

Journée Adhésion moléculaire Le collage anodique

Marc MORAND

Sommaire

- *Environnement*
- *Développement Spectromètre RIXS*
- *Conception Presse expérimentale*
- *Collage anodique des analyseurs*
- *Résolution des analyseurs*
- *Prospectives*

**Unité mixte de recherche
CNRS – SU - MNHN**

Case courrier 115
4 Place Jussieu
75252 Paris cedex 05
<http://www.imPMC.upmc.fr>

- Contexte

L'**I**nstitut de **M**inéralogie, **P**hysique des **M**atériaux et de **C**osmochimie est une unité mixte de Recherche du CNRS, de Sorbonne Université et du Muséum National d'Histoire Naturelle.

Institut pluridisciplinaire de 200 personnes, il rassemble physiciens, minéralogistes, biologistes, géophysiciens pour étudier la structure de la matière, son comportement et ses liens avec les micro-organismes.

Très forte interaction avec les grands instruments de type SYNCHROTRONS

National → SOLEIL, ESRF International → SLS, DIAMOND, ELETTRA, SPRING-8...

- La Cellule Projet (Responsable : Marc MORAND)

Structure qui regroupe les ingénieurs et techniciens spécialisés en instrumentation scientifique. Elle assure les développements instrumentaux de l'unité en mode Projet.

Compétences en CAO, DAO, CFAO mécanique, électronique et informatique (C++, Python, LabVIEW)

Développement d'un Spectromètre RIXS – Diffusion inélastique

Collaboration scientifique avec la ligne GALAXIES – Synchrotron SOLEIL

- **Objectif**

- Etude et conception d'un spectromètre multi-analyseurs pour spectrométrie RIXS à haute résolution
- Gestion de la totalité de l'ingénierie du projet

- **Originalités**

- Spectromètre non-commercial – modèle unique
- Challenge et défi technologique
- Contraintes imposées par le diffractomètre 6 axes (géométrie, rigidité, poids)

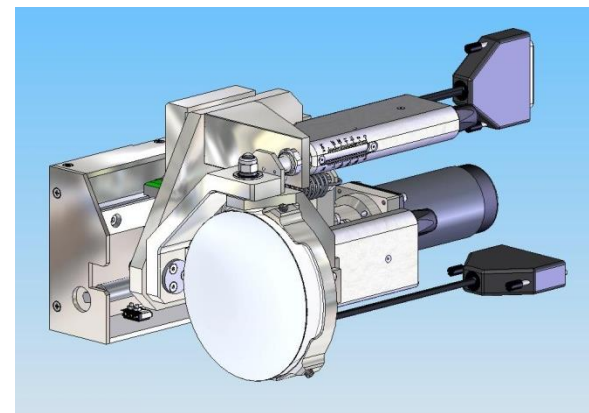
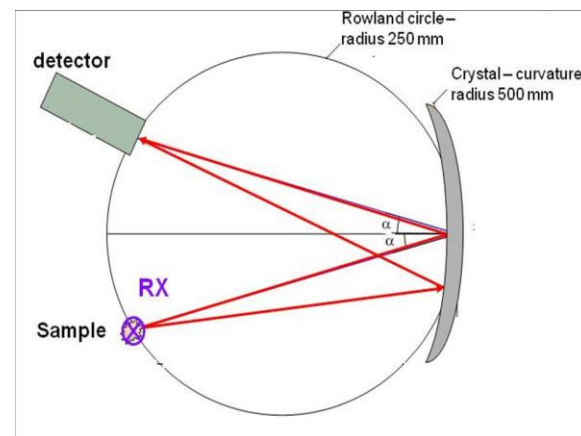
- **Réponse technologique**

- 4 montures « analyseur »
- Calibration et étalonnage du dispositif

Précision angulaire Θ_x : 0,005° et Θ_y : 0,003°

Masse monture individuelle : 5kg

Masse totale spectromètre < 145 kg



- Historique

Dans les années 2000, les développements technologiques sur les grands instruments étaient vraiment précurseurs.

De nos jours, une multitude de société* sont capables de fabriquer et distribuer ce type d'instrumentation (Spectromètres, cristaux analyseurs).

*** : Huber, Newport, Saint-Gobain....**

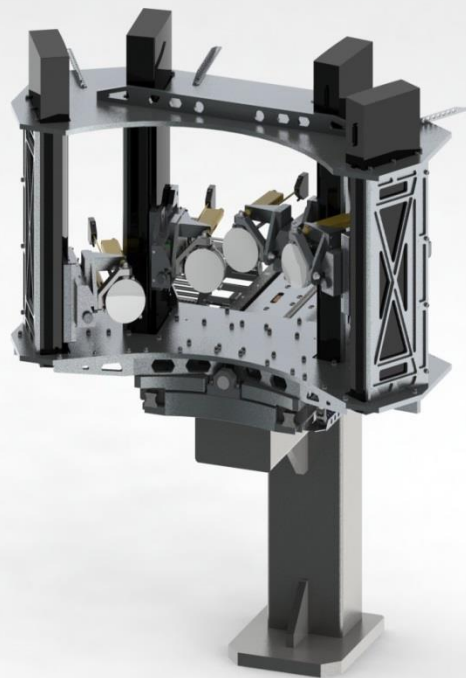
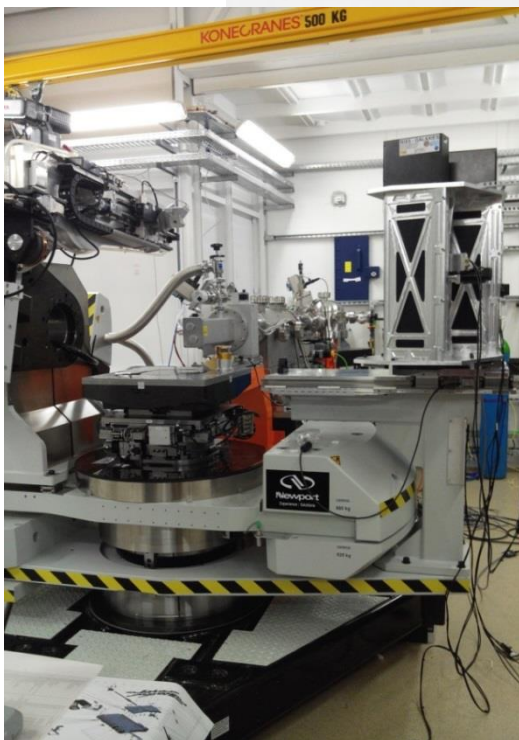
- Cout

Même en incluant les ressources humaines, le coût était relativement bas comparé au prix de vente d'aujourd'hui (facteur entre 1,5 et 3).

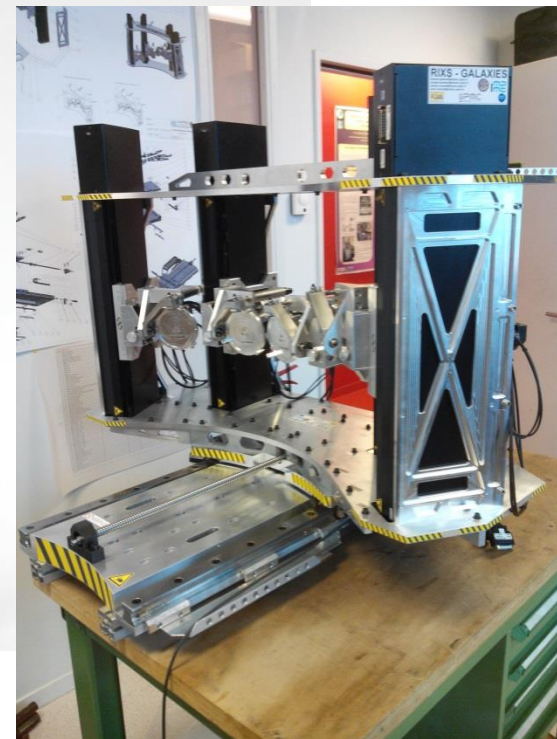
- Scientifiques

Les développements instrumentaux ont permis d'aborder et d'appréhender de nouveaux domaines de recherche dans les matériaux 2D avec des spin-offs (nouveaux matériaux, dopage..)

Développement d'un Spectromètre RIXS



Spectromètre opérationnel été 2014



Performances:

- *Grand angle solide (0,125 sr avec 4 analyseurs)*
- *Augmentation taux de comptage*
- Angle de Bragg : 70° à 90°
- Gamme angulaire Θ_x et Θ_y : $\pm 10^\circ$



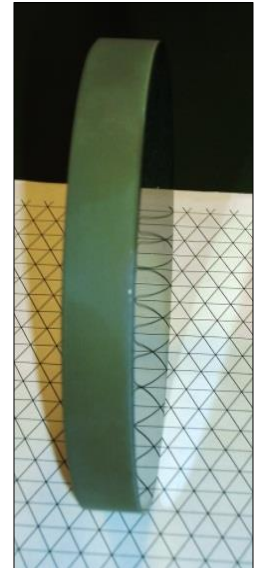
Analyseurs!!

- Mode de fabrication?
- Performances?

Conception d'une Presse pour fabrication d'analyseurs



- **Besoin**
→ Fabrication d'analyseurs hémisphériques en Silicium
- **Originalité**
→ Innovation : Technique de collage anodique
- **Objectifs**
→ Gain en résolution énergétique en comparaison avec des analyseurs obtenus par collage de wafer de Silicium sur matrice de verre.



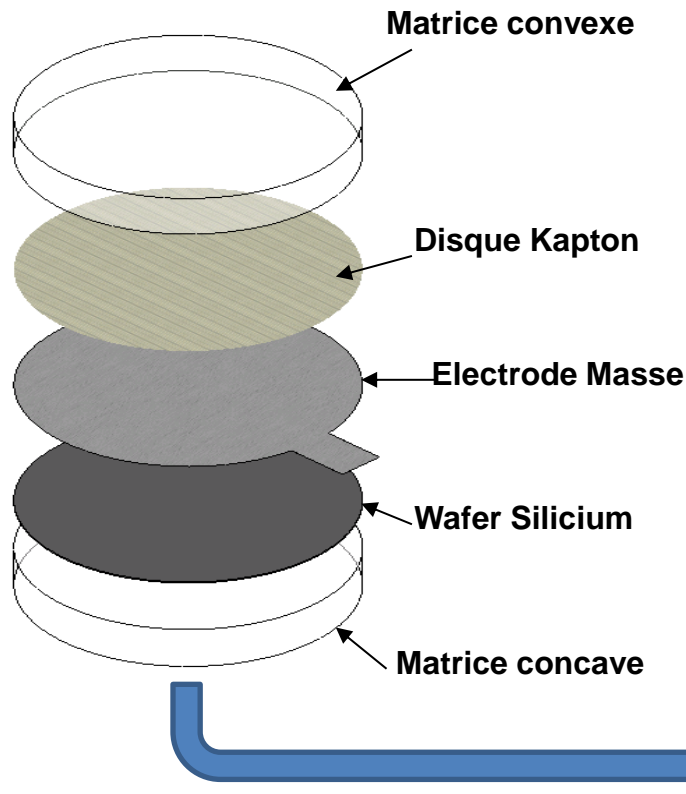
Technique de collage anodique

Méthode de collage largement utilisée en microélectronique. Elle permet l'adhésion de substrat silicium sur verre sans « colle ».

- Matrice de verre PYREX 7740 – diamètre 100mm – épaisseur 16mm
courbure 0,5m +/- 2,5mm [MARCON, GWU LaserTechnik, OPA-OPTICAD]
- Wafer de Silicium – diamètre 100mm – épaisseur 200 μ m +/- 15 μ m
[TTV < 10 μ m – Bow & Warp < 30 μ m] [SYNCHROTRONIX]

Collaboration avec le Centre de Nanosciences et de Nanotechnologies

- Utilisation de la salle blanche de la centrale de technologie du site LPN –Marcoussis
- Procédures de **nettoyage**, **assemblage** et **collage anodique** du setup expérimental

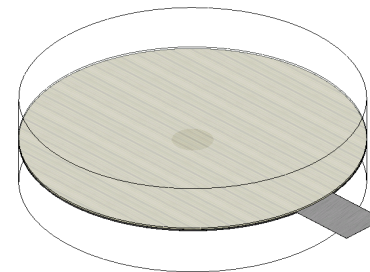


Nettoyage du wafer et matrices de verre

- Nettoyage organique [Trichlo, Acétone, Isopropanol]
- Oxydation de surface [NH_3 , H_2O_2]
- Suppression couche oxyde [HF]

Assemblage du setup

- Assemblage sous flux azote sec
- Assemblage sous hotte à flux laminaire



Collage anodique : Polarisation du Setup

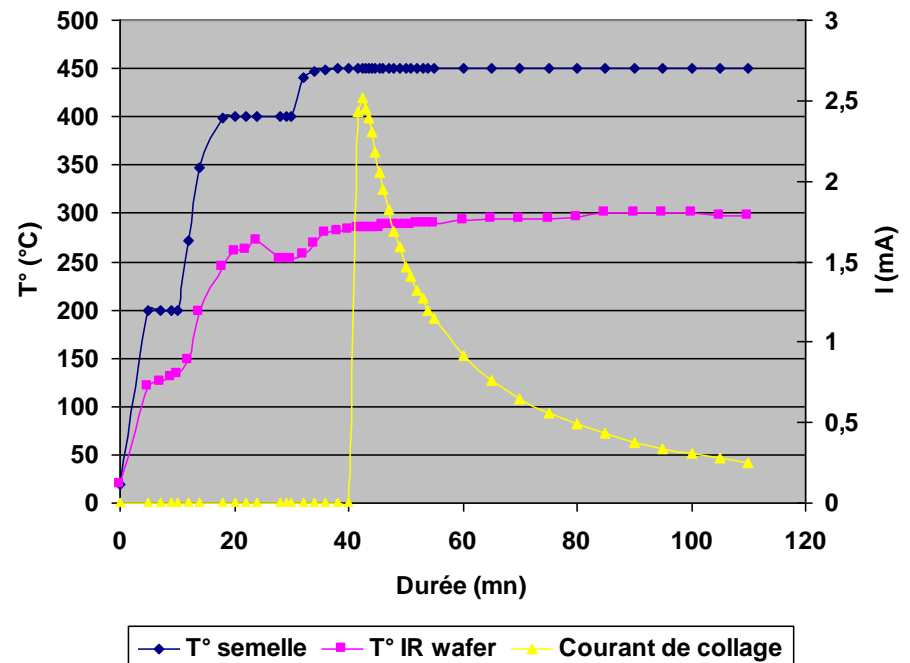
Mise sous presse (1500N) + Chauffage du setup à 300°C + polarisation à -1,5kV

→ Dissociation : $\text{Na}_2\text{O} \rightarrow 2\text{Na}^+ + \text{O}_2^-$

→ Polarisation : O_2^- vers interface verre – silicium : $\text{Si} + 2\text{O}_2^- \rightarrow \text{SiO}_2 + 4\text{e}^-$

SiO_2 = « adhésif moléculaire »

Cinétique collage anodique



Résolution des analyseurs

BL12XU Beamline Spring-8 (Japon)

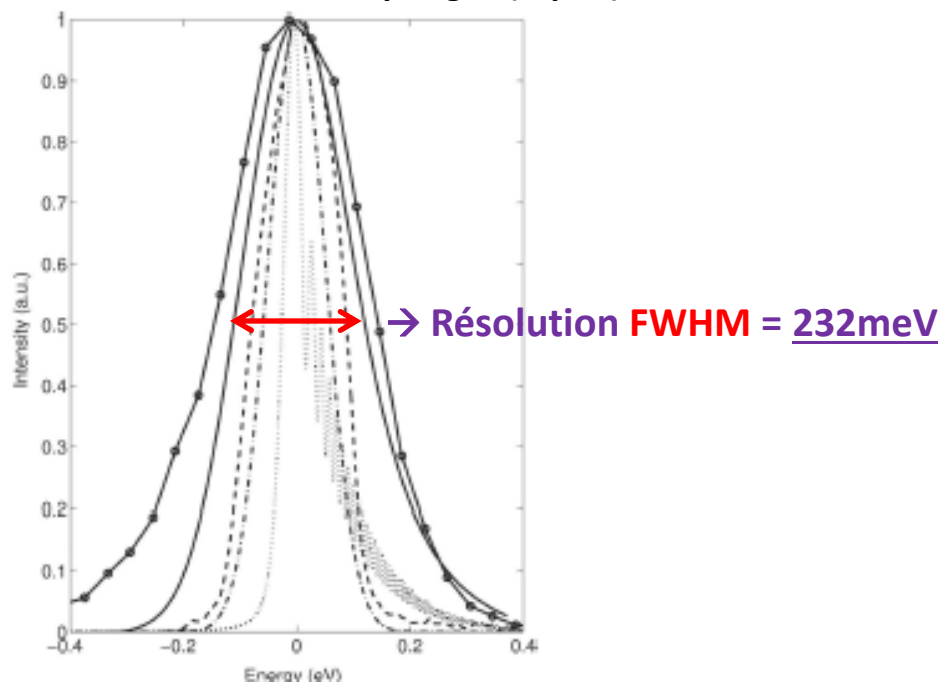
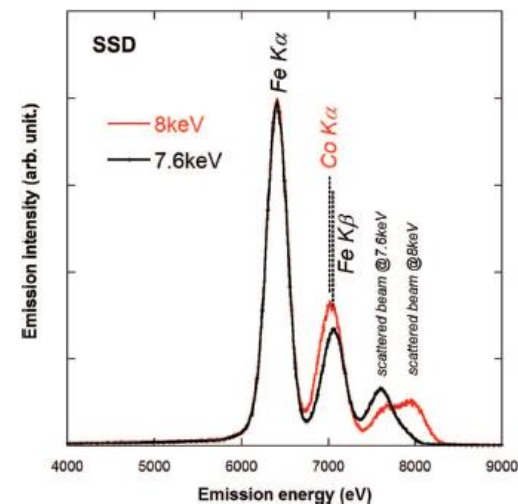
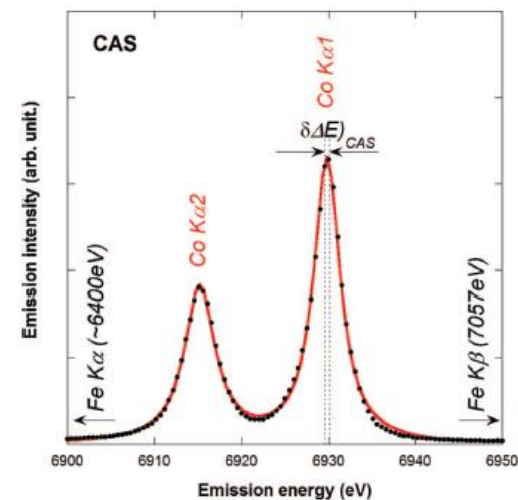


Figure 3

Si (553) analyzer for the Cu K-edge. Dashed line: energy spread of the incident beam (FWHM = 167 meV); dashed-dotted line: source size contribution (FWHM = 121 meV); dotted line: intrinsic resolution of the bent crystal calculated by the TT method (FWHM = 59 meV); solid line: total calculated resolution from convolution of all contributions (FWHM = 232 meV); solid line with circles: experimental resolution, FWHM = 291 meV. All curves have been normalized to maximum for better visibility.

- Gain en résolution (0,230 meV à 0,700 meV :
- Collage anodique
 - Qualité intrinsèque des analyseurs

BM30B / CRG – FAME [ESRF]

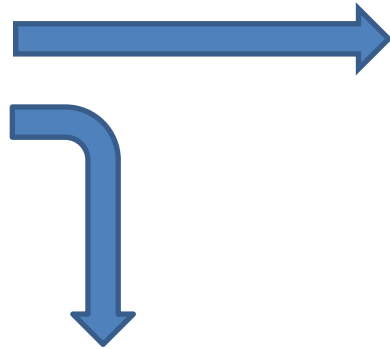


Résolution Analyseurs > Résolution SSD

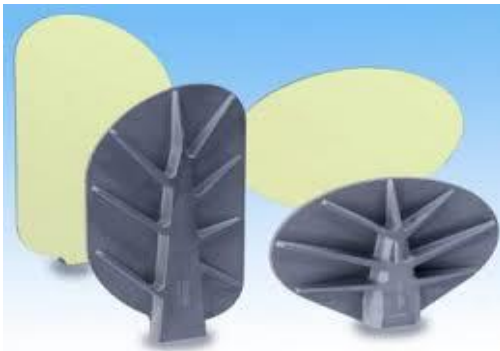
Partenariat Industriel : BOOSTEC - MERSEN

MERSEN BOOSTEC

MERSEN



Carbure de silicium SiC pour télescopes spatiaux



Miroirs en SiC pour scanner laser

- Usinage SiC : **BOOSTEC**
- Polissage Optique : **SAFRAN (?)**
- Etude de faisabilité : **Collage Verre – SiC**
- Service de valorisation **UPMC – SATT-LUTECH**
- *Tests sur échantillon SiC BOOSTEC*
- *Disque de verre Borosilicate MemPax SHOTT*
- *Résultats non satisfaisants car presse non adaptée*
- *Problème de chimie de surface, planning, manpower*
- **Abandon du projet par BOOSTEC**

Prospectives

Valorisation : CNRS



- Presse utilisée pour la technologie **Graphène**
- **Flagship Graphène CNRS 2013**
- Collage anodique de graphite sur PYREX
- Presse dans la Photothèque CNRS
- **Dépôts de 2 brevets CNRS***

Valorisation : SOLEIL



- **Partenariat scientifique ligne GALAXIES**
- **Vente de deux exemplaires de Presse**
- **Fabrication analyseurs en interne SOLEIL**



* Anodic bonding : a method to make few layer 2D films of layered materials (WO 2009 074755)

* Space Charge doping : A method to electrostatically dope 2D films (FR 1557308)

Merci de votre attention,

Des questions?

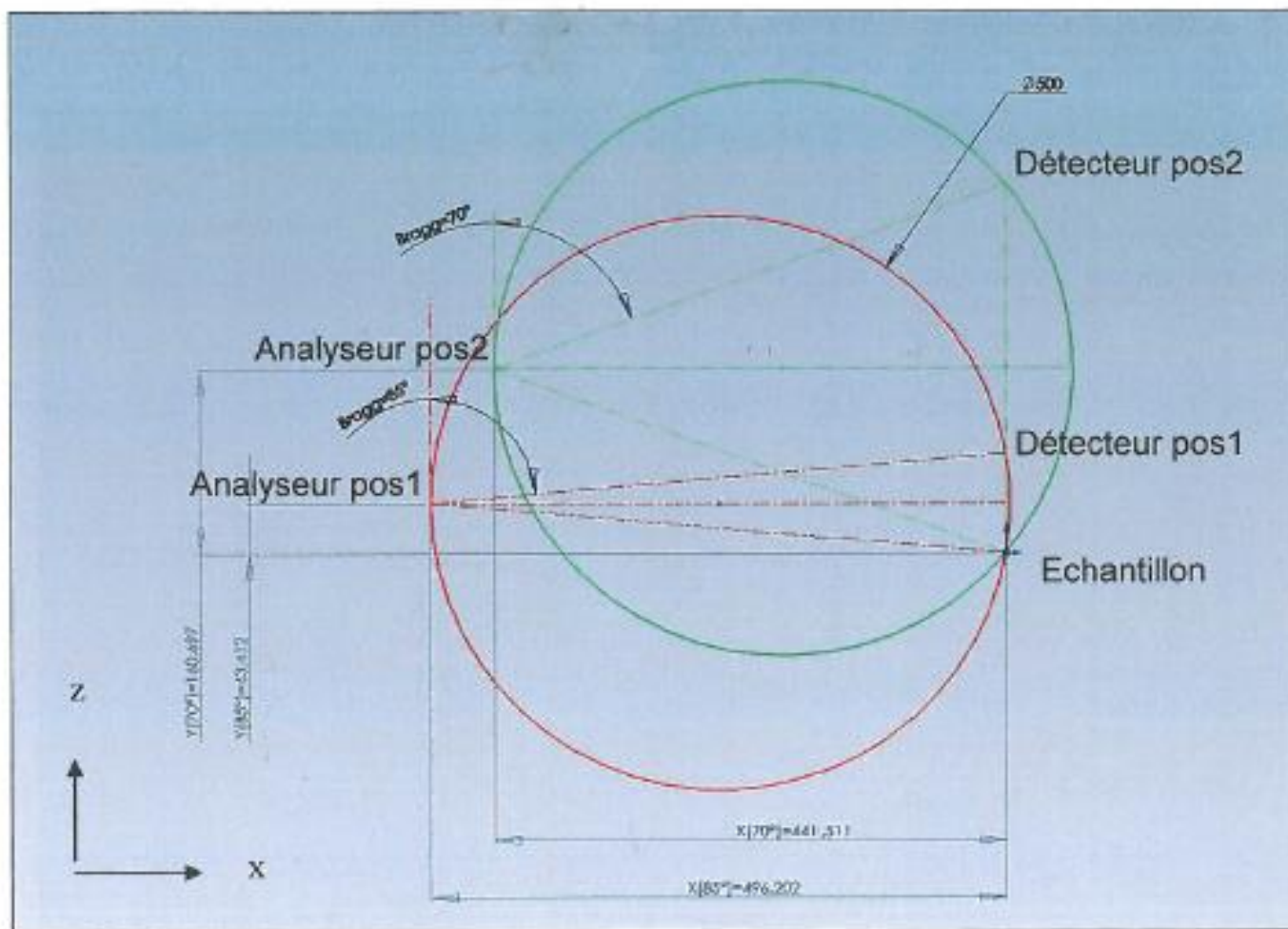
Contact avec partenaires industriels Domaine micro-électronique

- EVG GROUP
- SUSS MICROTEC



EVG Equipment for Wafer Bonding

1.0 Anodic Bonding – Anodic bonding is glass to silicon bonding using temperature, pressure, and voltage. The standard glass is Pyrex 7740. Borosilicate glass is known to work but has a thermal expansion coefficient that leads to bowing or breaking. The procedure describes precision alignment with the EVG 620 aligner, then bonding with the EVG 501 bonder. For non-critical alignment, users could load wafers into the bond tool and start at step 1.21.



$$\Delta E / E = \text{Cotg } \Theta \Delta \Theta$$

avec $E = 8 \text{ keV}$, $\Theta = 83^\circ$, $\Delta E = 0,5 \text{ eV}$, $\rightarrow \Delta \Theta = 0,029^\circ$