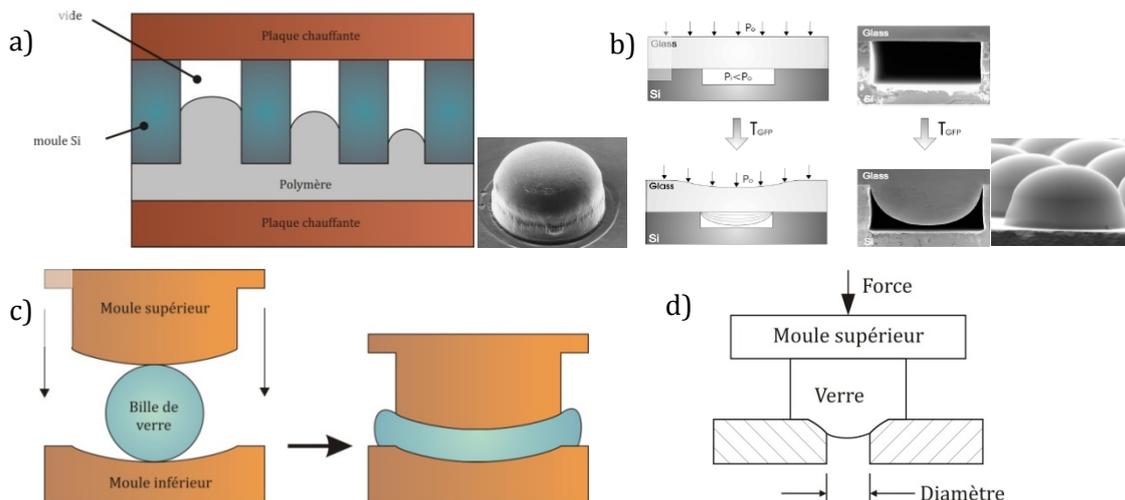


FIG. 1.14. Quelques techniques de fabrication de microlentilles par moulage, a) matriçage à chaud de polymère avec moules silicium et image MEB du résultat [SHEN 2002], b) recuit de verre dans des cylindres gravés sur silicium et image MEB du résultat [MERZ 2003], c) lentilles asphériques par moulage de billes de verre [YI 2005] et d) moulage de verre dans les ouvertures d'un substrat métallique [FIRESTONE 2005].

1.2.4 Autres techniques spécialisées

Il existe d'autres techniques qui peuvent avoir des points communs avec celles que nous avons déjà mentionnées mais dont le procédé particulier mérite d'être rappelé. C'est le cas, par exemple, de la fabrication de microlentilles où le dépôt de matériau est réalisé grâce à des techniques d'impression par jet d'encre [ROYALL 2001]. Selon la taille de la microlentille à

fabriquer, le volume déposé est plus ou moins élevé. Keyworth *et al.* ont également rapporté une technique proche du moulage UV, où une seringue est utilisée afin de déposer des gouttes d'un matériau qui est ensuite durcit par insolation UV [KEYWORTH 1997]. On peut également citer le dépôt de résine photosensible suivi d'une insolation sélective et d'un recuit de la résine sur les parois d'une poutre en matériau InP pour fabriquer des microlentilles biconvexes verticales, dont l'axe optique est perpendiculaire à la poutre [YANG 2007]. D'autre part, des phénomènes de photo-induction sur des verres chalcogènes grâce à leur réaction à l'illumination laser produisent un « gonflement » du matériau uniforme qui se traduit par des profils sphériques [HISAKUNI 1995].

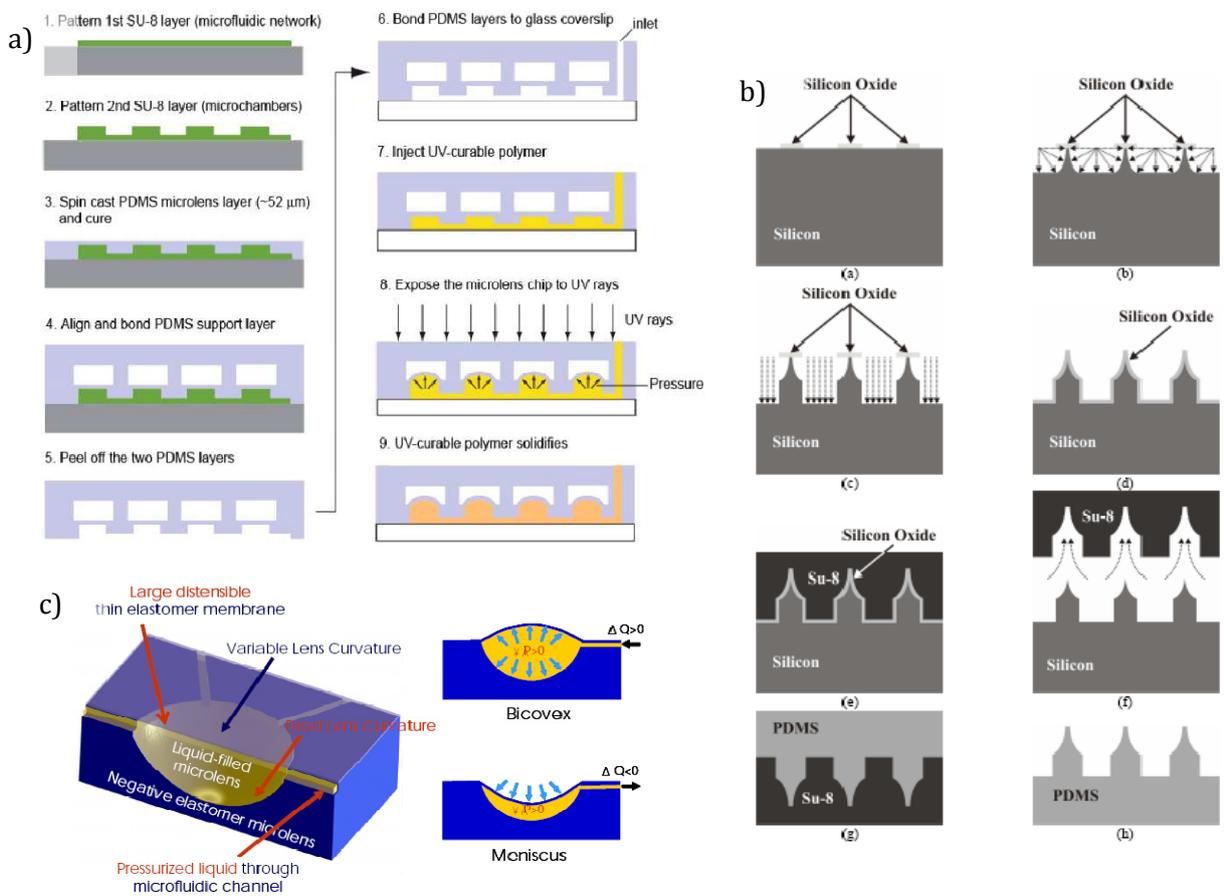


FIG. 1.15. a) Procédé de fabrication de microlentilles par remplissage de membranes transparentes [TRIPATHI 2009], b) procédé de fabrication de microlentilles accordables par pression ou étirement du matériau [CADARSO 2008] et c) principe des microlentilles accordables par variation de la pression sur une membrane [JEONG 2004].

Il existe aussi, des techniques un peu plus rares de fabrication de microlentilles concaves (divergentes). Un exemple de ces techniques est la fabrication par recuit de polymère dans un

cadre cylindrique de silicium suspendu sur des poutres en nitrure de silicium. Le volume de polymère dans le cadre est contrôlé en utilisant une seringue afin de réduire l'épaisseur centrale et créer des profils concaves [HSIAO 2008]. Des principes de la micro-fluidique ont également été appliqués pour la fabrication de microlentilles dont le rayon de courbure dépend du volume du liquide. Dans ce cadre, Tripathi *et al.* ont rapporté la fabrication de microlentilles par déflexion de membranes transparentes. Ces membranes sont situées sur des canaux fluidiques où un polymère photosensible est injecté puis insolé avec de la lumière ultra-violette pour son durcissement (Fig. 1.15 (a)). La pression du liquide contribue alors à des déflexions plus ou moins prononcées selon le rayon de courbure souhaité [TRIPATHI 2009]. Finalement, des techniques particulières permettent d'obtenir des microlentilles accordables dynamiquement. Par exemple, différents types de gravure sèche du silicium, d'oxydation et de moulages avec des résines photosensibles (en l'occurrence SU-8) sont utilisés pour la fabrication de microlentilles accordables en PDMS (Fig. 1.15 (b)). Les propriétés optiques de ces microlentilles varient selon la force appliquée sur le substrat en PDMS [CADARSO 2008]. Des élastomères ont également été utilisés pour la fabrication de membranes sur une cavité sphérique remplie de liquide. Le rayon de courbure de la membrane est ajustable en contrôlant la pression intérieure (Fig. 1.15 (c)). Il est alors possible de passer d'une microlentille biconvexe à un ménisque en changeant seulement le volume du liquide contenu [JEONG 2004].

1.3 Notre approche : associer le micro-usinage du silicium aux technologies microoptiques

Nous venons de voir qu'il existe de nombreuses méthodes de fabrication de microlentilles. Dans ces travaux de thèse, nous proposons une filière originale de fabrication de microlentilles, basée sur le micro-usinage du silicium pour créer des moules qui sont ensuite répliqués par plusieurs techniques différentes, chacune d'elles utilisant un matériau différent pour réaliser des microlentilles à unité où des matrices de microlentilles (Fig. 1.16). L'intérêt de cette filière repose sur sa flexibilité permettant l'accès à une large gamme de profils, de tailles et différentes dispositions (dans les agencements matriciels) que l'on peut obtenir à partir du micro-usinage du silicium qui garantit une bonne qualité de surfaces. L'emploi des techniques de réplification permet également l'accès aux techniques de production de masse à partir d'un moule unique.

La fabrication du moule peut être résumée en plusieurs étapes. Tout d'abord, un photo-masque, muni d'ouvertures de différentes tailles et de différentes formes, est dessiné et transféré par photolithographie sur la couche de masquage (en particulier du SiO_2 et du Si_3N_4) d'un substrat de silicium. Ce substrat de silicium est ensuite usiné par gravure humide.

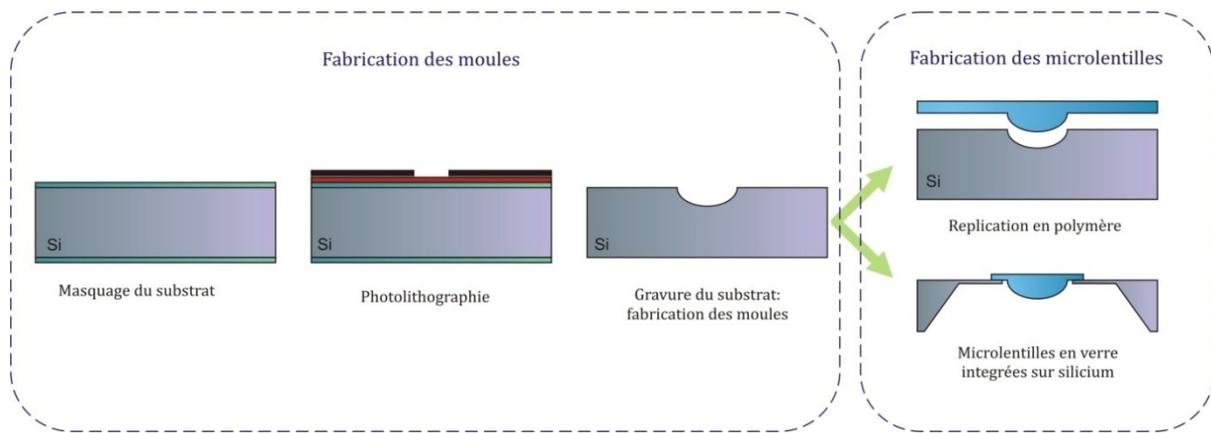


FIG. 1.16. Étapes principales de la fabrication de microlentilles par gravure humide du silicium et réplique.

Le choix, soit de la gravure humide isotrope, soit de la gravure humide anisotrope est fait en fonction des tailles et ouvertures numériques de microlentilles à fabriquer. Dans les deux cas, le résultat de la gravure humide est un moule sphérique qui, grâce aux techniques de réplique conventionnelles ou le micro-moulage de verre, produira des microlentilles. Si l'on choisit la solution de réplique telle que le moulage par micro-injection, le matriçage à chaud ou le moulage ultra-violet, on obtient des microlentilles en matériaux plastiques. En fonction de la technique de réplique spécifique choisie, il est parfois nécessaire de créer, par électroformage, un moule intermédiaire en nickel beaucoup plus solide, qui permet d'éviter de soumettre le moule original en silicium à de trop fortes pressions et d'éviter ainsi les risques de sa destruction.

Le choix de la solution de micro-moulage verre au lieu de la réplique en matériaux plastiques apporte une valeur ajoutée considérable si l'on souhaite intégrer des microlentilles sur une membrane de silicium ou un autre composant MEMS. De plus, l'utilisation de microlentilles en verre, plus résistantes et plus stables thermiquement, est un avantage pour des applications fonctionnant dans des conditions sévères d'environnement. Dans ce cas, le moule silicium est d'abord soudé à un substrat de verre borosilicaté par la technique de soudure anodique sous vide. Ensuite, un recuit de l'ensemble verre-silicium à haute température permet de remplir les moules de verre. Des microlentilles intégrées sur silicium peuvent alors être obtenues en « libérant » par gravure sélective le silicium du moule.

1.4 Conclusions

Nous proposons une technologie de fabrication de microlentilles par moulage de plastiques, de polymères ou du verre à partir de moules fabriqués en silicium. Cette technique combine les principaux avantages de techniques de moulage et permet un transfert de microlentilles, sans

avoir les limitations de l'écriture locale pour la génération du moule, ou bien les limitations géométriques (forme, taille) des techniques de recuit. D'un coté, la réplique des moules silicium utilisée dans nos travaux rend les différents procédés que nous avons développés particulièrement compatibles avec la production de masse. D'un autre coté, lorsque les microlentilles sont fabriquées en verre, la possibilité d'intégration monolithique des microlentilles sur le silicium, matériaux de base des MOEMS, fait de cette technologie une candidate sérieuse au développement des microsystemes optiques.

Nous verrons par la suite que quand les moules sont fabriqués par gravure isotrope du silicium, une grande variété de formes de microlentilles (leur empreinte) peut être réalisée, tout en gardant un profil sphérique. Des empreintes non-circulaires, comme par exemple des empreintes carrées, triangulaires ou hexagonales, sont plus appropriées lorsque l'on souhaite augmenter les facteurs de remplissage des matrices. Ces formes de lentilles « non-conventionnelles » sont également intéressantes dans le développement des écrans 3D ou des scanners (microlentilles cylindriques), ou bien dans la correction d'astigmatisme de faisceaux issus des diodes laser (microlentilles elliptiques). Ces formes non-conventionnelles offrent la possibilité d'augmenter les facteurs de remplissage quand les microlentilles sont fabriquées en matrice, ce qui n'est pas toujours possible avec les autres techniques.

Nous verrons également que la gravure humide du silicium, et en particulier la gravure anisotrope, a une tendance à dégrader les surfaces gravées. Un contrôle précis de ces effets sur les moules sera donc nécessaire afin d'éviter la fabrication de moules de microlentilles dont la rugosité n'est pas acceptable pour des applications optiques.

La nature chimique de la gravure humide du silicium limite la reproductibilité de notre filière de fabrication car il est difficile de réaliser deux moules identiques si leur fabrication est séparée dans le temps. Il est donc nécessaire, comme nous le verrons dans la suite, de parfaitement contrôler toutes les conditions expérimentales de nos procédés afin de réduire les écarts au maximum. Si la fabrication des microlentilles en polymères par réplique permet d'obtenir un très grand nombre de lentilles parfaitement équivalentes (puisqu'elles sont générées à partir du même moule), la fabrication de microlentilles en verre est en fait limitée par la soudure anodique qui est un procédé irréversible. En effet, le moule doit être détruit pour libérer la lentille et ne sera, par conséquent, utilisable qu'une seule fois. C'est pourquoi il est nécessaire de connaître *a priori* les paramètres optiques de la microlentille en fonction de la taille et de la forme du moule.

Chapitre 2. Filière de fabrication de moules en silicium

Les travaux développés dans cette thèse reposent sur les technologies de microfabrication des MEMS (microsystèmes électromécaniques). Ces technologies font majoritairement appel au silicium comme matériau de base et le savoir faire de l'équipe de recherche est la raison pour laquelle nous l'avons retenu pour la fabrication des moules de microlentilles. Dans la première partie de ce chapitre, nous rappellerons d'abord les propriétés du silicium ainsi que les technologies les plus répandues pour son micro-usinage. Ensuite, nous allons nous concentrer sur deux techniques de gravure humide du silicium mises en jeu pour fabriquer nos moules de microlentilles, en détaillant leurs propriétés. On déterminera ensuite les conditions expérimentales de gravure permettant de définir nos recettes d'usinage ainsi que l'impact de ces paramètres de gravure sur les caractéristiques géométriques des moules. Les résultats expérimentaux seront présentés et discutés pour chaque type de gravure.

2.1 Le silicium : notre matériau de base

Le silicium est un élément chimique métalloïde de la famille des cristallogènes, dont le symbole est *Si* et le numéro atomique 14. Après l'oxygène, c'est un des éléments parmi les plus abondants sur terre. Il existe trois isotopes du silicium : l'isotope ^{28}Si (92,18 %), le plus stable avec 14 neutrons, le ^{29}Si (4,71 %) et l'isotope ^{30}Si (3,12 %). Les principales caractéristiques physico-

chimiques du silicium sont regroupées dans le tableau 2.1. Il est à noter que le silicium pur n'est pas présent à l'état naturel. En revanche, il existe sous forme de composés comme le dioxyde de silicium ou la silice (SiO_2 dont le sable est majoritairement composé et qui est également un des composants principaux du verre), le quartz (le même SiO_2 mais dont la structure est cristalline), ou les silicates (feldspath, kaolinite). Le silicium (amorphe) a été isolé pour la première fois en 1823 par Jöns Jacob Berzelius, mais c'est seulement 31 ans plus tard, en 1854, qu'Henri Sainte-Claire Deville a réussi à obtenir du silicium cristallin.

La structure cristalline du silicium possède une forme d'hexaèdres de type diamant avec un paramètre de maille de 5.430710 Å.

TABLEAU 2.1. Quelques propriétés du silicium à 300K [ZHANG, WYBOURNE 1999, IOFFE, ASPNES 1999]

Propriété	Valeur	Unité	Symbole
Numéro Atomique	14		
Masse Atomique	28.0855	uma (g/g·mol)	M
Volume molaire	$12.06 \cdot 10^{-6}$	m^3/mol	V
Densité	2.328	g/cm^3	ρ
Structure cristalline	Diamant		
Période cristalline	5.43	Å	a
Rayon atomique	1.18	Å	r_0
État ordinaire	Solide diamagnétique		
Bande d'énergie interdite (gap)	1.12	eV	E_g
Température de fusion	1412.9	°C	T_m
Énergie de fusion	50.55	kJ/mol	ΔH_{fus}
Constante diélectrique	11.9		ϵ
Résistivité électrique	dépend de la concentration de dopant	$\Omega \cdot \text{m}$	ρ
Conductivité thermique	1.56	$\text{W} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	K
Coefficient d'expansion thermique	2.6	$\mu\text{m} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	α
Module de Young	185	GPa	E
Indice de réfraction ¹	4.01		n

¹Indice de réfraction à $\lambda=589$ nm (ligne jaune du sodium, appelée ligne D)

Le silicium cristallin est fabriqué par la technique de tirage de *Czochralski*. Cette méthode consiste à solidifier progressivement une carotte étirée à chaud à partir d'un germe, qui est un monocristal de petite taille (Fig. 2.1). Le matériau (en l'occurrence le silicium) est porté à une température légèrement supérieure au point de fusion dans un four (caractérisé par un gradient de température contrôlé et une atmosphère neutre, composée habituellement d'argon ou d'azote, pour éviter l'oxydation) puis étiré. Ce procédé permet la croissance de cristaux monocristallins de plusieurs centimètres [CZOCHRALSKI 1918].

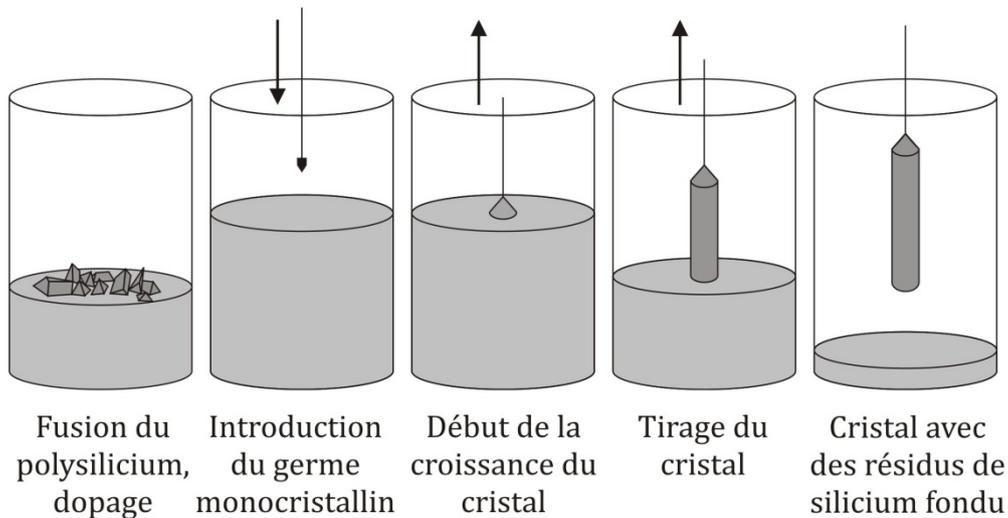


FIG. 2.1. Schéma simplifié de la croissance de cristaux par tirage Czochralski.

On peut noter que la croissance du silicium monocristallin par tirage Czochralski présente quelques inconvénients tels que l'existence d'impuretés issues de la dissolution du bac qui contient le matériau. Cependant, ce problème sera négligé dans le cadre de nos travaux, en raison de l'évolution des procédés qui permettent aujourd'hui de réduire le nombre de ces impuretés. Un autre inconvénient est lié au difficile contrôle du gradient de température lors du tirage, ce qui entraîne des traces concentriques, visibles surtout sur les substrats de silicium d'épaisseurs élevées qui n'ont pas subi de polissage (Fig. 2.2). Nous verrons que ce phénomène aura tendance à augmenter la rugosité de surface des moules de microlentilles.

Grâce à sa nature semi-conductrice le silicium est largement utilisé dans l'industrie électronique pour la fabrication de circuits intégrés. Certaines propriétés du silicium sont remarquables à cet égard : le silicium garde son caractère semi-conducteur à haute température et sa facilité d'oxydation (que nous détaillerons plus tard), permettant de réaliser des interfaces semi-conducteur/diélectrique de très bonne qualité.

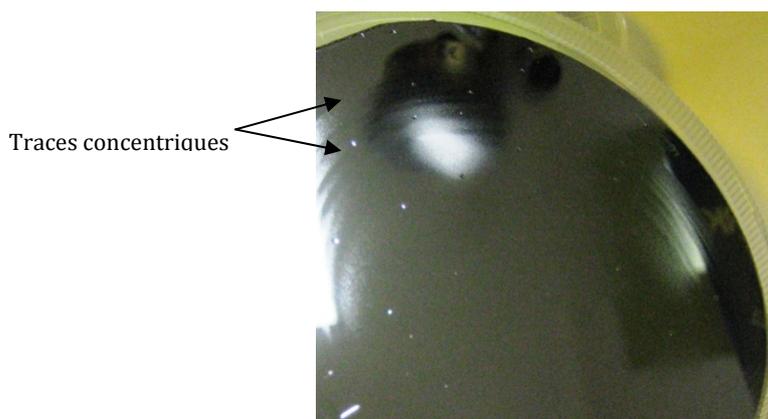


FIG. 2.2. Wafer de silicium d'épaisseur de 2 mm après la gravure de moules de microlentilles. On peut noter les traces concentriques où les accidents des surfaces sont amplifiés à cause d'un mauvais contrôle du gradient de température pendant le tirage de Czochralski.

Ses caractéristiques en font aussi le principal matériau composant les cellules solaires photovoltaïques. Pour cette application, le silicium pur est extrait directement de la silice par la méthode d'électrolyse connue sous le nom de *FCC Cambridge Process* [ACR] qui est capable de produire du silicium de qualité suffisante pour la production de panneaux solaires sans émissions de CO_2 et avec une consommation d'énergie relativement faible.

CRISTALLOGRAPHIE DU SILICIUM

Un solide ayant une structure cristalline correspond à la répétition périodique, dans les 3 dimensions, d'un motif composé d'atomes ou de molécules. L'ensemble de ces motifs régulièrement disposés, est appelé réseau cristallin et les points le constituant en sont les nœuds. Ces nœuds (composés de plusieurs atomes ou molécules) correspondent donc à un volume minimal à partir duquel on peut définir le réseau cristallin complet. Ce volume minimal, appelé maille ou cellule élémentaire, contient tous les éléments de symétrie et les particularités chimiques du matériau.

Pour chaque maille, on peut définir une base de vecteurs linéairement indépendants $(\mathbf{a}_1, \mathbf{a}_2, \mathbf{a}_3)$ tels que le déplacement d'une distance étant un multiple de ces vecteurs permet de retrouver une nouvelle cellule élémentaire identique à la cellule originale. Sur la figure 2.3 nous avons représenté des cellules où $a_1 = a_2 = a_3 = a$ et où tous les angles sont égaux à 90° , ainsi que les axes sur lesquels on identifie les plans et les directions cristallines. La dimension a est alors connue comme le paramètre de maille.

On désigne par plans cristallins les plans imaginaires qui relient les nœuds d'un cristal. De même manière, les directions cristallines sont des lignes imaginaires qui relient deux nœuds d'un cristal. Pour identifier les directions et les plans cristallins, on utilise un groupe d'entiers h, k et l

que l'on appelle les indices de Miller. Les directions correspondant à ces indices forment un trièdre direct. Une direction de la structure cristalline est notée sous la forme d'un vecteur dont les composantes sont des multiples de la base de vecteurs, et correspondent aux valeurs hkl du plan cristallin perpendiculaire.

Pour déterminer les indices d'un plan, il faut trouver les intersections de chaque axe du système de coordonnées avec le plan, les représenter comme des multiples de la base de vecteurs et calculer l'inverse de chacune de ces intersections (l'inverse sert à éviter les valeurs infinies). Ensuite, on multiplie les inverses par le plus petit dénominateur commun pour obtenir les indices (hkl) qui serviront à identifier les plans ou les directions, selon la notation expliquée ci-dessous et résumée dans le Tableau 2.2.

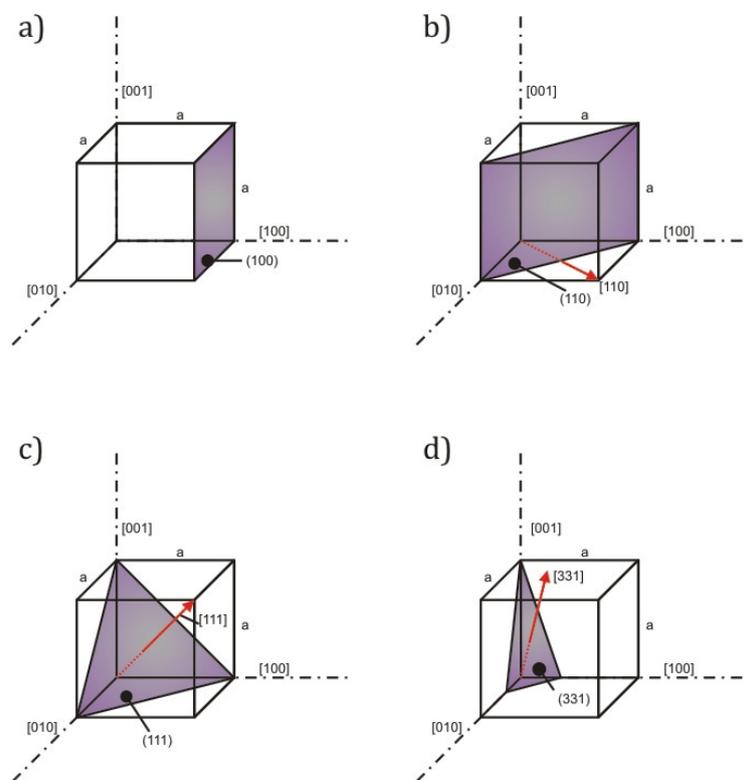


FIG. 2.3. Détermination des principaux plans cristallins du silicium par coordonnées. a) plan (100), b) plan (110), c) plan (111) et d) détermination d'un plan quelconque, en l'occurrence le plan (331).

A titre d'exemple, sur la figure 2.3 (c) la diagonale (en rouge) du cube est sur la direction [111], et le plan coloré perpendiculaire formant un triangle dont les sommets ont les coordonnées (100, 010, 100) est donc le plan (111). Un groupe, une famille ou des faces avec des relations semblables par rapport aux axes cristallographiques sont considérés comme des équivalents.

Par exemple, les directions $[100]$, $[010]$ et $[001]$ sont cristallographiquement équivalentes et peuvent être considérées comme une famille de directions $\langle 100 \rangle$. De la même manière, les plans (001) , (100) et (010) sont équivalents et peuvent être notés comme plans $\{100\}$.

La structure cristalline du silicium est en forme de diamant, avec des tétraèdres qui s'ordonnent pour former la structure de diamant-cubique. Pour mieux comprendre cette structure, on la représente sur la figure 2.4 par deux cubes imbriqués, l'un étant déplacé de $(1/4, 1/4, 1/4)$ par rapport à l'autre. Pour ce type de structures cristallines, les directions $[hkl]$ sont perpendiculaires aux plans (hkl) .

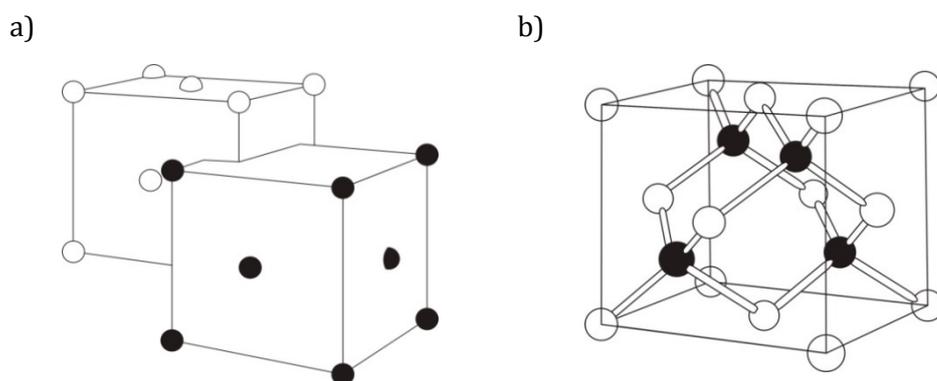


FIG. 2.4. Cristallographie du silicium, a) deux cubes imbriqués et déplacés de $(1/4, 1/4, 1/4)$ et b) structure diamant formée par l'imbrication des deux cubes de a). Tous les atomes sont identiques, la couleur permet simplement de différencier les deux cubes.

TABLEAU 2.2. Différents usages des indices de Miller pour l'identification des paramètres d'une structure cristalline selon la notation.

Notation	Identification
(hkl)	Plan
$\{hkl\}$	Famille de plans
$[hkl]$	Direction
$\langle hkl \rangle$	Famille de directions

Le silicium commercial utilisé pour la microfabrication est disponible sous forme de wafers circulaires dont l'orientation de la découpe par rapport aux plans cristallographiques peut être choisie. Typiquement, ils peuvent être orientés suivant les directions $\langle 100 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ ou $\langle 010 \rangle$. L'identification de l'orientation de ces plans est réalisée grâce à différents méplats découpés sur le wafer (dont la position peut dépendre du fabricant).

2.1.1 Usinabilité du silicium

Les techniques d'usinage du silicium ont été développées dans un premier temps pour la microélectronique et sont aujourd'hui utilisées pour la fabrication des MEMS et MOEMS et en particulier pour la génération de nos moules de microlentilles.

2.1.1.1 Oxydation

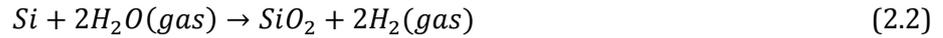
L'oxydation du silicium est un mécanisme très utile puisque la couche résultante de cette oxydation peut servir à fabriquer un masque pour la gravure. Dorénavant nous parlerons indistinctement d'oxyde ou dioxyde de silicium pour faire référence au SiO_2 . Il existe des différentes classifications de dioxyde de silicium (SiO_2), dont la forme la plus répandue est l'oxyde natif, car il est créé spontanément par réaction du silicium avec l'environnement. Quant à l'oxyde thermique, il est créé par traitement thermique du silicium tandis que l'oxyde déposé peut être fabriqué par dépôt en phase vapeur chimique CVD (*chemical vapor deposition*) ou dépôt en phase vapeur physique PVD (*physical vapor deposition*) ; l'oxyde anodisé est créé par l'application d'une tension sur la surface du silicium plongée dans une solution chimique. La structure de l'oxyde de silicium peut être cristalline (quartz) ou non cristalline (silice vitreuse).

Le dioxyde de silicium est largement utilisé dans la microfabrication de structures MEMS. Entre autres, il est souvent utilisé comme une couche constituant le matériau du masque pour la gravure du silicium, seul ou en combinaison avec le nitrure de silicium (Si_3N_4). Il peut également être utilisé comme une couche sacrificielle des MEMS à base de polysilicium, ou bien en tant que couche isolante, comme celle des substrats de type SOI (*Silicon On Insulator*) [LASZCZYK 2010].

Les techniques employées pour la génération de ces couches d'oxyde diffèrent essentiellement par la densité du SiO_2 produit [ZHANG 2001] et par les épaisseurs de couches correspondantes. On obtient ainsi des couches d'épaisseur maximales d'environ 2 μm ayant des densités élevées, comprises entre 2.26 et 2.45 g/cm^3 [IRENE 1980] par les procédés thermiques, tandis que les procédés de dépôt permettent d'atteindre des épaisseurs plus élevées mais pour lesquels les densités sont plus faibles.

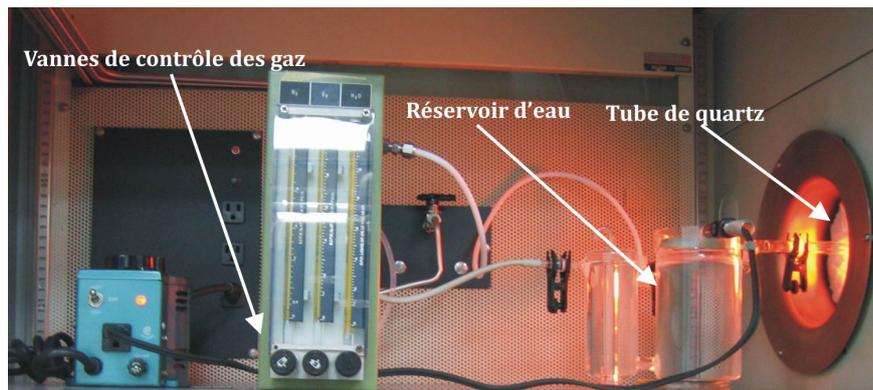
Dans le cadre de ces travaux de thèse, les masques utilisés pour la gravure du silicium ont été réalisés par un procédé thermique. La croissance du SiO_2 thermique peut être obtenue dans des tubes de quartz chauffés à des températures comprises entre 900°C et 1200°C (figure 2.5 (a)), soit dans une atmosphère d'oxygène sec (oxydation thermique sèche), soit en présence d'un flux de vapeur d'eau produit à partir de la circulation d'oxygène sec et d'azote à travers un réservoir d'eau dont la température est proche du point d'ébullition (oxydation thermique humide). Les réactions chimiques qui ont lieu pendant l'oxydation thermique sont :





La réaction 2.1 est dominante quand le SiO_2 est produit par oxydation thermique sèche, tandis que la réaction 2.2 est celle ayant lieu au cours de l'oxydation thermique humide. On peut remarquer que la croissance d'oxyde par oxydation humide est plus rapide et moins dense que la croissance par oxydation sèche. Cette croissance dépend de la température, de l'épaisseur de l'oxyde et de l'orientation du substrat.

a)



b)

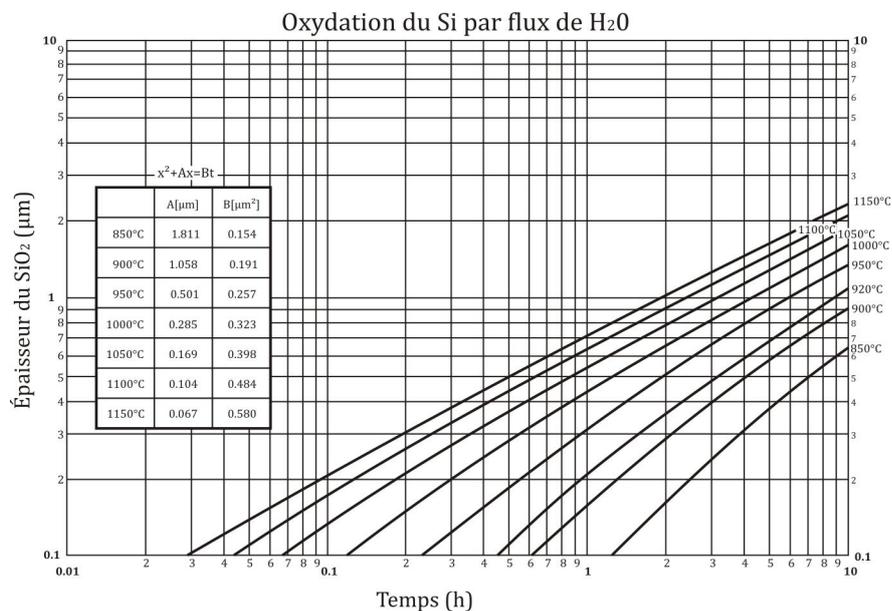


FIG. 2.5. a) Photographie du système de gaz dans un four d'oxydation thermique standard (avec la permission de l'Université Technologique de Wrocław, Pologne) et b) vitesse et épaisseur de croissance du SiO_2 thermique en fonction de la température et le temps d'oxydation.

La figure 2.5 (b) montre la non-linéarité de l'oxydation dans un four typique d'oxydation thermique. Dans les deux cas, l'oxyde créé est amorphe et de composition parfaitement stœchiométrique, c'est-à-dire, parfaitement équilibrée.

Un autre élément important concernant le SiO_2 est la définition des techniques de gravure pour la réalisation du masque de gravure. Une première distinction peut être faite entre les techniques de gravure sèche et gravure humide. La gravure sèche est basée sur des procédés de gravure ionique réactive (*Reactive Ion Etching* ou RIE), dont les principes seront introduits dans la section 2.1.1.3. La gravure humide, quant à elle, est basée sur l'attaque du SiO_2 avec une solution chimique produisant son élimination. Le principal avantage de la gravure humide du SiO_2 réside dans sa grande sélectivité (c'est-à-dire son caractère non-agressif envers le silicium). La plupart des procédés de gravure du SiO_2 utilisent une solution tampon à base de fluorure d'hydrogène HF (*BHF Buffered HydroFluoric acid*). Ce type de solutions est en général composé de fluorure d'ammonium (NH_4F), ajouté au HF pour éviter la réduction d'ions fluorure. Il existe plusieurs types de BHF avec des différentes proportions d'HF et NH_4F . La vitesse de gravure de l'oxyde thermique par BHF augmente quand la concentration de NH_4F diminue jusqu'à des concentrations de l'ordre de 5%. À partir de 5%, la vitesse dépend alors uniquement de la concentration de HF (Fig 2.6 (a)) [KIKUYAMA 1992].

Il faut noter que pendant la gravure BHF du SiO_2 , les parois attaquées ont une tendance à être gravées également dans la direction horizontale (on parle de la sous-gravure). Dans ce cas, le profil de gravure est indépendant de la composition de la solution d'HF- NH_4F mais dépend fortement de la température de la solution d'attaque chimique (Fig. 2.6 (b)) [HAKEN 1973].

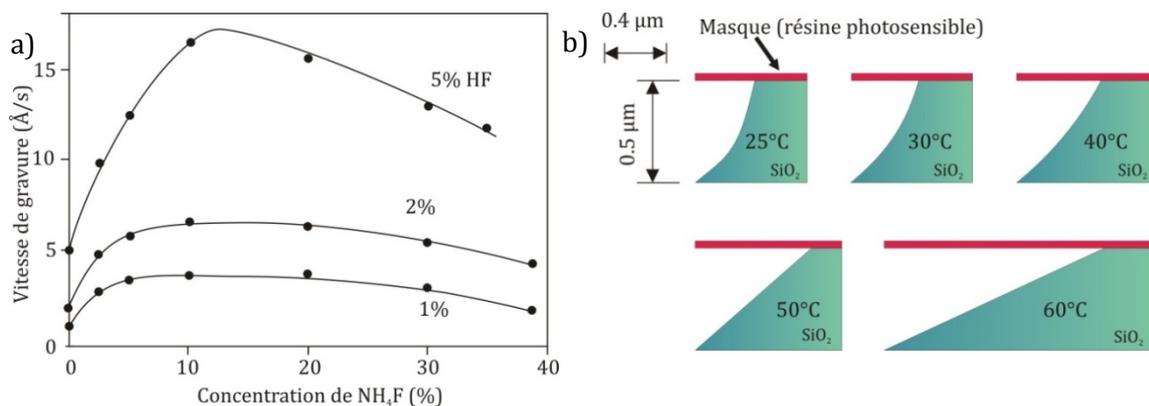


FIG. 2.6. Gravure du SiO_2 en bain humide de BHF, a) la vitesse de gravure en fonction de la concentration de NH_4F [KIKUYAMA 1992] et b) l'effet de la température sur la sous-gravure du SiO_2 [HAKEN 1973].

Pour contrôler la vitesse de gravure, une des options consiste à diluer la solution de BHF avec de l'eau [SOMACHEKHAR 1996], que permet de ralentir la gravure et donc d'obtenir un meilleur contrôle de l'épaisseur gravée. En revanche, l'ajout d'acide sulfurique (H_2SO_4) à la solution de HF permet de diminuer le pH et d'augmenter sensiblement la vitesse de gravure [SCHMIDT 1996]. Enfin, on peut remarquer que l'ajout de HNO_3 à la solution de HF permet de rendre la gravure plus sensible aux non-uniformités de l'oxyde telles que la densité, la stœchiométrie ou les impuretés [PLISKIN 1965].

Un autre facteur important qu'il faut maîtriser est le comportement des masques en SiO_2 face aux solutions de gravure alcalines telles que le KOH, utilisées pour la gravure du silicium. Si la gravure du SiO_2 par ces solutions est caractérisée par de très faibles vitesses, il est toutefois important de pouvoir estimer la tenue du masque et sa détérioration afin de pouvoir anticiper l'épaisseur requise de SiO_2 thermique qui assurera une bonne protection du silicium. Les études portant sur les effets produits par les solutions alcalines courantes ont démontré que la vitesse de gravure du SiO_2 augmente avec la température et la concentration de la solution KOH, et que ces vitesses varient sensiblement d'un équipement à un autre. Ainsi, *Seidel et al.* [SEIDEL 1990] ont montré que la vitesse de gravure du SiO_2 thermique, opérant à $72^\circ C$, augmente avec la concentration jusqu'à atteindre son maximum pour une concentration égale à 35% (Fig. 2.7). Pour donner un exemple des variations de la vitesse de gravure selon l'équipement, les mêmes auteurs signalent des vitesses de l'ordre de 12 nm/min à 30% et $72^\circ C$ (Fig. 2.7), tandis que *Williams et al.* ont mesuré une vitesse de 7.7 nm/min à 30% et $80^\circ C$ [WILLIAMS 2003], soit inférieure de 35%. Tout en étant différentes, ces informations ont servi de point de départ au calcul des temps de gravure du SiO_2 et par conséquent à l'évaluation des épaisseurs nécessaires pour nos masques.

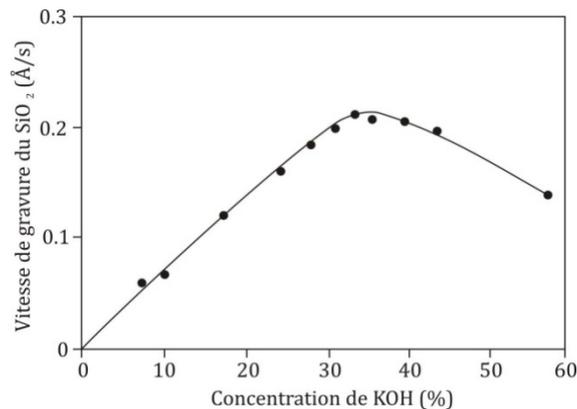


FIG. 2.7. Vitesse de gravure du SiO_2 en fonction de la concentration de KOH à $72^\circ C$ [SEIDEL 1990].

2.1.1.2 Photolithographie

Le motif du masque en SiO_2 , à travers duquel le silicium est gravé, est réalisé par photolithographie. Dans notre cas, le substrat de silicium est d'abord oxydé thermiquement et c'est cette couche de SiO_2 laquelle on cherche à graver selon un motif défini par une étape de photolithographie. Il faut bien sûr souligner qu'il existe un grand nombre de matériaux appropriés pour le masquage, tels que le nitrure de silicium Si_3N_4 ainsi que des métaux comme Al, Ni ou Cr.

La photolithographie est un procédé de base de la microfabrication permettant de transférer un motif sur un substrat. Elle consiste, dans un premier temps, à déposer une couche de résine photosensible sur le substrat à l'aide d'une centrifugeuse, appelée tournette. (Fig. 2.8. (a)).

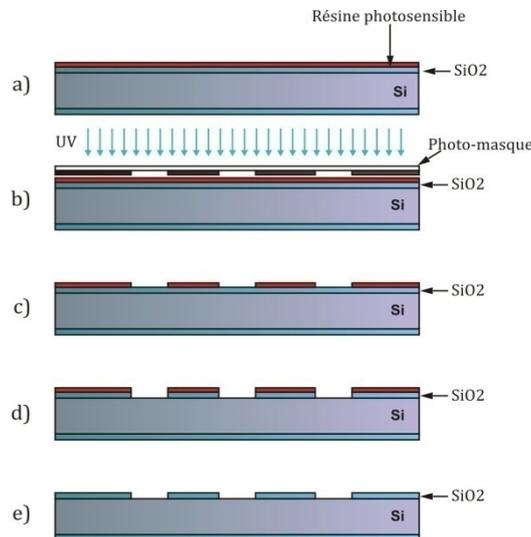


FIG. 2.8. Procédé typique de photolithographie : a) dépôt de la résine photosensible, b) Alignement du photo-masque et insolation ultra-violette, c) développement de la résine, d) élimination sélective du SiO_2 par gravure et e) élimination de la résine photosensible.

Afin d'améliorer l'adhésion de la résine sur le substrat (ici la couche de SiO_2), il est possible de préparer ce dernier avec un promoteur d'adhésion comme le Hexamethyldisilazane, (plus connu sous l'acronyme HDMS) déposé à l'aide de la tournette avant le dépôt de la résine. La couche de résine est ensuite durcie thermiquement sur une plaque chauffante (Fig. 2.8 (a)).

L'étape suivante comprend l'insolation de la résine à travers un photo-masque par un rayonnement ultraviolet (UV) qui modifie la solubilité de la résine (Fig. 2.8. (b)). En général, la lumière utilisée pour l'insolation provient des gammes de longueurs d'onde ultraviolette ou visible (de 193 à 500 nm). Les lignes *g* (435 nm) ou *i* (365 nm) d'une lampe de mercure ou bien les lasers à excimère ($\lambda=193\text{nm}$, 248nm, etc.) sont les sources d'illumination les plus courantes.

Les zones exposées de la résine deviennent ainsi plus ou moins solubles que les zones protégées par le masque, selon le type de résine. Pour aligner le photo-masque nous avons eu recours à un aligneur EVG620 [EVG]. Le photo-masque est un substrat de verre sur lequel les motifs sont dessinés sur une couche métallique, créant des régions transparentes et opaques. Les masques ont été fabriqués à l'aide du système Heidelberg DWL2000 [HEIDELBERG].

Après l'insolation il reste à révéler le motif en plongeant le substrat dans un développeur qui dissout la résine dans les zones qui ont été exposées au rayonnement UV. On parle, dans ce cas, de résine positive (à contrario, de résine négative quand ce sont les zones non-exposées qui sont dissoutes) (Fig. 2.8 (c)). A ce stade, le masque en résine photosensible est prêt et il reste alors à transférer le motif sur la couche de SiO₂. Cette étape est réalisée en gravant les parties non-protégées (i.e. les parties découvertes lors du développement) (Fig. 2.8 (d)). Selon le type et la résistance de la résine, cette gravure est réalisée dans un bain humide de BHF, ou bien par gravure sèche. Finalement, les résidus de résine sont retirés à l'aide de solvants spécifiques au type de résine (Fig. 2.8 (e)). Le masque en SiO₂ est alors prêt pour la gravure du silicium.

La résolution de la photolithographie dépend de différents facteurs. En particulier, la longueur d'onde d'insolation de la résine doit être largement inférieure aux dimensions caractéristiques du motif du photo-masque pour éviter des phénomènes de diffraction (c'est pourquoi les longueurs d'ondes des sources d'illumination sont majoritairement dans la gamme ultraviolette). D'autre part, il faut tenir compte de limitations d'ordre plus techniques, comme par exemple de la technologie utilisée pour créer le photo-masque métallique, de la précision de l'aligneur de masque (qui sera un facteur limitant dans les cas de procédés multiples requérant des alignements précis), ou des limitations liées à l'épaisseur minimale de résine requise afin de constituer un masque de gravure suffisamment résistant. La Fig. 2.9 montre deux exemples de problèmes que l'on rencontre, en l'occurrence, des zones insuffisamment ouvertes à cause d'un temps de développement trop court et des zones irrégulières dues à des problèmes d'uniformité d'adhésion de la résine.

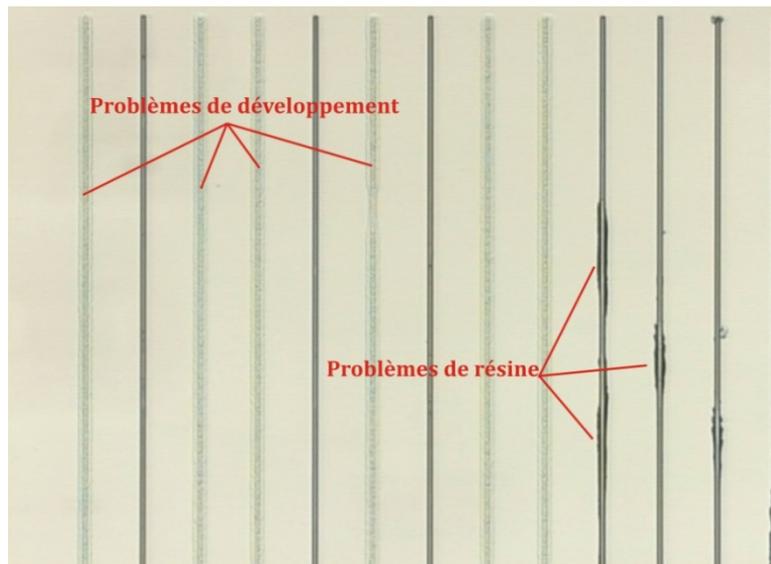


FIG. 2.9. Image par microscopie optique d'un mauvais résultat de photolithographie. Les motifs, des lignes étroites, sont visiblement dégradées à cause d'une mauvaise qualité de dépôt ainsi qu'un mauvais procédé de développement.

2.1.1.3 Techniques de gravure humide et gravure sèche.

Une fois le masque de silice réalisé sur le substrat de silicium, l'étape suivante consiste à graver ce dernier afin de générer le moule de la microlentille. La définition et l'étude expérimentale des paramètres de gravure constitue la partie la plus importante de cette thèse et sera décrite en détails dans ce qui suit. Par ailleurs, nous avons comparé et analysé des nombreux procédés de gravure qui peuvent être classés selon leur spécificité : gravure chimique ou physique ; gravure sèche ou humide ; gravure isotrope ou anisotrope, etc.

Dans le cadre de nos travaux, nous nous sommes intéressés uniquement à la gravure chimique du silicium. Celle-ci a été largement étudiée depuis les années 50 en raison de ses applications dans l'industrie des circuits intégrés. En général, les investigations de la gravure du silicium concernent deux aspects différents : l'aspect électrochimique et les aspects structuraux et géométriques. Des nombreux résultats, parfois divergents, ont démontré que les paramètres de gravure sont fortement influencés par le type d'équipement utilisé et les choix de paramètres du procédé. Dans ces conditions, il est donc indispensable d'effectuer un travail minutieux, recherchant le jeu de paramètres de gravure permettant d'obtenir la qualité optimale du moule pour le procédé spécifique que nous utilisons.

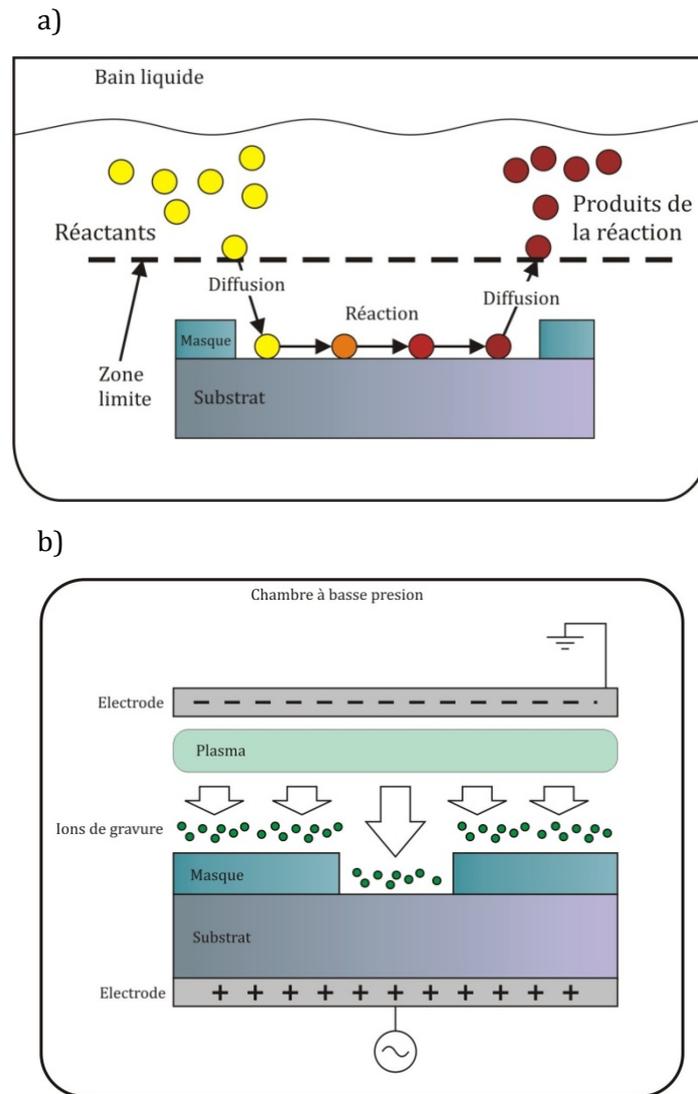


FIG. 2.10. Schémas des mécanismes généraux des deux types de gravure, a) humide et b) sèche.

GRAVURE HUMIDE

La gravure humide du silicium est la technique la plus répandue de gravure, permettant en général une meilleure sélectivité que celle obtenue par gravure sèche. Le substrat est plongé dans une solution qui attaque chimiquement la surface du wafer non-protégée. Certaines solutions (souvent des solutions de gravure isotrope), permettent des vitesses de gravure particulièrement élevées, de l'ordre de quelques microns par minute, ce qui les avantage par rapport à la gravure sèche qui est typiquement plus lente (taux de gravure de l'ordre du micron par minute).

L'évaluation des caractéristiques quantitatives de la gravure humide repose sur l'étude de la vitesse de gravure en fonction de paramètres tels que la température, la concentration ou la

pression. On fait souvent la distinction entre la vitesse de gravure planaire, et les vitesses de gravure non-planaires ou spatialement préférentielles, qui peuvent être générées par des îlots de dopage, par l'orientation cristalline ou par injection contrôlée de différents agents de gravure (gazeux ou liquides).

Le processus de gravure humide peut se décomposer en trois étapes principales qui sont le transport (diffusion) du réactant vers la surface, la réaction chimique et l'évacuation (diffusion) des produits de la réaction de la surface (Fig. 2.10 (a)). C'est pourquoi dans certains cas on parle de limitation par la diffusion de la gravure lorsque ce sont les phases de transport et d'évacuation qui déterminent sa vitesse. Dans ce cas, la vitesse de gravure peut être augmentée par agitation de la solution d'attaque. En revanche, si la gravure est limitée par la cinétique de réaction, elle dépend fortement de la température et de la composition de la solution et la vitesse de gravure est liée majoritairement à l'interaction du réactant et de la surface. Généralement, les procédés limités par diffusion ont une énergie d'activation plus basse que celle des procédés limités par la cinétique de la réaction. Ils seront par conséquent moins sensibles aux changements de température et seront donc préférés dans les applications requérant une bonne reproductibilité dans le temps, car il est plus facile de contrôler une température que d'obtenir un processus d'agitation reproductible [MADOU II].

TABLEAU 2.3. Principales solutions pour la gravure du silicium

Type	Solution	Caractéristiques
Isotrope	HF/HNO ₃	La plus répandue des isotropes
Isotrope	HNA (HF/HNO ₃ /CH ₃ COOH)	augmente la qualité de surface
Anisotrope	Hydrazine et pyrocatechol (N ₂ H ₄ +C ₆ H ₄ (OH) ₂ +H ₂ O)	Bas effet sur les métaux et les oxydes (composant les masques), Toxique
Anisotrope	EDP (ethylenediamine et pyrocatechol) (NH ₂ (CH ₂) ₂ NH ₂ +C ₆ H ₄ (OH) ₂ +C ₄ H ₄ N ₂ +H ₂ O)	Cancérogène, explosive
Anisotrope	TMAH (tetramethyl ammonium hydroxyde) (N(CH ₃) ₄ OH+H ₂ O)	Très bas effet sur les oxydes
Anisotrope	KOH+H ₂ O	La plus répandue des anisotropes, Utilisée en production de masse
Anisotrope	NaOH+H ₂ O	Utilisée occasionnellement

De façon générale, toute gravure humide du silicium dépend de l'orientation cristalline du substrat. Cependant, la dépendance des vitesses de gravure avec l'orientation des plans cristallins est beaucoup plus faible avec des solutions acides (généralement basées sur l'acide fluorhydrique HF) qu'avec des solutions alcalines. La gravure par une solution acide est, par conséquent quasiment isotrope, et les solutions peuvent alors être classées en solutions isotropes et solutions anisotropes. Les solutions isotropes, majoritairement acides, attaquent le matériau et le gravent avec la même vitesse suivant toutes les directions de l'espace, tandis que dans le cas de solutions anisotropes, généralement alcalines, la vitesse est dépendante des directions cristallines. Cette dernière propriété permet souvent de mieux contrôler la forme gravée. On peut remarquer que la gravure à partir de certaines solutions dépend également de la concentration en impuretés du silicium. Le Tableau 2.3 regroupe les solutions de gravure du silicium les plus couramment utilisées.

Un des critères principaux d'évaluation d'une gravure, en particulier pour les applications micro-optiques, est la qualité de la surface obtenue. Une surface usinée ne peut pas avoir une surface comparable au polissage optique parfait et, selon la méthode d'usinage, l'outil utilisé crée des accidents de surface dont la rugosité est mesurée et comparée avec une valeur moyenne standard.

Il existe de nombreuses méthodes pour caractériser l'état de surface tels que la profilométrie optique ou mécanique, la microscopie interférentielle, la microscopie à effet tunnel (STM, de l'anglais *scanning tunneling microscope*), la microscopie à force atomique (AFM, de l'anglais *atomic force microscopy*) et la microscopie électronique à balayage (SEM, de l'anglais *scanning electron microscopy*). Pour caractériser l'état de surface on utilise généralement trois critères (Fig. 2.11) qui sont la *rugosité moyenne* R_a (définie come la moyenne arithmétique des écarts absolus), la *rugosité de surface moyenne* R_q (définie comme la valeur moyenne quadratique) et *le taux d'amplitude de la rugosité* R_t (couramment appelé valeur *peak-to-valley*) qui représente l'amplitude maximale des accidents de surface et qui est donc plus élevée. Dans le cas de gravures chimiques, la rugosité du substrat est générée principalement par les effets de dissolution irrégulière du substrat par la solution. La rugosité produite par ce phénomène (qui dépend du type de solution) influence ensuite la gravure en faisant apparaître des zones ou des accidents de surface sont amplifiés.

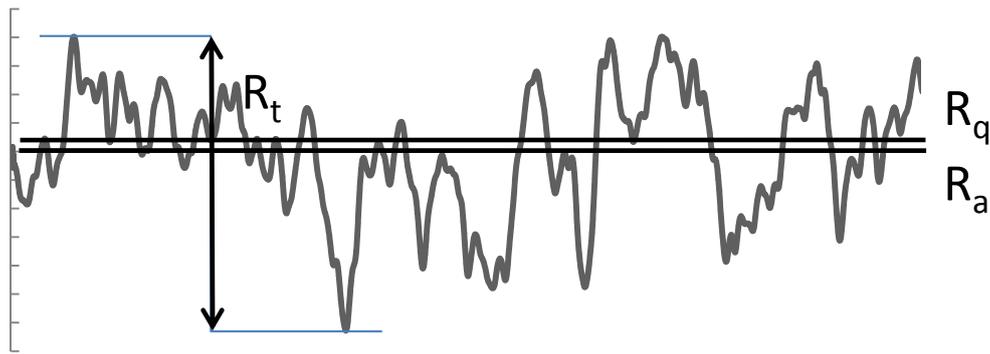


FIG. 2.11. Paramètres typiques de caractérisation de la rugosité d'une surface.

Le niveau de rugosité acceptable dépend évidemment des applications envisagées. A titre d'exemple, on pourra considérer comme acceptable une rugosité de plusieurs dizaines de nanomètres sur des objets micrométriques tandis que quelques dizaines de nanomètres seront déjà critiques dans le cas du dépôt de couches minces.

GRAVURE SÈCHE

La gravure sèche du silicium est basée sur un bombardement d'ions et est généralement mise en œuvre dans des chambres à basse pression à partir de gaz soit inertes, soit réactifs. Les avantages de ce type de gravure sont l'absence de problèmes liés aux tensions de surface entre le masque et le substrat, sa capacité à réaliser des structures anisotropes ainsi que la résolution qui est meilleure que celle associée à la gravure humide (permettant la réalisation de structures de taille nanométrique). Les inconvénients sont principalement liés au prix élevé des machines de gravure et à la faible sélectivité, qui souvent limite les temps de gravure (à cause de l'érosion du masque) ou détériore les matériaux adjacents. Il existe deux catégories de la gravure sèche : la gravure à ions réactifs (*reactive ion etching* ou RIE), qui implique des réactions chimiques, et la gravure par faisceau d'ions (*ion beam milling*), qui implique des procédés purement physiques. Il faut noter que la gravure sèche n'est seulement pas utilisée pour graver le silicium mais aussi un grand nombre de matériaux tels que les verres, les oxydes ou nitrures ainsi que des matériaux semi-conducteurs comme le niobate de lithium ou le nitrure de gallium.

Parmi les différentes techniques de gravure sèche, la gravure RIE est la technique la plus employée en microfabrication [VOSSEN 1991]. Celle-ci utilise un champ électromagnétique radiofréquence (RF) dans une chambre à basse pression afin de stimuler un plasma d'ions réactifs. Ce plasma réagit alors à la fois physiquement et chimiquement avec le substrat (Fig. 2.10 (b)). Chaque réaction lors de la gravure se comporte différemment, la composante physique est anisotrope mais lente, tandis que la composante chimique est beaucoup plus rapide mais isotrope. Selon le choix des gaz, l'amplitude du champ entre les électrodes et la valeur de la

pression dans la chambre, la gravure RIE pourra être plus ou moins chimique et donc plus ou moins isotrope ou anisotrope. Grâce au champ électromagnétique RF, les ions sont accélérés en direction du substrat et la gravure est donc plus rapide suivant la direction de propagation des ions. Contrairement à la gravure anisotrope humide du silicium, la gravure RIE est indépendante de la cristallographie du substrat. On peut noter que le gaz utilisé habituellement pour la gravure du silicium est l'hexafluorure de soufre (SF_6). Les vitesses de gravure correspondantes sont relativement lentes, généralement en dessous du $\mu\text{m}/\text{min}$.

Le développement de réacteurs RIE a évolué et a permis d'aboutir à des procédés de gravure profonde à ions réactifs (*deep reactive ion etching* ou DRIE), dont les mécanismes de gravure les plus connus sont le procédé de Bosch [LAERMER 1996, LAERMER 1999] et le procédé cryogénique. À part l'amélioration de la vitesse de gravure, la DRIE permet de réaliser des profils présentant des forts rapports d'aspect et des parois dont l'orientation est très proche de 90° . Cependant, un des défauts du procédé de Bosch est de générer sur des flancs verticaux une modulation périodique appelée « scalloping », qui produit des flancs ondulés au lieu de flancs parfaitement lisses. Le procédé cryogénique, qui consiste à refroidir le substrat jusqu'à -110°C , fait disparaître ce type d'accidents de surface. L'opération à basse température ralentit la réaction chimique à l'origine de la gravure isotrope. Cependant, les ions continuent de bombarder physiquement le substrat verticalement en enlevant du matériau. Les inconvénients liés à ce type de gravure sont d'une part, le risque de fissure du masque à cause des basses températures, et d'autre part le risque de dépôt des produits de gravure sur les surfaces froides (substrat ou électrode). Même si le procédé cryogénique améliore la qualité de flancs il alourdit considérablement le coût de gravure et le procédé Bosch reste le plus répandu. Ce second procédé consiste à alterner les cycles de gravure RIE et dépôt en phase vapeur chimique (*chemical vapor deposition* ou, CVD). La gravure RIE standard est alors suivie du dépôt d'une couche de passivation, souvent grâce à du gaz C_4F_8 qui dépose une couche faite de polymère similaire au *Téflon*. Cette couche de passivation protège, dans un premier temps, toutes les surfaces du substrat. Néanmoins, pendant la phase RIE, l'accélération des ions favorise l'attaque verticale, tandis que les parois latérales (les flancs) restent protégées. La durée des cycles conditionne le résultat de la gravure. Ainsi, des cycles courts produiront des parois de meilleure qualité, alors que des cycles longs conduiront à des rapports d'aspect plus élevés. Enfin, un autre avantage du procédé Bosch est la possibilité d'optimisation dynamique qui consiste à varier la durée des phases RIE au cours du procédé en fonction des résultats obtenus.

2.1.1.4 Quelques exemples de réalisation de microsystèmes silicium

Le silicium est un des matériaux de base pour la réalisation des MEMS et MOEMS. Parmi les applications les plus répandues on trouve des capteurs inertiels (accéléromètres, gyroscopes, etc.), matrices de micro-miroirs, capteurs de pression (capacitifs, piezorésistifs, etc.), dispositifs

optiques (cristaux photoniques, capteurs optiques intégrés, microscopes sur puce, etc.), et des systèmes de contrôle de flux pour la micro-fluidique et la micro-robotique comme, par exemple, des micro-pompes à vide ou des doseurs de micro-volumes tels que des cartouches à jet d'encre.

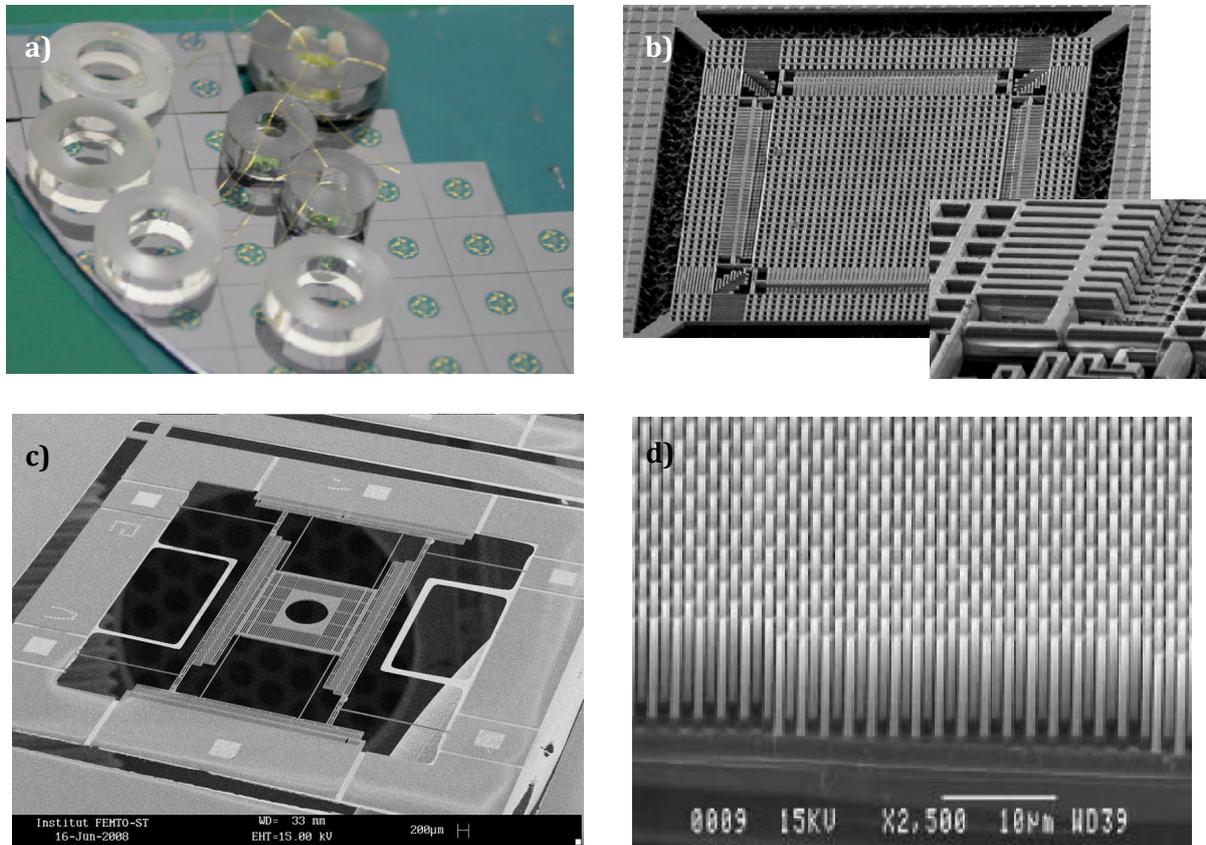


FIG. 2.12. Quatre exemples de microsystèmes à base de silicium : a) capteur de pression à haute température et fréquence [ZHAO 2006], b) accéléromètre capacitif [WANG 2007], c) scanner 2D à base d'actionneurs à peignes interdigités (la fenêtre au centre permet l'intégration de microlentilles) [LASZCZYK 2010] et d) cristal photonique fabriqué sur silicium [CHELNOKOV 2002].

La figure 2.12 montre quelques exemples de ces microsystèmes basées sur des technologies MEMS/MOEMS avec des capteurs de pression à haute température et à haute fréquence fabriqués par soudure anodique de substrats SOI sur des anneaux de verre (Fig. 2.12 (a)) [ZHAO 2006], un accéléromètre capacitif dont la masse subit un déplacement hors-plan, fabriqué à base de substrats SOI (Fig. 2.12 (b)) [WANG 2007], une table à deux dimensions (X-Y) utilisant des actionneurs à peignes interdigités pouvant recevoir des éléments micro-optiques (en l'occurrence des microlentilles) fabriqué également à partir de substrats SOI (Fig. 2.12 (c)) [LASZCZYK 2010], et enfin, des cristaux photoniques fabriqués par gravure sèche (DRIE) de wafers silicium (Fig. 2.12 (d)) [CHELNOKOV 2002].

2.2 Deux procédés complémentaires de gravure humide

Nous avons développé deux procédés de gravure du silicium différents visant à couvrir une large gamme de tailles et géométries de microlentilles. Le premier procédé est basé sur la gravure humide anisotrope du silicium. Il permet de fabriquer des moules de microlentilles de grand diamètre mais dont la profondeur est faible devant son diamètre, conduisant à des ouvertures numériques faibles de la microlentille répliquée (<0.1). En revanche, la gravure isotrope du silicium permet de fabriquer des moules de microlentilles de plus petite taille mais dont le rapport diamètre/profondeur est faible, conduisant à des fortes ouvertures numériques (<0.3) et générant des formes quasiment hémisphériques. Il faut noter que, quelque soit le procédé de gravure choisi, le dispositif doit être réalisé dans l'environnement propre de la salle blanche.

Dans ce qui suit, nous allons présenter la filière de fabrication développée pour la réalisation des moules de microlentilles en détaillant chaque type de gravure (anisotrope ou isotrope) et nous analyserons le résultat de fabrication en nous basant sur les caractérisations effectuées de ces moules.

2.2.1 Gravure anisotrope

La gravure humide anisotrope du silicium est réalisée, comme nous l'avons vu précédemment, par l'utilisation des solutions alcalines dont le comportement général est similaire quelque soit la solution d'attaque utilisée. Dans le cas du silicium, le choix de la solution de gravure dépend de la vitesse de gravure, l'anisotropie souhaitée, l'effet sur les matériaux du masque de protection, la qualité de surface, la reproductibilité du procédé, la sécurité à l'usage ou encore l'impact environnemental.

Pour caractériser la gravure, il faut tout d'abord définir la vitesse de gravure d'un plan cristallographique (hkl) comme

$$V_{hkl} = \frac{d_{hkl}}{t} \quad (2.3)$$

où

- d_{hkl} est la profondeur de la cavité gravée, mesurée perpendiculairement au plan (hkl) et
- t est le temps de gravure.

Les solutions les plus couramment utilisées pour la gravure anisotrope sont le KOH et l'EDP. Des solutions de NH_4OH , le TMAH, l'hydrazine ou l'éthanolamine sont aussi utilisées. Nous avons choisi les solutions aqueuses de hydroxyde de potassium (KOH) car leur comportement est bien maîtrisé et leur degré de toxicité modéré. Pour le KOH, le rapport de vitesses de gravure entre

les plans (100) et (111) est très élevé, ce qui est primordial pour notre application. L'anisotropie de la gravure humide KOH du silicium étant fortement anisotrope, on la caractérise généralement par le *rapport d'anisotropie*, défini comme le rapport entre la vitesse d'attaque suivant le plan cristallin dit « normalisé » (100) et la vitesse suivant les autres plans cristallins.

Dans la littérature on retrouve des résultats présentant une importante dispersion suivant les conditions spécifiques d'un même procédé. Cependant, la vitesse de gravure du plan V_{100} est toujours largement supérieure à celle du plan V_{111} , toutes les études concordant à dire que la surface orientée (111) est celle qui est gravée le plus lentement. On considère alors que les plans {111} sont des plans d'auto-arrêt de la gravure (souvent appelés *self-stoppers*) et ce sont donc des plans qui apparaîtront au terme du procédé si la gravure se fait à travers d'un masque. La dispersion de résultats concernant les variations de la vitesse de gravure rapportées par les différentes sources bibliographiques peuvent être dus à des défauts cristallins qui entraînent de petites déviations des plans {111}, ou bien également, selon Kendall *et al*, sont liées à des erreurs d'alignement du masque [KENDALL 1994]. Deux explications concernant la faible vitesse de gravure des plans {111} sont les plus courantes : certains auteurs considèrent la lenteur de la gravure comme une conséquence d'une couche mince passive présente sur la surface et d'autres la relie à la cinétique de la réaction.

Si toutes les études s'accordent sur la lenteur de la gravure KOH des plans (111), on trouve des différences notables concernant la catégorisation des plans cristallins gravés les plus rapidement. Certaines études concluent que c'est la gravure suivant les plans {114} la plus rapide [KENDALL 1994, ZHANG 1996], tandis que d'autres démontrent que ce sont les plans {320} [HESKETH 1993], ou encore les plans {331} si l'on dilue la solution KOH avec de l'isopropanol (IPA) [BEAN 1978].

LA GRAVURE KOH

L'effet de la gravure KOH sur le silicium orienté suivant la direction $\langle 100 \rangle$ à travers une ouverture est représenté sur la Figure 2.13, le substrat étant protégé par un masque (par exemple une couche de SiO_2). On peut remarquer que le résultat de la gravure est une pyramide inversée où l'orientation des faces suit les plans (111), inclinés à 54.74° par rapport au plan (100) (et par conséquent à la surface du substrat). La pyramide est obtenue si le temps de gravure est suffisamment long pour découvrir complètement les plans (111). La relation géométrique des dimensions de la pyramide est donnée par l'équation :

$$d_n = \frac{a}{\sqrt{2}} \quad (2.4)$$

où

- d_n est la profondeur gravée suivant la direction $\langle 100 \rangle$ et

- d est la dimension latérale de l'ouverture carrée alignée avec les directions (110) .

Ces dimensions dépendent directement de la cristallographie du silicium. Comme on verra plus tard, les alignements sont très importants, car une ouverture de forme différente ou alignée suivant une autre direction aura tendance à générer une pyramide dont l'empreinte carrée est circonscrite à la forme de l'ouverture et alignée sur les directions $[110]$ [BARYCKA 1995].

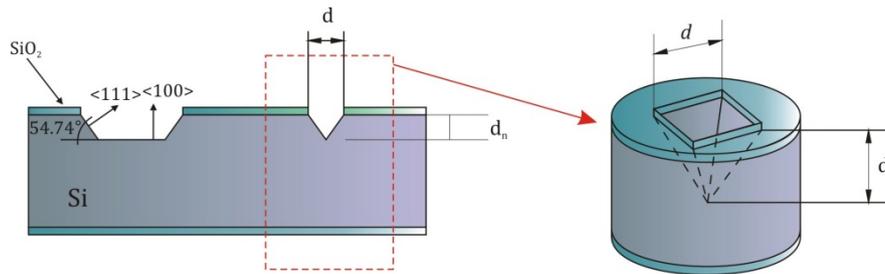


FIG. 2.13. Effet de la gravure humide KOH du silicium sur un substrat orienté suivant la direction (100) . La profondeur des pyramides inversées est proportionnelle à la taille de l'ouverture du masque.

Il est à noter que le même procédé appliqué sur des wafers orientés $\langle 111 \rangle$ ou $\langle 110 \rangle$ n'aboutirait pas à une telle géométrie. Pour des substrats $\langle 111 \rangle$, les plans à la surface du wafer sont directement des plans d'auto-arrêt de la gravure. Dans le cas de wafers orientés $\langle 110 \rangle$ la gravure à travers une ouverture carrée ou rectangulaires produirait des parois verticales.

En dehors de la cristallographie, les paramètres expérimentaux qui influencent également la gravure sont la température et la concentration de la solution KOH, et ces grandeurs doivent être, par conséquent, précisément contrôlés et étalonnés. En particulier, dans le cas de la gravure KOH, une concentration élevée de KOH a plutôt une tendance à améliorer la qualité de surface, tandis qu'une concentration plus faible augmente la vitesse de gravure [MAYER 1990]. L'élévation de la température, quant à elle, contribue à améliorer la qualité de surface et augmenter la vitesse de gravure. Dans notre cas, on recherchera un compromis privilégiant la haute qualité de surface et une vitesse de gravure modérée permettant de bien contrôler la profondeur de gravure. Un exemple concret d'une telle dépendance est donné par Mayer *et al.* qui ont montré que les rapports de vitesse de gravure m mesurés entre les plans $\{114\}$ et la surface d'un wafer orienté $\langle 100 \rangle$ varient fortement en fonction de la concentration de KOH dans la solution (Tab. 2.4) [MAYER 1990].

TABLEAU 2.4. Effets de la concentration de KOH sur la vitesse de gravure du Si [MAYER 1990].

Concentration	$m=V_{114}/V_{100}$
15 %m	1.60
30 %m	1.40
40 %m	1.33
50 %m	1.27
60 %m	1.24

Dans le cas particulier de la gravure KOH du silicium, la rugosité des surfaces gravées résulte principalement des effets de masquage dus d'une part au dépôt des résidus de gravure, particulièrement quand la concentration est basse [SEIDEL 1990], et d'autre part, aux bulles d'hydrogène issues de la réaction [PALIK 1991]. Ces bulles restent en contact avec la surface (masquant la zone correspondante) jusqu'à ce que leur taille soit suffisamment grande pour qu'elles se détachent. La rugosité, qui dépend donc de la taille des bulles, peut être réduite par l'augmentation de la température qui permet de réduire le temps de contact des bulles avec la surface (leur taille est alors plus petite). Une option pour améliorer de manière significative la qualité des surfaces gravées est l'ajout d'isopropanol (IPA) à la solution [ZUBEL 1998], mais les défauts peuvent parfois être aussi accentués et des taches peuvent apparaître sur la surface [CARRASCO 2005].

Il existe donc un consensus sur le fait qu'une concentration élevée de KOH améliore la qualité de surface gravée, tandis qu'une concentration plus basse augmente la vitesse d'attaque. Parmi les différentes recettes de KOH proposées dans la littérature, nous avons choisi une concentration de 10M (41% en poids) car la vitesse de gravure et le comportement de cette solution à 53°C et 78°C sont bien maîtrisés à FEMTO-ST. La vitesse de gravure à une température de 53°C est de 0.25 $\mu\text{m}/\text{min}$ tandis qu'elle est de 1 $\mu\text{m}/\text{min}$ à 78°C. L'évaluation de la qualité des surfaces gravées sera présentée plus loin dans ce chapitre (section 2.2.1.3).

AUTRES RECETTES DE SOLUTIONS DE GRAVURE ANISOTROPE

La solution d'EDP (éthylène diamine et pyrocatechol) ou d'EDW (éthylène diamine et l'eau) est une alternative au KOH. Il s'agit d'une solution organique où le pyrocatechol joue le rôle de catalyseur. Si cette solution seule ne grave pas le silicium, son mélange avec de l'eau produit une réaction chimique similaire à celle du KOH. L'eau est ici l'agent à la fois oxydant et solvant, à la différence que la dissolution du silicium provient de la formation d'un résidu organique au lieu d'un silicate comme dans le cas du KOH [CAMPBELL 1993]. Les solutions d'EDP sont caractérisées par une sélectivité de gravure élevée lorsqu'elles sont utilisées avec des masques en silice (SiO_2), nitrure de silicium (Si_3N_4), chrome (Cr) ou or (Au). De plus, l'EDP, comme le KOH, grave très

rapidement l'aluminium. En revanche, les rapports d'anisotropie pour la gravure de silicium sont plus faibles que ceux du KOH et les solutions sont très dépendantes de facteurs expérimentaux tels que les paramètres du bain, le niveau de contamination, le niveau de résidus de silicium contenus dans la solution et la pression d'oxygène [REISMAN 1979]. En outre, la gravure doit être généralement maintenue dans un intervalle de températures spécifique pour éviter la précipitation (formation non attendue d'un cristal du réactant qui peut piéger des produits de la gravure). Ceci est lié à son alcalinité, qui est basse par rapport à celle du KOH, et qui se traduit par une baisse de la capacité de dissolution du silicium. Cependant, ses plus grands inconvénients restent sa toxicité et sa cancérogénicité qui la rende difficile à manipuler.

Les solutions organiques basées sur l'éthanolamine ont été développées pour remplacer l'EDP qui est connu pour son caractère cancérogène. L'éthanolamine est principalement utilisé en la mélangeant avec de l'acide gallique, sans lequel il n'aurait aucun effet de gravure sur le silicium. Des agents catalyseurs tels que les pyrazines ou les triazoles sont également ajoutés, permettant d'accélérer l'oxydation et donc la gravure du substrat. Ils ont par contre tendance à influencer significativement les rapports de gravure entre les principales orientations cristallines [LINDE 1995].

La solution d'hydroxyde de tétraméthylammonium (TMAH) est une solution organique qui a été développée au cours des années 90 également pour la gravure anisotrope du silicium. Elle est peu dangereuse et relativement facile d'utilisation. Le processus de gravure suit un mécanisme de gravure similaire à celui du KOH. La solution de TMAH présente une vitesse de gravure sur le SiO₂ plus basse que celle du KOH et, contrairement au KOH, elle n'attaque pas l'aluminium. Elle crée en revanche des surfaces plus rugueuses (d'environ un ordre de grandeur pour les plans (100)), dont les hauteurs peuvent atteindre quelques microns [TABATA 1996]. La vitesse de gravure du TMAH est maximale pour une concentration de 25%, et augmente avec la température et la quantité de silicium dissout. De plus, lorsque les concentrations sont inférieures à 20%, l'agitation de la solution permet d'accroître la vitesse de gravure, ce qui n'est pas le cas pour le KOH. Enfin, les rapports d'anisotropie sont plus faibles que ceux du KOH et les vitesses de gravure, différentes suivant les plans cristallins (notamment pour le (111) et le (221)), produisent des morphologies différentes de celles obtenues avec des solutions KOH [SHIKIDA 2000].

Comme le KOH, l'ammoniaque (NH₄OH) est un produit inorganique. Il est utilisé couramment en solution avec du peroxyde d'hydrogène H₂O₂ (solution connue sous le nom de SC1) et sert à éliminer des contaminants organiques et métalliques de la surface du silicium. Sous cette forme, il présente pour le SiO₂ une des sélectivités les plus élevées parmi les solutions de gravure anisotrope (1:8000 selon Schnakenberg *et al.* [SCHNAKENBERG 1991]). Un de ses principaux atouts est l'indépendance de sa vitesse de gravure des concentrations des deux composants lorsque la solution présente des concentrations élevées. Cette caractéristique facilite le contrôle

de la gravure. En revanche, la solution se décompose assez rapidement pour des températures relativement élevées (16 minutes à 70°C) et des rugosités de forme pyramidales à la surface sont toujours présentes quelque soient la concentration et la température de la solution.

La dernière solution de gravure est la solution aqueuse d'hydrazine qui est une solution inorganique qui produit de très bonnes qualités de surface et qui grave très peu les oxydes et les nitrures. L'ajout d'isopropanol (IPA) à la solution d'hydrazine permet de réduire la vitesse de gravure et ainsi d'en augmenter son contrôle, mais peut entraîner l'apparition de taches sur la surface. Les plans gravés les plus lentement sont les plans (111) comme la plupart des solutions de gravure anisotrope, tandis que les plans gravés les plus rapidement sont les plans (211). Il faut en contrepartie souligner que l'hydrazine présente une faible anisotropie et elle est toxique [LEE 1969, DECLERCQ 1975].

2.2.1.1 Principe de la double gravure anisotrope

Cette section décrit en détails le procédé de fabrication de moules par la gravure humide anisotrope du silicium, dédiés à la fabrication de microlentilles de grands diamètres et de faibles épaisseurs (faible ouverture numérique). La double gravure démarre la première gravure en présence d'un masque SiO_2 et elle est suivie par une deuxième étape de gravure sans masque (ce qui permet de graver des différents plans à chaque étape de gravure), pour obtenir des cavités à profil sphérique. La figure 2.14 montre le principe de ce procédé de gravure.

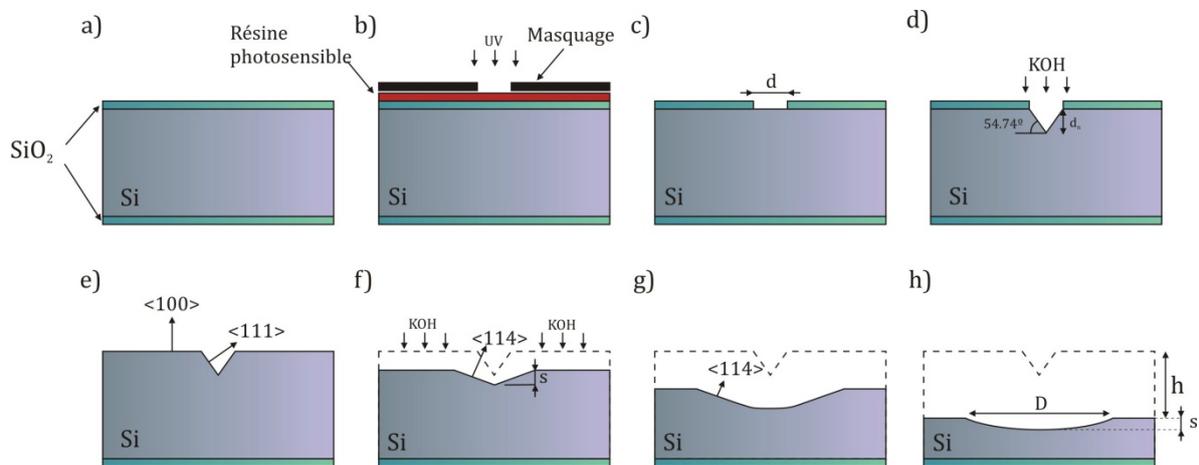


FIG. 2.14. Principe de la double gravure anisotrope. Sur (f-h), la ligne en pointillé représente la surface initiale du substrat.

Tout d'abord, les deux faces du substrat de silicium sont oxydées par oxydation thermique dans le but de créer une couche de protection de SiO_2 suffisamment épaisse pour résister à la gravure KOH (Fig. 2.14(a)). L'épaisseur de ce masque es est généralement comprise entre 1.2 et 1.4 μm .

Ensuite, un motif de masquage composé d'ouvertures de différentes formes et tailles dessinés à l'aide du logiciel commercial AutoCAD®, est transféré par photolithographie sur une résine photosensible (dans notre cas il s'agit de résine positive). Dès que l'étape de masquage est terminée (Fig. 2.14 (b)), la couche d'oxyde est ouverte par gravure BHF (Fig. 2.14 (c)). La résine est ensuite éliminée avec de l'acétone et le wafer nettoyé à l'eau déionisée. Ces différentes étapes préparent à la première gravure KOH du wafer. La solution KOH est chauffée dans un bain-marie à la température de gravure, définie au préalable (Fig. 2.15). Après 1 heure de bain stabilisant la température, le wafer est plongé dans la solution KOH. Cette première gravure génère des cavités de formes pyramidales inversées (Fig. 2.14 (d)). Ces pyramides sont délimitées par des facettes correspondant aux plans (111), arrêtant la gravure. Un alignement précis des ouvertures sur le masque est nécessaire afin que les facettes des pyramides soient bien lisses et dont la qualité est dans certains cas proche d'un poli optique. Une fois les pyramides obtenues, le masque d'oxyde de la face avant du substrat est enlevé par gravure BHF. La face arrière du substrat doit être protégée avec une couche de protection en résine résistante au BHF afin de la garder pendant l'enlèvement de la face avant. La couche de SiO_2 évitera ainsi un amincissement excessif du substrat (Fig. 2.14 (e)). L'élimination de la couche supérieure d'oxyde découvre alors les arêtes ainsi que les deux plans horizontaux bordant les pyramides. Ces dernières zones du silicium sont attaquées en premier, en privilégiant la gravure suivant d'autres plans cristallins que les plans (111).



FIG. 2.15. Bain-marie utilisé pour la gravure KOH. La solution est dans un bécher plongé dans l'eau chauffée dont le niveau est toujours supérieur à celui du KOH dans le bécher, afin de maintenir la température stabilisée de la solution. L'évaporation d'eau est réduite grâce aux billes ainsi qu'au tuyau de contrôle de niveau, lié à un réservoir adjacent.

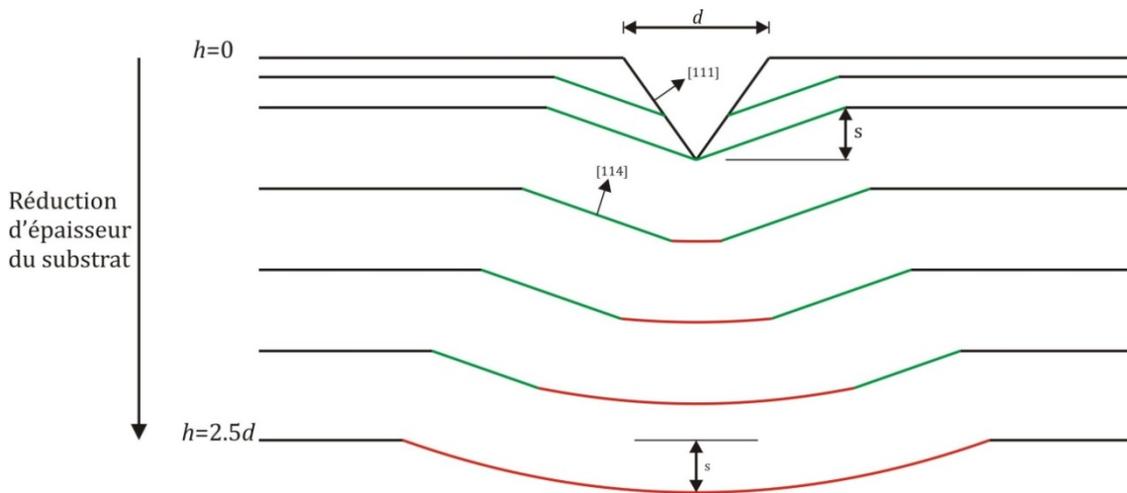


FIG. 2.16. Évolution du profil d'un moule silicium pendant la deuxième gravure anisotrope (sans masque).

Les nouvelles faces gravées sont celles de plans cristallins (114) dont la vitesse de gravure est la plus rapide. Ces faces sont progressivement gravées jusqu'à ce que la *profondeur critique* soit atteinte. Cette *profondeur critique* est définie comme la profondeur de la cavité qui se maintient constante jusqu'à la fin de la gravure. Celle-ci est atteinte quand les faces (suivant les plans (114)) se rejoignent au centre de la cavité (Fig. 2.14 (f)), correspondant au troisième profil de la figure 2.16. À partir de ce moment, la surface du substrat et le sommet de la pyramide sont gravés à la même vitesse. Dès lors l'effet de la gravure arrondit uniquement la forme de la cavité mais la profondeur de la cavité reste fixe, quelque soit son diamètre final.

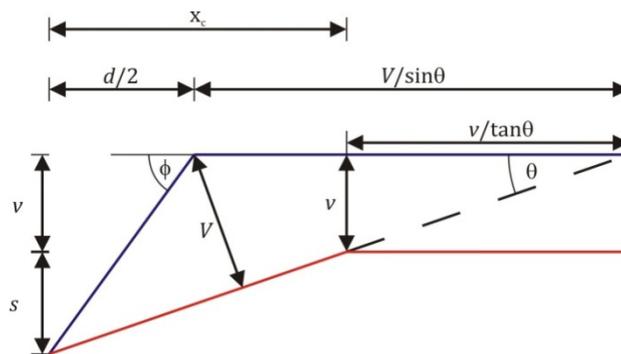


FIG. 2.17. La géométrie définissant la distance critique ainsi que la profondeur des cavités gravées par double gravure anisotrope [KENDALL 1994].

Kendall *et al.* [KENDALL 1994] ont étudié les effets du temps de gravure sur la taille et la forme des cavités sphériques créées par de la double gravure anisotrope KOH. Leurs résultats ont

démontré que la hauteur du substrat h gravée doit être 2.5 fois supérieure à la largeur d du masque si l'on veut supprimer les faces (114) et atteindre un profil sphérique (profil en rouge sur la Fig. 2.16). Cependant, pour obtenir une empreinte circulaire à la surface du wafer (déviations du diamètre de la cavité inférieure au 5%), il faudra graver une profondeur supérieure ou égale à $7d$.

La profondeur des cavités devient constante une fois que la *profondeur critique* est atteinte. Elle peut donc être calculée numériquement en considérant l'orientation et les vitesses de gravure suivant des plans concernés pendant la deuxième étape de gravure. Des différentes études ont démontré que la gravure démarre à partir de l'arête formée par l'intersection des plans (111) et (100) et se poursuit suivant le plan (114) qui est celui où la vitesse de gravure est la plus rapide [WEIRAUCH 1975, MAYER 1990]. C'est pourquoi les vitesses de gravure utilisées pour calculer la profondeur de la cavité seront celles des plans (114) et (100), que l'on notera respectivement V et v . La figure 2.17 montre que l'épaisseur du substrat sera amincie depuis la partie supérieure à la vitesse v , tandis que les plans (114) seront gravés à la vitesse V en partant de l'arête. On définit la distance critique x_c comme la projection du plan (114) sur la direction de la surface du wafer. Si l'on simplifie la variable « temps », cette distance critique peut être exprimée comme

$$x_c = \frac{d}{2} + \frac{V}{\sin \theta} - \frac{v}{\tan \theta} \quad (2.5)$$

où

- V et v sont les vitesses des plans respectivement (114) et (100),
- θ est l'angle entre le plan gravé le plus rapidement et la surface (en l'occurrence l'angle entre les plans (114) et (100) est égal à 19.47°),
- d est la taille de l'ouverture du masque de gravure (qui est aussi la base de la pyramide gravée).

On déduit de la figure 2.17 que la profondeur s de la cavité (finale), définie par la gravure des plans (114), est

$$s = \frac{d}{\sqrt{2}} - v \quad (2.6)$$

et on peut transformer l'équation 2.5 en

$$s = d \left[\frac{1}{\sqrt{2}} + \frac{v}{V} \left(\frac{1}{2} \sin \theta - \frac{1}{\sqrt{2}} \cos \theta \right) \right] \quad (2.7)$$

A la fin du procédé, la gravure se poursuit avec la formation de la calotte sphérique au fond de la cavité grâce à la gravure rapide des familles de plans $\{111\}$ et s'étend jusqu'à la disparition complète des faces orientées suivant les directions $\langle 114 \rangle$ (Fig. 2.14 (g)). Le diamètre du moule est alors défini par le temps de gravure (Fig. 2.14 (h)). Après une étude empirique de la double

gravure anisotrope, Kendall *et al.* ont proposé une estimation de la taille des diamètres en fonction de l'épaisseur gravé du substrat avec la formule suivante :

$$D = 7.8h^{0.58}d^{0.42} \quad (2.8)$$

Cette dernière équation est valide uniquement pour des valeurs $h \geq 2.5d$.

PROCÉDÉ D'ALIGNEMENT PRÉCIS DU MASQUE

Notre application, basée sur l'exploitation des différences de vitesses de la gravure anisotrope selon le plan attaqué, exige l'utilisation de substrats de silicium de type $\langle 100 \rangle$. Comme nous l'avons vu dans la section 2.2.1, la gravure à travers l'ouverture d'un masque crée une cavité ayant une forme de pyramide inversée. Pour contrôler la taille de cette pyramide, deux solutions dans la conception du masque sont envisageables. La première solution (que l'on a appliqué jusqu'à présent) consiste à produire une ouverture carrée dont la dimension est celle de la base de la pyramide que l'on souhaite graver. La seconde option met en œuvre une ouverture circulaire ayant un diamètre égal à la largeur de la base de cette pyramide. Dans ce dernier cas, ce sont les plans cristallographiques qui alignent automatiquement la cavité. Si on connaît précisément les vitesses de gravure respectives, on peut également tirer partie des effets de sous-gravure et réduire le diamètre de l'ouverture circulaire. En revanche, si l'application exige plusieurs cycles de masquage et d'alignement entre des différents motifs, l'utilisation d'ouvertures circulaires peut produire des erreurs d'alignement entre ces motifs. Les pyramides sont alors parfaitement alignées sur les plans cristallographiques, mais un déplacement non désiré est introduit entre les motifs.

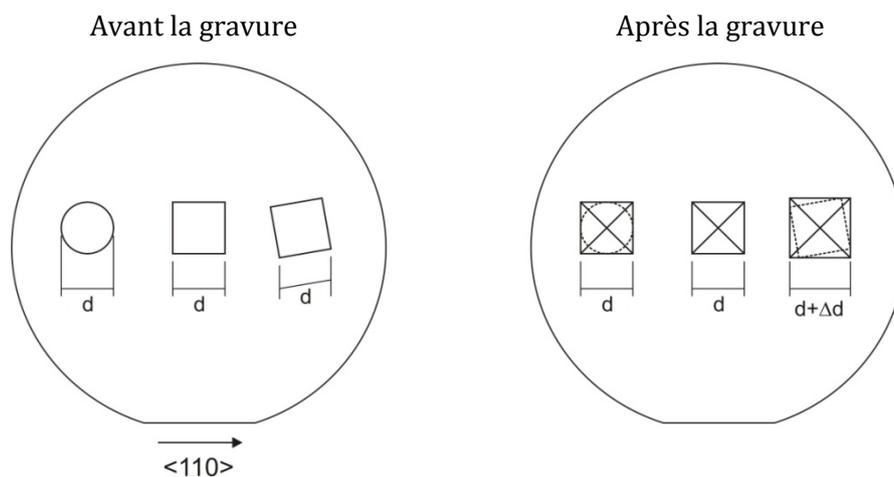


FIG. 2.18. Empreintes gravées en fonction du type d'ouverture du masque (circulaire ou carrée). On peut noter l'élargissement de la base de la pyramide gravée, consécutif à une erreur d'alignement de l'ouverture carrée sur les directions $\langle 110 \rangle$ (les wafers sont de type $\langle 100 \rangle$).

Dans ces conditions, il est préférable de retenir des ouvertures de forme carrée. Cependant, afin que la pyramide garde une taille fidèle au masque, il est important d'aligner précisément ces ouvertures carrées suivant les directions $\langle 110 \rangle$ [ENSELL 1996]. La Fig. 2.18 illustre le principe de ces deux méthodes, en indiquant ainsi un grossissement de la taille de la pyramide produite par un désalignement de l'ouverture carrée sur les directions $\langle 110 \rangle$.

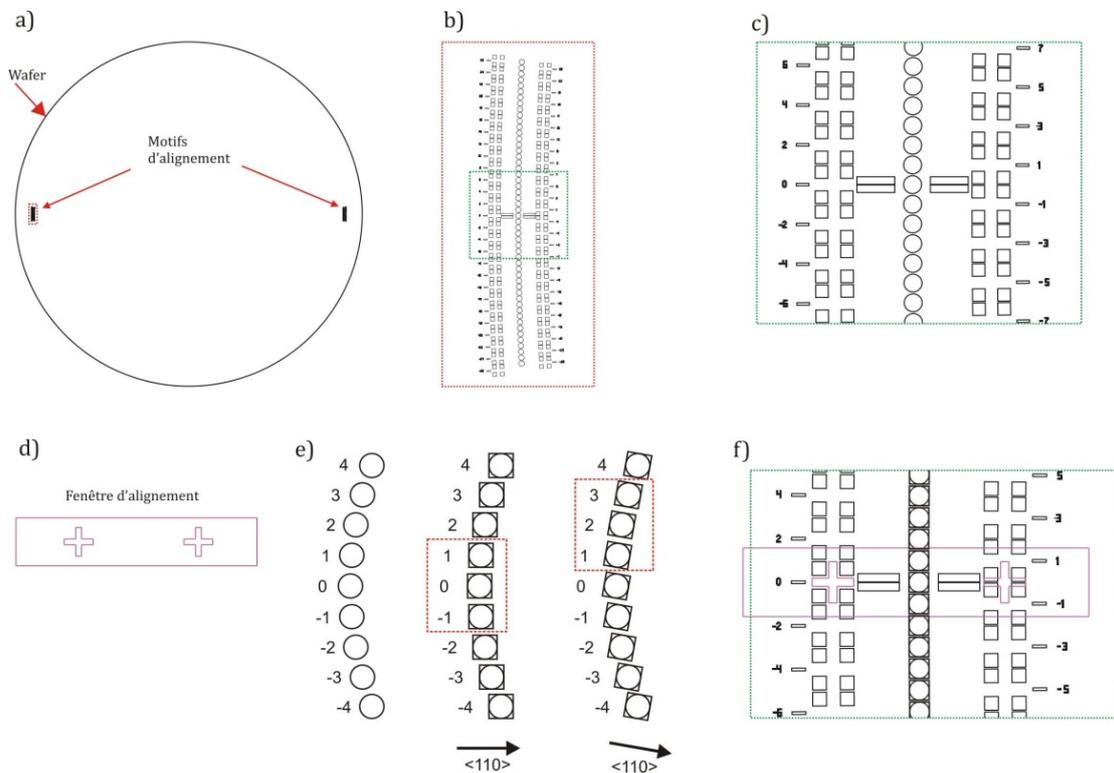


FIG. 2.19. Positionnement et motif du masque de pré-gravure (correspondant au côté gauche), ainsi que les détails de la fenêtré d'alignement et son usage.

Pour corriger ce type d'erreurs, nous avons utilisé une méthode de positionnement qui consiste à inscrire sur le wafer un système de mire par une étape préalable de photolithographie et de gravure humide, permettant un alignement précis du substrat au moment de la photolithographie avec le photo-masque d'ouvertures carrées (Fig. 2.19). Le masque d'alignement contient des ouvertures circulaires disposées de façon radiale et symétrique sur les bords du wafer, centrées sur des arcs de cercles et dont l'écart angulaire total varie entre 0° et $\pm 3^\circ$ avec un pas de 0.1° (Fig. 2.19 (a) et (b)). Ces ouvertures sont numérotées afin de permettre leur repérage (Fig. 2.19(c)). Une gravure humide de ces structures, qu'on appelle motifs de pré-gravure, est réalisée à partir de la même solution KOH que celle utilisée durant la première gravure humide créant des cavités pyramidales. On identifie alors les trois motifs de pré-gravure successifs les mieux alignés par rapport à un axe, c'est-à-dire ceux dont les côtés

verticaux sont les moins écartés. La figure 2.19 (e) montre le résultat de la pré-gravure pour deux alignements différents. L'identification des trois cavités pyramidales les mieux alignées, repérées par un cadre en pointillé sur la figure 2.19 (e), permet de positionner la fenêtre d'alignement (Fig. 2.19 (d)) sur l'ouverture centrale (Fig. 2.19 (f)) et obtenir la précision angulaire d'alignement du masque de l'ordre de 0.1° (avec le motif utilisé). Cette technique permet d'améliorer la précision d'alignement du masque par rapport à l'alignement offert par notre aligneur, qui utilise une procédure basée sur l'alignement avec le méplat du wafer (direction $\langle 110 \rangle$) dont la précision dépend de la qualité du wafer de silicium (pour un substrat standard la déviation peut être supérieure à 1°).

2.2.1.2 Réalisation expérimentales

PROCÉDURE NUMÉRIQUE DE CALCUL

À partir des équations (2.7) et (2.8), nous avons développé un code de calcul basé sur le langage de programmation C++ qui permet d'estimer la taille d'un moule généré par la double gravure anisotrope en fonction de la concentration de la solution KOH, de la taille de l'ouverture du masque de gravure et de la profondeur à graver pendant chacune des deux gravures anisotropes. La version exécutable de ce programme permet également de faire le calcul inverse, qui permet d'estimer la taille de l'ouverture du masque nécessaire à partir de valeurs prédéfinies à l'avance du diamètre et de la profondeur de la cavité à obtenir. En outre, ceci permet de tenir compte de l'épaisseur nécessaire du substrat de silicium. Nous verrons dans le troisième chapitre que pour des applications exigeant l'élimination sélective de la surépaisseur de silicium du moule pour l'intégration monolithique de la microlentille en verre sur une membrane de silicium, la connaissance de cette épaisseur devient un paramètre crucial. L'existence de différences entre les résultats de gravure entre les différentes sources bibliographiques nous oblige à inclure dans le code la possibilité de calibrer la fonction d'évolution des diamètres ainsi que le rapport de vitesses entre les plans (114) et (100). Le code permet ainsi une prédiction à partir de données extérieures mais aussi à partir de valeurs issues de notre propre développement. La fenêtre principale de l'interface utilisateur de ce programme est montrée sur la figure 2.20.

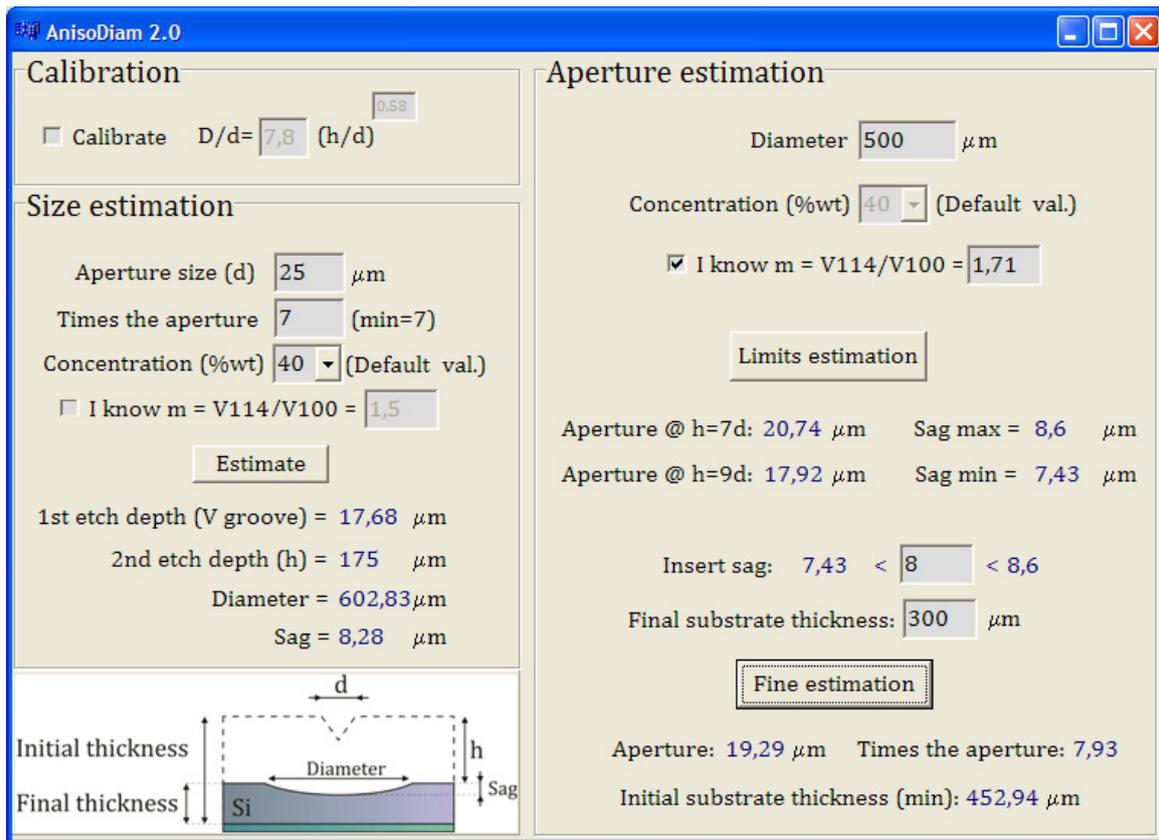


FIG. 2.20. Fenêtre principale de l'interface utilisateur de notre programme de calcul pour définir les paramètres de la double gravure anisotrope.

Pour calibrer la procédure de double gravure anisotrope nous avons comparé nos résultats expérimentaux avec des résultats numériques obtenus à partir des équations de *Kendall et al.* et des vitesses de *Mayer et al.* La gravure test a été effectuée sur des substrats de silicium d'épaisseur de 1400 μm , type N dopés avec du phosphore, et sur lesquels un masque de SiO_2 thermique de 1.4 μm a été créé. La figure 2.21 (a) montre un écart significatif, d'entre 20% et 30%, entre les profondeurs de moules que nous avons fabriqué et les valeurs obtenues par les équations empiriques de Kendal et de Mayer. Les raisons de ces écarts proviennent très probablement de différentes sources, telles que les différences en quantités d'impuretés dans le silicium ou l'évaporation d'eau de la solution (donc changement de la concentration). Cette mise au point nous a donc permis de corriger notre propre rapport de vitesses de gravure entre les plans (114) et (100), qui est estimé à 1.71.

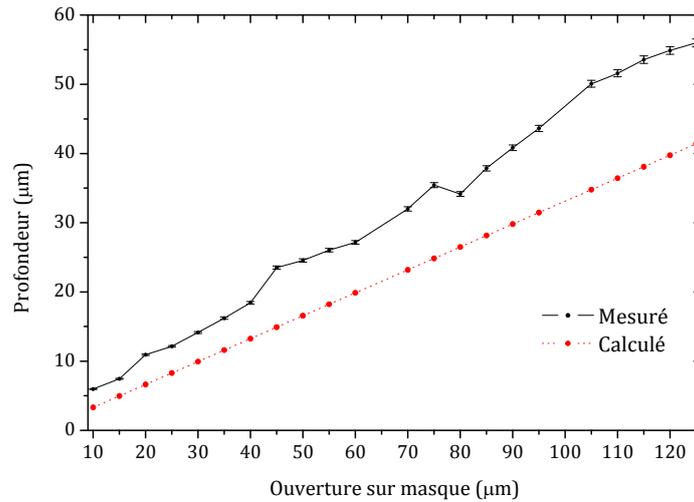


FIG. 2.21. Comparaison de profondeurs de moules obtenus expérimentalement et calculés à partir du formalisme de [KENDALL 1994] et [MAYER 1990].

A partir de valeurs mesurées des diamètres de nos moules, nous avons adapté la formule empirique de Kendall, en ajustant ses coefficients de la façon suivante :

$$D = 6.82h^{0.60}d^{0.40} \quad (2.9)$$

La figure 2.22 représente l'évolution du rapport des diamètres normalisés par la largeur d de l'ouverture du masque en fonction de l'épaisseur de silicium gravée, démontrant que le comportement est similaire même si la différence avec les résultats de Kendall est significative.

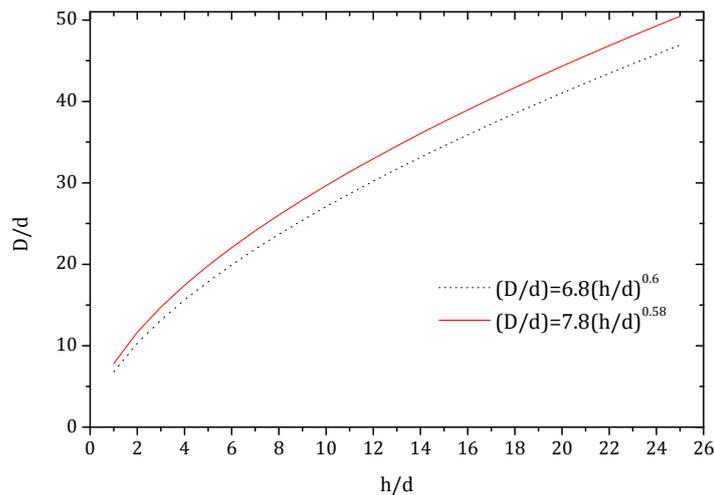


FIG. 2.22. Comparaison des fonctions empiriques définissant le comportement des diamètres selon la formulation de Kendall, en rouge, et notre formule adapté, en noir.

ÉVALUATION DE LA RUGOSITÉ DES MOULES SILICIUM

Une des caractéristiques cruciales, définissant la qualité de moules obtenus par gravure KOH du silicium est la rugosité de surface. Le Tableau 2.5 regroupe les résultats de caractérisation de l'état de surface de nos moules pour 15 échantillons différents. Ici, le paramètre de rugosité R_a est indiqué en fonction de conditions expérimentales de chacune des deux gravures (notamment la profondeur gravée et la température opérationnelle).

TABLEAU 2.5. Mesures de rugosité sur échantillons gravés en deux temps avec du KOH [ALBERO 2008].

Echantillon	Première gravure (h, T) ¹	Seconde gravure (h, T) ¹	Rugosité moyenne R_a (nm)
1	8 μm , 53°C	70 μm , 78°C	1.4
2	25 μm , 53°C	250 μm , 53°C	15.0
3	25 μm , 53°C	250 μm , 78°C	9.4
4	25 μm , 78°C	250 μm , 78°C	13.6
5	50 μm , 53°C	310 μm , 53°C	13.0
6	50 μm , 53°C	300 μm , 78°C	14.8
7	50 μm , 78°C	300 μm , 78°C	19.3
8	165 μm , 53°C	443 μm , 78°C	7.4
9	70 μm , 53°C	500 μm , 53°C	9.6
10	150 μm , 53°C	510 μm , 53°C	8.3
11	150 μm , 53°C	510 μm , 78°C	7.1
12	100 μm , 53°C	600 μm , 53°C	8.2
13	203 μm , 53°C	610 μm , 78°C	7.9
14	90 μm , 53°C	625 μm , 53°C	13.0
15	90 μm , 53°C	650 μm , 78°C	7.4

¹ h est la profondeur gravée et T est la température de la solution KOH.

Les données du Tableau 2.5 permettent de tirer quelques conclusions. La deuxième gravure étant celle qui définit la sphéricité du moule, on peut remarquer que l'état de surface est meilleur pour les gravures réalisées à 78°C que pour celles réalisées à 53°C. Quand la gravure est inférieure à 10% de l'épaisseur du substrat, la qualité de surface initiale n'est pas trop affectée. La rugosité augmente d'abord avec l'accroissement de l'épaisseur gravée jusqu'à 300 microns et

se stabilise ensuite autour de 8 nm à partir de 443 μm d'épaisseur gravée. On remarque également que les conditions de la première gravure n'ont pas d'effet significatif sur l'état de la surface finale. La figure 2.23 montre des profils de différents moules lors de la gravure à travers la même taille d'ouverture, en l'occurrence 25 μm x 25 μm , pour des températures et des temps différents. Il est clairement visible que les profils gravés à 78°C ont un meilleur état de surface. Ces profils ont été mesurés sur des moules disposés en matrice 3x3, représentés sur la figure 2.24.

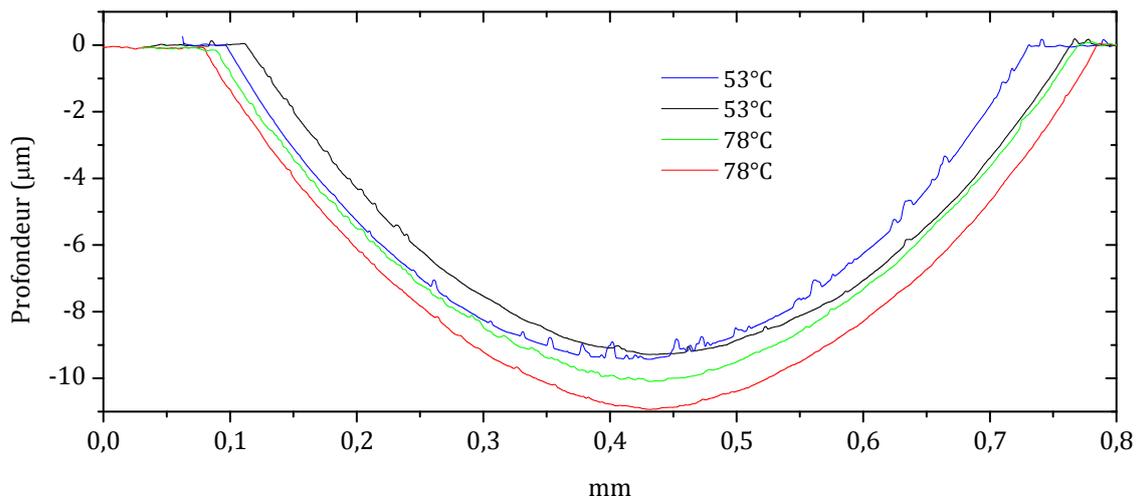


FIG. 2.23. Profils de moules gravés à 53°C et 78°C à partir d'ouvertures de masque de 25 μm x 25 μm .

Afin d'améliorer l'état de surface de moules, il faut donc privilégier les températures de gravure élevées. Cependant, ce choix peut entraîner un problème de dégradation de la qualité du masquage. En effet, comme il a été montré sur la figure 2.7, la gravure KOH du SiO_2 est particulièrement rapide pour une concentration de 40% (équivalente à 10M), augmentant encore avec la température opérationnelle de gravure et pouvant dégrader encore plus le masque. Lorsqu'on cherche à atteindre de grandes profondeurs de gravure, il faut faire appel à des matériaux tels que Si_3N_4 , suffisamment résistant à l'attaque KOH mais dont le dépôt exige l'utilisation de procédés de type de LPCVD.

ÉTUDE DE L'UNIFORMITÉ DES MOULES SILICIUM

Une longue gravure de silicium, nécessaire pour atteindre des diamètres importants du moule, réduit fortement l'épaisseur du substrat et augmente la probabilité de rencontrer des défauts cristallographiques. Ces défauts sont précisément responsables de changements de la taille et de forme de moules, rendant parfois ces moules difficiles à utiliser (Fig. 2.24).



FIG. 2.24. Image d'un moule silicium avec un certain nombre de défauts visibles, obtenus avec la double gravure KOH. Il est à noter que la gravure accentue ces défauts au point d'introduire des changements de taille dans une même matrice de moules.

Nous avons caractérisé les moules à l'aide de l'interféromètre de Twyman-Green (TGI), présenté dans le Chapitre 1. La figure 2.25 présente une cartographie 3D d'un moule dont les caractéristiques sont indiquées dans la légende de cette figure.

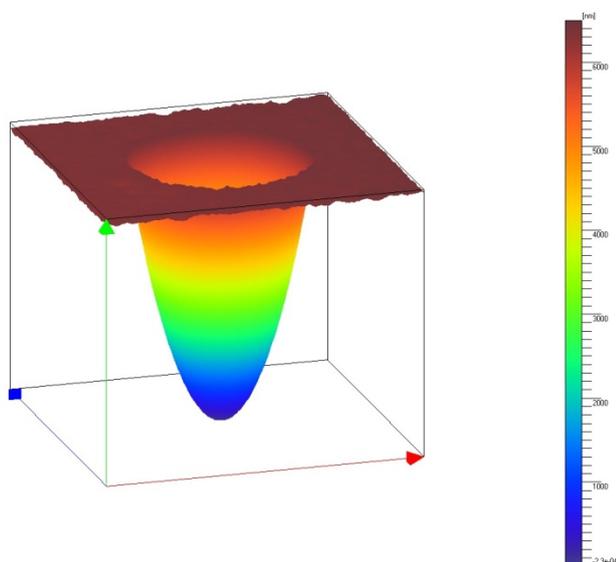


FIG. 2.25. Profil 3D en fausses couleurs d'un moule silicium, mesuré par interférométrie TGI, ayant un diamètre de 384.8 μm et une profondeur de 6,4 μm . Il est à noter que la rugosité de la surface extérieure est visible.

Nous avons évalué la reproductibilité du diamètre et de la profondeur de moules issus d'ouvertures de taille identique, disposés sur des différentes matrices. Le tableau 2.6 résume ces résultats en indiquant les valeurs moyennes du diamètre ainsi que l'écart type définissant la dispersion du diamètre à sur chaque matrice. L'écart type est calculé à partir de la formule

$$\sqrt{\frac{\sum(x-\bar{x})^2}{(n-1)}} \quad (2.10)$$

où

- x est la valeur du moule considéré,
- \bar{x} est la valeur moyenne des mesures au sein d'une matrice et
- n est le nombre de valeurs mesurées (en l'occurrence 9).

L'écart type reste inférieur à 3% quelque soit la valeur du diamètre moyen des moules de la matrice considérée. Si on analyse les résultats très attentivement, on se rend compte que la présence aléatoire des défauts est très importante sur l'uniformité des tailles dans une matrice. On voit clairement comment la présence des défauts sur le masque augmente l'écart type dans certains cas, comme par exemple pour la matrice 4 du tableau 2.6 qui présente un écart type de 6.26%. Dans le cas des profondeurs, la dispersion de résultats est nettement plus faible. Il est à noter que le tableau 2.6 contient des données correspondant aux matrices de moules présentant des dispersions parmi les plus hautes mesurées expérimentalement au cours de ma thèse.

TABLEAU 2.6. Uniformité des moules silicium, réalisés par double gravure KOH [ALBERO 2008].

Matrice	Diamètre moyen (μm)	Écart type (%)
1	502.6	2.17
2	587.0	1.17
3	650.9	1.86
4	647.5	6.26
5	775.6	0.66
6	821.4	0.88
7	972.4	3.03
8	1072.1	1.52
9	1128.6	2.81
10	1150.4	2.06
11	1177.5	1.54

12	1219.3	1.28
Matrice	Profondeur (μm)	Écart type (%)
A	29,6	1.22
B	32,8	0.51
C	34,9	0.40
D	36,5	0.26
E	37,7	0.44

EXTENSION DE LA DOUBLE GRAVURE ANISOTROPE AUX MOULES DE FORME NON SPHÉRIQUE

Nous allons démontrer que la double gravure anisotrope KOH peut être utilisée dans la réalisation de moules de forme non circulaire mais ayant des profils sphériques.

En particulier, l'obtention de matrices de cavités à profil sphérique mais une empreinte polygonale (carré, hexagonale, etc.) est possible. Utilisant les mêmes ouvertures carrées mais en ajustant la distance entre elles ainsi que leur disposition sur le masque, les bords des empreintes rentrent en contact pour former de lignes droites. Il est alors possible de fabriquer des matrices ayant un taux de remplissage proche de 100%, comme l'illustre la figure 2.26(a), présentant des moules de forme carrée. Suite à la gravure d'un tel motif, la taille géométrique de chaque élément individuel sera uniquement limitée par la distance entre les deux ouvertures successives et non plus par la durée de la gravure. Dans ce cas, l'allongement du temps de gravure aura tendance à augmenter le rayon de courbure de chaque élément. Il faut noter que les empreintes polygonales ne peuvent être fabriquées que sous la forme de matrices. En effet, chaque ouverture « arrête » la croissance des ouvertures adjacentes. La figure 2.26 (a) montre que les lignes de motifs situés en bordure de matrices subissent un effet de circularisations, car il n'y a pas d'ouverture du côté extérieur qui limite leur croissance.

Une autre alternative consiste à réaliser des moules cylindriques en utilisant des ouvertures rectangulaires entant que masque de gravure. Dans ce cas, la première gravure produit des canaux en forme de V, utilisés généralement en micro-fluidique ou pour l'alignement de fibres optiques [HOFFMANN 1999]. Comme dans le cas de moules sphériques, c'est la deuxième gravure qui permet de rendre sphérique le profil de moules suivant l'axe vertical. L'asymétrie du motif rectangulaire du masque procure en revanche au moule sa forme allongée suivant l'axe horizontal et générant son profil cylindrique.

En conclusion, la fabrication de ce type de cavités est très sensible à l'alignement cristallographique des ouvertures du masque. En dehors des défauts de surface visibles sur la

figure 2.26 (b), un désalignement du masque sur des plans cristallographique entraîne également une dispersion dans les tailles de moules individuels.

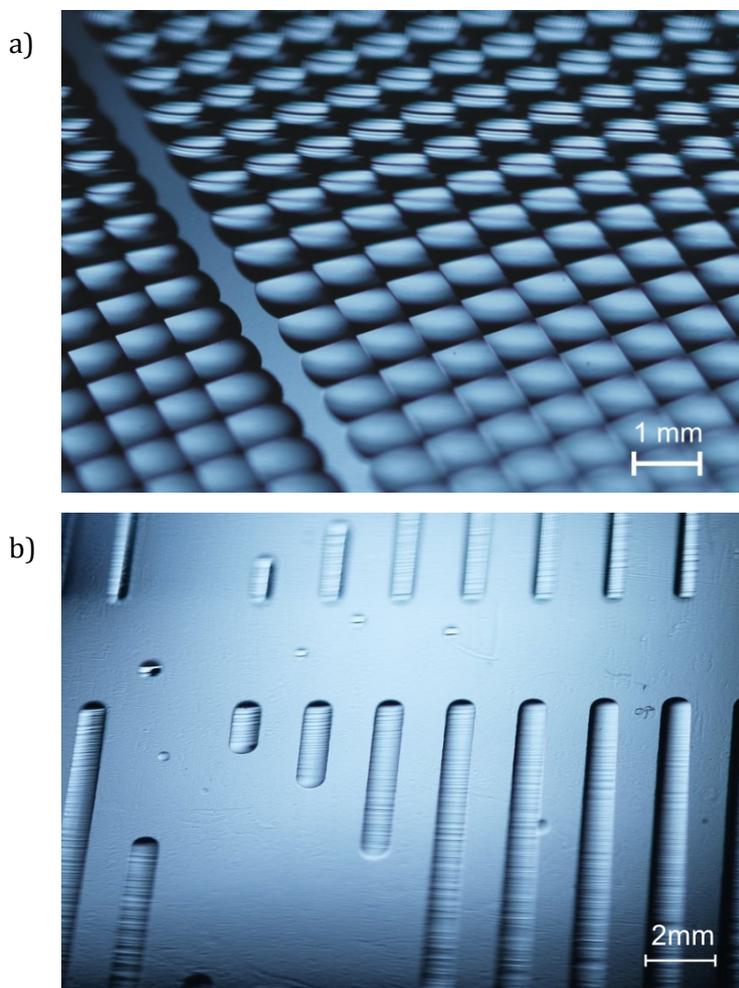


FIG. 2.26. Deux formes de moules obtenus par double gravure anisotrope, a) empreintes carrées fabriquées à partir d'ouvertures identiques rapprochées et b) moules cylindriques de différentes longueurs et largeurs. On peut observer des irrégularités à l'intérieur des cavités à cause des erreurs d'alignement du masque.

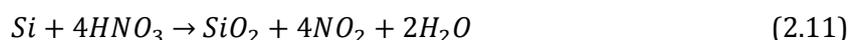
2.2.2 Gravure isotrope

La gravure isotrope est, par définition, caractérisée par une vitesse de gravure constante dans toutes les directions à partir du point d'attaque. Si le point initial d'attaque est de taille infinitésimale, le résultat aboutit après un certain temps, à une surface parfaitement sphérique. Nous allons voir que cet effet est seulement théorique car, en pratique, les effets de transfert de

masse et le phénomène de diffusion rendent les vitesses légèrement dépendantes de la direction de gravure.

La gravure isotrope du silicium est une des techniques standard de la microfabrication pour la production de cavités sphériques caractérisées par une bonne uniformité et une faible rugosité. L'utilisation au cours de ces travaux de thèse de silicium monocristallin ayant peu d'imperfections a permis de développer un procédé compatible avec les technologies des circuits intégrés, qui entraîne une diminution significative des coûts de fabrication. Les méthodes de gravure isotrope ont été largement étudiées pour la fabrication de dispositifs de micro-fluidique, qui requièrent la génération de canaux et de chambres de réaction sans angles, de différents diamètres, ayant des surfaces polies et dont la courbure est uniforme [DZIUBAN 1999].

Entre les différentes options possibles, nous avons choisit la gravure humide isotrope du silicium par des solutions à base d'acide fluorhydrique (HF) et d'acide nitrique (HNO₃). Les propriétés de la gravure humide avec ce type de solutions ont été largement étudiées depuis les années 50 [ROBINS 1959, ROBBINS 1960, SCHWARTZ 1961, KLEIN 1962]. Les travaux de Robbins et Schwartz démontrent que le HNO₃ crée dans un premier temps une couche d'oxyde natif sur la surface de silicium qui est ensuite gravée par une solution HF. La gravure est alors régie par les réactions chimiques suivantes :



Il a été démontré qu'à partir d'un certain niveau de concentration du HNO₃ dans la solution de gravure, la vitesse d'attaque du silicium dépend uniquement de la concentration en HF (Fig. 2.27). Dans ces conditions, la vitesse de gravure est influencée principalement par la diffusion du HF sur la surface. En revanche, quand la proportion de HF est prédominante, le taux d'oxydation du silicium par le HNO₃ est l'effet qui limite la vitesse de gravure.

Des études théoriques et travaux expérimentaux plus récents [KUIKEN 1986, NOTTEN 1986, SHIN 1991, JOHN 1993, KLEIN 2000, SVETOVVOY 2006] démontrent l'importance des effets de transfert de masse dans le processus de gravure. En particulier, la réaction chimique, qui débute par les réactions élémentaires (2.11) et (2.12), se transforme ensuite en un mécanisme assez complexe qui peut être décrit par des équations proposées pour la dissolution de l'oxyde [JOHN 1993, KLEIN 2000].

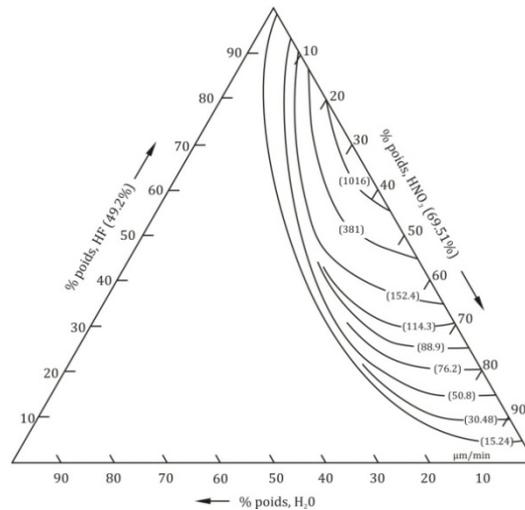


FIG. 2.27. Courbes de vitesse de gravure humide isotrope du silicium selon le pourcentage de poids de HF, HNO₃ et H₂O (température de gravure : 25°C). Les vitesses de gravure mesurées par Robbins *et al.* en mils/min sont converties à µm/min et notées entre parenthèses [ROBBINS 1959].

En plus des approches se concentrant sur l'étude de la composition chimique de la solution de gravure, il est également possible d'appliquer un potentiel afin de réaliser une gravure électrochimique. Les vitesses de gravure dépendent alors du pH de la solution et du potentiel appliqué [ZHANG 2001].

2.2.2.1 Principe de la fabrication de moules par gravure isotrope

Le but de cette section est d'aborder les détails du procédé de fabrication de moules de microlentilles par gravure humide isotrope du silicium [ALBERO 2009]. Ce type de gravure est adapté à la fabrication de moules de faible diamètre et de profondeur importante. L'étape de réplique permettra ainsi de réaliser des petites microlentilles de forte ouverture numérique.

La figure 2.28 montre les étapes technologiques pour la création de ces moules. Comme dans le cas de moules gravés anisotropiquement, le procédé démarre par une étape de conception d'un photo-masque et par son transfert sur un masque spécifique de gravure robuste face à l'attaque chimique isotrope. Cette étape est suivie par la gravure isotrope de silicium formant des cavités sphériques et par l'élimination du masque de gravure.

L'étape de préparation du masque qui protégera le silicium pendant la gravure est cruciale car il faut choisir soigneusement les matériaux composant ce masque, qui protégera le wafer de la solution de gravure particulièrement agressive que nous utiliserons. Nous avons testé plusieurs configurations de couches minces mais finalement notre choix s'est porté sur un masque composé d'une couche de SiO₂ thermique d'épaisseur de 500 nm et d'une couche de nitrure de silicium Si₃N₄ d'épaisseur de 100 nm. En dehors de son rôle de protection, la couche de SiO₂

améliore aussi l'adhésion de la couche de nitrure de silicium déposée par dépôt de vapeur chimique à basse pression (LPCVD) (Fig. 2.28 (a)). Il faut noter que cette dernière couche mince doit être déposée à basse contrainte afin d'éviter l'érosion du masque dans des zones libérées par la sous-gravure produisant sa destruction. Lorsque c'est le cas, les débris du masque se déposent dans la cavité obstruant localement les zones à graver et dégradant la sphéricité du moule.

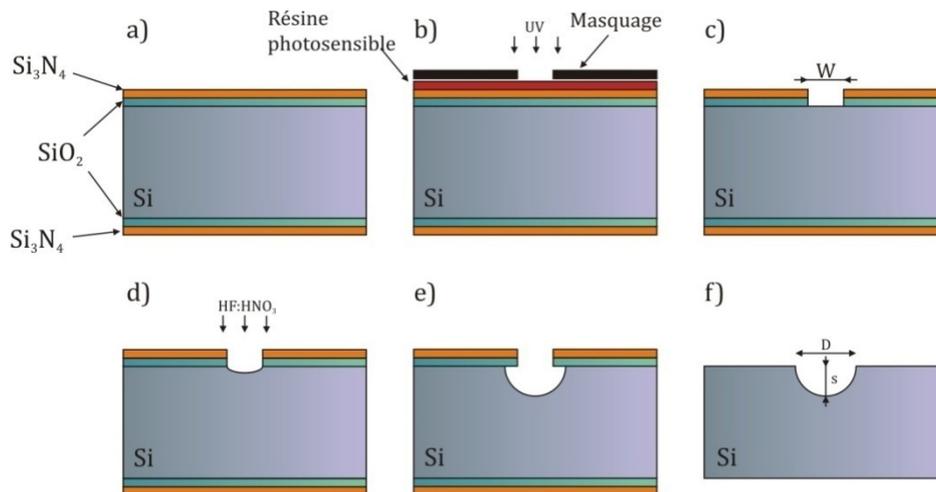


FIG. 2.28. Etapes technologiques pour la fabrication de moules de microlentilles par gravure isotrope du silicium.

Le design du masque est réalisé, comme précédemment, à l'aide du logiciel AutoCAD®. Il est ensuite transféré par photolithographie sur une résine photosensible positive, qui protège également la face arrière du wafer (Fig. 2.28 (b)). Après le développement de la résine, les ouvertures sont créées sur le masque par une première étape de gravure sèche RIE qui permet d'ouvrir la couche de Si_3N_4 et partiellement la couche de SiO_2 . L'ouverture du masque restant est achevée par la gravure humide du SiO_2 . Contrairement au procédé RIE, cette dernière étape de gravure humide ne dégrade pas l'état de surface du silicium. L'élimination de la résine se fait par un bain d'acétone et un rinçage à l'eau déionisée, cette étape préparant le substrat pour la gravure isotrope (Fig. 2.28 (c)).

La solution de gravure est un mélange de HF, concentré à 49%, et de HNO_3 , concentré à 60%, en proportions 1:9 et opérant à température ambiante (22°C) (Fig. 2.28 (d) et (e)). On peut remarquer que les concentrations de ces deux composants de la solution sont, dans notre cas, plus faibles que celles utilisées dans la plupart des travaux reportées dans la littérature. Cependant, ce choix est justifié car toutes ces études démontrent que les vitesses de gravure diminuent quand la quantité de HF diminue et le HNO_3 est majoritaire [ROBBINS 1959, KLEIN

1962]. Il a également été montré que les gradients de température créés par la propre réaction chimique sont nuisibles pour la qualité de gravure. Une solution consiste donc à agiter la solution, opérant à température ambiante. Quand le HF est minoritaire face au HNO_3 , les variations de température ne dépassent alors pas les 3°C [KLEIN 1962], et n'affectent pas notablement les vitesses de gravure. La proportion de ces deux produits égale à 1:9 a été donc choisie afin de contrôler la gravure et la tenue du masque. Enfin, la dernière étape de la fabrication des moules consiste à éliminer le masque avec une solution de HF concentré à 49% et à rincer le substrat à l'eau déionisée (Fig. 2.28 (f)).

2.2.2.2 Réalisation de moules à empreinte circulaire

CONDITIONS EXPÉRIMENTALES DE LA GRAVURE

Une gravure isotrope parfaite, démarrant à partir d'un point d'attaque infinitésimale sur le masque, conduit à la fabrication de cavités sphériques puisque, contrairement à la gravure anisotrope, les vitesses de gravure ne dépendent pas de l'orientation. Cependant, dans la pratique, certains paramètres interviennent, qui sont liés à la géométrie et à la chimie de gravure et produisent une déviation par rapport au profil sphérique idéal.

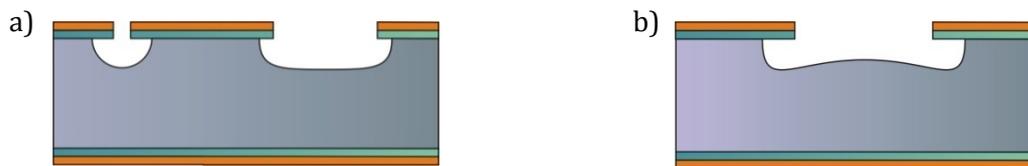


FIG. 2.29. Les effets de gravure isotrope : (a) cas idéal d'une gravure isotrope sur des ouvertures de petite et grande taille après une durée de gravure t et (b) effet supplémentaire de la concentration de solution sur la gravure des moules.

En particulier, il est difficile d'utiliser de très petites ouvertures si l'on souhaite fabriquer des moules de relativement grands diamètres et rayons de courbure, car la vitesse de gravure atteint un pallier à cause du phénomène de diffusion à travers l'ouverture. Il faut donc augmenter la taille de l'ouverture de masquage. Cependant, si l'on considère que les vitesses de gravure sont constantes, la forme de l'ouverture commence par être transférée dans le silicium (figure 2.29 (a)) et la cavité gravée est dans un premier temps constituée d'une cuvette à fond plat (dont la largeur dépend de la taille de l'ouverture) et avec des bords sphériques. Pour obtenir la sphéricité de cette forme, il est nécessaire d'augmenter suffisamment le temps de gravure. En pratique, il s'agit d'atteindre la situation où le diamètre de l'ouverture de masquage devient très faible par rapport au diamètre de ce moule :

$$r_{\text{moule}} \gg r_{\text{ouv}} \quad (2.13)$$

où

- r_{moule} est le rayon de courbure de la cavité gravée et
- r_{ouv} est le rayon de l'ouverture sur le masque.

A cette limitation géométrique s'ajoute une limitation liée à la cinétique de la réaction chimique. Kuiken a montré, en effectuant une simulation de la gravure contrôlée par diffusion à travers une ouverture circulaire, qu'il existe des variations du comportement de la gravure au cours du temps [KUIKEN 2003]. Au début de la gravure, lorsque la cavité est encore peu profonde, un gradient de concentration de la solution apparaît généralement entre les bords du masque et le centre de la cavité, conduisant à générer un gradient de vitesse de gravure. La figure 2.29 (b) montre que le centre de la cavité est alors gravé plus lentement. Au fur et à mesure que la gravure avance, cet effet tend à disparaître car les vitesses de gravure deviennent homogènes suivant toutes les directions. Par conséquent, une cavité sphérique est obtenue (à condition que $r_{moule} \gg r_{ouv}$) à partir d'un seuil de temps qui diffère selon la taille du moule gravé. Cette effet explique pourquoi le début de gravure est plus lent pour les grandes cavités par rapport au début de gravure de petites cavités. En revanche, à partir d'une certaine durée de gravure, les petites ouvertures limitent le phénomène de diffusion des produits de la réaction, limitant la vitesse de gravure. Cet effet est pratiquement absent de la gravure de grandes cavités. Le gradient de vitesse produit par le début de gravure est une conséquence de la diminution du transfert de masse au centre de la cavité. Cette diminution est liée à la concentration de bulles d'oxydes de nitrogène émises lors de la réaction du silicium avec la solution d'attaque qui se comportent comme un masque local et qui affectent l'uniformité de la concentration du réactant à la surface du substrat. Ces bulles agissent non seulement sur la vitesse de gravure mais aussi sur la morphologie de la surface [KULKARNI 2000]. Robbins et Schwartz ont montré que ce type de solution était auto-catalytique, et que la bonne distribution du catalyseur sur la surface assurait une réaction à vitesse constante [ROBBINS 1959]. Pour garantir cette distribution, on peut ajouter à la solution de l'oxyde de nitrogène (par ajout de NaNO_2 ou bien des bulles de nitrogène extrinsèques) ou bien simplement l'agiter (ce que nous avons retenu). L'opération d'agitation, privilégiant la convection, facilite l'échange constant du liquide dans le volume pour libérer les bulles de la surface du silicium, augmente la diffusion au centre de la cavité et uniformise le transfert de masse [SHIN 1991]. L'agitation contribue ainsi à supprimer la différence de gradient de concentration et augmente systématiquement la vitesse de gravure, en rendant plus tolérante la condition (2.13).

Dans un premier temps, nous avons appliqué un agitateur mécanique permettant un mouvement circulaire d'agitation à l'aide d'une table tournante dont la vitesse peut être ajustée. Cependant, la différence de résistance de transfert de masse entre le centre du wafer et les bords (effet rapporté par Kulkarni et Erk [KULKARNI 2000]) produit une perte de symétrie dans les cavités et conduit à des qualités de surface non uniformes. Ce problème a été supprimé

partialement en combinant l'agitation circulaire à une agitation manuelle aléatoire suffisamment lente pour ne pas affecter le transfert de masse.

Un autre effet important qu'il faut prendre en compte pour la gravure est *l'effet de charge* (couramment appelé dans la littérature *loading effect*) en présence de motifs adjacents dans une matrice et qui agit sur la répartition isotrope de vitesses de gravure [TJERKSTRA 1999]. Cet effet est illustré sur la figure 2.30. Nous avons déjà vu que la solution basée sur un mélange HF/HNO₃ grave le silicium en combinaison de deux effets principaux : l'oxydation du silicium par le HNO₃ et sa dissolution par le HF [ROBBINS 1959]. Ainsi, la vitesse de gravure est limitée par la diffusion et elle est donc régie par le deuxième effet à travers le transport d'ions fluorure sur la surface (Fig. 2.10(a)).

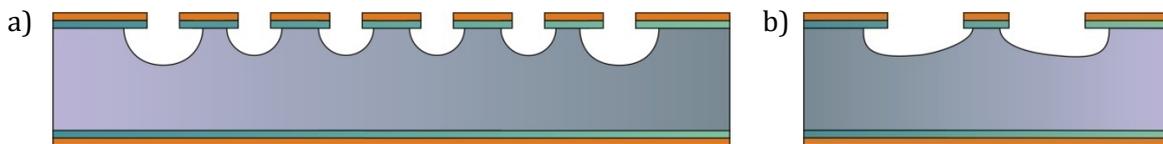


FIG. 2.30. Effet de charge a) en matrice, la vitesse de gravure est plus importante pour les ouvertures placées en périphérie de la matrice que pour celles au centre et b) quand les ouvertures sont grandes par rapport à la distance qui les séparent, des irrégularités peuvent apparaître.

Si l'on utilise un masque avec une matrice d'ouvertures, la proximité entre motifs élémentaires entraîne une augmentation de la consommation d'ions fluorure qui font défaut à terme pour conduire la réaction à l'intérieur d'une cavité individuelle. La vitesse de gravure est alors ralentie, sauf pour les ouvertures placées sur les extrémités de la matrice, qui bénéficient de la diffusion des ions fluorure en provenance des zones extérieures à la matrice. L'effet de charge va donc entraîner une différence de taille entre les moules placés en périphérie de la matrice et les moules disposés au centre de la matrice (fig. 2.30 (a)). Pour pallier à ce problème nous ajoutons une rangée d'ouvertures à sacrifier à la matrice d'ouvertures « utiles » pour lesquelles la vitesse de gravure sera uniforme. La figure 2.30 (b) montre l'apparition du même phénomène pour de grandes ouvertures dont la distance de séparation est très faible devant leur taille. Dans ce cas, ce phénomène de couplage produit asymétrie de deux moules voisins.

ÉTUDE EXPÉRIMENTALE DE LA GRAVURE ISOTROPE

Nous avons démarré l'étude de la gravure isotrope par la gravure à travers un masque d'ouvertures rectangulaires dont la longueur fixe est grande devant leur largeur variable (qu'on appellera dorénavant « lignes »). Le but de cette première configuration est d'évaluer les effets de la gravure sur le profil transverse du moule, le wafer du moule étant découpé transversalement. Une série de lignes de largeurs croissantes par pas de 20 μm et comprises

entre 100 et 500 μm a été dessinée. Chaque ligne du photo-masque a été répétée afin d'obtenir plusieurs échantillons identiques sur un même substrat qui est découpé avant la gravure. De plus, deux substrats différemment alignés ($\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$) ont été analysés suivant ce protocole.

On a pu ainsi graver des paquets de lignes de chaque orientation du substrat pendant des durées de 10, 20, 30 et 40 minutes. La gravure a été effectuée en plongeant les échantillons dans deux béciers en téflon contenant chacun 100 ml de la même solution d'attaque qui est agitée pendant la gravure. Nous distinguerons la vitesse de gravure horizontale (celle liée au diamètre de la cavité) et la vitesse de gravure verticale (liée à la profondeur de la cavité) afin d'analyser les effets de l'agitation. Les différences de vitesse de gravure entre les substrats de différentes orientations ne sont pas significatives, confirmant les hypothèses de Robbins et Schwarz. La figure 2.31 montre que les tailles mesurées varient peu d'un substrat à un autre.

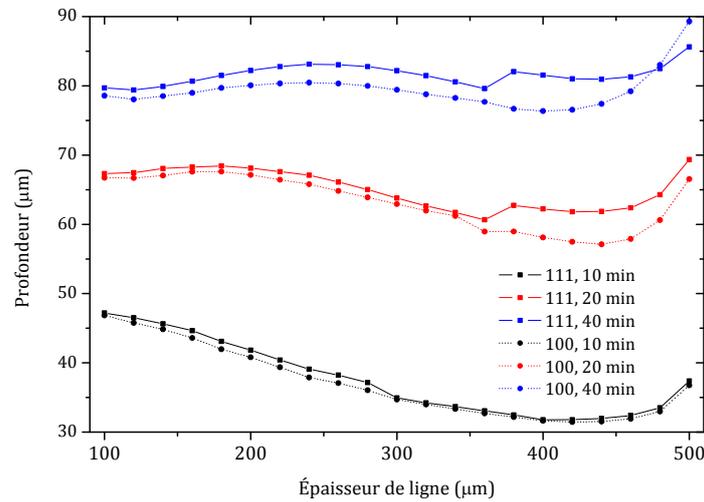


FIG. 2.31. Comparaison des profondeurs de moules par rapport à la largeur des lignes sur le masque. Gravure sur des substrats de différente orientation.

La figure 2.32 présente l'exemple de deux cavités dont les diamètres initiaux sont respectivement de 120 μm (a) et de 100 μm (b). La première cavité a été gravée pendant 1 minute tandis que la deuxième a été plongée 20 minutes dans la même solution. Ici, le besoin de calibrer le temps de gravure minimal en fonction de la taille de l'ouverture apparaît clairement. De même, on peut observer sur la figure 2.32 (a) que le centre de la cavité n'est pas gravé à la même vitesse que ses bords en raison du gradient de vitesses de gravure discuté dans les paragraphes précédents.

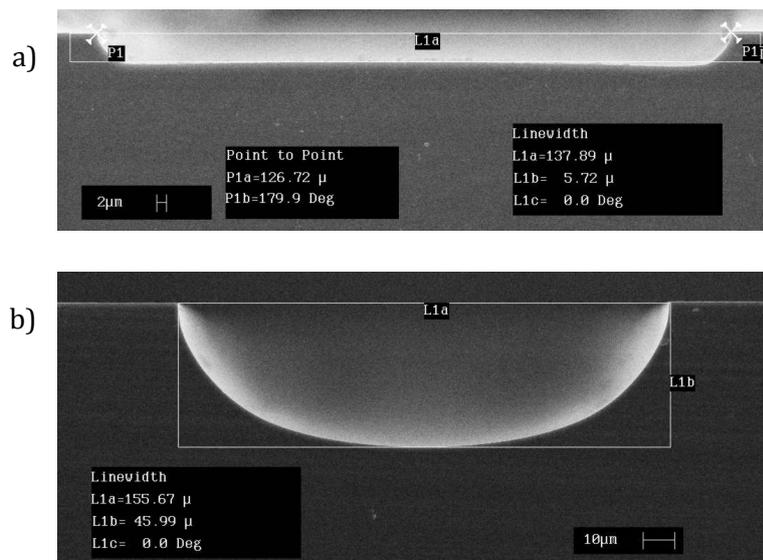


FIG. 2.32. Evolution de la forme de moules : a) diamètre de l'ouverture de 120 μm après 1 min. de gravure et b) diamètre d'ouverture de 100 μm après 20 min de gravure.

L'agitation de la solution d'attaque entraîne l'amélioration des résultats de façon significative. Pour analyser l'impact de l'agitation, des échantillons orientés <111> ont été gravés sans agiter la solution (également pendant la durée de 10, 20, 30 et 40 minutes). La figure 2.33 démontre que l'agitation produit une augmentation de la vitesse de gravure pouvant aller dans certains cas de 17% à 100%. Pour mettre en évidence cet effet, on relève la durée de gravure nécessaire à partir de laquelle les cavités obtenues deviennent sphériques. Ce temps de gravure minimal est proportionnel à la taille de l'ouverture. Cependant, après 10 minutes de gravure sans agitation, les ouvertures du masque qui atteignent un profil sphérique (Fig.2.33 (a)) sont dans une gamme de diamètres inférieurs ou égaux à 120 μm. En présence de l'agitation, les diamètres correspondant aux moules sphériques sont beaucoup plus grands et peuvent atteindre 220 μm. Le même comportement est observé pour des temps de gravure de 20 minutes où les diamètres limite passent de 180 μm à 360 μm, ainsi que la durée de 30 minutes, passant de 220 μm à 440 μm. Nous verrons plus tard que ces temps seuil ne correspondent pas exactement à ceux obtenus pour des ouvertures circulaires. Cependant, ces données servent de point de départ. En revanche, il est démontré que l'agitation est nécessaire pour atteindre de grandes tailles.

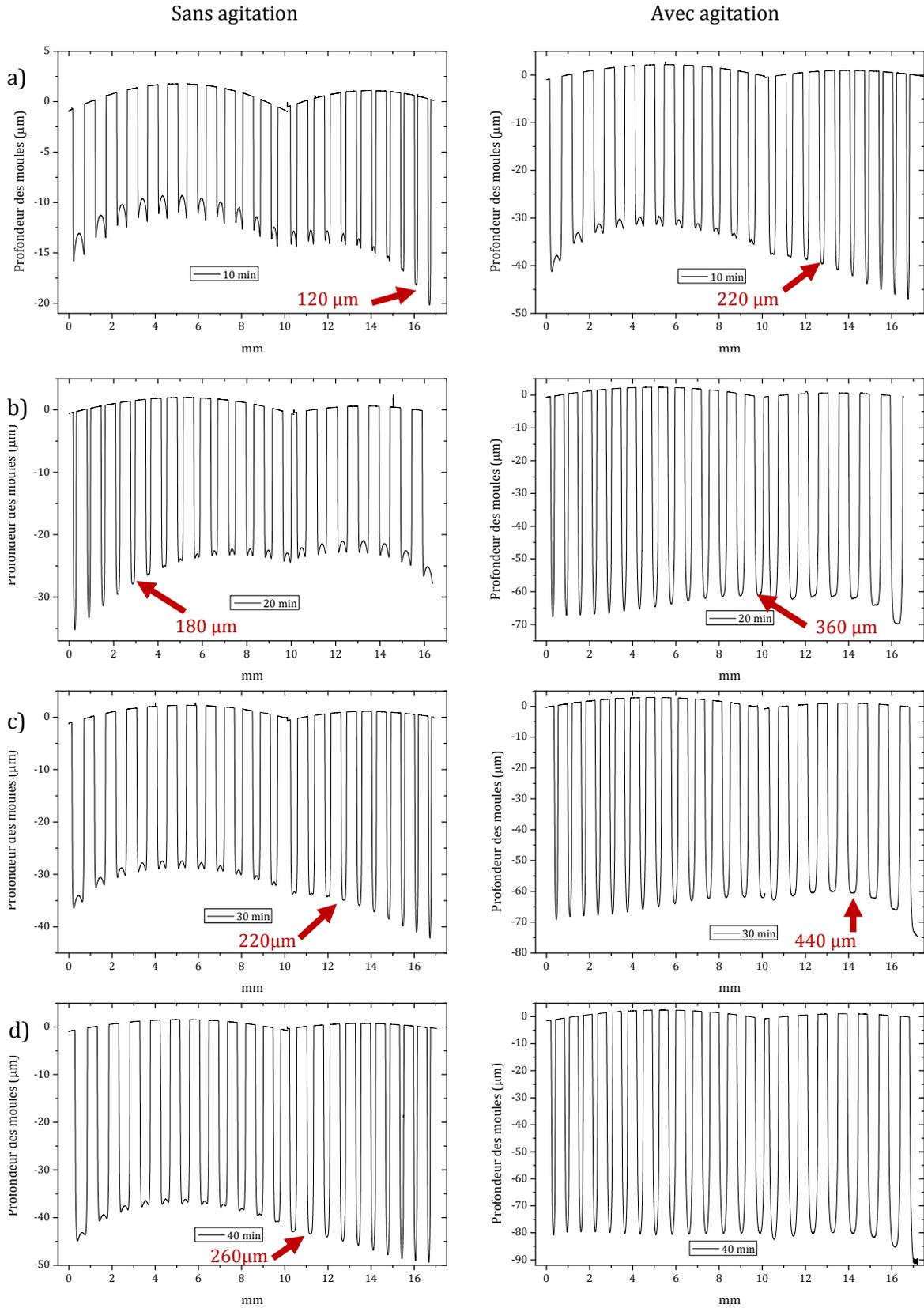


FIG. 2.33. Reconstruction des profils des lignes gravées avec HF/HNO₃ sur des substrats orientés

<111> pour différentes durées de gravure, sans agitation (à gauche) et avec agitation (à droite) : a) 10 min de gravure, b) 20 min de gravure, c) 30 min de gravure et d) 40 min de gravure. En rouge sont marquées les ouvertures dont la taille est la plus grande avec laquelle on peut obtenir des profils sphériques. Il faut noter que les ondulations de la surface (à 0 μm) sont liées à des artefacts dus au balayage de la pointe du profilomètre. Les largeurs des lignes gravées sont comprises entre 100 μm et 500 μm (croissant par pas de 20 μm).

L'étude de vitesses de gravure montre qu'elles ont tendance à diminuer avec le temps au fur et à mesure que la profondeur de cavité augmente (Fig. 2.34 (a) et (b)). Ce dernier résultat est en accord avec les simulations de Shin et Economu [SHIN 1991].

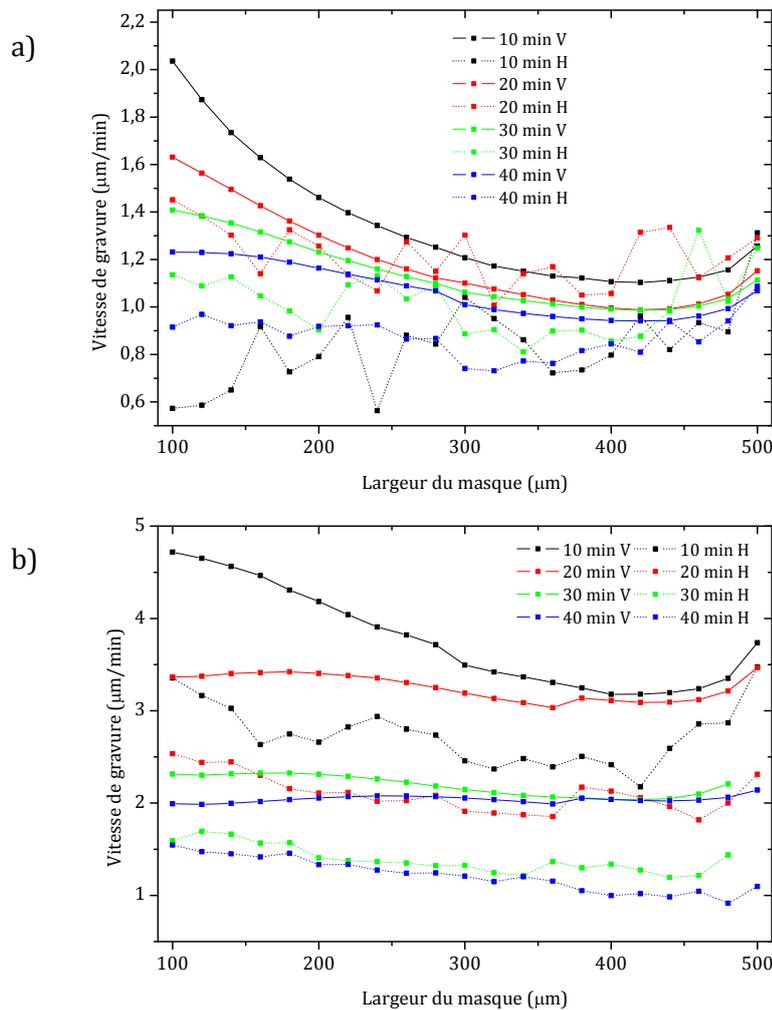


FIG. 2.34. Vitesses de gravure horizontale et verticale des lignes : a) sans agitation et b) avec agitation sur silicium orienté (111) pendant 10, 20, 30 et 40 minutes et en fonction de la largeur de l'ouverture sur le masque.

Lorsqu'on compare le comportement de gravure en absence et en présence de l'agitation, illustré sur la figure 2.34, on constate de façon évidente que l'agitation augmente significativement la vitesse de gravure. De plus, si l'on analyse l'évolution au cours du temps, on remarque que, sans agitation, la gravure verticale diminue petit à petit tandis que la gravure horizontale augmente au début et puis décroît. Lorsque la solution est agitée, les comportements entre les directions horizontales et verticales sont assez similaires. L'agitation entraîne une homogénéisation du comportement, qui avec l'accroissement de vitesses, permet d'obtenir des cavités plus grandes à profil sphérique.

Si ces derniers résultats ont été obtenus à partir de lignes d'ouvertures rectangulaires, un comportement similaire de gravure a été observé pour des ouvertures circulaires. La figure 2.35 montre que le seul effet différenciant ces deux cas est un ralentissement des vitesses de gravure, pouvant être attribué à la réduction du transfert de masse.

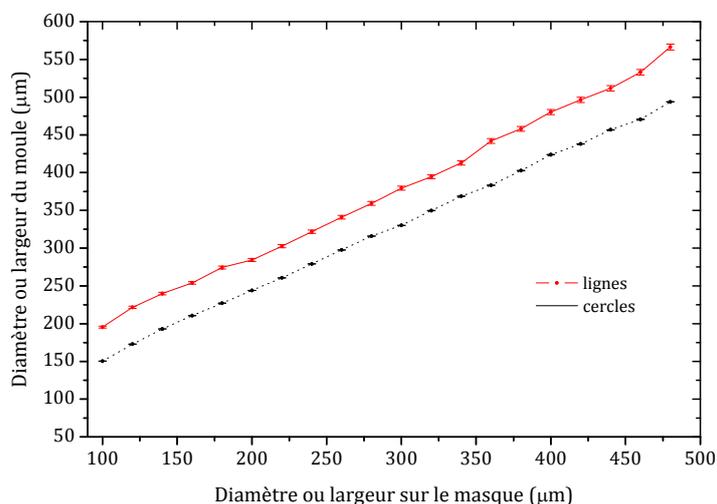


FIG. 2.35. Comparaison des diamètres mesurés et les largeurs de lignes gravées pendant 30 minutes avec du HF/HNO_3 à partir de la même taille d'ouvertures du masque.

L'intérêt d'agiter la solution apparaît aussi clairement lorsque l'ouverture est circulaire. Pour une gravure de 30 minutes, on peut remarquer sur la figure 2.36 que la profondeur des moules augmente jusqu'à des diamètres d'ouverture de $500 \mu\text{m}$ en présence d'agitation, tandis qu'en absence d'agitation, la profondeur augmente seulement jusqu'à un diamètre de $230 \mu\text{m}$. Cette gamme de diamètres est supérieure à celles mesurées précédemment pour les lignes, montrant que le gradient de vitesses de gravure au départ est moins accentué dans le cas d'ouvertures circulaires.

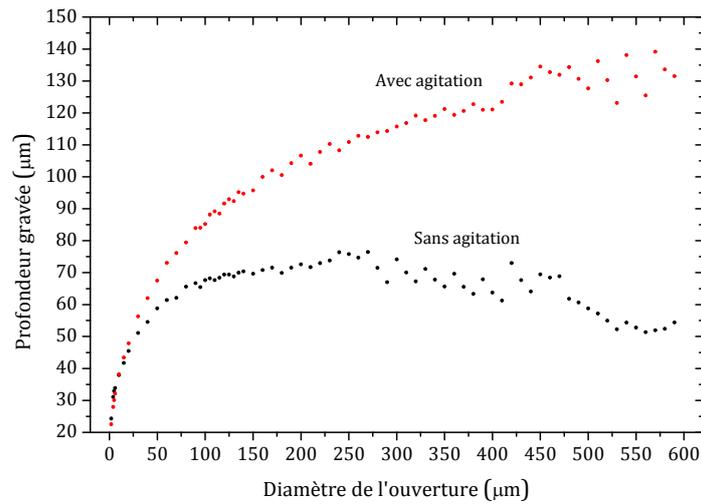


FIG. 2.36. Profondeurs des moules sphériques mesurés en présence et en absence de l'agitation.

Svetovoy *et al.* ont démontré que la gravure isotrope du silicium avec la solution HF/HNO₃ à travers une ouverture circulaire présente un certain degré d'anisotropie que l'on peut caractériser par la déformation de l'empreinte de la cavité par rapport à celle du motif circulaire du masque. Les images sur la figure 2.37 démontrent que ces effets sont particulièrement marqués pour des ouvertures du masque de petites tailles. Les déviations en fonction de l'orientation cristalline des wafers ont été évaluées montrant que l'anisotropie pouvait atteindre 9% sur des wafers orientés <100> alors qu'elle restée stabilisée autour de 1.5% pour des wafers orientés <111> [SVETOVYOY 2007]. Cette dernière orientation cristallographique offre des moules de meilleure circularité (au niveau de l'empreinte) mais également présentant par une meilleure qualité de surface.

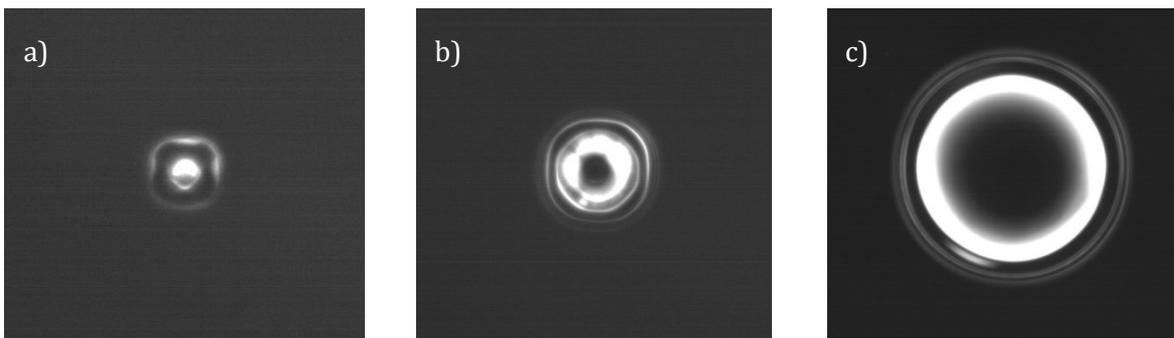


FIG. 2.37. Anisotropie de moules gravés pendant 30 minutes avec la solution HF/HNO₃ à partir d'ouvertures circulaires sur le masque de différents diamètres, a) 5 μm, b) 40 μm et c) 345 μm. Il faut noter que l'échelle n'est pas la même sur les trois images.

ÉTUDE DE L'UNIFORMITÉ DE MOULES

Nous avons étudié expérimentalement l'uniformité de moules fabriqués par gravure isotrope. Les résultats, donnés par les écarts type des diamètres et les profondeurs, sont regroupés dans le tableau 2.7. Parmi toutes les matrices mesurées, nous avons regroupé les valeurs plus hautes trouvées mais aussi la valeur la plus basse afin de montrer qu'il n'existe pas une grande différence. Les écarts sont, dans la plupart des cas regroupés, inférieurs au 1%. Il est à noter que les défauts peuvent aussi dégrader la qualité de moules de plusieurs manières différentes, comme par pertes de sphéricité ou par déformation de l'empreinte (par exemple, voir les matrices 6 et J sur le tableau 2.7).

TABLEAU 2.7. Uniformité de moules gravés avec la solution HF/HNO₃

Matrice	Diamètre moyen (µm)	Écart type (%)
1	51,08	0,91
2	98,38	0,85
3	136,55	1,05
4	169,03	0,09
5	250,68	0,68
6	252,88	3,14
7	359,33	0,76
8	405,03	0,60
9	434,58	0,64
10	462,75	0,76
11	508,50	0,73
Matrice	Profondeur (µm)	Écart type (%)
A	43,43	1,18
B	47,85	0,91
C	73,03	0,07
D	76,13	1,02
E	94,75	1,41
F	95,75	0,73
G	104,08	1,62
H	108,28	1,69
I	110,88	0,89
J	121,08	2,02

2.2.2.3 Réalisation de moules à empreinte non circulaire

De nombreuses applications microoptiques appellent la réalisation de matrices de microlentilles. On peut citer les systèmes optiques focalisant la lumière sur des capteurs CCD (caméra de type *smart-pixel*) et améliorant leur efficacité, des analyseurs de front d'onde basés sur des détecteurs de type Shack-Hartmann, ou encore les imageurs améliorant l'efficacité du rétro-éclairage des écrans LCD ou plasma [EZELL 2001, PAN 2007]. Pour toutes ces applications, on recherche à couvrir la plus grande surface possible avec une matrice de microlentilles afin de collecter ou redistribuer la lumière avec la meilleure efficacité possible. L'empreinte circulaire des microlentilles que nous avons décrite n'est pas adaptée pour atteindre un taux de remplissage (défini comme le rapport surface de microlentilles/surface totale de la matrice) proche de 100%. La forme du pixel des écrans numériques est d'une part carrée, et d'autre part, les cellules de l'écran très proches les unes des autres. Par conséquent, l'utilisation des empreintes de forme non circulaire est préférable : des carrés, des hexagones réguliers ou des triangles équilatéraux.

Dans ce qui suit, nous aborderons une étude visant à valider la technologie de fabrication proposée pour réaliser des microlentilles dont l'empreinte est non circulaire [ALBERO 2010]. Nous avons ainsi étudié des empreintes ellipsoïdales dont l'usage est intéressant pour des applications de mise en forme de faisceaux astigmatiques, comme ceux émis par les diodes laser [ROYALL 2001], et des empreintes conduisant à des microlentilles cylindriques, utiles pour le développement des écrans 3D et la mise en forme des faisceaux laser utilisés dans les imprimantes et les scanners d'imagerie [ZHANG 2000].

La filière de fabrication que nous avons développée est parfaitement adaptée pour produire de matrices de microlentilles ayant un *taux de remplissage* très élevé. De plus, les propriétés de la gravure isotrope du silicium offrent la possibilité de fabriquer des microlentilles dont l'empreinte peut-être non circulaire et de formes très variées, tout en gardant un profil sphérique (en coupe transversale). Les formes d'empreinte que nous avons étudiées sont des carrés, des rectangles, des hexagones réguliers, des triangles équilatéraux, des ellipses et des couronnes circulaires.

L'étude de la gravure isotrope du silicium à travers des ouvertures de forme non circulaire, présentant des bords rectilignes ainsi que des coins (ou sommets), a permis de mettre en évidence des comportements spécifiques de la gravure. En particulier, quelque soit l'empreinte, les sommets ont tendance à s'arrondir et les arêtes à se courber. Ces effets, spécifiques à la nature de la gravure isotrope, doivent être pris en compte dans la phase du design du masque car leur présence conduit à ce que l'empreinte du moule soit différente de l'empreinte du masque et constituent parfois un facteur limitatif du taux de remplissage. En général, ces effets ont tendance à circulariser les empreintes car les vitesses de gravure à proximité des arêtes sont

supérieures à la vitesse de gravure des coins (sommets). En effet, dans les coins un transfert de masse plus réduit est obtenu. En pratique, deux distances égales sur le masque, une mesurée entre deux sommets et l'autre entre deux arêtes, n'auront pas la même longueur après la gravure.

Le silicium est attaqué de manière homogène quand les arêtes sont suffisamment longues, ce qui permet la fabrication de moules cylindriques de grandes longueurs. Au même titre que les empreintes circulaires, la distance entre les bords de l'ouverture, joue aussi un rôle déterminant sur le transfert de masse, et donc modifie la vitesse de gravure.

Les paramètres géométriques caractérisant les différentes formes de l'empreinte sont résumés sur la figure 2.38. Pour fabriquer les matrices, les distances entre chaque ouverture sur les masques sont choisies pour obtenir un taux de remplissage élevé après une gravure de 30 minutes dans la même solution de HF/HNO₃ que pour les moules à empreinte circulaire. Dans ce cadre, les ellipses servent à créer des microlentilles ellipsoïdales (Fig. 2.38 (a)) et les rectangles à créer des microlentilles cylindriques (Fig. 2.38 (d)). Quant aux triangles (Fig. 2.38 (b)), les hexagones (Fig. 2.38 (c)) et les carrés (Fig. 2.38 (e)), ces formes sont bien adaptées pour la création de matrices de microlentilles à fort taux de remplissage. Enfin, les couronnes circulaires ont été fabriquées pour démontrer que l'on pouvait obtenir une forme similaire à une microlentille de Fresnel dont le profil transversal est sphérique (Fig. 2.38 (f)).

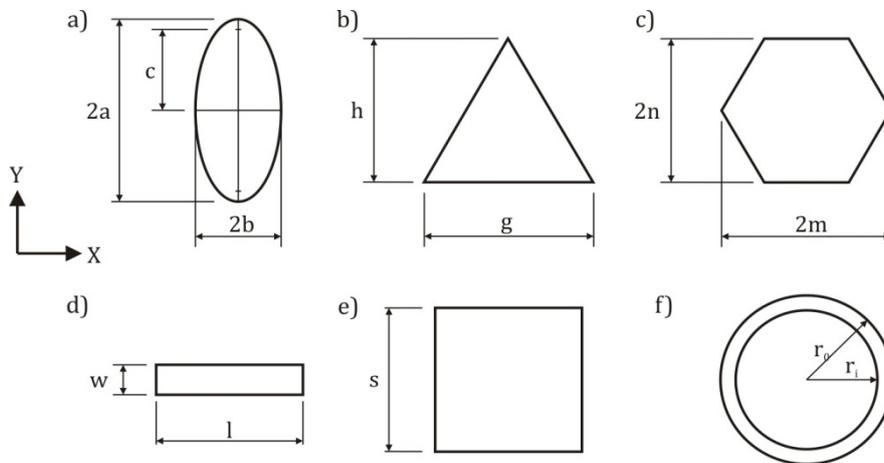


FIG. 2.38. Paramètres dimensionnels utilisés pour la caractérisation des empreintes ainsi que les directions des axes pour la caractérisation des vitesses de gravure.

Pour la gravure isotrope de ces moules à forme non conventionnelle, le même procédé que celui appliqué aux ouvertures circulaires a été utilisé, incluant la chimie de la solution, l'orientation des wafers, et technique d'agitation.

Pour caractériser les moules, leur forme a été caractérisée avec le profilomètre optique Wyko NT2000 et grâce au microscope électronique à balayage (MEB), tandis que la rugosité de surface a été mesurée avec le profilomètre optique Microsurf 3D de *Fogale*, présentés déjà dans le Chapitre 1. On peut remarquer que les valeurs de rugosité moyenne varient entre 4 et 6 nm, démontrant un excellent état de surface des moules, adapté à la fabrication de composants optiques. Une comparaison qualitative de ces résultats avec ceux généralement rapportés dans la littérature [CHOU 2005] permet d'affirmer que nous nous situons dans la catégorie de composants microoptiques de haute qualité.

EVALUATION DES EMPREINTES ELLIPTIQUES

Si l'on définit le coefficient d'ellipticité d'un moule elliptique comme le rapport a/b (où $2a/2b$ si on parle de l'axe complet), nous pouvons déjà avoir une idée précise de l'évolution de la cavité résultante de la gravure isotrope (Fig 2.39 (a)). Cette relation est représentée sur la figure 2.40(a) en fonction de la taille du grand axe $2a$ sur le masque et pour différentes valeurs du petit axe $2b$ (30, 50 et 70 μm). Ces courbes expriment le caractère elliptique avant (en traits pleins) et après (en pointillés) la gravure. Le rapport de forme correspondant est systématiquement plus petit sur le moule que sur le masque, c'est-à-dire que la gravure entraîne une diminution de l'ellipticité. Cette réduction est d'autant plus forte que les dimensions du petit axe ($2b$) sont faibles. En revanche, pour des valeurs plus grandes du petit axe, les vitesses de gravure selon les deux directions axiales X et Y deviennent de plus en plus proches et l'ellipticité de l'empreinte résultante diffère moins de celle du masque.

Comme nous l'avons vu précédemment, la vitesse de gravure dépend de la taille de l'ouverture, et donc quand l'espace entre les bords d'un motif se resserrent, la vitesse de gravure selon la direction Y (définie sur la Fig. 2.38) diminue de manière significative par rapport à la vitesse de gravure suivant la direction X . De plus, cet écart entre les vitesses de gravure s'accroît avec la taille du grand axe $2b$ (Fig. 2.40 (b)).

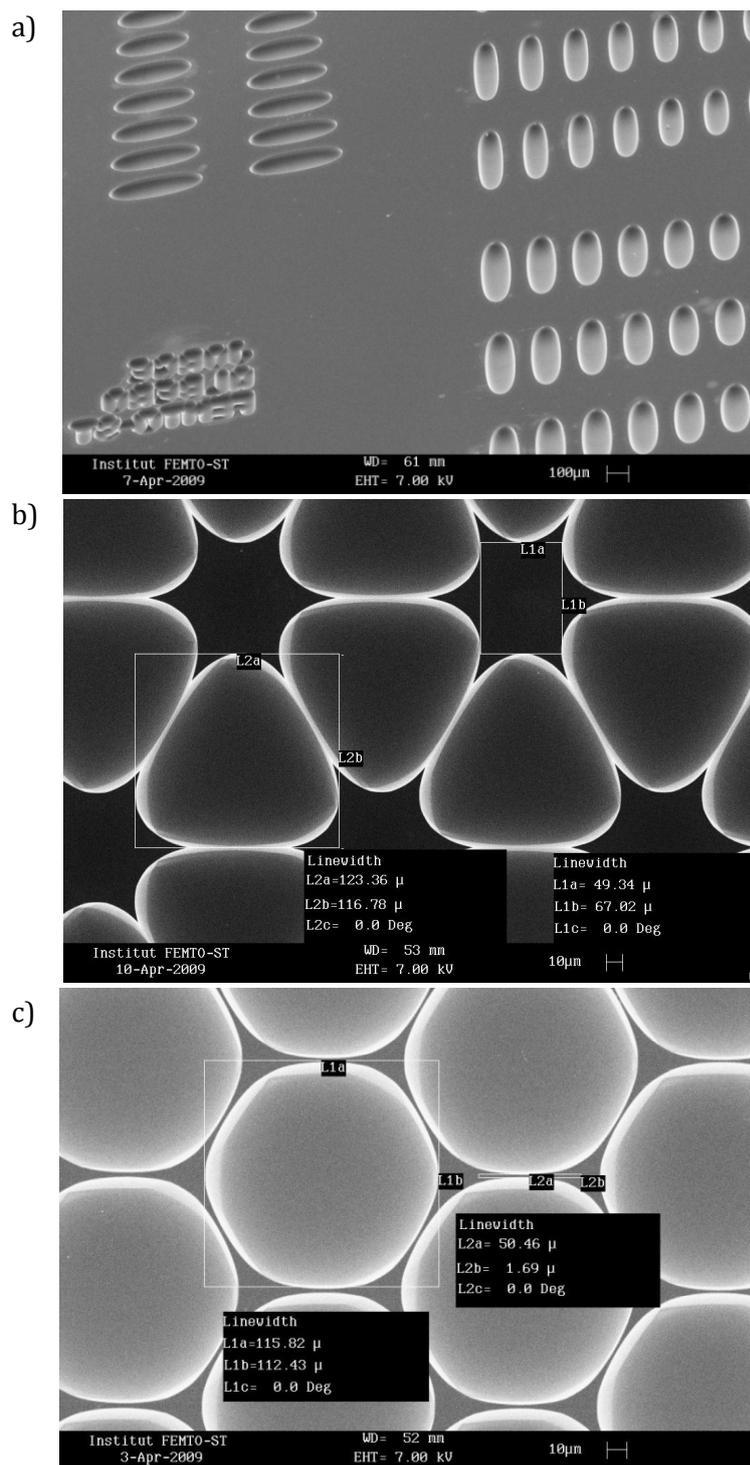


FIG. 2.39. Images MEB de moules de différentes formes mais gardant un profil transversal sphérique : a) formes elliptiques caractérisées par différents rapports de forme, b) matrice de moules triangulaires de hauteur de 116.8 µm et de base de 123.4 µm, et c) matrice de moules hexagonales dont les diamètres circonscrit et inscrit sont respectivement de 115.8 µm et 112.4 µm.

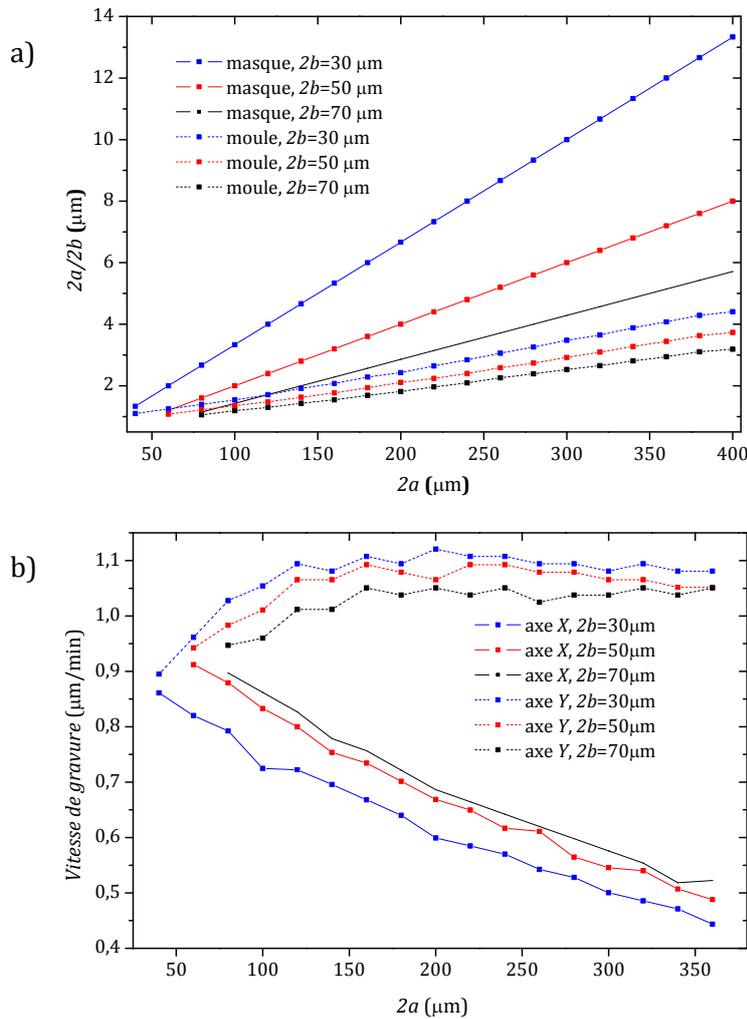


FIG. 2.40. Caractère elliptique de moules : a) coefficient d'ellipticité $2a/2b$ des empreintes elliptiques en fonction de la valeur du grand axe sur le masque, b) vitesses de gravure de moules ellipsoïdales selon l'orientation des axes en fonction de la valeur du grand axe sur le masque.

Quand l'ellipticité est faible, l'empreinte peut aussi devenir circulaire après la gravure à cause de l'augmentation du transfert de masse. On peut également observer ce dernier effet si on porte notre attention sur les vitesses de gravure selon la direction Y : pour une valeur donnée du grand axe $2a$, la vitesse de gravure augmente avec la valeur du petit axe $2b$. Par contre, la vitesse de gravure selon la direction X n'est pas influencée par la valeur de la taille du grand axe, puisqu'elle reste pratiquement constante (Fig. 2.40 (b)). On démontre alors que la vitesse de gravure est plus sensible aux faibles séparations entre les bords du motif.

ÉVALUATION DES EMPREINTES TRIANGULAIRES

Pour les moules de formes de triangles équilatéraux de la figure 2.39 (b), la figure 2.41 (a) regroupe les données expérimentales de mesures des bases et des hauteurs des empreintes de nos moules en fonction de la taille des bases sur le masque. Les bases sont mesurées entre deux sommets adjacents (direction X), tandis que les hauteurs sont mesurées entre le troisième sommet et le centre de la base (direction Y). Les valeurs sont représentées avant et après la gravure pour des matrices ayant des écarts entre les arêtes des triangles adjacents de $p=60\ \mu\text{m}$.

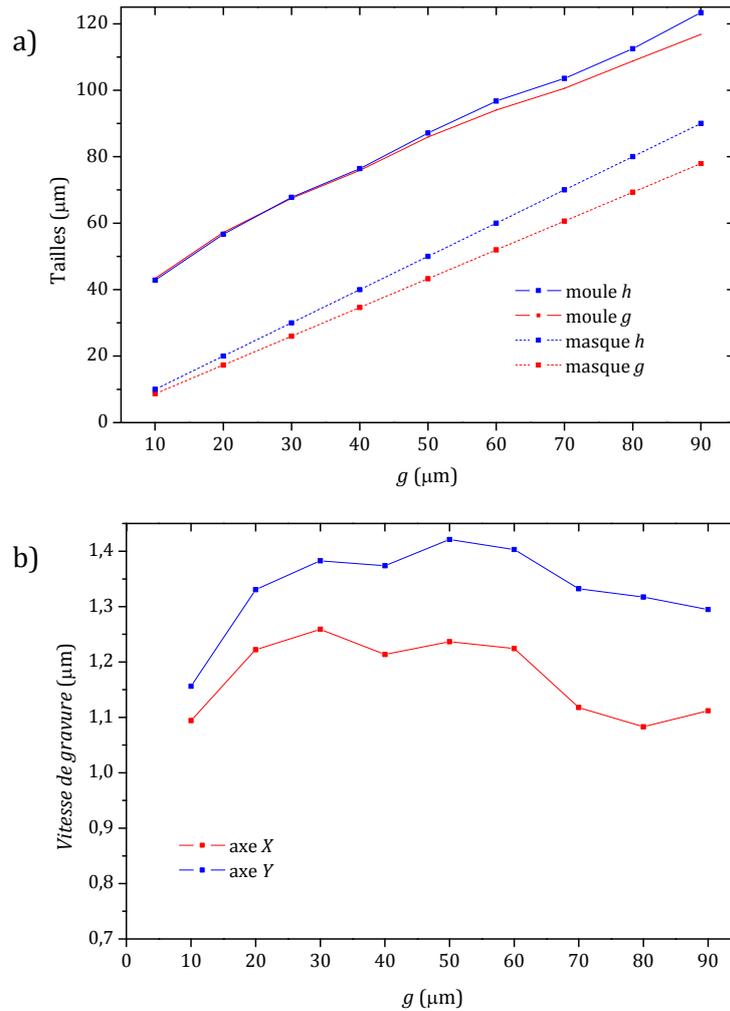


FIG. 2.41. Moules de forme triangulaire : a) comparaison des tailles des bases et des hauteurs avant et après la gravure d'une matrice d'empreintes triangulaires écartées entre elles de $60\ \mu\text{m}$, en fonction de la taille de la base sur le masque et b) vitesses de gravure des moules triangulaires selon l'orientation des axes en fonction de la taille de la base dessinée sur le masque.

Par définition, la hauteur d'un triangle équilatéral est toujours 15.5% plus grande que sa base (comme c'est le cas pour le masque). Après la gravure, ce rapport de formes est modifié et la

hauteur et la base deviennent sensiblement égales. La forme triangulaire commence à se circulariser comme on peut le voir sur la figure 2.42 (a). En effet, si on observe la figure 2.41 (b), la vitesse de gravure selon la direction X est toujours plus basse que celle selon la direction Y , indépendamment de la taille de la base. On peut noter que le même comportement se perpétue pour des matrices ayant des écarts entre les motifs p différents ainsi que sur des moules de microlentilles individuels. Il ne dépend alors pas de la densité de motifs au sein de la matrice.

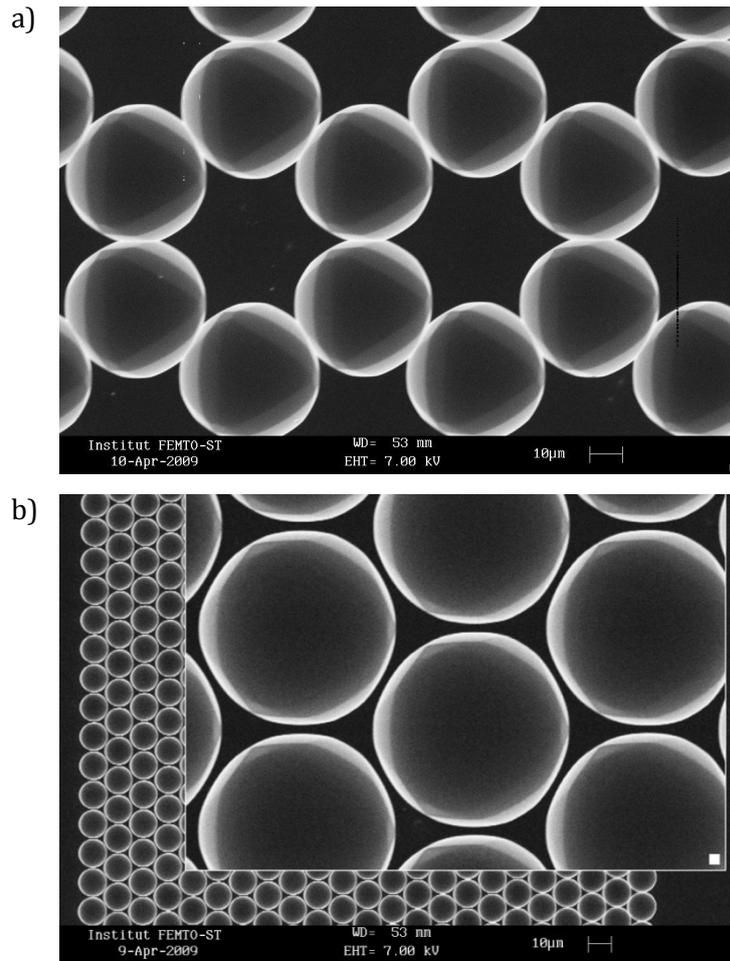


FIG. 2.42. Exemples de moules sur-gravés : a) de forme triangulaire et b) de forme hexagonales. Les deux formes tendent à se circulariser.

ÉVALUATION DES EMPREINTES HEXAGONALES

Les empreintes hexagonales de la figure 2.39 (c) ont été évaluées à partir du rapport entre le diamètre circonscrit $2m$ (entre deux sommets selon la direction X) et le diamètre inscrit $2n$ (entre deux arêtes selon la direction Y). Sur un hexagone régulier, comme ceux du masque, la

valeur $2m/2n$ est constante et égale à 0.866. Sur la figure 2.43 (a), on peut remarquer que ce rapport est systématiquement plus élevé après la gravure, surtout quand la taille des hexagones diminue. En effet, sa valeur pour les plus petites tailles est proche de 1, comme dans le cas d'un cercle (Fig. 2.42 (b)). Sur la figure 2.43 (b), on observe le même comportement que pour les triangles : la vitesse de gravure est plus élevée selon la direction Y que suivant la direction X. Il faut souligner que, comme dans le cas des formes circulaires, la vitesse de gravure dépend de la distance entre les cavités (i.e. la densité de la matrice) à cause de l'effet de charge présenté dans la section 2.2.2.2. Les cavités disposées en matrices seront donc gravés plus lentement que dans la situation où les cavités sont isolées. Il est important de prendre cet effet en compte pour la conception du masque et la calibration du temps de gravure.

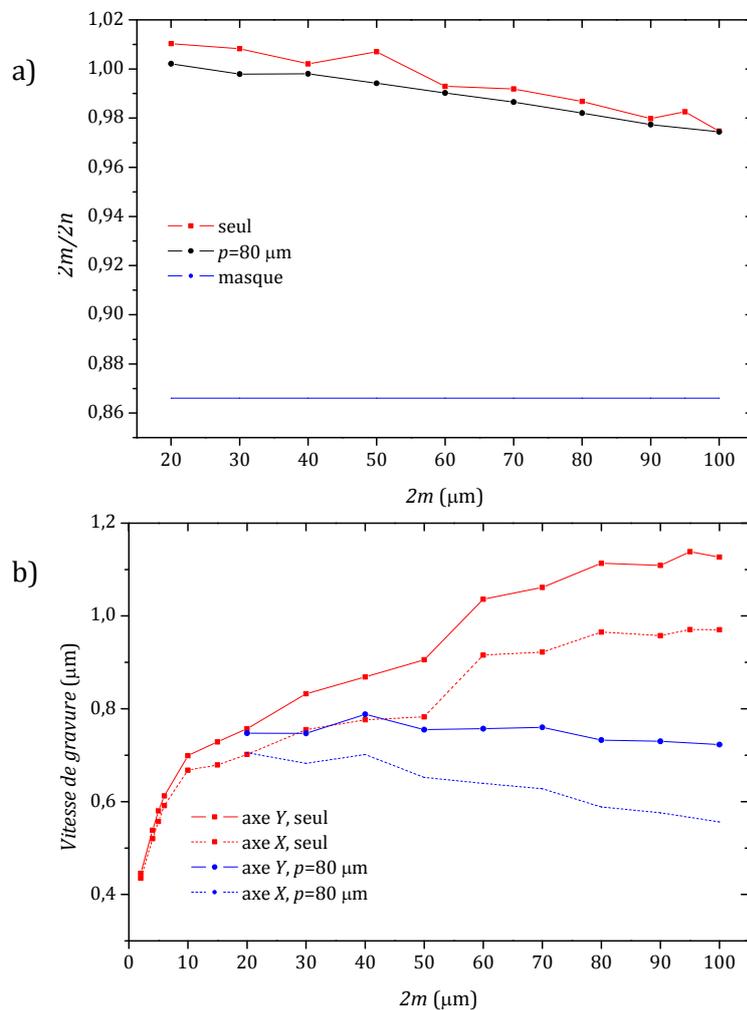


FIG. 2.43. Moules de forme hexagonale : a) rapport entre les diamètres circonscrits et inscrits $2m/2n$ pour les hexagones du masque et des moules disposés ou non en matrice (séparation entre motifs de 80 µm), en fonction de $2m$ sur le masque et b) vitesses de gravure selon l'orientation des axes des moules gravés (disposés individuellement ou en matrice dont le pas est de 80 µm), en fonction de $2m$ sur le masque.

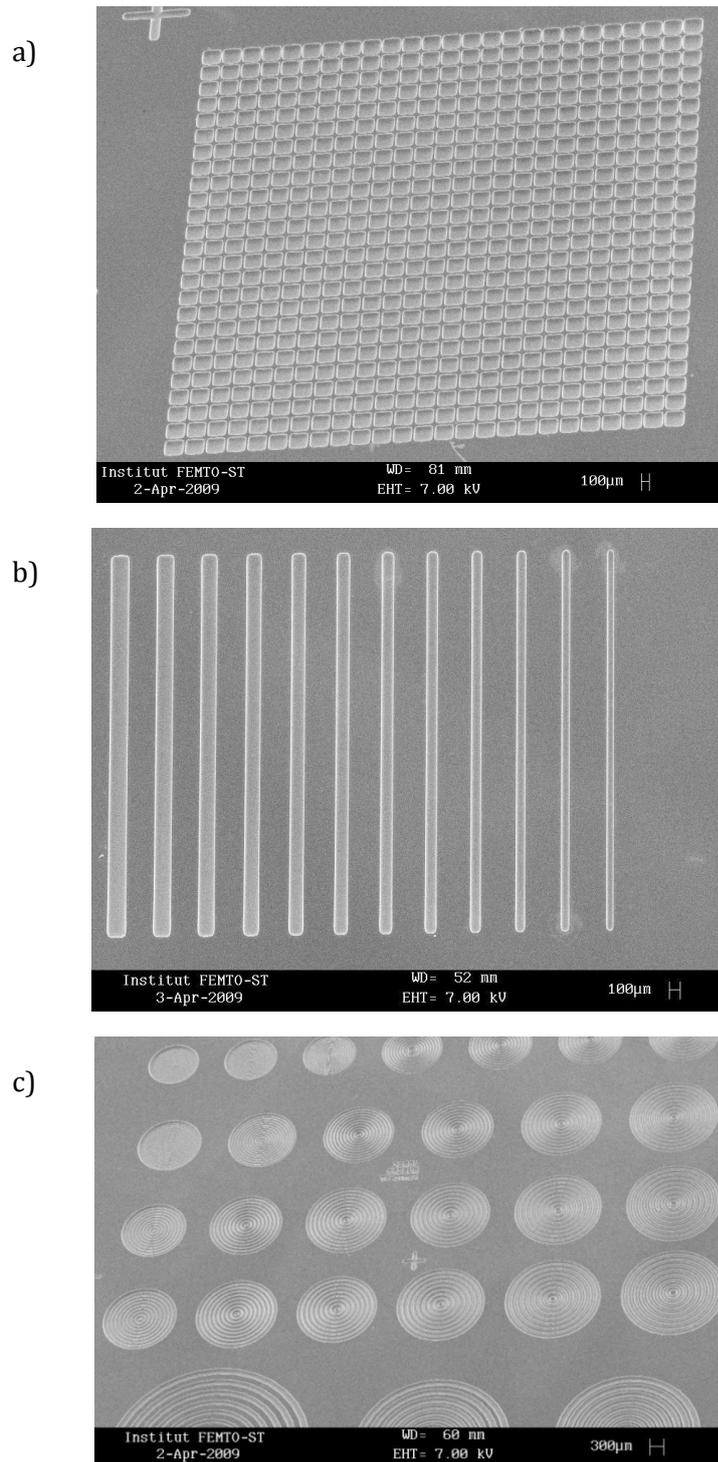


FIG. 2.44. Images MEB de moules de différentes formes, ayant des profils sphériques : a) matrice de formes carrées de $220\ \mu\text{m} \times 220\ \mu\text{m}$, mesurées entre les points les plus éloignés des arêtes opposées, b) formes rectangulaires pour créer des microlentilles cylindriques de $996.18\ \mu\text{m}$ de longueur et différentes largeurs et c) couronnes circulaires de différentes tailles.

ÉVALUATION DES EMPREINTES CARRÉES

La figure 2.44 (a) montre les effets de courbure des arêtes ainsi que la circularisation des sommets qui sont observés sur les empreintes de forme carrée. Ici, cet effet peut limiter les taux de remplissage de matrices de moules. Dans ces travaux de thèse, les formes carrées ont été utilisés pour estimer les taux de remplissage maximales pour un temps de gravure fixé au préalable (en l'occurrence, 30 minutes). Le taux de remplissage le plus élevé que nous avons obtenu est de 85% (rapport de surfaces microlentilles/matrice), comme on peut le voir sur la figure 2.44 (a). Ce taux peut probablement être légèrement amélioré avec une meilleure optimisation des distances entre les ouvertures. Nous avons d'ailleurs calculé par extrapolation le taux de remplissage maximal, estimé comme le rapport de surfaces quand les arêtes des formes carrés ou hexagonales sont en contact (car la limitation provient des arêtes qui se touchent à cause des courbures). La valeur maximale estimée est de 92%, tandis qu'elle est de 90% pour les matrices d'empreintes triangulaires. Il est alors clair que les formes sur le masque devraient être légèrement différentes des formes géométriques régulières afin de compenser ces effets si l'on souhaite d'atteindre des taux de remplissage s'approchant de 100%.

ÉVALUATION DES EMPREINTES RECTANGULAIRES

Dans le cas des microlentilles cylindriques, représentées sur la figure 2.44 (b), nous avons réalisé des moules caractérisés par différentes longueurs et différentes largeurs. Des déviations de la forme rectangulaire originale ont été observées, concernant encore les extrémités. En revanche, les déviations mesurées de la valeur nominale w ne dépassent pas 1 μm .

La forme cylindrique reste uniforme le long du moule quelque soit la longueur de ce moule. En effet, des moules de longueur allant jusqu'à 13 millimètres ont été réalisés. Quand les moules sont fabriqués sous forme matricielle, des taux de remplissage du 100% peuvent être atteints, comme on peut le voir sur la figure 2.45.

AUTRES FORMES D'EMPREINTE

Pour clore cette étude, la figure 2.44 (c) montre différentes configurations mettant en œuvre des couronnes circulaires (différents diamètres et positions). Sur la figure 2.44 (c) mais aussi sur la figure 2.44 (a), on peut remarquer que les motifs d'alignement en forme de croix sont aussi gravés et le profil du moule correspondant est également sphérique. Ces résultats montrent qu'il est possible de produire des formes non conventionnelles ayant un profil en coupe transversal de forme sphérique, mais dont les coins seront toujours arrondis.

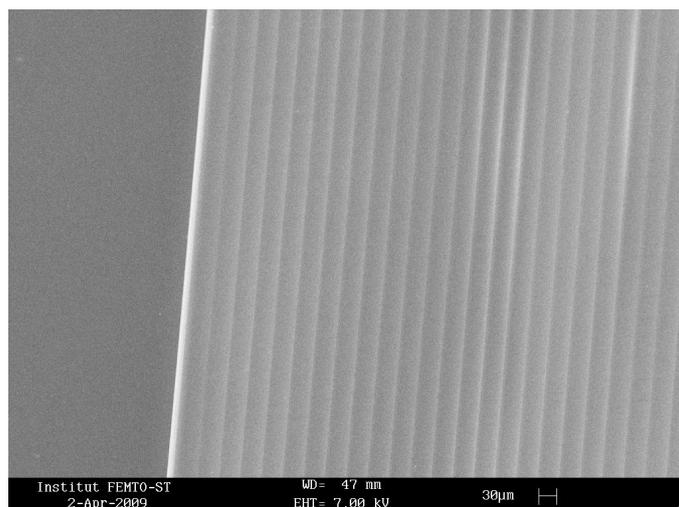


FIG. 2.45. Rectangles gravés pour créer une matrice dont le taux de remplissage est égal à 100%.

2.3. Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons décrit en détails la filière de fabrication de moules de microlentilles par gravure humide du silicium. Deux approches différentes de gravure ont été proposées : la première basée sur la double gravure anisotrope et la seconde basée sur la gravure isotrope. Le tableau 2.8 résume les caractéristiques de chacune de ces approches.

TABLEAU 2.8. Comparaison de paramètres caractéristiques des deux types de gravure humide silicium utilisés pour la fabrication des moules de microlentilles

Paramètres	Type de Gravure	
	Anisotrope en deux temps	Isotrope
Solution utilisée	KOH	HF/HNO ₃
Temps de gravure	Long (>>1h)	Court (<1h)
Diamètre des moules	Grand (jusqu'à quelques mm)	Petit (inférieur à 600 µm)
Profondeur des moules	Faible	Grande
Qualité de surface	Modéré (7 nm < Ra < 20 nm)	Bonne (4 nm < Ra < 6 nm)
Uniformité des moules	Bonne (écart type < 3%)	Excellente (écart type < 1%)

La figure 2.46 résume les différentes tailles accessibles par la filière de fabrication proposée. Sur la figure 2.46 (a), le critère retenu pour la réalisation de moules par double gravure anisotrope $7d < h < 9d$, et correspond, d'une part, à une gravure suffisamment longue pour atteindre des

formes sphériques et, d'autre part, à une gravure suffisamment courte pour que les rayons de courbure ne soient pas trop élevés. La double gravure anisotrope permet donc d'atteindre des diamètres élevés, (jusqu'à quelques millimètres), mais avec des profondeurs correspondants assez restreints. En conséquence, la microlentille résultat de ce type de moules conduira à des ouvertures numériques faibles. Quant à la gravure isotrope, la figure 2.46 (b)) est limitée par des durées de 10 à 30 minutes, requises pour obtenir la sphéricité du moule mais sans dégrader le masque de gravure. Dans ce cas, la gamme de profondeurs accessibles à partir d'un même diamètre d'ouverture est beaucoup plus grande mais le diamètre maximal du moule sera nettement plus faible que celui offert par la double gravure anisotrope. Cette technologie permettra de générer des microlentilles à forte ouverture numérique.

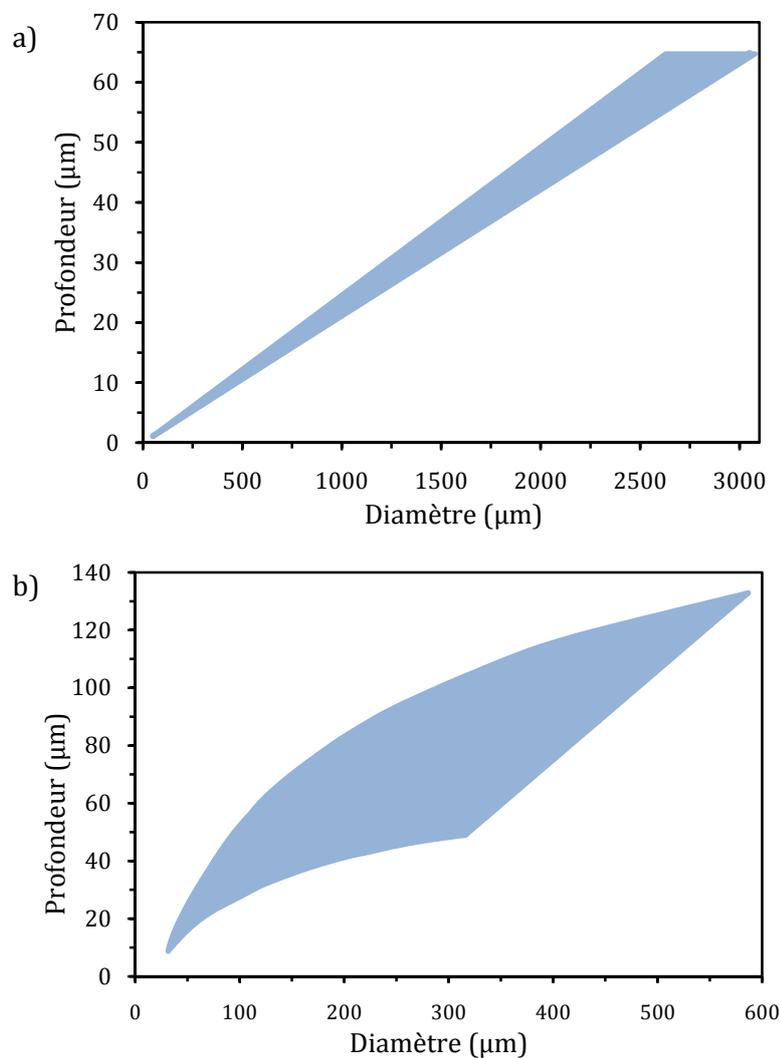


FIG. 2.46. Surfaces traduisant la gamme de couples profondeur-diamètre du moule accessibles par nos techniques : a) par double gravure anisotrope et b) par gravure isotrope.

Les deux types de gravure permettront la fabrication de microlentilles sphériques à partir d'une gamme large d'empreintes de forme non circulaire. La flexibilité de la double gravure anisotrope est plus réduite mais permet d'atteindre des formes cylindriques (rectangulaires) et géométriques, à condition qu'elles soient disposées en matrices. La gravure isotrope, en revanche, offre plus de degrés de liberté quant au choix des formes d'empreinte et ne requiert pas nécessairement la fabrication de matrices de moules. Il faut noter que, pour des empreintes de forme elliptiques, triangulaires et hexagonales, les moules ont tendance à devenir circulaires à partir d'un temps de gravure bien contrôlé. C'est pourquoi, quelque soit la forme de l'empreinte sur le masque, la durée de la gravure doit toujours être calibrée en fonction de la taille de l'ouverture afin de maintenir autant que possible la forme originale. De même, la gravure doit être suffisamment longue pour atteindre le seuil de durée permettant la sphéricité du profil du moule. Les ouvertures de plus faibles tailles requièrent notamment un contrôle précis de la durée de gravure car elles produisent rapidement à des moules sphériques à empreinte circulaire. Enfin, lorsque les moules sont disposés sous forme de matrice, il est nécessaire de prévoir et concevoir un masque de gravure tel que les angles d'arêtes et des sommets soient optimisés de façon à offrir un taux de remplissage le plus élevé possible.

Le chapitre suivant présentera l'étude des différentes techniques de réplique que nous avons utilisé pour la fabrication de microlentilles à partir de moules présentées dans le présent chapitre, ainsi que la caractérisation des microlentilles réalisées.

Chapitre 3. Techniques de production de microlentilles à partir des moules silicium

La fabrication de microlentilles à partir des moules silicium présentés dans le Chapitre 2 permet de valider les performances de la filière de fabrication de nos moules silicium à réaliser des composants microoptiques. Dans la première partie de ce chapitre nous allons d'abord rappeler les principes de techniques conventionnelles de micro-moulage, adaptées à la production de masse de microlentilles, techniques que nous utiliserons dans la réplique pour la réalisation de microlentilles en polymère et plastique. Nous présenterons ensuite en détail la procédure originale de fabrication de microlentilles en verre intégrées sur des membranes de silicium, faisant appel aux techniques de soudure anodique et le moulage de verre à haute température. Une comparaison des deux approches de fabrication de microlentilles terminera le présent chapitre.

3.1 Réplique de microlentilles par techniques conventionnelles de micro-moulage

Comme nous l'avons vu dans le Chapitre 1, il y existe de nombreuses techniques de fabrication de microlentilles par micro-moulage. Le cahier des charges que nous nous sommes fixés pour ce travail de thèse repose sur une très bonne qualité de la pièce moulée et une excellente

reproductibilité du procédé. La sélection des matériaux de fabrication est un point primordial du moulage. En particulier, les variations d'indice de réfraction supposent une variation importante des paramètres optiques d'une microlentille. Parmi les techniques de moulage, les plus utilisées en microoptique pour leur efficacité en termes de coût et de qualité sont celles de réplication avec des matériaux plastiques et polymères, comme le matriçage à chaud, le moulage par micro-injection et le moulage UV [GALE 2005]. Pour les deux premières, la réplication est à la base un procédé de déformation physique avec un outil ayant le profil négatif de celui que l'on souhaite obtenir [GALE 1997]. Dans le cas du moulage UV, le moule est rempli du matériau pré-polymère en état liquide puis durci (polymérisé) par insolation ultra-violette. Dans la suite nous allons présenter les principaux matériaux thermoplastiques et photosensibles rapportés dans la littérature, ainsi que les trois techniques de moulage mentionnées avec plus de détails, car elles sont les plus largement utilisées, afin de mieux comprendre pourquoi elles ont été choisies pour ces travaux de thèse. Ensuite nous allons présenter les résultats expérimentaux issus de l'application des techniques de moulage avec nos moules ainsi que leur caractérisation.

3.1.1 Matériaux pour le moulage

LES MATÉRIAUX THERMOPLASTIQUES

Les matériaux appelés *thermoplastiques* peuvent passer de l'état solide à l'état liquide par échauffement. Le traitement des thermoplastiques est associé à leur module d'élasticité E , qui est dépendent de la température. Il est alors important de définir des températures spécifiques :

- Température de transition vitreuse T_g : température à laquelle la région amorphe d'un polymère passe d'un état solide vitreux à un état caoutchouteux,
- Température de transition de fusion T_m : température jusqu'à laquelle les propriétés du matériau restent relativement constantes et à partir de laquelle le matériau fond progressivement (état liquide).

Selon le type de polymère, le module d'élasticité change de façon significative avec la température. Pour les polymères amorphes, T_g correspond à la température de transition vitreuse de ces matériaux. Pour les polymères non amorphes (ou semi-cristallins) et polymères à liaison transversale (souvent connus en anglais sous le terme *cross-linked*) qui possèdent un certain pourcentage de phases amorphes, c'est à la température T_m qu'ils sont chauffés pour le moulage.

Les polymères amorphes sont couramment utilisés en microoptique car ils possèdent de bonnes propriétés optiques et, comme ils ne possèdent pas de phase intermédiaire entre T_g et T_m (Fig. 3.1 (a)), ils offrent une grande facilité de traitement.

Les polymères semi-cristallins, composés de zones amorphes et zones cristallines, n'ont pas un changement de module d'élasticité remarquable à des températures en dessous de T_g . Ces polymères restent relativement rigides jusqu'à la température T_m , au-delà de laquelle les zones cristallines cassent et le matériau commence à fondre (Fig. 3.1 (b)). Les zones amorphes de ces polymères semi-cristallins empêchent que la température de fusion soit bien définie. Généralement, les polymères semi-cristallins fondent à moins de 100°C au dessus de T_g (c'est-à-dire à moins de $T_g+100^\circ\text{C}$). Les polymères à faible liaison transversale restent en état caoutchouteux entre les températures T_g et T_m et se décomposent au dessus de la température T_m (Fig. 3.1 (c)), tandis que les polymères à forte liaison transversale ne passent même pas par l'état caoutchouteux, en gardant un module d'élasticité haut jusqu'à leur décomposition. C'est pourquoi les polymères à liaison transversale ne sont pas appropriés pour le thermoformage.

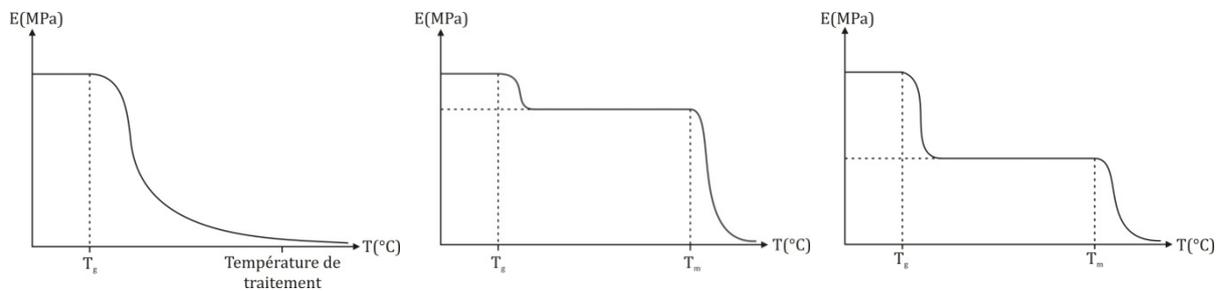


FIG. 3.1. Variation du module d'élasticité avec la température des différents types de matériaux, a) polymères amorphes, b) polymères à liaison transversale, et c) polymères semi-cristallins.

Les thermoplastiques amorphes les plus couramment utilisés sont le polycarbonate (PC) et le polyméthacrylate de méthyle (PMMA). Grâce à leurs excellentes propriétés optiques, leur stabilité pendant le thermoformage et leur rapport qualité/prix, ils sont largement utilisés en microfabrication, où les quantités dépensées sont souvent réduites.

LES MATÉRIAUX PHOTOSENSIBLES

Les matériaux sensibles à la lumière ultra-violette (pré-polymères, photopolymères) sont généralement des matériaux en état liquide qui polymérisent par insolation avec de la lumière ultraviolette. Ils contiennent souvent des additifs pour contrôler leurs propriétés avant et après l'insolation. Par exemple, l'ajout de polymères de bas poids moléculaire (oligomères) permet d'agir sur leurs propriétés lors de l'insolation, en contrôlant en particulier des paramètres comme leur dureté ou leur élasticité, ou bien modifier la viscosité du pré-polymère (avant l'insolation) et de contrôler ainsi la densité de liaisons transversales pendant la polymérisation par un ajout de monomères. Ces matériaux peuvent aussi contenir parfois d'autres additifs comme des promoteurs d'adhésion ou des pigments pour la coloration.

Un des composants clés de ces matériaux est le photo-initiateur, qui représente typiquement moins du 5% du total du poids de la matière. Avant l'exposition du pré-polymère à la lumière UV, le photo-initiateur n'est pas réactif avec les autres composants, mais quand il est insolé, le photo-initiateur absorbe la radiation, ce qui le rend hautement réactif et débute ainsi la copolymérisation des oligomères et monomères. L'effet de cette réaction est le passage de l'état liquide à l'état solide.

Le tableau 3.1 regroupe les caractéristiques principales des quelques matériaux souvent utilisés pour le moulage, dont certains ont été utilisés dans ces travaux de thèse.

TABLEAU 3.1. Principales propriétés des matériaux plastiques pour le moulage

Thermoplastiques			Photosensibles		
Produit	<i>Plexiglass</i>	<i>Makrolon DP1-1265</i> (Bayer)	Produit	<i>SK-9</i> (Summers Optical)	<i>NOA 61</i> (Norland Products Inc.)
Type	PMMA	PC	Viscosité (cps)	40/80	300
T_g/T_m (°C)	100/-	147/-	Dose de durcissement (J/cm²)	3.0	3.0
Température typique de traitement (°C)	125-200	220-350	Rétraction (%)	0.25	1.5
Indice de réfraction (n_d)	1.491	1.587	Indice de réfraction (n_d)	1.49	1.56
Transmission @590 nm (%)	92	88	Adhésion	plastique	verre, métaux

3.1.2 Techniques de moulage

MATRIÇAGE À CHAUD

Le matriçage à chaud est essentiellement l'estampage du motif usiné à partir d'un moule (typiquement métallique) sur un matériau thermoplastique chauffé à température supérieure à sa température de transition vitreuse T_g . L'approche la plus simple pour réaliser le matriçage à chaud est l'utilisation d'une presse qui peut en même temps chauffer et presser. Le moule peut être fabriqué par plusieurs techniques, dont les plus utilisées sont le silicium micro-usiné, LIGA et l'usinage avec des outils à commande numérique (CNC) dans le cas de grandes tailles. Une

grande variété de polymères peut être matricée à chaud étant le motif minimal de l'ordre du micron et en dessous. Parmi ces matériaux, le PMMA et le polycarbonate sont les plus courants. Ce procédé de réplcation est caractérisé par l'utilisation de machines assez simples ayant peu d'influence mécanique de l'outil sur le polymère, et offrant une bonne capacité de moulage pour des structures très petites ainsi que pour une réplcation très fidèle sur des grandes surfaces. Le procédé basique commence par l'échauffement de l'outil de matriçage à une température supérieure à T_g , puis l'outil est pressé contre le substrat à mouler pendant une période de temps qui peut varier entre quelques secondes et quelques minutes (Fig. 3.2 (a)). Ensuite, l'outil ainsi que le substrat sont refroidis (Fig. 3.2 (b)) et la presse est relâchée (Fig. 3.2 (c)) [GALE 1997]. Les paramètres réglables comme la température, la pression et le temps de pression doivent être ajustés à des paramètres « extérieurs » comme la surface de matriçage, les propriétés du polymère, les propriétés du moule et la structure à estamper, car ces derniers ont une grande influence sur le résultat du procédé.

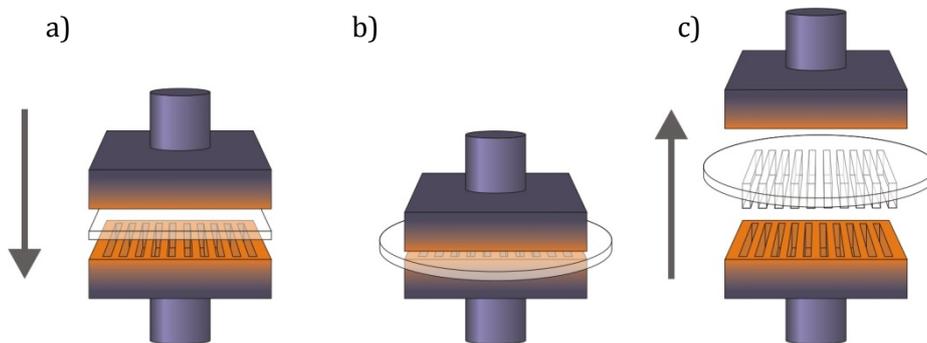


FIG. 3.2. Schéma de principe du matriçage à chaud.

La fidélité des pièces moulées ainsi que le remplissage complet des moules sont les points critiques sur lesquelles il faut être vigilants. Même si les limites de qualité finale sont dépendantes des propriétés du matériau, des nombreuses études ont été réalisées pour améliorer les résultats du matriçage [HEYDERMAN 2000, ROOS 2002, LEVEDER 2007]. Généralement on joue sur l'augmentation de la température, de la pression et du temps, qui améliorent le résultat, mais aussi on fait appel à d'autres solutions plus complexes comme des combinaisons de plusieurs cycles d'échauffement et refroidissement, ainsi que le matriçage dans une chambre à basse pression. Cependant, ces dernières solutions demandent des équipements plus performants et très coûteux.

Le matriçage à chaud permet de répliquer des structures avec des couches minces de polymère déposées sur un substrat [POLYMICRO, MADOU I], puis de transférer ces structures vers le substrat

par gravure sèche. On parle alors de lithographie par matriçage à chaud, dont le principe est commun au transfert de microlentilles présenté dans la section 1.2.1.2.

Les applications commerciales du matriçage à chaud ont contribué au développement de solutions ultrarapides comme le *Roll-to-roll embossing*, où un film de matériau thermoplastique est passé entre deux cylindres rotatifs qui ont leurs axes parallèles. Les cylindres sont séparés d'une distance légèrement inférieure à l'épaisseur du film. Sur un d'eux (ou sur les deux, selon l'application), une feuille de nickel préformée est attachée et chauffée, remplissant la fonction du moule. Le motif sur le nickel est estampé sur le film lors du passage entre les deux cylindres. Sur ce type de procédé, la précision est légèrement sacrifiée et les rapports d'aspect sont inférieurs (souvent ≤ 1), mais les temps de fabrication sont extrêmement réduits.

MOULAGE PAR MICRO-INJECTION

Le micro-moulage par injection thermoplastique représente l'évolution de la technique de moulage par injection, largement utilisée pour la production de masse de pièces plastiques. Par exemple, les disques compacts (CD, acronyme de l'anglais *Compact Disc*) et les disques numériques versatiles (DVD, acronyme de l'anglais *Digital Versatile Disc*) sont produits par cette méthode. Le procédé de fabrication consiste à faire fondre de la matière thermoplastique qui est ensuite injectée dans une cavité préformée, chauffée et évacuée.

Le schéma d'une machine de moulage par injection standard est présenté sur la figure 3.3 (a). Ces machines sont équipées d'un réservoir qui contient du plastique granulé et qui alimente le cylindre d'injection échauffé à une température supérieure à T_g . Dans ce cylindre le plastique est soumis à l'effet d'une pression puis, à l'aide d'un écrou tournant, il est injecté dans le moule. Le moule est formé par une cavité constituée par deux coquilles (partie fixe et partie mobile) qui sont fortement pressées l'une contre l'autre au moment du moulage puis écartées pour permettre l'éjection de la pièce moulée, et elles sont maintenues à une température comprise entre $T_g-40^\circ\text{C}$ et $T_g-60^\circ\text{C}$. Selon la quantité de matière nécessaire, l'écrou tourne une distance déterminée et injecte le plastique dans le moule. Quand la cavité est remplie et le temps requis pour le refroidissement et durcissement est écoulé, l'écrou se retourne afin de recueillir à nouveau le matériel tandis que les deux pièces du moule se séparent et le produit est éjecté. Finalement, le moule se referme et le procédé recommence. La durée d'un cycle varie typiquement entre 2 et 5 secondes, et c'est pourquoi chaque partie du système doit être constamment contrôlée en température, afin d'assurer le refroidissement des pièces. Avec des hautes températures et des longs cycles de refroidissement, les systèmes commerciaux sont capables de fabriquer des pièces moulées dont la résolution latérale est inférieure à $1\ \mu\text{m}$ et la hauteur supérieure à $1\ \mu\text{m}$, avec la limitation de rapports d'aspect environ de 1.

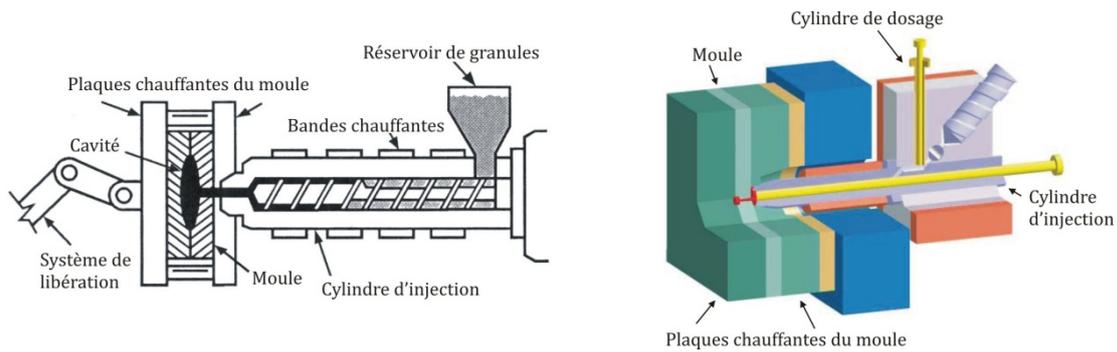


FIG. 3.3. Schémas de systèmes de moulage par injection, a) système typique et b) système de micro-injection.

L'essor de la miniaturisation a contribué à l'évolution du moulage par injection vers le micro-moulage, dont l'avantage est d'augmenter la précision et diminuer la taille des composants fabriqués. La différence la plus importante est la diminution de taille, qui peut être sous 1 cm^3 avec une précision de 0.001 cm^3 . L'augmentation de la précision est obtenue grâce à une variation du système de dosage, composé dans ce cas-ci par deux cylindres, décrits sur la figure 3.3 (b). Dans ce système, l'écrou injecte le plastique dans un cylindre *de dosage* de petit diamètre, équipé d'un piston qui dose des quantités de matériau dans un deuxième cylindre *d'injection* qui envoie la dose dans le moule. De plus, la température dans les cylindres peut être plus élevée que dans le cylindre de l'écrou, où la matière serait décomposée à cause de la température et les faibles dépenses de matière après chaque injection. En outre, la taille réduite du moule facilite le contrôle de température de refroidissement et de durcissement.

Comme pour le matriçage à chaud, les moules peuvent être fabriqués par des techniques différentes, comme le microusinage laser, LIGA basée sur la lithographie ultra-violette et électroformage ou les rayons X. Ses avantages majeurs sont les cycles de production relativement courts, le haut niveau d'automatisation et la possibilité d'utiliser des matériaux plastiques différents, des céramiques et des métaux ainsi que leur intégration pour créer des pièces multi-matériau (technique appelée *multi-component injection molding*).

MOULAGE UV

L'insolation en lumière ultraviolette est largement utilisée en microfabrication, particulièrement pour la réplique des éléments micro-optiques diffractifs [PÄIVÄNRANTA 2008]. Par cette méthode, décrite sur la figure 3.4, une matière photosensible est déposée dans un moule puis soumise à l'effet de pression avec un substrat transparent, souvent du verre. L'ensemble est donc exposé à la lumière ultra-violette, qui fait durcir la matière et celle-ci prend la forme du moule. Souvent les moules ont besoin des traitements antiadhésifs pour faciliter leur séparation de la pièce moulée.

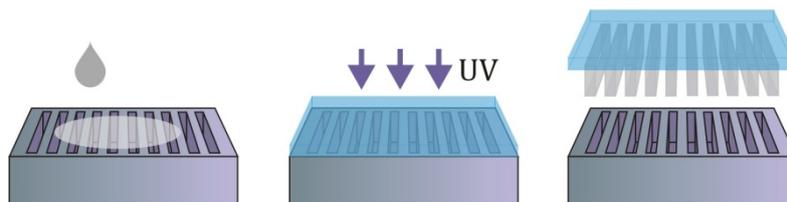


FIG. 3.4. Schéma du procédé de moulage par insolation ultraviolette.

Cette technique de moulage est particulièrement intéressante pour le prototypage rapide de pièces grâce au coût de revient plus économique des équipements par rapport au matriçage à chaud et le micro-moulage par injection. En revanche, son application industrielle est moins répandue à cause des longs temps d'attente à l'exposition UV et le coût élevé des produits de réplication, plus chers que les plastiques et polymères non photosensibles.

3.1.3 Réplication de microlentilles en polymère et plastique

Les techniques de réplication présentées ci-dessus ont servi à valider expérimentalement le potentiel de la filière proposée pour fabriquer des microlentilles. Les trois types de moulage ont été effectués en collaboration avec l'Université de Joensuu dans le cadre d'un projet de collaboration au sein du Réseau Européen d'Excellence en Micro-optique NEMO, auquel nous avons participé. De même, la plupart des caractérisations optiques a été réalisée en collaboration avec la Vrije Universiteit de Brussel qui était le coordinateur du réseau NEMO. Les pièces répliquées par ces trois techniques sont réalisées à partir d'un moule silicium fabriqué par gravure isotrope, contenant des diamètres compris entre 10 et 230 μm . Après cette phase d'évaluation de différentes méthodes de réplication, nous avons sélectionné le moulage UV pour la suite des travaux de thèse en considérant que cette technique de réplication, utilisant le matériau SK-9, est celle qui est la mieux adaptée pour reproduire la plus large gamme de tailles.

La réplication par micro-injection de plastique a été validée seulement sur une des matrices de microlentilles afin de prouver que la technique est bien applicable à la production de masse. La fabrication des matrices de microlentilles réalisées par matriçage à chaud ainsi que par micro-injection requiert l'usage de moules intermédiaires de nickel (Ni) fabriqués par électroformage à partir du moule silicium. Ces moules intermédiaires servent alors à fabriquer le microcomposant optique définitif. L'utilisation de ce moule métallique évite la très probable dégradation des moules silicium liée soit aux difficultés de démoulage de la pièce, soit sa destruction par la presse. De plus, le nickel est un matériau compatible avec les matériaux de réplication, ce qui permet la reproduction en minimisant les problèmes de contraintes résiduelles. Un exemple d'un de ces moules intermédiaires est illustré sur la figure 3.5.

Quelque soit la technique de réplcation mise en œuvre, le moule silicium doit être préparé avec un traitement anti-adhésion pour éviter le collage de la pièce moulée, soit au nickel lors de l'électroformage soit au polymère utilisé pour le moulage UV. Le moule silicium est alors couvert avec une couche mince d'oxyde thermique d'épaisseur de 5 à 10 nm qui est traitée avec un dépôt en phase liquide de alkyltrichlorosilane. Ce dernier produit chimique possède des propriétés similaires au téflon dont le but est la modification de l'énergie de surface afin de faciliter le décollage du matériau moulé. Il faut noter que ce procédé est aussi appliqué sur les moules intermédiaires de nickel pour des raisons équivalentes [PIETARINEN 2008].

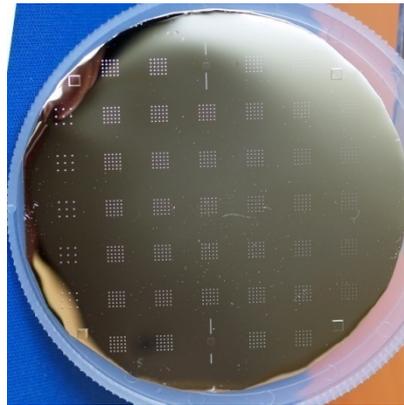


FIG. 3.5. Exemple de moule intermédiaire en Ni (diamètre égal à 3 pouces) fabriqué pour le matriçage à chaud et la micro-injection.

MOULAGE PAR MATRIÇAGE À CHAUD

Le moulage a été réalisé avec le système *Obducat 6"* en utilisant un moule intermédiaire en nickel. Le matériau utilisé pour cette réplcation est le PMMA, caractérisé par un indice de réfraction de 1.49. Le procédé est réalisé à 130°C, sous une pression de 4 MPa appliquée pendant 5 minutes. La figure 3.6 (a) montre une matrice de microlentilles sphériques fabriquées par matriçage à chaud à partir du moule métal, ayant des diamètres de 262 μm , de hauteurs de 80 μm et dont la longueur focale est de 450 μm .

MOULAGE PAR MICRO-INJECTION

Ce type de moulage a été réalisé à l'aide de l'équipement commercial *Battenfeld Microsystem 50* [BATTENFELD] en utilisant comme matériau du polycarbonate *Makrolon* de Bayer®. La figure 3.6 (c) montre une matrice de microlentilles réplquée sur un support pour l'accrochage.

MOULAGE UV

La réplication de microlentilles en polymère est réalisée par une variante du moulage UV conventionnel, appelé *heat-and-solvent assisted UV-moulding* (moulage UV à chaud assisté par solvant), introduit par Pietarinen *et al.* [PIETARINEN 2008]. Cette méthode évite le piégeage de bulles d'air entre le moule et le matériau à mouler, permettant une très haute qualité de réplication. Tout d'abord, le moule est rempli avec un solvant de type acétone, très facilement évaporable et avec une faible viscosité, capable de remplir les plus petits détails de surface et chasser toutes les bulles d'air. Une couche mince de solvant est ainsi créée sur la surface du moule. Le matériau pré-polymère de réplication est ensuite injecté sous forme liquide dans le solvant et généralement ne pourra pas couvrir la surface du moule de la même manière que le solvant car sa viscosité est plus élevée. Le moule est alors chauffé jusqu'à 80°C afin de dissoudre le pré-polymère, de le faire remplir complètement les cavités tandis que, simultanément, le solvant est évaporé après quelques minutes d'échauffement. Le pré-polymère remplit alors le moule complètement et de façon uniforme sans contenir de bulles d'air. Après le refroidissement du moule, l'ensemble est prêt à suivre le moulage UV conventionnel. C'est la relative simplicité de cette méthode, associée à la qualité des pièces moulées ainsi qu'à l'excellente reproductibilité de la technique qui ont argumenté notre préférence pour son utilisation au cours de cette thèse.

Le matériau utilisé pour la réplication est le photopolymère SK-9 de *Summers Optics* (indiqué dans le Tableau 3.1), dont l'utilisation principale hors la réplication est d'agir comme une colle optique sensible aux longueurs d'onde UV et dont l'indice de réfraction est $n=1.49$. La figure 3.6 (b) montre une image MEB d'une des pièces moulées obtenues par cette méthode.

3.1.3.1 Analyse des résultats

Nous allons présenter maintenant les résultats obtenus avec les différentes techniques de réplication, en démontrant que toutes ces approches offrent d'excellents résultats. On analysera plus en détail les propriétés optiques des microlentilles fabriquées par moulage UV. L'étude expérimentale concerne d'une part les microlentilles conventionnelles (sphériques à empreinte circulaire), et d'autre part, les microlentilles fabriquées ayant des empreintes non circulaires (elliptiques, hexagonales, rectangulaires).

ÉTUDE DE MICROLENTILLES À EMPREINTE CIRCULAIRE

Afin de démontrer le potentiel de différentes méthodes de réplication pour produire des microlentilles en présence de moules intermédiaires en métal, ces moules seront comparés aux moules initiaux en silicium. La session de mesure a démontré que la déviation moyenne des tailles entre les moules silicium et les moules nickel est de 0.7%, mesurée sur des échantillons dont la déviation maximale atteint le 1%.

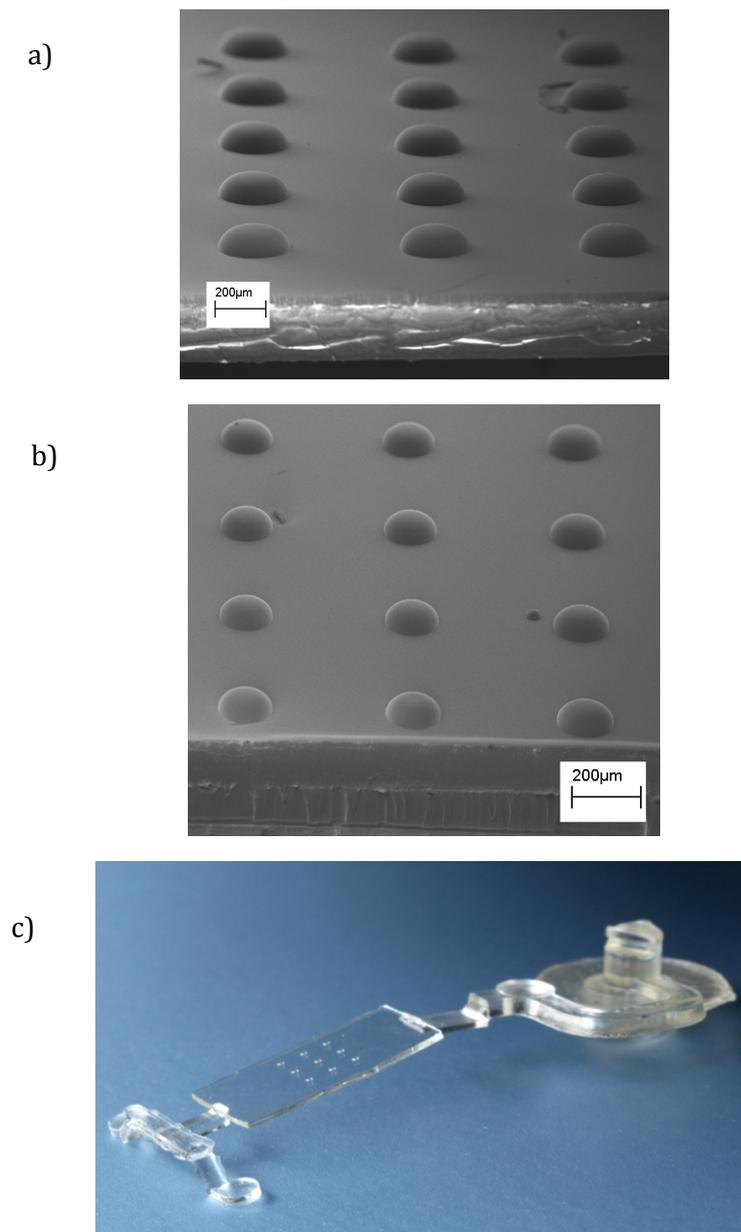


FIG. 3.6. Images de microlentilles répliquées : a) image MEB d'une matrice de microlentilles répliquée par matriçage à chaud dont les diamètres et les hauteurs sont de 262 μm et 80 μm respectivement, b) image MEB d'une matrice de microlentilles répliquée par moulage UV dont les diamètres et les hauteurs sont de 196 μm et 77 μm respectivement, et c) exemple de réalisation de microlentilles par micro-injection de polycarbonate répliquées sur un support.

La figure 3.7 compare respectivement les profondeurs des moules et les épaisseurs des pièces moulées en PMMA par matriçage à chaud et SK-9 par moulage UV. Si l'on prend les moules silicium comme référence, les plus grands écarts de taille s'obtiennent avec des moules PMMA.

La nécessité de réaliser deux moules intermédiaires, l'un négatif et l'autre positif, ce dernier étant utilisé pour le moulage PMMA, peut expliquer ces écarts. En revanche, la pièce fabriquée par moulage UV, réalisée par réplcation directe, est très fidèle au master en silicium.

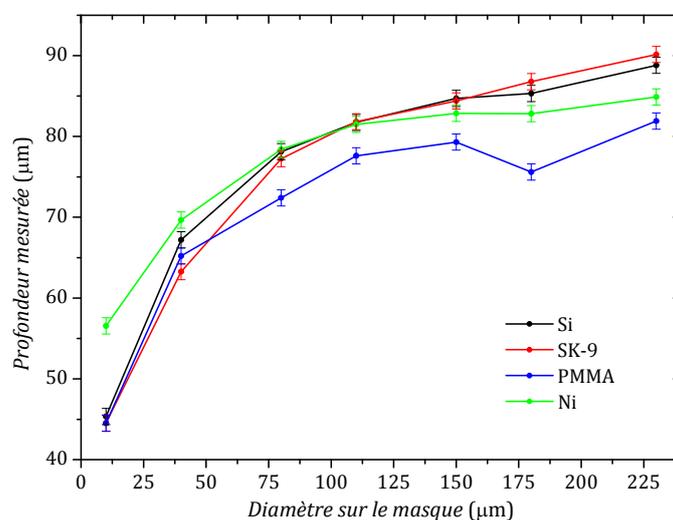


FIG. 3.7. Comparaison des profondeurs et épaisseurs mesurées sur des moules silicium et nickel et les pièces moulées en PMMA et SK-9, respectivement.

La pièce moulée par micro-injection est répliquée à partir d'un moule dont le diamètre sur le masque est de 230 µm. L'épaisseur moyenne des microlentilles dans la matrice est de 86.1 µm. Cette valeur est plus proche de celle obtenue avec du PMMA avec l'utilisation du moule intermédiaire de profondeur de 84.9 µm. Cette différence est probablement due au plus faible coefficient d'expansion thermique du polycarbonate lors du refroidissement après le moulage.

Mise à part la fidélité des pièces moulées avec leurs moules, l'uniformité de cavités dans une même matrice est un des autres paramètres importants de fabrication qui doit être parfaitement contrôlé. A titre d'exemple, nous avons analysé cette uniformité sur une matrice de microlentilles répliquée par micro-injection. Les profondeurs mesurées sont montrées sur le Tableau 3.2. On démontre que les écarts entre chaque élément de la matrice ne dépassent pas les 2 µm.

TABLEAU 3.2. Profondeurs mesurées sur une matrice d'ouvertures initiales de 150 μm .

		Hauteurs de microlentilles (μm)		
		Colonne		
		1	2	3
File	1	86.7	85.8	86.1
	2	86.5	86.1	86.3
	3	86.7	84.7	86.2

Dans l'évaluation de caractéristiques optiques des microlentilles nous avons d'abord comparé les pièces moulées entre elles, comme l'indique la figure 3.8. La longueur focale (Fig. 3.8. (a)) a été mesurée à la fois par un interféromètre de Mach-Zehnder et un sphéromètre commercial *Trioptics*, ce dernier étant plus adapté à la métrologie de microlentilles dont le diamètre est supérieur à 500 μm . Les valeurs obtenues avec le sphéromètre sont supérieures à celles obtenues par l'interférométrie. D'autres caractéristiques de microlentilles ont été également mesurées avec l'interféromètre de Mach-Zehnder : les ouvertures numériques (Fig. 3.8. (b)), les valeurs de l'écart-type RMS (Fig. 3.8. (c)) et l'écart maximal P-V (Fig. 3.8. (d)) des aberrations de front d'onde. Ces dernières sont d'autant plus grandes que le diamètre augmente pour un temps de gravure du moule donné, dû aux pertes d'uniformité sur les plus grands diamètres. Néanmoins il faut noter que chaque mesure a été réalisée en éclairant toute la surface de la microlentille, ce qui augmente les aberrations mesurées par rapport aux illuminations dans des conditions paraxiales.

On remarque que les propriétés optiques restent similaires pour les deux pièces moulées sur la zone centrale des courbes, ce qui correspond à la zone centrale du moule.

Si l'on considère qu'en théorie les microlentilles répliquées à partir des moules fabriqués par gravure isotrope du silicium ont une forme hémisphérique, nous ne pouvons pas, *à priori*, les considérer comme des lentilles minces. Dans ce cas, l'équation qui nous permet de calculer la longueur focale d'une lentille épaisse plongée dans l'air est

$$\frac{1}{f'} = (n - 1) \left[\frac{1}{R_1} - \frac{1}{R_2} + \frac{(n-1)d}{1R_1R_2} \right] \quad (3.1)$$

où

- f' est la longueur focale,
- n est l'indice de réfraction du matériau de la microlentille,

- R_1 et R_2 sont les rayons de courbure de chaque surface de la microlentille et
- d est l'épaisseur de la microlentille au centre.

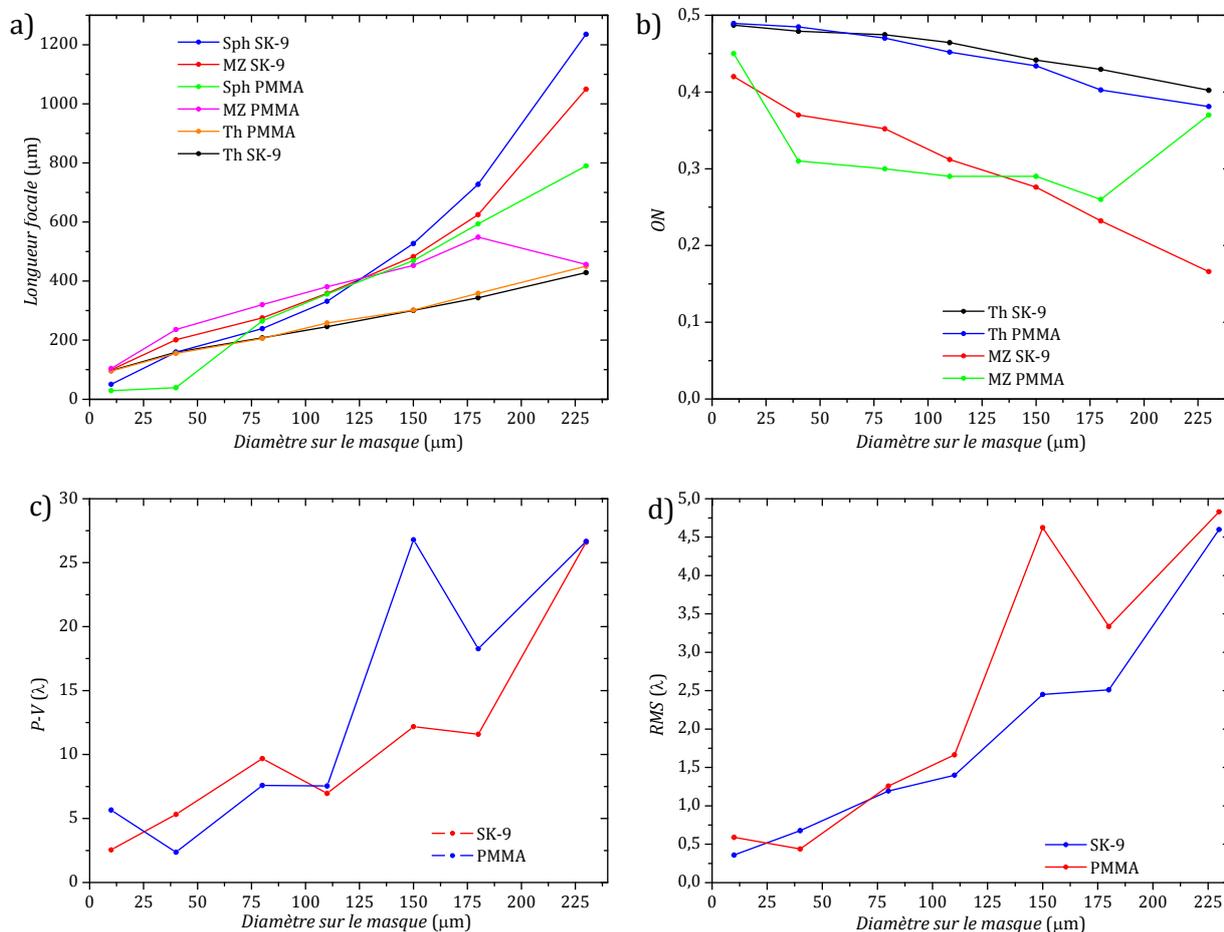


FIG. 3.8. Caractérisation optique des microlentilles fabriquées en PMMA et SK-9 : a) comparaison des longueurs focales calculées (Th) avec celles mesurées par sphérométrie (Sph) et l'interféromètre de Mach-Zehnder (MZ), b) comparaison des ouvertures numériques calculées (Th) avec celles mesurées (MZ), c) le plus grand écart (*peak-to-valley* ou P-V) des aberrations du front d'onde et d) valeur RMS des aberrations du front d'onde. Les aberrations ont été mesurées en éclairant le 100% de la surface des lentilles. Toutes les valeurs sont représentées par rapport au diamètre de l'ouverture sur le masque.

L'équation (3.1) peut être simplifiée car nos microlentilles sont plan-convexes, dont un des rayons de courbure est infini. Si R correspond au rayon de courbure unique, l'équation (3.1) devient

$$f' = \frac{R}{n-1} \quad (3.2)$$

Le rayon de courbure peut être calculé en ayant recours aux valeurs d'épaisseurs (sag) et de diamètres mesurés, et en tirant profit la relation géométrique indiquée sur la figure 3.9 :

$$R = \frac{D^2}{8s} + \frac{s}{2} \quad (3.3)$$

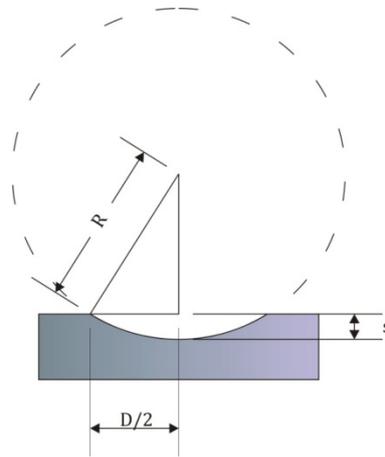


FIG. 3.9. Schéma de la relation géométrique entre les paramètres dimensionnels des moules des micro-lentilles, qui peut s'extrapoler aux micro-lentilles.

En combinant les équations (3.3) et (3.2) on obtient finalement

$$f' = \frac{1}{(n-1)} \left(\frac{D^2}{8s} + \frac{s}{2} \right) \quad (3.4)$$

À partir de l'équation (3.4), en relation avec la géométrie présentée sur la figure 1.2, nous pouvons aussi extraire la valeur de l'ouverture numérique représentée sur la figure 3.8 (b) comme

$$ON = n \sin \theta = \frac{\frac{d}{2}}{\sqrt{f'^2 + \left(\frac{d}{2}\right)^2}} \quad (3.5)$$

où

- n est l'indice de réfraction du milieu extérieur à la micro-lentille,
- θ est l'angle d'incidence maximum de la lumière,
- d est le diamètre de la micro-lentille et
- f' est sa longueur focale.

Afin de rendre plus facile l'analyse de résultats de la figure 3.8 (a), la figure 3.10 montre la différence entre les longueurs focales mesurées et celles calculées avec l'équation (3.4) par

rapport au diamètre de la microlentille. Nous avons comparé les microlentilles issues de moules fabriqués par gravure isotrope pendant 10 et 30 minutes. La longueur focale mesurée est toujours supérieure à la longueur focale théorique, et cette différence augmente avec le diamètre de la microlentille. Cet écart croissant est dû aux différences de vitesses de gravure présentées dans le Chapitre 2, qui entraînent une déviation de la forme hémisphérique vers une calotte sphérique dont le rayon de courbure central est légèrement supérieur à celui des bords de la microlentille. Cette évolution est d'autant plus importante que le temps de gravure est court. La figure 3.10 suit le comportement général d'une lentille sphérique, qui pour un diamètre donné aura une longueur focale plus longue si le rayon de courbure de sa surface convexe est plus haut.

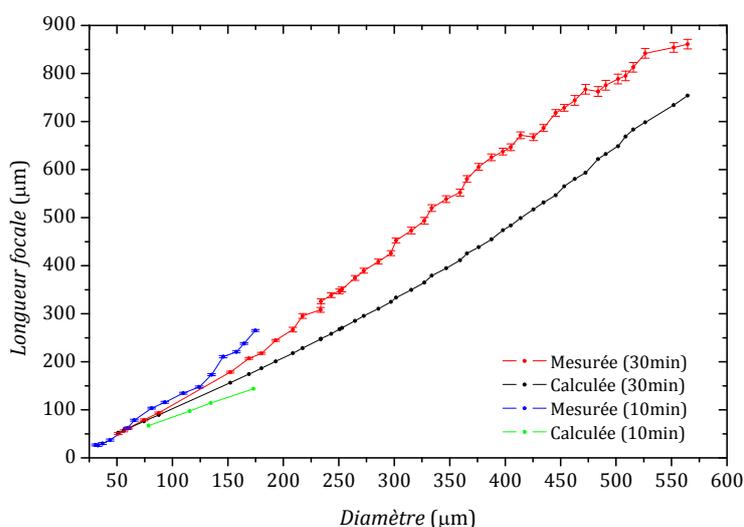


FIG. 3.10. Evolution de longueurs focales mesurées avec des valeurs théoriques, pour des microlentilles sphériques fabriquées par moulage UV, en fonction de leurs diamètres.

Sur la figure 3.8 (b), on observe que l'ouverture numérique diminue avec le diamètre des moules, en raison des différences de vitesse mentionnées. Cet effet est équivalent pour des microlentilles répliquées à une diminution de l'angle d'incidence maximal. Dans ce cas, la limite supérieure de l'ouverture numérique que l'on peut atteindre avec cette technologie est de 0.5.

Nous avons aussi caractérisé des microlentilles fabriquées par moulage UV à partir de moules silicium créés par double gravure anisotrope. Les moules répliqués sont fabriqués à partir d'un wafer complet avec des ouvertures sur masque de 10, 15, 20, 25, 30 et 35 μm . Nous avons mesuré les profils de chaque taille de microlentilles (Fig. 3.11) ainsi que leurs longueurs focales (Fig. 3.13 (a)). Ces valeurs expérimentales ont été comparées avec des valeurs théoriques calculées. Les valeurs de longueurs focales ont été introduites dans l'équation (3.5), permettant d'estimer les ouvertures numériques (Fig. 3.13 (b)).

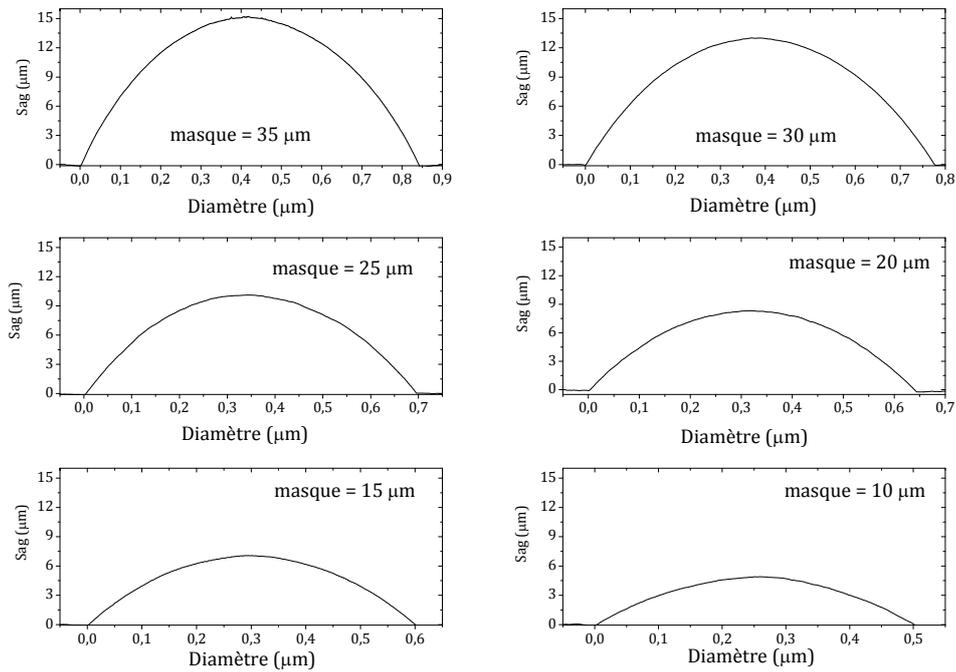


FIG. 3.11. Profils des microlentilles répliquées à partir de moules fabriqués par double gravure anisotrope du silicium.

Le montage expérimental utilisé pour la mesure de longueurs focales de nos microlentilles est décrit sur la figure 3.12. Un faisceau émis par un laser HeNe, opérant à 632.8 nm, est rendu parallèle. Il traverse ensuite une matrice de microlentilles (échantillon) formant des images via un objectif de microscope dans le plan d'une caméra CMOS. L'échantillon de microlentilles est monté sur un système de translation micrométrique, permettant de centrer chaque microlentille sur à l'axe optique. En déplaçant ainsi le porte échantillon suivant l'axe optique (Fig. 3.12 (a)) jusqu'à ce que l'image du plan focal d'une microlentille individuelle soit formée (Fig. 3.12 (b)), il est possible de mesurer la distance parcourue par la lentille et obtenir sa longueur focale.

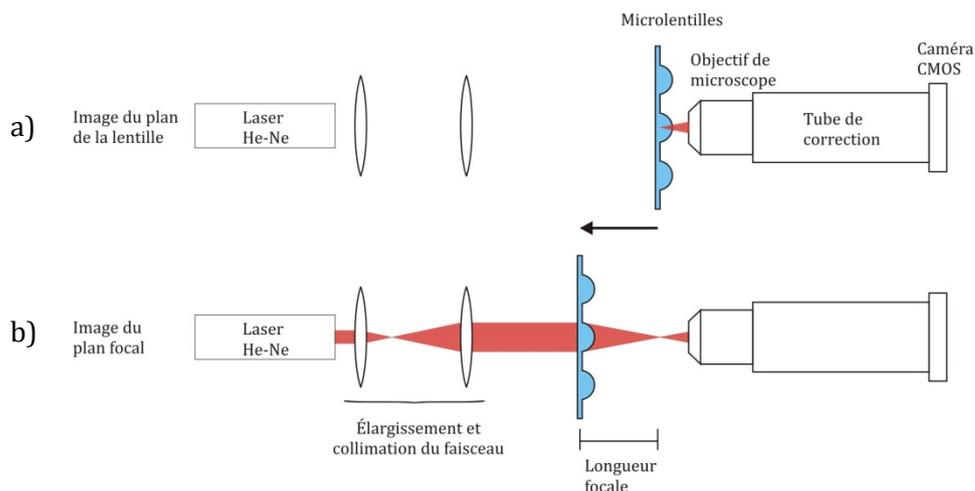


FIG. 3.12. Schéma du montage pour la mesure des longueurs focales des microlentilles.

Contrairement aux microlentilles produites par gravure isotrope du silicium, les microlentilles fabriquées par double gravure anisotrope présentent des ouvertures numériques faibles. La figure 3.13 (b) compare les valeurs calculées d'après la longueur focale calculée avec les valeurs calculées avec la longueur focale mesurée. Les valeurs ne dépassent 0.04 dans aucun des deux cas. En outre, nous avons extrapolé les calculs aux tailles des moules fabriqués et dans tous les cas les valeurs sont inférieures à 0.05.

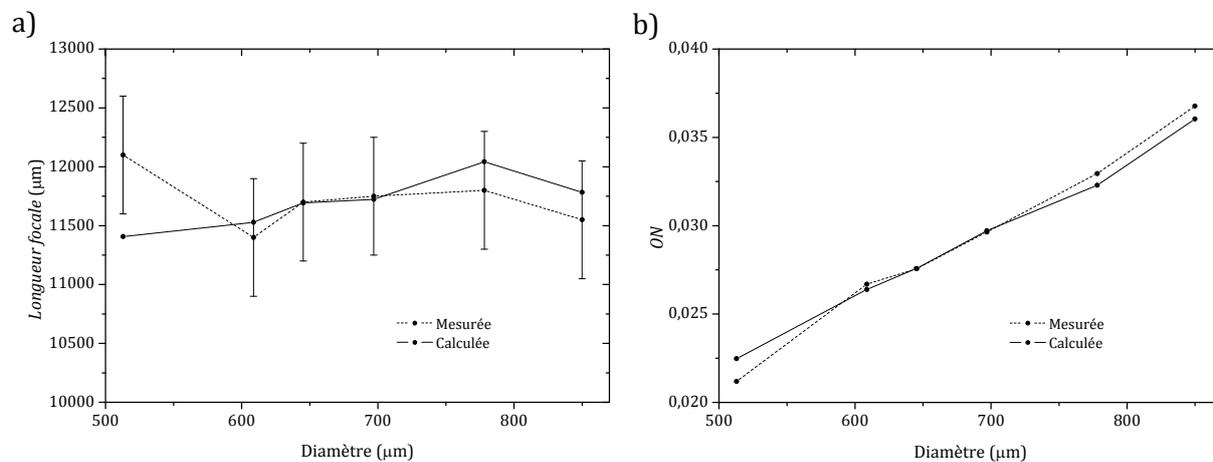


FIG. 3.13. Comparaison de caractéristiques mesurées et calculées pour les microlentilles fabriquées par double gravure anisotrope : a) évolution de longueurs focales et b) évolution d'ouvertures numériques, en fonction du diamètre de la microlentille

3.1.3.2 Etude de microlentilles à empreinte non circulaire

La nature des microlentilles non-conventionnelles dont la forme est non sphérique introduit des modifications de la distance focale par rapport aux microlentilles sphériques. À la distance focale, considérée comme la distance au plan perpendiculaire à l'axe optique où l'énergie se concentre sur la zone la plus petite possible, les images des tâches focales produites par une source ponctuelle n'auront pas la même forme que celle produite par des microlentilles sphériques (un point de lumière). Ces longueurs focales ont été aussi mesurées avec le montage de la figure 3.12.

Pour simplifier l'analyse des résultats, la notation utilisée dans la discussion est celle de la figure 2.38 du Chapitre 2, utilisée pour la caractérisation des moules.

Pour caractériser les microlentilles ellipsoïdales, il est d'abord nécessaire de définir deux longueurs focales différentes, la longueur focale courte (SFL, acronyme de l'anglais *short focal length*) et la longueur focale longue (LFL, acronyme de l'anglais *long focal length*). C'est le caractère astigmatique de leur forme d'empreinte, qui introduit la nécessité d'utiliser ces deux distances focales, dépendantes respectivement de l'axe court et l'axe long. Selon la position de ce type de lentille, nous retrouvons deux plans de focalisation différents : soit c'est la composante de l'axe court qui fait converger les rayons à la distance SFL (fig. 3.14 (a)), soit c'est l'axe long, présentant une distance focale LFL, qui concentre la lumière suivant la direction l'axe court (fig. 3.14 (b)). La figure 3.15 (a) montre que la focale courte SFL est plutôt constante pour une valeur donnée de l'axe court $2b$ et indépendante de la longueur de l'axe long $2a$. La figure 3.15 (b) indique un effet complémentaire, spécifique pour la focale longue LFL, augmentant en même temps que $2a$ mais restant indépendante de la valeur $2b$. Les focales SFL et LFL dépendent ainsi respectivement de variables $2b$ et $2a$, uniquement.

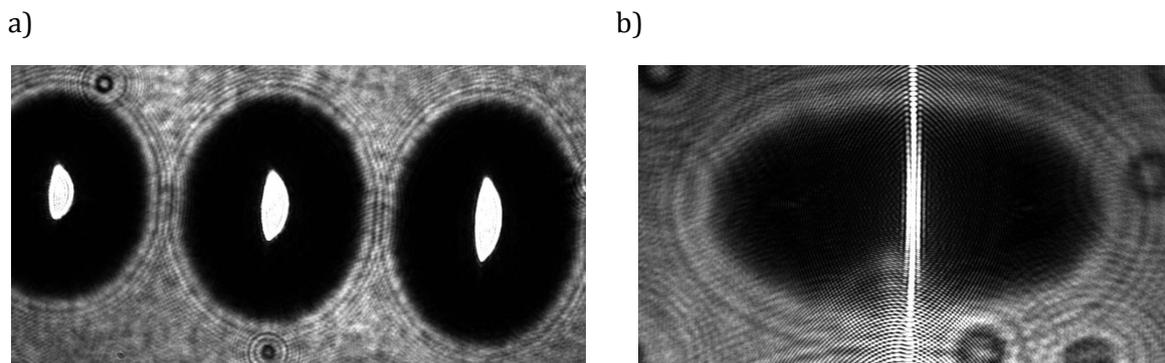


FIG. 3.14. Images de tâches focales des microlentilles ellipsoïdales : a) focale courte SFL et b) focale longue LFL.

Nous pouvons donc conclure que notre filière de fabrication de microlentilles ellipsoïdales est parfaitement adaptée à la mise en forme et collimation des faisceaux astigmatiques ayant une relation d'astigmatisme quelconque.

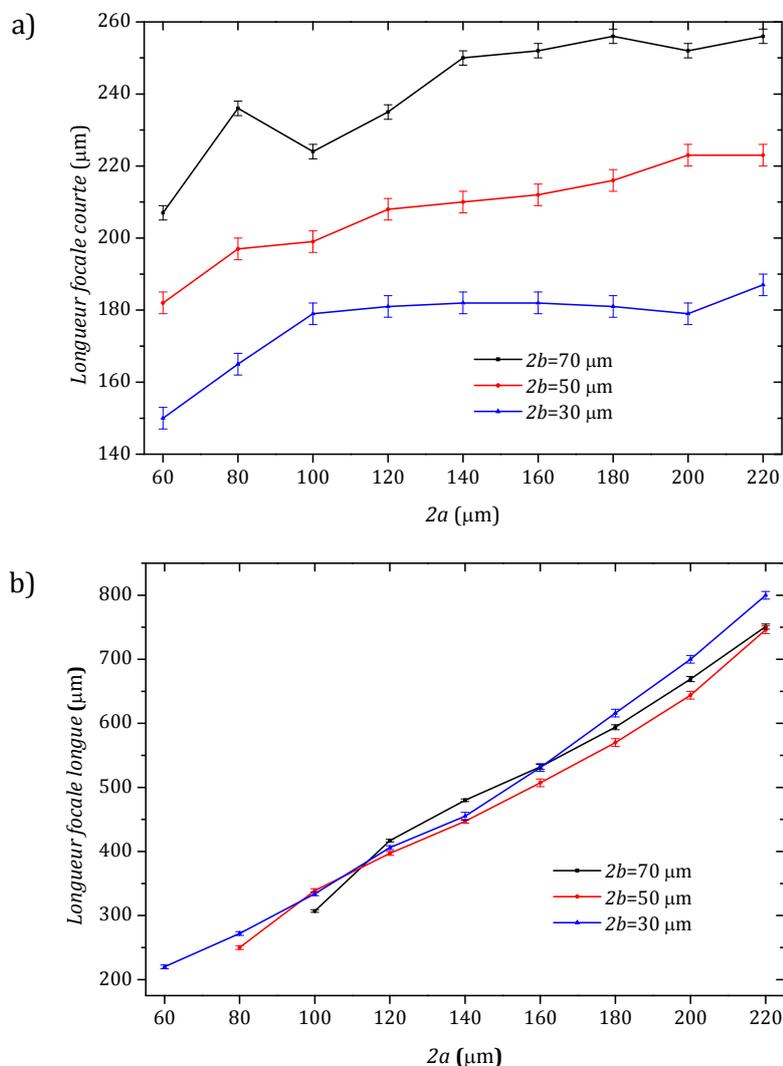


FIG. 3.15. a) Variation de la SFL des microlentilles ellipsoïdales pour trois valeurs de l'axe court $2b$ (30, 50, 70 μm) par rapport à l'axe long du masque et b) variation de la LFL des microlentilles ellipsoïdales pour les mêmes valeurs de $2b$ que sur (a) par rapport à l'axe long du masque.

Dans le cas de microlentilles cylindriques, leur distance focale possède une relation linéaire avec l'épaisseur w (Fig. 3.16 (a)), et cette dépendance linéaire est également vérifiée pour les microlentilles hexagonales par rapport à leur diamètre circonscrit $2m$ (Fig. 3.16 (b)). Cette linéarité facilite les étapes de calcul et de design du masque de gravure pour ces microcomposants. L'ouverture numérique de microlentilles hexagonales a été estimée avec la

relation (3.5) dans laquelle des données expérimentales concernant le diamètre et la longueur focale ont été appliquées. Si cette dernière relation est valide pour les microlentilles sphériques à empreinte circulaire, elle permet d'obtenir une valeur approchée de l'ouverture numérique de microlentilles hexagonales. Dans ce cas, on considère simplement que c'est le diamètre inscrit $2n$ qui définit l'ouverture numérique de ces microlentilles. Les ouvertures numériques obtenues sont comprises entre 0.30 et 0.37.

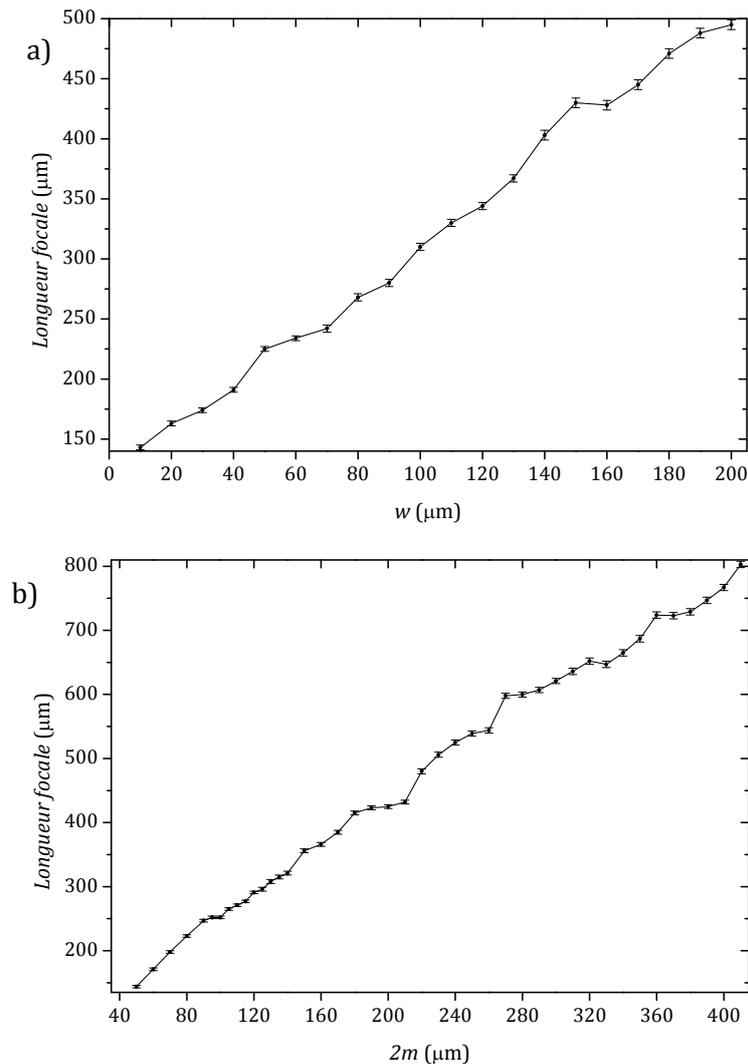


FIG. 3.16. a) Longueur focale mesurée des microlentilles cylindriques par rapport à l'épaisseur du rectangle sur le masque et b) longueur focale des microlentilles hexagonales individuelles par rapport à l'angle circonscrit des hexagones sur le masque.

La qualité d'imagerie de microlentilles à empreinte hexagonale a été évaluée avec une mire de résolution USAF-1951, dont le motif est reproduit sur la figure 3.17. Les figures 3.18 (a) et (b)

illustrent la qualité optique dans la restitution de la mire par deux microlentilles à empreinte hexagonale de diamètres différents. Dans les deux cas, les plus petits traits de la mire sont restitués, dont la largeur est de $2.2 \mu\text{m}$.

Le grossissement de la microlentille de la figure 3.18 (a) est de 5.1, tandis que le grossissement de la microlentille de la figure 3.18 (b) approche 1.8. Il faut noter que la distorsion est basse sur la plupart de la surface de la microlentille et apparaît vers les bords.

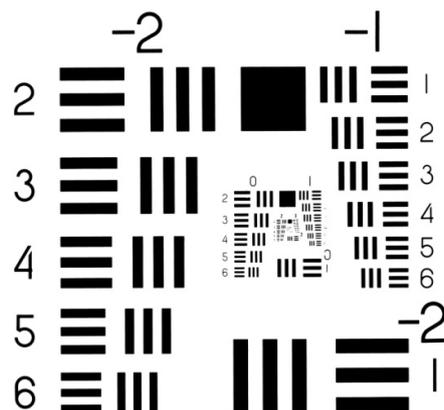


FIG. 3.17. Agrandissement du motif d'une mire de résolution USAF-1951 utilisée pour déterminer la qualité optique des microlentilles.

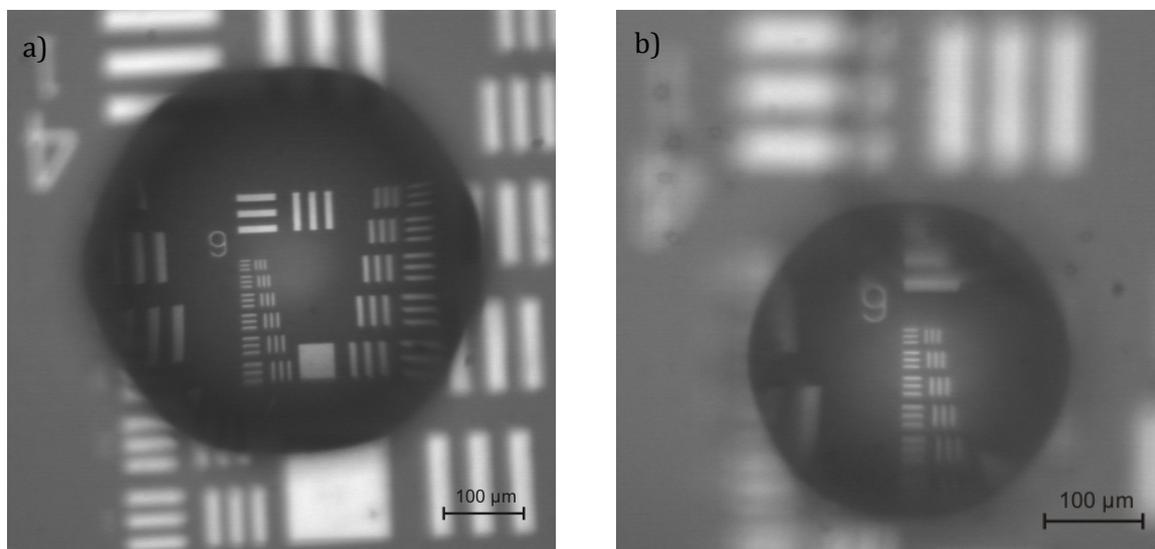


FIG. 3.18. Images de la mire de résolution USAF-1951 à travers des microlentilles hexagonales individuelles, fabriquées par moulage UV de la colle photosensible SK9 : a) diamètre $2n=464 \mu\text{m}$, épaisseur de $71 \mu\text{m}$, ON estimée 0.30 ; b) diamètre $2n=310 \mu\text{m}$, épaisseur de $12.7 \mu\text{m}$, ON estimée 0.33. Les zones où l'image de traits est restituée sans distorsion ont des diamètres de $250 \mu\text{m}$ et $120 \mu\text{m}$, respectivement.

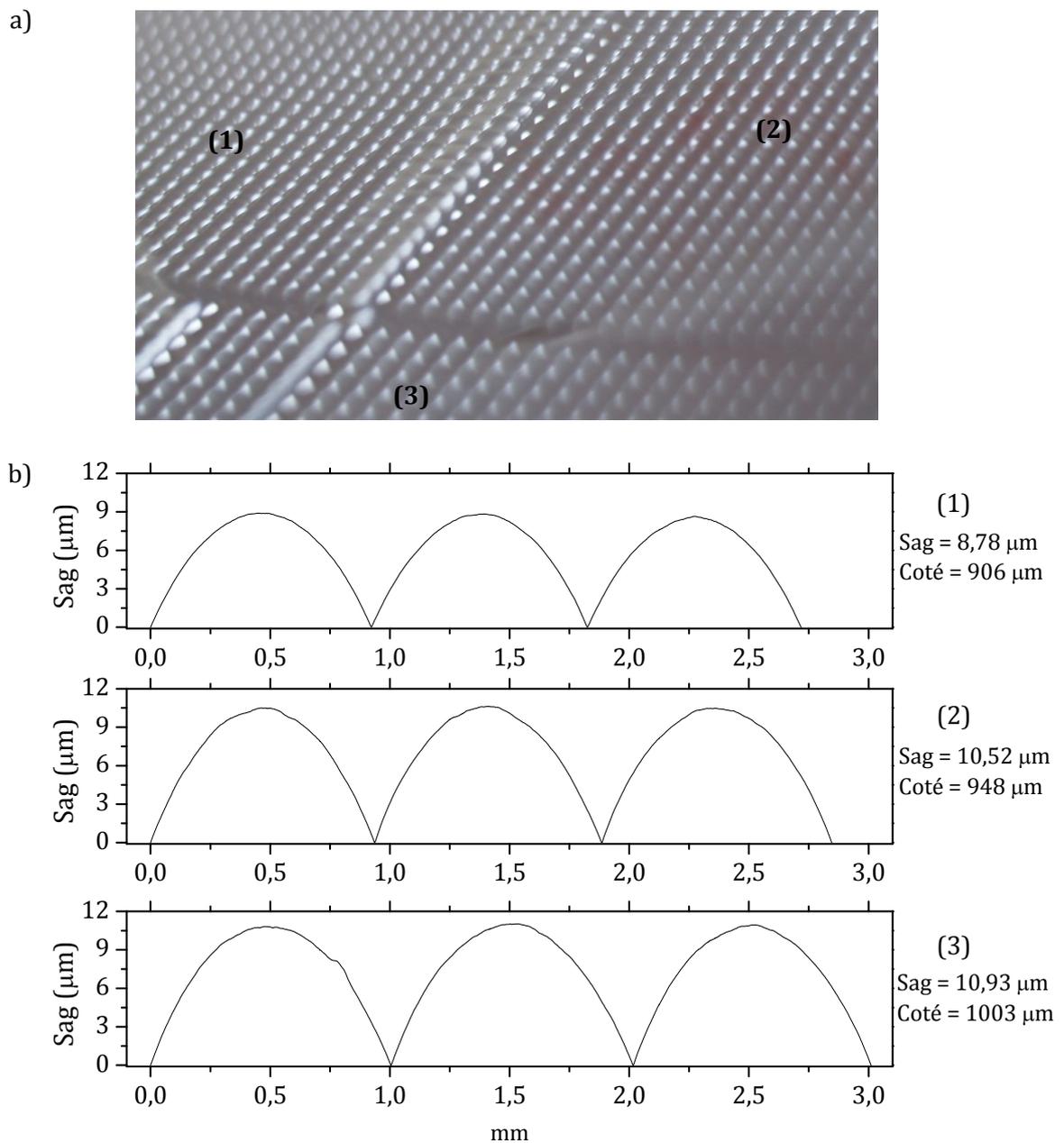


FIG. 3.19. Microlentilles à empreinte carrée fabriquées par moulage UV : a) agrandissement de la matrice de microlentilles moulée et b) profils des trois matrices de microlentilles différentes mesurés sur la pièce moulée.

La figure 3.19 (a) représente une matrice de microlentilles répliquée par moulage UV à partir d'une matrice de moules d'empreinte carrée fabriqués par gravure anisotrope. Nous avons répliqué un wafer silicium contenant trois matrices de moules à empreinte carrée fabriquées à partir d'ouvertures de $50 \mu\text{m}$ avec des écarts entre les ouvertures successives de 900, 950 et

1000 μm , grandeurs qui définissent les tailles finales des microlentilles. L'analyse de la figure 3.19 (b) nous renseigne que la différence entre les diamètres attendus et les diamètres obtenus sont de quelques microns, ne dépassant pas à 1%. Comme il était attendu d'après la caractérisation des moules présentés dans le Chapitre 2, les épaisseurs obtenues sont inférieures à l'épaisseur attendue d'une lentille isolée (hors une matrice) fabriquée à partir d'une ouverture de 50 μm sur le masque qui, en l'occurrence, devrait être de 16,6 μm .

Les rayons de courbure des microlentilles des matrices (1), (2) et (3) sont respectivement de 14.33, 10.68 et 9.4 mm. Les longueurs focales respectives mesurées sont de 20 mm, 18.5 mm et 17 mm. Elles sont plus courtes que les longueurs focales de microlentilles sphériques qui ont un diamètre égal au côté du carré et la même épaisseur. Ces données calculées à partir de la relation (3.4), sont respectivement de 29.23, 21.81 et 19.17 mm pour les matrices (1), (2) et (3).

3.2 Micro-moulage à haute température de microlentilles en verre

Une propriété du silicium parmi les plus intéressantes qui est utilisée en microfabrication est la possibilité d'être soudé au verre de type borosilicaté par application d'une tension électrique à haute température. Avec cette type de soudure, appelée *soudure anodique*, combinée avec le micro-moulage verre en haute température, nous avons développé une approche de fabrication pour répliquer les moules silicium présentés dans le Chapitre 2 par recuit du verre soudé et démoulage par gravure à travers la face arrière du moule silicium. Dans cette deuxième partie du présent chapitre nous allons présenter ce procédé de fabrication, en détaillant toutes les étapes technologiques élémentaires : la soudure anodique, les détails du recuit du verre à hautes températures, pour ensuite décrire les principes de la fabrication de microlentilles en verre et conclure ce chapitre par une analyse des résultats expérimentaux.

3.2.1 Soudure anodique

La soudure anodique est le nom de la méthode qui permet d'assembler un substrat de silicium sur un substrat de verre à des températures de 350-700°C et des tensions appliquées de 400-1000 V. Cette technique a été développée et brevetée par Pommeranz en 1968 [POMMERANZ 1968]. Une étude très approfondie et plus récente de la soudure anodique se trouve dans la référence [DZIUBAN 2006].

La soudure anodique est basée sur la formation chimique du siloxane ($\text{Si}_6\text{O}_3\text{H}_6$) à l'interface verre-silicium grâce à l'application d'un fort champ électrique et en portant l'ensemble à une température proche de 500°C. La figure 3.20 représente le schéma du principe de la soudure anodique. Un wafer de silicium est placé sur une plaque métallique chauffante qui sert aussi d'anode. Sur le silicium, un wafer de verre est mis en contact et une cathode métallique est disposée en contact avec ce dernier et reliée à une source de tension électrique.

Pour rendre plus lisible la suite de ce chapitre, nous allons maintenant détailler la technique de soudure, mais il faut noter que quelques aspects du principe sont encore sujets à discussion.

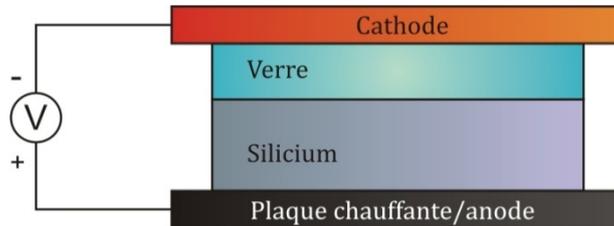


FIG. 3.20. Schéma de principe de la soudure anodique entre silicium et verre.

Les deux wafers à souder étant positionnés en sandwich entre les électrodes de la machine de soudure, la plaque chauffante permet d'atteindre la température nécessaire qui, avec l'application d'une tension électrique produisent une conduction électrique du verre chaud suffisante pour qu'un courant d'ions positifs libres (du sodium) puisse être généré. Il en résulte la création d'une couche de charges négatives proche du silicium, formant un genre de condensateur plan polarisé par la haute tension et dont les plaques sont distantes de quelques nanomètres. La baisse de la tension apparaît à proximité de l'interface silicium-verre, résultant en une force électrostatique qui produit une très forte attraction des surfaces des deux wafers à souder. Le contact est suffisamment fort pour que des liaisons siloxane se forment directement à l'interface, soudant les deux matériaux.

Le mécanisme de soudure anodique comporte de nombreux phénomènes liés aux propriétés intrinsèques de chacun des matériaux utilisés. La résistivité du verre diminue avec l'augmentation de la température. Sous l'action du champ électrique, les ions sodium (Na^+) migrent librement vers la cathode, tandis que les anions restent dans le verre sans se déplacer (Fig. 3.21 (b)). Le silicium, quant à lui, forme une barrière bloquant la pénétration d'ions positifs dans le verre. Dans le verre borosilicaté, majoritairement composé de SiO_2 et de B_2O_3 , les atomes de silicium sont placés de manière stable et ne migrent pas, même en présence d'un champ électrique intense. Il n'existe alors pas de compensation à la migration des ions Na^+ . À l'interface entre le silicium et le verre, appauvrie en sodium mais riche en anions, il a lieu la création d'une couche mince de liaison dans laquelle ont lieu des réactions chimiques de soudure.

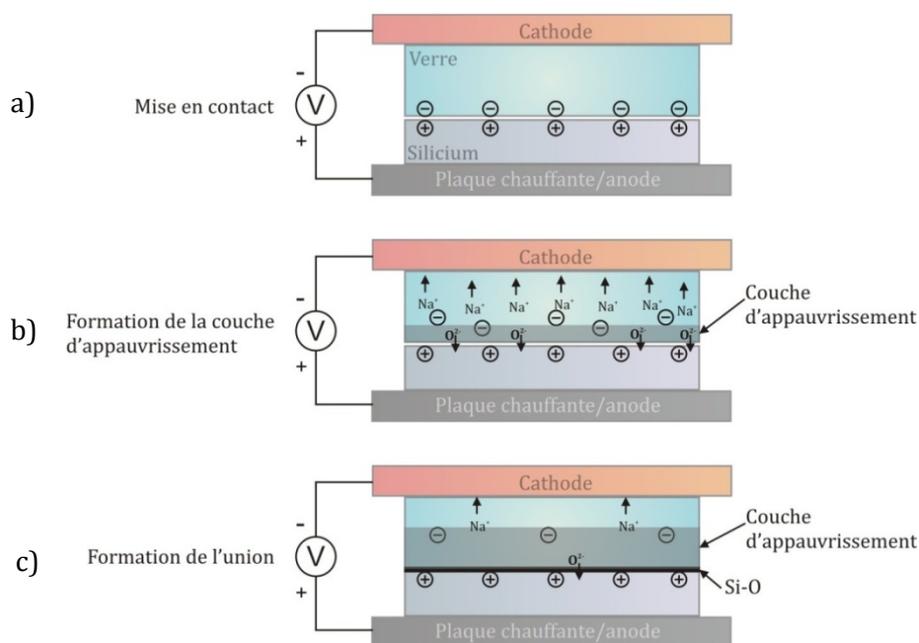


FIG. 3.21. Vue schématique de la migration d'ions pendant la soudure anodique.

Pendant la liaison anodique, deux phénomènes différents interviennent : le premier situé à proximité de la cathode, fortement dépendant du type et forme de cette dernière, et le second se manifestant à l'interface entre le silicium et le verre. Il y a deux approches distinctes pour expliquer ce qui se passe lors de la liaison établissant la soudure et pouvant aboutir au même résultat (Fig. 3.21 (c)). La première approche défend l'hypothèse que les ions O^- et OH^- proches de l'interface, situés dans la couche appauvrie en sodium, peuvent migrer vers l'anode à cause du champ électrique et arriver à la surface du verre. La force électrostatique qui met en contact les deux wafers provoque que les ions migrés sur la surface du verre oxydent le silicium et créent des liaisons siloxane [WILSON 1964]. Si la seconde approche est d'accord avec le rôle de la force électrostatique dans la conduite du mécanisme, elle soutient que la formation des liaisons siloxane est due à l'effet de « pompage d'eau ». Ce pompage consiste à la décomposition des molécules d'eau contenues entre le silicium et le verre. Les groupes hydroxyde créés sont les responsables de l'oxydation de la surface du silicium et puis de la création des liaisons siloxane quand les ions d'hydrogène migrent vers la cathode avec les ions de sodium. Quand les ions sodium arrivent à la surface du verre proche de la cathode, ils réagissent avec l'oxygène de l'air et produisent de la soude Na_2O . Il est possible aussi de voir l'apparition de $NaOH$ à cause des ions hydroxyde libérés provenant des molécules d'eau dans l'interface silicium-verre qui n'ont pas contribué à l'oxydation du silicium. Ces phénomènes changent la composition du verre dans la région aux alentours de la cathode et cela se traduit par un blanchissement du verre.

Quant au procédé pratique de la soudure, les surfaces à souder doivent être tout d'abord polies et rendues propres. Le nettoyage fait partie de l'activation des surfaces pour la soudure. Cette activation consiste à créer des groupes chimiques fonctionnels par dissociation des molécules présentes à la surface. Dans le cas de la soudure anodique, l'activation doit rendre aux surfaces un aspect hydrophile. L'état de surface, hydrophile ou hydrophobe, est atteint lors du procédé de nettoyage. Un bain typique de nettoyage pour rendre la surface hydrophile est par la solution de RCA1 ($\text{NH}_4\text{OH}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O}$), RCA2 ($\text{HCl}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O}$) [SHIMBO 1986], *piranha* ($\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_2\text{O}_2$), ainsi que des traitements plasma en atmosphère de NH_3 [SUN 1998], O_2 [SCHJØLBERG 2008] ou SF_6 [SUNI 2002, REICHE 2000]. Il faut noter que, quand le silicium est oxydé avant la soudure, la couche de SiO_2 est hydrophobe. L'activation de la surface devient alors indispensable. La durée des surfaces activées n'est pas permanente, le temps entre l'activation de la surface et la soudure ne doit pas dépasser de 3 heures [QUENZER 1992].

Quand les surfaces sont en contact, elles se « collent » l'une à l'autre grâce à leur planéité et aux forces de Van der Waals. A partir du moment où elles sont en contact, les anneaux de Newton se forment [BORN 1980]. Ces anneaux colorés d'interférences générés à l'interface entre les substrats, visibles à travers le verre, sont utilisés pour contrôler le processus de soudure (Fig. 3.22).

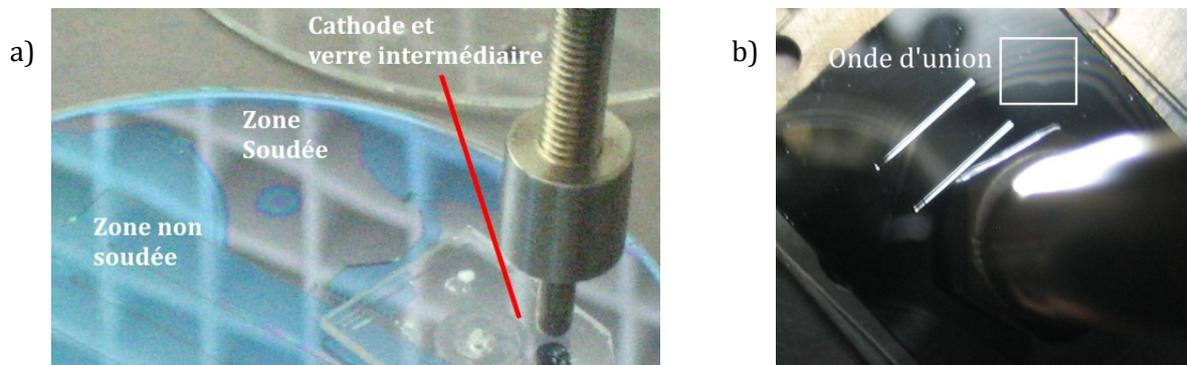


FIG. 3.22. Soudure anodique silicium-verre, a) détail d'une soudure anodique à l'aide d'une cathode en forme de pointe et un verre intermédiaire et b) détail de l'onde de soudure qui se propage en s'éloignant de la cathode.

Certains auteurs introduisent le terme d'onde de soudure (*wave of bonding*) pour décrire le déroulement de la soudure anodique (Fig. 3.22 (b)). Une telle onde se propage à partir de la zone de soudure initiale et de façon concentrique à raison de quelques centimètres par seconde. Le point de départ correspond généralement à la région de contact entre l'électrode et le wafer de verre, mais en pratique peut correspondre à un endroit quelconque entre les substrats en contact. Au cours de la soudure, le courant électrique se propage d'une manière qui est

caractéristique pour ce procédé (Fig. 3.23). Juste après l'application de la tension, les matériaux se polarisent et le courant atteint un maximum quand la migration d'ions sature. La zone de conductivité est, à ce point-là, relativement petite. Au fur et à mesure que l'onde se propage latéralement, le courant diminue en fonction du temps puisque la surface de conductivité augmente. On peut alors considérer qu'une soudure anodique robuste est réalisée quand le courant est redescendu à 10% de sa valeur maximale.

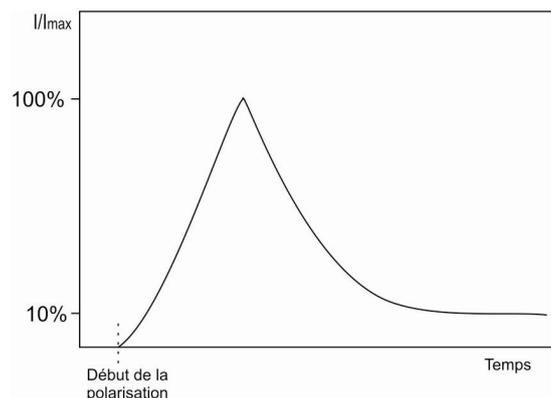


FIG. 3.23. Évolution typique du courant de polarisation pendant la soudure anodique [DZIUBAN 2006].

La force d'adhésion résultante d'une soudure anodique robuste est similaire à la force de rupture du silicium. C'est pourquoi on considère ce procédé comme irréversible car la tentative de séparation des deux matériaux entraîne généralement la rupture de l'ensemble.

CHOIX DU VERRE POUR LA SOUDURE ANODIQUE

La soudure anodique est soumise à quelques restrictions qui relèvent de la physique de matériaux à souder. Plus concrètement, c'est principalement le coefficient de dilatation thermique α_g qui détermine le choix de deux matériaux à souder. Ainsi, pour éviter de produire des contraintes résiduelles à l'interface ces coefficients doivent être de valeurs très proches pour les deux matériaux. Si les coefficients α_g sont différents, les contraintes résiduelles peuvent mener à la rupture des substrats. La difficulté que pose le silicium est que son coefficient α_g varie de manière non linéaire avec la température. Des verres spécialement conçus pour la soudure anodique ont été développés, dont le coefficient α_g est très proche à celui du silicium aux températures opérationnelles de la soudure anodique. Les verres le plus largement utilisés sont les *verres borosilicatés* à base de silice (SiO_2) dopé majoritairement avec du bore. Quelques exemples sont le *Corning 7740®* (Pyrex) ou le verre *Borofloat 33®* (Schott). C'est ce dernier

verre que nous avons choisi pour le micro-moulage en haute température, étant ses caractéristiques indiquées dans le Tableau 3.3.

TABLEAU 3.3 Propriétés principales du verre *Borofloat 33®* [SCHOTT].

Densité (g/cm ³)	Température de transformation (°C)	Température de recuisson (°C)	Température de fusion (°C)	Coeff. Expansion thermique $\alpha_{g(20-300^{\circ}C)}$ (10 ⁻⁶ K ⁻¹)	Module de Young (kN/mm ²)
2.2	525	560	820	3.25	64
Indice de réfraction n_d (@587.6nm)		Contenu en pourcentage de masse (%)			
1.47140		SiO ₂ 81%	B ₂ O ₃ 13%	Al ₂ O ₃ 2%	Na ₂ O/ K ₂ O 4%

CHOIX DE LA CATHODE

La concentration d’ions de sodium proche à la région de contact entre la cathode et le verre ainsi que les effets négatifs produits par ces ions dépendent de la densité de courant ionique qui est définie par le type de cathode utilisée.

L’usage d’une cathode métallique plane produit des soudures très rapides. En revanche, les irrégularités de la surface de la cathode peuvent produire des zones n’assurant pas de contact cathode-substrat et créer ainsi des différences locales de densité de courant. Il en résulte une dégradation de la surface du verre par création d’îlots de concentration excessive en Na₂O. Comme nous l’avons vu, la surface du verre peut être blanchie localement sur ces îlots, conduisant dans certains cas à la rupture du verre.

On peut utiliser une cathode métallique avec verre intermédiaire positionné entre le verre à souder et la cathode afin de diminuer la probabilité de blanchissement de la surface (voir quelques points blancs visibles sur la Fig. 3.22 (a)). Ce verre intermédiaire doit avoir une surface de contact avec le verre à souder très bien polie afin d’assurer un contact parfait, autorisant le flux migratoire d’ions sodium pratiquement continu pour uniformiser le dépôt de Na₂O à la surface du verre intermédiaire.

Une cathode métallique en forme de pointe permet des soudures de très haute qualité. Le champ électrique créé est très fort et produit un très dense flux d’ions sodium. En revanche, la combinaison de la pression exercée par la pointe de cathode avec la haute densité de courant peut produire localement la rupture du verre, surtout quand la pointe est appliquée au centre du substrat. Ce type de cathode endommageant la surface de contact avec le verre, est conseillé

de l'utiliser seulement pour des applications où l'utilisation de toute la surface du substrat n'est pas requise.

La cathode utilisée dans ces travaux de thèse pour la soudure anodique est de type plane ayant le même diamètre que les wafers à souder.

SOUDURE ANODIQUE À TRAVERS UNE COUCHE INTERMÉDIAIRE

La soudure anodique peut être réalisée à travers des couches minces déposées entre le silicium et le verre. Ces couches minces sont soit des diélectriques (SiO_2 , Si_3N_4 , Al_2O_3 , SiC), soit métalliques (Al, Ti, Ta). La présence de couches diélectriques à l'interface de soudure change la chimie du procédé mais peut aussi réduire la pression électrostatique si l'épaisseur est supérieure à $0.4 \mu\text{m}$ ou permettre d'abaisser la température opérationnelle [PLAZA 1998].

Nous avons choisi la soudure anodique silicium-verre avec une couche intermédiaire de SiO_2 ayant 100 nm d'épaisseur. Comme nous allons voir plus tard, cette couche permet de protéger la surface du verre lors du démoulage, qui constitue la dernière étape du procédé de fabrication.

SOUDURE ANODIQUE DE CAVITÉS SOUS VIDE

La technique de soudure anodique est souvent utilisée pour l'encapsulation de microsystèmes tels que les gyromètres ou accéléromètres où des cavités sont usinées dans le silicium, mises sous vide, rendues hermétiques par la soudure anodique entre le wafer de silicium et un couvercle en verre. Dans ce cas, la soudure anodique réalisée dans une chambre à vide, l'air étant pompée afin d'obtenir des cavités scellées sous vide (Fig. 3.24).

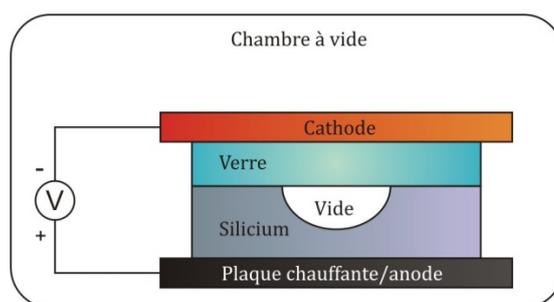


FIG. 3.24. Schéma simplifié de la soudure anodique sous vide.

Si le procédé de soudure reste similaire à la description précédente certaines précautions supplémentaires sont nécessaires. En particulier, il faut assurer des niveaux de pression (ou de vide) dans la chambre en accord avec les besoins spécifiques de l'application. Le procédé complet requiert plus de temps que lorsqu'il est réalisé à l'air, et en général, la tension de polarisation appliquée doit être supérieure. Durant le pompage de la chambre, il faut maintenir

le couvercle au dessus du wafer de silicium à une distance fixe, permettant ainsi d'évacuer l'air présent dans la cavité en silicium. Pour les substrats où les cavités microusinées présentent un fort rapport d'aspect, une distance de séparation plus importante est nécessaire que dans les cas des motifs à faible rapport d'aspect.

La soudure anodique sous vide est souvent réalisée dans des chambres qui ne permettent pas de suivre visuellement le procédé. Il est alors nécessaire d'estimer le déroulement du procédé par des indicateurs tels que l'évolution du courant de polarisation (Fig. 3.23), le temps moyen du procédé (quand l'on dispose d'une estimation fiable) ou la température et la tension de polarisation. Ceci peut être suffisant pour des wafers ayant des microstructures à profils peu profonds. En revanche, une difficulté subsiste quand les rapports d'aspect sont élevés. Dans ces cas, l'onde de propagation de la soudure peut être bloquée pendant des durées de temps de quelques minutes. Cet effet peut écraser la courbe de courant, rendant la soudure non fiable. En pratique si l'on rallonge le temps de soudure, l'onde de soudure réussit à traverser la zone critique de soudure, le courant augmente et la soudure se poursuit avec succès.

Le vide enfermé dans les cavités lors de la soudure anodique peut aussi être contaminé par des dégazages provenant de différentes sources comme l'émission de gaz du verre soumis à un fort champ électrique et le dégazage lors des réactions chimiques à l'interface silicium-verre pendant la soudure [MACK 1993]. Le milieu gazeux créé dans les cavités est majoritairement composé par l'oxygène O_2 , avec des traces de H_2 , N_2 , CO_2 et CH_4 . De plus, le vide se dégrade également au cours du temps à cause de la diffusion de gaz de l'atmosphère externe à travers le verre, contenant principalement de l'hélium (He).

En outre, la température de soudure, proche de $400^\circ C$, rallonge le temps de pompage nécessaire pour atteindre le niveau de pression visé par rapport aux temps qu'il en serait nécessaire en température ambiante. Il faut veiller à ce que le temps de pompage soit inférieur à la durée pendant laquelle les surfaces à souder restent activées pour éviter une soudure de mauvaise qualité. Il est important donc de bien définir les étapes de la procédure de soudure. D'abord la chambre doit être pompée avec les substrats maintenus à une certaine distance permettant l'évacuation de l'air des cavités. Les substrats sont mis ensuite en contact pour fermer les cavités. Dès lors, la température est stabilisée à son niveau nominal et la tension de polarisation est appliquée. L'usage de cathode plane est souhaitable dans la procédure de soudure sous vide car elle permet une soudure plus rapide.

3.2.2 Micro-moulage du verre en haute température

Le verre à l'état solide est un matériau amorphe qui présente une phase de *transition*, définie comme la température ou plage de températures où les propriétés du matériau changent de manière continue de l'état solide vers l'état liquide. À l'inverse, la transition est produite de l'état liquide vers l'état solide amorphe. Si la transition est vers l'état solide cristallin il s'agit

alors d'une *cristallisation*. La température à laquelle le verre est soumis entre l'état solide et l'état liquide va changer sa viscosité de manière non linéaire, et c'est ainsi que le verre peut être déformé par un recuit thermique. Afin de mieux comprendre les effets de la température sur les propriétés du verre, il faut définir quelques paramètres importants :

- Température de transition vitreuse : température à partir de laquelle le verre commence sa transition de l'état solide vers l'état liquide,
- Température de recuisson : température à laquelle les contraintes thermiques créées lors de la solidification du verre sont libérées et
- Température de fusion : température à partir de laquelle le verre est considéré liquide.

Tous ces paramètres dépendent des propriétés du matériau mais la grandeur la plus importante pour notre application est la variation avec la température du coefficient de dilatation thermique. Ce coefficient détermine, entre autres, la capacité d'un matériau de résister aux chocs thermiques. Ainsi, un bas coefficient de dilatation thermique correspond à une haute résistance thermique. Le réchauffement, suivi d'un refroidissement trop rapide d'un verre, à cause de sa faible conductivité thermique, entraîne dans celui-ci des contraintes pouvant provoquer des casses dites thermiques. Par conséquent, le changement de ces températures doit être précisément contrôlé.



FIG. 3.25. Exemple d'une pièce en verre ayant subi un mauvais traitement thermique après la soudure anodique.

En particulier, un échauffement excessif au-dessus de la température de fusion peut produire un blanchissement ainsi que l'introduction de bulles d'air dans le verre, visibles sur la figure 3.25. En plus, si l'atmosphère de l'environnement n'est pas propre (en l'occurrence soit une salle blanche, soit des fours à flux d'azote continu), le dépôt de particules peut être présent très profondément dans la structure. Mais c'est surtout le refroidissement qui joue un rôle déterminant pour maintenir la qualité du verre après la recuisson. Quand la rampe de température est trop rapide, la relaxation de contraintes n'est pas suffisante et le risque

d'apparition de fissures persiste à cause des différences de volume molaire. La transition du verre résulte du ralentissement nécessaire pour atteindre l'équilibre avec le refroidissement qui évite une cristallisation (Fig. 3.26).

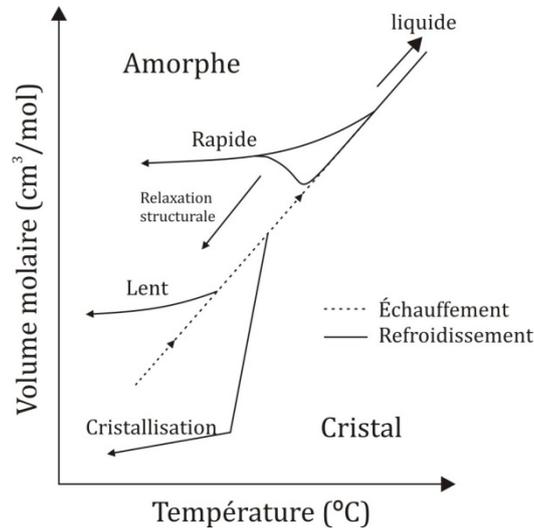


FIG. 3.26. Changement du volume molaire en fonction de la température. Il faut noter qu'un refroidissement trop rapide peut faire varier le volume molaire et produire des fissures.

La maîtrise de ces traitements thermiques constitue la principale difficulté de la mise en œuvre de la filière de fabrication de microlentilles par micro-moulage de verre. Un contrôle de la température très précis, effectué dans une atmosphère parfaitement contrôlée est donc indispensable pour obtenir un excellent résultat de réplcation.

3.2.3 Description de la filière de la fabrication de microlentilles en verre

Comme pour la fabrication de moules par gravure du silicium, le micro-moulage en haute température de microlentilles en verre doit être réalisé en salle blanche. La figure 3.27 illustre les étapes technologiques de cette filière de micro-moulage [CARRASCO 2005, ALBERO 2008]. La fabrication de microlentilles en verre commence par une oxydation thermique du moule pour créer une couche de quelques nanomètres de SiO₂ sur le silicium. Cette couche protège la surface du verre qui peut être endommagée pendant le démoulage. Avant de mettre en contact les deux substrats, l'air est évacué des cavités du moule, le couvercle en verre étant suspendu au dessus du wafer de silicium. Les substrats sont alors mis en contact et scellés par soudure anodique sous vide (Fig. 3.27 (a)). Ensuite, la température de la pièce soudée est mise à la température approchant la température de fusion du verre, en remplissant les cuvettes de moules maintenues sous vide (Fig. 3.27 (b)). Suite au refroidissement, le verre est aminci et poli pour obtenir une surface de qualité optique (Fig. 3.27 (c)). Les microlentilles sont alors prêtes pour

l'étape de démoulage. Cette dernière opération exige l'élimination du surplus du moule silicium par une gravure face arrière ouvrant le wafer de silicium. Cette opération est réalisée sélectivement (Fig. 3.27 (d) et (e)), afin de dégager des microlentilles en verre intégrées sur silicium (Fig. 3.27 (f)).

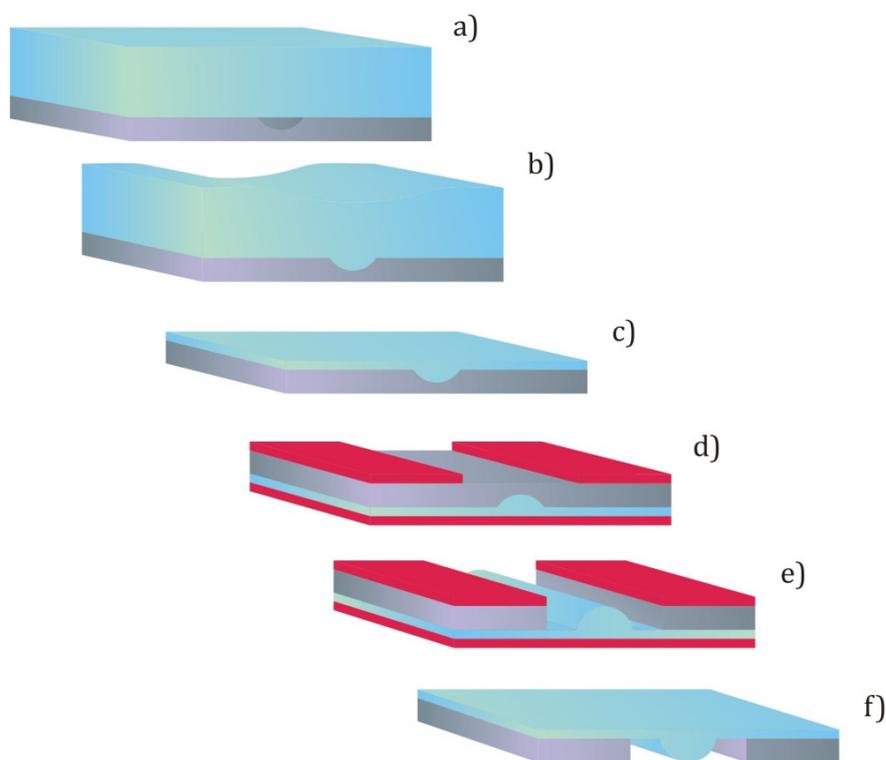


FIG. 3.27. Procédé de micro-moulage de microlentilles en verre de forme cylindrique : a) soudure anodique du moule silicium avec le substrat de verre, b) recuit du verre et remplissage des cavités, c) amincissement et polissage mécanique de la surface du verre, d) protection et photolithographie pour l'élimination sélective du silicium, e) élimination du silicium par gravure face arrière et f) élimination de la résine.

À différence du moulage de plastiques présenté dans la première partie de ce chapitre, le procédé de fabrication que nous venons de présenter est un ensemble d'étapes de microfabrication différents dont chacune possède ses propres particularités. Il est donc important de procéder à une calibration très méticuleuse de chaque étape, en tenant compte des spécificités de chaque type de moule.

3.2.4 Mise au point de la filière de fabrication

DÉFINITION DES PARAMÈTRES OPÉRATIONNELS DE LA FILIÈRE

Au départ, le moule silicium est oxydé thermiquement de façon à créer une couche d'oxyde à l'interface silicium-verre. L'épaisseur de cette couche est de l'ordre de 100 nm. Ensuite, le moule silicium ainsi que le substrat de verre sont nettoyés avec une solution de *piranha* ($H_2O_2:H_2SO_4$), et puis rincés à l'eau déionisée et séchées au jet d'azote. Le nettoyage au *piranha* élimine les contaminations venant des d'autres matériaux et pouvant dégrader la qualité de l'union ainsi que rendre hydrophile la surface du silicium. Compte tenu des rapports d'aspect parfois élevés de nos moules et des problèmes que cela peut entraîner (présentés dans la section 3.2.1), il est crucial d'améliorer la qualité d'activation des surfaces. Pour cela, nous avons eu recours au procédé d'activation utilisant l'équipement NP200 de *SUSS Microtech* [SUSS], basé sur le principe de décharges à barrière diélectrique (DBD). La décharge entre deux électrodes séparées se fait par création de plasma via un espace gazeux ionisé par l'application d'une tension de quelques kilovolts. Pour éviter la formation d'un arc électrique, qui conduirait à une dégradation du matériau, un isolant électrique en céramique est introduit entre les électrodes. L'épaisseur maximale tolérée est de 1.5 mm et la distance wafer-électrode doit être réglée précisément afin d'obtenir un plasma le plus homogène possible. Le principal avantage de cet actionneur de plasma froid est sa rapidité. Le temps d'activation de plasma par RIE prend, par exemple en moyenne 30 minutes à cause des étapes de pompage de la chambre, tandis que l'activation par DBD prend environ 5 secondes. Par la suite, la soudure anodique doit être réalisée dans un délai très court car la surface ne reste activée qu'une heure.

La soudure anodique est réalisée avec la machine de soudure EVG501 (Fig. 3.28) [EVG2], disponible à FEMTO-ST. Ce soudeur travaille dans une gamme de températures allant jusqu'à 550°C. Il est équipé d'une chambre à basse pression dans laquelle se trouve un porte-substrat qui permet d'appliquer la température nécessaire et sert aussi d'électrode pour la polarisation de l'ensemble pendant la soudure. Le moule silicium est placé sur le porte-substrat et, séparé par des taquets de quelques millimètres du substrat verre. L'épaisseur des taquets fournis par le fabricant pour séparer les deux substrats pendant le pompage est de 100 et 200 μm . Cet écart n'est pas suffisant pour l'évacuation complète de l'air dans les moules. Par conséquent, nous avons réalisé des séparateurs métalliques permettant une distance de séparation de 2 à 3 mm. Une cathode de forme circulaire est placée sur le verre pour homogénéiser le champ électrique et assurer une soudure uniforme sur la totalité du wafer. Quand les substrats sont positionnés convenablement, la chambre du soudeur est fermée et pompée jusqu'à atteindre une pression inférieure à 10^{-6} mbar, puis le porte-substrat est chauffé jusqu'à la température de 400°C. Quand ces valeurs de température et de pression sont atteintes, les substrats sont mis en contact et polarisés. Le temps moyen de soudure est d'environ 3h.



FIG. 3.28. Photographie de la machine de soudure anodique et thermocompression EVG501 [EVG2].

La suite du procédé continue par un recuit thermique de l'ensemble moule-verre à une température légèrement en dessous du point de fusion du verre, en l'occurrence 800°C. Le four utilisé est un four à moufle muni d'un programmateur qui permet un contrôle des rampes de température montante et descendante. La rampe thermique complète est montrée sur la figure 3.29. La rampe montante est de 2 heures avec un palier de température vers 800°C, température sur laquelle on stabilise le procédé pour une durée entre 45 minutes et 2 heures. Cette dernière durée dépend du rapport d'aspect des cavités soumises à la soudure. Ensuite, la rampe de refroidissement commence par une pente descendante et dure 3 heures. On abaisse la température à 560°C, correspondant à la température de recuisson du verre *Borofloat 33®*. L'échantillon reste à cette température pendant 10 heures pour libérer au maximum les contraintes résiduelles, pouvant créer la déformation des substrats. La présence de telles déformations peut conduire à produire à des variations d'épaisseurs lors du polissage, pouvant parfois l'empêcher. La deuxième pente descendante de la rampe de refroidissement est contrôlée pendant 8 heures, stabilisant la température à 60°C, assurant une température finale du procédé supérieure à la température ambiante ce qui met un terme au programme du four et permet de terminer le refroidissement à température ambiante.

L'opération de recuit produit des irrégularités à la surface de verre qui exigent une 'étape de finition par amincissement et polissage. L'amincissement permet d'égaliser l'épaisseur de verre sur la surface complète du wafer et de l'ajuster à la valeur souhaitée car la face plane du verre constitue la face plane du wafer de microlentilles. En outre, l'amincissement réduit le poids des microlentilles, qui constitue un paramètre critique lors de l'intégration de microlentilles sur des microactionneurs. L'étape de polissage est nécessaire afin de réduire la rugosité de la surface

amincie et d'obtenir une qualité optique. On estime qu'une précision du polissage à partir de $1/10$ de longueur d'onde ($\lambda/10$) est suffisante dans les applications microoptiques.

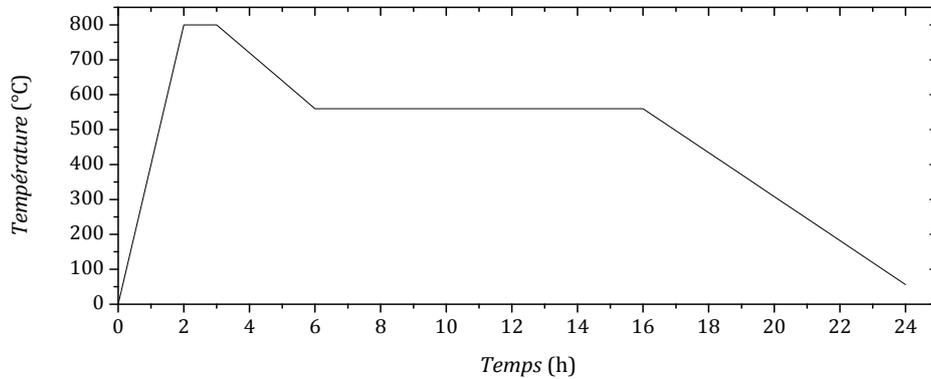


FIG. 3.29. Rampe thermique de recuit utilisée.

L'amincissement et le polissage du verre sont réalisés à l'aide d'une polisseuse mécanique *Logitech PM5* (Fig 3.30). D'une part, l'amincissement est réalisé avec de la poudre d'alumine (Al_2O_3) dont la taille moyenne de grains est de $9\ \mu\text{m}$, tandis que le polissage est réalisé avec de la poudre de silice colloïdale, dont la taille des particules est entre 3 et 5 nm. Cette poudre présente un risque de création d'agrégats de tailles jusqu'à 200 nm.



FIG. 3.30. Photographie de la polisseuse *Logitech PM5* utilisée pour l'amincissement et polissage du verre.

Pour être poli, le substrat est collé sur un film plastique d'épaisseur calibrée afin d'éviter des différences d'épaisseur lors du polissage. Ce film est immobilisé sous un bras rotatif de la

polisseuse avec la surface à polir tournée vers le plateau. Le bras rotatif est capable d'appliquer des pressions allant jusqu'à 4 kg. Le sélecteur de vitesses permet d'ajuster la vitesse de rotation d'entre 0 et 70 tours/min. Selon que l'on opère en régime de rodage (amincissement) ou de polissage, des différents plateaux sont utilisés, respectivement en fonte et en velours. Ce système est capable d'aligner automatiquement le bras rotatif en mesurant les écarts d'épaisseur de l'échantillon pendant le polissage.

Les microlentilles sont démoulées après l'étape de polissage. Le démoulage est réalisé en éliminant le silicium du moule par deux étapes de gravure. L'opération de démoulage commence par une photolithographie sur la face arrière du silicium (ayant encore une couche de SiO_2 et parfois du Si_3N_4). L'élimination du silicium par ouverture du wafer sur sa face arrière commence par la gravure sèche de type DRIE. Celle-ci dégage pratiquement toute l'épaisseur du silicium jusqu'à une faible épaisseur avant la surface du verre. Ainsi, on évite des dégradations de la surface de verre pouvant être endommagé par le bombardement ionique. Le silicium restant est éliminé par gravure humide (Fig. 3.27 (e)), et c'est durant cette dernière étape que la couche de SiO_2 thermique de 100 nm d'épaisseur créée sur le masque devient importante. Si le silicium utilisé pour la fabrication des moules est orienté (100), on peut avoir recours à des solutions alcalines, moins agressives avec le verre que la couche de SiO_2 sur la face arrière du silicium protégera par masquage. En outre, la couche intermédiaire de SiO_2 entre le silicium et le verre diminue le risque de blanchissement de la surface des microlentilles par l'attaque humide KOH.

Quand les substrats utilisés sont orientés (111), l'élimination du silicium devient plus difficile car les solutions alcalines attaquent très faiblement les surfaces orientées (111), tandis que les acides attaquent le silicium mais aussi le verre. Une alternative consiste à éliminer complètement le silicium par gravure sèche, considérant que la surface de verre joue partiellement le rôle de barrière à l'attaque DRIE. Il est cependant nécessaire de bien calibrer cette dernière phase de gravure sèche pour minimiser le risque de dégradations de la surface de verre. Une autre solution consiste à l'élimination de silicium par gravure humide HF/ HNO_3 dont la solution contient une proportion faible de HF, attaquant faiblement le verre. Quelque soit le choix de la procédure de gravure, la surface arrière (polie) du verre doit être protégée. Nous avons choisi une protection par dépôt de la résine AR-PC504 [ALLRESIST], résistante aux acides mais aussi au KOH. Quand la gravure du silicium est finie, la dernière étape de fabrication consiste à enlever la résine de protection. On obtient ainsi des microlentilles en verre intégrées sur une membrane de silicium.

CARACTÉRISATION DE MICROLENTILLES EN VERRE

La filière de fabrication de microlentilles par micro-moulage de verre en haute température est proposée dans ce manuscrit comme une alternative au moulage de plastique. Les avantages de cette technologie sont d'une part basés sur l'utilisation du verre qui est un matériau très stable

thermiquement et présentant des propriétés mécaniques intéressantes, et d'autre part, permettant l'intégration de microlentilles sur un MEMS silicium. Utilisant des mêmes moules que les microlentilles plastiques, les microlentilles en verre doivent présenter des paramètres dimensionnels et qualités optiques similaires à ceux fabriquées par moulage de matériaux plastiques. Leurs différences sont liées principalement à la différence d'indice de réfraction des matériaux utilisés pour la fabrication. Dans cette section nous allons maintenant analyser les résultats expérimentaux pour les microlentilles en verre en discutant les performances et difficultés technologiques de cette filière.

La première difficulté technologique à solutionner est la calibration de la distance de la séparation entre les substrats qui doivent être soudés. La figure 3.31 illustre comment une insuffisante évacuation d'air dans les moules pendant le pompage entraîne provoque des dégradations du profil de microlentilles. Les profils présentés ci-dessous sont obtenus à partir d'un même substrat de verre démoulé, les moules étant réalisés par double gravure anisotrope du silicium avec des profondeurs qui ne dépassent pas 10 μm . Le pompage de la chambre de la soudeuse a été réalisée en maintenant la distance de séparation entre les substrats de 200 μm . Après la soudure anodique, le substrat de verre a été recuit et poli en suivant les procédures décrites précédemment. Nous présentons trois profils typiques que l'on retrouve au démoulage, correspondant à la situation où le vide n'est pas parfait. La figure 3.31 (a) présente un profil de verre qui remplit la quasi-totalité de la cavité, mais où une petite bulle d'air bloque le fond de la cavité l'empêchant son remplissage complet. Dans ce cas, le rayon de courbure de la future microlentille est modifié avant la fin du remplissage. La figure 3.31 (b) montre un profil de verre qui commence à remplir la cavité enferme une poche d'air. En fin, la figure 3.31 (c) représente un cas extrême où c'est l'air non évacué qui va influencer le moulage de verre en produisant un profil « négatif » par rapport au profil qu'il devait acquérir lors d'un moulage satisfaisant. Ce dernier cas va produire des microlentilles divergentes en verre ayant un profil sphérique de profondeur non contrôlée, dépendante de paramètres tels que la quantité de produits de dégazage produits par la soudure anodique ou la viscosité atteinte par le verre pendant le recuit.

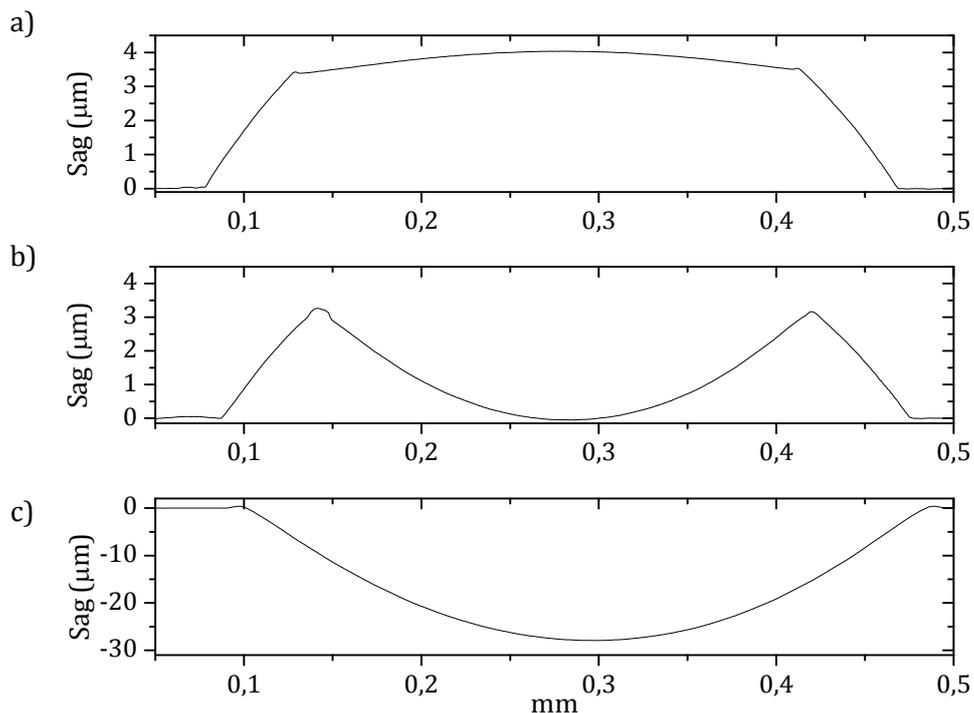


FIG. 3.31. Profils de microlentilles verre recuites et moulées dans des cavités où le vide n'est pas suffisant : a) reste une faible quantité d'air, b) quantité d'air plus élevée et c) pas d'évacuation de l'air.

Ces résultats démontrent qu'il faut précisément contrôler l'espacement entre les substrats pendant le pompage de la chambre. Les conséquences néfastes de mauvais pompage sur la qualité des microlentilles sont mesurables seulement à la fin du procédé de fabrication. Des techniques de mesure de la pression dans des cavités confinées comme la spectroscopie de masse peuvent être utilisées pour contrôler en temps réel l'atmosphère de la soudure anodique sous vide [MACK 1997] et indiquant si la fabrication doit se poursuivre ou doit être arrêtée. La figure 3.32 démontre que quand le rapport d'aspect des moules est faible, le contrôle du bon remplissage des cavités peut se faire uniquement par inspection visuelle.

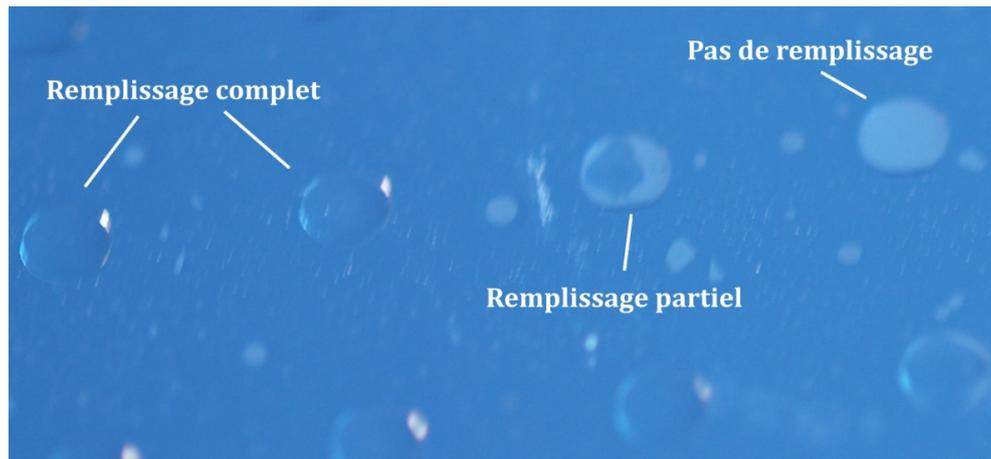


FIG. 3.32. État du remplissage de moules par du verre.

Un phénomène affectant les propriétés optiques des microlentilles est le blanchissement du verre au démoulage. Ce blanchissement résulte des dégradations de la surface de verre par la gravure de l'excédent du silicium. Quand le silicium est enlevé par gravure humide, elle s'arrête sur la surface en verre des microlentilles. Même si la vitesse de gravure du verre est très lente par rapport à la vitesse d'attaque du silicium, le verre borosilicaté est quand même légèrement gravé par la solution KOH et cette attaque superficielle dégrade la qualité de sa surface macroscopique en entraînant son blanchissement qui limite la transparence du verre (correspondant aux pas de procédé sur la figure 3.27 (d) et (e)). Une diminution de la température de la solution de gravure réduit l'effet de blanchissement, mais pour les moules plus profonds, il reste impossible de réduire une exposition prolongée à la gravure. On protège la qualité de surface du verre en fabriquant une couche mince d'oxyde thermique, déposée à la surface du silicium avant la soudure anodique et d'épaisseur de quelques nanomètres. Cette oxydation sert de masque de protection contre l'attaque de la solution KOH. La figure 3.33 montre deux exemples de microlentilles en verre borosilicaté, après la libération du silicium du moule produite par gravure humide KOH : dans le premier cas (a), le moule n'a pas été couvert par une couche d'oxyde thermique, et dans le second cas (b), on observe les effets bénéfiques de l'oxydation thermique rendant l'état de surface parfaitement propre après le démoulage.

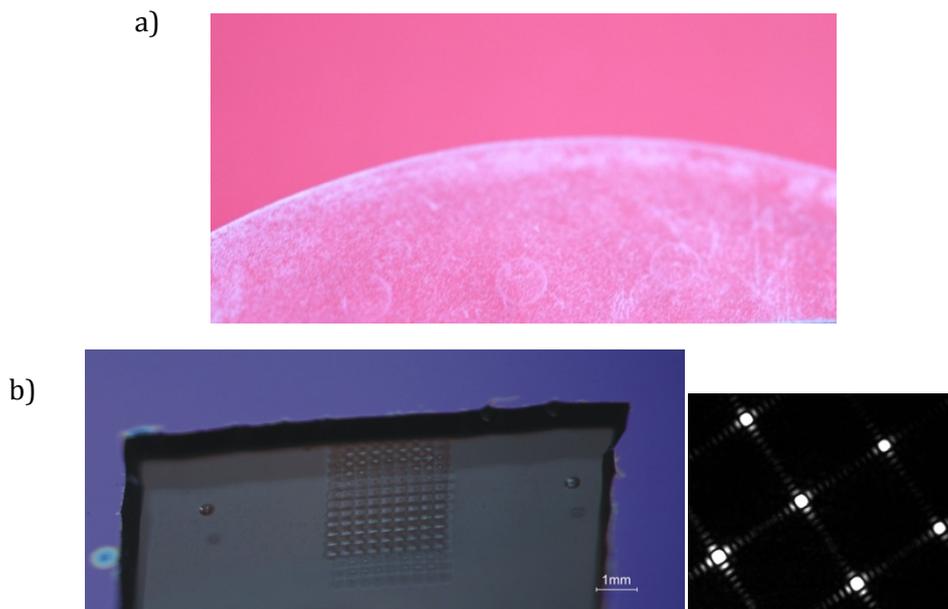


FIG. 3.33. Exemples de surface de verre libéré par gravure humide du silicium KOH : a) en absence de couche d'oxyde thermique et b) en présence d'une couche d'oxyde thermique et sa tâche focale (longueur focale = 150 μm).

Il faut noter que la mise en œuvre de toutes les solutions énumérées ici reste parfois insuffisante pour la fabrication de microlentilles en verre. En particulier, nous avons rencontré des difficultés de fabrication surtout quand les rapports d'aspect sont élevés et rendent laborieuse l'obtention d'un niveau de vide suffisant. La figure 3.34 représente un wafer de microlentilles cylindriques en verre avec des moules fabriqués à partir des deux types de gravure présentés dans le chapitre 2. Dans les deux cas, la qualité de fabrication est satisfaisante, mais le rapport d'aspect élevé des microlentilles fabriquées par gravure isotrope (Fig. 3.34 (a)) exige une séparation plus grande entre les wafers pendant le pompage de la chambre à vide haute pendant l'obtention de vide que pour la fabrication avec les moules obtenus par double gravure anisotrope (Fig. 3.34 (b)). On remarque sur la figure 3.34 (a) quelques microlentilles défectueuses sur les matrices de microlentilles sphériques car le vide n'a pas été obtenu.

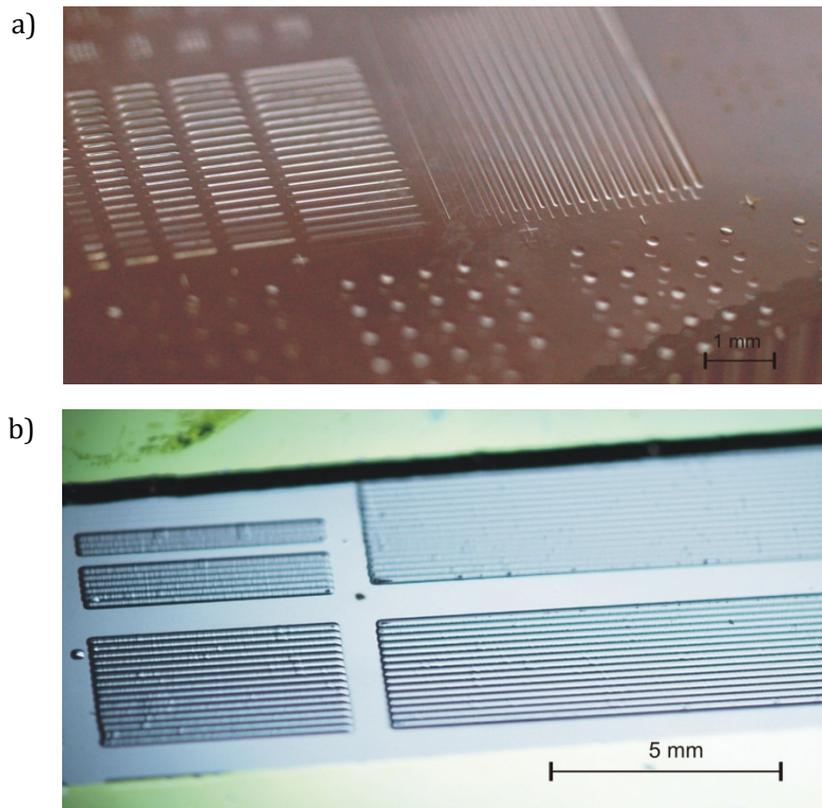


FIG. 3.34. Microlentilles cylindriques en verre fabriquées à partir des moules silicium : a) par gravure isotrope, de plusieurs tailles différentes et b) par double gravure anisotrope, largeur égale à $195\ \mu\text{m}$ pour tous les cylindres.

La figure 3.35 montre des différentes microlentilles en verre fabriquées par gravure isotrope dont la séparation entre le moule et le wafer de verre lors de l'obtention du vide pour la soudure anodique était d'environ 5mm. Le temps de recuit à la température de 800° (pic de la figure 3.29) a été de 1 heure et 15 minutes afin de bien remplir les moules, tandis qu'une durée entre 45 minutes et 1 heure est normalement suffisante pour le remplissage de moules obtenus par double gravure anisotrope.

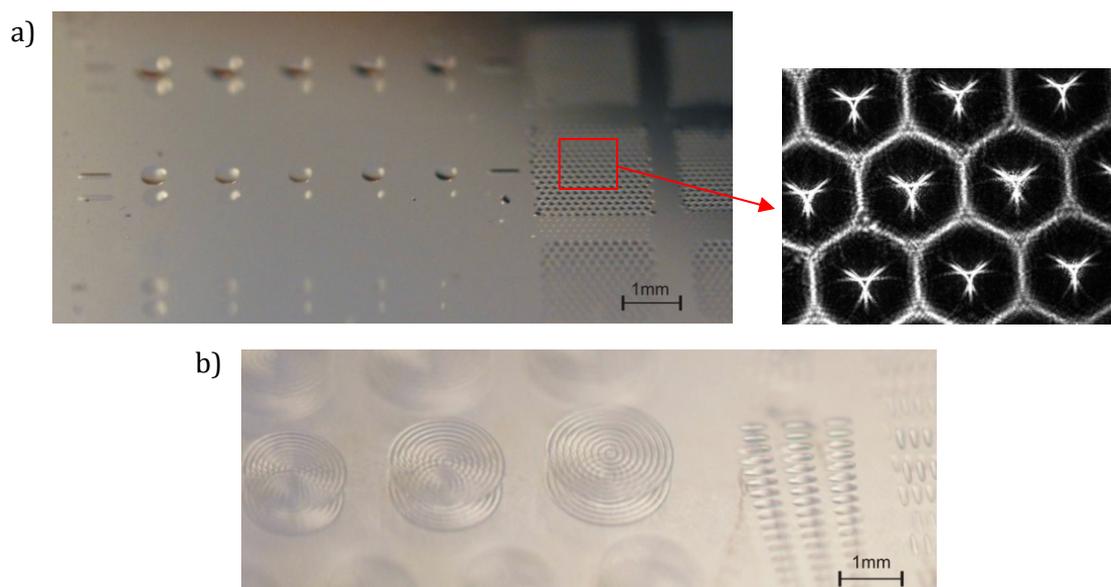


FIG. 3.35. Quelques exemples de réalisations de microlentilles en verre obtenues à partir de moules gravés isotropiquement : a) microlentilles sphériques de différents diamètres et matrices de microlentilles hexagonales, dont l'image de la tâche focale d'une d'elles ($2n=146\ \mu\text{m}$, $2m=152\ \mu\text{m}$, $f=343\ \mu\text{m}$), et b) matrices de couronnes circulaires et microlentilles ellipsoïdales de tailles différentes.

Analysant ces résultats, nous pouvons conclure que la fabrication de microlentilles en verre est plutôt adaptée au cas de microlentilles ayant une faible ouverture numérique et répliqués à partir de moules présentant un rapport d'aspect faible ou modéré. Il en résulte que dans ce cas le type de gravure humide qui convient mieux est la double gravure anisotrope.

3.3 Étude comparative de différentes techniques de moulage

Dans le tableau 3.4 nous avons résumé les principales caractéristiques de chaque méthode de moulage que l'on a développée.

Le recuit de verre présente des difficultés technologiques quand les moules présentent un facteur de forme élevé. Cette technique est donc mieux adaptée à la réalisation de moules par double gravure anisotrope. Pour utiliser cette filière avec des moules fabriqués par gravure isotrope il faut imposer des restrictions sur le rapport diamètre/profondeur du moules. Cette restriction est absente dans le cas du moulage avec matériaux plastiques, dont la réalisation appelle plutôt l'usage de la gravure isotrope. En revanche, la nécessité de passer par un moule intermédiaire en métal et le prix prohibitif des équipements pour le matriçage à chaud et la micro-injection de matériaux thermoplastiques constituent des facteurs limitatifs pour le prototypage ou étude de faisabilité. Ces équipements sont plus orientés vers la fabrication de

masse à un niveau industriel. Parmi les trois techniques de moulage de matériaux plastiques évaluées dans ce manuscrit, le moulage UV nous semble le plus adapté pour le prototypage grâce à sa rapidité, sa relative simplicité et son haute reproductibilité.

TABLEAU 3.4. Principales propriétés des microlentilles en fonction du procédé de moulage utilisé.

	Moulage de plastiques	Moulage de verre
Propriétés optiques	Bonnes, peut se dégrader avec le temps selon les matériaux	Bonnes
Résistance mécanique	Moyenne, généralement matériaux souples	Haute
Résistance thermique	Usage à des températures <120°C	Usage à des températures <500°C
Coûts de fabrication	Elevé pour matriçage à chaud Elevé pour micro-injection Bas pour moulage UV	Elevé
Temps de fabrication	Courts	Longs
Reproductibilité	Haute	Modéré ou basse
Limitations du rapport d'aspect	Sans limitation	Préférentiellement faibles
Facilité d'intégration sur des MOEMS	Faible	Haute

Le choix du matériau de réplication adapté à l'application visée constitue aussi un facteur pouvant influencer la sélection d'une technique ou d'une autre. Les matériaux plastiques, sont souvent moins chers et plus appropriés pour la fabrication de masse et l'utilisation dans des systèmes où les contraintes thermiques et mécaniques sont faibles. Si l'on aborde la fiabilité de matériaux plastiques, ils ont une tendance à vieillir et se dégrader avec le temps et leur potentiel d'intégration est faible. En revanche, le verre est plus résistant aux conditions d'environnement hostile et il présente d'excellentes propriétés mécaniques et physico-chimiques avec moins d'effets négatifs par vieillissement. Grâce à la facilité de souder le verre avec le silicium, permettant une intégration monolithique du composant microoptique sur un MEMS le verre devient un matériau de choix pour les microsystemes optiques.

En définitive, la principale étape critique de la filière de fabrication de microlentilles en verre est l'opération éliminant par gravure le moule silicium pour le démoulage de microlentilles. C'est

ainsi que la technique de moulage UV s'avère très utile comme moyen pour connaître la pertinence d'un moule à être utilisé pour la fabrication de microlentilles en verre.

3.4 Conclusions

Dans ce chapitre nous avons décrit les différentes méthodes de fabrication qui ont permis de répliquer et réaliser par micro-moulage des microlentilles en plastique et en verre à partir de moules dont le processus de fabrication est décrit Chapitre 2. Le matriçage à chaud, la micro-injection de matériaux plastiques et le moulage UV ont été évalués avec succès. Nous avons aussi présenté le procédé développé pour la fabrication de microlentilles en verre, en énumérant ses limitations et ses avantages.

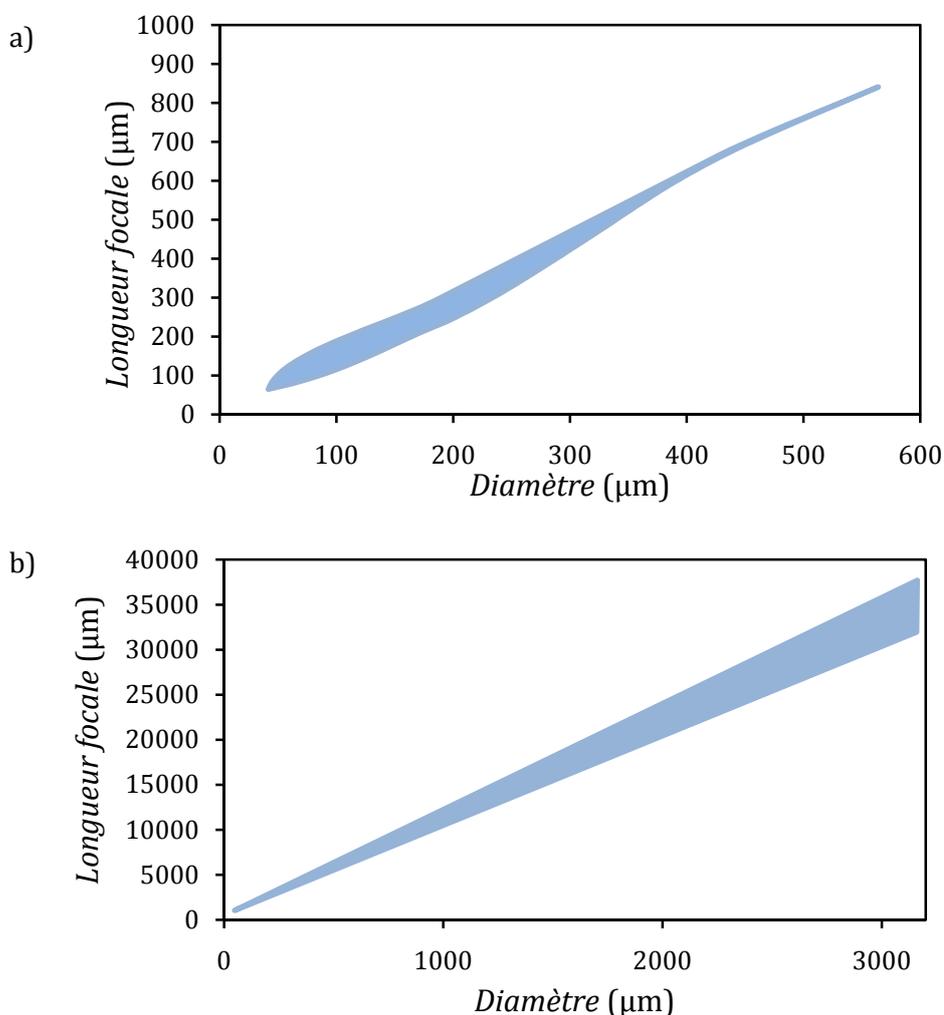


FIG. 3.36. Gamme de longueurs focales de microlentilles réalisées à partir de nos moules silicium fabriqués par gravure humide : a) isotrope et b) double anisotrope - en fonction du diamètre des microlentilles.

La figure 3.36 illustre la gamme de longueurs focales en fonction du diamètre des microlentilles que notre technologie est capable de réaliser à partir des moules silicium fabriqués par gravure humide.

Les moules obtenus par double gravure anisotrope permettent la fabrication de microlentilles de grands diamètres et faibles épaisseurs, ce qui conduit à des optiques de distance focale de plusieurs millimètres, et d'ouvertures numériques très faibles (<0.05). Quant aux moules gravés isotropiquement, ils produisent des microlentilles de petits diamètres et de grandes épaisseurs, dont la forme est proche d'un profil hémisphérique. Il en résulte des optiques avec des longueurs focales de quelques centaines de microns, et grandes ouvertures numériques (jusqu'à 0.5). Les résultats de caractérisation montrent des aberrations de front d'onde croissantes avec le diamètre des microlentilles. D'autres techniques dans la littérature offrent des microlentilles ayant des aberrations plus réduites, mais en revanche, notre filière de fabrication offre une technologie bien adaptée à la production de masse ainsi que permettant l'intégration dans les microsystèmes silicium offrant une bonne qualité optique.

Avec le terme du 3^{ème} Chapitre nous terminons la description de différentes filières technologiques développées dans le cadre de cette thèse. Le Chapitre 4 sera consacré à la présentation des applications découlant de l'utilisation des techniques de fabrication proposées. En outre, nous verrons que l'association deux types de gravure humide permettra d'étendre la gamme de tailles de microlentilles vers des diamètres supérieurs à 2,5 mm et profondeurs de plus de 100 μm .

Chapitre 4. Deux exemples de validation pour notre filière de fabrication de microlentilles

Aujourd'hui un nombre de plus en plus grand de secteurs économiques bénéficie des avantages des technologies MEMS. Grâce au développement de technologies de micro-usinage permettant une microfabrication fiable et à faible coût de composants microoptiques et optoélectroniques, l'intérêt pour les microsystèmes optiques est grandissant. Une des raisons de l'essor spectaculaire de microsystèmes optiques est que la taille du composant MEMS est compatible avec la taille de composants microoptiques. Par ailleurs, les microactionneurs MEMS sont appropriés pour contrôler, manipuler les faisceaux et fibres optiques ou déplacer des composants microoptiques. Enfin, l'utilisation de la technologie MEMS permet la réduction du coût de fabrication, la réduction de la consommation énergétique ainsi que la miniaturisation des systèmes et composants pour l'optique. L'approche de microsystèmes optiques que nous proposons dans ce chapitre illustre deux exemples de microscopes miniatures combinant les technologies de micro-usinage silicium avec la microoptique et offrant les avantages de l'instrumentation optique avec tout le potentiel des MEMS.

Une des difficultés majeures concerne l'intégration de microsystèmes optiques et MOEMS, pour lesquels il est souvent nécessaire de combiner des technologies hybrides, *à priori* non compatibles entre elles, ainsi que de respecter les contraintes sévères d'alignement de wafers optiques et wafers micromécaniques où les tolérances des empilements n'excèdent pas de quelques microns. Nous allons voir dans ce chapitre deux exemples de validation utilisant la technologie de fabrication de microlentilles, développée dans le cadre de cette thèse. Le premier exemple concerne la réalisation d'un microscope confocal sur puce, auquel on doit intégrer un doublet de microlentilles sur les membranes de deux actionneurs MEMS. Dans le deuxième exemple, une adaptation des techniques présentées ici permet de fabriquer des microlentilles moulées en verre de grande taille (plusieurs millimètres) et les intégrer dans un réseau de microscopes interférométriques de Mirau. Ici, la taille du microscope étant à l'échelle plus grande que dans le cas du microscope confocal (mais plus faible que des microscopes massifs), on peut parler de microscopes interférentiels sur wafer, dédiés à l'inspection rapide de MEMS et MOEMS.

4.1 Microscope confocal sur puce

En microscopie optique à balayage, l'association de techniques collectives de fabrication et l'utilisation de matrices de détecteurs et lasers semi-conducteurs apporte la miniaturisation et la parallélisation de la mesure, pouvant améliorer en particulier la vitesse d'acquisition limitée des microscopes. Pour étendre le champ conventionnel d'application des microscopes optiques à balayage, nous proposons une approche d'intégration sur puce, permettant la réalisation d'architectures particulièrement compactes et parallélisables.

Le projet de développement du microscope confocal sur puce a démarré en 2004 en tant que projet transverse de FEMTO-ST et a été soutenu dans le cadre du Réseau Européen d'Excellence en Micro-Optique (NEMO, Network of Excellence on Micro-Optics). L'intégration sur puce d'un tel microsystème exige la réalisation d'un scanner microoptique 3D, où des microlentilles sont intégrées sur des microactionneurs électrostatiques. Pour répondre à cette exigence, il faut empiler verticalement les briques de base du microscope sur puce (bloc d'illumination, microactionneurs, détection), ces briques multi-matériaux (plastique, verre, silicium) étant fabriquées par des technologies hybrides en faisant appel aux techniques de soudure opérant en température élevée et exigeant un parfait état des surfaces des interfaces et une absence de contraintes résiduelles.

L'instrument miniature proposé permettra de réaliser les mêmes tâches de topographie que les microscopes massifs, tout en améliorant leur efficacité en élargissant leur champ d'applications à l'inspection *in situ* et *in vivo*. Il faut noter que les microscopes confocaux commerciaux atteignent aujourd'hui des résolutions à l'échelle sub-longueur d'onde, qui seront encore difficiles à obtenir par des instruments miniatures. En revanche, la miniaturisation permet

d'effectuer des mesures parallèles avec une résolution de 2 à 3 μm , grâce à des microsystèmes portables et à bas coût.

4.1.1 Principes de la microscopie confocale

Le microscope confocal est un microscope optique qui a été décrit par Minsky en 1953 et breveté en 1961 [MINSKY 1961]. Son principe est basé sur le balayage point par point de la surface de l'échantillon (typiquement transparent), obtenu en focalisant un faisceau laser à l'aide d'une lentille (Fig. 4.1). Pour cela, on place un diaphragme (ou sténopé) devant le détecteur, dans le plan focal conjugué de la lentille (d'où le terme confocal). Ce sténopé filtre la lumière provenant de la diffusion des zones voisines au plan focal et laisse passer vers le détecteur uniquement la lumière venant du plan focal de la lentille. Le faisceau laser étant balayé dans le plan horizontal (en X et en Y) sur l'objet, on reconstruit des images 2D de très faible profondeur de champ ($<0.5 \mu\text{m}$). Le positionnement de l'image dans la profondeur de l'échantillon est généralement obtenu en déplaçant verticalement (dans l'axe Z) l'échantillon (où le système optique, dépendant de l'architecture) à l'aide d'un actionneur piézoélectrique par pas successifs de quelques centaines de nanomètres.

Le plan focal du système optique peut alors être déplacé suivant la profondeur de l'échantillon (ou axe Z sur la figure 4.1) afin d'obtenir des tranches dont la reconstruction permet la restitution de la topographie tridimensionnelle de l'objet. L'image n'est alors pas issue de l'observation directe de l'objet mais d'une reconstruction par ordinateur.

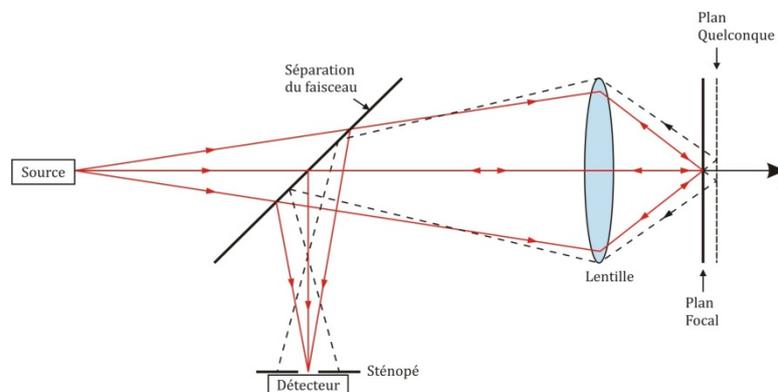


FIG. 4.1. Principe de fonctionnement d'un microscope confocal.

La raison du développement d'un microscope confocal miniaturisé est précisément d'associer le design original, la fabrication de composants microoptiques et micromécaniques appropriés, l'intégration multi-wafer de briques élémentaires et la validation expérimentale d'un microsystème optique complet fabriqué collectivement et à bas coût.

Nous visons une réduction d'échelle de l'ordre de 500 à 800 fois par rapport à la taille des microscopes massifs, dont l'architecture sera portable et opérant en consommation d'énergie réduite. Enfin, sa configuration matricielle permettra une inspection d'échantillons ultra rapide. Afin de reconstruire des images en trois dimensions des échantillons inspectés, le système utilise un doublet de microlentilles, chacune étant montée sur la membrane d'un micro-actionneur électrostatique silicium. L'un des actionneurs électrostatique est conçu pour déplacer une première microlentille verticalement (axe Z) pour focaliser le faisceau lumineux dans le plan de l'échantillon, tandis que l'autre, qui est une table X-Y, sert à balayer spatialement la surface de l'échantillon.

Le microscope confocal permettra la lecture 3D de données avec une résolution latérale entre 1.5 et 2.5 μm , ce qui offrira son utilisation pour des applications d'imagerie fluorescente de milieux biologiques, comme par exemple pour le diagnostic du cancer colorectal ou pour le contrôle de la qualité des eaux. Les caractéristiques et les performances attendues de ce type de microscope, encore sous développement, sont décrites dans le tableau 4.1.

TABLEAU 4.1. Caractéristiques du microscope confocal sur puce.

Résolution	Type de balayage X-Y	Surface d'inspection	Vitesse d'inspection X-Y	Pas de focalisation	Taille
1.5 à 2.5 μm	Raster scanning	60x60 μm^2	3.6 sec/image	0.5 μm sur 60 μm	1 cm^3

4.1.2 Architecture du microscope confocal MEMS

L'architecture du microscope confocal sur puce proposé est présentée sur la figure 4.2. Il est composé d'un bloc d'illumination/détection et d'un scanner microoptique 3D basé sur deux actionneurs électrostatiques en silicium qui sont assemblés verticalement. Chacun de ces actionneurs porte une microlentille, qui ensemble permettront le balayage du volume de l'échantillon dans les trois dimensions de l'espace. L'actionneur supérieur est de type électrostatique à plaques parallèles. La plaque mobile contient une suspension avec une membrane en silicium portant la microlentille. La contre-électrode permet d'ajuster le déplacement hors-plan de la plaque mobile sur une distance égale à un tiers de l'espacement initial entre les plaques. Cet actionneur est donc conçu pour déplacer la microlentille verticalement afin de changer le plan de focalisation du système de balayage suivant l'axe Z. L'actionneur inférieur est une table X-Y dont le mouvement est basé sur des actionneurs à peignes interdigités, portant en suspension une membrane centrale sur laquelle une deuxième

microlentille sera intégrée pour se déplacer dans le plan horizontal. Les actionneurs sont ancrés au substrat central en ayant recours à un système de suspension à base de poutres.

L'avantage de cette dernière architecture est de pouvoir découpler les mouvements horizontaux suivant les axes X et Y. L'association du mouvement vertical de la première microlentille avec le déplacement horizontal de la deuxième suivant un balayage de type « raster scanning » (ligne par ligne) permet de relever la topographie 3D de l'échantillon.

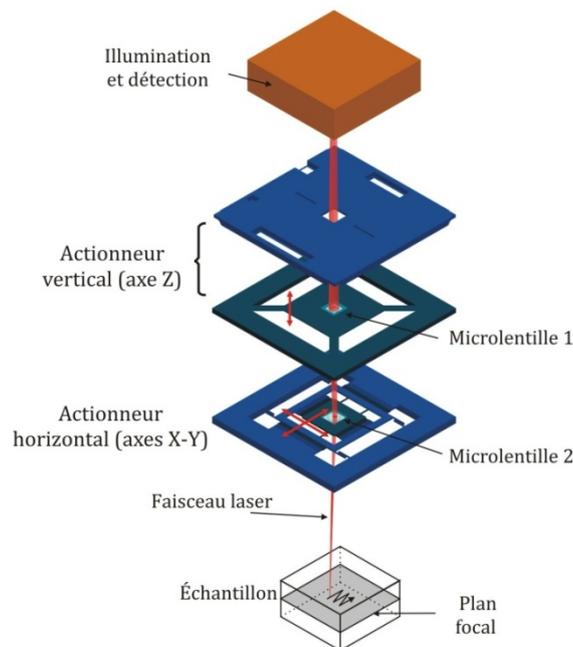


FIG. 4.2. Architecture du microscope confocal sur puce [BARGIEL 2006].

Pour définir le bloc d'illumination, deux configurations ont été proposées en fonction des applications envisagées. La première application vise l'imagerie classique qui utilisera une source laser monochromatique, un laser à cavité verticale émettant par la surface (VCSEL, acronyme de l'anglais *Vertical-Cavity Surface-Emitting Laser*) que l'on utilisera également tant que détecteur (Fig. 4.3 (a)) grâce à l'exploitation du mécanisme de réinjection optique [HEINIS 2006]. Dans une diode VCSEL, une variation de la réinjection optique produit une modification de la tension aux bornes des électrodes. La variation de tension étant faible, la sensibilité de détection est améliorée en modulant la réinjection optique lorsqu'on fait osciller mécaniquement la longueur de la cavité couplée, constituée par la face de sortie du VCSEL et la surface de l'échantillon. Il en résulte une modulation de la tension aux bornes du VCSEL que l'on extrait via un détecteur synchrone et que l'on traduit en termes de variations locales de la réflectivité de l'échantillon.

La deuxième application du microscope confocal MEMS vise d'avantage l'imagerie fluorescente exigeant une diode électroluminescente (LED) ou un laser accordable à spectre d'émission large. L'architecture du bloc d'illumination est alors basée sur une source d'illumination, un cube séparateur, un sténopé et une caméra CMOS intégrée (Fig. 4.3 (b)).

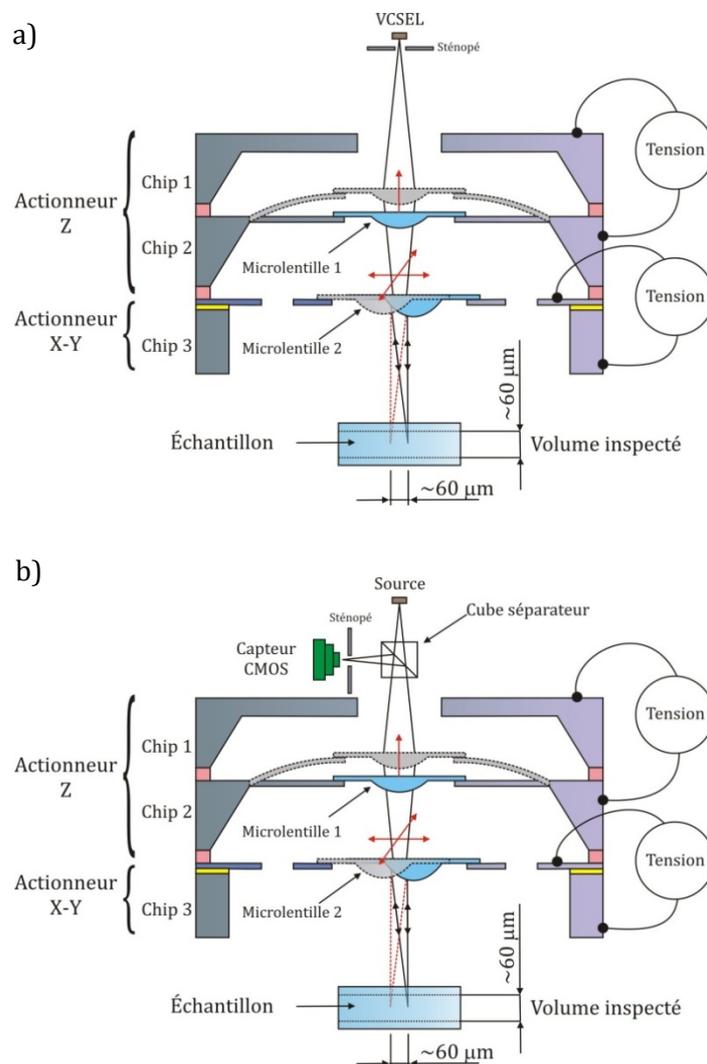


FIG. 4.3. Vue en coupe de 2 architectures proposées avec différents blocs d'illumination/détection utilisés, a) VCSEL utilisé en tant que source et détecteur ; et b) source laser accordable et capteur CMOS.

4.1.3 Intégration des microlentilles sur les actionneurs

La figure 4.3 illustre comment le doublet de microlentilles sera intégré aux micro-actionnements en silicium du scanner du microscope confocal MEMS. La technologie de fabrication des deux actionneurs électrostatiques et celle des microlentilles ont été développées en parallèle, la stratégie étant d'intégrer les microlentilles soit par intégration monolithique, soit par hybridation. Les microactionneurs ont été réalisés par S. Bargiel et K. Laszczyk au sein de

l'équipe MOEMS de C. Gorecki à FEMTO-ST. L'architecture de la suspension de la table X-Y repose sur une approche dite *frame-in-the-frame* (cadre-dans-le-cadre), en référence aux deux cadres isolés électriquement qui permettent de déplacer la membrane suspendue en découplant les mouvements suivant les directions X et Y (Fig. 4.4). Pour réaliser cette structure, l'actionneur est fabriqué sur un substrat de type SOI (*Silicon-On-Insulator*) où une fine couche isolante d'oxyde de silicium sépare deux couches silicium, la couche fonctionnelle et la base. Un procédé de fabrication complexe permet d'utiliser la couche de SiO_2 comme matériau isolant les cadres, comme il est montré dans l'encart de la figure 4.4(b) [LASZCZYK 2010].

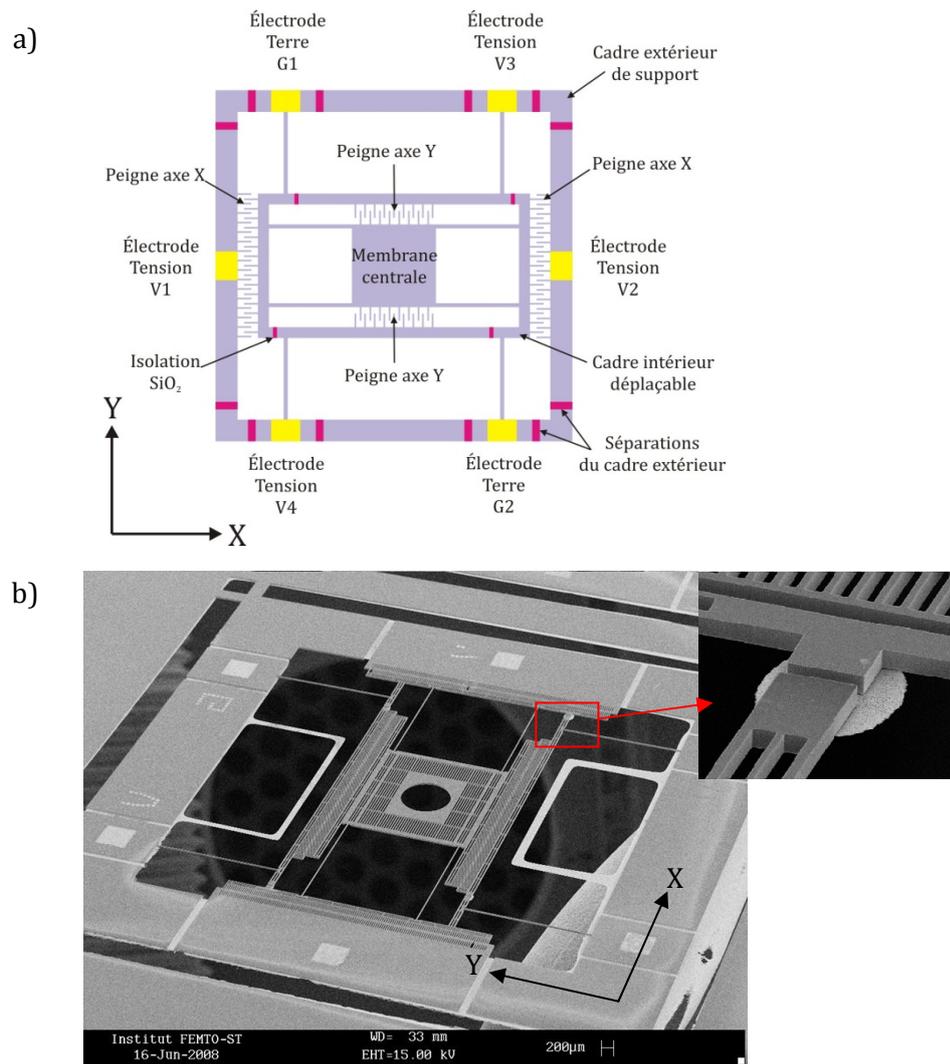


FIG. 4.4. Design et réalisation de la table X-Y : a) vue schématique du placement des électrodes et des ponts d'isolation permettant d'alimenter les électrodes, b) image MEB de la table X-Y avec les détails de l'usage du SiO_2 pour l'isolement de deux cadres. Il faut noter que l'ouverture centrale de la membrane est prête à accueillir une microlentille.

En mode statique, la table X-Y permet des déplacements de $\pm 37 \mu\text{m}$ suivant la direction Y et $\pm 28 \mu\text{m}$ suivant la direction X si l'on applique une tension de 100 V.

La plaque mobile de l'actionneur vertical à plaques parallèles est conçue comme une membrane ancrée au substrat de silicium par une suspension sur ressorts. Quand une tension est appliquée à la contre-électrode, une force électrostatique déplace la membrane verticalement. Plusieurs configurations du système de suspension ont été étudiées (Fig. 4.5 (b)), mais celle reproduite par la figure 4.5 (c) s'est révélée la plus performante en termes de la course du déplacement hors-plan. La fabrication de cet actionneur repose sur l'utilisation d'un wafer standard de silicium où le contrôle précis de l'épaisseur de la membrane active reste un des points critiques.

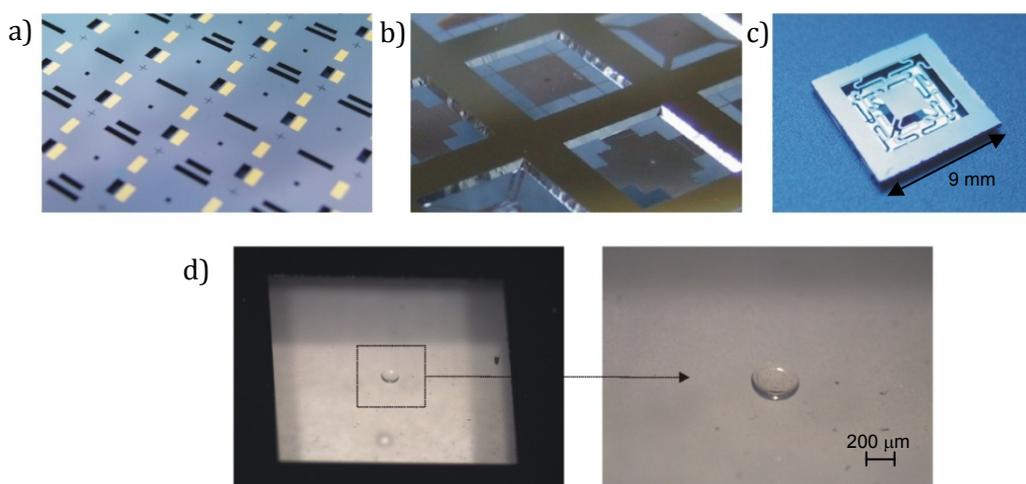


FIG. 4.5. Microactionneur à plaques parallèles : a) électrodes supérieures sur un wafer avant la découpe, b) différentes suspensions de la membrane active fabriquées sur un même wafer, c) électrode et plaque mobile après l'assemblage mais sans la microlentille [BARGIEL 2006] et d) microlentille en verre soudée sur la membrane active de la plaque mobile et agrandissement de la microlentille en verre (diamètre égal à $400 \mu\text{m}$) [LASZCZYK 2008].

La technique de fabrication de microlentilles en verre, présentée dans le chapitre précédent, est bien adaptée pour l'intégration sur les deux microactionneurs électrostatiques en silicium. Pour protéger les suspensions fragiles de la table X-Y, il nous semble approprié de fabriquer d'abord la microlentille puis d'usiner le silicium et libérer le cadre mobile de la micro-table, car tous les procédés requis pour la fabrication de l'actionneur sont compatibles avec le moulage verre. A contrario, la fabrication de l'actionneur avant celle de la microlentille ne paraît pas pertinente puisque d'une part, la fabrication de la lentille nécessite une épaisseur minimale de silicium pour créer le moule et, d'autre part, le procédé de moulage en haute température génère un niveau important de contraintes résiduelles, risquant de casser la structure fragile de la suspension.

C'est pourquoi, dans le cas des versions préliminaires de cet actionneur X-Y, la membrane centrale contient une ouverture circulaire, prête à recevoir une microlentille fabriquée séparément puis collée. Une version plus évoluée de la table X-Y permettra l'intégration de la microlentille avant la libération du cadre mobile de la table.

Dans le cas de l'actionneur à plaques parallèles, dont le système de suspension est moins fragile que celui de la table X-Y, la solution de moulage verre est également bien adaptée. Ici, la libération de la microlentille du moule réalisé par gravure humide peut être obtenue en même temps que le wafer de silicium est gravé pour créer la membrane (Fig. 4.5 (d)).

Avec les différentes gammes de tailles disponibles grâce aux différentes techniques de fabrication des moules silicium que nous avons développées, il devient possible de choisir de nombreuses configurations de microlentilles, offrant une large gamme de distances focales.

4.2 Réseau de micro-interféromètres sur wafer pour l'inspection des MEMS et MOEMS

Le cadre de la réalisation du réseau de micro-interféromètres dédiés à l'inspection des MEMS concerne le projet SMARTIEHS (SMART InspEction System for High Speed and multifunctional testing of MEMS and MOEMS) qui est un projet collaboratif européen du 7^{ème} programme-cadre (FP7) de l'Union Européenne [SMARTIEHS]. Ce projet vise à développer un système d'inspection intelligente et ultra rapide pour la production de MEMS et MOEMS. Le but du système proposé est de réduire le temps d'inspection d'au moins un ordre de grandeur grâce à l'inspection massivement parallèle afin de diminuer les coûts et répondre aux cadences de chaînes de production.

4.2.1 Nouveau concept d'instrumentation parallèle sur wafer

Pour compléter la gamme des instruments de métrologie massifs pour la caractérisation de microsystèmes, le projet Européen SMARTIEHS propose un concept de mesure parallèle, qui utilisera des matrices de microinterféromètres alignés sur un substrat de composants MEMS à mesurer, sortant de la ligne de production. Si on s'arrange à ce que l'inter-distance entre deux micro-interféromètres soit la même que la distance entre deux composants MEMS voisins, les procédés standards de l'alignement, couramment utilisés par les équipements de la lithographie, sont ici appliqués. On obtiendra ainsi une mesure simultanée de 100 composants microélectroniques via une matrice 10x10 de micro-interféromètres. Cette approche de mesure optique, couplée à l'utilisation d'un système d'alignement industriel standard permettra de réduire le coût et la cadence de la tâche de métrologie. Ceci rend le système intéressant, non seulement pour les fournisseurs des équipements de mesure, mais aussi pour les fabricants de microsystèmes.

Le système est basé sur une approche multifonctionnelle de la mesure, pour mesurer grâce au même système à la fois des paramètres statiques et dynamiques du MEMS qui sera typiquement une membrane active (de gyromètre, de microphone ou bien de capteur de pression). L'aspect multifonctionnel repose sur l'utilisation de deux têtes de mesure disposées en série. L'une contient un réseau de microinterféromètres en lumière partiellement cohérente (LCI, acronyme de l'anglais *Low Coherent Interferometer*) de type Mirau, tandis que l'autre se compose d'un réseau de microinterféromètres laser (LI, acronyme de l'anglais *Laser Interferometer*) de type Twyman-Green. L'interféromètre de Mirau, permettra de mesurer les paramètres statiques du MEMS tels que la topographie, tandis que l'interféromètre de Twyman-Green servira à extraire les paramètres dynamiques tels que la forme de modes de résonance et la distribution d'amplitudes de la vibration. Dans sa version préliminaire, chaque catégorie de microinterféromètres est disposée en matrice 5x5 centrée sur un substrat de 4", ce qui permet de tester simultanément 25 MEMS d'une matrice au lieu de déplacer un périphérique de test unitaire sur la matrice de MEMS.

Dans la suite de ce chapitre, nous allons présenter les architectures de ces deux interféromètres, en portant une attention particulière à la configuration de Mirau car elle intègre des microlentilles fabriquées par moulage verre, utilisant la filière de fabrication décrite dans le Chapitre 3.

4.2.2 Architecture complète du système d'inspection SMARTIEHS

L'architecture générale du système d'inspection SMARTIEHS est illustrée sur la figure 4.6, où le bâti de l'interféromètre multicanal permet de construire un appareil double cœur combinant les deux wafers de microinterféromètres Mirau et Twyman-Green (LCI et LI) disposés côte à côte. Chacune des deux matrices est illuminée par une matrice de sources spécifiques diode de type LED dans le cas du LCI et diodes laser dans le cas du LI. Les matrices d'illumination sont conçues de façon à pouvoir être ajustées mécaniquement leur position sur le wafer microoptique (interféromètres) et assurer de la bonne qualité de collimation pour chaque canal de mesure. Un gros cube séparateur est positionné au dessus de chaque matrice d'interféromètres pour guider les faisceaux de lumière issus des sources d'illumination et rediriger les signaux d'interférences vers la matrice de détecteurs. Pour chaque interféromètre individuel, les fonctions de détection et d'illumination sont individualisées, conférant une capacité d'analyse indépendante de chaque canal de mesure.

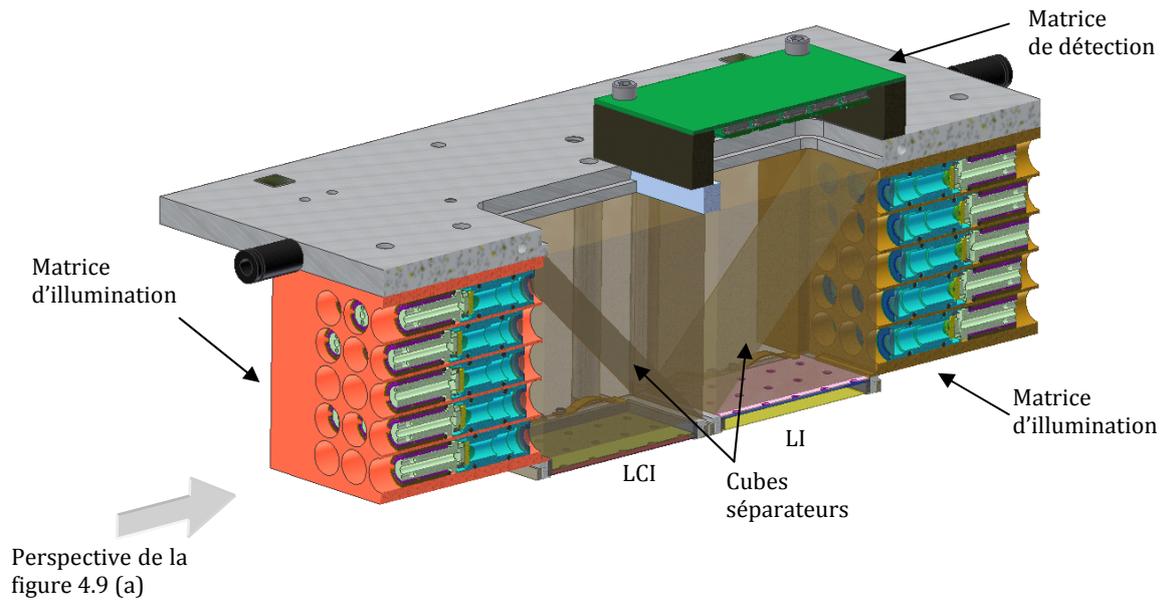


FIG. 4.6. Découpe de l'architecture générale des interféromètres sur le système SMARTIEHS. Seulement une des matrices de détection est représentée.

RESEAU D'INTERFEROMETRES DE TWYMAN-GREEN A ILLUMINATION LASER

L'architecture du microinterféromètre de Twyman-Green à illumination laser est représentée sur la figure 4.7 [JÓZWIK 2009]. Cet interféromètre est un composant microoptique multi-wafer en verre, combinant des différents composants optiques diffractifs avec une microlentille réfractive. Sur la face supérieure du premier substrat en verre est gravé un réseau de diffraction (E.D. (1)), couplant uniquement l'ordre de diffraction 1 d'un faisceau incident déjà collimaté en amont vers un deuxième élément diffractif (E.D. (2)), placé à l'interface entre les deux substrats de verre. Ce dernier composant joue le rôle de lame séparatrice de l'interféromètre, diffractant une partie de l'intensité incidente vers l'échantillon à mesurer et redirigeant l'autre partie vers le bras de référence qui contient le miroir de référence et un réseau de diffraction dans la configuration de Littrow (les angles d'incidence et de diffraction de la lumière sur le réseau sont quasi identiques) [BORN 1980 III]. Le faisceau réfléchi par l'échantillon et le faisceau de référence sont recombinaés par E.D. (2) et la figure d'interférences collectée sur le détecteur matriciel à travers une lentille réfractive placée sur la face de sortie du substrat supérieur.

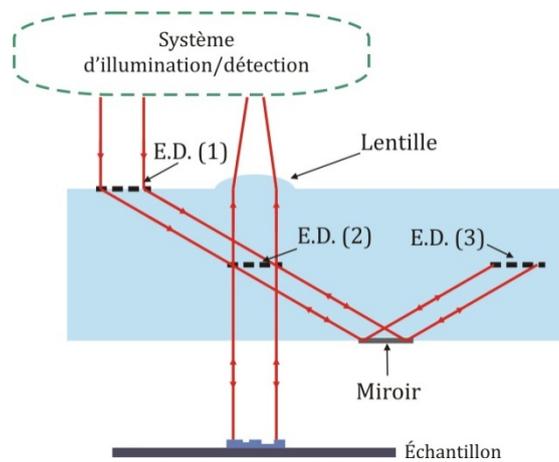


FIG. 4.7. Schéma d'un microinterféromètre individuel de Twyman-Green du système SMARTIEHS. Les éléments diffractifs sont indiqués E.D. (n), $n=1, 2, 3$.

La source d'illumination est une diode laser émettant à la longueur d'onde de 660 nm, dont le faisceau est collimaté par une lentille asphérique.

Les réseaux de diffraction sont fabriqués par la lithographie électronique dont les principes ont été exposés dans la section 1.2.2.1. Ici, une résine électronique est déposée sur un substrat de verre, recouvert au préalable par une couche de chrome (couche conductrice). La résine est exposée sélectivement au faisceau d'électrons et développée afin d'obtenir un motif qui sert de masque pour le transfert sur la couche de chrome. Celle-ci, joue le rôle de masque pour le transfert du motif sur le substrat par gravure sèche. Finalement, le chrome du masque est éliminé et le réseau prêt à l'emploi.

RESEAU D'INTERFEROMETRES DE MIRAU A ILLUMINATION PARTIELLEMENT COHERENTE

Le réseau de microinterféromètres de Mirau à cohérence partielle s'appuie sur l'empilement de matrices de trois composants microoptiques principaux [GASTINGER 2009]. L'architecture d'un micro interféromètre individuel (Fig. 4.8 (a)) système une lentille réfractive plan-convexe, réalisée sur la face supérieure d'un substrat de verre. La microlentille collecte la lumière et la focalise sur l'échantillon à travers une lame semi-transparente. Cette dernière renvoie une partie du faisceau incident vers un miroir de référence déposé sur la face plane de la microlentille, créant le faisceau de référence. La lumière du bras de mesure, rétrofléchi par l'échantillon, se recombine avec le faisceau de référence et donne lieu à une figure d'interférences collectée du bras de mesure à travers la microlentille sur un détecteur d'imagerie.

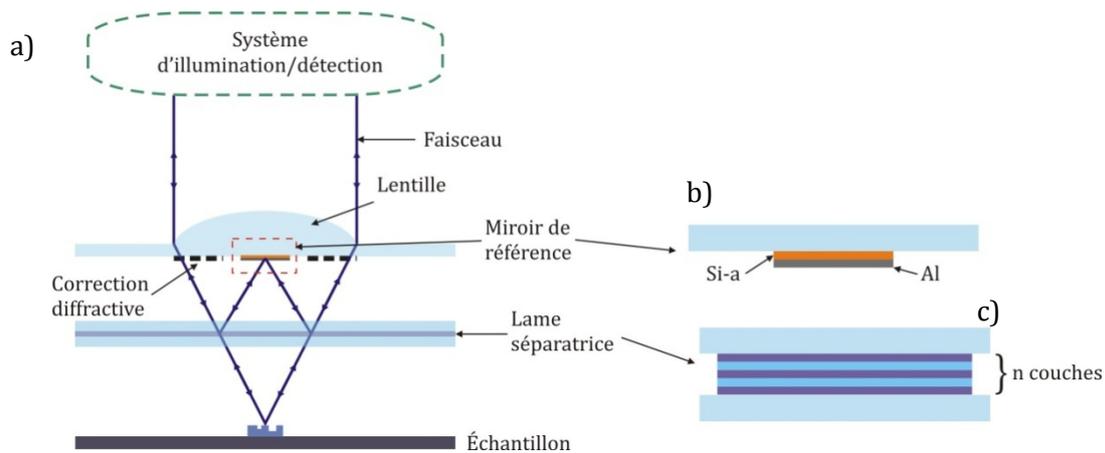


FIG. 4.8. Schéma d'un microinterféromètre individuel de Mirau : a) vue générale, b) agrandissement du miroir de référence et c) structure de la lame semi-transparente.

Cet interféromètre travaillant avec une source de lumière non monochromatique, un réseau de diffraction est gravé sur la face plane inférieure de la micro-lentille autour du miroir pour la correction de ses aberrations chromatiques et géométriques. Pour égaliser les chemins optiques du bras de référence et du bras de mesure, correspondant à une qualité optimale de franges, l'empilement multi-couches de la lame séparatrice est pris en sandwich par deux substrats de verre identiques.

La contribution des travaux de cette thèse au projet SMARTIEHS concerne la fabrication de matrices de microlentilles en verre. Dans ce qui suit, nous verrons comment la filière de moulage verre est adaptée pour la réalisation des optiques de la configuration Mirau. Quant aux miroirs de référence, ils sont fabriqués par un dépôt de deux couches minces dont l'une est réfléchissante et l'autre absorbante. La couche réfléchissante est métallique, en l'occurrence de l'aluminium. Entre le substrat de verre et la couche métallique on dépose, une couche intermédiaire de silicium amorphe, qui joue le rôle de couche absorbante de lumière, protégeant le capteur d'imagerie des interférences parasites et le contraste des franges d'interférence (Fig. 4.8 (b)). La correction diffractive, qui est un réseau de diffraction annulaire, est fabriquée par l'insolation laser d'une couche de résine photosensible déposée sur la face plane des microlentilles, entourant le miroir de référence [DANNBERG 1999]. La structure complète multi-couches de la lame séparatrice est modélisée avec des indices de réfraction différents et de façon à ce que les épaisseurs de couches correspondent au quart de la longueur d'onde incidente (Fig. 4.8 (b)). Grâce aux interférences multiples, un nombre adapté de couches minces produit un rapport intensité réfléchie/intensité transmise égal à 50/50.

MONTAGE DU SYSTEME D'INSPECTION COMPLET

Le système d'inspection interférométrique complet est monté sur une station de test PA200 de SUSS [CMICRO]. Cette station semi-automatique permet de positionner les wafers MEMS à mesurer avec une précision requise. La figure 4.9 montre un schéma de la plateforme PA200 associé à la tête de mesure interférométrique de SMARTIEHS [GASTINGER 2010].

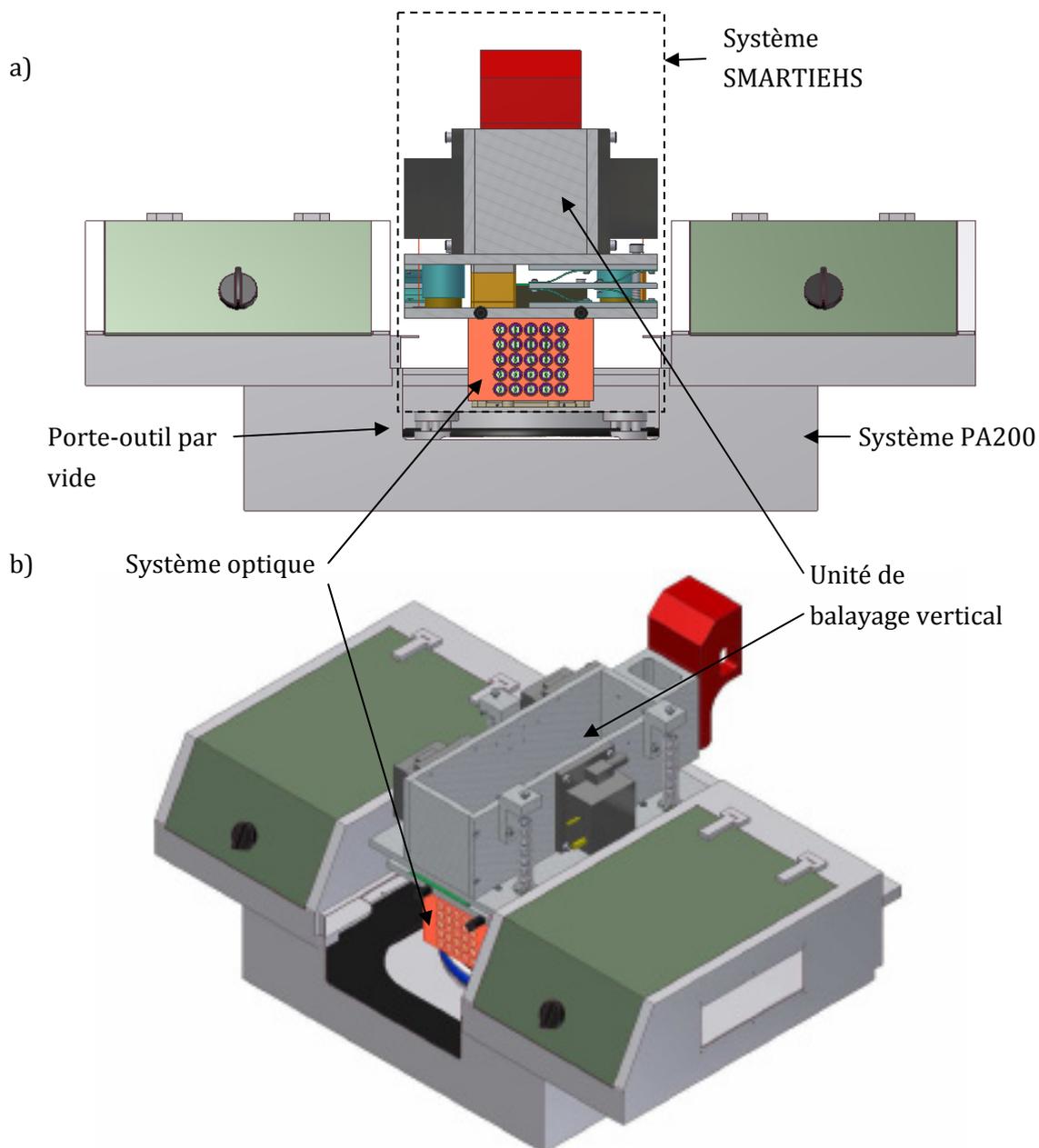


FIG. 4.9. Schéma de la station PA200 de SUSS couplée avec la tête de mesure SMARTIEHS : a) vue frontale et b) vue en perspective.

Pour mesurer les déformations statiques et dynamiques des MEMS, il faut ajouter à la station PA200 un dispositif d'excitation de l'échantillon test. L'excitation statique peut être réalisée par un actionnement électrostatique ou pneumatique, étant cette dernière l'option préférée à cause de sa simplicité (absence d'électrodes alimentant l'échantillon). Un porte-outil compatible avec le système de vide de la machine PA200 a donc été réalisé afin de pouvoir pomper le vide (jusqu'à 1 bar) de façon à contrôler la déformation statique de la membrane MEMS. L'excitation dynamique est réalisée avec une sonde ponctuelle extérieure mise en contact avec l'échantillon. Dans le cas de la mesure simultanée de plusieurs MEMS (comme dans le cas du système SMARTIEHS), la sonde extérieure est substituée par un système d'électrodes alimentant les membranes MEMS, fabriqué sur un substrat de verre par dépôt de couche d'oxyde d'indium-étain (ITO, acronyme de l'anglais Indium-Tin-Oxide). Ces électrodes transparentes sont appropriées pour permettre de véhiculer le signal d'excitation sans gêner les mesures optiques. La gamme de fréquences nécessaire pour l'excitation dynamique est comprise entre 10 kHz à 1 MHz pour des tensions électriques allant de 0V à 400V.

4.2.3 Réalisation de microlentilles en verre pour l'interférométrie de Mirau du projet SMARTIEHS

La technique de moulage de microlentilles présentée dans le Chapitre 3 de cette thèse est utilisée dans le cadre du projet SMARTIEHS pour la fabrication des optiques pour le microinterféromètre de Mirau. Cette technologie est particulièrement intéressante pour cette application car elle permet la fabrication d'une matrice de microlentilles directement sur un substrat de verre dont la face plane est réservée pour les miroirs de référence. De plus, l'épaisseur du substrat pouvant être ajustée pendant le procédé de polissage, on peut facilement égaliser le chemin optique des deux bras de l'interféromètre. Les paramètres des microlentilles, répondant au cahier des charges SMARTIEHS, sont résumés dans le tableau 4.3. Le diamètre des optiques étant de 2.5 mm et la profondeur de 162 μm , une telle réalisation effectuée avec notre technologie est un défi considérable.

TABLEAU 4.2 Paramètres des lentilles pour l'interféromètre de Mirau.

Diamètre	Sag	Ouverture numérique	Longueur focale
2.5 mm	162 μm	<0.12	10.4 mm

Pour répondre aux exigences de ce cahier des charges, nous avons adapté les deux techniques de gravure humide afin de permettre la réalisation de moules d'un tel gabarit. En effet, le diamètre de moule de 2.5 mm et la profondeur de 162 μm sont supérieurs à ce que l'on peut atteindre avec les méthodes de gravure présentés précédemment. En combinant les deux types

de gravure humide (anisotrope et isotrope), nous arrivons à associer les avantages respectifs de chaque méthode. Ainsi, la double gravure anisotrope va nous permettre d'atteindre des grands diamètres du moule, tandis que la gravure isotrope aidera à augmenter la profondeur de gravure, pour arriver à atteindre des ouvertures numériques plus importantes que celles offertes par la double gravure anisotrope seule. La figure 4.11 décrit les étapes technologiques de la procédure de moulage silicium associant les deux types de gravure. Tout d'abord, un wafer silicium orienté (100) est protégé avec les mêmes matériaux de masquage que pour la gravure isotrope : il est oxydé thermiquement pour créer une couche de 500 nm d'épaisseur. La couche d'oxyde est ensuite recouverte d'une couche mince de Si_3N_4 de 150 nm, déposée par le dépôt PECVD et recuite afin d'augmenter sa résistance à l'attaques chimique (figure 4.11 (a)). La suite de la procédure est similaire à celle décrite pour la double gravure anisotrope avec une solution KOH, présentée dans la section 2.2.1.1 (fig. 4.11 (b) à (g)). Au terme de cette gravure, le moule est à nouveau protégé avec le même type de masque utilisé au début du procédé, c'est-à-dire une couche de SiO_2 et une couche de Si_3N_4 (figure 4.11 (h)), sur lequel on pratique une deuxième photolithographie (figure 4.11 (i)). Cette dernière étape définit l'ouverture à travers laquelle le wafer est gravé de manière isotrope avec la solution de HF/HNO_3 , dont le procédé est équivalent à celui présenté dans la section 2.2.2.1 (figure 4.11 (j)). Quand la profondeur recherchée est atteinte (figure 4.11 (k)), le masque peut être éliminé et le moule est prêt pour la fabrication des microlentilles.

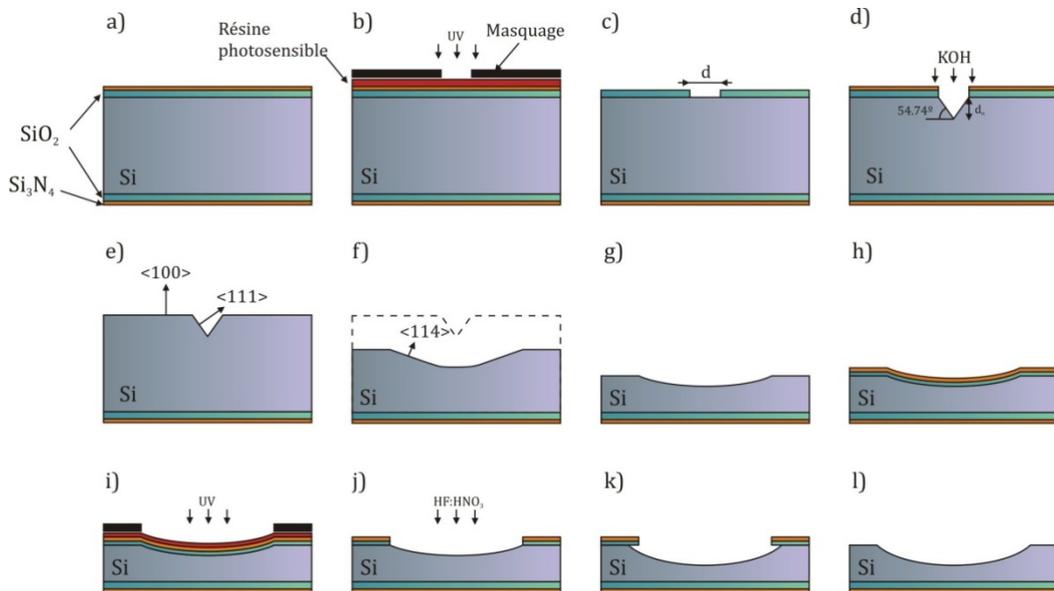


FIG. 4.11. Fabrication de moules silicium en combinant la double gravure anisotrope et la gravure isotrope.

Durant la rédaction de cette thèse (mars 2010), les premiers tests de moulage silicium par deux gravures ont été terminés, nous permettant une première évaluation qualitative de cette technologie mixte. À l'aide du code numérique présenté dans la section 2.2.1.2, nous avons estimé que des ouvertures carrées de $93\ \mu\text{m}$ de côté permettent d'atteindre des diamètres de $2423\ \mu\text{m}$ et des profondeurs de $34,75\ \mu\text{m}$. L'obtention d'un tel moule s'accompagne à une réduction de l'épaisseur du substrat 8 fois plus grande que la taille du carré du masque initial. Ceci suppose donc un amincissement total du wafer silicium de $744\ \mu\text{m}$. Afin que les moules résultants soient suffisamment robustes, nous avons eu recours à des substrats silicium d'épaisseur de $2\ \text{mm}$. La double gravure anisotrope a permis d'atteindre un diamètre de $2435\ \mu\text{m}$ et une profondeur de $34\ \mu\text{m}$. Un des principaux défis de la combinaison de ces deux types de gravures concerne l'alignement du deuxième masque avant la phase de gravure isotrope. Comme on peut le voir sur la figure 4.12 (b), nous avons relevé des défauts sur le profil aux bords de la lentille, à cause de la légère différence de taille entre les ouvertures du deuxième photomasque et les diamètres obtenus après la double gravure anisotrope. Quand c'est le cas, le photomasque doit être très précisément aligné afin de ne pas modifier la symétrie radiale du moule. Après 5 minutes de gravure isotrope, les moules ont atteint un diamètre de $2455\ \mu\text{m}$ de diamètre et une profondeur de $48\ \mu\text{m}$.

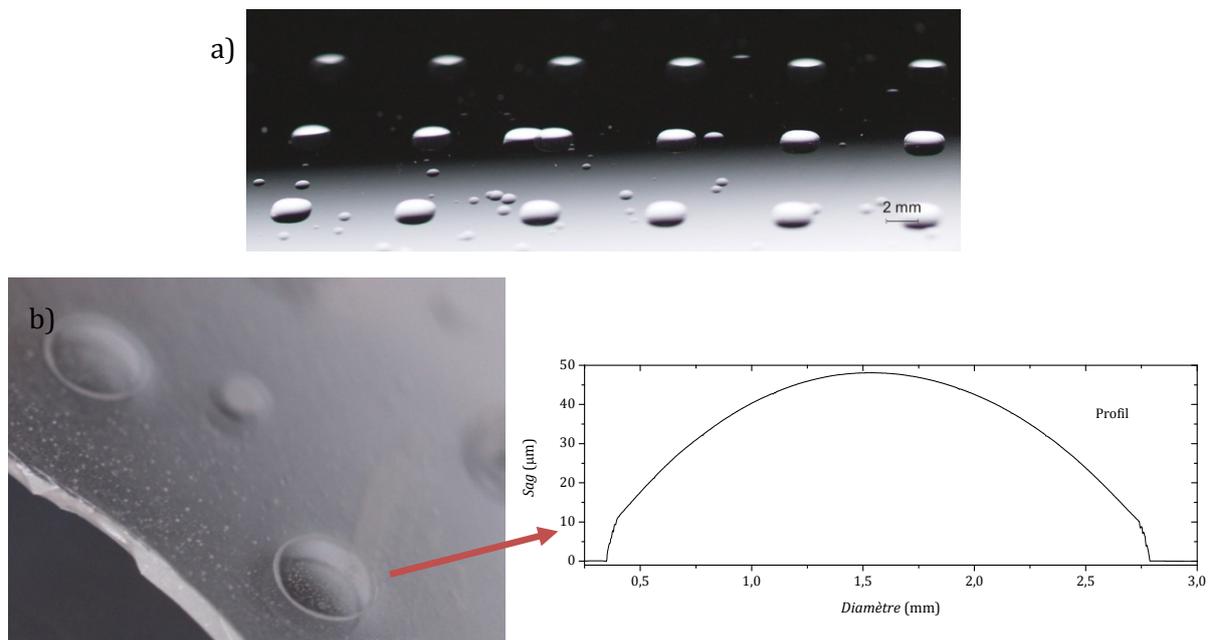


FIG. 4.12. Premiers résultats de fabrication de microlentilles de grand diamètre combinant la double gravure anisotrope et la gravure isotrope : a) agrandissement de moules et b) agrandissement d'une lentille et son profil.

La fabrication de moules a été suivie par le moulage verre en haute température visant la réalisation de microlentilles, dont la procédure est présentée dans la section 3.2.3. La figure 4.12 montre un agrandissement du moule fabriqué par la double procédure de gravure ainsi que des microlentilles issues de ce moule. On peut remarquer à quel point les défauts de surface à l'échelle nanométrique, présents sur la surface du substrat initial, deviennent visibles après plusieurs heures de gravure anisotrope. L'utilisation de substrats silicium fabriqués par le procédé *Float-Zone* doit permettre une qualité de moules améliorée. La quantité d'impuretés est plus faible sur les substrats fabriqués par ce procédé et un traitement thermique spécifique lors de la fabrication réduit la quantité de défauts cristallographiques par rapport au tirage Czochralski [CISZEK 2000].

4.3 Conclusions

Nous avons présenté dans ce dernier chapitre deux applications qui valident la filière de fabrication de microlentilles proposée dans les précédents chapitres. Comme nous l'avons vu, le potentiel de l'intégration monolithique des microlentilles en verre sur silicium est démontré comme une technique qui permet le transfert de composants microoptiques sur des MEMS et MOEMS, apportant des solutions intéressantes à l'instrumentation optique sur puce et l'instrumentation sur wafer. Il est également démontré que la combinaison des deux types de gravure du silicium permet d'augmenter la gamme de tailles de microlentilles disponibles, permettant d'obtenir des diamètres de plusieurs millimètres et des profondeurs de plus de 150 μm . Ce dernier résultat est crucial pour la poursuite du projet SMARTIEHS, ouvrant des nouvelles applications à notre filière de fabrication de microlentilles : optiques pour les systèmes interférométriques multicanaux ou lentilles verre pour les téléphones portables.

Conclusion générale et perspectives

Les travaux de recherche menés au cours de cette thèse portent sur le développement d'une filière de fabrication de microlentilles par moulage silicium. Cette filière de fabrication s'appuie sur la réalisation de moules en silicium à partir desquels les microlentilles sont répliquées ou éventuellement moulés. Le moule silicium est obtenu par gravure humide anisotrope ou gravure humide isotrope. Les microlentilles sont soit répliquées par moulage de matériaux plastiques en utilisant des techniques conventionnelles telles que le matriçage à chaud, le micro-moulage par injection ou le moulage UV. Lorsqu'on souhaite intégrer monolithiquement des microlentilles sur une membrane de silicium, on peut également les réaliser en faisant appel à la technique de moulage verre en haute température.

Après un rappel de l'état de l'art de méthodes de fabrication de composants microoptiques et la description des techniques de caractérisation optiques auxquelles nous faisons appel (Chapitre 1), nous avons exposé la technique de réalisation de moules silicium par gravure humide (Chapitre 2), suivi par la description de nos technologies de fabrication de microlentilles par moulage de plastiques, de polymères ou du verre à partir de ces moules (Chapitre 3). La technique de réplique des moules silicium, s'appuyant sur des technologies plastique conventionnelles est particulièrement adaptée à la production de masse de composants microoptiques. En revanche, la filière de microlentilles fabriquées en verre, offre la possibilité d'intégration monolithique des microlentilles sur des MEMS silicium, constituant une alternative

originale pour le développement des microsystèmes optiques qui nécessitent un transfert des optiques en verre.

Dans ce manuscrit deux approches différentes de gravure mais complémentaires ont été proposées : la première basée sur la double gravure anisotrope et la seconde utilisant la gravure isotrope. La double gravure anisotrope permet d'atteindre des diamètres de moules élevés, (jusqu'à quelques millimètres), mais dont la profondeur reste assez restreinte à la taille des ouvertures du masque. En conséquence, les ouvertures numériques des microlentilles répliquées par ce type de moules sont assez faibles, généralement inférieures à 0.05. Dans le cas de la gravure isotrope, le diamètre maximal du moule est nettement plus faible (inférieur à 500 μm) que celui offert par la double gravure anisotrope tandis que la profondeur de moules accessible est beaucoup plus grande (jusqu'à 120 μm). Il s'ensuit que les ouvertures numériques de microlentilles générées à partir de ce type de moules seront souvent supérieures à 0.3. Nous avons démontré que ces deux types de gravure permettent de fabriquer des microlentilles sphériques à partir d'une gamme large d'empreintes de forme non circulaire. Le potentiel de flexibilité de la double gravure anisotrope est plus réduit, permettant d'atteindre des formes cylindriques (rectangulaires) et formes géométriques (carrés, hexagones, etc.), à condition qu'elles soient disposées sous forme de matrices. En revanche, la gravure isotrope offre des solutions multiples quant au choix des formes d'empreinte et cette gravure ne requiert pas nécessairement la fabrication de matrices de moules. Cependant, pour des empreintes de forme elliptiques, triangulaires et hexagonales, les moules ont tendance à se circulariser à partir d'une certaine durée de gravure. C'est pourquoi la durée de la gravure doit toujours être calibrée en fonction de la taille de l'ouverture afin de maintenir autant que possible la géométrie de sa forme initiale. De même manière, la gravure doit être suffisamment longue pour atteindre le seuil de durée permettant d'obtenir la sphéricité du profil du moule. Le temps de gravure des plus faibles tailles d'ouverture du moule doivent être particulièrement bien contrôlés car elles ont une tendance plus rapide à devenir des moules sphériques à empreinte circulaire. Finalement, l'obtention d'un taux de remplissage élevé de moules disposés en matrice exige une conception du masque optimisée afin de minimiser les effets de gravure sur les arêtes et les sommets des formes.

Nous avons utilisé différentes techniques de réplification pour la fabrication de microlentilles. Ces différentes méthodes de réplification ont permis d'obtenir par micro-moulage des microlentilles en plastique et en verre à partir de nos moules silicium. Nous avons ainsi étudié et évalué en détails les avantages et inconvénients du matriçage à chaud, de la micro-injection de matériaux plastiques, du moulage UV, et du moulage verre en haute température. Les moules obtenus par double gravure anisotrope ont permis la fabrication de microlentilles de grands diamètres mais faibles épaisseurs, possédant des distances focales de plusieurs millimètres mais de très faibles ouvertures numériques. Quant aux moules gravés isotropiquement, ils ont produit des

microlentilles de petits diamètres mais d'épaisseurs importantes, dont la forme est proche du profil hémisphérique. Les optiques obtenues présentent des longueurs focales de quelques centaines de microns et se caractérisent par grandes ouvertures numériques (jusqu'à 0.5).

Dans la dernière partie de ce mémoire (Chapitre 4) nous avons présenté deux applications qui valident notre filière de fabrication de microlentilles dans une approche « microscopie optique sur puce ». En microscopie optique, l'association de techniques collectives de fabrication de la microélectronique et l'utilisation de matrices de microlentilles et de détecteurs apporte la miniaturisation et les mesures en parallèle, pouvant améliorer en particulier la vitesse d'acquisition limitée des microscopes et permettant la réalisation d'architectures particulièrement compactes. Les deux exemples d'application concernent des projets européens dans lesquels j'ai participé activement durant ma thèse. Le premier exemple vise l'intégration de scanners microoptiques 3D utilisant des actionneurs MEMS portant des microlentilles intégrées monolithiquement. Ici, le but est réaliser un microscope confocal miniaturisé. Le deuxième exemple d'application concerne le développement d'un instrument d'inspection des MEMS et MOEMS, basé sur l'architecture d'un réseau de microscopes interférentiels de Mirau. Il s'agit d'augmenter l'efficacité des systèmes de mesure des MEMS existants en faisant appel aux technologies de microfabrication et l'utilisation de l'architecture massivement parallèle.

À ce stade de développement, la technologie présentée offre des possibilités pour la fabrication à niveau prototypage mais aussi pour la fabrication collective, adaptée à la production de masse. Les résultats obtenus dans le cadre de ma thèse ont permis quelques perspectives intéressantes de développement pour le futur. En particulier, une étude de l'inversion des effets de courbure des arêtes et circularisation des sommets par modification des ouvertures du masque peut permettre l'obtention de taux de remplissage proches à 100% avec la gravure isotrope de formes géométriques. Dorénavant, l'utilisation de grandes matrices de microlentilles à fort taux remplissage, semble être intéressant pour les fabricants des écrans plasma ou cristaux liquides. Nous avons démontré que la dépendance de la double gravure anisotrope avec les plans cristallographiques limite les profils obtenus à des sphères. En profitant de l'indépendance de la gravure isotrope avec les plans cristallographiques et du principe de la double gravure anisotrope, une recherche de profils asphériques par une gravure avec masque puis sans masque peut être envisagée. La première gravure servirait à créer des formes hémisphériques, comme nous l'avons déjà vu, tandis que la deuxième (sans masque) servirait à lisser les bords du moule en créant un rayon de courbure négatif et ainsi des formes asphériques. L'utilisation des réseaux de microlentilles asphériques, réalisés à bas coût, applicables sur un écran de projection, un capteur d'image, ou analogue, présentera des avantages substantiels permettant d'améliorer leur sensibilité, leur résolution et qualité d'imagerie.

Finalement, l'optimisation de la filière de fabrication de microlentilles par moulage de verre, qui est la suite logique de travaux décrits ici, inclura l'étude de couches antiadhésives qui puissent

résister aux hautes températures du moulage et qui permettront un démoulage facile sans détruire le moule silicium. De même façon, les verres à basse température de recuit (LTG) sont une autre option qui doit être approfondie par une étude visant à améliorer leurs transparences dans le domaine du spectre visible.

Pour conclure ce travail de thèse, je rappellerai que l'utilisation de la technologie MEMS et MOEMS permet la réduction du coût de fabrication ainsi que la miniaturisation des systèmes et composants pour l'optique. L'approche de microsystèmes optiques que nous proposons ici combine donc les technologies de micro-usinage silicium avec la microoptique et offre les avantages de l'instrumentation optique avec tout le potentiel des MEMS.

Annexe A. Les polynômes de Zernike

Dans la discussion des instruments de caractérisation des microlentilles, les polynômes de Zernike sont utilisés pour la représentation des fronts d'onde de manière polynomiale car ses termes ont la même forme que les types d'aberrations observés lors des caractérisations optiques. Ils ont été largement étudiés dans la littérature [ZERNIKE 1934, BORN 1980 II, WYANT 1992] et nous allons faire ici une brève introduction de leurs caractéristiques ainsi que leur interprétation quand ils sont appliqués pour la représentation des aberrations.

Les polynômes de Zernike $U(\rho, \theta)$, souvent définis en coordonnées polaires, sont un ensemble de polynômes avec deux variables ρ et θ qui représentent respectivement les coordonnées radiales (entre 0 et 1) et coordonnées azimutales (entre 0 et 2π). Les polynômes sont orthogonaux et ce sont les propriétés dérivées de leur orthogonalité qui les rendent très intéressants pour l'étude des aberrations optiques. Leurs propriétés d'orthogonalité et de normalisation sont exprimées par l'intégrale

$$\int_0^1 \int_0^{2\pi} U_n^l(\rho, \theta) U_{n'}^{l'}(\rho, \theta) \rho d\rho d\theta = \frac{\pi}{2(n+1)} \delta_{nn'} \delta_{ll'} \quad (\text{A.1})$$

où

- δ_{ij} est le symbole de Kronecker,
- n est le degré du polynôme radial et

- l est l'indice de la dépendance angulaire.

Une des propriétés de ce type de polynômes est que les deux indices n et l doivent être soit l pairs, soit impairs, ayant alors toujours la valeur de $n-l$ une valeur paire. Il existe, pour chaque couple de valeurs $n-l, \frac{1}{2}(n+1)(n+2)$ des polynômes $U_n^l(\rho, \theta)$ de degré inférieur ou égal à n et linéairement indépendants. Les polynômes peuvent être séparés en deux facteurs :

$$U_n^l(\rho, \theta) = U_n^{n-2m}(\rho, \theta) = R_n^{n-2m}(\rho) \left\{ \frac{\sin}{\cos} \right\} (n-2m)\theta \quad (\text{A.2})$$

où

- \sin est utilisé quand $n-2m > 0$,
- \cos est utilisé quand $n-2m \leq 0$,
- $R_n^l(\rho)$ est un polynôme de degré n et
- $0 \leq m \leq n$.

Il est à noter que la valeur absolue de l est l'exposant minimum de ces polynômes. Le polynôme radial peut être exprimé par l'équation

$$R_n^{n-2m}(\rho) = R_n^{-(n-2m)}(\rho) = \sum_{s=0}^m (-1)^s \frac{(n-s)!}{s!(m-s)!(n-m-s)!} \rho^{n-2s} \quad (\text{A.3})$$

Les polynômes de Zernike peuvent être catalogués avec un seul indice r défini par

$$r = \frac{n(n+1)}{2} + m + 1 \quad (\text{A.4})$$

Nous avons regroupé les polynômes dans le tableau A.1 en suivant ce rangement, mais il est à noter qu'il n'y a pas de moyen universel pour classer ces polynômes. D'autres auteurs obtiennent les séries de Zernike de manière différente [WYANT 1992], ce qui change le rapport entre les indices et modifie leur classement.

TABLEAU A.1. Polynômes de Zernike de 4^{ème} degré [OTTEVAERE 2003]

n	m	r	Polynôme de Zernike	Signification
0	0	1	1	Piston
1	0	2	$\rho \sin \theta$	Inclinaison selon l'axe X
1	1	3	$\rho \cos \theta$	Inclinaison selon l'axe Y
2	0	4	$\rho^2 \sin 2\theta$	Astigmatisme à $\pm 45^\circ$
2	1	5	$2\rho^2 - 1$	Défocalisation
2	2	6	$\rho^2 \cos 2\theta$	Astigmatisme à 0° ou 90°

3	0	7	$\rho^3 \sin 3\theta$	Astigmatisme triangulaire (ou Trefoil) selon l'axe X
3	1	8	$(3\rho^3 - 2\rho) \sin \theta$	Coma selon l'axe X
3	2	9	$(3\rho^3 - 2\rho) \cos \theta$	Coma selon l'axe Y
3	3	10	$\rho^3 \cos 3\theta$	Astigmatisme triangulaire (ou Trefoil) selon l'axe Y
4	0	11	$\rho^4 \sin 4\theta$	Astigmatisme Tetrafoil (<i>ashtray</i>) selon l'axe X
4	1	12	$(4\rho^4 - 3\rho^2) \sin 2\theta$	
4	2	13	$64\rho^4 - 6\rho^2 + 1$	Sphérique primaire
4	3	14	$(4\rho^4 - 3\rho^2) \cos 2\theta$	
4	4	15	$\rho^4 \cos 4\theta$	Astigmatisme Tetrafoil (<i>ashtray</i>) selon l'axe Y

Quelque soit la forme d'un front d'onde, elle peut être représentée par une combinaison linéaire de polynômes de Zernike :

$$\psi(\rho, \theta) = \sum_{n=0}^k \sum_{m=0}^n A_{nm} U_{nm}(\rho, \theta) = \sum_{r=0}^L A_r U_r(\rho, \theta) \quad (\text{A.5})$$

La modélisation des fronts d'onde comme une combinaison linéaire de polynômes orthogonaux a pour l'avantage le fait que la déviation décrite par chaque terme donne le meilleur ajustement par rapport aux déviations du front d'onde réel. C'est ainsi que les différents types d'aberration peuvent être ajoutés ou enlevés de la fonction du front d'onde sans perdre le meilleur ajustement de données. En revanche, la représentation de défauts de fabrication spécifiques de chaque technique (comme par exemple ceux provoqués par une pointe de diamant défectueuse) peut parfois être difficilement représentée même avec un grand nombre de polynômes de Zernike.

Annexe B. Liste d'acronymes et abréviations

2D	Deux dimensions
3D	Trois dimensions
AFM	Atomic Force Microscopy
BHF	Buffered Hydrofluoric Acid
DBD	Décharge à Barrière Diélectrique
CAD	Computer Aided Design
CCD	Charge-Coupled Device
CD	Compact Disc
CMOS	Complementary Metal Oxide Semiconductor
CNC	Computer Numerical Control
CVD	Chemical Vapor Deposition
DRIE	Deep Reactive Ion Etching
DVD	Digital Versatile Disc
ED	Élément Diffractif

EDP (W)	Etylene-Diamine-Pyrocatechol (Water)
FEMTO-ST	Franche-Comté Électronique Mécanique Temps-fréquence et Optique – Sciences et Techniques
FIB	Focused Ion Beam
FP7	7 th Framework Program
FWHM	Full Width at Half Maximum
HeNe	Helium Neon
HDMS	Hexamethyldisilazane
IPA	Isopropanol
ITO	Indium-Tin-Oxyde
LCD	Liquid Crystal Display
LCI	Low-Coherence Interferometer
LED	Light-Emitting Diode
LFL	Long Focal Length
LI	Laser Interferometers
LIGA	röntgenLithographie, Galvanoformung, Abformung
LPCVD	Low-Pressure Chemical Vapor Deposition
LTG	Low-Temperature Glass
MEB	Microscope Électronique à Balayage
MEMS	Micro-Electro-Mechanical Systems
MOEMS	Micro-Opto-Electro-Mechanical Systems
MZ	Mach-Zender
NEMO	Network of Excellence on Micro-Optics
ON	Ouverture Numérique
OPD	Optical Path Difference
PC	PolyCarbonate
PECVD	Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition
PMMA	PolyMethyl Methacrylate

PSI	Phase Shifting Interferometry
P-V	Peak-to-Valley
PVD	Physical Vapor Deposition
PZT	Lead Zirconate Titanate ($\text{PbZr}_x\text{Ti}_{1-x}\text{O}_3$)
RF	RadioFréquence
RIE	Reactive Ion Etching
RMS	Root Mean Square
SEM	Scanning Electron Microscopy
SFL	Short Focal Length
SMARTIEHS	SMART InspEction System for High Speed and multifunctional testing of MEMS and MOEMS
SOI	Silicon-On-Insulator
STM	Scanning Tunneling Microscope
TGI	Twyman-Green Interferometer
TMAH	Tetramethylammonium
USAF	United States Air Force
UV	Ultra-violet(te)
VCSEL	Vertical-Cavity Surface-Emitting Laser
VUB	Vrije Universiteit Brussel

Bibliographie

- [ACR] <http://www.acr.net.au/~coastwatchers/charcoalition/noreductant.html>
- [ALBERO 2008] J. ALBERO, L. NIERADKO, C. GORECKI, H. OTTEVAERE, V. GOMEZ AND J. PIETARINEN
“Si moulds for glass and polymer microlenses replication”
Proc. SPIE 6992, 69920A (2008).
- [ALBERO 2009] J. ALBERO, L. NIERADKO, C. GORECKI, H. OTTEVAERE, V. GOMEZ, H. THIENPONT, J. PIETARINEN, B. PÄIVÄNRANTA AND N. PASSILLY
“Fabrication of spherical microlenses by a combination of isotropic wet etching of silicon and molding techniques”
Opt. Express 17, 6283-6292 (2009).
- [ALBERO 2010] J. ALBERO, C. GORECKI, L. NIERADKO, B. PÄIVÄNRANTA, V. GOMEZ, H. THIENPONT AND N. PASSILLY
“Matrixes of unconventional micro-optical components molded with etched silicon,”
J. European Optical Society – Rapid Publications 5, 10001.1-10001.9 (2010).
- [ALLRESIST] http://www.allresist.de/wMedia/pdf/wEnglish/produkte_photoresists/AR_PC5_04.pdf
- [ASPNES 1999] D.E. ASPNES
“Optical properties of c-Si : general aspects” in *Properties of Crystalline Silicon*
EMIS Datareview series **20**, Ed. By R. Hull, IEE (1999).
- [BARGIEL 2006] S. BARGIEL, L. NIERADKO, M. JOZWIK, C. GORECKI AND J. DZIUBAN
“New generation of fully integrated optical microscopes on-chip: application to confocal microscope”
Proc. SPIE 6186, 13-21 (2006).
- [BARYCKA 1995] M. BARYCKA AND I. ZUBEL
“Silicon anisotropic etching in KOH-isopropanol etchant”
Sens. Actuators A **48**, 229-238 (1995).
- [BATTENFELD] <http://www.battenfeld-imt.com/en/maschinen/baureihen/micro.html>
- [BEAN 1978] K.E. BEAN
“Anisotropic etching of silicon”
IEEE Trans. Elec. Devices, **25** (10) 1185-93 (1978).
- [BORN 1980] M. BORN AND E. WOLF
“Elements of the theory of interference and interferometers” in *Principles of optics*
6th ed., Pergamon Press (1980).
- [BORN 1980 II] M. BORN AND E. WOLF
“The diffraction theory of aberrations” in *Principles of optics*
6th ed., Pergamon Press (1980).
-

- [BORN 1980 III] M. BORN AND E. WOLF
"Elements of Theory of Diffraction" in *Principles of optics*
6th ed., Pergamon Press (1980).
- [CADARSO 2008] V.J. CADARSO, A. LLOBERA, G. VILLANUEVA, C. DOMINGUEZ AND J.A. PLAZA
"3-D modulable PDMS-based microlens system"
Opt. Express **16**, 4918-4929 (2008).
- [CALIXTO 2005] S. CALIXTO, M. ROSETE-AGUILAR, F.J. SANCHEZ-MARIN, L. CASTAÑEDA-ESCOBAR
"Rod and spherical silica microlenses fabricated by CO₂ laser melting"
Appl. Opt. **44**, 4547-4556 (2005).
- [CAMPBELL 1993] S. A. CAMPBELL, D. J. SCHIFFRIN AND P. J. TUFTON
"Chemical and electrochemical anisotropic dissolution of silicon in ethylenediamine+ pyrocatechol+water media"
J. Electroanal. Chem. **344**, 211 (1993).
- [CARRASCO 2005] R. CARRASCO, J. A. DZIUBAN, I. MORENO, C. GORECKI, L. NIERADKO, R. WALCZAK, M. KOPYTKO AND M. JOZWIK
"Optical microlenses for MOEMS"
Proc. SPIE 5836, 657-666 (2005).
- [CHELNOKOV 2002] A. CHELNOKOV, S. DAVID, K. WANG, F. MARTY AND J. M. LOURTIOZ
"Fabrication of 2-D and 3-D silicon photonic crystals by deep etching"
IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics **8**, 919-927 (2002).
- [CHOU 2005] M.-C. CHOU, C.T. PAN, S.C. SHEN, M.-F. CHEN, K.L. LIN AND S.-T. WU
"A novel method to fabricate gapless hexagonal micro-lens array"
Sens. Actuators A **118**, 298-306 (2005).
- [CISZEK 2000] T. F. CISZEK, T. H. WANG
"Silicon defect and impurity studies using float-zone crystal growth as a tool" in *High Purity Silicon IV*
Proc. Electrochem. Soc. 2000-17, 105-117 (2000).
- [CMICRO] <http://www.cmicro.com/products/stp/semiautomatic-probe-systems/pa200>
- [COSTANTINO 2003] S. COSTANTINO, O. E. MARTINEZ, J.R. TORGA
"Wide band interferometry for thickness measurement"
Opt. Express **8**, 952-957 (2003).
- [CZOCHRALSKI 1918] J. CZOCHRALSKI
"Ein neues Verfahren zur Messung der Kristallisationsgeschwindigkeit der Metalle"
Z. phys. Chemie **92**, 219-221 (1918)
- [DALY 1990] D. DALY, R.F. STEVENS, M.C. HUTLEY, N. DAVIES
"The manufacture of microlenses by melting photoresist"
Meas. Sci. Technol. **1**, 759-756, 1990.
-

-
- [DANNBERG 1999] P. DANNBERG, L. ERDMANN, R. BIERBAUM, A. KREHL, A. BRÄUER AND E.-B. KLEY
"Microoptical elements and their integration to glass and optoelectronic wafers"
Microsystem Techn. **6**, 41-47 (1999).
- [DECLERCQ 1975] M. J. DECLERCQ, L. GERZBERG AND J. D. MEINDL
"Optimization of the hydrazine-water solution for anisotropic etching of silicon in
integrated circuit technology"
J. Electrochem. Soc. **122**, 545 (1975).
- [DICON] <http://www.diconfiberoptics.com>
- [DUTTA 2007] R. K. DUTTA, J. A. VAN KAN, A. A. BETTIOL, F. WATT
"Polymer microlens replication by Nanoimprint Lithography using proton beam
fabricated Ni stamp"
Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B **260**, 464-467 (2007).
- [DZIUBAN 1999] J. DZIUBAN, A. GORECKA-DRZAZGA, L. NIERADKO, K. MALECKI
"Silicon-glass micromachined chromatographic microcolumn"
J. Capillary Electrophor. **6**, 37-41 (1999).
- [DZIUBAN 2006] J.A. DZIUBAN
Bonding in Microsystem Technology
Ed. Springer (2006).
- [ENSELL 1996] G. ENSELL
"Alignment of mask patterns to crystal orientation"
Sens. Actuators A **53**, 345-348 (1996).
- [EZELL 2001] B. EZELL
"Making microlens backlights grow up"
Inf. Disp , **17**, 42-45 (2001)
- [EVG] [http://www.evgroup.com/en/products/lithography/mask_aligners/evg620semi
auto/](http://www.evgroup.com/en/products/lithography/mask_aligners/evg620semi_auto/)
- [EVG2] http://www.evgshop.com/epages/EVGroup.sf/en_IE/?ViewObjectID=6615
- [FIRESTONE 2005] G. C. FIRESTONE AND A. Y. YI
"Precision compression molding of glass microlenses and microlens arrays – an
experimental study"
Appl. Opt. **44**, 6115-6122 (2005).
- [FOGALE] <http://www.fogale-semicon.com/html/profilers.htm>
- [FUJITA 1981] T. FUJITA, H. NISHIHARA, AND J. KOYAMA
"Fabrication of micro lenses using electron-beam lithography"
Opt. Lett. **6**, 613-615 (1981).
- [FUJITA 1982] T. FUJITA, H. NISHIHARA, AND J. KOYAMA
"Blazed gratings and Fresnel lenses fabricated by electron-beam lithography"
Opt. Lett. **7**, 578-580 (1982).
-

- [GALE 1997] M.T. GALE
"Direct writing of continuous relief micro-optics" in *Micro-optics: elements, systems and applications*
Ed. by H.P. Herzig, Taylor and Francis (1997).
- [GALE 2005] M. T. GALE, C. GIMKIEWICZ, S. OBI, M. SCHNIEPER, J. SOCHTIG, H. THIELE AND S. WESTENHOFER
"Replication technology for optical Microsystems"
Optics and Lasers in Engineering **43**, 373-386, (2005).
- [GASTINGER 2009] K. GASTINGER, K. H. HAUGHOLT, A. RØYSET, J. ALBERO, U. ZEITNER AND C. GORECKI
"Design of a micro-optical low coherent interferometer array for the characterisation of MEMS and MOEMS"
Fringe 2009 The 6th Int. Workshop on Advanced Optical Metrology, Springer Press, 611-617 (2009).
- [GASTINGER 2010] K. GASTINGER, L. JOHNSEN, M. KUJAWINSKA, M. JOZWIK, U. ZEITNER, P. DANNBERG, J. ALBERO, S. BARGIEL, C. SCHAEFFEL, S. BEER, R. MOOSBURGER, P. LAMBERLET AND M. PIZZI
"Next generation test equipment for micro-production"
Proc. SPIE 7718-14 (in print) (2010).
- [GORECKI 2007] C. GORECKI, M. JÓZWIK, P. DELOBELLE
"An interferometric platform for static, quasi-static and dynamic evaluation of out-of-plane deformations of MEMS and MOEMS" in *Optical Inspection of Microsystems*
Ed. W. Osten, CRC Press (2007).
- [GORSKI 2002] W. GORSKI, M. KUJAWINSKA
"Three dimensional reconstruction of refractive index inhomogeneities in optical phase elements"
Optics and lasers in Engineering **38**, 373-385 (2002).
- [GUO 2009] C. GUO, Z. ZHANG, S. CAO, AND Q. LIU
"Laser direct writing of nanoreliefs in Sn nanofilms"
Opt. Lett. **34**, 2820-2822 (2009).
- [HAKEN 1973] R. A. HAKEN, I. M. BAKER AND J. D. E. BEYNON
"An investigation into the dependence of the chemically-etched edge profiles of silicon dioxide films on etchant concentration and temperature"
Thin Solid Films **18**, 53 (1973).
- [HARRIOTT 1986] L.R. HARRIOT, R.E. SCOTT, K.D. CUMMINGS, A.F. AMBROSE
"Micromachining of integrated optical structures"
Appl. Phys. Lett. **48**, 1704-1706 (1986).
- [HARUMA 1998] M. HARUMA, M. OHMI, T. MITSUYAMA, H. TAJIRI, H. MARUYAMA, M. HASHIMOTO
"Simultaneous measurement of the phase and group indices and the thickness of transparent plates by low coherence interferometry"
Opt. Lett. **23**, 966-968 (1998).
-

-
- [HARUNA 1990] M. HARUNA, M. TAKAHASHI, K. WAKAHAYASHI AND H. NISHIHARA
“Laser beam lithographed micro-Fresnel lenses”
Appl. Opt. **34**, 5121-5126 (1990).
- [HATAKOSHI 1990] G. HATAKOSHI, M. KAWACHI, K. TERASHIMA, Y. UEMATSU, A. AMANO, AND K. UEDA
“Grating axicon for collimating Čerenkov radiation waves”
Opt. Lett. **15**, 1336-1338 (1990).
- [HE 2003] M. HE, X.-C. YUAN, N. Q. NGO, J. BU, V. KUDRYASHOV
“Simple reflow technique for fabrication of a microlens array in solgel glass”
Opt. Lett. **28**, 731-733 (2003).
- [HEIDELBERG] <http://www.himt.de/en/products/dwl2000.php>
- [HEINIS 2006] D. HEINIS, C. GORECKI, S. BARGIEL, AND B. CRETIN
“Feedback-induced voltage change of a Vertical-Cavity Surface-Emitting Laser as an active detection system for miniature optical scanning probe microscopes”
Opt. Express **14**, 3396-3405 (2006).
- [HESKETH 1993] P. J. HESKETH, C. JU, S. GOWDA, E. ZANORIA AND S. DANYLUK
“Surface free energy model of silicon anisotropic etching”
J. Electrochem. Soc. **140**, 1080 (1993).
- [HEYDERMAN 2000] L. J. HEYDERMAN, H. SCHIFT, C. DAVID, J. GOBRECHT AND T. SCHWEIZER
Flow behaviour of thin polymer films used for hot embossing lithography
Microelectronic Engineering **54**, 229-245 (2000).
- [HIRAI 2003] A. HIRAI, H. MATSUMOTO
“Low-coherence tandem interferometer for measurement of group refractive index without knowledge of the thickness of the test sample”
Opt. Lett. **28**, 2112-2114 (2003).
- [HISAKUNI 1995] H. HISAKUNI AND K. TANAKA
“Optical fabrication of microlenses in chalcogenide glasses”
Opt. Lett. **20**, 958-960 (1995).
- [HOFFMANN 2003] M. HOFFMANN, P. KOPKA, D. NÜSSE AND E. VOGES
“Fibre-optical MEMS switches based on bulk silicon micromachining”
Microsystem Technologies **9**, 299-303 (2003).
- [HUANG 2008] P. HUANG, T. HUANG, Y. SUN, AND S. YANG
“Fabrication of large area resin microlens arrays using gas-assisted ultraviolet embossing”
Opt. Express **16**, 3041-3048 (2008).
- [HUNG 2009] K.-Y. HUNG, F.-G. TSENG AND H.-S. KHOO
“Integrated three-dimensional optical MEMS for chip-based fluorescence detection”
J. Micromech. Microeng. **19**, (2009).
-

- [IRENE 1980] E. A. IRENE, D. W. DONG, AND R. J. ZETO
"Residual stress, chemical etch rate, refractive index, and density measurements on SiO₂ films prepared using high pressure oxygen"
J. Electrochem. Soc. **127**, 396 (1980).
- [IOFFE] <http://www.ioffe.ru/SVA/NSM/Semicond/Si/>
- [JEONG 2004] K.-H. JEONG, G. L. LIU, N. CHRONIS AND L. P. LEE
"Tunable microdoublet lens array"
Opt. Express **12**, 2494-2500 (2004).
- [JIANG 2007] L. JIANG, T. HUANG, C. CHIU, C. CHANG AND S. YANG
"Fabrication of plastic microlens arrays using hybrid extrusion rolling embossing with a metallic cylinder mold fabricated using dry film resist"
Opt. Express **15**, 12088-12094 (2007).
- [JOHN 1993] J. P. JOHN AND J. McDONALD
"Spray etching of silicon in the HNO₃/HF/H₂O system"
J. Electrochem. Soc. **140**, 2622-2625 (1993).
- [JÓZWIK 2009] M. Józwik, M. Kujawińska, U. Zeitner and K. H. Haugholt,
"Optical design of a DOE-based laser interferometer for inspection of MEMS/MOEMS"
Fringe 2009 The 6th Int. Workshop on Advanced Optical Metrology, Springer Press, 485-488 (2009).
- [KENDALL 1994] D. L. KENDALL, W. P. EATON, R. MANGINELL AND T. G. DIGGES JR.
"Micromirror arrays using KOH:H₂O micromachining of silicon for lens templates, geodesic lenses, and other applications"
Opt. Eng. **33** (11), 3578-3588 (1994).
- [KEYWORTH 1997] B. P. KEYWORTH, D. J. CORAZZA, J. N. McMULLIN AND L. MABBOTT
"Single-step fabrication of refractive microlens arrays"
Appl. Opt. **36**, 2198-2202 (1997).
- [KIKUYAMA 1992] H. KIKUYAMA, M. WAKI, I. KAWANABE, M. MIYASHITA, T. YABUNE AND N. MIKI
"Etching rate and mechanism of doped oxide in buffered hydrogen fluoride solution"
J. Electrochem. Soc. **139**, 2239, (1992).
- [KLEIN 2000] D. L. KLEIN AND D. J. D'STEFAN
"Controlled etching of silicon in the HF-HNO₃ system"
J. Electrochem. Soc. **109**, 37-42 (1962).
- [KLEY 1993] E.B. KLEY, T. POSSNER AND R. GÖRING
"Realization of micro-optics and integrated optic components by electron-beam lithographic surface profiling and ion Exchange in glass"
Int. J. Optoelectronics **8**, 513-527 (1993).
-

-
- [KOROLKOV 2006] V. P. KOROLKOV, R. K. NASYROV AND R. V. SHIMANSKY
“Zone-boundary optimization for direct laser writing of continuous-relief diffractive optical elements”
Appl. Opt. **45**, 53-62 (2006).
- [KUIKEN 1986] H. K. KUIKEN, J. J. KELLY AND P. H. L. NOTTEN
“Etching profiles at resist edges I. Mathematical models for Diffusion-Controlled cases”
J. Electrochem. Soc. **133**, 1217-1226 (1986).
- [KUIKEN 2003] H. K. KUIKEN
“A mathematical model for wet-chemical diffusion-controlled mask etching through a circular hole”
J. Eng. Mathematics **45**, 75-90 (2003).
- [KULKARNI 2000] M. S. KULKARNI AND H. F. ERK
“Acid-based etching of silicon wafers: Mass-transfer and kinetic effects”
J. Electrochem. Soc. **147**, 176-188 (2000).
- [KWON 2002] S. KWON, V. MILANOVIC AND L. P. LEE
“Vertical microlens scanner for 3D imaging”
Technical Digest of the 2002 Solid-State Sensor and Actuator Workshop, Hilton Head Isl., SC (2002).
- [LAERMER 1996] F. LAERMER AND A. SCHILP
“Method of Anisotropically Etching Silicon”
US patent No 5,501,893 (1996).
- [LAERMER 1999] F. LAERMER, A. SCHILP, K. FUNK AND M. OFFENBERG
“Bosch Deep Silicon Etching: Improving Uniformity and Etch Rate for Advanced MEMS Applications”
Technical Digest MEMS’99, 211-216, Florida, USA (1999).
- [LARSEN 2005] K. P. LARSEN, J. T. RAVNKILDE AND O. HANSEN
“Investigations of the isotropic etch of an icp source for silicon microlens mold fabrication”
J. of Micromech. and Microeng., **15**, 873-882 (2005).
- [LASZCZYK 2008] LASZCZYK, K. BARGIEL, S. GORECKI AND C. KREZEL, J.
“Towards integration of glass microlens with silicon comb-drive X-Y microstage”
IEEE/LEOS Optical MEMs and Nanophotonics, 168-169 (2008).
- [LASZCZYK 2010] K. LASZCZYK, S. BARGIEL, C. GORECKI, J. KREZEL, P. DZIUBAN, M. KUJAWINSKA, D. CALLET AND S. FRANK
“A two directional electrostatic comb-drive X-Y microstage for MOEMS applications”
Sens. Actuators A, Accepted (2010).
- [LEE 1969] D. B. LEE
“Anisotropic etching of silicon”
J. Appl. Phys. **40**, 4569 (1969).
-

- [LEE 2004] B.-K. LEE, D. S. KIM AND T. H. KWOM
"Replication of microlens arrays by injection molding"
Microsystem Technologies **10**, 531-535 (2004).
- [LEVEDER 2007] T. LEVEDER, S. LANDIS, L. DAVOUST AND N. CHAIX
"Optimization of demolding temperature for throughput improvement of nanoimprint lithography"
Microelectronic Engineering **84**, 953-957 (2007)
- [LIMA 2003] D.W. DE LIMA MONTEIRO, O. AKHZAR-MEHR, P.M. SARRO AND G. VDOVIN
"Single-mask microfabrication of aspherical optics using KOH anisotropic etching of Si"
Opt. Express **11**, 2244-2252 (2003).
- [LINDE 1995] H. G. LINDE AND W. AUSTIN
"Catalytic control of anisotropic silicon etching"
Sens. Actuators A **49**, 181 (1995).
- [MACK 1997] S. MACK, H. BAUMANN, U. GOSELE, H. WERNER AND R. SCHLOGL
"Analysis of Bonding-Related Gas Enclosure in Micromachined Cavities Sealed by Silicon Wafer Bonding"
J. Electrochem. Soc. **144**, 1106 (1997).
- [MADOU I] M. J. MADOU
"LIGA and other replication techniques" in *The MEMS Handbook*
Ed by. M. Gad-el-Hak, CRC Press (2001).
- [MADOU II] M. J. MADOU
"MEMS fabrication" in *The MEMS Handbook*
Ed. M. Gad-el-Hak, CRC Press (2001).
- [MAYER 1990] G. K. MAYER, H. L. OFFEREINS, H. SANDMAIER AND K. KUHL
"Fabrication of non-underetched convex corners in anisotropic etching of (100) silicon in aqueous KOH"
J. Electrochem. Soc. **137**, 3947-3951 (1990).
- [MERZ 2003] P. MERZ, H. J. QUENZER, H. BERNT, B. WAGNER AND M. ZOBEBIER
"A novel micromachining technology for structuring borosilicate glass substrates"
Proc. of the 12th International Conference on Solid State Sensors, Actuators and Microsystems TRANSDUCERS '03, 258-261 (2003).
- [MIHAILOV 1993] S, MIHAILOV AND S. LAZARE
"Fabrication of refractive microlenses arrays by excimer laser ablation of amorphous Teflon"
Appl. Opt. **32**, 6211-6218(1993).
- [MINSKY 1961] M. MINSKY
"Microscopy Apparatus"
US Patent 3013467, 19/12/1961.
-

-
- [NAESSENS 2003] K. NAESSENS, H. OTTEVAERE, R. BAETS, P. VAN DAELE, AND H. THIENPONT
“Direct writing of microlenses in polycarbonate with excimer laser ablation”
Appl. Optics **42**, 6349-6359 (2003).
- [NOTTEN 1986] P. H. L. NOTTEN, J. J. KELLY AND H. K. KUIKEN
“Etching profiles at resist edges II. Experimental confirmation of models using GaAs”
J. Electrochem. Soc. **133**, 1226-1232 (1986).
- [NUSSBAUM 1997] P. H. NUSSBAUM, R VÖLKEL, H. P. HERZIG, M. EISNER AND S. HASELBECK
“Design, fabrication and testing of microlens arrays for sensors and microsystems”
Pure Appl. Opt. **6** 617-636, (1997).
- [OTTEVAERE 2003] H. OTTEVAERE
“Refractive microlenses and micro-optical structures for multi-parameter sensing: A touch of Micro-Photonics”
PhD Thesis, Vrije Universiteit Brussel, Belgium (2003).
- [PÄIVÄNRANTA 2008] B. PÄIVÄNRANTA, N. PASSILLY, J. PIETARINEN, P. LAAKKONEN, M. KUITTINEN, AND J. TERVO,
“Low-cost fabrication of form-birefringent quarter-wave plates,”
Opt. Express **16**, 16334-16342 (2008).
- [PALIK 1991] E. D. PALIK, O. J. GLEMOCKI, I. HEARD, JR., P. S. BURNO AND L. TENERZ
“Etching roughness for (100) silicon surfaces in aqueous KOH”
J. Appl. Phys **70**, 3291 (1991).
- [PAN 2007] C. T. PAN AND C. H. SU
“Fabrication of gapless triangular micro-lens array”
Sens. Actuators A **134**, 631-640 (2007).
- [PHILIPP 1960] PHILIPP, H. R. AND E. A. TAFT
“Optical Constants of Silicon in the Region 1 to 10 eV”
Phys. Rev. **120** 37-38 (1960).
- [PIETARINEN 2008] J. PIETARINEN, V. KALIMA, T. T. PAKKANEN AND M. KUITTINEN
“Improvement of UV-moulding accuracy by heat and solvent assisted process”
Microelectron. Eng. **85**, 263-270 (2008).
- [PLAZA 1998] J.A. PLAZA, J. ESTEVE AND E. LORA-TAMAYO
“Effect of silicon oxide, silicon nitride and polysilicon layers on the electrostatic pressure during anodic bonding”
Sens. Actuators A, **67**, 181-184 (1998)
- [PLISKIN 1965] W. A. PLISKIN AND H. S. LEHMAN
“Structural evaluation of silicon oxide films”
J. Electrochem. Soc. **112**, 1013 (1965).
- [POLYMICRO] Polymicro Newsletter 01/2003
<http://www.polymicro.com>
- [POLYOPTICS] <http://www.polyoptics.com>
-

- [POMMERANZ 1968] D. I. POMERANTZ
"Anodic bonding"
US Patent 3397278, 13/08/1978.
- [POPOVIC 1988] Z. POPOVIC, R. SPRAGUE AND G.A. NEVILLE CONELL
"Technique for monolithic fabrication of microlens arrays"
Appl. Opt. **23**, 1281-1284 (1988).
- [QUENZER 1992] H.J. QUENZER AND W. BENECKE
"Low-temperature silicon wafer bonding"
Sens. Actuators A **32**, Proceedings of Eurosensors V, 340-344 (1992).
- [REICHE 2000] M. REICHE, U. GÖSELE AND M. WIEGAND
"Modification of Si(100)-Surfaces by SF₆ Plasma Etching – Application to Wafer Direct Bonding"
Cryst. Res. Technol. **35**, 807–821 (2000).
- [REISMAN 1979] J. REISMAN, M. BERKENBILT, S. A. CHAN, F. B. KAUFMAN AND D. C. GREEN
"The controlled etching of silicon in catalyzed ethylenediamine-pyrocatechol-water solutions"
J. Electrochem. Soc. **126**, 1406 (1979).
- [RHEE 2009] HYUG-GYO RHEE, DONG-IK KIM, AND YUN-WOO LEE
"Realization and performance evaluation of high speed autofocusing for direct laser lithography"
Rev. Sci. Instrum. **80**, 073103 (2009).
- [ROBBINS 1959] H. ROBBINS AND B. SCHWARTZ
"Chemical etching of Silicon I"
J. Electrochem. Soc. **106**, 505-508 (1959).
- [ROBBINS 1960] H. ROBBINS AND B. SCHWARTZ
"Chemical etching of Silicon II"
J. Electrochem. Soc. **107**, 108-111 (1960).
- [ROOS 2002] N. ROOSA, H. SCHULZ, L. BENDFELDT, M. FINK, K. PFEIFFER AND H.-C. SCHEER
"First and second generation purely thermoset stamps for hot embossing"
Microelectronic Engineering **61–62**, 399–405 (2002).
- [ROYALL 2001] W. ROYALL COX, T. CHENG AND D. J. HAYES
"Micro-optics fabrication by ink-jet printing"
Opt. Photon. News **12**, 7, 32-35 (2001).
- [SCHMIDT 1996] D. SCHMIDT, H. NIIMI, B. J. HINDS, D. E. ASPNES AND G LUCOVSKY
"New approach to preparing smooth Si (100) surfaces : Characterization by spectroellipsometry and validation of Si/SiO₂, interface properties in metal-oxide-semiconductor devices"
J. Vac. Sci. Technol, **B14**(4), 2812 (1996).
-

-
- [SCHNAKENBERG 1991] U. SCHNAKENBERG, W. BENECKE, B. LOCHEL, S. ULLERICH AND P. LANGE
“NH₄OH –based etchants for silicon micromachining: Influence of additives and stability of passivation layers”
Sens. Actuators A **25-27**, 1 (1991).
- [SCHOTT] http://www.schott.com/hometech/english/download/brochure_borofloat_e.pdf
- [SCHJØLBERG 2008] K. SCHJØLBERG-HENRIKSEN, S. MOE, M. M. V. TAKLO, P. STORÅS AND J. H. ULVENSØEN
“Low-temperature plasma activated bonding for a variable optical attenuator”
Sens. Actuators A **142** 413–420 (2008).
- [SCHWARTZ 1961] B. SCHWARTZ AND H. ROBBINS
“Chemical etching of Silicon III”
J. Electrochem. Soc. **108**, 365-372 (1961).
- [SCHWINDER 1995] J. SCHWIDER AND O. R. FALKENSTOERFER
“Twyman-Green interferometer for testing microspheres”
Opt. Eng. **34**, 2972 (1995).
- [SEIDEL 1990] H. SEIDEL, L. CSEPREGI, A. HEUBERGER AND H. BAUMGARTEL
“Anisotropic etching of crystalline silicon in alkaline solutions. I. Orientation dependence and behavior of passivation layer”
J. Electrochem. Soc. **137**, 3612 (1990).
- [SHEN 2002] X. J. SHEN, L. PAN AND L. LIN
“Microplastic embossing process: experimental and theoretical characterizations”
Sens. Actuators A **97-98**, 428-433 (2002).
- [SHIKIDA 2000] M. SHIKIDA, K. SATO, K. TOKORO AND D. UCHIKAWA
“Differences in anisotropic etching properties of KOH and TMAH solutions”
Sens. Actuators A **80**, 179-188 (2000).
- [SHIMBO 1986] M. SHIMBO, K. FURUKAWA, K. FUKUDA, AND K. TANZAWA
Silicon-to-silicon direct bonding method
J. Appl. Phys. **60**, 2987-2989 (1986).
- [SHIN 1991] C. B. SHIN AND D. J. ECONOMOU
“Forced and natural convection effects on the shape evolution of cavities during wet chemical etching”
J. Electrochem. Soc. **138**, 527-538 (1991)
- [SMITH 1978] W. J. SMITH
“Image formation: Geometrical and physical optics” in Handbook of optics, Vol I.
Ed. By W. G. Driscoll, McGraw-Hill (1978).
- [SOMACHEKHAR 1996] J. SOMACHEKHAR AND S. O'BRIEN
“Etching films in aqueous 0.49% HF”
J. Electrochem. Soc. **143**, 2885 (1996).
- [STERN 1994] M.B. STERN AND T.R. JAY
“Dry etching for coherent refractive microlenses arrays”
Opt. Eng., Vol. **33** (11), 3547-3551 (1994).
-

- [SUN 1988] G.-L. SUN, J. ZHAN, Q.-Y. TONG, S.-J. XIE, Y.-M. CAI AND S.-J. LU,
“Cool plasma activated surface in silicon wafer direct bonding technology”
J. Phys. (Paris) Colloq. C 49 79–82 (1988).
- [SUNI 2002] T. SUNI, K. HENTTINEN, I. SUNI AND J. MÄKINEN
“Effects of plasma activation on hydrophilic bonding of Si and SiO₂”
J. of the Electrochem. Soc., **149**, G348-G351 (2002).
- [SUSS] <http://www.suss.com/products>
- [SVETOVVOY 2007] V. B. SVETOVVOY, J. W. BERENSCHOT AND M. C. ELWENSPOEK
“Experimental investigation of anisotropy in isotropic etching of silicon”
J. Micromech. Microeng. **17**, 2344-2351 (2007).
- [TABATA 1996] O. TABATA
“pH controlled TMAH etchants for silicon micromachining”
Sens. Actuators A 53, 335 (1996).
- [TAN 2008] J. TAN, M. SHAN, C. ZHAO AND J. LIU
“Design and fabrication of diffractive microlens arrays with continuous relief for parallel laser direct writing”
Appl. Opt. **47**, 1430-1433 (2008).
- [TJERKSTRA 1999] R. W. TJERKSTRA
“Isotropic etching of silicon in fluoride containing solutions”
PhD Thesis, University of Twente, The Netherlands (1999)
- [TRIPATHI 2009] A. TRIPATHI, T. V. CHOKSH AND N. CHRONIS
“A high numerical aperture, polymer-based, planar microlens array”
Opt. Express **17**, 19908-19918 (2009).
- [VDOVIN 2003] G. V. VDOVIN, O. AKHAZAR-MEHR, P. M. SARRO, D. W. DE LIMA MONTEIRO AND M. LOKTEV
“Arrays of spherical micromirrors and molded microlenses fabricated with bulk Si micromachining”
Proc. SPIE 4945, 107-111 (2003).
- [VOSSEN 1991] J. L. VOSSEN AND W. KERN
Thin Film Processes II
Academic Press (1991).
- [WAKAKI 1998] M. WAKAKI, Y. KOMACHI AND G. KANAI
“Microlenses and microlens arrays formed on a glass plate by use of a CO₂ laser”
Appl. Opt. **37**, 627-631 (1998).
- [WANG 2007] C. WANG, M.-H. TSAI, C.-M. SUN AND W. FANG
“A novel CMOS out-of-plane accelerometer with fully differential gap-closing capacitance sensing electrodes”
J. Micromech. Microeng. **17**, 1275–1280, (2007).
-

-
- [WEIRAUCH 1975] D. F. WEIRAUCH
"Correlation of the anisotropic etching of single crystal silicon spheres and wafers"
J. Appl. Phys. **46**, 1478-1483 (1975).
- [WILLIAMS 2003] K. R. WILLIAMS, K. GUPTA AND M. WASILIK
"Etch rates for Micromachining Processing – Part II"
J. Microelectromech. Sys. **12**, 761-778 (2003).
- [WYANT 1992] J. C. WYANT AND K. CREATH
"Basic wavefront aberration theory for optical metrology" in *Applied optics and Optical engineering, Vol XI*
Ed. by R. R. Shannon and J. C. Wyant, Academic Press (1992).
- [WYBOURNE 1999] M.N. WYBOURNE
"Thermal conductivity of c-Si" in *Properties of Crystalline Silicon*
EMIS Datareview series No. 20 Ed by R. Hull, IEE (1999).
- [YANG 2007] C.-C. YANG, Y.-H. HUANG, T.-C. PENG, M.-C. WU, C.-L. HO, C.-C. HONG, I.-M. LIU AND Y.-T. TSAI
"Fabrication of a vertical reflow microlens with silylation technology"
Sens. Actuators A **136**, 398-402 (2007).
- [YI 2005] A. Y. YI AND L. LI
"Design and fabrication of a microlens array by use of a slow tool servo"
Opt. Lett. **30**, 1707-1709 (2005).
- [YI_b 2005] A. Y. YI AND A. JAIN
"Compression molding of aspherical glass lenses: A combined experimental and numerical analysis"
J. of the American Ceramic Soc. **88**, 579-586 (2005).
- [YOON 1996] G. Y. YOON, T. JITSUNO, M. NAKATSUKA AND S. NAKAI
"Shack Hartmann wavefront measurement with a large F-number plastic microlens array"
Appl. Optics **35**, 188-192 (1996).
- [ZERNIKE 1934] F. ZERNIKE
"Begunstheorie des Schneidenver-Fahrens und Seiner Verbesserten Form der Phasenkontrastmethode"
Physica **1**, 689 (1934).
- [ZHANG 1996] Q. ZHANG, L. LIU AND Z. LI
"A new approach to convex corner compensation for anisotropic etching of (100) Si in KOH"
Sens. Actuators A **56**, 251-254 (1996).
- [ZHANG 2000] X. ZHANG, Q. TANG, X. YI, Z. ZHANG, AND X. PEI
"Cylindrical microlens array fabricated by argon ion-beam etching"
Opt. Eng. **39**, 3001 (2000).
-

- [ZHANG 2001] X. G. ZHANG
Electrochemistry of silicon and its oxide
Kluwer Academic/Plenum Publishers (New York), 2001.
- [ZHAO 2006] Y. L. ZHAO, L. B. ZHAO AND Z. D. JIANG
“High temperature and frequency pressure sensor based on silicon-on-insulator layers”
Meas. Sci. Technol. **17** 519–523 (2006).
- [ZHOU 2008] Z. ZHOU AND S. H. LEE
“Two-beam-current method for e-beam writing gray-scale masks and its application to high-resolution microstructures”
Appl. Optics **47**, 3177-3184 (2008).
- [ZUBEL 1998] I. ZUBEL
“Silicon anisotropic etching in alkaline solutions II. On the influence of anisotropy on the smoothness of etched surfaces”
Sens. Actuators A **70**, 260-268 (1998).
-

Liste des publications de l'auteur

Revues internationales à comité de lecture :

- J. B. BENTLEY, J. A. DAVIS, **J. ALBERO** AND I. MORENO, "Self-interferometric technique for visualization of phase patterns encoded onto a liquid-crystal display," *Applied Optics* Vol. 45, 7791-7794 (2006).
- **J. ALBERO**, L. NIERADKO, C. GORECKI, H. OTTEVAERE, V. GOMEZ, H. THIENPONT, J. PIETARINEN, B. PÄIVÄNRANTA AND N. PASSILLY, "Fabrication of spherical microlenses by a combination of isotropic wet etching of silicon and molding techniques", *Optics Express* Vol. 17, Issue 8, pp. 6283-6292 (2009).
- **J. ALBERO**, C. GORECKI, L. NIERADKO, B. PÄIVÄNRANTA, V. GOMEZ, H. THIENPONT AND N. PASSILLY, "Matrixes of unconventional micro-optical components molded with etched silicon," *Journal of the European Optical Society - Rapid Publications*, Vol. 5, 10001 (2010).
- I. MORENO, A. MARTÍNEZ-GARCÍA, L. NIERADKO, **J. ALBERO**, C. GORECKI, "Low cost production of computer generated holograms: for design to optical characterization," *Journal of the European Optical Society - Rapid Publications*, Vol. 5, 10011 (2010).

Actes de congrès à comité de lecture :

- C. GORECKI, L. NIERADKO, S. BARGIEL,, J. DZIUBAN, D. HENIS, **J.A. SILVESTRE**, K. ALKOWSKA, G. SOTO-ROMERO, J. THEVENET AND R. YAHIAOUI, "On-chip scanning confocal microscope with 3d mems scanner and VCSEL feedback detection," *IEEE Digest of the Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference*, 2007. *Transducers 2007*, Vol. 2, 2561-2564.
- C. GORECKI, L. NIERADKO, S. BARGIEL, K. LASZCZYK, **J. ALBERO**, "MEMS scanning confocal microscope with VCSEL feedback detection," *MEMS technology and devices*, 76-79, Ed. Pan Stanford (2007).
- **J. ALBERO**, L. NIERADKO, C. GORECKI, H. OTTEVAERE, V. GOMEZ, AND J. PIETARINEN, "Si moulds for glass and polymer microlenses replication", *Proc. SPIE 6992*, 69920A (2008), DOI:10.1117/12.783093.
- K. GASTINGER, K. H. HAUGHOLT, A. RØYSET, **J. ALBERO**, U. ZEITNER AND C. GORECKI "Design of a micro-optical low coherent interferometer array for the characterization of MEMS and MOEMS," *Fringe 2009 The 6th Int. Workshop on Advanced Optical Metrology*, Springer Press, 611-617 (2009).
- **J. ALBERO**, S. BARGIEL AND C. GORECKI, "Integrated glass lenses fabrication for parallel interferometric inspection systems of MEMS and MOEMS," *Proc. SPIE 7716-72* (in Print) (2010).
- K. GASTINGER, L. JOHNSEN, M. KUJAWINSKA, M. JOZWIK, U. ZEITNER, P. DANNBERG, **J. ALBERO**, S. BARGIEL, C. SCHAEFFEL, S. BEER, R. MOOSBURGER, P. LAMBERLET AND M. PIZZI "Next generation test equipment for micro-production," *Proc. SPIE 7718-14* (in print) (2010), invited conference.
- S. VAN OVERMEIRE, H. OTTEVAERE, **J. ALBERO**, L. NIERADKO, G. DESMET, C. GORECKI AND H. THIENPONT, "Plastic light coupler for absorbance detection in silicon microfluidic devices," *Proc. SPIE 7716-29* (in Print) (2010).
- M. BARANSKI, R. KASZTELANIC, **J. ALBERO**, L. NIERADKO AND C. GORECKI, "Level set method for microfabrication simulations," *Proc. SPIE 7716-67* (in Print) (2010).

Conférences nationales

- C. GORECKI AND **J. ALBERO**, "Une filière silicium pour les composants micro-optiques à base de micro-moulage : applications en microscopie optique sur puce", *Horizons de l'optique*, Lille (France), 6-9 July 2009, invited conference.
-

Posters en conférences internationales

- J. A. DZIUBAN, C. GORECKI, R. WALCZAK, M. KOPYTKO, I. MORENO, L. NIERADKO, M. JÓZWIK, R. CARRASCO AND **J. ALBERO**, "Glass microlenses for Silicon-Glass optical Microsystems," *COE2006 Scientific conference of electronic and optoelectronic sensors*, Kraków-Zakopane (Poland), 19-22 June 2006.
 - S. BARGIEL, R. WALCZAK, **J. A. SILVESTRE**, J. DZIUBAN, K. ALKOWSKA, L. NIERADKO, M. JOZWIK AND C. GORECKI, "Towards the miniaturization of optical microscopes: integration of glass microlenses into silicon actuators," *20th Eurosensors Conference*, Göteborg, Sweden, 17 -20 September 2006.
 - **J. ALBERO**, L. NIERADKO, C. GORECKI, B. PÄIVÄNRANTA AND H. OTTEVAERE, " Replication technologies of microlenses from Si moulds," *EOS Topical Meeting on Diffractive Optics 2007*, Barcelona, 21-23 November 2007.
 - **J. ALBERO**, L. NIERADKO, C. GORECKI, H. OTTEVAERE, V. GOMEZ, S. VAN OVERMEIRE, N. PASSILLY, B. PÄIVÄNRANTA, D. NIETO, M.T. FLORES-ARIAS AND C. GOMEZ-REINO, "Silicon moulds of microlenses for different replication techniques," *MOC'08, 14th Micro-Optics Conference*, Brussels (Belgium), 25-27 September 2008.
 - D. NIETO, M.T. FLORES-ARIAS, A. CASTELO, C GOMEZ-REINO, **J. ALBERO**, L. NIERADKO, C. GORECKI, B. PÄIVÄNRANTA AND N. PASSILLY, "Replication of Si moulds microlenses with glass," *MOC'08, 14th Micro-Optics Conference*, Brussels (Belgium), 25-27 September 2008.
 - **J. ALBERO**, S. BARGIEL AND C. GORECKI, "Integrated glass lenses fabrication for parallel interferometric inspection systems of MEMS and MOEMS," *SPIE Photonics Europe 2010*, Brussels (Belgium), April 2010 (Accepted).
-