



**HAL**  
open science

# Etudes et mise en oeuvre de liquides fonctionnels par procédé jet d'encre pour la réalisation de microdispositifs optiques

Stéphanie Poirier

## ► To cite this version:

Stéphanie Poirier. Etudes et mise en oeuvre de liquides fonctionnels par procédé jet d'encre pour la réalisation de microdispositifs optiques. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Institut National Polytechnique de Toulouse - INPT, 2009. Français. NNT: . tel-04391287v1

**HAL Id: tel-04391287**

**<https://theses.hal.science/tel-04391287v1>**

Submitted on 4 Apr 2013 (v1), last revised 12 Jan 2024 (v2)

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

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

# THESE

En vue de l'obtention du

## DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE TOULOUSE

**Délivré par** *l'Institut National Polytechnique de Toulouse*

**Discipline ou spécialité :** *Conception des circuits microélectroniques et microsystèmes*

---

**Présentée et Soutenue par** *Stéphanie POIRIER*

**Le** *30 octobre 2009*

**Titre :** *Etude et mise en œuvre de liquides fonctionnels  
par procédé jet d'encre  
pour la réalisation de microdispositifs optiques*

---

### JURY

*Martine LEJEUNE, Professeur, ENSCI-SPCTS (Limoges), Rapporteur*

*Didier CHAUSSY, Professeur, LGP2 (Grenoble), Rapporteur*

*Jean-Paul CANO, Ingénieur, ESSILOR (Toulouse)*

*Sylvie VINSONNEAU, Ingénieur, ESSILOR (Toulouse)*

*Antoine MARTY, Directeur de recherche, LAAS (Toulouse)*

*Pierre TEMPLE-BOYER, Chargé de recherche, LAAS (Toulouse)*

*Ludivine FADEL TARIS, Maître de conférences, Université P.Sabatier (Toulouse)*

---

**Ecole doctorale :** *GEET*

**Unité de recherche :** *LAAS*

**Directeur(s) de Thèse :** *Pierre TEMPLE-BOYER/ Ludivine FADEL TARIS*

**Rapporteurs :** *Martine LEJEUNE/ Didier CHAUSSY*











## - Remerciements -

Les travaux présentés dans ce mémoire ont été effectués au sein du groupe Microdispositifs et microsystèmes de détection (M2D) du Laboratoire d'analyses et d'architecture des systèmes (LAAS-CNRS), et de l'équipe du projet « Optique digitale » de la société ESSILOR. Je souhaite ici remercier les nombreuses personnes sans qui ces travaux n'auraient jamais vu le jour.

Je souhaite tout d'abord exprimer mes chaleureux remerciements aux superviseurs de cette thèse pour leur disponibilité, leur expertise, et leur soutien dans ce travail pluridisciplinaire :

Pierre Temple-Boyer (CNRS, LAAS), responsable du groupe M2D et directeur de ma thèse, pour m'avoir accueilli dans son équipe, pour son suivi et sa disponibilité,

Ludivine Fadel Taris (Université Paul Sabatier, LAAS), co-directrice de ma thèse, pour ses conseils, son accompagnement et ses relectures attentives et constructives,

Sylvie Vinsonneau (ESSILOR) pour son investissement permanent, son expertise, son soutien, et son dynamisme à toute épreuve. Merci d'avoir accepté d'être membre invité de mon jury,

Stéphane Perrot (ESSILOR) pour son accompagnement, sa disponibilité, son expertise et son enthousiasme contagieux,

Jean-Paul Cano (ESSILOR), directeur technique du projet, pour m'avoir offert cette opportunité et m'avoir accueilli au sein de son équipe, pour tous ses conseils et son immense expertise technique. Merci d'avoir accepté d'être membre de mon jury.

Je tiens ensuite à remercier madame Martine Lejeune (Université de Limoges) et monsieur Didier Chaussy (Université de Grenoble) pour avoir apporté leurs expertises et avoir accepté d'examiner mon travail de doctorat en tant que rapporteurs et membres de mon jury.

Merci aussi à monsieur Antoine Marty pour sa présence dans mon jury de thèse et sa disponibilité.



Un grand merci à monsieur David Quéré, pour son expertise et ses conseils, et à toute son équipe du laboratoire PMMH de l'ESPCI, pour leur accueil chaleureux et pour leur aide avec la caméra rapide.

Merci à tous mes collègues du LAAS pour leur accompagnement et notamment au petit groupe de roboticiens, qui m'ont souvent accueilli le midi.

Je remercie chaleureusement l'ensemble de mes collègues de ESSILOR de Toulouse et Grenoble, qu'ils soient « permanents », « doctorants » ou « stagiaires », pour leur participation à mes travaux, pour l'ambiance très joviale qu'ils ont su instaurer, pour les matchs de squash, pour les parties de foot entre « bigleux », pour le weekend « Igloo » qui restera mémorable et pour tous ces petits moments quotidiens qui ont rendu ces trois années inoubliables.

Enfin un très grand merci à ma famille, mes amis et l'homme de ma vie pour leur soutien inestimable et leur confiance.

<b>Introduction générale - Contexte de la thèse et positionnement du sujet -</b>	<b>7</b>
<b>Chapitre 1 - Le verre pixellisé -</b>	<b>13</b>
<b>I - Descriptif du projet</b>	<b>13</b>
<b>1 - Rupture technologique</b>	<b>13</b>
1.1 - Principe du verre correcteur traditionnel	14
1.2 - Principe du verre correcteur pixellisé	16
<b>2 - Spécifications pour le procédé jet d'encre</b>	<b>18</b>
<b>3 - Les différentes étapes de fabrication d'un verre pixellisé</b>	<b>19</b>
3.1 - Fabrication des microstructures	19
3.2 - Remplissage des microstructures	20
3.3 - Scellement des microstructures	20
3.4 - Report du micro-dispositif	22
3.5 - Protection du micro-dispositif	23
3.6 - Alimentation des microdispositifs actifs	23
<b>II - Technologie d'impression jet d'encre</b>	<b>23</b>
<b>1 - Historique</b>	<b>23</b>
<b>2 - Jet continu</b>	<b>25</b>
2.1 - Déflexion binaire	25
2.2 - Déflexion multiple	25
<b>3 - Goutte à la demande</b>	<b>26</b>
3.1 - Le procédé thermique	26
3.2 - Le procédé piézo-électrique	27
3.3 - La thermofusion	27
<b>4 - Choix de la technologie à utiliser</b>	<b>28</b>
4.1 - Tête d'impression piézoélectrique	28
4.2 - Multibuses ou monobuse	30
4.3 - Propriétés des têtes multibuses	31
<b>5 - Quelques applications du procédé jet d'encre</b>	<b>33</b>
<b>III - Conclusion</b>	<b>36</b>
<b>Chapitre 2 - Etude et développement technologique du procédé jet d'encre -</b>	<b>41</b>
<b>I - Plateforme d'impression</b>	<b>41</b>
<b>1 - Les têtes d'impression de la société XAAR <sup>[1]</sup></b>	<b>41</b>
1.1 - Constituants	42
1.2 - Gestion du cristal piézoélectrique	43
<b>2 - Logiciel de gestion des têtes</b>	<b>48</b>
<b>3 - Déplacement du substrat</b>	<b>49</b>
<b>II - Propriétés des gouttes déposées et influence sur la qualité des dépôts</b>	<b>50</b>
<b>1 - Cahier des charges des liquides</b>	<b>50</b>
<b>2 - Liquides utilisés</b>	<b>51</b>

2.1 - Encres UV	51
2.2 - Huiles	52
2.3 - Cristaux liquides	52
<b>3 - Qualité des impressions</b>	<b>56</b>
3.1 - Variation de volume	56
3.2 - Variation de vitesse d'éjection	57
3.3 - Conclusion	70
<b>III - Etude de l'influence des paramètres d'impression sur les propriétés des gouttes éjectées</b>	<b>71</b>
<b>1 - Etude expérimentale de l'influence des paramètres d'impression</b>	<b>71</b>
1.1 - Influence de la durée de l'impulsion	72
1.2 - Stabilité de l'éjection en fréquence	73
1.3 - Influence du vide	73
1.4 - Influence de la tension appliquée au PZT	74
1.5 - Influence de la température	75
1.6 - Expression de la vitesse en fonction de l'amplitude de l'impulsion électrique et de la viscosité	77
<b>2 - Stabilisation de l'éjection par compensation de température</b>	<b>78</b>
2.1 - Etude réalisée	78
2.2 - Comparaison avec l'outil de XAAR	80
2.3 - Validation de la stabilisation de la vitesse	81
<b>IV - Etude de l'éjection de cristaux liquides par procédé jet d'encre</b>	<b>83</b>
<b>1 - Intérêts du E7</b>	<b>83</b>
<b>2 - Propriétés physico-chimiques du cristal liquide E7</b>	<b>83</b>
2.1 - Influence de la température sur la viscosité	83
2.2 - Influence du champ électrique	85
<b>3 - Etude de la variation de vitesse d'éjection du E7</b>	<b>87</b>
3.1 - Influence de la tension appliquée au PZT	87
3.2 - Influence de température	88
3.3 - Discussion	89
3.4 - Stabilisation de l'éjection en température	90
<b>V - Conclusion</b>	<b>93</b>
<b>Chapitre 3 - Etude du remplissage des microstructures -</b>	<b>97</b>
<b>I - Problématique de remplissage</b>	<b>97</b>
<b>1 - Présentation des microstructures</b>	<b>97</b>
1.1 - Fabrication	97
1.2 - Forme géométrique	98
1.3 - Conséquence sur le remplissage	100
<b>2 - Interaction gouttes/ microstructure</b>	<b>100</b>
2.1 - Observations avec la caméra rapide	100
2.2 - Evolution du ménisque lors du remplissage des cuves	105
<b>3 - Stratégie d'impression</b>	<b>108</b>
3.1 - Méthodes globales de remplissage	108
3.2 - Définition des images d'impression en remplissage statistique	110
3.3 - Définition des paramètres d'impression classique	111
3.4 - Impression en mode binaire avec des petites gouttes	112
<b>II - Caractérisation des remplissages</b>	<b>113</b>

<b>1 - Microscope digital holographique</b>	<b>114</b>
<b>2 - Scanner</b>	<b>117</b>
<b>III - Inhomogénéités de remplissage</b>	<b>118</b>
<b>1 - Dispersion de volume des gouttes</b>	<b>118</b>
<b>2 - Disfonctionnement des buses</b>	<b>121</b>
2.1 - Buses bouchées	121
2.2 - Buses déviées	122
<b>3 - Moiré</b>	<b>125</b>
<b>4 - Rapport entre volume des cuves et volume des gouttes</b>	<b>127</b>
<b>IV - Optimisation du remplissage</b>	<b>128</b>
<b>1 - Correction des buses déviées</b>	<b>128</b>
<b>2 - Suppression du moiré</b>	<b>129</b>
2.1 - Forme géométrique des microstructures	129
2.2 - Angle d'impression	131
<b>3 - Evolution de la stratégie d'impression</b>	<b>131</b>
<b>V - Gestion des volumes</b>	<b>134</b>
<b>1 - Variation d'indices de réfraction d'un mélange homogène</b>	<b>135</b>
<b>2 - Densité surfacique de gouttes</b>	<b>136</b>
<b>3 - Définition du profil de phase</b>	<b>137</b>
<b>4 - Procédé de tramage</b>	<b>138</b>
4.1 - Définition de la cellule de trame	139
4.2 - Redimensionnement de l'image du profil de phase	141
4.3 - Tramage de l'image correspondant au liquide de référence	143
4.4 - Tramage correspondant au liquide complémentaire	144
<b>5 - Résultats</b>	<b>146</b>
<b>VI - Conclusion</b>	<b>146</b>
<b>Chapitre 4 - Réalisation de profils de phase</b>	<b>151</b>
<b>I - Empilement des couches</b>	<b>151</b>
<b>1 - Technologie "liquide/ solide"</b>	<b>153</b>
<b>2 - Encapsulation Parylène par dépôt CVD<sup>[2]</sup></b>	<b>153</b>
2.1 - Propriétés du Parylène	153
2.2 - Principe de dépôt	154
2.3 - Difficultés rencontrées	155
<b>3 - Planarisation</b>	<b>161</b>
3.1 - Intérêt	161
3.2 - Principe de dépôt	165
<b>II - Réalisation de lentille de Fresnel plane</b>	<b>166</b>
<b>1 - Définition d'une lentille de Fresnel</b>	<b>166</b>
1.1 - Principe	166
1.2 - Calcul du profil de phase	168

<b>2 - Réalisation d'une lentille de Fresnel</b>	<b>169</b>
2.1 - Liquides utilisés	169
2.2 - Microstructures utilisées	170
2.3 - Tramage de l'image	170
2.4 - Définition des paramètres jet d'encre	171
<b>3 - Caractérisations</b>	<b>172</b>
3.1 - DHM (Microscope Digital Holographique)	172
3.2 - Analyseur de front d'onde	175
<b>III - Conclusion</b>	<b>179</b>
<b>Conclusion générale - Bilan et perspectives du projet -</b>	<b>183</b>
<b>I - Bilan des travaux de thèse</b>	<b>183</b>
<b>II - Perspectives des travaux de thèse</b>	<b>185</b>
1 - Formulation des liquides d'indice	185
2 - Têtes d'impression	186
3 - Développement d'outils pour limiter les défauts d'impression	187
<b>- Liste des publications -</b>	<b>189</b>
<b>- Résumé -</b>	<b>191</b>





## Introduction générale

### - Contexte de la thèse et positionnement du sujet -

ESSILOR, leader mondial de la fabrication de verres ophtalmiques, a depuis de nombreuses années fortement contribué aux grandes évolutions technologiques de ce domaine. Ainsi cette entreprise, née de la fusion des sociétés ESSEL et SILOR en 1972, est à l'origine de grandes innovations telles que le verre progressif (Varilux®) ou le remplacement des verres minéraux trop fragiles par des verres organiques de plus en plus résistants. Ainsi, les techniques de fabrication, les matériaux utilisés et les traitements de surface ont largement été optimisés afin d'améliorer la production industrielle et le confort du porteur. Cependant, ces dernières années, l'optique lunetière proposée tend à atteindre son apogée technologique. C'est pourquoi ESSILOR a imaginé un saut technologique afin de proposer de nouveaux produits dont la conception est en rupture totale avec ce qui est actuellement proposé sur le marché.

L'idée centrale de cette innovation technologique est l'introduction de fonctions actives à la surface du verre. Nous pouvons alors imaginer un verre dont la puissance optique s'adapterait automatiquement à la vision du porteur, qui s'obscurcirait rapidement au soleil, ou encore sur lequel des informations pourraient apparaître dans le champ de vision. Ainsi, introduire une certaine forme d'intelligence permettrait au verre de lunette d'interagir avec son environnement et aboutirait à une révolution du domaine de l'optique ophtalmique.

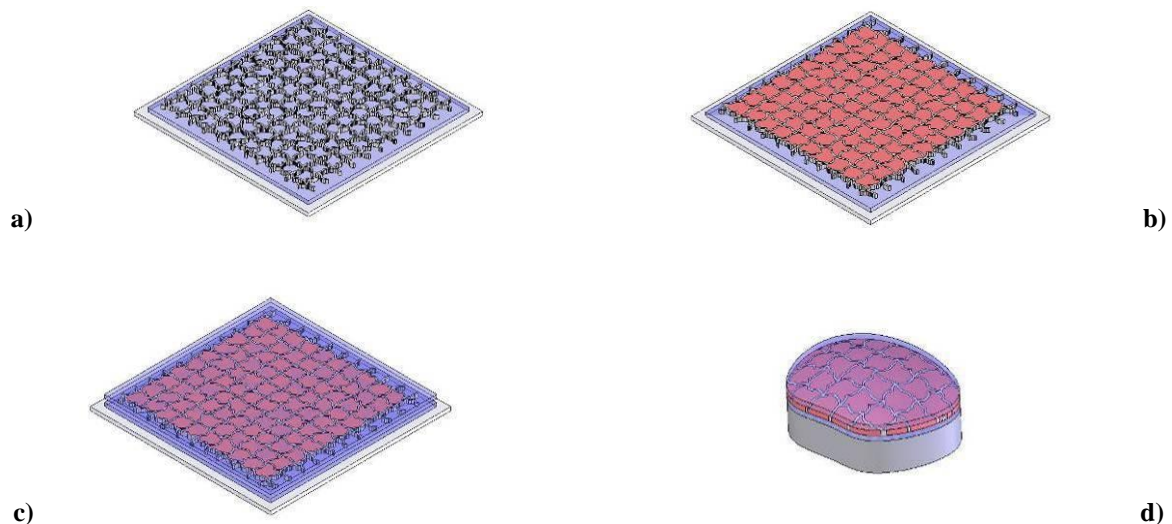
Le principe de base de cette rupture consiste à pixelliser la surface du composant optique habituellement continu, afin de moduler localement le profil de phase et d'amplitude de l'onde incidente le traversant. Le principe de pixellisation de fonction optique est actuellement largement utilisé pour la réalisation d'écrans plats à cristaux liquides (LCD). Cependant, la grande difficulté du projet soutenu par ESSILOR réside dans l'obtention d'un composant diffractif pixellisé transparent, ne présentant pas d'aberration optique désagréable pour l'œil. En effet, le passage d'un front d'onde continue au travers d'une surface découpée en petits éléments s'accompagne nécessairement d'un phénomène de diffraction à même de générer une perte de contraste de l'image (diffusion, images parasites). Un des atouts de la technologie digitale est la réalisation de structures pixellisées qui permettent de contrôler ces effets pour ne pas affecter la qualité des images formées par le composant.



Ce nouveau concept, partant donc d'une idée simple, nécessite de développer des procédés complexes de fabrication s'éloignant des standards de l'industrie optique traditionnelle et s'inspirant davantage des technologies issues de la microélectronique. Compte tenu de la polyvalence des domaines de compétences nécessaires à la réalisation de ce projet, ESSILOR s'est associé avec de nombreux laboratoires de recherche français et notamment avec trois laboratoires universitaires toulousains au sein du laboratoire commun PIXCELL: le Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux (CIRIMAT), le Laboratoire Plasma et Conversion et d'Energie (LAPLACE), et le Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes (LAAS). Les travaux réalisés au sein du laboratoire PIXCELL se consacrent aux recherches avancées du projet, par le développement des bases nécessaires à la réalisation des différentes étapes de fabrication de cette nouvelle génération de verre ophtalmique et la réalisation de tests de faisabilité des nouveaux concepts technologiques. Ainsi, le rapprochement du monde de l'optique ophtalmique et de la microélectronique définit le concept novateur d'optique digitale.

La discrétisation de la phase est obtenue par application à la surface du verre d'un film microstructuré composé d'une matrice de microcuves indépendantes. La microstructuration n'a pas une fonction optiquement utile en soit, mais doit être considérée comme un réceptacle pour l'intégration de matériaux fonctionnels. Ainsi, les matériaux de remplissage pourront, par exemple, être sensibles aux rayons ultra-violets (photochromisme), ou alors être activables par application d'un champ électrique permettant de moduler à volonté la correction optique (cristaux liquides) ou la couleur des verres de lunettes (électrochromisme). Par ailleurs, la maîtrise du remplissage localisé de la microstructure offre la possibilité de contrôler, de manière indépendante, les propriétés de chacun des pixels et les caractéristiques globales du film pixellisé. Ainsi, il est possible de définir des profils de phase particuliers et de proposer une nouvelle manière de corriger des défauts optiques.

La figure 1 présente les quatre principales étapes nécessaires à la fabrication d'une fonction optique sur un film pixellisé. Tout d'abord, des parois assurant la microstructuration du film sont fabriquées sur un substrat en verre recouvert d'un film polymère (a). Ensuite les microcuves formées sont remplies par des liquides fonctionnels (b). Puis, l'ensemble du film rempli est scellé afin d'assurer l'étanchéité du système et de figer la discrétisation des cuves (c). Enfin, la zone d'intérêt de l'empilement formé est découpée et reportée sur un verre rigide et courbe, afin de lui transférer la nouvelle fonction recherchée (d).



**Figure 1 - Principales étapes de la fabrication du microdispositif optique pixellisé**  
a) Microstructuration, b) Remplissage, c) Scellement, d) Report

L'intégration de divers matériaux fonctionnels par la maîtrise du remplissage discrétisé de ces structures fait l'objet de mon travail de thèse. Cette étape, fondamentale à terme pour la réalisation de systèmes optiques intelligents, est réalisée par impression jet d'encre. Il s'agit d'un procédé additif permettant le dépôt localisé de petites quantités de liquides variés, ne nécessitant pas de contact direct avec le substrat et évitant ainsi sa dégradation. Il offre la possibilité de contrôler le taux remplissage de nos microcuvés, ainsi que de déterminer les propriétés locales et globales de nos films pixellisés par la définition de la cartographie de dépôt de nos matériaux de remplissage. Ce procédé, développé historiquement pour l'industrie graphique, suscite actuellement beaucoup d'intérêt dans le domaine de la microélectronique et la diversité des applications étudiées de nos jours témoigne du fort potentiel de cette technologie émergente.

La maîtrise de la qualité de remplissage des films pixellisés par procédé jet d'encre nécessite de contrôler de nombreux paramètres décrits dans ce manuscrit, organisé en quatre chapitres de la manière suivante:

Le premier chapitre compare, dans un premier temps, le principe de fonctionnement d'un verre optique traditionnel et d'un verre correcteur pixellisé. Puis les différentes étapes du procédé de fabrication du film pixellisé et les résultats obtenus, à ce jour, lors des travaux de recherche réalisés dans le cadre du laboratoire PIXCELL sont exposés. Par la suite, un état de l'art de la technologie d'impression jet d'encre sera établi afin de comprendre la stratégie qui a conduit à choisir ce procédé. Enfin, quelques exemples concrets de réalisation

d'objets par dépôt jet d'encre de matériaux seront proposés pour illustrer les faisabilités de cette technologie innovante.

Le second chapitre est consacré à l'analyse du cœur de la technologie centrée sur les têtes d'impression jet d'encre. Après une description détaillée de la plateforme d'impression utilisée et du fonctionnement de ces têtes d'impression, nous nous intéresserons à l'identification et à la compréhension des interdépendances fortes existantes entre les propriétés physico-chimiques des liquides fonctionnels et les paramètres du procédé. Ainsi, les liquides utilisés et leurs spécifications requises pour le projet seront exposés. Puis, les principales propriétés des gouttes éjectées ainsi que leur influence sur la qualité des dépôts seront détaillées. Par la suite, nous verrons comment intervenir sur les paramètres du procédé (notamment, la tension appliquée et la température), pour maîtriser les propriétés des gouttes et optimiser la qualité des éjections. Enfin, une étude spécifique du comportement rhéologique d'un cristal liquide lors de la formation des gouttes sera présentée.

Le troisième chapitre présente l'étude du remplissage des microstructures. Ainsi, après une présentation des différentes formes géométriques utilisées, nous exposerons les interactions observées entre le liquide de remplissage et les parois des microcuves et nous détaillerons les différentes méthodes de dispense testées. Les deux principaux outils de caractérisation optique utilisés pour étudier la qualité du remplissage de nos microstructures seront aussi brièvement présentés. Puis, suite à l'introduction des différentes inhomogénéités de remplissage observées, nous exposerons les méthodes mises en place pour les limiter ou atténuer leur impact visuel. Enfin, la dernière partie illustre la gestion du volume des dépôts par le développement d'un logiciel informatique de tramage d'image.

Le quatrième et dernier chapitre est consacré à la réalisation complète de profils de phase sur un film pixellisé et est constitué de deux grandes parties. La première détaille les étapes à effectuer après le remplissage de la microstructure par procédé jet d'encre et qui sont nécessaires pour finaliser l'empilement du composant optique. La seconde donne un exemple de profil de phase réalisé, sous forme de lentille de Fresnel, et présente les analyses effectuées pour caractériser ses propriétés optiques.

Enfin, une conclusion ponctuera ce manuscrit, en résumant les principaux résultats exposés et en proposant quelques perspectives à ces travaux.





# Chapitre 1

## - Le verre pixellisé -

### I - Descriptif du projet

Avec la création du projet en 2003, ESSILOR a choisi de miser sur un saut technologique d'importance: l'optique digitale. Ce projet, basé sur de nombreux brevets <sup>[1,2]</sup>, consiste à discrétiser la surface du verre par l'application d'un film microstructuré sur l'une de ses faces. Ce film est composé d'une matrice de pixels, sous forme de microcuves contenant des liquides fonctionnels. La nature des liquides utilisés et le profil de remplissage définissent la fonctionnalité du film pixellisé et donc du verre sur lequel il est reporté.

#### 1 - *Rupture technologique*

L'idée centrale de cette rupture technologique, présentée dans l'introduction générale, repose sur l'intégration de fonctions actives à la surface du verre, le rendant ainsi capable d'interagir avec son environnement. Le développement d'un tel dispositif est un objectif techniquement ambitieux. Il nécessite l'étude de nombreuses briques technologiques, incluant la réalisation de surfaces microtexturées, l'étude de l'impact de la pixellisation sur la réponse optique, la formulation de matériaux fonctionnels, l'encapsulation de liquides et le développement d'une source d'énergie embarquée... Le concept technologique de certaines de ces briques n'a pas encore été validé et demande encore du temps de développement.

Les travaux, présentés dans ce manuscrit, se focalisent sur la dispense des liquides fonctionnels par impression jet d'encre. L'utilisation du procédé jet d'encre prend tout son sens dans le projet dès lors que la fonctionnalisation du film nécessite un remplissage discrétisé des microcuves. Nous nous limiterons donc dans ce manuscrit aux études consacrées à la réalisation de profils de phase sur nos films texturés, permettant de corriger une aberration optique. Ceci nécessite de contrôler parfaitement le profil de remplissage de la microstructure afin de faire varier l'indice de réfraction local des différents pixels. Cette première étape permettra de valider le concept de correction optique par un verre pixellisé et de préparer le développement de composant actif par l'intégration de cristaux liquides.

Il est intéressant de noter que d'autres études focalisées sur l'intégration de matériaux actifs ont été initiées parallèlement, mais ne seront pas évoquées dans ce manuscrit. Par ailleurs, le premier produit issu du concept d'optique digitale devrait être mis sur le marché en 2010 par ESSILOR. Il s'agit de proposer des verres pixellisés photochromiques dans lesquels le colorant photochrome est maintenu en phase liquide. Ceci permet d'augmenter la cinétique d'assombrissement et d'éclaircissement des verres face aux rayonnements UV et ainsi d'avoir un produit plus performant que les verres de lunettes photochromiques actuellement vendus sur le marché (notamment les verres Transition®), dans lesquels le colorant est piégé dans une matrice solide.

Pour bien comprendre le fonctionnement de l'optique correctrice digitale, nous allons comparer cette technologie au principe de fonctionnement du verre correcteur traditionnel.

### 1.1 - Principe du verre correcteur traditionnel

Traditionnellement les amétropies<sup>[3]</sup> de l'œil sont corrigées par des verres de lunettes, fabriqués en mettant en forme un matériau transparent (de nos jours, majoritairement plastique) dont l'indice de réfraction est fixe. Le verre est moulé, puis surfacé de manière à ce que la vision du porteur soit corrigée et que la focalisation de son œil se fasse sur sa rétine.

Il existe deux principaux défauts visuels nécessitant une correction ophtalmique : l'hypermétropie et la myopie. Les personnes atteintes d'hypermétropie ont une mauvaise vision de près car leur œil n'est pas assez convergent et leur plan focal se situe en arrière de la rétine. A l'inverse, les personnes souffrant de myopie ont une mauvaise vision de loin car leur œil converge en amont de la rétine.

L'optique lunettière permettant de corriger ces amétropies est basée sur le principe de FERMAT, énoncé en 1657 et servant de fondement à l'optique géométrique, stipulant que<sup>[4]</sup>:

*" La lumière se propage d'un point à un autre sur des trajectoires telles que la durée du parcours soit extrémale"*

Ce principe signifie que tous les rayons lumineux allant d'un point source S vers un point image I parcourent le même chemin optique  $L$  défini par:

$$L(S, I) = n SI \quad \mathbf{I-1}$$

Avec  $n$  l'indice de réfraction du milieu traversé et  $SI$  la distance entre la source et l'image.

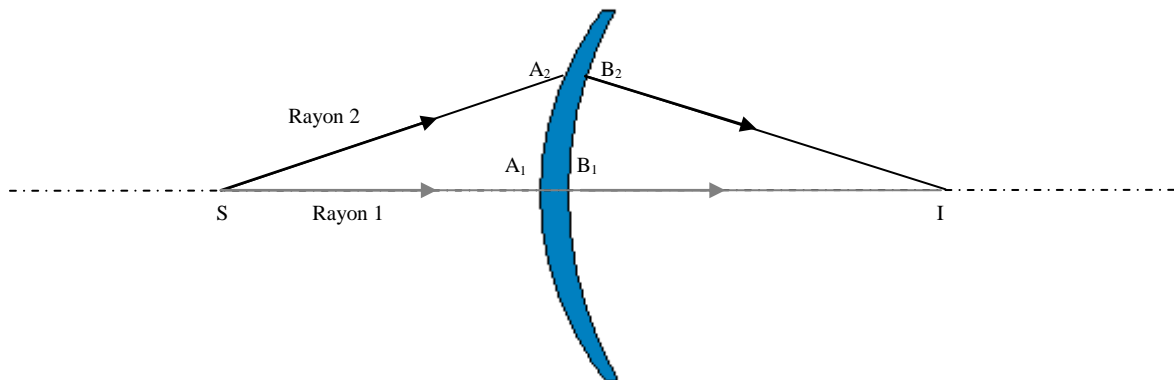
Les lois de Snell-Descartes plus couramment utilisées en optique géométrique peuvent être facilement retrouvées à partir du principe de FERMAT et de l'équation I-1.

L'indice de réfraction  $n^{[5]}$  d'un milieu est égal à la célérité de la lumière dans le vide  $c$  divisée par la vitesse de propagation de la lumière dans ce milieu  $v$  ( $n=c/v$ ). Ainsi, plus l'indice de réfraction du milieu est grand, plus l'onde lumineuse est ralentie par celui-ci, plus son chemin optique sera grand.

Le verre d'une personne souffrant d'hypermétropie (Figure 2) va donc être taillé sous forme convexe, pour que les rayons passant par le centre du verre traversent une épaisseur plus importante du verre d'indice de réfraction  $n$ . Le rayon 1 parcourt alors une distance plus courte que le rayon 2, mais est ralenti par l'épaisseur du verre afin que les deux rayons aient le même chemin optique. Cette configuration permet ainsi de rapprocher le plan de focalisation des rayons et de corriger le défaut de l'œil (Figure 3).

$$L(S, I) = SA_1 + n A_1B_1 + B_1I = SA_2 + n A_2B_2 + B_2I \quad \text{I-2}$$

Ici  $n$  est constant et le rayon 1 est plus ralenti que le rayon 2 car  $A_1B_1 > A_2B_2$ .



**Figure 2 - Chemins optiques de deux rayons traversant un verre traditionnel convergent**

La déviation des rayons à travers un verre ophtalmique traditionnel varie en fonction de l'épaisseur de verre traversée, ce qui permet de corriger le défaut de focalisation de l'œil.



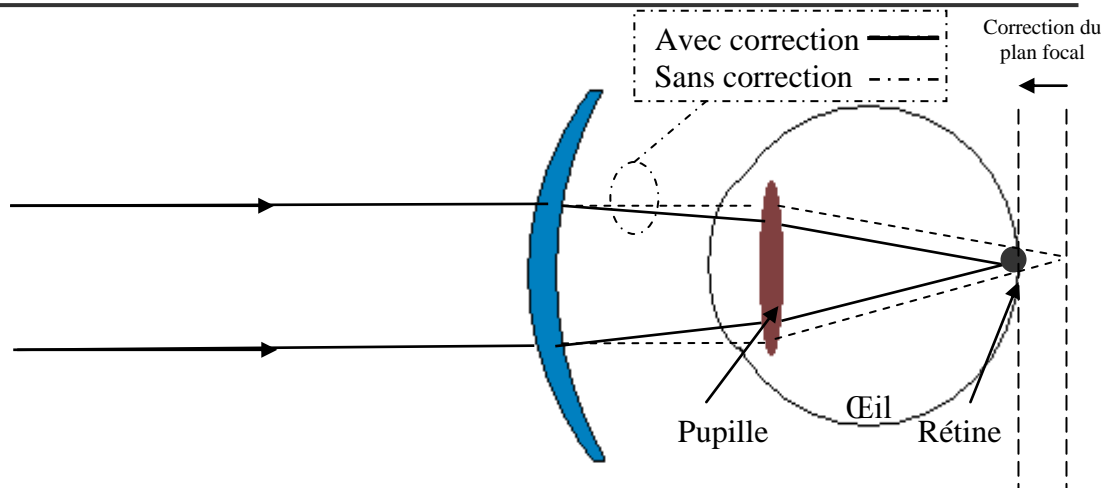


Figure 3- Correction de l'hypermétropie par un verre ophtalmique convexe - Vue en coupe

Les principales innovations se portent actuellement sur l'augmentation de l'indice de réfraction du matériau de fabrication du verre (actuellement  $n_{\max}=1,74$ ), afin de diminuer l'épaisseur de celui-ci et d'éviter aux porteurs à forte amétropie de subir une gêne esthétique. Par ailleurs, des techniques pointues de surfaçage de verres ont été développées pour définir parfaitement la topologie de chacune des surfaces et donc l'épaisseur locale des verres correcteurs. Ainsi, la dernière technologie de surfaçage numérique offre la possibilité de personnaliser le verre en fonction de l'amétropie et du comportement tête/ œil de chaque personne.

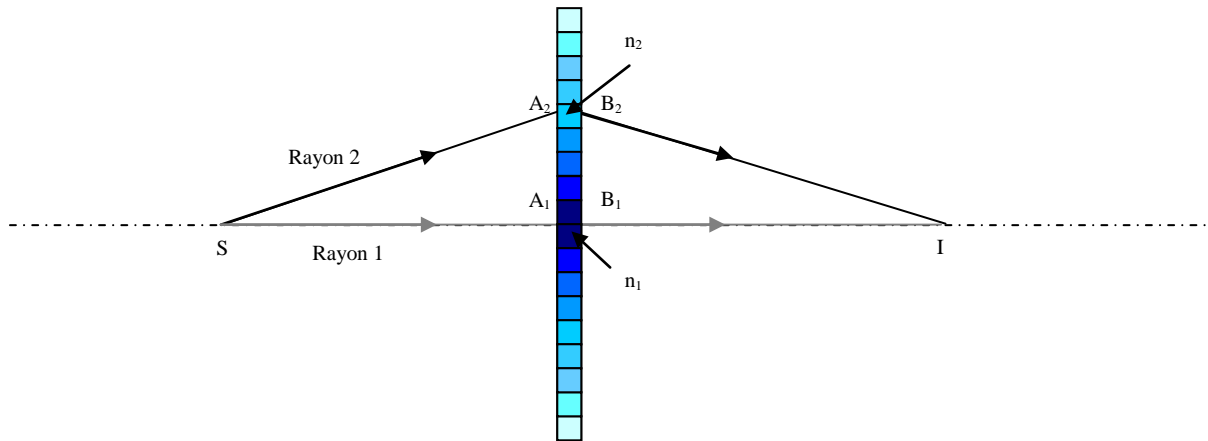
## 1.2 - Principe du verre correcteur pixellisé

Le projet d'optique pixellisée propose un concept révolutionnaire de fabrication des verres ophtalmiques en corrigeant les amétropies non plus par variation de l'épaisseur d'un verre d'indice de réfraction constant, mais en appliquant un film d'indice de réfraction variable sur un verre équi-épais. Ceci aurait pour avantages d'éviter l'utilisation peu esthétique de verres épais pour la correction des fortes amétropies et surtout de pouvoir intégrer d'autres fonctionnalités (photochromisme, électrochromisme) dans le verre.

La figure 4 illustre le fonctionnement d'un film pixellisé à variation de phase (ou d'indice), pour la correction de l'hypermétropie. Dans ce cas, si l'on reprend l'équation I-2, nous pouvons calculer le chemin optique entre la source et l'image pour un rayon traversant une microcuve d'indice  $n_1$  au centre du film et un autre rayon traversant une microcuve d'indice  $n_2$  au bord par la relation I-3.

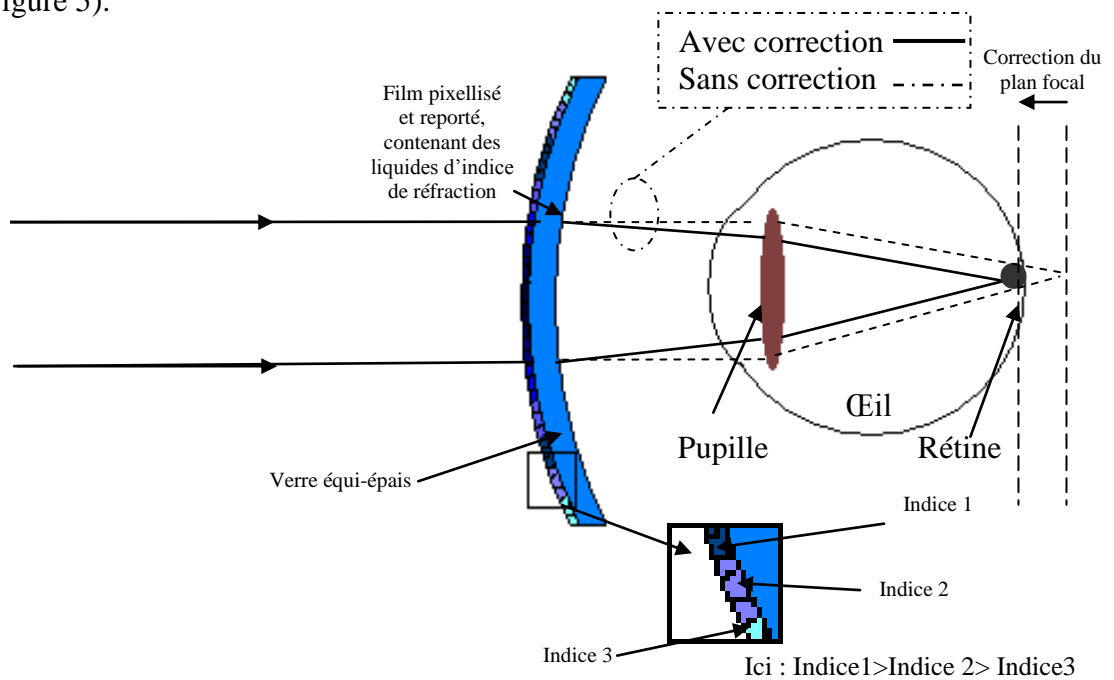
$$L(S, I) = SA_1 + n_1 A_1 B_1 + B_1 I = SA_2 + n_2 A_2 B_2 + B_2 I \quad \text{I-3}$$

Dans ce cas,  $AB = A'B'$  et le rayon 1 est plus ralenti que le rayon 2 car  $n_1 > n_2$



**Figure 4- Chemins optiques de deux rayons traversant un verre pixellisé convergent**

Des études ont montré que pour des raisons d'esthétisme et de confort, le porteur préférerait avoir des verres de lunettes courbes. Le film mince ainsi pixellisé doit donc être, par la suite, reporté sur un verre équi-épais non correcteur, afin d'être intégré à une monture de lunettes (Figure 5).



**Figure 5-Verre pixellisé convergent pour la correction de l'hypermétropie - Vue en coupe**

Sur l'ensemble du verre correcteur, les épaisseurs des différentes couches ne varient pas. Par ailleurs, le verre équi-épais est homogène en indice, il n'a donc aucun effet optique sur les rayons le traversant. Seule la variation des indices de réfraction des liquides contenus dans les cuves permet de corriger l'amétropie.

Si l'indice de réfraction du liquide fonctionnel est plus élevé au centre du film qu'au bord, le verre sera convergent et corrigera l'hypermétropie. Inversement, si l'indice de

réfraction est plus faible au centre, le verre sera divergent et corrigera la myopie. La puissance du verre, qui correspond au nombre de dioptries corrigées, est définie par la dynamique de la variation de phase. Plus la variation d'indice est forte (grande variation sur une distance faible), plus la puissance du verre sera importante. Par analogie, une forte variation d'indice correspond à une forte pente (faible rayon de courbure) sur un verre traditionnel.

L'échantillonnage de la surface microstructurée doit être suffisamment fin pour assurer une bonne discrétisation de la phase sans imposer de trop fortes ruptures. Cependant, il reste limité en raison des problèmes de diffraction important, engendrés par la présence des parois de la microstructure, et par l'augmentation de la difficulté de remplissage des cuves de très petites tailles. En effet, plus le taux de recouvrement de la surface du film par des parois est grand, plus celles-ci auront tendance à diffracter et à générer des interférences de diffraction altérant la réponse optique du film. Des solutions sont actuellement à l'étude pour limiter ce phénomène faisant notamment évoluer la forme géométrique des microcuves, néanmoins celles-ci ne sont pas encore optimales. Par ailleurs, plus les microcuves sont petites plus les spécifications requises en terme de taille de goutte et de précision de dépôt sont importantes pour le procédé jet d'encre. Ce sujet sera développé ultérieurement dans ce manuscrit.

Ainsi, le profil de phase donné au film pixellisé par la dispense locale des différents liquides d'indice, détermine la fonction optique du verre. D'autres corrections ophtalmiques plus complexes, telles que l'astigmatisme et la presbytie pourraient elles aussi être corrigées par impression sur les microstructures d'un profil de phase spécifique.

## **2 - Spécifications pour le procédé jet d'encre**

La réalisation d'un profil de phase sur la surface d'un film pixellisé nécessite de contrôler l'indice de réfraction de chaque pixel de la microstructure. Pour cela, deux liquides parfaitement miscibles, dont l'écart d'indice de réfraction est le plus grand possible, vont être dispensés avec précision sur le film. En jouant sur la proportion locale de chacun des liquides, nous pouvons faire varier l'indice de chacune des cuves et définir un profil de phase sur le film. Le procédé qui a été choisi pour réaliser la dispense de ces liquides d'indice est le procédé d'impression jet d'encre.

L'utilisation du procédé jet d'encre dans le projet prend tout son sens dans la réalisation d'un verre pixellisé correcteur. En effet, ce procédé offre la possibilité de déposer de petites quantités de matière (quelques picolitres), avec une précision de l'ordre de quelques

micromètres, sur n'importe quel type de substrat. De plus, il ne nécessite pas de contact direct avec le substrat, ce qui permet d'éviter la pollution ou la dégradation de la microstructure. Enfin, le procédé jet d'encre étant une technologie additive, il permet de remplir les microstructures avec la quantité de liquides fonctionnels strictement nécessaire. La matière dispensée étant généralement très couteuse, il est intéressant de pouvoir l'économiser.

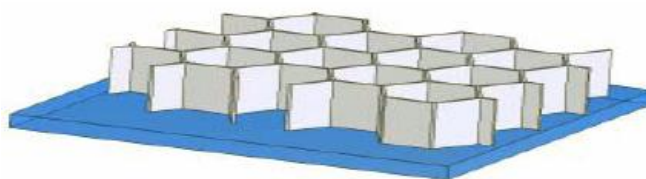
Ce procédé émergent implique la maîtrise de nombreux paramètres d'impression qui seront détaillés ultérieurement dans ce manuscrit. La principale difficulté reste la maîtrise de la qualité du remplissage à l'échelle des cuves, afin d'éviter le sur-remplissage et le sous-remplissage, pouvant générer des défauts optiques.

### **3 - Les différentes étapes de fabrication d'un verre pixellisé**

Le projet d'optique digitale, développé par le travail en parallèle des ingénieurs internes à ESSILOR et de leurs collaborateurs externes, peut se décomposer de manière simplifiée en six grands axes. Ces six axes sont la fabrication des microstructures, le remplissage par des liquides fonctionnels, le scellement du film, le report sur la surface courbe d'un verre, la protection vis-à-vis des contraintes extérieures et l'alimentation des microdispositifs actifs. Ces différents sujets ont donné lieu aux différents travaux de recherche des doctorants associés au laboratoire PIXCELL.

#### **3.1 - Fabrication des microstructures**

Le développement préliminaire de cette étape a été effectué en collaboration avec le LAAS au sein de sa centrale de technologie. Elle consiste à réaliser sur un substrat plan en polyéthylène téréphtalate (PET) une matrice de cuves à haut rapport de forme (épaisseurs des murs d'environ  $2\mu\text{m}$  pour une hauteur d'environ  $20\mu\text{m}$ ) en utilisant la photolithographie de résines épaisses (Figure 6). Les prémices de son développement a fait l'objet des travaux de thèse de Laëtitia PONT <sup>[6]</sup>, qui a réalisé un réseau de cuves hexagonales en résine SU8.



**Figure 6 - Fabrication des microstructures**

Puis, avec l'optimisation de la forme géométrique des microstructures, permettant d'atténuer leur impact visuel, les ingénieurs d'ESSILOR ont fait évoluer les techniques de fabrication vers la réalisation de microcuvettes de formes aléatoires en résine hybride sol-gel. Les recherches concernant la microstructuration par photolithographie sont actuellement poursuivies par les travaux de thèse de Rémy BOSSUYT (Thèse LAAS, soutenance prévue mi-2011).

### 3.2 - Remplissage des microstructures

L'objectif de cette étape est de remplir des microstructures tridimensionnelles par des liquides afin de fonctionnaliser la surface du verre. Le remplissage homogène et contrôlé des cuvettes est l'élément majeur de cette étape. Les travaux de thèse de Feng SHI <sup>[7]</sup> entre le CIRIMAT et le LAAS ont permis, dans un premier temps, de tester différentes méthodes de remplissage continu comme le trempage (dip-coating) et le dépôt à la tournette (spin-coating). Grâce à cette étude préliminaire, ESSILOR a défini le procédé jet d'encre comme la seule méthode, actuellement disponible sur le marché, offrant la possibilité de discrétiser précisément le profil de remplissage du film microstructuré. Ainsi, les travaux de thèse, présentés dans ce manuscrit, se sont focalisés sur la maîtrise de la dispense par impression jet d'encre pour la fonctionnalisation des microstructures (Figure 7).

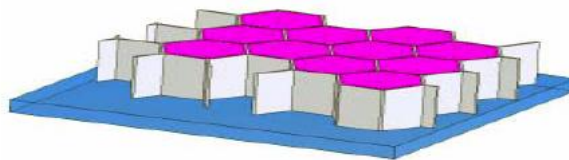
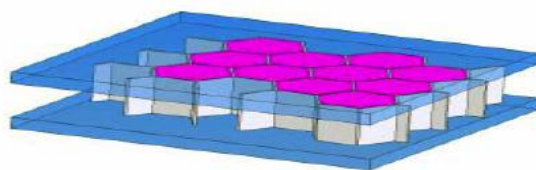


Figure 7 - Fonctionnalisation des microstructures

### 3.3 - Scellement des microstructures

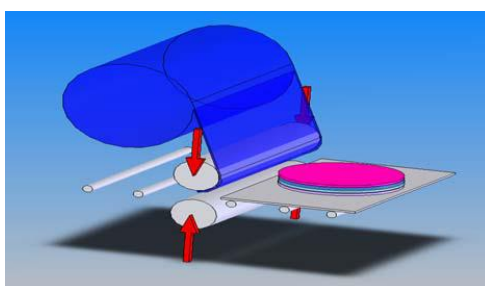
Afin de préserver l'intégrité du profil de remplissage et d'éviter la pollution des liquides fonctionnels, les microstructures remplies doivent être scellées (Figure 8).



**Figure 8 - Scellement de la microstructure**

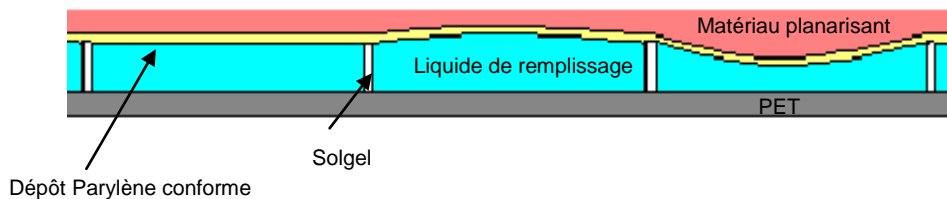
Deux méthodes de scellement existent pour ce projet :

- Soit toutes les cuves sont remplies avec le même liquide conférant au film une fonction continue. Le maintien du liquide dans une cuve précise n'est alors pas nécessaire et un scellement par laminage peut être utilisé (application d'un film polymère adhésif par rouleaux sous pression: figure 9). Ce type de scellement a été décrit dans les travaux de thèse de Feng SHI <sup>[7]</sup>. Dans ce cas, l'étanchéité vis-à-vis de l'extérieur et la tenue mécanique sont assurées en même temps.



**Figure 9 - Scellement des microcuves par laminage d'un film sous pression <sup>[7]</sup>**

- Soit le remplissage des cuves est discrétisé conférant au film une fonction discontinue. Il est alors nécessaire dans un premier temps d'encapsuler les liquides par un dépôt chimique en phase vapeur (CVD : Chemical Vapor Deposition) d'un polymère en couche mince afin d'assurer l'étanchéité des cuves. Nous avons choisi un dépôt conforme et transparent de Parylène permettant d'empêcher la communication d'une cuve à l'autre, ainsi que la pollution des cellules remplies par des liquides ou poussières extérieurs au système. Cette étape est étudiée par Virginie SANTUCCI au CIRIMAT <sup>[8]</sup>.

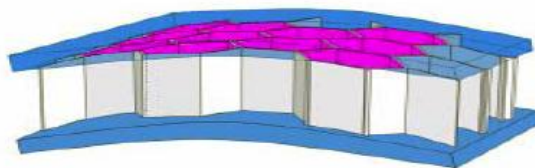


**Figure 10- Vue en coupe de microstructures remplies et scellées  
(dépôt de Parylène + matériau planarisant)**

La faible épaisseur de ce film de Parylène (200nm à 1µm), nécessaire pour garantir la transparence, ne permet pas d'assurer la tenue mécanique de l'empilement. De plus, ce dépôt épouse parfaitement le relief du matériau encapsulé et ne permet donc pas de gommer les imperfections résiduelles et inévitables du remplissage (Figure 10). Une deuxième étape dite de planarisation est donc nécessaire pour assurer ces deux fonctions et consiste à déposer un matériau transparent polymérisable sur le Parylène. Le moyen de déposer ce matériau, sans altérer les structures et le dépôt de Parylène, a été étudié lors de mes travaux de thèse en collaboration avec Virginie SANTUCCI et sera détaillé dans ce manuscrit.

### 3.4 - Report du micro-dispositif

Une fois que l'empilement des différentes couches a été complété, il est nécessaire de reporter le film sur un verre de lunette, correcteur ou non, afin de le fonctionnaliser. L'objectif est, ici, de déformer le film afin qu'il épouse parfaitement la surface du verre, lors de leur mise en contact sous pression. L'adhésion des couches de l'empilement doit alors résister aux contraintes de thermoformage pour ne pas se délaminer. La conception du procédé de transfert de la microstructure sur surfaces courbes (Figure 11) et des contraintes engendrées sur le film ont constitué l'objet de thèse de Paul LEFFILASTRE au LAAS et a donné lieu au dépôt d'un brevet <sup>[9]</sup> en commun avec ESSILOR. Une équipe d'ingénieurs ESSILOR travaille actuellement sur l'industrialisation du procédé de report.



**Figure 11 - Report de la microstructure sur une surface courbe**

### **3.5 - Protection du micro-dispositif**

En parallèle de tous ces travaux pour la réalisation des films pixellisés, d'autres études ont été menées au laboratoire LAPLACE pour assurer la protection des microstructures et des liquides face aux attaques extérieures et optimiser la durée de vie du film. A ces fins, Isabelle SAVIN de LARCLAUZE <sup>[10]</sup> et Raphaël COZZOLINO (soutenance de thèse prévue début 2011) ont étudié le dépôt de couches barrières par technologie plasma. Pour assurer une protection adéquate, ces couches minces doivent être homogènes en tout point de la microstructure, tant en épaisseur, qu'en composition chimique.

### **3.6 - Alimentation des microdispositifs actifs**

Compte tenu du domaine d'application du verre ophtalmique digital, l'évocation d'une fonctionnalisation active du microdispositif nécessitant l'application d'un courant ou d'un champ électrique, implique la présence d'une alimentation portable et discrète. Ainsi, ESSILOR a placé un effort de recherche sur le développement de cellules solaires photovoltaïques organiques transparentes, en vue d'être intégrées au verre. Cette photopile aurait pour avantage de fournir au système une source d'énergie inépuisable et de laisser aux utilisateurs une grande autonomie. Ce sujet a été étudié lors de la thèse de José NAVARRO <sup>[11]</sup> au laboratoire LAPLACE.

Parmi toutes ces activités, mon travail de thèse, se consacre majoritairement au remplissage des microstructures par technologie d'impression jet d'encre et dans une moindre mesure à la planarisation.

## **II - Technologie d'impression jet d'encre**

### **1 - Historique**

L'impression par jet de matière est un procédé d'impression sans contact reposant sur la formation de goutte par rupture d'un jet de fluide continu, sous l'effet d'une petite perturbation telle qu'une onde de pression. Ce phénomène a été décrit pour la première fois par Lord RAYLEIGH en 1878 <sup>[12]</sup>.

Vers 1960, Dr Richard G. SWEET de l'université de Standford <sup>[13]</sup> a montré qu'en appliquant une onde de pression à une buse, l'encre pouvait former des gouttes uniformes et



répétables. Il a été ensuite démontré que les gouttes, une fois chargées, pouvaient être déviées par un champ électrique afin de sélectionner les gouttes déposées sur le substrat. Cette technologie est le principe de l'impression par jet continu « CIJ » (Continuous Ink-Jet). Dans les années 70, les informaticiens de chez IBM ont breveté la technologie d'impression jet d'encre pour remplacer les imprimantes matricielles trop bruyantes et ont commercialisé l'imprimante IBM 4640 Ink-jet <sup>[14]</sup>.

À la même date, le professeur HERTZ <sup>[15]</sup> de l'université technologique de Lund en Suède développe la technologie « Greyscale » offrant la possibilité d'imprimer en niveaux de gris, en faisant varier la taille des gouttes à chaque éjection. Cette invention, brevetée par IRIS GRAPHICS and STORK, permet d'imprimer des images de plus grande qualité <sup>[14]</sup>.

En 1977, se développe le procédé dit « goutte à la demande » (Drop-On-Demand : DOD) où la goutte n'est générée que si elle est désirée sur le support, ce qui évite le système complexe de récupération des gouttes déviées. Sur ce principe, les scientifiques de chez CANON <sup>[16,17]</sup> et HEWLETT-PACKARD développent simultanément le principe de jet d'encre thermique (Thermal Inkjet: TIJ): Bubblejet <sup>[18]</sup> pour CANON et Thinkjet pour HP. Puis en 1990, EPSON parvient à développer sa propre technique de tête d'impression piézoélectrique lui permettant d'être aujourd'hui un des acteurs principaux du marché des imprimantes de bureau.

Le jet d'encre (ou plus généralement de matière), principalement utilisé dans l'industrie du graphisme, est actuellement en plein essor dans de nombreux autres domaines de haute technologie. Les possibilités qu'offre ce procédé additif sont intéressantes pour diverses applications industrielles, notamment en microélectronique, où la non pollution, la précision et l'économie de matière sont des éléments primordiaux. Ainsi, il existe deux grandes catégories de procédé jet d'encre, organisées de la manière suivante (Figure 12):

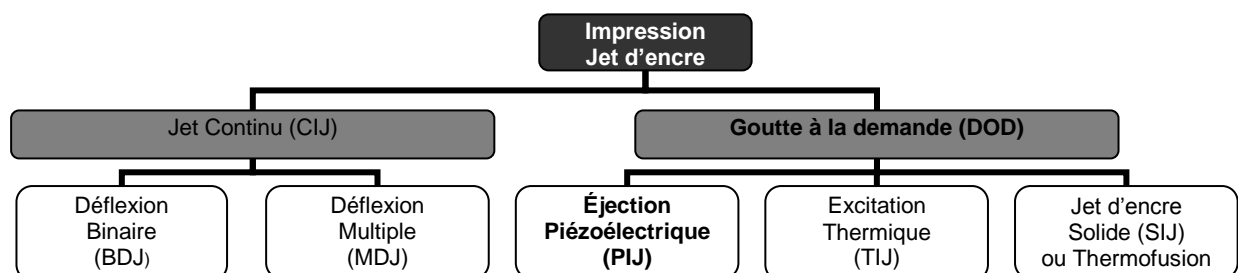


Figure 12 - Organigramme des technologies Jet d'encre

## 2 - Jet continu

Le jet continu <sup>[14]</sup> consiste en la formation de gouttes à fréquence régulière par fractionnement d'un cylindre de liquide sous l'effet d'une perturbation (figure 13). Ces gouttes peuvent être chargées ou non en sortie de buse par le passage à proximité d'une électrode. Les gouttes chargées seront ensuite déviées lors de leur passage entre deux plaques de déflexion, ce qui permet de faire le tri entre les gouttes qui doivent être imprimées et celles qui sont recyclées.

### 2.1 - Déflexion binaire

Dans le procédé à déflexion binaire (Figure 13 et 14), seules les gouttes non chargées sont destinées à atterrir sur le substrat. La trajectoire des gouttes chargées est déviée, à travers un champ électrostatique, vers un réceptacle permettant de recycler les gouttes non utilisées.

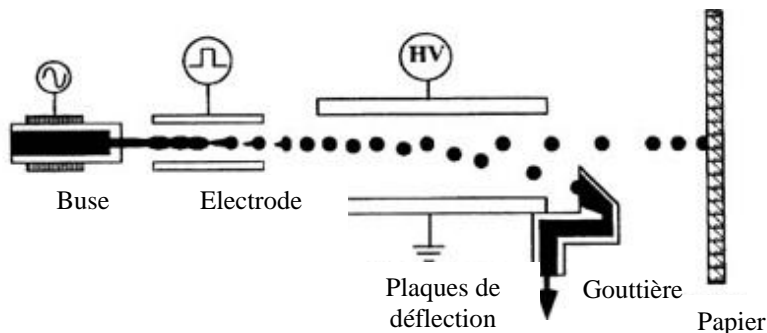


Figure 14 - Jet d'encre continu à déflexion binaire <sup>[14]</sup>

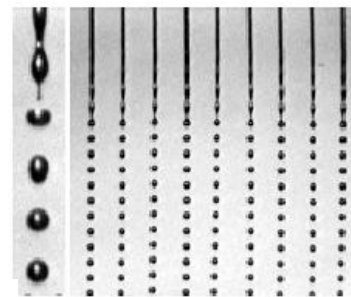


Figure 13 - Jet continu de 70 $\mu$ m observé au stroboscope

### 2.2 - Déflexion multiple

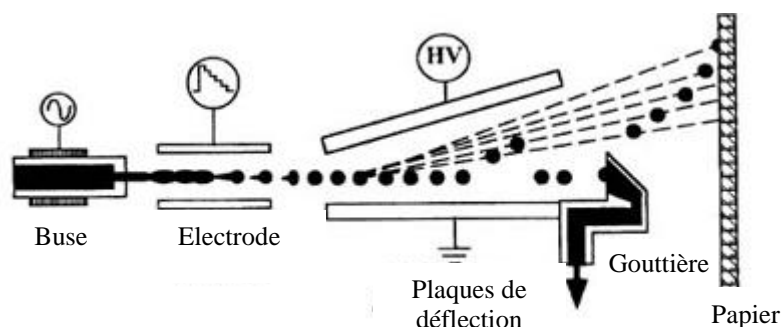


Figure 15 - Jet d'encre continu à déflexion multiple <sup>[14]</sup>

Dans le procédé utilisant la déflexion multiple (Figure 15), les gouttes non chargées sont récupérées directement dans la gouttière de recyclage, alors que les gouttes chargées sont plus ou moins déviées en fonction de la charge portée vers une position précise du substrat.

Ce système permet des cadences élevées, cependant des résultats de meilleure qualité, en termes de positionnement, sont obtenus par le procédé DOD qui est, de ce fait, le plus développé.

### 3 - Goutte à la demande

Contrairement au procédé par jet continu, le procédé à la demande forme uniquement les gouttes nécessaires à l'impression, en créant une onde de pression dans un canal contenant un liquide, ce qui entraîne l'expulsion d'une goutte à travers un orifice. Les trois principales méthodes d'éjection à la demande sont le procédé thermique, le procédé piézo-électrique, et la thermofusion.

#### 3.1 - Le procédé thermique

Ce procédé consiste à chauffer localement un liquide à l'aide d'une résistance chauffante pour créer une surpression. La chambre contenant le liquide est maintenue à une pression proche de la pression de vapeur saturante du liquide à éjecter. Ainsi, lorsqu'une impulsion électrique est envoyée à la résistance, celle-ci chauffe localement à environ 350°C et entraîne l'évaporation du liquide en contact <sup>[19]</sup> (Figure 16). La bulle ainsi formée crée une surpression dans le canal et pousse le ménisque à travers l'orifice de sortie pour former une goutte de volume équivalent à la bulle formée.

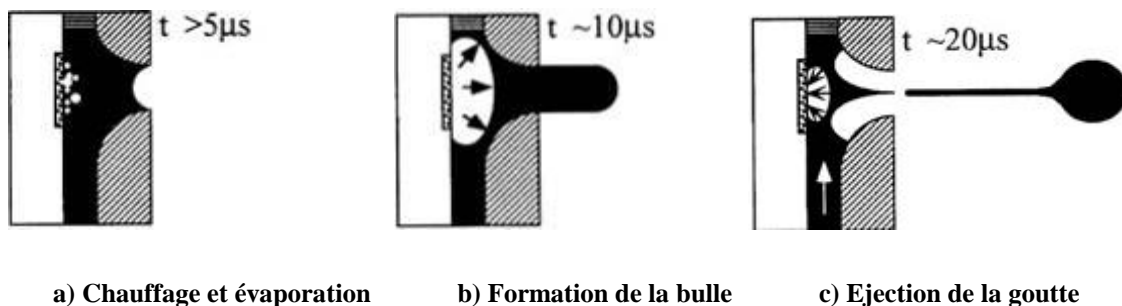


Figure 16 - Schéma de fonctionnement du jet d'encre thermique <sup>[14]</sup>

Les fréquences pouvant être atteintes par ce procédé avoisinent les 18kHz et le volume des gouttes dépend de la quantité de chaleur nécessaire pour vaporiser le liquide. Ce procédé n'est envisageable que pour des matériaux suffisamment volatils et qui ne craignent pas les contraintes thermiques trop importantes.

### 3.2 - Le procédé piézo-électrique

Ce procédé, actuellement le plus développé, est basé sur un phénomène de piézoélectricité inverse, lors duquel un matériau se déforme mécaniquement sous l'effet d'un champ électrique (Figure 17). De nombreuses têtes d'impression, dites piézoélectriques, ont été développées sur ce principe. Les murs des buses, taillées dans la céramique piézoélectrique, se déforment sous l'effet d'un champ, ce qui crée une surpression dans le liquide et permet la formation d'une goutte au niveau de l'orifice de sortie.

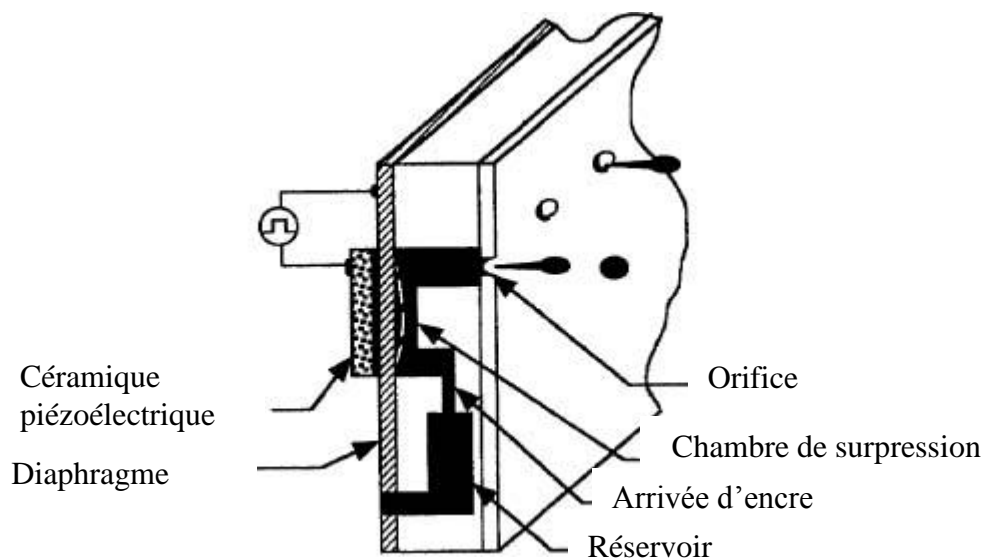


Figure 17 - Configuration d'une tête piézo-électrique <sup>[14]</sup>

Le chauffage du matériau dans ce procédé n'est pas indispensable, ce qui réduit son coût énergétique. Cependant, il peut être nécessaire pour abaisser la viscosité du fluide afin de rentrer dans les spécifications d'utilisation de la machine.

Ce procédé utilise une approche purement mécanique pour l'éjection des gouttes, et impose moins de limitations sur les liquides pouvant être employés <sup>[20]</sup>, à l'inverse du procédé thermique qui est en général limité aux encres à base aqueuse.

### 3.3 - La thermofusion

La thermofusion est inspirée du procédé piézoélectrique, mais ici l'encre est solide à température ambiante. Elle doit être chauffée à environ 200°C afin d'être éjectable. Au contact du média, l'encre se solidifie et donne une très bonne qualité d'impression. Cependant, l'encre diffuse peu dans le substrat et reste en relief à la surface, elle s'use alors plus vite.

Ce procédé est aussi utilisé pour l'impression de métaux ou de cires <sup>[21]</sup>, solides à température ambiante, et éjectables à des températures supérieures à leur point de fusion.

#### **4 - Choix de la technologie à utiliser**

Nous avons choisi de privilégier la qualité du dépôt, plutôt que la cadence, c'est pourquoi nous avons travaillé avec des têtes d'impression à la demande plutôt qu'en jet d'encre continu. De plus, le procédé continu étant moins stable et robuste, un bon nombre de fabricants de têtes d'impression industrielles concentrent actuellement tous leurs efforts de recherche sur le procédé à la demande.

Par ailleurs, l'étape d'encapsulation par dépôt CVD de Parylène <sup>[8]</sup> du procédé de fabrication du verre digital est réalisée sous vide pour diminuer le libre parcours moyen des molécules de monomère et obtenir un film mince et uniforme. Ceci implique pour le projet que les liquides déposés par jet d'encre soient non volatils et que leur tension de vapeur saturante soit faible ( $T_{vap} < 5.10^{-3}$  mbar). Cette propriété est bien entendu incompatible avec l'utilisation du procédé de jet d'encre thermique, dans lequel il est nécessaire d'évaporer le liquide à éjecter.

Nous avons donc décidé d'utiliser des têtes d'impression piézoélectriques à la demande. Différents fabricants produisent ce type de tête, parmi lesquels XAAR, DIMATIX, KONICA, EPSON, ou MICROFAB, peuvent être cités. Cependant, chaque fabricant met sur le marché des têtes ayant des propriétés différentes, qu'il est intéressant de détailler.

##### **4.1 - Tête d'impression piézoélectrique**

Les céramiques piézoélectriques sont des matériaux ferroélectriques qui ont la faculté de se déformer sous application d'un champ électrique <sup>[22]</sup>. Le Titano-Zirconiate de Plomb (PZT), de formule  $Pb(Zr_x, Ti_{1-x})O_3$ , est un matériau piézoélectrique généralement utilisé en technologie jet d'encre. Les murs des buses d'impression, taillées dans un bloc de PZT, ont la faculté de se déformer sous excitation électrique (0,05 à 0,5 nm pour des tensions de 10 à 150V), et de créer une surpression dans le canal permettant la formation d'une goutte au niveau de l'orifice <sup>[23]</sup> de sortie.

Un cristal piézoélectrique peut se déformer suivant deux modes (Figure 18) : en cisaillement (shear) ou dans l'épaisseur (thickness). Il se contracte ou se dilate en fonction de

la polarisation des molécules le constituant et sa déformation dépend des caractéristiques de l'impulsion électrique appliquée (temps de montée, amplitude, durée, forme du signal).

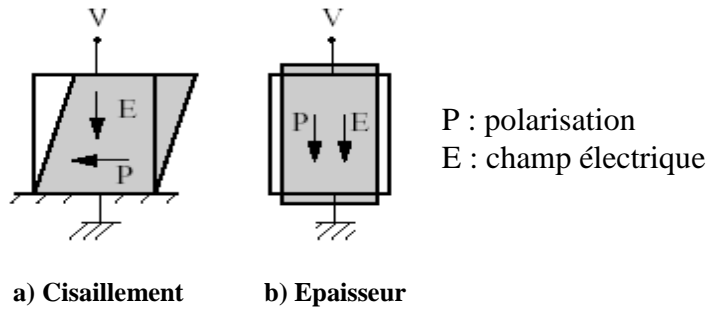


Figure 18 - Différents modes de déformation du PZT [24]

Le tableau 1 présente un comparatif des technologies utilisées par différents fabricants de têtes d'impression, dont les schémas de principe utilisant les deux modes de fonctionnement sont présentés figure 19.

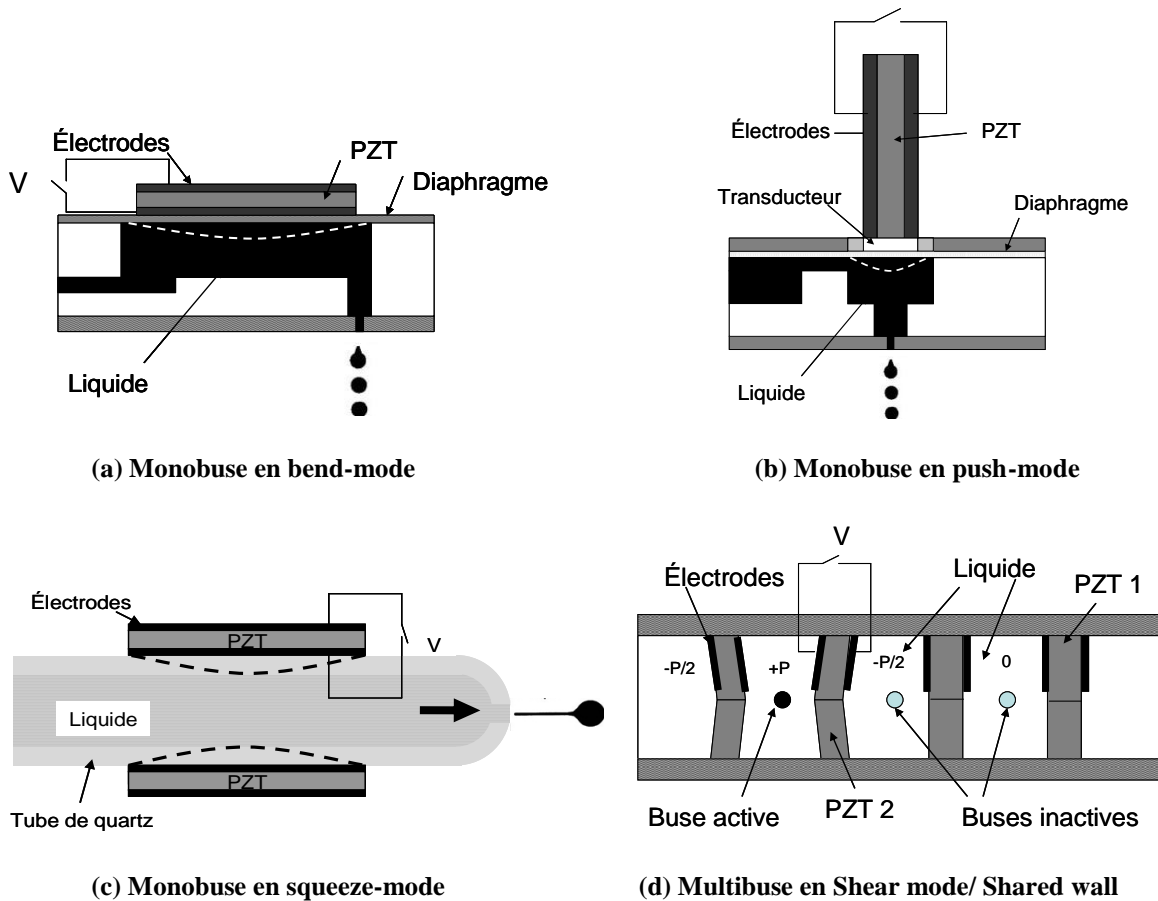


Figure 19- Exemples de têtes Jet d'encre

Marque	Mode de déformation	Exemple de tête
<b>XEROX TEKTRONIX</b>	Bend-mode	Tektronix Phaser 350 & 380
<b>SHARP</b>	Bend-mode	Mutoh RJ-1300 & RJ-1800
<b>EPSON</b>	Bend-mode	Epson Color Stylus
<b>KONICA MINOLTA</b>	Shear mode	KM512 Series
<b>DIMATIX</b>	Shear mode	Polaroid DryJet, 3D Actua 2100, SX3
<b>TOPAZ TECHNOLOGIES</b>	Bend/ Calcomp shear combination	CrystalJet
<b>XAAR</b>	Shared wall shear-mode/ Hybrid side shooter	Xaar318, Xaar760, Xaar1001
<b>MICROFAB</b>	Squeeze mode	MJA

**Tableau 1 - Tableau comparatif des technologies de têtes jet d'encre piézoélectriques**

Les têtes d'impression fonctionnant en cisaillement (shear-mode), ont généralement une durée de vie plus longue, en raison des plus faibles contraintes mécaniques engendrées. La tête XAAR760 a par exemple une durée de vie de  $10^{13}$  cycles d'éjection.

## 4.2 - Multibuses ou monobuse

Il existe deux grandes catégories de tête jet d'encre : les monobuses et les multibuses.

La première catégorie, permet d'avoir une très bonne reproductibilité du volume déposé et une précision de dépôt excellente. La société MICROFAB, en est la fabricante principale, et propose des buses de diamètre allant de 20 à 80µm. Ces têtes sont très flexibles : l'impulsion électrique, utilisée pour activer l'éjection, peut être totalement contrôlée par l'utilisateur permettant ainsi une meilleure maîtrise des caractéristiques des gouttes déposées. De plus, le corps des têtes est en quartz et donne une très grande tolérance vis-à-vis du choix des liquides à éjecter et la gamme de viscosité des liquides utilisables est plutôt large (20-70cP pour une température allant jusqu'à 250°C). Ces têtes sont des outils de recherche très pratiques, puisqu'elles laissent beaucoup de liberté à l'utilisateur. Cependant, le plus petit volume de gouttes pouvant être formées est de l'ordre de 10 pl, ce qui reste relativement élevé et d'un point de vue production, leurs cadences de remplissage ne sont pas viables pour notre projet.

La seconde catégorie de têtes présente plusieurs dizaines voire centaines de buses parallèles, ce qui permet d'éjecter un grand nombre de gouttes en même temps et donc d'avoir

une cadence de remplissage élevée. Cependant, l'éjection stable et simultanée de centaines de gouttes est complexe et a pour conséquence de baisser grandement les performances en termes d'uniformité et de précision. Ces têtes sont en général moins flexibles d'un point de vue compatibilité chimique, en raison de la nature chimique de leurs constituants. Par ailleurs, la gamme de viscosité de la plupart des têtes est assez restreinte (6-14cP pour une température inférieure à 70°C), réduisant considérablement le nombre de liquides utilisables. Enfin, la précision spatiale de dépôt des gouttes est bien entendue moins facile à maîtriser que pour la première catégorie.

Malgré l'augmentation du niveau de complexité des multibuses, notre objectif consiste, à terme, à faire des impressions à grande échelle et avec de fortes cadences. Nous avons donc privilégié les têtes multibuses.

### 4.3 - Propriétés des têtes multibuses

Marque	Nom	Nombre de buses	Volume des gouttes (pl)	Résolution native	Compatibilité	Viscosité (cP) / Température max (°C) d'utilisation	Uniformité
TRIDENT	256Jet*	256	7	64 dpi (397µm)	Solvants, UV	6-14 / 70	15mrad
	Pixel jet*	64	7	34 dpi (747µm)			
DIMATIX	SX3*	128	10	50 dpi (508µm)	Aqueux, Solvants, UV	10-14 / 70	14mrad
	DMC*	16	1 ou 10	100dpi (204µm)			
XAAR	XAAR318	318	42	150 dpi (169µm)	UV	6-18 / 70	14mrad
	XAAR760	760	40	360 dpi (70,5µm)	Solvants, UV	6-18 / 70	
	XAAR1001	1000	42	360 dpi (70,5µm)	Solvants, UV	6-18 / 70	
KONICA MINOLTA	KM1024	1024	6	360 dpi (70,5µm)	Aqueux, Solvants, UV	8-16 / 55	13mrad
	KM512	512	4	360 dpi (70,5µm)			
	DPN 206	128	6	90dpi (282µm)			
TOSHIBA TEC	CA5	318	3	150 dpi (169µm)	Solvants, UV	6-14/ 85	30 mrad
EPSON	1290	48	4	120 dpi (211,66µm)	Aqueux, Solvants, UV	3-10/ 20	

Tableau 2 - Tableau comparatif des têtes jet d'encre multibuses

De nombreux fabricants existent avec de multiples dessins de têtes et modes de déformations. En effet, chaque dessin étant breveté par son inventeur, les concurrents ont du



innover constamment pour contourner ces brevets et sortir de nouveaux produits. Ainsi, les performances des têtes varient fortement d'une technologie et d'un fabricant à l'autre (Tableau 2).

#### **a - Compatibilité chimique**

Les têtes EPSON utilisent une technologie dans laquelle le liquide n'entre jamais en contact avec les électrodes. Ceci permet d'utiliser des liquides qui ont une conductivité ionique assez élevée comme les solutions aqueuses ou des solvants ioniques. Dans les têtes XAAR où les électrodes sont à l'intérieur des canaux en contact direct avec le liquide, il n'est pas possible d'utiliser de tels liquides dont les ions vont réagir sur les électrodes sous l'effet du champ électrique.

Par ailleurs, un certain nombre de têtes sont sensibles aux solvants à cause de la faible résistance de leurs constituants plastiques qui se détériorent et provoquent des fuites de liquides vers les composants électroniques des têtes. XAAR a amélioré la résistance chimique aux solvants de ces têtes d'impression (Xaar760 et Xaar1001), en les protégeant en fin de fabrication par le dépôt uniforme d'un film mince de Parylène-C.

#### **b - Résolution, nombre de buses et précision mécanique**

Ces trois paramètres dépendent de la précision de la méthode de fabrication des têtes. La tête DMC <sup>[25]</sup> de chez DIMATIX est fabriquée par des méthodes développées dans le domaine de la microélectronique pour la fabrication de microsystèmes électromécaniques (MEMS : Micro Electro Mechanical System). Ce nouveau mode de fabrication ultra précis offre la possibilité, à l'utilisateur de la tête, d'ajuster les buses une à une afin d'avoir une meilleure maîtrise de leurs performances et de leur homogénéité.

La précision de positionnement des gouttes imprimées est due en grande partie au positionnement des buses les unes par rapport aux autres sur la tête et à la déviation des gouttes en sortie de buse. Cette déviation est généralement causée par la présence de résidus de fabrication gênant l'éjection et par des défauts de fabrication de l'orifice.

#### **c - Viscosité**

Les gammes de viscosité utilisables sur ces têtes sont à peu près les mêmes. Les forces de frottement lors de l'éjection augmentent fortement avec la viscosité du fluide et sont dues

au cisaillement imposé par le passage du liquide à travers l'orifice de sortie des buses, dont le diamètre est de l'ordre de la dizaine de micromètre. Il est possible de réguler la température de certaines têtes d'impression, afin de contrôler la viscosité du liquide. Cependant, en raison de la dépendance de l'efficacité du PZT avec la température et de la proximité du PZT et du liquide dans les têtes d'impression, il est souvent recommandé de ne pas chauffer le liquide à éjecter à des températures supérieures à la température recommandée par le fabricant (Tableau 2).

#### **d - Volume des gouttes**

Le volume indiqué dans le tableau 2 est le volume moyen donné dans les spécifications du fabricant, il dépend de la taille des buses, des propriétés rhéologiques du fluide et de l'impulsion électrique appliquée au PZT.

Après avoir regardé de près l'ensemble de ces caractéristiques, nous avons choisi de démarrer notre étude avec les têtes de la société anglaise XAAR, qui nous semblent rassembler des propriétés à la fois de précision, de compatibilité chimique et de volumétrie des gouttes nécessaires à la réalisation de profil de phase sur nos films pixellisés.

### **5 - Quelques applications du procédé jet d'encre**

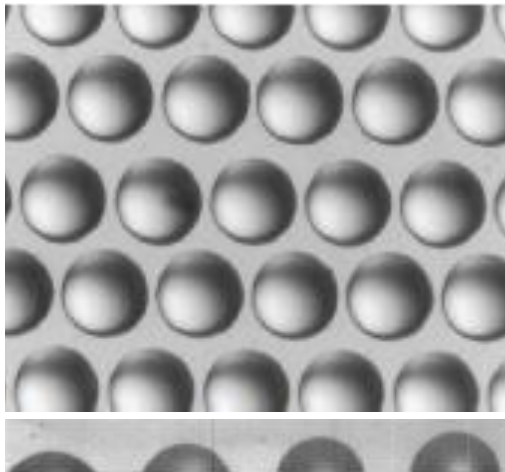
Après avoir révolutionné le monde de l'impression graphique en s'imposant comme une rupture technologique, le procédé jet d'encre est actuellement en pleine expansion dans divers domaines. Au delà des avantages précédemment cités (sans contact direct, précision des dépôts, économie de matière), il est possible d'imprimer sur tous types de substrats : organique ou non, rigide ou souple. Enfin, c'est un procédé numérique pour lequel la simple modification d'un fichier informatique permet d'imprimer différents motifs, au contraire de la photolithographie qui nécessite la fabrication d'un masque ou des procédés d'impression par sérigraphie ou offset qui nécessite respectivement la réalisation d'écrans ou formes imprimantes <sup>[26]</sup>. Il s'agit donc d'un bon candidat pour la réalisation de prototypage rapide. Cette technologie offre également la possibilité de déposer précisément des microparticules solides en suspension dans un solvant afin par exemple d'obtenir des circuits conducteurs <sup>[27,28]</sup> ou des électrodes <sup>[29]</sup>.

Ainsi, l'ensemble des avantages du procédé jet d'encre ont poussé industriels et laboratoires à explorer les faisabilités pour de nombreuses applications dans des domaines

aussi divers que l'électronique organique [27], les biotechnologies [30], l'optique-photonique [31,32], le micromoulage [33], la microstructuration [34,35], les MEMS [15], ou la nanofabrication 3D de composants céramiques [36].

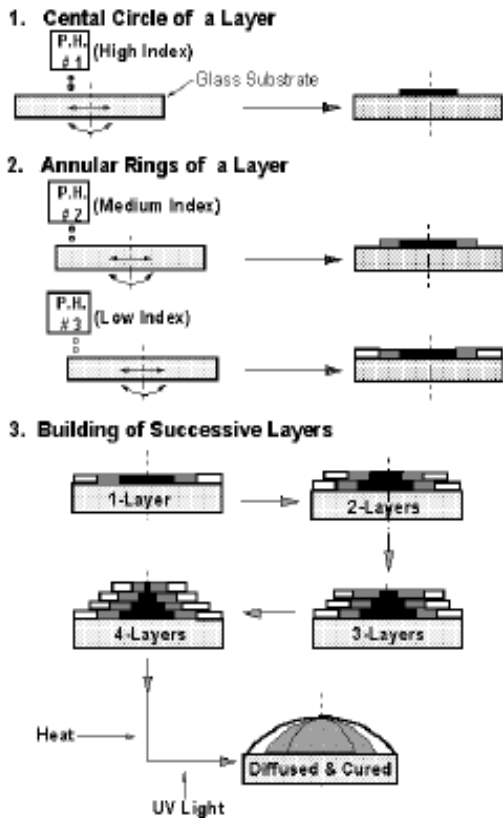
Parmi ces multiples applications, nous avons choisi d'en détailler quelques une en relation avec l'optique.

L'impression jet d'encre a par exemple été étudiée pour le développement de réseaux de microlentilles [33] utilisés pour colimater des fibres laser. Les lentilles réfractives plan-convexes du réseau sont fabriquées en série par dépôt rapproché de gouttes d'un polymère thermoplastique fonctionnalisés dont l'indice de réfraction peut être ajusté. Le diamètre et la hauteur des calottes sphériques ainsi formées définissent la distance focale des lentilles variant de 100µm à 10mm. Les lentilles obtenues présentent une grande transparence (92%) dans le visible, peu de rugosité de surface et peu de défaut d'astigmatisme (calotte à base bien sphérique et non ovale). La grande reproductibilité des gouttes déposées par des têtes d'impression monobuse de la société MICROFAB permettent donc d'avoir des réseaux de bonne qualité optique et dont les propriétés peuvent être ajustées [37] (Figure 20) en fonction de l'application souhaitée.



**Figure 20 - Réseau de microlentilles obtenues par dépôt jet d'encre de gouttes de diamètre et de hauteur différents (vue de dessus et vue de profil au microscope optique [38])**

La société MICROFAB a par ailleurs travaillé sur le développement de lentilles réfractives à gradient d'indice [38] (GRIN lenses). Ce genre de lentille est utilisé pour réduire la tâche de focalisation et les aberrations chromatiques des lentilles classiques.



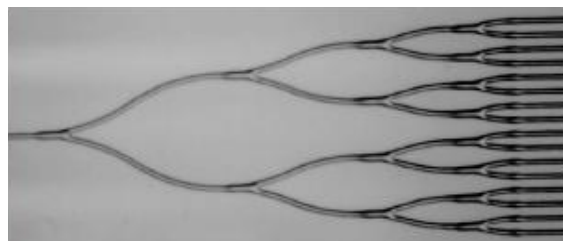
**Figure 21 – Différentes étapes de fabrication d'une lentille à gradient radial d'indice**

Le procédé de fabrication repose sur le dépôt successif par jet d'encre de couches concentriques de matériaux polymérisables dont l'indice de réfraction varie, sur un substrat verre. Les différentes étapes de fabrication de la lentille sont décrites sur la figure 21. Une fois que toutes les couches de l'empilement ont été déposées, un traitement thermique permet de faire diffuser les différents matériaux les uns dans les autres afin d'obtenir une variation plus linéaire de l'indice. Puis, l'ensemble est polymérisé sous UV pour obtenir une calotte sphérique dont l'indice de réfraction varie de manière radiale.

Cette application est assez proche de ce que nous voudrions réaliser. Cependant par cette technique, les têtes d'impression monobuses utilisées par MICROFAB,

produisant des gouttes d'environ 2nL, permettent de réaliser une lentille de 10cm de diamètre pour une hauteur de 2mm et une distance de focalisation de 1m en environ 6h, ce qui est loin des caractéristiques visées pour nos réalisations.

Enfin, dans un domaine relativement proche, ROYALL W. et al <sup>[39]</sup> a étudié la microfabrication de guides d'onde de formes variables par impression jet d'encre d'un matériau époxy d'indice de réfraction 1,74. La figure 22 illustre un exemple de séparateur d'onde réalisé sur un substrat verre permettant de passer de 1 à 16 guides d'onde de 120µm de large.



**Figure 22 - Guide d'onde réalisé par impression jet d'encre d'un matériau époxy**

Ainsi, ces quelques exemples démontrent l'incroyable variété d'applications innovantes pouvant être développées par impression jet d'encre.

### **III - Conclusion**

Ce chapitre est composé de deux grandes parties. Dans un premier temps, quelques informations permettant d'appréhender l'objectif du projet et les différentes étapes de fabrication du film pixellisé sont présentées. Puis un état de l'art de la technologie jet d'encre et quelques exemples d'applications innovantes réalisées sont exposés.

Le premier paragraphe compare, dans un premier temps, le principe de fonctionnement d'un verre ophtalmique traditionnel et d'un verre correcteur pixellisé permettant de bien cerner l'intérêt de l'optique digitale et les difficultés attendues. Puis, les différentes étapes du procédé de fabrication du film pixellisé et les résultats obtenus par ESSILOR, à ce jour, lors des travaux de recherche réalisés dans le cadre du laboratoire PIXCELL sont brièvement exposés.

Puis la deuxième partie présente, un état de l'art de la technologie d'impression jet d'encre afin de comprendre la stratégie qui a conduit à choisir ce procédé. Les différentes technologies jet d'encre connues et les caractéristiques des têtes d'impression de divers fabricants sont présentées. Enfin, quelques exemples concrets de réalisation d'objets par dépôt jet d'encre sont exposés afin d'illustrer les faisabilités de cette technologie innovante, notamment dans le domaine de l'optique.

Ainsi, cette présentation globale du projet nous a permis d'appréhender les paramètres à maîtriser pour optimiser le procédé jet d'encre que nous allons étudier par la suite.

- 
- <sup>1</sup> CANO JP., BOVET C., Transparent optical unit e.g. ophthalmic lens, producing method, involves cutting optical component along defined contour on its surface related to determined shape for optical unit, and drilling component to fix optical unit on support , France, FR2872589 (2006)
  - <sup>2</sup> CANO JP. BOVET C., Composant optique pixellisé aléatoirement, son procédé de fabrication, et son utilisation dans la fabrication d'un élément optique transparent, France, FR2888951 (2007)
  - <sup>3</sup> Formation " Optique, Verres et produits ", Varilux University, (2007)
  - <sup>4</sup> GOUNON J., Principe de Fermat Applications à la réflexion et à la réfraction, <http://dma.ens.fr/culturemath>
  - <sup>5</sup> PEREZ JP., Optique, fondements et applications, MASSON Sciences, (2000)
  - <sup>6</sup> PONT L., "Conception et réalisation de microdispositifs pour l'optique ophatalmique pixellisée", Thèse de doctorat CIFRE. Institut National des Sciences Appliquées Toulouse. (2007)
  - <sup>7</sup> SHI F., "Etudes des propriétés physico-chimiques de surfaces microstructures: Application à la fabrication de verres organiques ophtalmiques digitaux ", Thèse de doctorat CIFRE. Institut National Polytechnique Toulouse. (2006)
  - <sup>8</sup> SANTUCCI V. "Elaboration et caractérisation de films minces de polymères par CVD et photo-CVD pour des applications optiques originales", Thèse de doctorat CIFRE. Institut National Polytechnique Toulouse. (2009)
  - <sup>9</sup> BOVET C. CANO JP. LEFILLASTRE P. MARTY A., Procédé de collage d'un film sur substrat courbe, France, FR2918917 (2009)
  - <sup>10</sup> SAVIN de LARCLAUSE, " Dépôt organosilicé par plasma froid, basse pression et pression atmosphérique, sur substrats microstructurés", Thèse de doctorat CIFRE. Université Paul Sabatier, (2008)
  - <sup>11</sup> NAVARRO J. " Cellules photovoltaïques organiques transparente dans le visible" Thèse de doctorat CIFRE. Université Paul Sabatier, (2008)
  - <sup>12</sup> RAYLEIGH F.R.S., On the instability of jets, in *Proc. London Math. Soc.* 10 (4), 4–13 (1878)
  - <sup>13</sup> SWEET RG., High frequency recording with electrostatically deflected ink-jets, *Rev. Sci. Instrum.* 36: 131 (1965).
  - <sup>14</sup> Le HUE P., Progress and Trends in Ink-jet Printing Technology, *Journal of Imaging Science and Technology* , 42,:49–62 (1998)

- <sup>15</sup> HERTZ CH. and SIMONSSON S.I., Ink-jet recorder, USA, 3416153 (1968)
- <sup>16</sup> Tiny Bubbles, *Technology Review*, (2001)
- <sup>17</sup> BEESON R., Desktop Inkjet Products Performance Study, *IS&T Non –Impact Printing Conference*, 18, (2002)
- <sup>18</sup> HOSIDA J., Canon's bubblejet printer bursts out, *Electronic Engineering Times*, (1990)
- <sup>19</sup> ALLEN RR., MEYER JD., KNIGHT WR., Thermodynamics and Hydrodynamics of Thermal Ink Jets, *Hewlett Packard Journal*, 122, (1985)
- <sup>20</sup> WALLACE D., COX WR., Direct Write Using Inkjet Techniques, *Direct Write Technologies for Rapid Prototyping Applications*, (2002)
- <sup>21</sup> WEHL W., WILD J., LEMMERMEYER B., KUBLER M., A Drop-on-Demand Printhead Suitable for Hot and Relatively Viscous Liquids, *International Workshop on Ink-jet Printing of Functional Polymers and Materials*, (2005)
- <sup>22</sup> BRUHNAL J., "Physics of Piezoelectric Shear Mode Inkjet Actuators", Thèse de doctorat Royal Institute of Technology Condensed Matter Physics (2003)
- <sup>23</sup> BOGY DB., TALKE FE, Experimental and Theoretical Study of Wave Propagation Phenomena in Drop-on-Demand Ink Jet Devices, *IBM Jour. Res. Develop.* 28, 3 (1984)
- <sup>24</sup> YOSHIMURA K, KISHIMOTO M., SUEMUNE T., Inkjet Printing Technology, *Technical Review*, 64, (1998)
- <sup>25</sup> <http://www.DIMATIX.com/files/DMP-3000-Datasheet.pdf>
- <sup>26</sup> B.E. KAHN, Organic Electronics Technology, *Printed Electronics Consulting, Organic Electronics Association* (2006)
- <sup>27</sup> DONGJO K. et al, Ink-jet printing of silver conductive tracks on flexible substrates, *Mol. Cryst. Liq Cryst*, vol.459, p. 45-55, (2006)
- <sup>28</sup> KOLBE J., ARP A., CALDERONE F., MEYER EM., MEYER W., SCHAEFER H., STUVE M., Inkjettable conductive adhesive for use in microelectronics and microsystems technology, *Microelectronics Reliability, Science direct* (2006)
- <sup>29</sup> CONEDERA V., MESNILGRETE F., BRUNET M., FABRE N., Fabrication of activated Carbon Electrodes by Inkjet Deposition, *ICQNM 09*, (2008)

- 
- <sup>30</sup> RADULESCU D. et al, 3D Printing of Biological Materials for Drug Delivery and Tissue Engineering Applications, *Proc., IS&T's DF05, the International Conference on Digital Fabrication Technologies*, (2005)
- <sup>31</sup> BONACCURSO E. et al, Fabrication of microvessels and microlenses from polymers by solvent droplets , *Applied physics letters*, 86, (2005)
- <sup>32</sup> DANZEBRINK R., AEGERTER MA., Deposition of optical microlens arrays by ink-jet processes, *Thin Solid Films*, 392: 223\_225, (2001)
- <sup>33</sup> <http://www.molecularimprints.com/Technology/technology2.html>
- <sup>34</sup> de GANS BJ., HOEPPENER S., SCHUBERT US., Polymer-Relief Microstructures by Inkjet Etching, *Adv. Mater.*, 18: 910–914, (2006)
- <sup>35</sup> WANG Y., BOKOR J., LEE A., Maskless Lithography Using Drop-On-Demand Inkjet Printing Method, *Emerging Lithographic Technologies VIII, Proceedings of SPIE*, 5374 (2004)
- <sup>36</sup> NOGUERA R., LEJEUNE M., CHARTIER T., 3D fine scale ceramic components formed by ink-jet prototyping process, *Journal of the European Ceramic Society*, 25, p. 2055-2059, (2005)
- <sup>37</sup> WALLACE D. et al, Ink-jet as a MEMS manufacturing tool, *Pan Pacific Symposium*, (2006)
- <sup>38</sup> TROST HJ. et al, Using drop-on-demand technology for manufacturing GRIN lenses, *Proc. 2001 Ann. Mtg. ASPE*, p. 533-536, (2001)
- <sup>39</sup> ROYALL W., TING CHEN, HAYES DJ., Micro-Optics fabrication by ink jet printing, *Optics & Photonics News*, (2001)





## Chapitre 2

### - Etude et développement technologique du procédé jet d'encre -

#### I - Plateforme d'impression

Les machines d'impression jet d'encre utilisées lors de mes travaux de thèse ont été conçues sur mesure par la société XENNIA, basée en Angleterre. Elles sont constituées (Figure 23) d'une table motorisée sur laquelle le substrat est maintenu par aspiration sous vide, de têtes d'impression de la société XAAR (XAAR318 et XAAR760) et d'un ordinateur permettant de gérer les déplacements mécaniques de la table et les paramètres d'impression des têtes. Par ailleurs, chaque tête est reliée à une seringue servant de réservoir au liquide à déposer, à un bain thermostaté pour réguler sa température et à une pompe à vide pour contrôler la dépression dans les canaux.

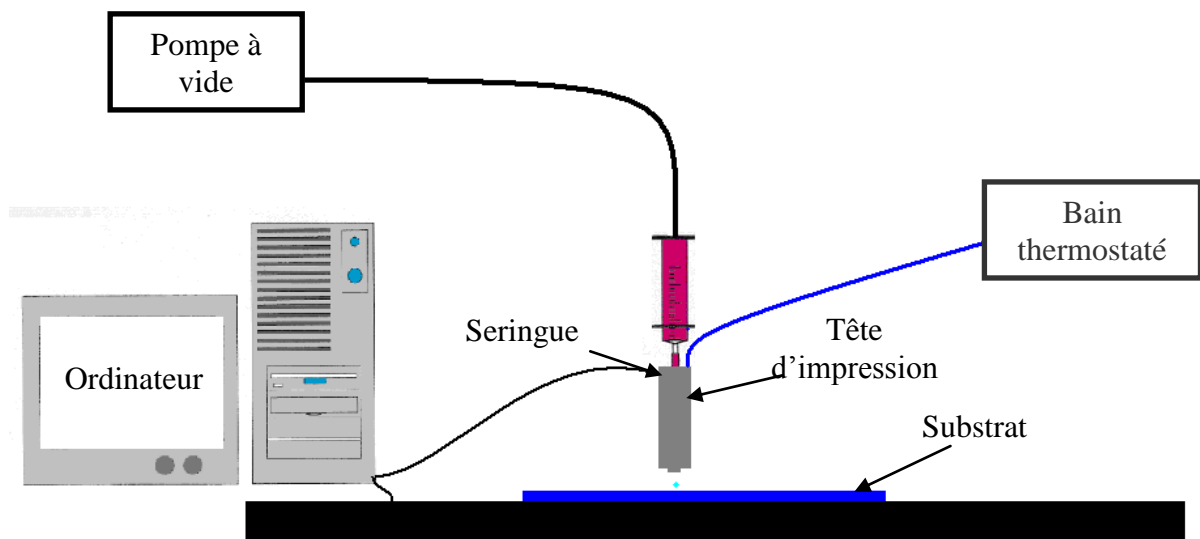


Figure 23 - Plateforme d'impression jet d'encre

#### 1 - Les têtes d'impression de la société XAAR<sup>[1]</sup>

Créé en 1990 à Cambridge, XAAR est un des leaders mondiaux dans le domaine de la fabrication de tête jet d'encre à usage industriel, avec à son actif plus de 700 brevets ou brevets d'applications. Parmi les têtes XAAR, nous avons eu l'occasion d'en utiliser deux : la tête XAAR318 et la tête XAAR760, dont le fonctionnement assez semblable est détaillé ci-dessous.

## 1.1 - Constituants

XAAR a développé des têtes piézoélectriques utilisant la technologie « shear-mode / shared wall » (« mode de cisaillement/ mur partagé »). Dans ces têtes, les canaux des buses sont taillés dans une céramique piézoélectrique, de manière à ce que deux canaux adjacents partagent un mur commun (Figure 24).

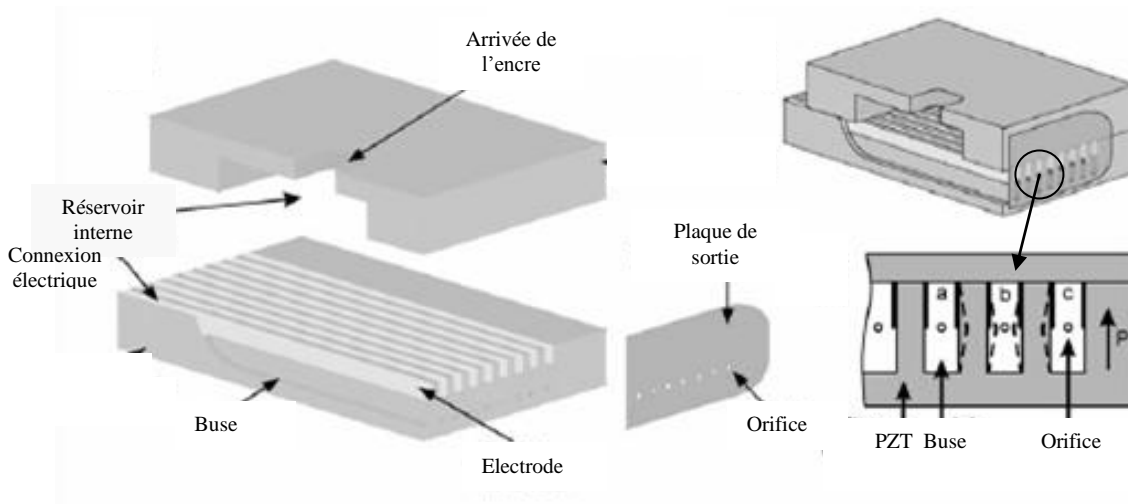


Figure 24 - Vue éclatée d'une tête XAAR (adaptée de [1])

### a - Buses

Les buses sont des canaux rectangulaires (Figure 25), de 75µm de large, réalisés à l'aide d'une scie diamantée directement dans la céramique piézoélectrique.

Le matériau piézoélectrique utilisé par XAAR est de la famille des Titano-Zirconates de Plomb (PZT) de formule générale  $Pb(Zr_x, Ti_{1-x})O_3$ . Des électrodes métalliques en aluminium sont déposées par dépôt physique en phase vapeur (PVD : Physical Vapor Deposition) sur la partie supérieure des murs. Le PZT est polarisé parallèlement à la hauteur des murs. Ainsi, lorsqu'un champ électrique est appliqué entre les électrodes (perpendiculairement à la polarisation du PZT), les murs se déforment en cisaillement.

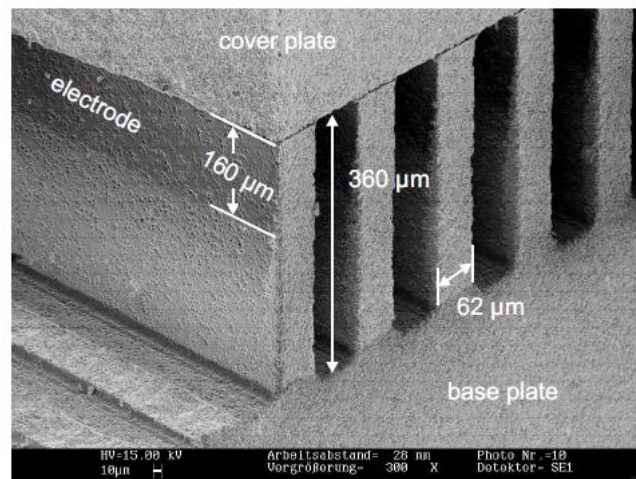


Figure 25 - Micrographie des murs de PZT obtenue au microscope électronique à balayage (MEB) [1]

### **b - Circulation du fluide**

Le fluide est stocké au dessus de la tête d'impression dans des seringues reliées à un système de pompe à vide. Au repos, la pression dans la buse est maintenue légèrement inférieure à la pression atmosphérique, afin de garder un ménisque concave au niveau de l'orifice. Ceci permet de stabiliser l'éjection, de réduire l'évaporation des liquides volatils à la sortie des buses, et d'éviter la formation de flaque à la sortie des buses. Le niveau de vide peut être modifié en fonction de la densité du fluide à déposer, de la hauteur de liquide dans la seringue et de la tension de surface du liquide.

### **c - Orifice de sortie des buses**

Une couche de polyimide (PI), dans laquelle les orifices circulaires des buses sont percés, est placée en sortie de buse. Le polyimide permet d'avoir une mouillabilité faible et donc d'avoir un ménisque bien formé pour favoriser la formation et l'éjection de gouttes bien séparées. Il facilite aussi le nettoyage du surplus de liquide lors des séquences de maintenance.

### **d - Contrôle de température**

Afin de contrôler la viscosité du fluide à l'intérieur de la tête, une circulation d'eau thermostatée se fait par des tuyaux en contact direct avec le réservoir interne de la tête.

## **1.2 - Gestion du cristal piézoélectrique**

### **a - Impulsion électrique**

Pour stimuler le cristal piézoélectrique, il est nécessaire d'envoyer aux électrodes une impulsion électrique (waveform). La forme, l'amplitude et la longueur de cette impulsion peuvent être modulées afin de contrôler l'éjection des gouttes <sup>[2]</sup>.

La figure 26 illustre la forme de l'impulsion utilisée par XAAR <sup>[3]</sup> et présente l'influence que cette impulsion peut avoir sur l'onde acoustique <sup>[4]</sup> formée et sur la pression appliquée au fluide au niveau de l'orifice <sup>[5]</sup>. En ce qui concerne les têtes XAAR, il n'est pas possible de modifier la forme générale de l'impulsion électrique. Seules l'amplitude, la fréquence et la durée de l'impulsion sont accessibles à l'utilisateur.

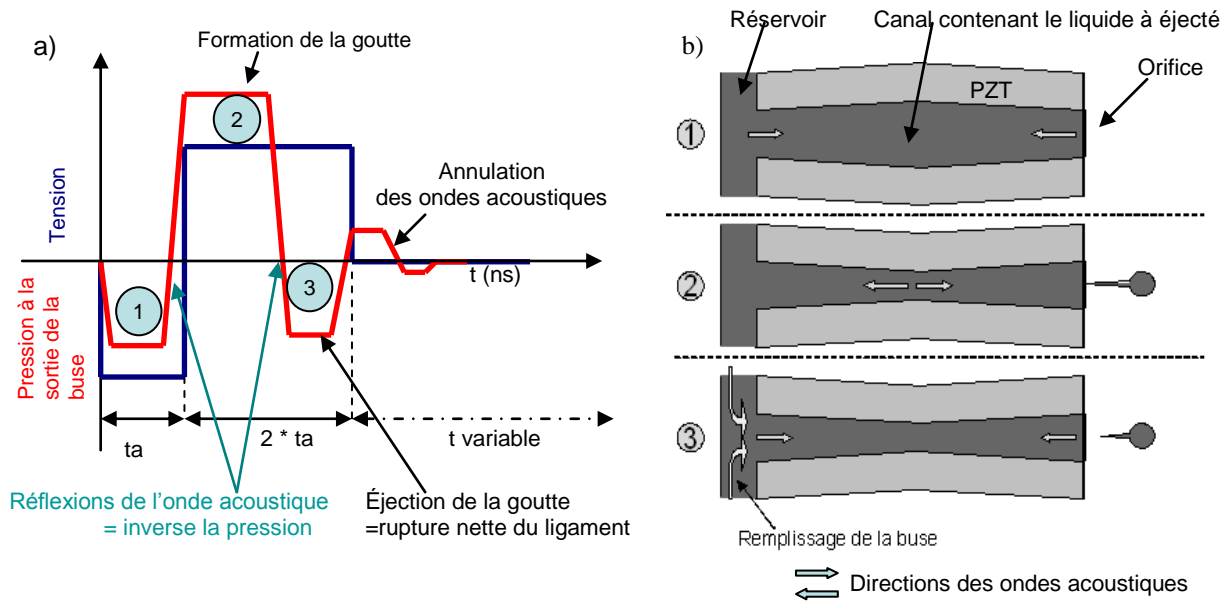


Figure 26 - Formation de la goutte

a) Forme de l'impulsion électrique et variations de la pression au niveau de l'orifice

b) Evolution de l'onde acoustique dans la buse

La formation de la goutte peut être décomposée de la manière suivante <sup>[3,6]</sup>:

- 1 • Une impulsion électrique négative déforme le cristal piézoélectrique en cisaillement vers l'extérieur, ce qui crée deux ondes acoustiques de compression dans le liquide allant des extrémités vers le centre du canal. Le liquide est accéléré dans la buse et subit un taux de cisaillement de l'ordre de  $10^5$ - $10^6$   $s^{-1}$ .
  - L'intersection des deux ondes va inverser la pression et créer une dépression près de l'orifice de la buse et une zone de surpression au milieu du canal.
  - L'impulsion négative dure une période acoustique  $t_a$  correspondant à la durée nécessaire à l'onde acoustique pour se propager dans le liquide sur une longueur de canal. Au bout d'une période acoustique, les ondes arrivent aux extrémités, ce qui provoque une augmentation progressive de la pression au niveau de la sortie de la buse.
- 2 • L'impulsion électrique est ensuite inversée. Ceci provoque une contraction des murs vers l'intérieur du canal qui va accentuer le phénomène de surpression au sein du liquide et initier l'éjection de la goutte.
  - L'onde se déplaçant maintenant vers l'orifice va pousser par surpression le ménisque de liquide vers l'extérieur pour former une colonne de liquide, pendant une période acoustique.

- Le débit de liquide diminue: la différence de vitesse entre la tête de la goutte et la queue, au niveau de l'orifice, provoque l'amincissement de la colonne de liquide.

3 • La réflexion de l'onde acoustique inverse la pression à l'orifice, ce qui permet la rupture nette du ligament. La dépression, à l'autre extrémité, permet aussi d'aspirer le liquide du réservoir pour remplir à nouveau le canal.

- Enfin l'annulation de l'impulsion électrique permet l'atténuation des ondes acoustiques et élimine progressivement les oscillations de pression (insuffisantes pour éjecter du liquide) jusqu'à un retour à la pression atmosphérique.

Ainsi, on peut remarquer que la durée de l'impulsion électrique est primordiale et dépend de la période de propagation acoustique à travers le liquide. Il existe donc une durée optimale d'impulsion électrique, qui dépend notamment de la densité du fluide.

### b - Spécificité de la technologie « shear mode/ shared walls »

Dans cette technologie jet d'encre, deux buses adjacentes partagent un mur en PZT. Ceci implique que lors de l'activation d'une buse, celles qui l'entourent sont perturbées (Figure 27).

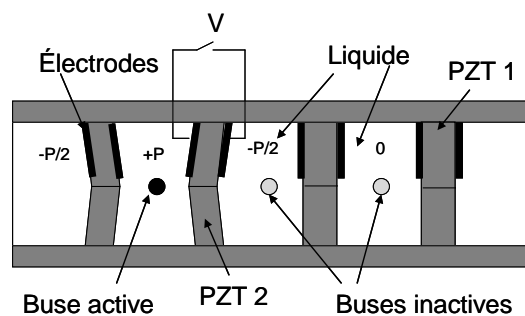
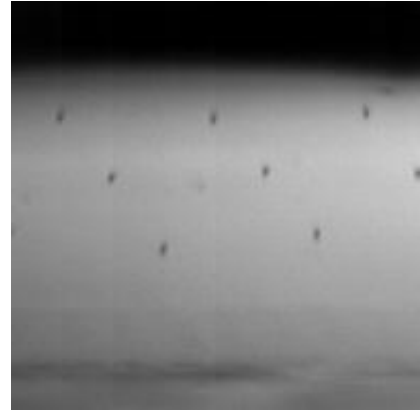


Figure 27 - Schéma de fonctionnement d'une tête « Shear mode/ Shared Walls »

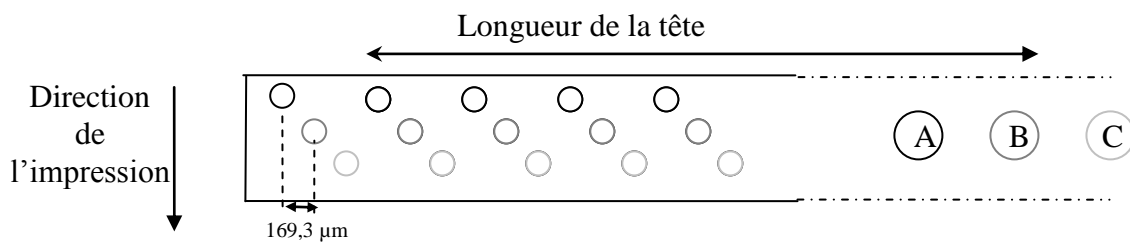
Afin d'éviter la perturbation (ou cross-talk) lors de la formation des gouttes et ainsi améliorer la robustesse, XAAR a choisi de n'activer qu'une buse sur trois simultanément. Un laps de temps est donc imposé entre l'activation de deux buses adjacentes (Figure 28).

Or, lors de l'impression, le substrat se déplace sous la tête, ce qui entraîne un décalage entre les positions des gouttes déposées par ces deux buses. Pour compenser ce problème, XAAR a introduit un décalage sur le positionnement des orifices des buses dans l'axe de déplacement de la tête (Figures 29 et 30).

Les buses sont divisées en trois familles (A, B, C), qui sont aussi décalées les unes par rapport aux autres, sur la longueur de la tête, de  $169,3\mu\text{m}$  (ce qui correspond à une résolution de 150 points-par-pouce (dot-per-inch : dpi) pour la XAAR 318 et de  $141,1\mu\text{m}$  pour la XAAR760 (résolution de 180dpi).

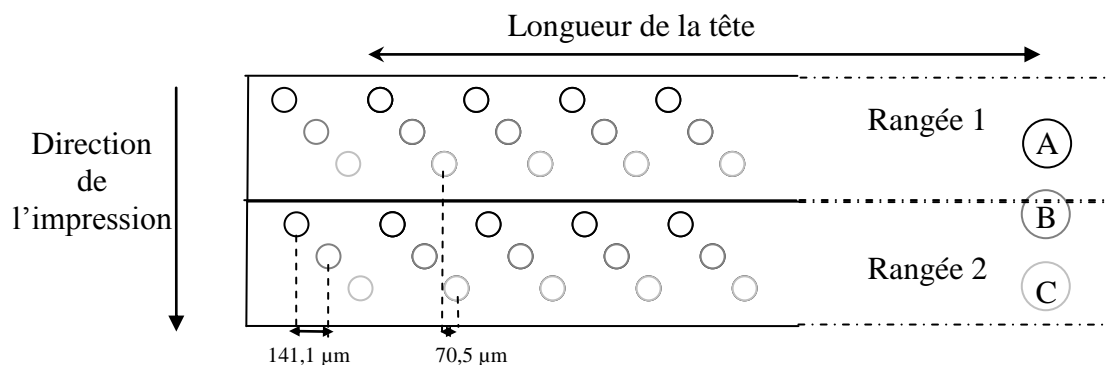


**Figure 28 - Ejections consécutives des 3 familles de buses à environ  $80\mu\text{s}$  d'intervalle**



**Figure 29 - Répartition par famille des orifices de sortie des buses pour la XAAR318 (Tête vue de dessous)**

Ainsi, lors de l'impression d'une ligne, on active d'abord la famille C, puis la famille B qui entre temps est venue s'aligner avec les gouttes déposées par la famille C, puis la famille A. Le laps de temps entre deux impulsions de buses adjacentes doit donc être ajusté en fonction de ce décalage, de la vitesse de déplacement du substrat et de la résolution d'impression, afin de minimiser l'erreur de positionnement des gouttes.

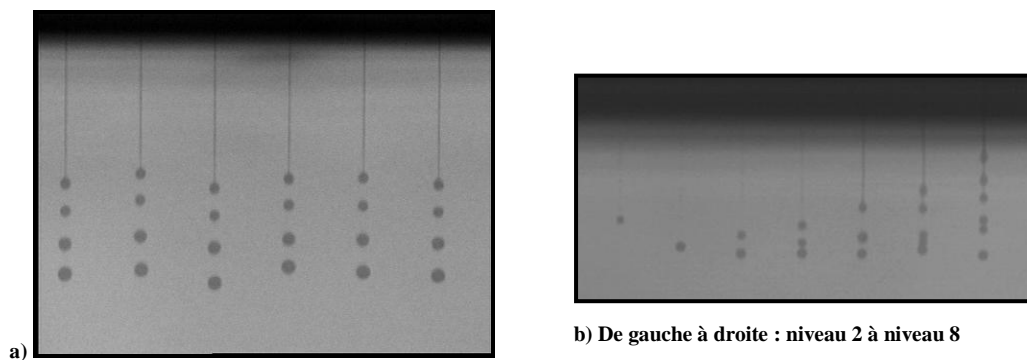


**Figure 30 - Schéma de répartition par rangée et par famille des orifices de sortie des buses pour la XAAR760 (Tête vue de dessous)**

Certaines têtes, telles que les têtes XAAR760, possèdent deux rangées de 382 buses actives chacune, décalée de 70,5µm pour doubler la résolution intrinsèque de la tête à 360dpi (Figure 30). Dans ce cas là, le temps d'attente entre l'activation des deux rangées doit être aussi géré.

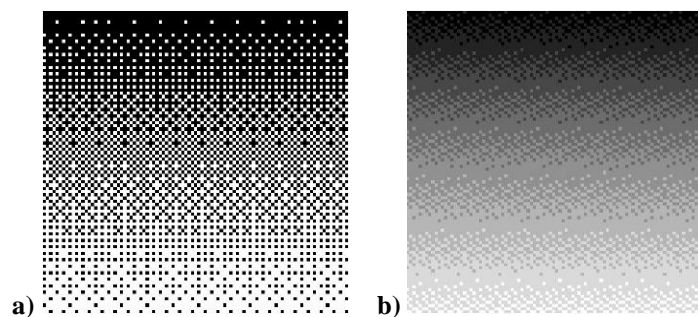
**c - Fonctionnement binaire ou par niveaux de gris<sup>[3]</sup>**

Il existe deux modes de fonctionnement pour la gestion du volume des gouttes. Soit la tête fonctionne en binaire, c'est-à-dire qu'il y a éjection d'une goutte de volume unique ou pas d'éjection du tout, soit elle fonctionne par niveaux de gris (technologie Greyscale). Ceci consiste à appliquer au PZT un train d'impulsions électriques afin de générer, non pas une goutte, mais un chapelet de gouttes, qui après réunification forme une goutte de volume plus important (Figure 31). Ainsi, il est possible d'obtenir des gouttes plus ou moins grosses avec la même tête d'impression.



**Figure 31 - a) Chapelet de gouttes XAAR318 - b) 7 niveaux de gris de la tête XAAR318**

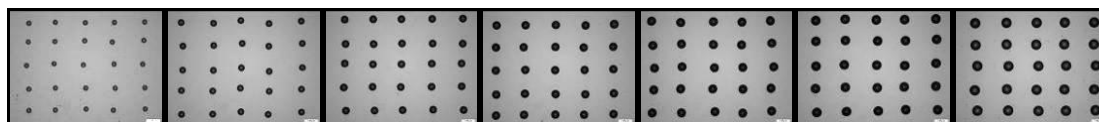
Cette technique est utilisée dans l'imprimerie graphique et permet d'améliorer la définition de l'image comme le montre la figure 32.



**Figure 32 - Image imprimée a) en binaire ou b) en niveaux de gris**



La technologie Greyscale de XAAR permet d'avoir un large spectre de volume de goutte disponible et donc davantage de possibilités de gestion du remplissage de nos structures. Parmi les têtes XAAR utilisées, l'une permet d'obtenir 8 niveaux de gris (XAAR318) dont les volumes théoriques varient de 0 à 42 pL (Figure 33) et l'autre 6 niveaux de gris (XAAR760) dont les volumes théoriques varient de 0 à 40 pL.



**Figure 33 - Observation au microscope optique des 7 tailles de goutte disponibles (+ absence de goutte) pour avoir 8 niveaux de gris de la tête XAAR318**

## **2 - Logiciel de gestion des têtes**

Deux logiciels sont nécessaires à la gestion de l'impression : l'un pour créer l'image à imprimer (Photoshop), l'autre pour la gestion des paramètres de la tête d'impression.

Ainsi l'image, une fois créée, est chargée dans le second logiciel, sur lequel il est possible de modifier, par exemple :

- L'amplitude, la fréquence et la durée de l'impulsion électrique,
- Le niveau de vide,
- La résolution d'impression dans la direction d'impression (X) ou dans l'axe de la tête (Y).

Ce logiciel utilise uniquement des images sous format bitmap (8 bits), c'est-à-dire des images comprenant 256 niveaux de gris. La gestion des différentes têtes se fait de manière indépendante. Chaque tête correspond à un liquide auquel doit être associé une image en niveau de gris représentant la cartographie des gouttes déposées. Ceci signifie que si l'on veut imprimer une image en quadrichromie classique, il y aura quatre fichiers en niveau de gris: un pour la tête Cyan, un pour la tête Magenta, un pour la tête Jaune (Yellow) et un pour la tête Noir (Black).

Par ailleurs, le logiciel converti chaque pixel de l'image bitmap en goutte de volume plus ou moins important. Il existe 256 niveaux de gris sous format informatique. Les têtes XAAR n'en possédant que 8 (XAAR318) ou 6 (XAAR760), le logiciel convertit le niveau de gris des pixels en volume de goutte avec les correspondances présentées dans le tableau 3:

Niveau de gris de la tête	Niveau de gris du pixel de l'image bitmap		Volume de la goutte finale	
	XAAR318	XAAR760	XAAR318	XAAR760
1	255-237	255-230	0	0
2	236-200	229-179	6	8
3	199-164	178-128	12	16
4	163-127	127-77	18	24
5	126-91	76-26	24	32
6	90-54	25-0	30	40
7	53-18		36	
8	18-0		42	

**Tableau 3 - Table de correspondance du niveau du pixel en volume de goutte éjectée**

Les professionnels de l'impression graphique ont développé des outils pour faciliter l'utilisation des imprimantes et améliorer la qualité des impressions. Les imprimantes de bureau classiques utilisent un RIP (Raster Image Processor), leur permettant de gérer les différentes cartouches de couleur et de tramer les images en fonction de la résolution d'impression désirée. Tramer une image consiste à séparer les pixels en couches correspondant aux différentes couleurs et à modifier l'emplacement et le niveau de gris des pixels en fonction d'algorithmes complexes. Cette étape, permettant d'améliorer le rendu de l'image imprimée, représente une boîte noire que l'utilisateur ne peut contrôler, et qui n'est pas présente sur notre système d'impression.

Le fait que le RIP ne soit pas intégré à notre logiciel, a pour avantage de nous permettre de connaître exactement le nombre et l'emplacement des gouttes imprimées, mais demande une plus grande maîtrise de tous les niveaux de la création d'image. Cette problématique sera davantage développée dans le chapitre 3 de la thèse.

### **3 - Déplacement du substrat**

La table motorisée est fixée sur un système de rails à coussin d'air permettant d'avoir une précision mécanique de plus ou moins 2 µm. Le logiciel associé permet de définir le parcours du substrat par rapport aux têtes, le nombre de passages nécessaires, la vitesse de déplacement, et la hauteur entre la sortie des buses et le substrat.

## **II - Propriétés des gouttes déposées et influence sur la qualité des dépôts**

### **1 - Cahier des charges des liquides**

Les matériaux fonctionnels, que nous souhaitons déposer dans ce projet, doivent répondre à un certain nombre de spécifications imposées par l'application finale du composant et les différentes étapes du procédé de fabrication.

Ainsi, pour l'application optique, il est nécessaire que le matériau soit :

- Transparent dans le visible
- Non toxique
- Incolore sur une épaisseur d'environ 20 $\mu$ m
- Non diffusant pour des liquides pigmentaires ou chargés en nanoparticules (taux de diffusion <0.5%)
- Miscible avec les autres matériaux déposés simultanément
- Photochimiquement stable dans le temps: le matériau ne doit pas se dégrader rapidement face aux UV.

De plus, pour la réalisation de profils de phase, il est nécessaire que les liquides utilisés aient des indices de réfraction très différents. Dans l'idéal, nous recherchons une différence d'indice supérieure à 0,3. Ceci permet d'avoir une dynamique de variation de phase importante, et donc analogiquement avec un verre classique une grande pente et une plus grande puissance optique.

Par ailleurs, l'utilisation des têtes XAAR pour le dépôt du matériau impose des contraintes technologiques :

- Une viscosité inférieure à 15cP pour une température allant jusqu'à 65°C. Au-delà de cette température, le cristal piézoélectrique perd en efficacité et les cartes électroniques présentes dans la tête sont altérées.
- Une tension de surface comprise entre 20 et 40 mN/m. Elle doit être assez élevée pour maintenir l'encre dans la tête, et ne pas former de flaque au niveau des orifices.

Elle doit tout de même permettre au liquide de bien mouiller l'intérieur de la buse afin d'éviter l'ingestion de bulles d'air.

- Une conductivité ionique inférieure à 1mS/cm pour ne pas abîmer les électrodes en contact direct avec le liquide dans les canaux.
- Une compatibilité chimique avec les composants de la tête (solubilité, pH, gonflement...)

Enfin, lorsque le procédé de fabrication nécessite un dépôt de Parylène (comme décrit dans le chapitre 1), celui-ci est réalisé sous vide à environ  $5.10^{-3}$  mbar. La tension de vapeur saturante des matériaux à déposer doit donc être inférieure à cette valeur. Il s'agit de la caractéristique la plus contraignante concernant le choix des matériaux utilisables. Lorsqu'un remplissage discrétisé n'est pas nécessaire et que le scellement est fait par laminage d'un film PET sur les structures, cette contrainte est levée. Nous nous sommes cependant penchés plus particulièrement sur le premier cas, où le jet d'encre trouve tout son intérêt.

## **2 - Liquides utilisés**

Ce cahier des charges une fois défini, nous a permis de cibler les matériaux pouvant être utilisés pour nos travaux.

### **2.1 - Encres UV**

Dans un premier temps, nous avons travaillé avec des encres acrylates polymérisables sous UV. Celles-ci sont couramment utilisées dans le milieu du graphisme jet d'encre, elles ne posent donc pas de problèmes de compatibilité avec les machines et nous ont permis de démarrer l'étude des paramètres influençant l'éjection des gouttes et l'homogénéité de nos dépôts.

La fabrication de ces encres a été réalisée en collaboration avec la société XENNIA (spécialiste en fabrication d'encres pour le graphisme), afin de formuler des encres incolores et ayant différents indices de réfraction. Nous avons ainsi obtenu deux encres miscibles dont la différence d'indice est égale à  $\Delta n=0,08$ .

La polymérisation de la matrice après dépôt permet de s'affranchir de l'étape d'encapsulation par dépôt Parylène, tout en conservant la discrétisation du profil dans les

cellules après planarisation. Ces matériaux ne pourront cependant pas être utilisés pour des applications à fonction active.

Le tableau 4 présente les encres UV utilisées lors de ce projet pour réaliser des profils de phase.

Nom du produit	Indice de réfraction		Viscosité (cP)		Tension de surface (mN/m)
	n à l'état liquide à 589nm	n à l'état polymérisé à 589nm	à 25°C	à 60°C	à 25°C
FAU94	1,5	1,52	14,4	3,6	25,3
FAU114	1,52	1,56	26,6	5,1	24,2
FAU115	1,45	1,48	7,7	2,8	26,6

**Tableau 4 - Propriétés des encres UV incolores du projet**

## 2.2 - Huiles

Dans un second temps, nous nous sommes intéressés aux huiles utilisées dans les systèmes de pompe à vide. Certaines de ces huiles ont pour intérêt d'avoir une faible tension de vapeur saturante et donc une tenue au vide assez importante pour passer au procédé Parylène. De plus, certaines sont incolores, miscibles et relativement peu visqueuses, avec des indices de réfraction variables ( $\Delta n_{\max}=0,21$ ). Le tableau 5 rassemble les données relatives aux huiles testées.

Nom du produit	Indice de réfraction	Viscosité (cP)		Tension de vapeur saturante
	n à 589nm	à 25°C	à 60°C	(mbar) à 25°C
Invoil	1,46	74,71	13,56	2,6E-06
Dow Corning 704	1,56	42,94	9,96	2,6E-08
Santolight	1,67	74,46	11,97	5,3E-10

**Tableau 5 - Propriétés des huiles testées**

Il est possible de trouver des huiles correspondant à nos critères avec des indices de réfraction plus faible, notamment des huiles perfluorées, cependant celles-ci ne sont pas miscibles avec les huiles à haut indice.

Nous retiendrons donc, pour notre travail, les 3 huiles référencées dans le tableau 5.

## 2.3 - Cristaux liquides

Nous nous sommes intéressés au dépôt de cristaux liquides par procédé jet d'encre en vue de réaliser des fonctions actives sur nos films pixellisés.

### a - Généralités

Un matériau cristal liquide <sup>[7,8]</sup> peut combiner les propriétés d'un liquide conventionnel et celles d'un solide cristallisé suivant l'état dans lequel il se trouve. En effet, ces matériaux présentent des phases intermédiaires anisotropes, appelées mésophases (généralement nématique ou smectique) entre l'état cristallin (solide) et l'état liquide (isotrope). L'existence de ces mésophases est due à la forme allongée des molécules (bâtonnets) de la plupart des cristaux liquides, qui impose une organisation spatiale plus ou moins ordonnée suivant un axe directeur  $\vec{n}$  (figure 34).

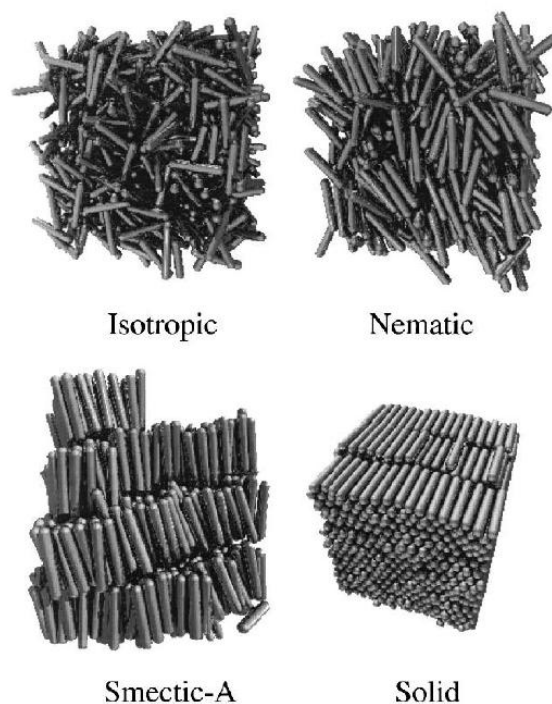


Figure 34 - Illustration de l'organisation des molécules d'un cristal liquide dans différentes mésophases

Les cristaux liquides peuvent être classés en deux catégories : les cristaux liquides lyotropes et les cristaux liquides thermotropes. Les matériaux lyotropes sont des solutions qui présentent une ou plusieurs mésophases en fonction de leur concentration en soluté. Tandis que l'état de phase des matériaux thermotropes varie en fonction de leur température.

### b - Matériau étudié

Dans notre étude, nous nous sommes intéressés au cristal liquide E7 qui est l'un des cristaux liquides les plus étudiés et dont la composition et les propriétés sont bien connues. Le

E7 est un cristal liquide thermotrope composé d'un mélange eutectique de cyanobiphényl et d'un terphényl (Figure 35). Il présente une phase nématique de  $-60^{\circ}\text{C}$  à  $+60^{\circ}\text{C}$ .

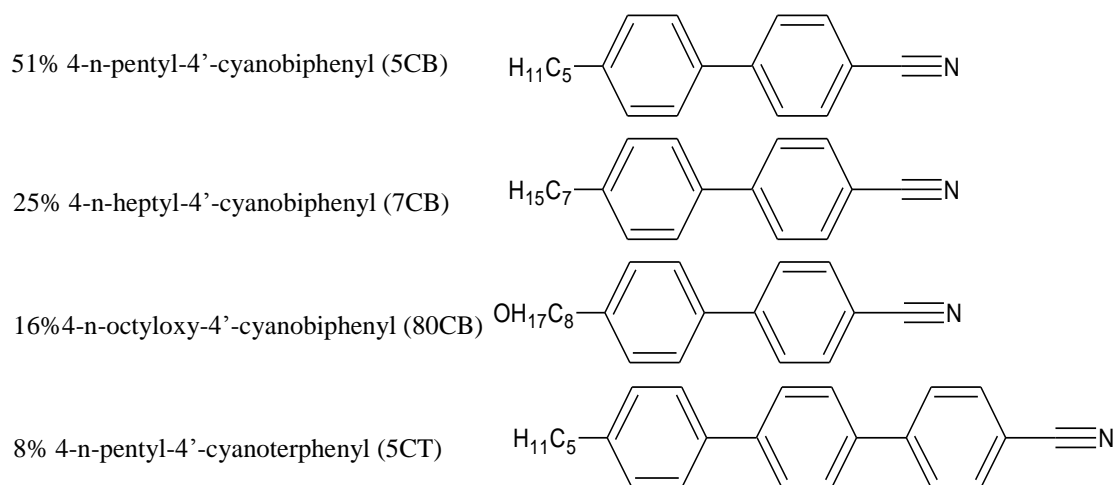


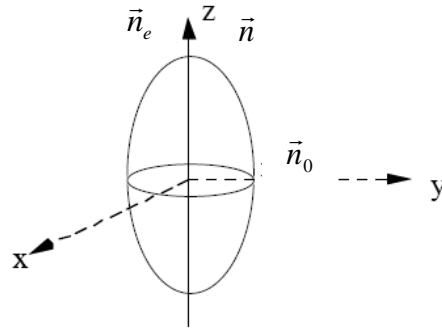
Figure 35 - Composition du E7

Ce matériau présente une grande partie des caractéristiques requises pour notre projet, notamment, en termes de viscosité et de tension de vapeur.

### c - Intérêt pour le projet

Les cristaux liquides présentent deux propriétés <sup>[7]</sup> particulièrement intéressantes pour le projet de verre digital: leur biréfringence optique et leur sensibilité face à un champ électrique. Elles sont toutes les deux dues à l'anisotropie des mésophases.

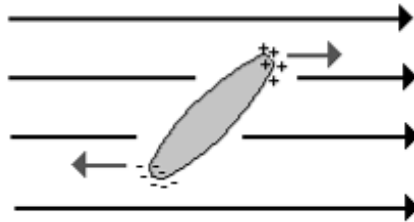
L'anisotropie implique que le cristal liquide ne transmet pas de la même façon deux rayons lumineux polarisés perpendiculaires. Le matériau a en effet deux indices de réfraction principaux, appelés indice ordinaire  $n_o$  et indice extraordinaire  $n_e$ . L'indice ordinaire correspond à la direction de polarisation perpendiculaire au directeur  $\vec{n}$  et l'indice extraordinaire à la polarisation parallèle au directeur. Ainsi chaque onde lumineuse, traversant un point du cristal liquide, passe par un milieu d'indice compris entre  $n_e$  et  $n_o$ , dépendant de sa direction de polarisation. La valeur de l'indice de réfraction peut être représentée par l'ellipsoïde des indices du cristal liquide (Figure 36).



**Figure 36 - Représentation de l'ellipsoïde des indices d'un nématique**

La différence entre  $n_e$  et  $n_o$  ( $\Delta n = n_e - n_o$ ) est la biréfringence du cristal liquide. Elle est positive, dépend de la température et s'annule dans la phase isotrope. Pour le E7 étudié  $\Delta n = 0,2246$  ( $n_e - n_o = 1,7462 - 1,5216$ ).

La deuxième caractéristique est la propriété la plus connue des cristaux liquides, décrivant la modification de l'orientation des molécules sous l'influence d'un champ électrique. Chaque extrémité des molécules en bâtonnet du E7 est chargée positivement ou négativement ce qui permet d'assimiler ses molécules à des dipôles électriques permanents.



**Figure 37 - Représentation de l'influence du champ électrique sur la direction des molécules du cristal liquide**

Ainsi, leur orientation et leur permittivité peuvent être modifiées sous l'effet d'un champ électrique. Le E7 présente une anisotropie diélectrique positive, ce qui signifie qu'en présence d'un champ électrique  $\vec{E}$ , le vecteur directeur  $\vec{n}$  des molécules de E7 va s'aligner parallèlement au champ (Figure 37). En l'absence de ce champ, le milieu est apolaire car les molécules sont réparties de manière aléatoire.

Puisque l'indice de réfraction que voit une onde lumineuse traversant un point du cristal liquide dépend de sa direction de polarisation par rapport à la direction du vecteur directeur  $\vec{n}$  du cristal liquide, et que l'application d'un champ électrique permet de contrôler la



direction de ce vecteur  $\vec{n}$ , il est ainsi possible de contrôler localement l'indice de réfraction vu par l'onde lumineuse dans la gamme du  $\Delta n$  accessible par la cristal liquide. Par conséquent, l'application de champs électriques locaux permettrait, dans notre système, de moduler l'indice de réfraction de chacune des cuves de la microstructure et donc de modifier à volonté le front de l'onde traversant notre film pixellisé.

L'utilisation d'un champ électrique pour activer une lentille sur un verre de lunette pourrait permettre de modifier sa puissance focale, et par exemple de passer d'un verre unifocal à un verre multifocal progressif de manière très rapide.

### **3 - Qualité des impressions**

La qualité des impressions réalisées dépend principalement de deux propriétés des gouttes éjectées : le volume et la vitesse. Les variations de ces deux paramètres peuvent fortement dégrader l'homogénéité et la reproductibilité des dépôts. Il est donc important de connaître les défauts engendrés par ces variations en vue de maîtriser le remplissage de nos microstructures.

#### **3.1 - Variation de volume**

Il paraît évident que la qualité de remplissage du film structuré dépend des fluctuations de volume des gouttes et nécessite donc de les minimiser au cours du temps. Or, lors de longues impressions à hautes fréquences, la céramique piézoélectrique a tendance à chauffer à cause des pertes diélectriques <sup>[5]</sup> et donc à changer les propriétés rhéologiques du liquide en contact, modifiant ainsi le volume des gouttes.

Dans le milieu graphique, ces variations de volume se traduisent par une mauvaise uniformité des tons sur des zones qui devraient être unies. BRIGGS <sup>[9]</sup> illustre ce défaut lors de l'impression du motif présenté sur la figure 38, sur grand format. Ce motif, en niveau de gris, comprend quatre niveaux d'encre (couverture de l'encre) à 100%, 50%, 3% et 0%.

Ainsi, en fin d'impression, nous pouvons remarquer sur la figure 39, que lorsque l'on passe d'une zone à 100% d'encre, où la fréquence d'impression est élevée, à une zone à 50% où la fréquence est plus faible, des défauts de coloration apparaissent. A contrario, lorsque l'on passe d'une zone blanche à 0% (zone de non impression) à une zone à encre plus important, le niveau de gris obtenu est correct. Ceci peut s'expliquer par le fait qu'à

haute fréquence d'impression, le PZT chauffe, et provoque la formation de gouttes plus volumineuses (Figure 40).

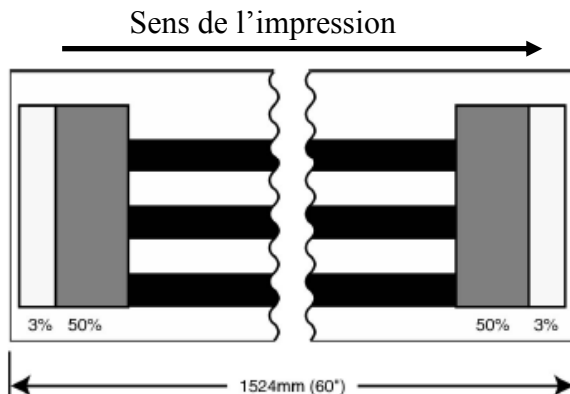


Figure 38 - Motif d'impression <sup>10</sup>

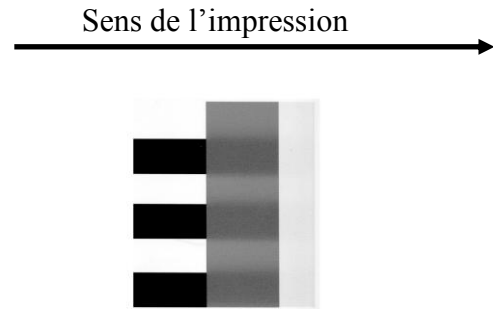


Figure 39 - Fin de l'image imprimée

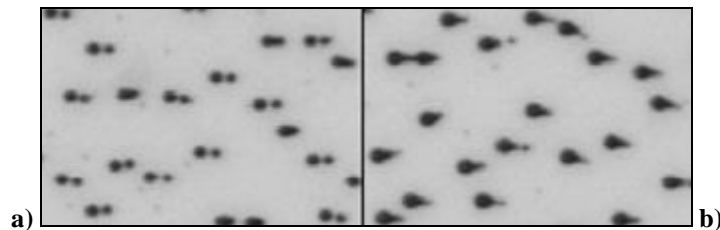


Figure 40 - Taille des gouttes après a) une bande blanche (0%) ou b) une bande noire (100%)

L'échauffement de la tête a bien entendu, un effet très néfaste sur la qualité de nos remplissages. Par ailleurs, ce même phénomène a tendance à faire varier l'énergie cinétique des gouttes, ce qui crée d'autres types de défauts d'impression détaillés ci-dessous.

### 3.2 - Variation de vitesse d'éjection

Il existe deux types de défauts liés à la vitesse des gouttes pouvant altérer la qualité des dépôts. Le premier est la formation de gouttes parasites par séparation du ligament des gouttes trop rapides et le second est la déviation des gouttes trop lentes par des fluctuations d'air.

#### a - Montages optiques

Pour étudier ces phénomènes, nous avons utilisé deux montages optiques :

- un système optique stroboscopique
- un système optique à caméra rapide

### Montage stroboscopique

Ce montage est constitué d'une diode stroboscopique synchronisée avec l'éjection des gouttes, et d'une caméra pour capturer les images des gouttes aux différentes étapes de leur formation grâce à l'introduction d'un délai entre l'éjection et l'acquisition (Figure 41). Ainsi, il est possible de calculer la vitesse des gouttes entre deux étapes.

Ce système permet d'observer la superposition de plusieurs milliers de gouttes à la fois. Les fréquences d'observation varient de 100Hz à 8kHz. Le procédé étant répétable sur chaque buse, les images obtenues sont stables et leur qualité est suffisante pour avoir une bonne mesure de la vitesse moyenne des gouttes pour chaque buse (Figure 42).

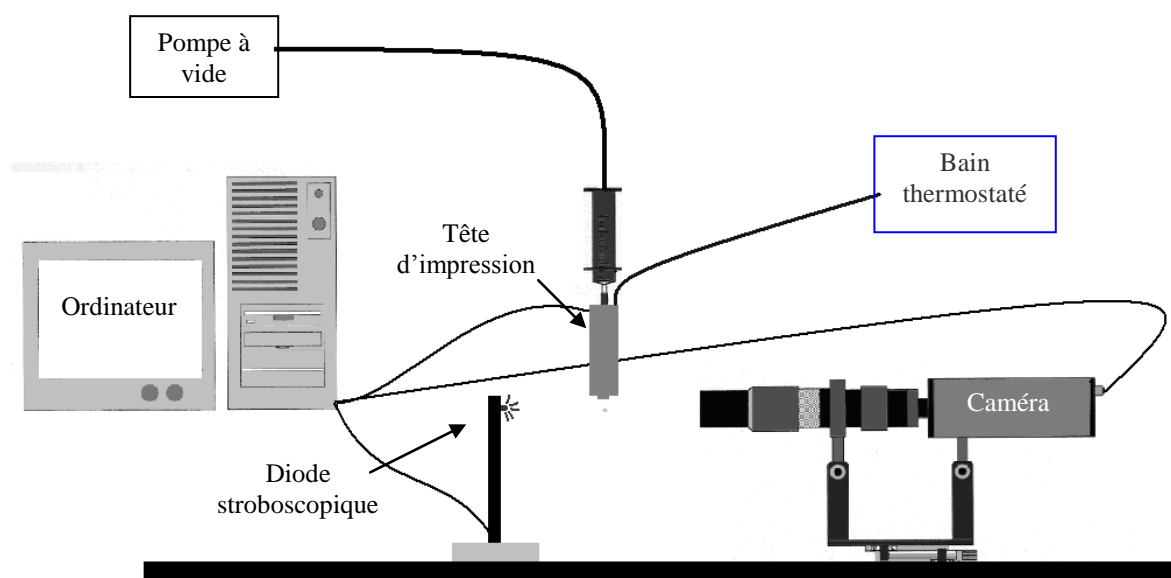


Figure 41 - Montage stroboscopique

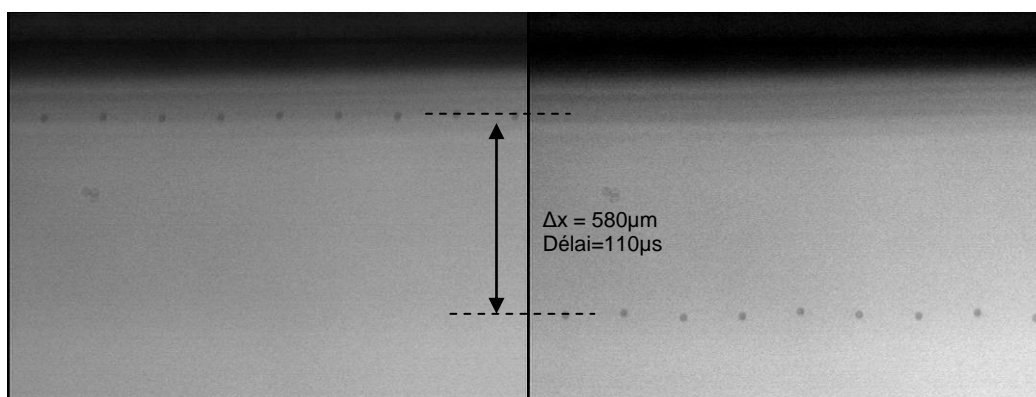


Figure 42 - Exemples d'images obtenues avec le montage stroboscopique pour le calcul de vitesse d'éjection (Vitesse moyenne  $v = 5,3 \text{ m/s}$ )

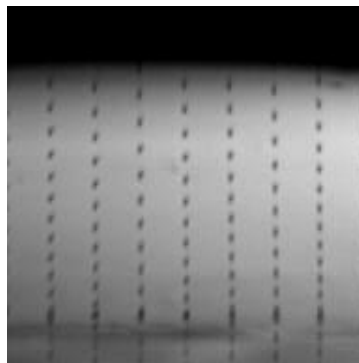
Cependant, la résolution de la caméra ne nous permet pas de mesurer une valeur précise du diamètre, donc du volume des gouttes. De plus, la vitesse d'acquisition de la caméra est trop faible pour observer des phénomènes uniques, tels que l'impact d'une goutte ou sa déviation due à une perturbation. Pour cela le deuxième montage optique comprenant une caméra rapide est utilisé.

### ***↗ Montage avec caméra rapide***

Ce travail a été effectué à l'École Supérieure de Physique et de Chimie Industrielle (ESPCI) à Paris, en collaboration avec l'équipe de David QUERE du laboratoire de Physiques et Mécaniques des Milieux Hétérogènes (PMMH).

Pour ce montage, la diode stroboscopique a été remplacée par un spot à fibre optique puissant permettant d'avoir une grande intensité lumineuse, et la caméra substituée par une caméra rapide Phantom V9 équipée d'un objectif macro Sigma 50mm et d'une bague allonge de 20mm. L'objectif et la bague servent à augmenter la résolution d'acquisition. Elles sont montées à l'envers sur la caméra grâce à une bague à inversion pour augmenter la profondeur de champ.

La caméra Phantom V9 de la marque Photonline possède un capteur de 1600x1200pixels et sa vitesse de capture peut atteindre 144000 images/s pour de très petites zones d'observation en statique. Considérant les dimensions des objets observés (diamètre des gouttes d'environ 30 $\mu$ m et distance parcourue de l'ordre de 1mm) et leur dynamique d'éjection (2-10m/s), nous avons pu observer les gouttes à 24000 images/s.



**Figure 43 - Exemple d'image obtenue avec la caméra rapide (Vitesse moyenne  $v = 2,2$  m/s)**

De cette manière, les images obtenues nous a permis de calculer des vitesses d'éjection et d'observer des phénomènes tels que la formation des gouttes ou les impacts. La

figure 43 présente une superposition de 12 images, acquises toutes les 41,6 $\mu$ s. On peut ainsi observer la trajectoire de gouttes d'huile DC704 d'environ 6pl sur une distance d'1mm. Ce système ne nous permet cependant pas de faire des mesures de volume de gouttes.

### b - Création de gouttes parasites ou satellites

Lorsque l'énergie cinétique des gouttes éjectées est grande, un ligament se forme entre l'orifice des buses et la goutte éjectée et s'étire sous forme cylindrique jusqu'à la rupture. En s'étirant, la surface du ligament augmente par rapport à son volume. Pour retrouver un équilibre stable, la tension de surface va favoriser la création de petites entités par rupture du ligament, dont la forme sphérique minimise le rapport surface sur volume. On a ainsi l'apparition de gouttes parasites ou satellites.

Ce phénomène a été largement étudié dans la littérature <sup>[10,11]</sup>, notamment dans l'étude de DONG et CAAR <sup>[12]</sup> sur l'influence des propriétés physico-chimiques (viscosité, tension de surface) des liquides sur la formation de satellites. Afin de pouvoir observer correctement les gouttes parasites, leur étude a été réalisée sur une monobuse dont le diamètre de l'orifice fait 53 $\mu$ m formant des gouttes relativement grosses de l'ordre de quelques dizaines de picolitres.

Lorsque les paramètres d'éjection (amplitude de la tension appliquée au PZT, viscosité du fluide dans la tête d'impression) ne sont pas optimisés, l'éjection obtenue ressemble à la figure 44:

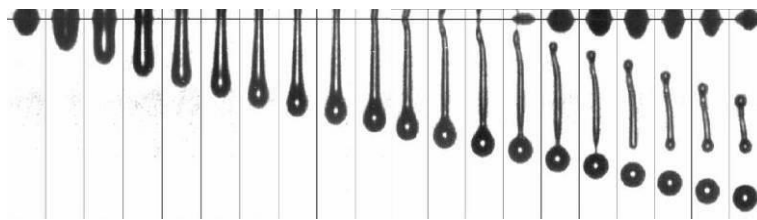


Figure 44 - Evolution de la formation d'une goutte dont les paramètres ne sont pas optimisés et création d'un satellite <sup>[12]</sup>

Après optimisation, on obtient la figure 45:

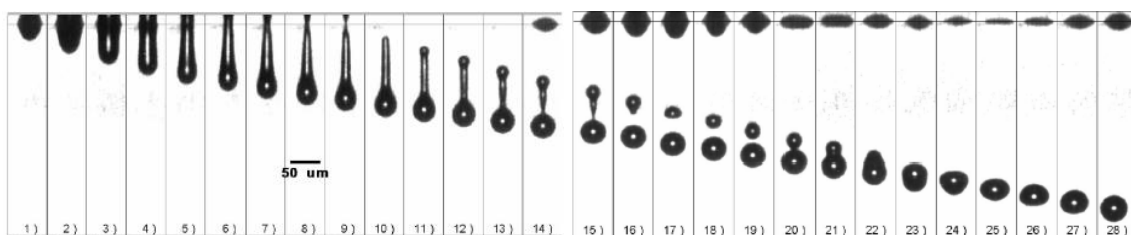
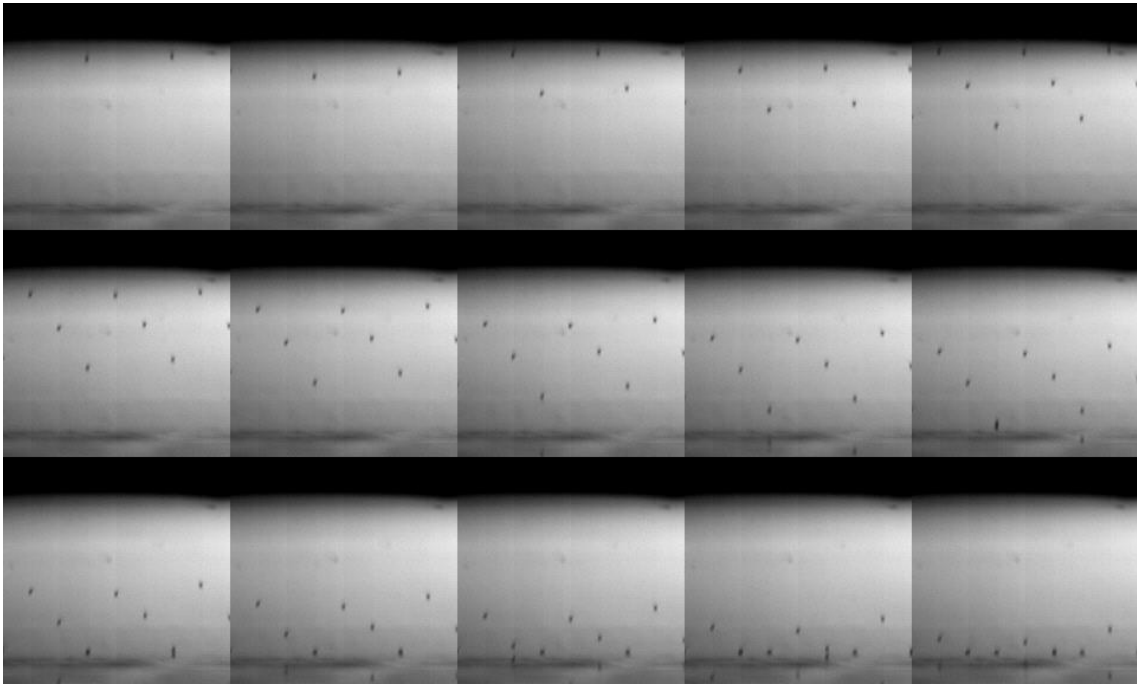


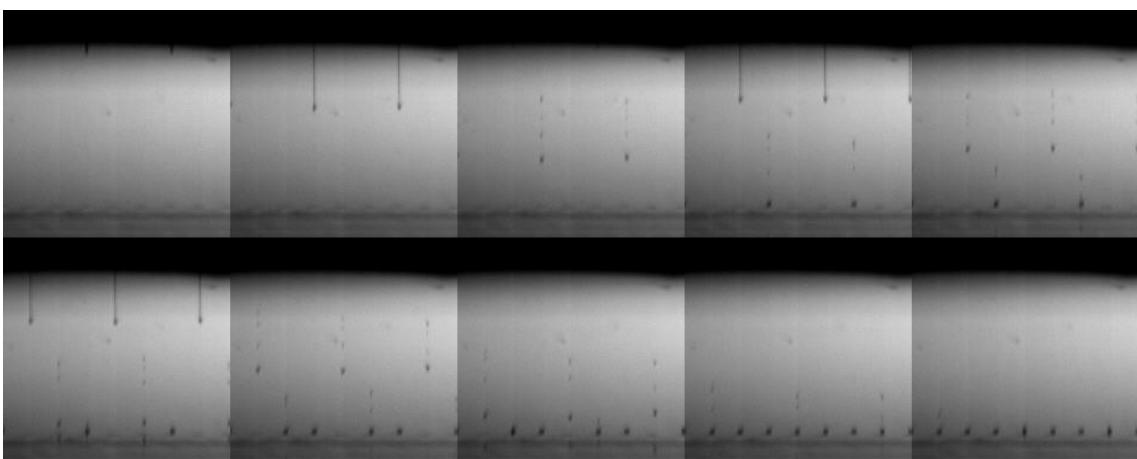
Figure 45 - Evolution de la formation d'une goutte dont les paramètres d'impression sont optimisés <sup>[12]</sup>

De la même manière, nous avons pu observer grâce à la caméra rapide que lorsque la vitesse d'éjection des gouttes augmente, on favorise la création de gouttes parasites.

Les figures 46 et 47 présentent les séries d'images obtenues avec la caméra rapide lors de l'éjection avec une tête XAAR318 de gouttes d'huile DC704, de volume théorique égal à 6pl. Les images sont acquises à 24000 images/s soit une image toutes les 41,6 $\mu$ s. La viscosité du liquide vaut 14,6 cP, à 50°C, température d'utilisation de la tête.



**Figure 46 - Ejection des gouttes sans satellite -  $U=23$  Volts -  $v_{moy}=2,2m/s$  - Temps de vol moyen= $450\mu s$**



**Figure 47 - Ejection des gouttes avec satellites -  $U=28$  Volts -  $v_{moy}=6,85m/s$  - Temps de vol moyen= $150\mu s$**

La vitesse moyenne ( $v_{moy}$ ) des gouttes principales est modifiée par l'augmentation de la tension appliquée aux électrodes du piézoélectrique (U). La distance d'impression entre l'orifice et le substrat est fixée à 1 mm.

L'augmentation de l'énergie cinétique de la goutte lors de sa formation favorise l'étirement du ligament sous forme cylindrique. En s'éloignant de la buse, le ligament finit par se détacher de la goutte principale et se scinde en plusieurs petites entités. Lorsque la vitesse de la goutte est faible, le ligament n'a pas le temps de s'étirer et reste attaché à la goutte.

### c - Effets aérodynamiques sur la précision des dépôts

Dans un premier temps, la cinétique de chute des gouttes a été étudiée dans un milieu stationnaire sans perturbation de l'air ambiant. Puis les effets des perturbations de l'air lors du déplacement du substrat sur la trajectoire des gouttes ont été analysés <sup>[13]</sup>.

#### ↳ Chute de la goutte dans un milieu stationnaire

Les liquides utilisés ont une viscosité ( $\eta$ ) inférieure à 15cP et une densité ( $\rho$ ) de l'ordre de 1. Le diamètre (D) des gouttes formées ne dépasse pas 50 $\mu$ m et leur vitesse d'éjection initiale ( $v_i$ ) varie de 1 à 12m/s. Ainsi, leur nombre de Reynolds ( $Re = \rho v D / \eta$ ) ne dépasse pas 40. Nous pouvons donc considérer que nous sommes en régime laminaire.

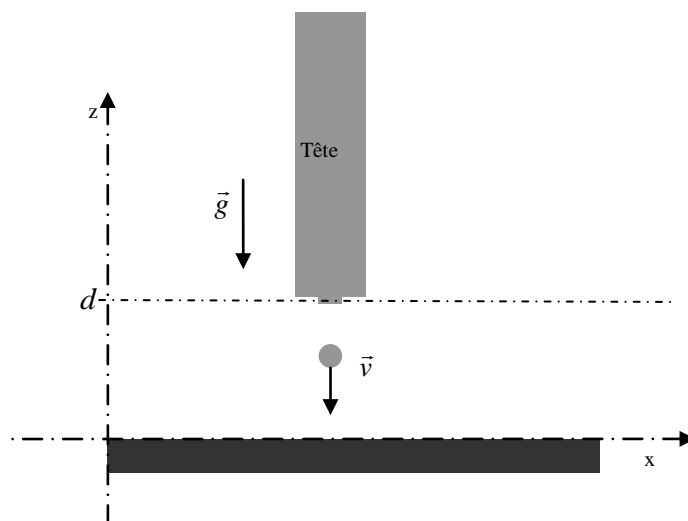


Figure 48 - Schéma de la chute de la goutte

Le bilan des forces s'appliquant sur la goutte éjectée peut donc s'écrire simplement sous la forme (Figure 48):

$$m\vec{\gamma} = m\vec{g} - k\vec{v} - m_{air}\vec{g} \quad \text{II-1}$$

Avec  $m$ ,  $\vec{v}$  et  $\vec{\gamma}$  la masse, la vitesse et l'accélération de la goutte

$m_{air}$  la masse de l'air,  $\vec{g}$  la force de gravité, et  $k$  le coefficient de frottement de l'air.

Le premier terme représente la force de gravité, le second la force de traînée de Stokes dues aux frottements de l'air sur la surface de la goutte, et le dernier la poussée d'Archimède. Compte tenu de la faible valeur de la masse volumique de l'air par rapport à la densité des liquides utilisés, ce dernier terme peut être négligé.

Pour des objets sphériques de rayon  $R$  se déplaçant à faible vitesse (donc à faible nombre de Reynolds) dans l'air, le coefficient  $k$  de la force de traînée de Stokes s'écrit :

$$k = 6\pi R\eta_{air} \quad \text{II-2}$$

Avec  $\eta_{air}$  la viscosité de l'air.

Ainsi, l'équation II-1 s'écrit aussi de la manière suivante :

$$\frac{d\vec{v}}{dt} + \frac{9}{2} \frac{\eta_{air}}{\rho R^2} \vec{v} = \vec{g} \quad \text{II-3}$$

Soit 
$$\frac{dv_z}{dt} + \frac{v_z}{\tau} = -g \quad \text{II-4}$$

Avec 
$$\tau = \frac{2}{9} \frac{R^2 \rho}{\eta_{air}}$$

La résolution de cette équation différentielle a pour solution :

$$v_z(t) = (g\tau - v_i)e^{-t/\tau} - g\tau \quad \text{II-5}$$

On a alors : 
$$v(t) = |v_z(t)| = (v_i - g\tau)e^{-t/\tau} + g\tau \quad \text{II-6}$$

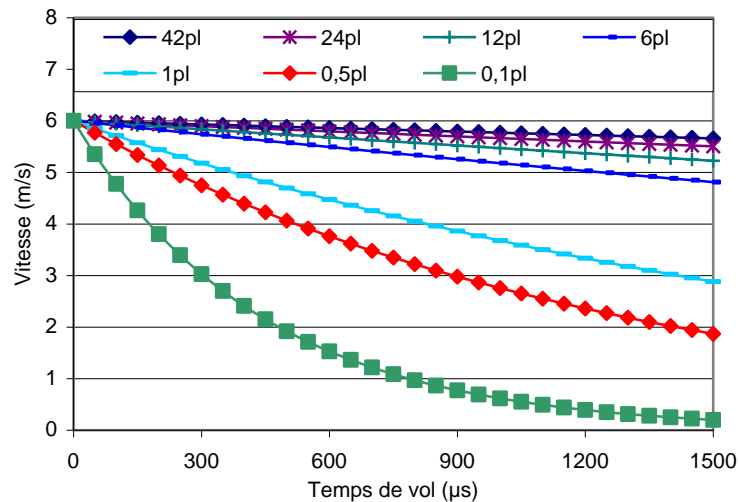
Et l'accélération des gouttes s'exprime alors par l'équation suivante :

$$\gamma(t) = \left( \frac{v_i}{\tau} - g \right) e^{-t/\tau} \quad \text{II-7}$$



Ainsi, plus la taille de la goutte est faible, plus la goutte décélère vite et plus la vitesse de chute diminue en s'éloignant des buses.

La figure 49 montre que la vitesse d'éjection diminue plus rapidement quand la goutte est petite. Les satellites sont des gouttes parasites de petites tailles par rapport aux gouttes principales. Ils sont donc plus sensibles aux frottements de l'air et n'atterrissent pas en même temps que la goutte principale sur le substrat.

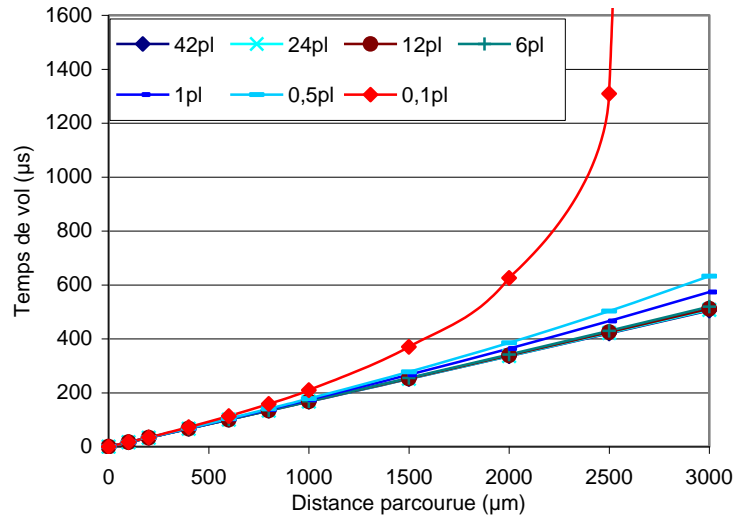


**Figure 49 - Variation de la vitesse en fonction du temps de vol de la goutte pour différentes tailles de gouttes - Huile DC704 - Vitesse initiale de 6m/s**

La distance entre l'impact des deux gouttes ( $\delta d$ ) dépend de la différence de temps de vol ( $\delta t_{vol}$ ) nécessaire aux deux gouttes pour parcourir la distance d'impression ( $d$ ) et de la vitesse du substrat ( $v_{sub}$ ) :

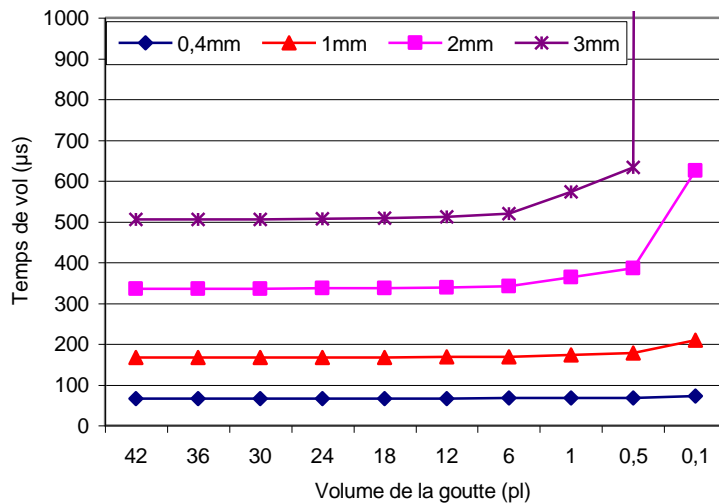
$$\delta d = v_{sub} \delta t_{vol} \quad \text{II-8}$$

Cependant la figure 50 prouve que si l'on diminue la distance d'impression  $d$ ,  $\delta t_{vol}$  est fortement minimisée.



**Figure 50 - Variation du temps de vol nécessaire pour atteindre le substrat pour différentes tailles de gouttes - Huile DC704 - Vitesse initiale de 6m/s**

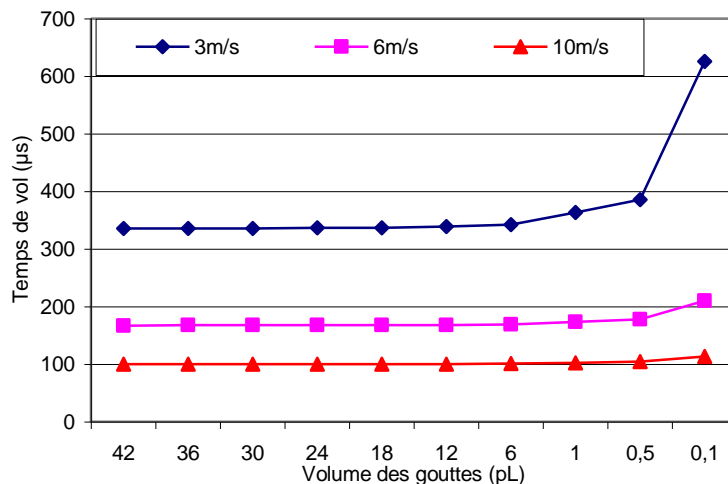
Ainsi si l'on compare, pour chaque taille de goutte, le temps de vol nécessaire à une goutte de vitesse initiale égale à 6m/s pour atteindre le substrat en fonction de la distance d'impression, on obtient la figure 51 suivante :



**Figure 51 - Comparaison des temps de vol de gouttes de différents volumes en fonction de la distance d'impression pour une vitesse d'éjection initiale de 6m/s**

Pour des distances d'impression faible, le temps de vol nécessaire pour atteindre le substrat est le même quelle que soit la taille de la goutte. Plus la distance d'impression d'augmente, plus les petites gouttes sont ralenties et plus leur temps de vol est grand devant celui des grosses gouttes. Nous montrons bien ici l'intérêt de se rapprocher du substrat.

Par ailleurs, plus la vitesse initiale d'éjection est faible, plus les petites gouttes ralentissent vite, et l'écart de temps  $\delta t_{vol}$  entre l'impact des gouttes principales et des satellites grandit rapidement (figure 52).



**Figure 52 - Comparaison des temps de vol de gouttes de différents volumes en fonction de la vitesse initiale de la goutte pour une distance d'impression de 1 mm**

Ainsi, sans tenir compte des fluctuations d'air dues au déplacement du substrat, ces observations démontrent qu'il faut maîtriser la vitesse d'éjection des gouttes et minimiser la hauteur d'impression. Ceci permet d'optimiser la qualité des dépôts, en éliminant les satellites et en limitant la décélération des gouttes, responsable des défauts de placement.

### ***Chute de la goutte en présence de flux d'air***

#### *o Modèle théorique*

Le déplacement d'un substrat plan à une vitesse  $v_{sub}$ , à proximité de la tête d'impression, est source de fluctuations d'air. En effet, lors de son mouvement le substrat déplace une couche limite d'air d'épaisseur  $h$  dont le gradient de vitesse à un profil parabolique comme indiqué sur la figure 53.

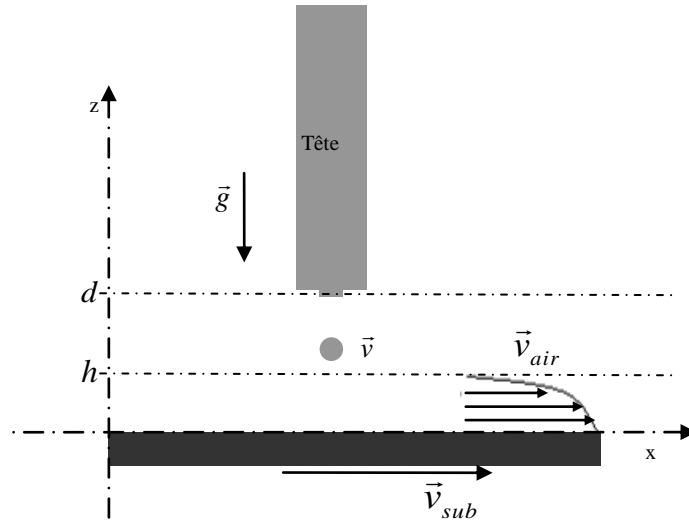


Figure 53 - Schéma de la couche limite d'air due au déplacement du substrat

Le bilan des forces s'exerçant sur la goutte s'écrit dans ce cas :

$$m\vec{\gamma} = m\vec{g} - k\vec{v} + k\vec{v}_{air} \quad \text{II-9}$$

D'où 
$$\vec{\gamma} = \vec{g} - \frac{1}{\tau} (\vec{v} - \vec{v}_{air}) \quad \text{II-10}$$

Avec 
$$\tau = \frac{m}{k}$$

L'expression développée de la vitesse de la goutte ( $v_x, v_z$ ) suivant les axes x et z donne les relations suivantes :

$$\begin{cases} \frac{dv_x}{dt} + \frac{1}{\tau} v_x = \frac{1}{\tau} v_{air}(z) \\ \frac{dv_z}{dt} + \frac{1}{\tau} v_z = -g \end{cases} \quad \text{II-11}$$

Deux situations sont alors possibles: soit la goutte est au dessus de la couche limite ( $z \in ]d, \infty[$ ), soit elle est dans la couche limite ( $z \in ]h, d[$ ) :

- Si  $z \in ]d, \infty[$  alors  $v_{air}(z) = 0$  :

$$\begin{cases} v_x = 0 \\ \frac{dv_z}{dt} + \frac{1}{\tau} v_z = -g \end{cases} \quad \text{II-12}$$

- Si  $z \in ]h, d[$  alors  $\vec{v}_{air}(z) = v_{sub} \left(1 - \frac{z^2}{h^2}\right) \vec{x}$  si  $z \in ]h, d[$  :

$$\begin{cases} \frac{dv_x}{dt} + \frac{1}{\tau} v_x = \frac{1}{\tau} v_{sub} \left( 1 - \frac{z^2}{h^2} \right) \\ \frac{dv_z}{dt} + \frac{1}{\tau} v_z = -g \end{cases} \quad \text{II-13}$$

Quelle que soit  $z$ , la vitesse selon l'axe  $z$  peut s'exprimer de la même manière que la vitesse en régime stationnaire :

$$v_z(t) = (g\tau - v_i) e^{(-t/\tau)} - g\tau \quad \text{II-14}$$

Ainsi, l'intégration de cette expression nous donne l'expression de  $z(t)$  :

$$z(t) = \tau(v_i - g\tau) e^{(-t/\tau)} - g\tau t + z_c \quad \text{II-15}$$

A  $t=0$ ,  $z(0) = \tau(v_i - g\tau) + z_c = d$ , d'où:

$$z(t) = \tau(v_i - g\tau) \left( 1 - e^{(-t/\tau)} \right) - g\tau t + d \quad \text{II-16}$$

Cette expression peut alors être réinjectée dans l'expression de  $v_x(t)$  pour  $z \in [0, h]$  :

$$\begin{cases} \frac{dv_x(t)}{dt} + \frac{1}{\tau} v_x(t) = \frac{1}{\tau} v_{sub} \left( 1 - \frac{\left( \tau(v_i - g\tau) \left( 1 - e^{(-t/\tau)} \right) - g\tau t + d \right)^2}{h^2} \right) \\ v_z(t) = (g\tau - v_i) e^{(-t/\tau)} - g\tau \end{cases} \quad \text{II-17}$$

Malheureusement, la résolution analytique de l'équation différentielle de  $v_x(t)$  n'est pas possible, et nécessite une résolution numérique que nous n'avons pas pu effectuer.

Nous pouvons tout de même faire quelques remarques vis-à-vis de cette expression :

- $v_z(t) < 0$ , car la vitesse est orientée dans le sens inverse de l'axe des  $z$
- Quand  $v_{sub} = 0$ ,  $v_x(t) = 0$  et l'expression de la vitesse de chute de la goutte revient à l'expression II-13 développée en régime stationnaire
- Plus  $v_{sub}$  augmente, plus la vitesse suivant l'axe  $x$  augmente et plus la goutte est déviée

Nous pouvons ainsi en déduire la vitesse  $\vec{v}$  :

$$v(t) = \sqrt{v_x^2 + v_z^2} \quad \text{II-18}$$

Quand  $z \in [0, d^-]$ ,  $v_x(t) = 0$  d'où  $v(t) = |v_z(t)| = (v_i - g\tau)e^{(-g\tau/v_i)} + g\tau \quad \text{II-19}$

○ Observations

Pour illustrer, la déviation des gouttes par le déplacement du substrat, nous avons observé la trajectoire de gouttes d'huile DC704 d'environ 6pl à différentes vitesses en déplaçant une plaque de verre de 5x5cm (LxL) sous la tête d'impression à une vitesse de 10 mm/s ( $v_{sub}$ ). Le nombre de Reynolds correspondant ( $Re = \rho_{air}Lv_{sub}/\eta_{air}$ ) vaut 28000, nous sommes donc en régime turbulent et nous pouvons alors estimer le profil de vitesse de la couche limite sur la figure 54 et sa hauteur par :

$$h \approx \frac{L}{\sqrt{Re}} = 290 \mu m \quad \text{II-20}$$

La figure 54, obtenue par superposition d'une série d'images de la chute de deux gouttes d'huile d'allures différentes, illustre la trajectoire des deux gouttes au cours du temps.

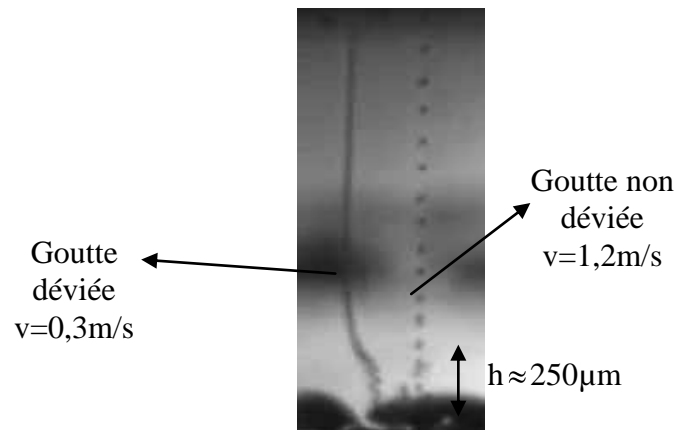


Figure 54 -Trajectoire de 2 gouttes éjectées à différentes vitesses

La goutte de droite tombe plus vite que celle de gauche et n'est pas déviée, tandis que celle de gauche est plus rapidement ralentie au cours de sa chute jusqu'à être déviée en arrivant près du substrat. La hauteur de la couche limite est ici estimée à 250µm.

Cet exemple démontre que tant que la vitesse de chute de la goutte est prépondérante sur la vitesse du substrat, celle-ci ne sera pas déviée. Or comme nous l'avons vu

précédemment, les petites gouttes telles que les satellites ont tendance à décélérer très rapidement en raison de leur très grande exposition aux frottements de l'air. Elles auront donc facilement tendance à être entraînées par le déplacement du substrat, ce qui provoque d'importantes erreurs de placement des gouttes et détériore la qualité des impressions.

La figure 55 illustre la manière dont la présence de satellites lors de l'éjection des gouttes altère la qualité des impressions réalisées sur substrat:

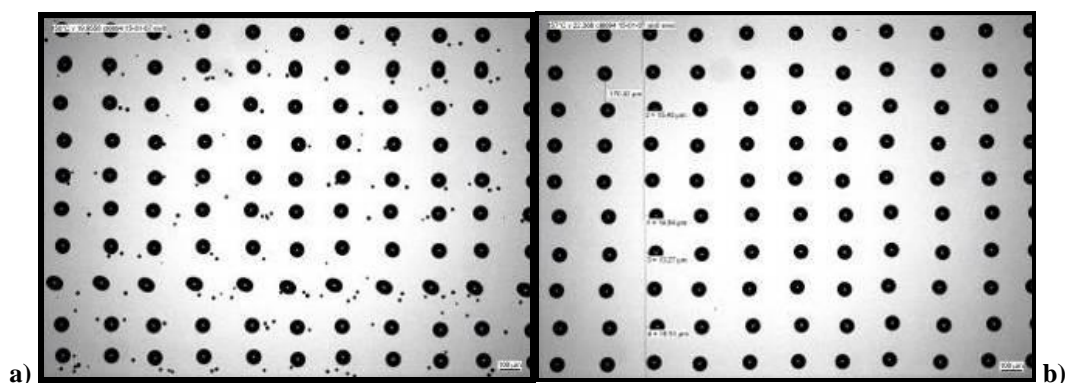


Figure 55 - Observation au microscope optique (x5) d'un dépôt à 150dpi réalisé avec une tête XAAR318

a) Dépôt de mauvaise qualité (présence de satellites)

b) Dépôt de bonne qualité (sans satellites)

### 3.3 - Conclusion

Les travaux présentés ci-dessus démontrent que pour maîtriser la qualité des impressions, il est indispensable de contrôler la vitesse et le volume des gouttes lors de leur éjection.

Un compromis est nécessaire entre fournir aux gouttes une énergie cinétique assez faible pour ne pas favoriser la formation de satellites et une énergie cinétique assez grande pour limiter la décélération des gouttes lors de la chute.

L'énergie cinétique limite pour ne pas former de satellite dépend des propriétés rhéologiques (tension de surface, viscosité...) et de la taille des gouttes. Il est donc nécessaire d'étudier la formation des gouttes pour chaque nouveau produit et déterminer ainsi la vitesse optimale à utiliser pour chaque taille de goutte.

Par ailleurs, il est préférable de rapprocher le substrat et la tête d'impression au maximum pour limiter le temps de vol des gouttes et ainsi minimiser la décélération et la déviation, notamment des plus petites gouttes.

### **III - Etude de l'influence des paramètres d'impression sur les propriétés des gouttes éjectées**

Le remplissage de structures tridimensionnelles par procédé jet d'encre nécessite une grande maîtrise des propriétés des gouttes éjectées, principalement leur volume et leur vitesse. Ces deux propriétés dépendent de la rhéologie du produit (viscosité, densité, tension de surface) et de l'impulsion électrique (amplitude, durée, fréquence). Nous avons donc étudié l'influence des différents paramètres d'impression sur les propriétés caractéristiques des gouttes formées.

#### **1 - Etude expérimentale de l'influence des paramètres d'impression**

Pour contrôler la qualité de remplissage de nos microstructures, il serait préférable de minimiser les variations de volumes des gouttes. Cependant la qualité optique de notre système de visualisation stroboscopique, ne nous permettant pas d'étudier correctement le volume de nos gouttes, nous nous sommes plus particulièrement intéressés à la stabilisation de la vitesse d'éjection des gouttes. Cependant, les tendances sur les variations de volume et de vitesse sont semblables, et la stabilisation de la vitesse entraîne une stabilisation du volume<sup>[16]</sup>.

L'étude expérimentale menée a donc consisté à étudier les variations de la vitesse d'éjection sous l'influence :

- de la valeur de la dépression,
- de la durée de l'impulsion électrique,
- de la fréquence (f) de l'impulsion électrique,
- de l'amplitude (U) de l'impulsion électrique,
- de la viscosité ( $\eta$ ) du produit (donc de la température d'utilisation de la tête).

La vitesse moyenne de chute des gouttes est mesurée en fonction de la valeur étudiée. Cette mesure est réalisée sur une zone de 500 $\mu$ m après la sortie des buses, pour limiter les phénomènes de décélération des gouttes. Nous rappelons qu'en mesure stroboscopique



chaque image représente la superposition de plusieurs centaines de gouttes, les mesures de vitesse moyenne réalisées tiennent donc compte de plusieurs centaines de gouttes.

Des études similaires ont été réalisées sur les deux types de têtes XAAR, donnant des résultats semblables. Cependant le nombre de paramètres modifiables par l'utilisateur étant plus grand sur les têtes XAAR760, les travaux présentés ci-dessous se focalisent sur ce type de tête.

Les encres UV et les huiles utilisées dans le projet ont des comportements semblables lors de la formation des gouttes. J'ai donc choisi de présenter ici seulement les résultats obtenus avec l'huile DC704. Le cristal liquide E7 ayant un comportement particulier, son étude sera détaillée séparément par la suite. Enfin, les paramètres d'impression ont la même influence sur la vitesse et le volume des gouttes quel que soit le niveau de gris utilisé. Nous nous sommes donc focalisés sur les gouttes les plus petites de la tête XAAR760, c'est à dire des gouttes de volume théorique 8pl.

### 1.1 - Influence de la durée de l'impulsion

Nous avons testé l'influence de la durée globale de l'impulsion électrique appliquée au PZT sur la vitesse d'éjection des gouttes <sup>[14]</sup>. Ces tests ont été réalisés à deux températures d'utilisation différentes, en fixant les autres paramètres d'impression ( $f=2000\text{Hz}$ ,  $U=10\text{V}$ ).

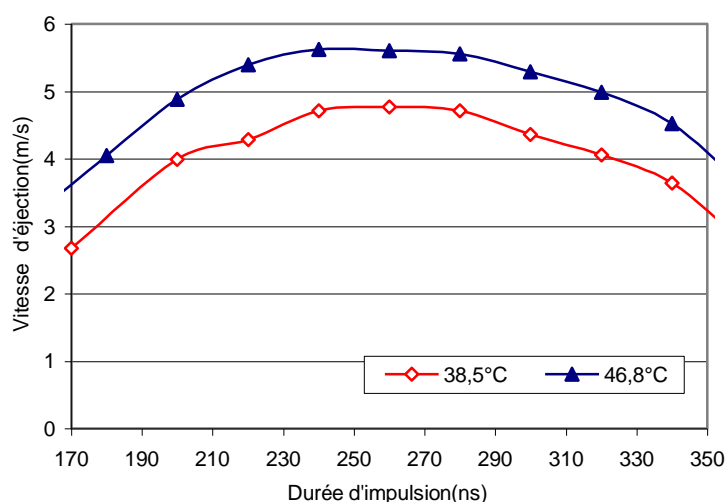


Figure 56 - Variation de la vitesse d'éjection de gouttes de 8pl en fonction de la durée de l'impulsion avec une tête XAAR760

La figure 56 indique qu'il existe une longueur d'impulsion optimale (ici  $d=260\text{ns}$ ) pour obtenir la vitesse d'éjection la plus grande possible. Cette valeur reste la même quelles que soient la température d'utilisation et l'amplitude de l'impulsion électrique. Ceci s'explique par le fait que l'énergie cinétique transmise à la goutte dépend de la propagation de l'onde acoustique à travers le canal rempli de liquide. Il est donc nécessaire d'ajuster le temps d'impulsion en fonction du temps de parcours nécessaire à l'onde acoustique pour expulser le liquide par l'orifice. Ce temps de propagation acoustique dépend notamment des propriétés rhéologiques du liquide éjecté et de la longueur de la buse.

## **1.2 - Stabilité de l'éjection en fréquence**

Nous avons voulu vérifier, la stabilité en fréquence de l'éjection des gouttes. En effet, certaines études <sup>[14]</sup> ont montré que des variations de fréquence peuvent entraîner des variations de vitesse et de volume. Comme nous l'avons vu précédemment pour les variations de volume, les céramiques en PZT ont tendance à libérer de la chaleur lors des impressions à hautes fréquences. Ceci a donc pour conséquence d'abaisser la viscosité du liquide et donc de faire varier la vitesse et le volume des gouttes éjectées.

## **1.3 - Influence du vide**

Un mauvais contrôle du vide au niveau de l'orifice des buses peut altérer la qualité de l'éjection <sup>[15]</sup>, mais est facilement détectable. Si le vide est trop important, la pression négative à l'intérieur du canal aura tendance à aspirer des bulles d'air et gêner l'éjection du liquide, tandis qu'un vide trop faible aura pour conséquence de ne pas maintenir le liquide dans le canal et ainsi de former une flaque en sortie de buse.

Le niveau de vide optimal dépend de la tension de surface permettant de maintenir le ménisque de liquide en place, de la densité du liquide et de la hauteur de liquide dans la seringue. Il est donc nécessaire de maintenir une hauteur de liquide constante dans la seringue ou de modifier le fonctionnement de la pompe à vide au fur et à mesure que la seringue se vide pour maintenir une dépression constante.

Une fois les valeurs optimales de vide et de durée d'impulsion fixées pour un produit donné, nous nous sommes intéressés aux deux paramètres les plus caractéristiques de l'impression jet d'encre : la tension appliquée au PZT et la viscosité du produit.

### 1.4 - Influence de la tension appliquée au PZT

Pour cette étude, nous avons fixé la fréquence d'éjection à 1000Hz et nous avons fait des séries de mesures à différentes températures, en faisant varier l'amplitude U de l'impulsion électrique.

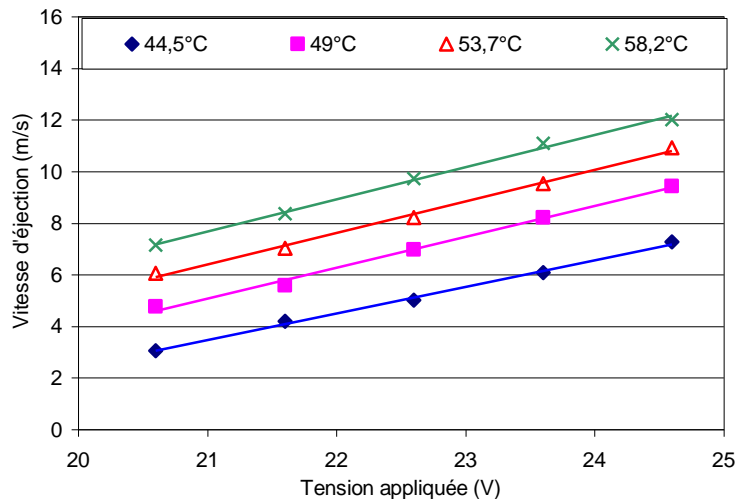


Figure 57 - Variation de la vitesse d'éjection en fonction de la tension appliquée au PZT

Les résultats expérimentaux obtenus (figure 58) mettent en évidence le variation linéaire de la vitesse, proportionnelle à la valeur de la tension U appliquée au PZT :

$$v = C_1 \times U + C_1' \quad \text{III-1}$$

Avec  $C_1$  constante (la pente des courbes est constante quelle que soit la température) et  $C_1'$  variable fonction de la température d'éjection.

Pour l'huile, la valeur moyenne de  $C_1$  est égale à  $1,18 \text{ m.s}^{-1} \cdot \text{V}^{-1}$  (Ecart type =  $0,09 \text{ m.s}^{-1} \cdot \text{V}^{-1}$ ), d'où :

$$v = 1,18 \times U + C_1' \quad \text{III-2}$$

En effet, lorsqu'on augmente la tension appliquée aux murs du PZT, leurs mouvements induits sont amplifiés, l'amplitude de l'onde acoustique aussi et l'énergie cinétique fournie aux gouttes est plus importante. Par ailleurs, certaines études <sup>[16]</sup> démontrent que la tension appliquée induit une variation similaire sur le volume des gouttes éjectées.

### 1.5 - Influence de la température

De la même manière, nous avons observé l'influence de la température d'utilisation de la tête sur la vitesse d'éjection des gouttes.

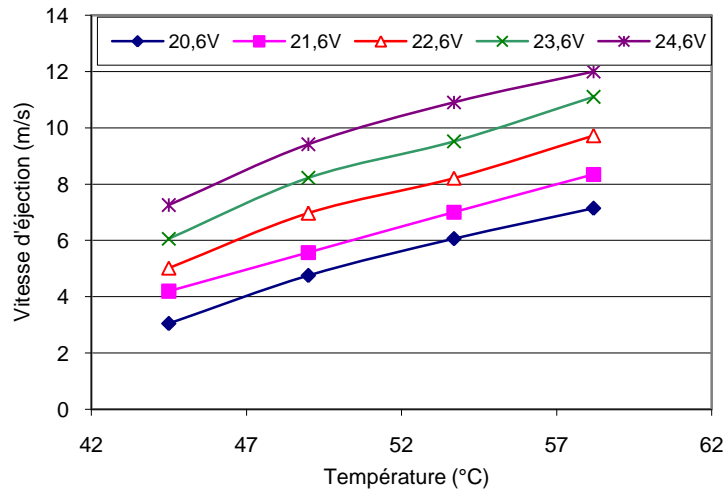


Figure 58 - Variation de la vitesse d'éjection en fonction de la température d'utilisation de la tête

La figure 59 indique que la vitesse d'éjection des gouttes augmente avec la température du fluide. Par ailleurs, la relation de dépendance en température de la viscosité suit une loi de type Arrhenius :

$$\eta = \eta_0 e^{\frac{E}{kT}} \quad \text{III-3}$$

Où  $\eta_0$  est une constante, T est la température exprimée en Kelvins, E est une énergie d'activation et k est la constante de BOLTZMAN.

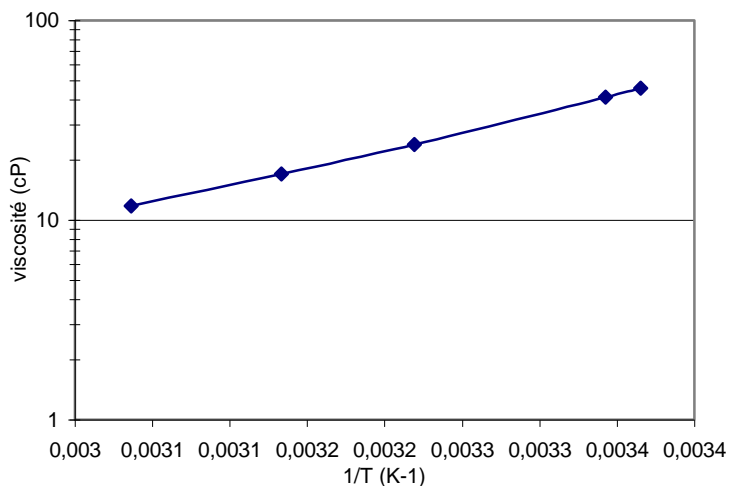
Cette relation a été vérifiée pour l'huile DC704 grâce à un viscosimètre Brookfield à cône plan (Figure 60) et l'équation ainsi obtenue est :

$$\eta = 4.10^{-5} e^{\frac{4150}{\theta+273,15}} \quad \text{III-4}$$

Où  $\theta$  est la température en degrés Celsius.

De plus, les mesures à différents taux de cisaillement ont montré que la viscosité restait constante et donc que ces liquides sont des liquides Newtoniens sur la plage de taux de cisaillement observée (de 0 à  $250s^{-1}$ ). Il est utile de remarquer que le taux de cisaillement subi par le liquide lors de l'éjection peut atteindre  $10^5-10^6 s^{-1}$ . Il n'est donc pas

garanti que les liquides utilisés soient Newtoniens pour des valeurs de taux de cisaillement aussi élevées. Malheureusement, aucun rhéomètre disponible actuellement ne nous permet de faire les mesures de viscosité dans les conditions réelles du procédé jet d'encre.



**Figure 59 - Variation de la viscosité de l'huile DC704 en fonction de la température**

En utilisant l'équation III-4, on peut tracer la variation de la vitesse d'éjection des gouttes en fonction de la viscosité ( $\eta$ ). La figure 61 montre que la vitesse d'éjection est linéairement proportionnelle à la viscosité du liquide :

$$v = C_2 \times \eta + C_2' \quad \text{III-5}$$

Avec  $C_2$  une constante (la pente des courbes est constante quelle que soit la tension appliquée) et  $C_2'$  variable fonction de la l'amplitude (U) de l'impulsion.

En effet, puisque la montée en température fait baisser la viscosité, les forces de frottements sont moins importantes lors du passage du liquide à travers l'orifice et la pression de l'onde acoustique nécessaire à l'éjection de la goutte est moins grande.

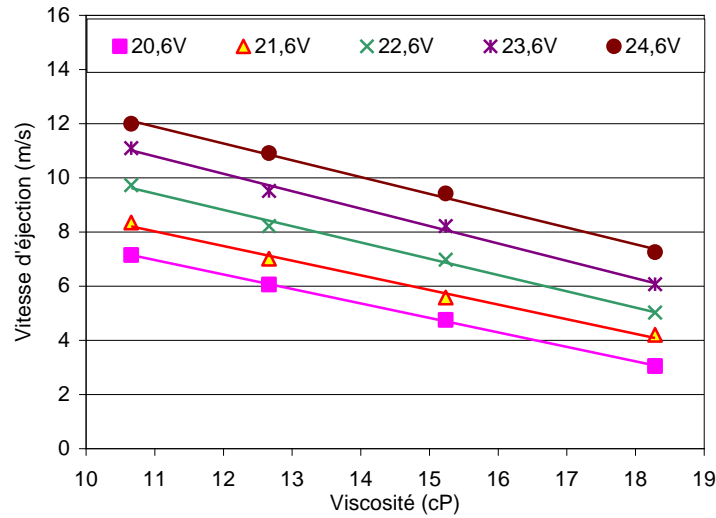


Figure 60 - Variation de la vitesse d'éjection en fonction de la viscosité

Ainsi, d'après l'expression III-5, pour l'huile DC 704, la valeur moyenne de  $C_2$  vaut -0,6 (Ecart type=0,04 m.s<sup>-1</sup>.cP<sup>-1</sup>) :

$$v = -0,6 \times \eta + C_2 = -2,4 \cdot 10^{-5} e^{\frac{4150}{(\theta+273,15)}} + C_2 \quad \text{III-6}$$

De la même manière, l'étude de BEURER [16] illustre une variation similaire du volume des gouttes en fonction de la viscosité.

### 1.6 - Expression de la vitesse en fonction de l'amplitude de l'impulsion électrique et de la viscosité

En combinant les équations III-1 et III-5, nous obtenons l'équation globale suivante, exprimant la vitesse d'éjection des gouttes en fonction des deux paramètres d'impression que sont la tension appliquée et la viscosité :

$$v = C_1 \times U + C_2 \times \eta + C_3 \quad \text{III-7}$$

Avec  $C_3$  une constante indépendante de la tension appliquée et de la viscosité.

Dans le cas de l'huile DC704, nous obtenons le résultat suivant :

$$v = 1,18 U - 0,6 \eta - 10,5 \quad (2,6\% \text{ d'erreur relative}) \quad \text{III-8}$$

Et d'après l'équation III-3, cette équation peut aussi s'écrire :

$$v = C_1 \times U + C_2 \times \eta_0 e^{\frac{E}{kT}} + C_3 \quad \text{III-9}$$

Nous obtenons alors dans notre cas :

$$v = 1,18 U - 2,4 \cdot 10^{-5} e^{\frac{4150}{(\theta+273,15)}} - 10,5 \quad (2\% \text{ d'erreur relative}) \quad \text{III-10}$$

Par ailleurs, les mêmes études réalisées avec le même liquide sur une tête XAAR318 nous permettent d'obtenir l'équation globale suivante :

$$v = 0,9 U - 0,63 \eta - 8,8 \quad (6,4\% \text{ d'erreur relative}) \quad \text{III-11}$$

## **2 - Stabilisation de l'éjection par compensation de température**

### **2.1 - Etude réalisée**

Après avoir observé les défauts d'impressions liés à la vitesse et au volume des gouttes et étudié comment faire varier ces deux caractéristiques en fonction des paramètres d'impression, nous avons travaillé sur une méthode permettant de stabiliser la vitesse et par la même occasion le volume. Cette méthode consiste à compenser les fluctuations de viscosité, dues aux variations de température, par un réajustement instantané de la tension appliquée. En effet, lors de l'impression à hautes fréquences, les têtes multibuses XAAR ont tendance à chauffer, ce qui provoque une variation de la température du liquide dans le réservoir interne de la tête d'impression <sup>[1]</sup>. La source principale de production de chaleur est l'échauffement des puces électroniques et des actionneurs piézoélectriques. La circulation continue d'eau thermostatée au niveau du réservoir permet de limiter l'échauffement, mais ceci est en général insuffisant, notamment pour stabiliser la température de têtes fonctionnant à haute cadence lors de production.

Pour cela, nous sommes repartis de l'équation globale de variation de vitesse III-7 :

$$v = C_1 \times U + C_2 \times \eta + C_3$$

Et nous avons choisi de fixer la vitesse d'éjection que nous souhaitons obtenir à une certaine valeur  $v_0$ . Connaissant  $C_1$ ,  $C_2$ ,  $C_3$  et  $v_0$ , nous pouvons exprimer l'amplitude (U) en fonction de la viscosité ( $\eta$ ) :

$$U = -\frac{C_2}{C_1} \eta + \frac{v_0 - C_3}{C_1} \quad \text{III-12}$$

Enfin d'après, l'équation III-3, nous obtenons l'équation de compensation de température suivante :

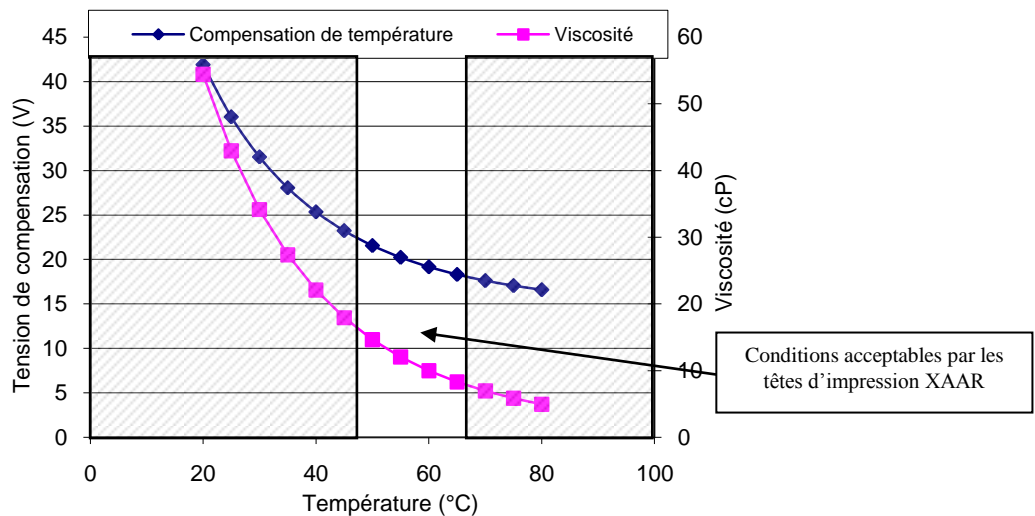
$$U = -\frac{C_2}{C_1} \eta_0 e^{\frac{E}{kT}} + \frac{v_0 - C_3}{C_1} \quad \text{III-13}$$

Cette équation, reliant tension appliquée et température du liquide éjecté, permet un réajustement constant de l'amplitude par lecture instantanée de la température du liquide dans la tête d'impression et donc une stabilisation des caractéristiques des gouttes.

Pour l'huile DC704 utilisée dans notre étude, nous avons choisi une vitesse d'éjection de 6m/s, et nous trouvons ainsi l'équation suivante :

$$U = 2.10^{-5} e^{\frac{4150}{\theta+273,15}} + 14 \quad \text{III-14}$$

La figure 62 présente l'allure de cette courbe par rapport à l'allure de la variation de la viscosité du liquide en fonction de la température.



**Figure 61 - Variation de la tension de compensation et de la viscosité en fonction de la température du liquide**

Ainsi, pour améliorer la qualité des dépôts réalisés en stabilisant la vitesse et le volume des gouttes, il est possible de compenser les variations éventuelles de température, dues aux impressions à hautes fréquences, en ajustant la tension appliquée. Par ailleurs, ZAPKA<sup>[17]</sup> a étudié une méthode différente pour compenser les variations de température dans la tête d'impression, qui consiste à introduire dans la tête des actionneurs thermiques hybrides constitués de matériaux à forte conductivité thermique. Ces actionneurs permettent



d'ajuster en direct la température interne de la tête et ainsi d'améliorer l'homogénéité des impressions.

## 2.2 - Comparaison avec l'outil de XAAR

XAAR a développé un outil de compensation de température semblable pour optimiser l'éjection des gouttes des têtes XAAR760 (cet outil n'est pas disponible sur les têtes XAAR318). Cependant la tension de compensation est calculée avec une méthode légèrement différente. La tension appliquée par XAAR a ici la forme suivante :

$$U = U_0 e^{\lambda\theta} + U_1 \quad \text{III-15}$$

Avec  $U_0, U_1$  et  $\lambda$  trois constantes qui dépendent du liquide éjecté et  $\theta$  la température en degré Celsius.

A l'exception de la partie exponentielle, cette relation ressemble fortement à l'équation III-13 déterminée précédemment. Or si l'on exprime la viscosité du liquide par :

$$\eta = \eta_0' e^{\lambda\theta} \quad \text{III-16}$$

Nous obtenons la variation présentée sur la figure 63 comparée à l'équation classique III-3 de variation de viscosité en fonction de la température.

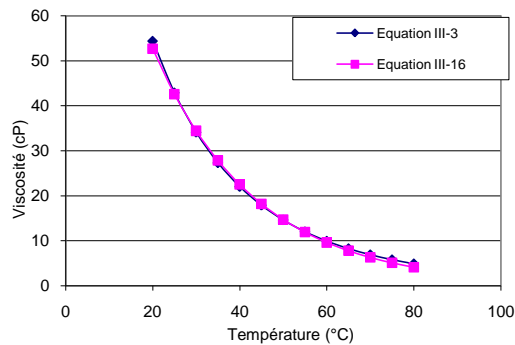


Figure 62 - Comparaison des équations III-3 et III-16

Nous pouvons voir que pour la gamme de température utilisée en jet d'encre, les deux équations sont équivalentes.

En réalité XAAR ne communique pas sur la manière dont il faut utiliser leur outil de compensation. La méthode pour obtenir les paramètres d'utilisation n'est pas expliquée et le but de cette équation n'est pas exprimé clairement dans leurs documents. L'objectif de XAAR est que leurs clients aient besoin de leur soutien pour toute utilisation de nouveaux produits dans les têtes XAAR760. Il propose donc à leurs clients de fournir un petit échantillon de liquide, afin que leur équipe calcule ces paramètres pour optimiser l'éjection. Etant donné l'aspect confidentiel de notre projet, cette option n'est pas envisageable, ce qui nous a poussé à faire l'étude présentée ci-dessus.

En utilisant la méthode de XAAR, nous obtenons l'équation de compensation de température suivante pour l'huile DC704 :

$$U = 60 e^{-0,0425\theta} + 13 \quad \text{III-17}$$

La figure 64 compare les relations de compensation de température obtenues par notre méthode et par la méthode XAAR :

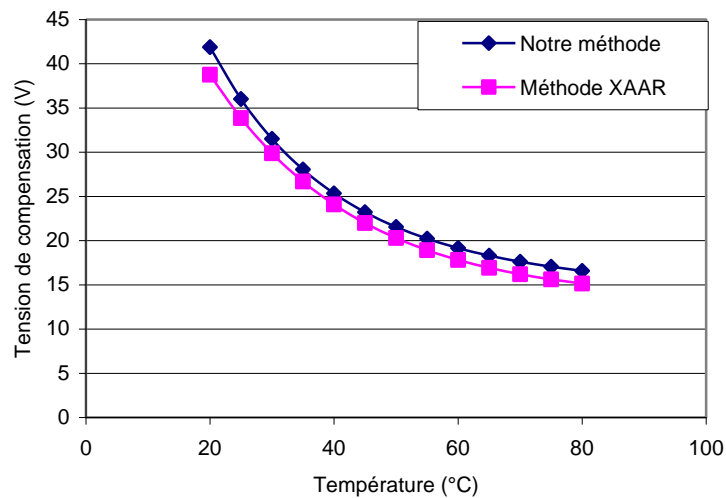


Figure 63 - Comparaison des équations de compensation de température ESSILOR et XAAR

La tension de compensation obtenue avec notre méthode est légèrement plus élevée, mais globalement les variations sont les mêmes.

### 2.3 - Validation de la stabilisation de la vitesse

Les variations de température, dues notamment à l'échauffement de la céramique piézoélectrique et du circuit, sont maintenant compensées par un ajustement de la tension appliquée. Pour valider la stabilisation de l'éjection, nous avons mesuré les vitesses de chute

des gouttes, sans compensation de température, et avec les deux méthodes développées ci-dessus pour une température variant de 45 à 60°C.

La tête XAAR760 dispose de capteurs de température au niveau du réservoir interne de liquide. Il est donc possible de connaître la température d'impression à l'instant t. Ne disposant pas de système pouvant modifier la tension appliquée en fonction de la température de manière automatique, nous avons fait varier la température avec le bain thermostaté pour simuler une fluctuation de température et appliquée la tension de compensation correspondant à la température mesurée.

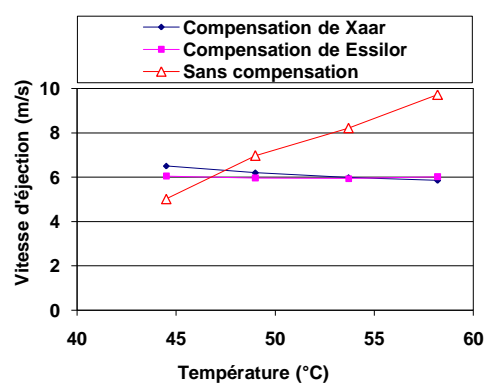


Figure 64 - Comparaison des variations de vitesse d'éjection avec et sans compensation de température  
(Vitesse visée : 6m/s)

La figure 65, illustre l'augmentation rapide de la vitesse sans compensation de température, tandis qu'avec compensation, la vitesse est stabilisée quelle que soit la température. La meilleure stabilisation est obtenue avec la méthode développée lors de nos travaux. Cette méthode permet donc d'avoir une vitesse stable pour une variation de 15°C, tandis que sans compensation, la vitesse augmente de 5m/s.

Nous pouvons en déduire que l'étude des variations de la vitesse d'éjection en fonction des paramètres d'impression permet de déterminer une relation de compensation de température. L'éjection des gouttes est alors stabilisée, quelles que soient la fréquence d'impression et la température de la tête, autour d'une vitesse qui a été choisie pour éviter la

création de satellites et la déviation des gouttes par les fluctuations d'air dues au déplacement du substrat.

Cette étude expérimentale est donc indispensable, pour chaque nouveau liquide, afin d'obtenir des impressions de qualité, c'est-à-dire un remplissage précis et homogène de nos films microstructurés.

## **IV - Etude de l'éjection de cristaux liquides par procédé jet d'encre**

### **1 - Intérêts du E7**

Cette étude porte sur le cristal liquide E7. Cette molécule a été choisie car sa viscosité est compatible avec l'utilisation des têtes jet d'encre étudiées et elle présente une température de clarification de  $T_{NI} = 60^{\circ}\text{C}$ , correspondant à la transition de la phase nématique (anisotrope) vers la phase liquide (isotrope), dans la gamme de température d'utilisation des têtes XAAR. Nous avons donc pu observer les différences de comportement rhéologique du E7 dans sa phase nématique et dans sa phase isotrope.

Nous nous sommes aussi intéressés au cristal liquide 4-n-pentyl-4'-cyanobiphenyl (5CB présenté figure 35) qui représente 51% de la composition du E7. Cette molécule présente une température de clarification de  $35,5^{\circ}\text{C}$ .

### **2 - Propriétés physico-chimiques du cristal liquide E7**

Dans un premier temps, nous avons étudié le comportement rhéologique du cristal liquide E7. Nous nous sommes donc intéressés à la variation de la viscosité en fonction de la température, notamment aux alentours de la température de clarification, et à la variation de la viscosité en présence d'un champ électrique perpendiculaire au cisaillement des molécules du cristal liquide.

#### **2.1 - Influence de la température sur la viscosité**

Les viscosités du E7 et du 5CB ont été mesurées sur un viscosimètre cône/plan Brookfield, à différentes températures et différents taux de cisaillement, en l'absence de champ électrique.

Le 5CB et le E7 ont respectivement une transition de la phase nématique vers la phase isotrope à 35,5°C et à 60°C (température de clarification). Sur la figure 66, ces transitions sont repérables par la présence d'une discontinuité de la viscosité. A la transition le cristal liquide passe soudainement d'une phase orientée à une phase désordonnée, les interactions entre molécules changent, ce qui explique cette discontinuité.

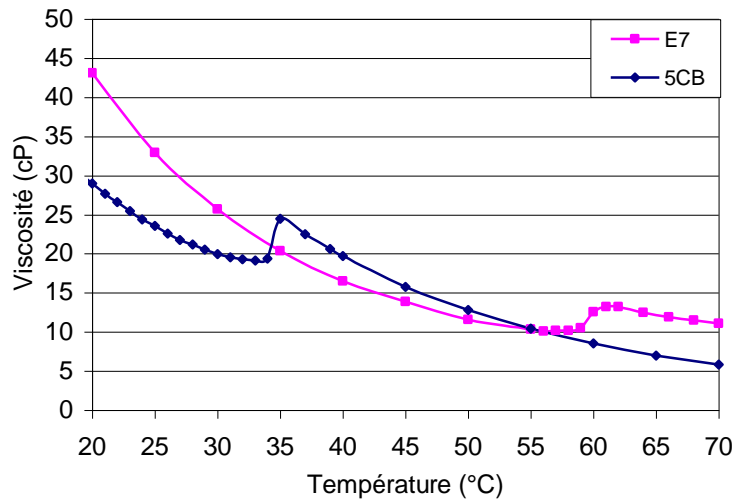


Figure 65 - Dépendance en température de la viscosité du E7 et du 5CB

Loin de la transition de phase, le E7 et le 5CB se comportent comme des liquides classiques avec une diminution de la viscosité en fonction de la température suivant la loi III-3.

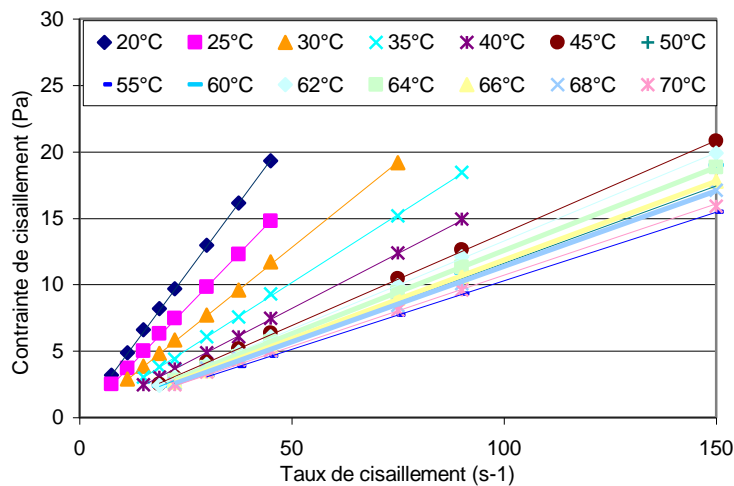


Figure 66 -Variation de la contraite de cisaillement du E7 en fonction du taux de cisaillement à différentes températures

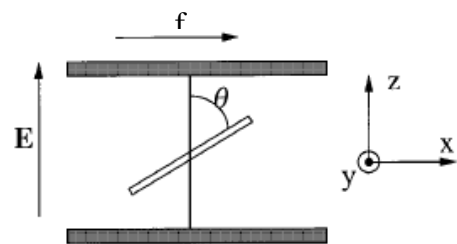
Nous avons aussi pu constater (Figure 67), qu'en absence de champ électrique, la viscosité de ces cristaux liquides reste constante sur la plage de taux de cisaillement testés (jusqu'à  $10^3 \text{s}^{-1}$ ). Avant et après la transition, le fluide est donc dans une phase homogène et a un comportement Newtonien.

## 2.2 - Influence du champ électrique

Pour cette partie, nous nous sommes appuyés sur les travaux réalisés par l'équipe de Negita et al <sup>[18]</sup> analysant l'effet du champ électrique sur la viscosité du 5CB. Le 5CB a un dipôle permanent le long de l'axe de la molécule et a donc une anisotropie diélectrique positive. A l'instar du E7, l'application d'un champ électrique sur une solution de 5CB oriente les molécules parallèlement au champ.

Des mesures de viscosité du 5CB sous champ électrique ont été réalisées avec un viscosimètre bicylindre, modifié par NEGITA. Cette étude démontre, qu'en phase anisotrope, la présence d'un champ électrique, perpendiculaire (Figure 68) au déplacement du 5CB, modifie son comportement rhéologique et notamment sa viscosité. Cet effet est appelé effet électro-rhéologique.

Figure 67 - Schéma représentant les coordonnées de la direction de la molécule de 5CB, de la direction du flux (f) et du champ électrique E <sup>[18]</sup>



La pente des courbes de la figure 69 représente la viscosité du cristal liquide. On voit que pour un taux de cisaillement donné, la viscosité de la phase nématique augmente sous l'effet du champ électrique.

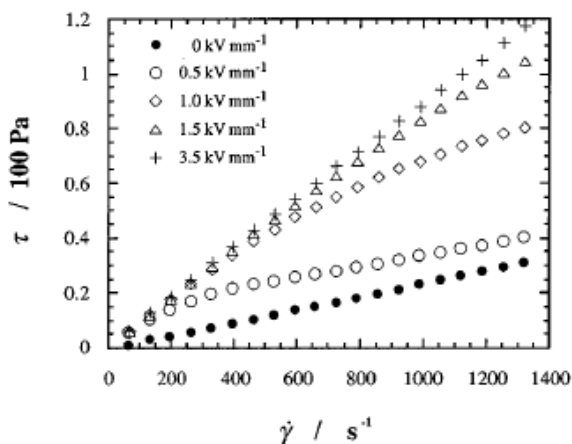


Figure 68 - Variation de la force de cisaillement ( $\tau$ ) de la phase nématique (Température =27°C) du 5CB en fonction du taux de cisaillement ( $\dot{\gamma}$ ) et du champ électrique appliqué <sup>[18]</sup>

L'explication suivante peut être donnée : en présence d'un champ électrique les molécules s'orientent préférentiellement avec le champ électrique qui est perpendiculaire au flux, alors qu'en l'absence de champ, elles s'orientent dans la direction du flux. La présence du champ va donc s'opposer au mouvement du fluide et augmenter sa viscosité.

Le comportement Newtonien du 5CB en absence de champ électrique est ici vérifié. Il devient non Newtonien en présence d'un champ électrique. C'est-à-dire que pour une valeur de champ électrique donnée, lorsque le taux de cisaillement augmente, la viscosité diminue. Ceci est dû à l'interaction entre l'orientation des molécules parallèlement au champ électrique, et l'orientation dans le sens du flux due au taux de cisaillement. Ces deux phénomènes se contrent et nous avons donc un comportement non Newtonien.

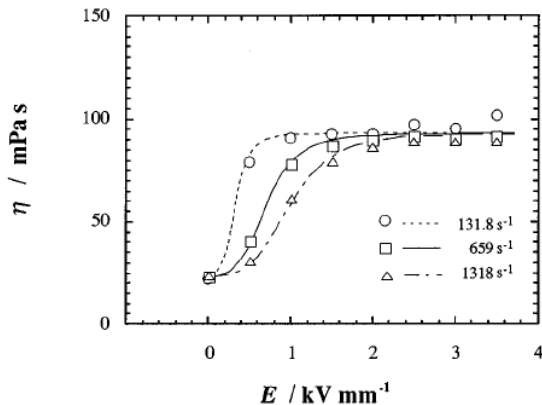
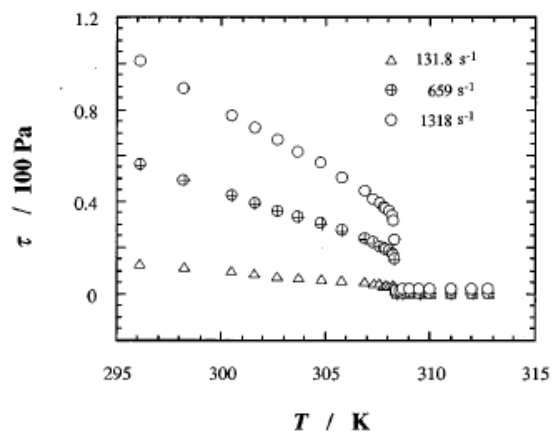


Figure 69 - Variation de la viscosité du 5CB en fonction de l'amplitude du champ électrique pour différents taux de cisaillement à 27°C<sup>[18]</sup>

Sur la figure 70, on voit que l'augmentation de la viscosité saturé à partir d'une certaine amplitude du champ électrique (environ 2,5kV/mm). A partir de cette valeur, les molécules sont totalement alignées avec le champ, quelle que soit la valeur du taux de cisaillement. La force de cisaillement appliquée sur le liquide atteint un plateau et le liquide retrouve alors un comportement Newtonien.

Figure 70 - Variation de la force de cisaillement à laquelle est soumis le 5CB en fonction de la température quand le taux de cisaillement varie et sous l'effet du champ électrique<sup>[18]</sup>



Par ailleurs, le champ électrique n'a d'effet qu'en phase nématique et diminue avec la température jusqu'à disparaître à la température de clarification (Figure 71). En effet, le

paramètre d'ordre de la phase nématique dépend de la température. Plus celle-ci augmente, plus les molécules du 5CB perdent leur orientation, et moins le champ électrique a d'influence sur la viscosité.

Ainsi le champ électrique a une forte influence sur le comportement rhéologique du 5CB. Or puisque le E7 contient une forte proportion de ce produit (51%), nous pouvons supposer que le E7 a un comportement similaire.

Nous nous sommes intéressés à l'effet électro-rhéologique sur les molécules de E7 car, dans les têtes XAAR, le liquide est en contact direct avec les électrodes d'activation des murs piézoélectriques, notamment dans la tête XAAR318 où aucune protection ne couvre ces électrodes. Le liquide contenu dans les canaux est alors susceptible d'être soumis à un champ électrique perpendiculaire à la longueur du canal donc au mouvement du liquide éjecté. Nous nous retrouvons alors dans le cas où le champ électrique augmente la viscosité du cristal liquide.

Nous avons voulu vérifier si l'effet électro-rhéologique, décrit par NEGITA, est susceptible de perturber l'éjection du cristal liquide lorsqu'il est dans sa phase nématique.

### **3 - Etude de la variation de vitesse d'éjection du E7**

Pour pouvoir être utilisé dans une tête XAAR, le 5CB doit être chauffé au minimum à 45°C et atteindre une viscosité inférieure à 15cP. Or à cette température le 5CB est en phase isotrope et ne présente donc plus d'intérêt pour l'observation d'un effet électro-rhéologique potentiel. Le E7 est utilisable à partir de 42°C, c'est-à-dire que les observations peuvent être faites dans sa phase nématique puis dans sa phase isotrope.

Intéressons-nous maintenant à la variation de la vitesse d'éjection des gouttes de E7 en fonction des paramètres d'impression.

#### **3.1 - Influence de la tension appliquée au PZT**

Cette étude a été réalisée avec le montage stroboscopique, avec une tête XAAR318, sur des gouttes de niveau 2 (volume théorique d'environ 6pl), en fixant la valeur de la dépression, et avec une fréquence d'impression de 2000Hz.



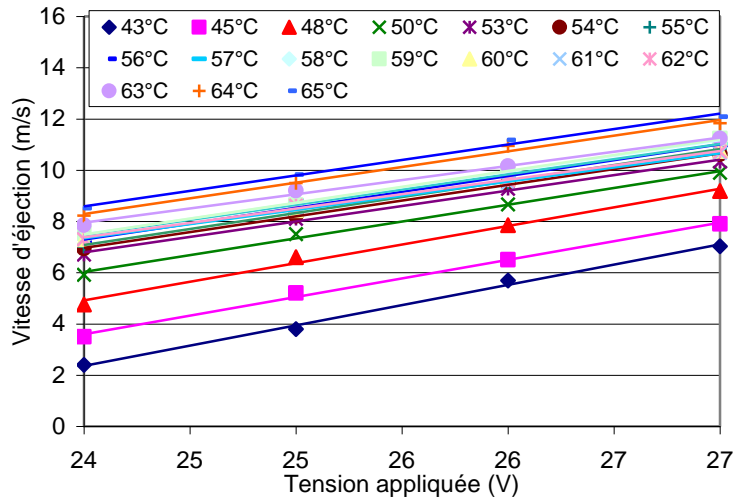


Figure 71 - Variation de la vitesse d'éjection du E7 en fonction de la tension appliquée au PZT

La figure 72 montre que la vitesse d'éjection du E7 a la même dépendance qu'un liquide classique, et augmente linéairement avec la tension appliquée au PZT quelle que soit sa phase. On note cependant que la pente des courbes semble varier légèrement entre les basses et les hautes températures. Par ailleurs, autour de  $T_{NI}$ , les courbes sont plus rapprochées ce qui semblerait être une conséquence de la discontinuité de la viscosité.

### 3.2 - Influence de température

L'influence de la température sur la vitesse d'éjection des gouttes de E7 a ensuite été observée (figure 73).

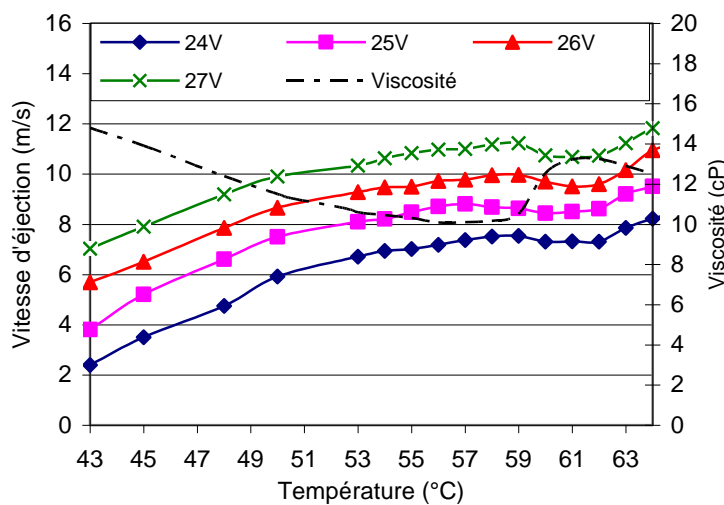


Figure 72 - Variation de la viscosité et de la vitesse d'éjection du E7 en fonction de la température

La vitesse des gouttes augmente avec la température. La discontinuité, au passage de la phase nématique vers la phase isotrope, observée lors des mesures de viscosité en fonction de la température est marquée, ici, par une diminution locale de la vitesse d'éjection mesurée.

Sur la figure 73, nous pouvons remarquer que pour une même viscosité en phase nématique, lors de la transition ou en phase isotrope, que les vitesses d'éjection mesurées ne sont pas les mêmes et que la discontinuité correspondant aux vitesses mesurées n'est pas aussi importante que la discontinuité de la viscosité. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que l'application d'un fort taux de cisaillement sur la phase isotrope d'un cristal liquide près de  $T_{NI}$ , provoque l'apparition de zones nématiques au sein de la phase isotrope <sup>[19]</sup>. La présence de ces zones nématique lors de l'éjection, durant laquelle la goutte est soumise à un taux de cisaillement de l'ordre de  $10^5 s^{-1}$ , aurait alors pour conséquence de faire varier légèrement la viscosité du cristal liquide. La vitesse de la goutte éjectée serait alors modifiée. Cependant une modélisation plus approfondie du comportement rhéologique complexe des cristaux liquides serait nécessaire pour valider cette hypothèse.

### 3.3 - Discussion

D'après les observations précédentes, le E7 ne semble pas subir d'effet électrorhéologique particulier lors de son éjection <sup>[20]</sup>. En effet, la variation de la vitesse d'éjection des gouttes en fonction de la tension suit une loi linéaire de même type qu'un liquide classique insensible au champ électrique, quelle que soit la température d'utilisation.

Trois explications peuvent être données pour expliquer ce résultat:

- Soit les fréquences d'éjection sont trop élevées pour laisser le temps au cristal liquide de s'aligner avec le champ électrique résiduel. Les temps de réponse d'un cristal liquide soumis à un champ électrique pour changer d'orientation de phase sont de l'ordre de la milliseconde. Or nous avons réalisé cette étude pour des fréquences variant de 1 à 4 kHz, ce qui ne laisse que 0,25 à 1 ms au cristal liquide pour s'aligner avec le champ appliqué.

- Soit le taux de cisaillement, auquel est soumis le E7 dans le canal, contre l'effet du champ électrique. En effet, le taux de cisaillement atteint  $10^5 s^{-1}$  dans le canal, lors du processus d'éjection, tandis que le champ électrique ne dépasse pas 0,5kV/mm. NEGITA n'a testé l'effet électrorhéologique que jusqu'à  $1400 s^{-1}$ . Cependant, nous pouvons supposer qu'à

de telles valeurs de taux de cisaillement toutes les molécules sont alignées avec le flux quel que soit le champ électrique appliqué et qu'ainsi l'effet électro-rhéologique est nul.

- Soit le champ électrique réellement visible par le cristal liquide dans le canal n'est pas assez important pour imposer une orientation aux molécules de E7. En effet, la tension est appliquée aux électrodes à travers le mur et pas directement au travers du liquide. Nous pouvons supposer que le liquide est soumis à des champs électriques résiduels, mais encore une fois, la discrétion de XAAR sur le fonctionnement de ses têtes ne nous donne pas assez d'information pour répondre à cette question pour le moment.

Ainsi, nous avons démontré ici que l'effet électro-rhéologique ne perturbe pas la stabilité de l'éjection du E7. Cependant, pour avoir une impression de qualité, il est tout de même indispensable de ne pas choisir une température d'impression proche de la transition nématique/isotrope, pour ne pas avoir de variation brusque de la viscosité et des propriétés des gouttes formées.

### 3.4 - Stabilisation de l'éjection en température

Il est possible de stabiliser l'éjection par la méthode de la compensation de température en modélisant le comportement rhéologique du E7 par deux produits correspondant à la phase nématique et à la phase isotrope, dont la viscosité a la même dépendance en température (Figure 74).

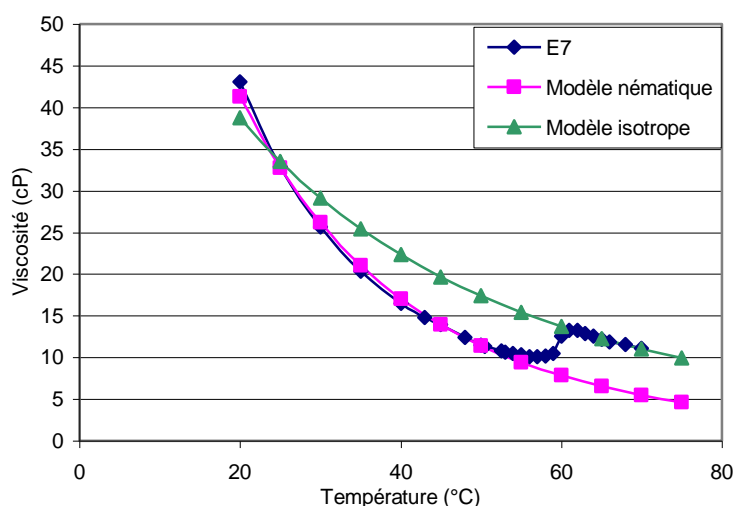


Figure 73 - Variation de la viscosité en fonction de la température du E7 et des deux modèles nématique et isotrope

Les deux lois correspondantes des deux modèles s'expriment alors suivant l'équation III-3 :

$$\eta = 4.10^{-5} e^{\frac{4060}{(\theta+273,15)}} \text{ pour le modèle nématique} \quad \text{IV-1}$$

$$\eta = 7.10^{-3} e^{\frac{2530}{(\theta+273,15)}} \text{ pour le modèle isotrope} \quad \text{IV-2}$$

En utilisant ces deux modèles, nous retrouvons bien une variation linéaire de la vitesse d'éjection en fonction de la viscosité de chaque phase (Figure 75).

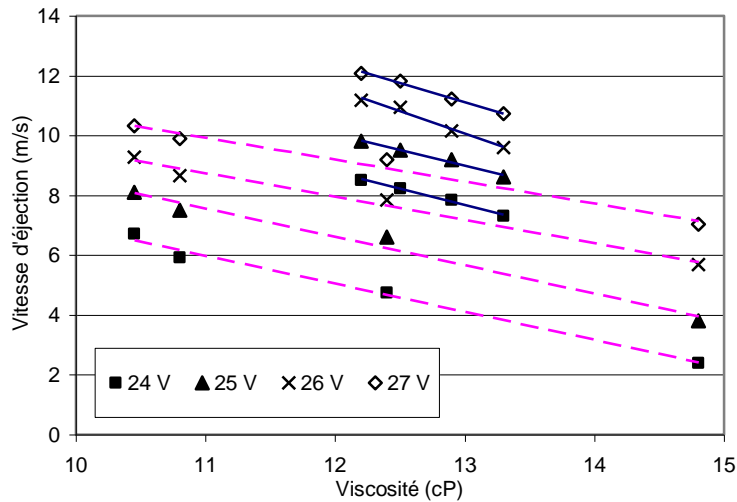


Figure 74 - Vitesse d'éjection en fonction de la viscosité du modèle nématique (.....) et du modèle isotrope (—)

Nous obtenons alors l'expression de la vitesse en fonction de la tension appliquée et de la viscosité de chaque modèle :

- Modèle nématique :

$$v = 1,4 U - 3,22.10^{-5} e^{\frac{4060}{(\theta+273,15)}} - 18,8 \quad (3,5\% \text{ d'erreur relative}) \quad \text{IV-3}$$

- Modèle isotrope :

$$v = 1,18 U - 8,3.10^{-3} e^{\frac{2530}{(T+273,15)}} - 5 \quad (1,1\% \text{ d'erreur relative}) \quad \text{IV-4}$$

Ainsi, si nous choisissons une vitesse d'éjection de 6m/s quelle que soit la phase, la relation de compensation de température pour chaque phase sera (Figure 76) :

- Modèle nématique :

$$U = 2,3 \cdot 10^{-5} e^{\frac{4060}{\theta+273,15}} + 17,7 \quad \text{IV-5}$$

- Modèle isotrope :

$$U = 7 \cdot 10^{-3} e^{\frac{2530}{\theta+273,15}} + 9,4 \quad \text{IV-6}$$

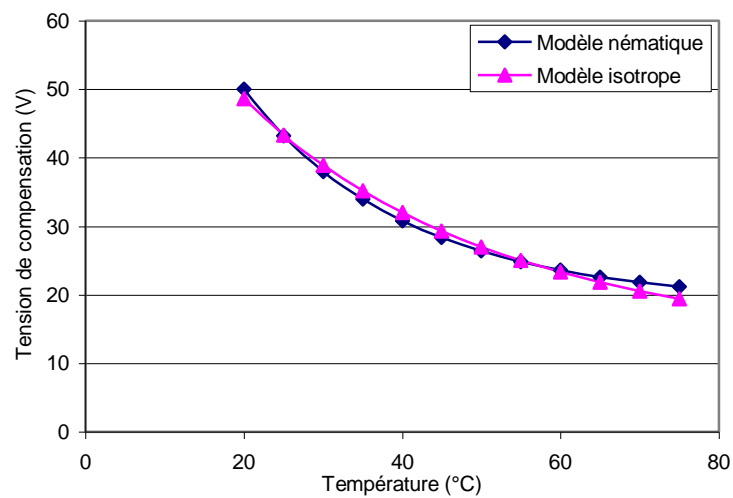


Figure 75 - Variation de la tension de compensation en fonction de la température du liquide

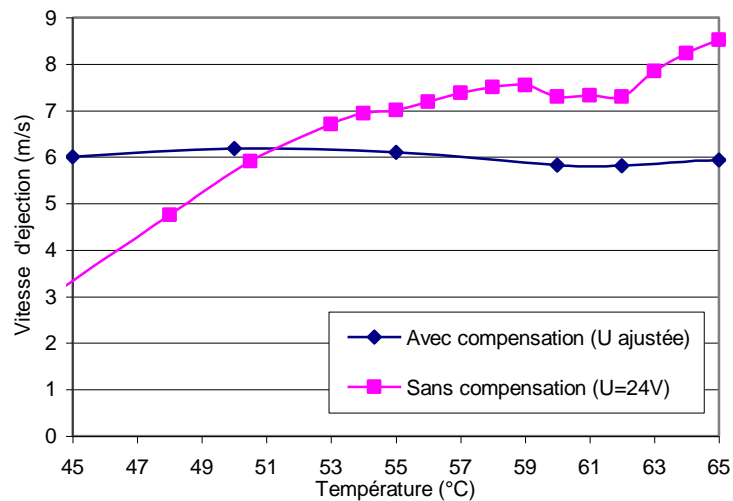


Figure 76 - Comparaison de la vitesse d'éjection des gouttes de E7 entre 45 et 65°C avec et sans compensation des variations de température

La figure 77 présente les vitesses d'éjection avec et sans compensation de température pour une variation de 45 à 65°C et une vitesse visée de 6m/s. Nous observons que la vitesse est bien stabilisée autour de la vitesse souhaitée quelle que soit l'état de phase du E7.

Nous pouvons en conclure, que malgré son comportement rhéologique complexe, il est possible d'obtenir une éjection stable du cristal liquide E7 dans une tête d'impression piézoélectrique de type XAAR.

## **V - Conclusion**

Ce chapitre se scinde en quatre parties. La première présente succinctement la machine d'impression jet d'encre utilisée lors de mes travaux. La seconde est consacrée aux défauts d'impression pouvant altérer la qualité des dépôts réalisés. La troisième propose une méthode pour stabiliser l'éjection des gouttes et éliminer ces défauts, par l'étude des paramètres d'impression. Enfin la dernière partie illustre l'étude de l'éjection des gouttes d'un cristal liquide (E7) ayant un comportement rhéologique particulier.

La présentation de la machine a permis d'identifier les différents blocs nécessaires à la conception d'une imprimante jet d'encre industrielle. Nous avons donc vu que deux parties étaient indispensables : le système d'impression avec ses têtes et le système de déplacement avec la table motorisée. Chacun de ces deux systèmes étant relié à un logiciel de gestion. Nous avons aussi détaillé la constitution et le fonctionnement des têtes d'impression XAAR318 et XAAR760, choisies dans le cadre de notre projet. L'accent a été particulièrement mis sur la compréhension du procédé de formation de la goutte par la déformation en cisaillement des murs piézoélectriques du canal sous l'effet d'une impulsion électrique.

La présentation des défauts d'impression couramment rencontrés dans le procédé jet d'encre a permis d'identifier les paramètres à maîtriser du procédé. Ainsi deux types de défauts ont été observés : une variation volumétrique des gouttes, et une mauvaise maîtrise de la vitesse d'éjection entraînant la formation de satellites ou la déviation des trajectoires des gouttes. Pour éliminer ces problèmes, il a été défini qu'il fallait compenser les variations de température dues à l'échauffement des PZT et déterminer la vitesse d'éjection qu'il faut utiliser pour chaque nouveau liquide.

Une étude de l'influence des paramètres d'impression sur les propriétés des gouttes (vitesse et volume) nous a ensuite permis de mieux comprendre comment stabiliser les impressions. Ainsi, nous avons démontré que la fréquence a peu d'influence sur la formation des gouttes et qu'il existe une durée d'impulsion et une valeur de dépression optimale pour chaque liquide. Par la suite, nous avons détaillé l'influence de la tension appliquée et de la viscosité du liquide sur la vitesse d'impression, afin de déterminer une loi de variation globale de la forme suivante :

$$v = C_1 U + C_2 \eta + C_3$$

Cette relation nous a permis de définir une loi de compensation de température permettant de stabiliser la vitesse d'impression et de la même manière le volume des gouttes, en ajustant de manière instantanée la valeur de la tension appliquée au PZT en fonction de la température du liquide:

$$U = -\frac{C_2}{C_1} \eta_0 e^{\frac{E}{kT}} + \frac{v_0 - C_3}{C_1}$$

Grâce à cette loi, nous avons pu obtenir une nette stabilisation de l'impression sur une gamme de température de plusieurs dizaines de degré Celsius.

Enfin, nous avons étudié, en détail, le comportement rhéologique du cristal liquide E7 lors de l'éjection par une tête d'impression XAAR318. La dépendance en température de la viscosité de ce matériau présente une discontinuité au niveau de sa température de clarification, lors du passage de la phase nématique à la phase isotrope. Cette discontinuité entraîne une augmentation brusque de sa viscosité qui a pour conséquence de faire varier localement la vitesse d'éjection des gouttes. Par ailleurs, nous avons démontré que l'effet électro-rhéologique dû à l'orientation des molécules de E7 parallèlement au champ électrique présent, n'avait pas d'influence sur la formation des gouttes. Ceci est probablement dû au fort taux de cisaillement, auquel sont soumises les molécules de E7 lors de l'éjection, qui annule l'effet du champ électrique. Puis, nous avons démontré que malgré la variation de vitesse aux alentours de la température de clarification, il est possible de stabiliser l'éjection des gouttes de E7 en utilisant une loi de compensation de même type que celle précédemment vue.

En regard de ces résultats, une méthode pour optimiser l'éjection des gouttes de chaque nouveau produit et améliorer la qualité des remplissages par jet d'encre de nos films microstructurés a été mise en place, applicable à tout liquide Newtonien.

- <sup>1</sup> BRUHNAL J., "Physics of Piezoelectric Shear Mode Inkjet Actuators", Thèse de doctorat Royal Institute of Technology Condensed Matter Physics (2003)
- <sup>2</sup> WALLACE D. B., Drive Waveform Effects on Ink-Jet Device Performance, *MicroFab Technote*, (1999)
- <sup>3</sup> MANNING H. J., Harvey R. A., Xaar greyscale technology, *IS&T NIP25: International Conference on digital printing technology*, (1999)
- <sup>4</sup> BOGY D. B., TALKE F. E., Experimental and Theoretical Study of Wave Propagation Phenomena in Drop-on-Demand Ink Jet Devices, *IBM 1. RES. DEVELOP.*, Vol. 28 N°3, (1984)
- <sup>5</sup> TAKEUCHI Y., TAKEUCHI H., KOMATSU K., NISHI S., Improvement of drive energy efficiency in a shear mode piezo inkjet head, [www.konicaminolta.com/inkjethead/pdf/tech\\_200502\\_head\\_eng.pdf](http://www.konicaminolta.com/inkjethead/pdf/tech_200502_head_eng.pdf)
- <sup>6</sup> TEMPLE S., Piezo printhead technology courses, *IMI Europe, Londres*, (juillet 2008)
- <sup>7</sup> MITOV M., *Les cristaux liquides*, Que sais-je?, 1296, (2000)
- <sup>8</sup> TENTILIER N., "Contribution à la caractérisation diélectrique micro-onde de cristaux liquides. Application aux circuits agiles en fréquence", Thèse de doctorat, université des sciences et technologies de Lille (2003)
- <sup>9</sup> BRIGGS J.C., GRADY T., SISWANTO C., MURPHY M., Thermal banding analyses in wide format inkjet printing, *IS&T's NIP16 proceedings*, (2000)
- <sup>10</sup> SHIELD T. W., BOGY D. B., TALKE F. E., Drop formation by DOD ink-jet nozzles: A comparison of experiment and numerical simulation, *IBM 1. RES. DEVELOP.*, 31 : 1, (1987)
- <sup>11</sup> TIRTAATMADJA V., H. McKINLEY G., COOPER-WHITE J. J., Drop formation and breakup of low viscosity elastic fluids: Effects of molecular weight and concentration, *Physics of fluids*, 18, (2006)
- <sup>12</sup> DONG H., CARR W. W., MORRIS J. F., An experimental study of drop-on-demand drop formation, *Physics of Fluid*, 18, (2006)
- <sup>13</sup> WANG S., Aerodynamic Effect on Inkjet Main Drop and Satellite Dot Placement, *IS&Ts NIP 14: International Conference on Digital Printing Technologies*, (1998)



- <sup>14</sup> GERHAUSER H., HIRSCHMANN K. H., LEE F., TALKE F. E., The effect of pulse shape on the drop volume and the frequency response of drop-on-demand Ink jet transducer, *SID 83 Digest*, (1983)
- <sup>15</sup> LEE E. R., *Microdrop Generation*, CRC Press, (2003)
- <sup>16</sup> BEURER G., KRETSCHMERJ., Function and performance of a shear mode piezo printhead, *IS&Ts NIP 13: International Conference on Digital Printing Technologies*, (1997)
- <sup>17</sup> ZAPKE W., BRUHNAL J., WOUTERS O., de ROOS M., Thermometry Inside Inkjet Actuators, in DPP2001, *International Conference on Digital Production Printing and Industrial Applications*, (2001).
- <sup>18</sup> NEGITA K., Electrorheological effect in the nematic phase of 4-n-pentyl-4'-cyanobiphenyl, *J. Chem. Phys.* 105 (17), (1996)
- <sup>19</sup> OLMSTED P.D., GOLDART P.M., Theory of the nonequilibrium phase transition for nematic liquid crystals under shear flow, *Phys. Rev. A.*, 41, 4578 (1990)
- <sup>20</sup> POIRIER S., FADEL TARIS L., TEMPLE-BOYER P., VINSONNEAU S., Study and stabilization of a liquid crystal drop formation using a piezoelectric inkjet printhead, *IS&T's NIP25 proceedings*, (2009)

## Chapitre 3

# - Etude du remplissage des microstructures -

## I - Problématique de remplissage

Dans cette partie, les films microstructurés vont être présentés et l'évolution de leur forme géométrique va être détaillée. Puis nous nous intéresserons aux interactions entre le liquide éjecté et la microstructure au cours du remplissage. Enfin, nous présenterons la stratégie d'impression utilisée.

### 1 - Présentation des microstructures

#### 1.1 - Fabrication

La discrétisation du film fonctionnel, sur lequel est basé le principe du verre pixellisé, est assurée par une matrice de microcuves (Figure 78). Cette microstructure est réalisée par photolithographie sur un film de polyéthylène téréphtalate (PET) <sup>[1]</sup> laminé sur un substrat plan. Le matériau constitutif des murs de la microstructure est une résine hybride Solgel, dont l'indice de réfraction est égal à 1,512, qui a été développée pour le projet afin d'obtenir un haut rapport de forme. Ainsi, après optimisation des paramètres de photolithographie (dépôt à la tournette, recuits, temps d'insolation, développement...), des murs de l'ordre de 20 $\mu$ m de haut pour 2 $\mu$ m de large ont été obtenus (figure 79).

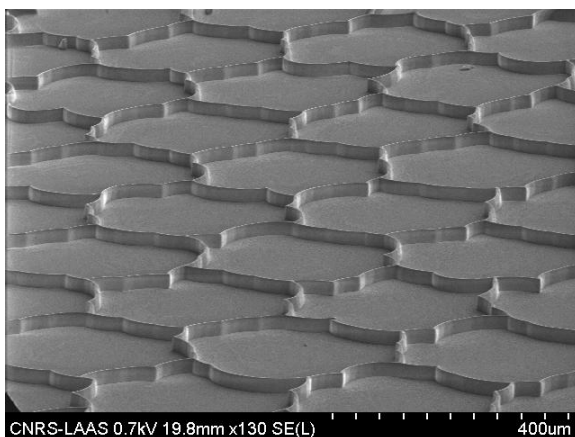


Figure 77 - Matrice de micro cuves observée au microscope électronique à balayage

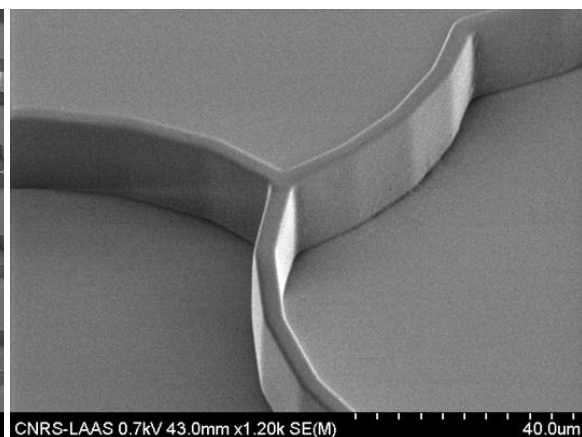


Figure 78 - Observation du profil d'un mur au microscope électronique à balayage

## 1.2 - Forme géométrique

Dans un premier temps, les microstructures avaient des formes simples représentant un réseau carré ou un réseau en nid d'abeille. Cependant, les pertes énergétiques dues à la diffraction de ces réseaux étaient optiquement inacceptables. La diffraction qu'induit le système de microcuves est caractérisée par deux paramètres : sa forme géométrique et son intensité. Ces formes géométriques simples, présentant de fortes symétries (Figure 80-a), favorisent le confinement de l'énergie diffractée, phénomène observable par la transformée de Fourier dans l'espace réciproque (Figure 80-b).

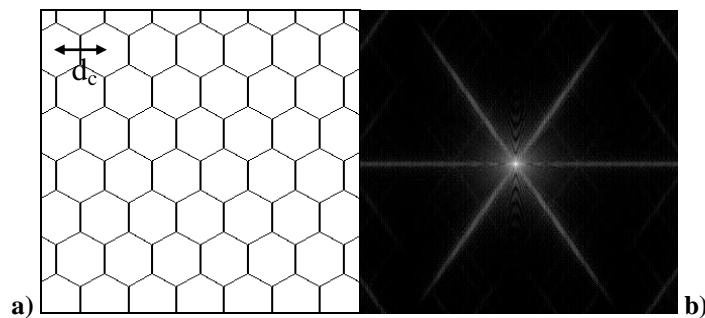


Figure 79 - a) Microstructure hexagonale et b) sa figure de diffraction associée <sup>[2]</sup>

Ce défaut peut être atténué en étalant l'énergie diffractée par rupture de la régularité du réseau. L'introduction d'une répartition aléatoire des directions des parois permet d'obtenir des motifs microstructurés pseudopériodiques (Figure 81) dont l'énergie diffractée est mieux répartie. Cette surface texturée optimisée est qualifiée de microstructure aléatoire et peut être à base carrée ou à base hexagonale. La dimension caractéristique ( $d_c$ ) de ces structures correspond à la distance entre les barycentres des cuves.

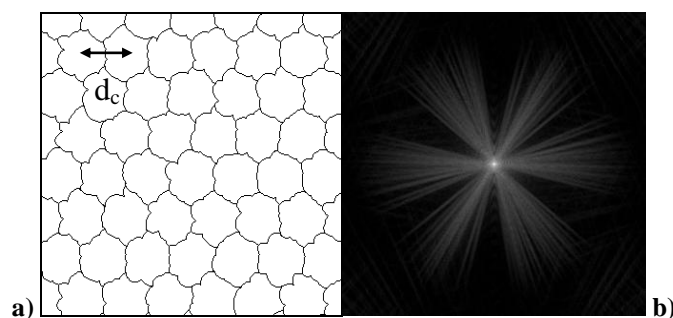


Figure 80 - a) Microstructure aléatoire à base hexagonale et b) sa figure de diffraction associée <sup>[2]</sup>

Ainsi, les études théoriques <sup>[2]</sup> de l'influence de la digitalisation des surfaces sur la transmission optique de la phase ont permis d'optimiser la forme géométrique de la

microstructure afin de minimiser les pertes par diffraction optique, et de maximiser la tenue mécanique du film.

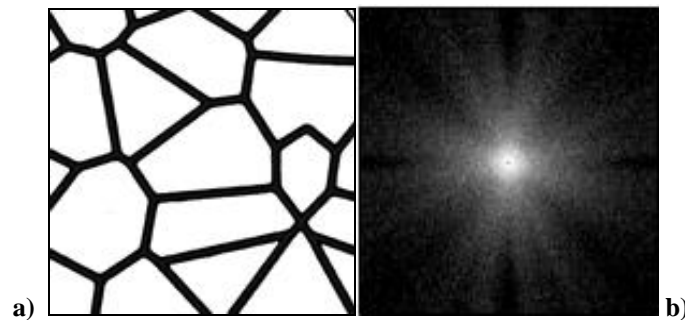


Figure 81 - a) Microstructure mosaïque et b) sa figure de diffraction associée

Cependant, des travaux complémentaires réalisés par Céline PASANAU<sup>[3]</sup> à l'institut d'optique de Paris, ont démontré qu'il était nécessaire de réduire davantage la périodicité du réseau pour obtenir une répartition homogène de l'énergie. Une nouvelle forme de structure, dite "structure mosaïque", a donc été définie. Le dessin de ces microstructures est déterminé à partir d'un réseau carré qui est ensuite déformé suivant des algorithmes de calculs de répartition basés sur un diagramme de Voronoï<sup>[4]</sup>. Ces structures présentent aussi une dimension caractéristique ( $d_c$ ), représentant la pas du réseau carré de départ. La figure de diffraction de cette structure est plus homogène (Figure 82) et donc l'énergie est mieux répartie.

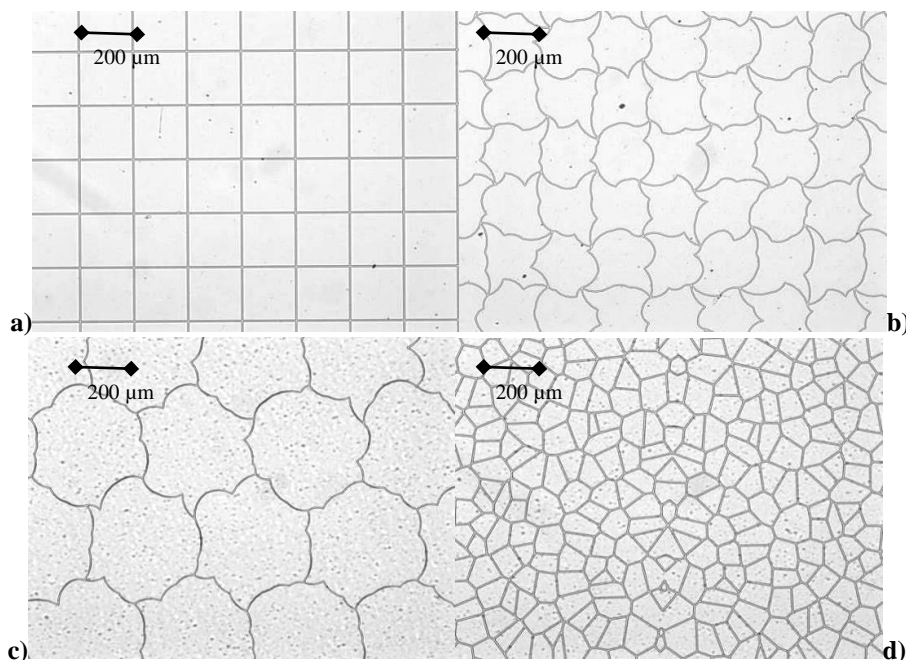


Figure 82 - Observation au microscope optique des différentes formes géométriques des microstructures

- a) carrée ( $d_c=200\mu\text{m}$ ) b) Aléatoire à base carrée ( $d_c=200\mu\text{m}$ )  
 c) Aléatoire à base hexagonale ( $d_c=360\mu\text{m}$ ) d) Mosaïque ( $d_c=75\mu\text{m}$ )

Nous avons ainsi étudié le remplissage de quatre types de microstructure, dont la dimension caractéristique peut varier d'un substrat à l'autre (Figure 83).

### **1.3 - Conséquence sur le remplissage**

Avec la complexification de la forme géométrique des structures, nous sommes passés d'un système présentant une grande périodicité composé de cuves identiques de même forme et de même volume, à un système très désordonné dont la forme et le volume des cuves est très hétérogène. Ceci implique nécessairement un remplissage par jet d'encre plus complexe.

## **2 - Interaction gouttes/ microstructure**

Nous avons ensuite étudié le comportement du liquide lors du processus de remplissage des microstructures. L'impact des gouttes, éjectées par la tête jet d'encre, a ainsi été observé sur le fond des cuves en PET et sur le haut des parois. Puis, la manière dont le liquide s'étale dans la cuve a été étudiée pour comprendre l'évolution du ménisque lors du remplissage.

Les observations présentées ci-dessous ont été réalisées en collaboration avec l'équipe de David QUERE à l'ESPCI, avec le système à caméra rapide présenté dans le chapitre 2. Les tests ont été effectués sur de l'huile DC704 et de l'éthylène glycol à différentes températures avec une tête XAAR318.

### **2.1 - Observations avec la caméra rapide**

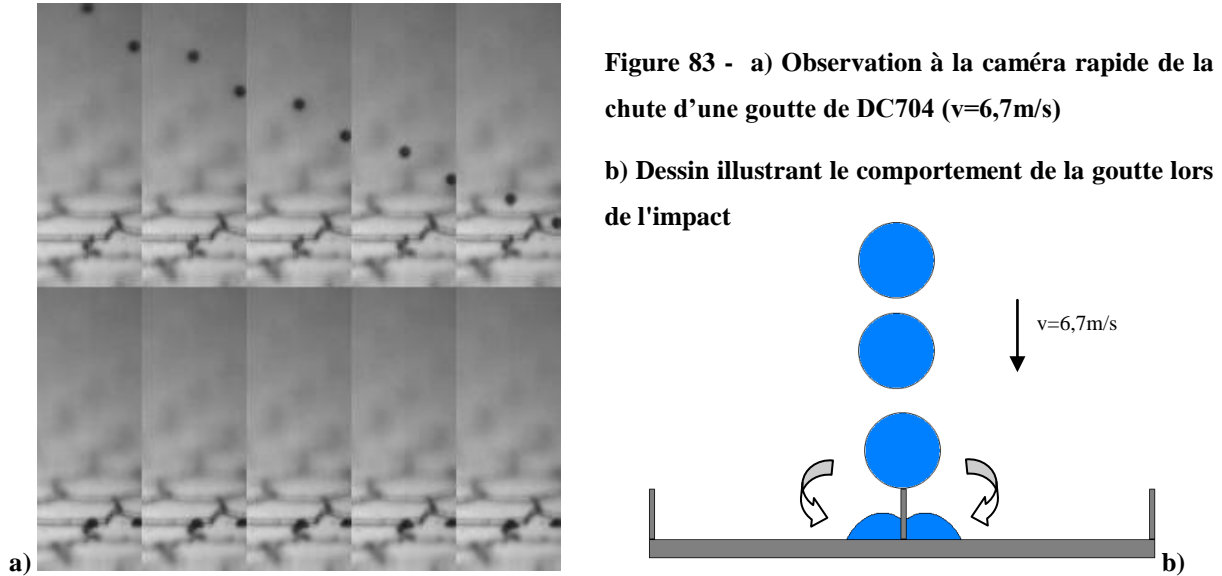
Dans un premier temps nous avons observé l'impact des premières gouttes sur le fond des cuves en PET. Nous avons pu mettre en évidence que, quelle que soit la vitesse d'éjection ou le volume de la goutte, celles-ci conservaient leur intégrité et n'éclataient pas en petites entités lors de l'impact.

Nous avons aussi vérifié que l'impact d'une goutte sur une cuve contenant déjà du liquide ne crée pas d'éclaboussure ou de vague susceptible de faire passer du liquide dans la cuve adjacente.

Puis, nous nous sommes intéressés au comportement des gouttes tombant sur le haut d'une paroi.

### a - Impact des gouttes sur les parois

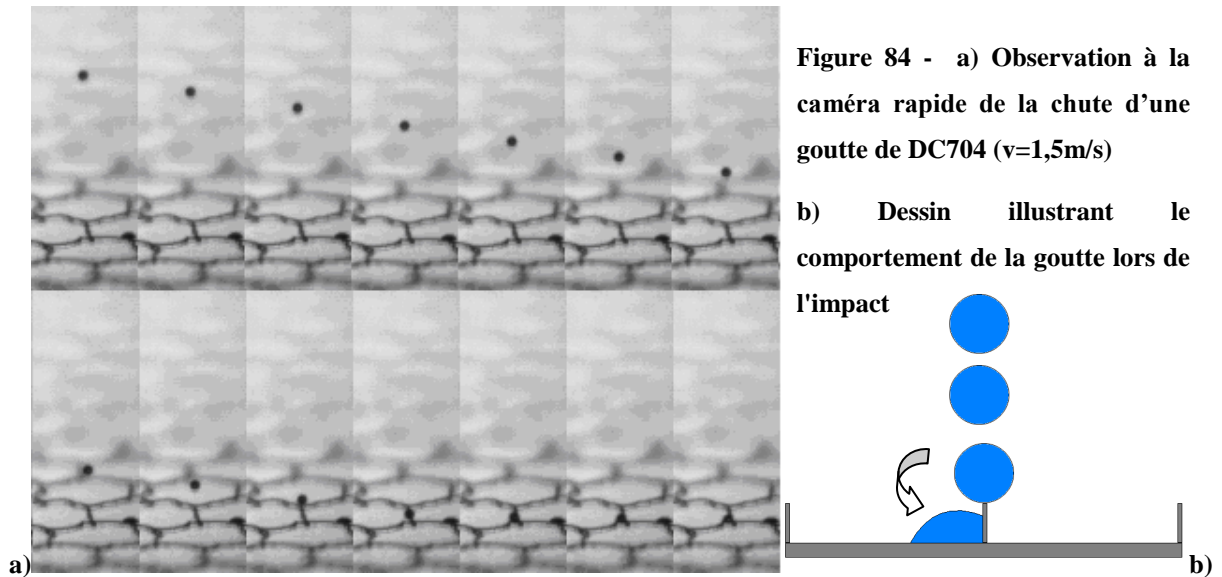
Nous avons étudié le comportement des gouttes qui tombent sur le haut des murs de la microstructure. Pour cela, les impacts de gouttes de volume théorique 6pl et 42pl ont été observés, pour chaque liquide de l'étude (huile DC704 et éthylène glycol). Seuls les résultats obtenus pour des grosses gouttes d'huile DC704 sur la paroi d'une structure aléatoire à base hexagonale, sont présentés ci-dessous (Figure 84 et 85).



Le montage vidéo des images présentées figure 84-a nous indique que la goutte, tombant à  $6,7\text{m/s}$ , se sépare en deux au contact de la paroi pour s'étaler de chaque côté du mur. La dynamique de l'impact n'est pas aisément observable sur la figure 84-a. C'est pourquoi, le schéma à l'échelle présenté figure 84-b a été réalisé pour illustrer le comportement de la goutte lors de l'impact sur la paroi.

A l'inverse, le montage vidéo de la séquence présentée figure 85 nous indique que la goutte, tombant à  $1,5\text{m/s}$ , ne se scinde pas en deux au contact de la paroi et s'étale d'un seul côté de la paroi.

Ainsi, ces observations montrent qu'à partir d'une certaine vitesse de chute, les gouttes se scindent en deux lors de l'impact. Tandis qu'à faible énergie cinétique, celles-ci conservent leur intégrité et tout le liquide va d'un côté ou de l'autre de la paroi.



Le travail  $W$  nécessaire pour couper une goutte de volume  $V$  en deux gouttes de volume  $V/2$  est égale à :

$$W = \gamma dS \quad \text{avec} \quad dS = 2s - S \quad \text{I-1}$$

Où  $s$  et  $S$  sont respectivement la surface des 2 petites gouttes et la surface de la grosse goutte, et  $\gamma$  la tension de surface du liquide.

L'énergie lors de l'impact est essentiellement fournie par la cinétique de chute de la goutte. Il faut alors que l'énergie cinétique  $E_c$  de la goutte soit supérieure au travail  $W$  pour que la goutte puisse se couper en deux :

$$E_c = \frac{1}{2} mv^2 > W \quad \text{I-2}$$

Avec  $m$  et  $v$ , la masse et la vitesse de chute de la goutte

D'après les équations I-1 et I-2, la vitesse de chute minimale  $v_m$ , à laquelle la goutte doit arriver lors de l'impact sur le mur pour se couper en deux, peut être calculée par:

$$v_m = \sqrt{\frac{2 \gamma dS}{m}} \quad \text{I-3}$$

Pour la goutte initiale ( $V$ ,  $S$ , et  $R$  respectivement le volume, la surface et le rayon):

$$V = \frac{4}{3} \pi R^3 \quad \text{d'où} \quad R = \sqrt[3]{\frac{3}{4\pi} V} \quad \text{I-4}$$

$$\text{Et} \quad S = 4\pi R^2 \quad \text{I-5}$$

Pour les 2 gouttes créées (s, et r respectivement la surface et le rayon):

$$\frac{V}{2} = \frac{2}{3} \pi R^3 = \frac{4}{3} \pi r^3 \text{ d'où } r = \sqrt[3]{\frac{1}{2}} R \quad \text{I-6}$$

$$\text{Et } s = 4\pi r^2 \quad \text{I-7}$$

D'après I-1, I-5 et I-7, nous pouvons calculer  $dS$ :

$$dS = 4\pi (2r^2 - R^2) = 4\pi R^2 \left( 2 \left( \sqrt[3]{\frac{1}{2}} \right)^2 - 1 \right) = 4\pi R^2 \left( 2^{1/3} - 1 \right) \quad \text{I-8}$$

D'où, d'après I-4:

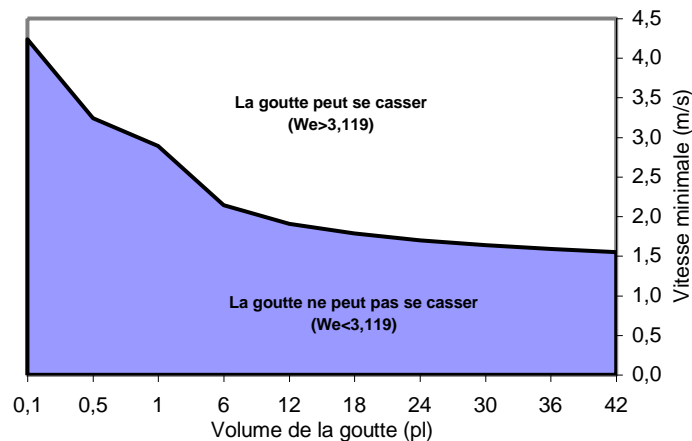
$$dS = 4\pi \left( \sqrt[3]{\frac{3}{4\pi} V} \right)^2 \left( 2^{1/3} - 1 \right) = \sqrt[3]{36\pi} \left( 2^{1/3} - 1 \right) \sqrt[3]{V} \quad \text{I-9}$$

Puisque  $m = \rho V$  ( $\rho$  masse volumique), l'équation I-3 peut alors s'écrire:

$$v_m = \sqrt{\frac{2\gamma \sqrt[3]{36\pi} \left( 2^{1/3} - 1 \right) \sqrt[3]{V}}{\rho V}} \quad \text{I-10}$$

$$v_m = \sqrt{\frac{2\gamma}{\rho} \left( 2^{1/3} - 1 \right) \sqrt[3]{\frac{36\pi}{V}}} \quad \text{I-11}$$

Connaissant, la masse volumique  $\rho$  et la tension de surface  $\gamma$  du liquide utilisé, nous pouvons déterminer quelle sera cette vitesse minimale en fonction du volume de la goutte éjectée (équation I-11, Figure 86).



**Figure 85- Variation de la vitesse minimale ( $v_m$ ) nécessaire pour qu'une goutte de DC704 de volume  $V$  se coupe en deux gouttes de volume  $V/2$  lors de l'impact sur une paroi**

Les observations réalisées avec la caméra rapide sont bien en adéquation avec les calculs présentés ici.



A la vitesse limite de rupture ( $v_m$ ), le nombre adimensionnel de Weber, donnant le rapport entre la force d'inertie et la force de tension de surface peut s'exprimer par:

$$We = \frac{2R\rho v_m^2}{\gamma} \text{ or } v_m^2 = \frac{2\gamma dS}{m} = \frac{2\gamma dS}{\rho V} \quad \text{I-12}$$

$$\text{D'où } We = \frac{4R dS}{V} \quad \text{I-13}$$

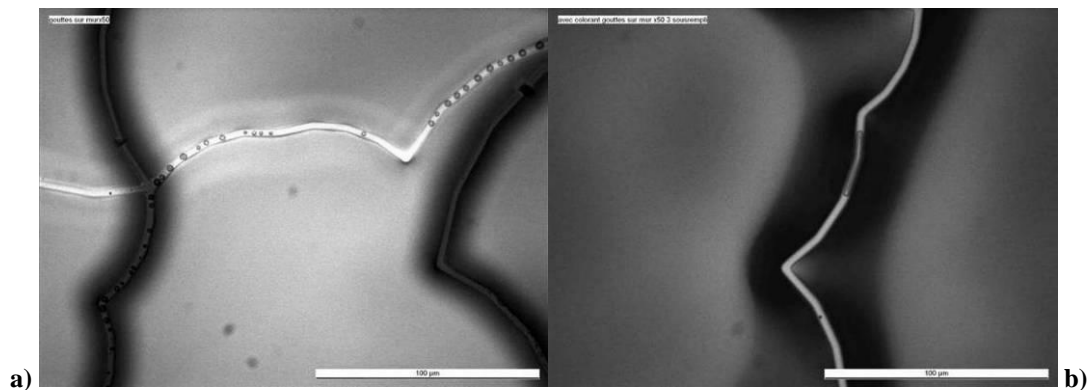
D'après I-4 et I-8, quel que soit le liquide éjecté, le développement de cette relation donne:

$$We = 12 \left( \left( \frac{1}{3} \right)^{1/3} - 1 \right) = 3,119 \quad \text{I-14}$$

Ainsi, quand  $We > 3,119$ , les forces d'inertie sont assez grandes pour dominer la tension de surface et créent deux entités de volume équivalent à  $V/2$ . Dans le cas contraire, l'énergie superficielle prédomine (Figure 86).

### b - Conséquence sur le remplissage

Suite à ces observations, nous avons observé le haut des parois pour voir si lors de cette séparation, une partie du liquide reste coincé sur la tranche des murs. Les différentes images présentées ci-dessous ont été obtenues au microscope optique (Figure 87) et au MEB (Figure 88).



**Figure 86 - Gouttes de a) DC704 et b) d'éthylène glycol coincées sur le haut des murs observées au microscope optique**

Nous pouvons voir des petites gouttes de liquide stagnant sur le haut des parois des murs. Sur la figure 88-b), le liquide a même créé un pont entre les deux cuves, rendant le mur perméable et permettant au liquide de migrer d'une cuve à l'autre.

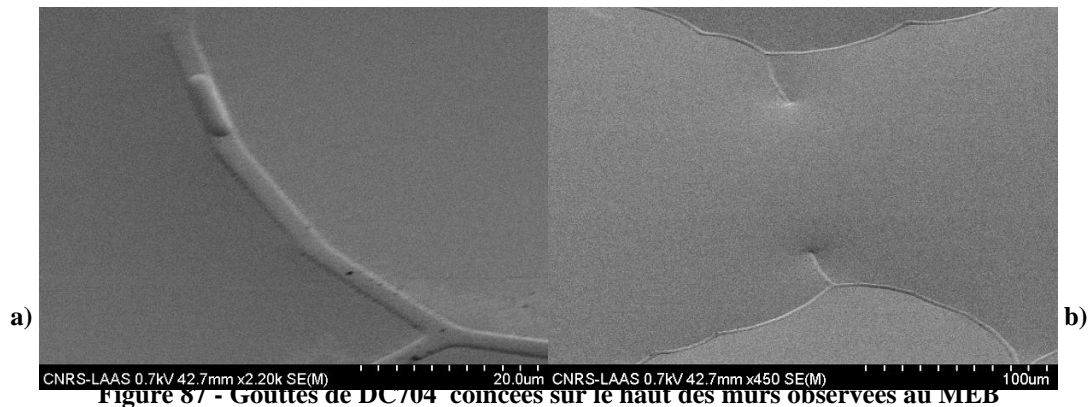


Figure 87 - Gouttes de DC704 coincees sur le haut des murs observees au MEB

Ce phénomène pourrait être problématique lors du scellement des structures, et altérer l’adhésion entre les murs et les matériaux de scellement.

## 2.2 - Evolution du ménisque lors du remplissage des cuves

Nous avons ensuite observé l’évolution de l’interface de liquide au cours du remplissage de la cuve. L’objectif de remplissage est de mettre juste assez de liquide pour avoir un ménisque le plus plan possible (figure 89).

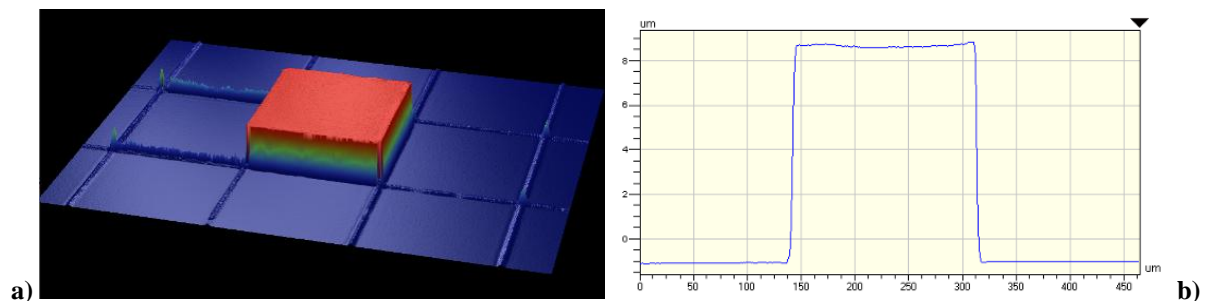
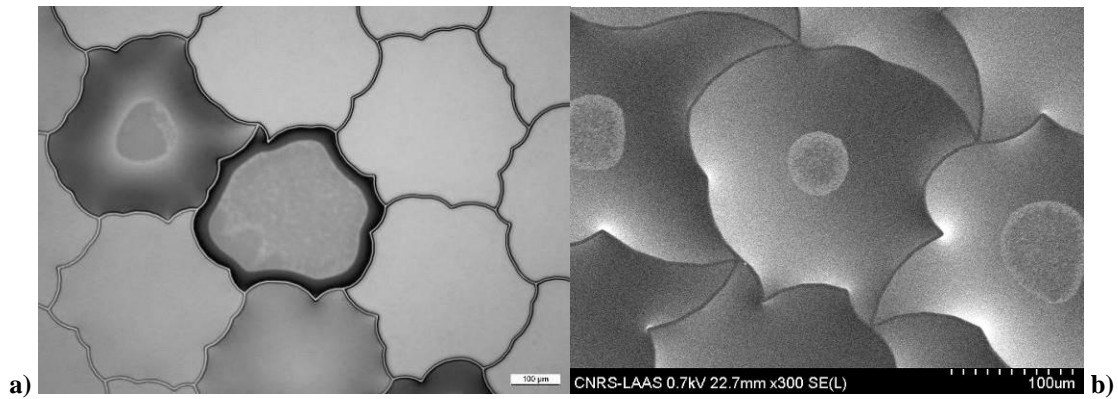


Figure 88 - Cuve carrée remplie parfaitement

a) observée au profilomètre optique et b) son profil topographique

Ainsi, quelle que soit la nature du liquide, lors du remplissage, les premières gouttes forment une flaque en se regroupant. Dès que celle-ci rentre en contact avec le pied d’un mur, elle s’étale par capillarité le long de la paroi de la microstructure (Figure 90).



**Figure 89 - Cuves sous remplies observée au a) microscope optique et au b) MEB**

Par la suite (Figure 91), le liquide mouille tout le fond de la cuve et forme un ménisque concave (vers l'intérieur de la cuve), ce qui définit une cuve sous-remplie. Par ajout de liquide, la flèche du ménisque diminue jusqu'à former une interface parfaitement plane. La cuve est alors bien remplie. Enfin, si du liquide est encore ajouté la flèche du ménisque est inversée, celui-ci devient convexe et la cuve est sur-remplie. Le liquide en surplus reste ancré sur les arêtes du haut des murs, jusqu'à ce que l'angle formé par le liquide dépasse un angle critique, à partir duquel le liquide se déverse dans la cuve adjacente.



**Figure 90- Evolution du remplissage des cuves (sous remplie, bien remplie, sur-remplie)**

### **a - Longueur capillaire**

La force de gravité n'influe sur l'étalement d'une goutte ou d'une flaque qu'à partir d'une certaine taille limite, appelée longueur capillaire ( $\lambda_c$ ). Ainsi si le diamètre de la flaque de liquide est inférieur à  $\lambda_c$ , la gravité est négligeable: le liquide est comme en apesanteur et les effets capillaires prédominent sur l'étalement.

La longueur capillaire est estimée par l'équation I-15 <sup>[5]</sup>:

$$\lambda_c = \sqrt{\frac{\gamma}{\rho g}} \quad \text{I-15}$$

Avec  $\rho$  et  $\gamma$  respectivement la densité et la tension de surface du liquide, et  $g$  la gravité terrestre ( $g=9,81\text{m.s}^{-2}$ ).

Famille de liquide	Nom	Tension de surface (mN/m à 25°C)	Densité (g/L à 25°C)	Longueur capillaire (mm)
Encre	FAU115	26,6	1,04	1,61
	FAU94	25,3	1,05	1,57
	FAU114	24,2	1,055	1,53
Huile	Invoil	31,7	0,98	1,82
	Dow Corning 704	35,5	1,09	1,82
	Santolight	32	1,2	1,65
Cristal liquide	E7	33,9	1,05	1,81
Solvant	Ethylène glycol	47,7	1,136	2,07

Tableau 6 - Tableau regroupant des données sur les liquides étudiés

Le tableau 6 montre que la longueur capillaire des liquides de l'étude varie entre 1,5 et 2mm. Etant donné que le diamètre des gouttes est de l'ordre de la dizaine de microns et que les dimensions des microcuves sont inférieures au millimètre, les forces qui gouverneront l'étalement des gouttes et le remplissage seront les forces interfaciales.

**b - Ancrage sur l'arête du mur**

L'équilibre de la ligne de contact entre les trois phases (vapeur/liquide/solide) sur une arête a été décrit d'abord par GIBBS [2] qui a montré que l'angle apparents  $\theta^*$  dépend de l'angle géométrique  $\Phi$  et de l'angle formé par une goutte de liquide à l'équilibre sur la même surface plane  $\theta_e$  (Figure 92):

$$\theta_e \leq \theta^* \leq (180^\circ - \Phi) + \theta_e \tag{I-16}$$

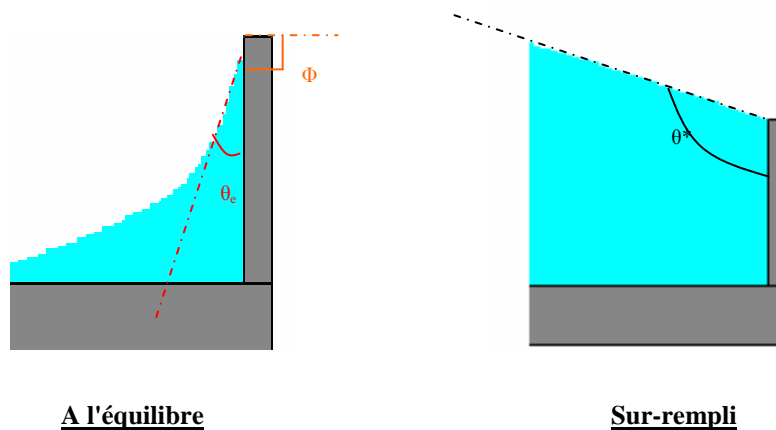


Figure 91 - Effet de l'arête du mur sur l'angle d'ancrage  $\theta^*$  du liquide

Dans nos films microstructurés, le flanc des murs est supposé être à angle droit avec le haut des murs donc  $\Phi = 90^\circ$ . La relation I-16 montre que l'avancement de la ligne de contact sera bloqué

par l'arête jusqu'à un angle supérieur ou égal à  $(180^\circ - \Phi) + \theta_e = \theta_e + 90^\circ$ . Il est donc théoriquement possible d'obtenir un ménisque plan.

### **3 - Stratégie d'impression**

Nous nous sommes ensuite intéressés à la stratégie d'impression à adopter pour réaliser les premiers essais de remplissage de nos films microstructurés.

#### **3.1 - Méthodes globales de remplissage**

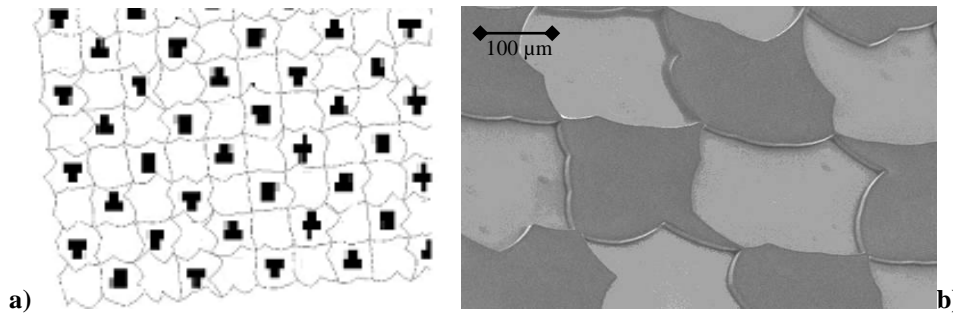
Deux méthodes de remplissage par jet d'encre ont été étudiées: l'adressage et le remplissage statistique.

##### **a - Adressage**

L'adressage consiste à repérer la position de chaque cuve sur le substrat et à venir remplir chacune des cuves avec le nombre de gouttes nécessaires pour obtenir un ménisque plan.

Pour cela, le protocole suivant a été développé :

- Des croix d'alignement sont intégrées au motif de la microstructure sur le bord du substrat. Une caméra verticale repère la position des croix sur le substrat, nous permettant de connaître la position exacte du motif de la microstructure par rapport aux têtes d'impression. Le motif théorique de la microstructure nous indique ensuite la position précise des barycentres des cuves.
- Un logiciel développé sur Matlab recalcule le volume de chacune des cuves du motif en fonction de leur forme (dessin, dimension caractéristique, largeur et hauteur des murs).
- Les travaux développés dans le chapitre 2 permettent d'optimiser les caractéristiques d'éjection et de faire une approximation du volume moyen des gouttes.
- En utilisant l'ensemble de ces informations, le nombre de gouttes nécessaires au remplissage de chaque cuve du motif et leurs positions exactes sur le motif sont déterminés pour que les gouttes soient déposées au centre des cuves. Le logiciel Matlab crée alors une cartographie de dépôt des gouttes correspondant à l'échantillon et au matériau utilisé (Figure 93-a).



**Figure 92 - a) Exemple d'image créée par le logiciel Matlab représentant la cartographie de pixels (1 pixel= 1 goutte), superposée avec le motif de la structure correspondante**  
**b) Microstructure remplie en damier par adressage d'un cristal liquide, observée au MEB sur une structure aléatoire à base carrée ( $d_c=200\mu\text{m}$ )**

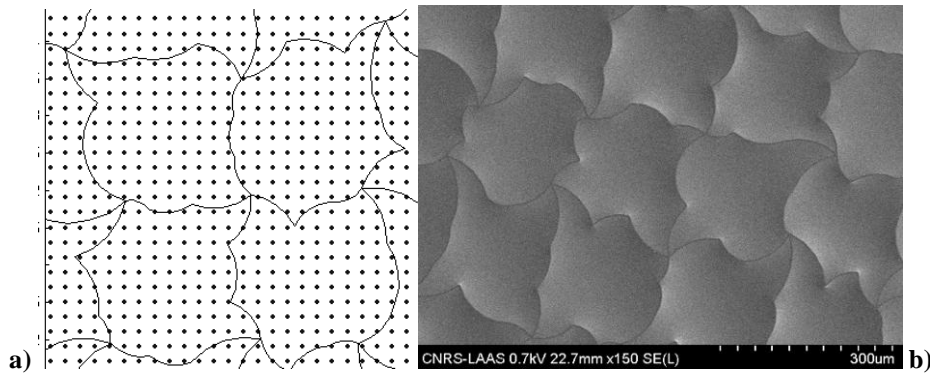
Des résultats intéressants ont pu être obtenus pour des petites surfaces dont le film structuré présentait une certaine symétrie. La figure 93-a présente une structure aléatoire à base carrée dont les cuves ont été remplies en damier (une cuve sur deux suivant l'axe X et l'axe Y). L'observation au microscope électronique à balayage démontre que seules les cuves sensées être remplies, le sont et que les autres sont restées vides.

Cependant, le remplissage par adressage demande un traitement informatique lourd, devenant très fastidieux à mettre en place pour les dernières générations de microstructures. En effet, dans le cas des mosaïques, le nombre de cuves augmente fortement et le motif ne présente plus de symétrie, ce qui a pour conséquence d'augmenter fortement le temps de calcul nécessaire à la détermination de la position du centre des cuves et de la cartographie de dépôt.

La complexification du motif des microstructures étant à terme indispensable au développement du projet, nous n'avons pas privilégié cette méthode de remplissage trop restrictive et nous nous sommes focalisés sur le remplissage statistique.

### **b - Remplissage statistique**

Le remplissage statistique consiste à ne pas tenir compte de la forme et de la position du substrat sur lequel nous imprimons. Il s'agit de définir une matrice régulière dont chaque pixel représente une goutte imprimée ou non (Figure 94-a). Celle-ci est ensuite superposée à la microstructure à remplir, et l'on considère que le volume de liquide tombant sur une paroi se répartit statistiquement de manière homogène de chaque côté des murs (Figure 94-b).



**Figure 93 - a) Cartographie des pixels (1 pixel= 1 goutte) superposée avec le motif de la structure correspondante**

**b) Microstructure remplie par remplissage statistique d'huile DC704, observée au MEB**

Nous avons privilégié cette méthode de remplissage qui ne nécessite pas de lourd calcul informatique et est par conséquent beaucoup plus souple pour les tests de faisabilité. Nous allons ensuite exposer quelques paramètres nécessaires au développement de cette stratégie d'impression.

### **3.2 - Définition des images d'impression en remplissage statistique**

L'image d'impression est une image BMP, en niveau de gris, où chaque pixel de l'image d'impression correspond à une goutte éjectée. La taille de la goutte dépend du niveau de gris du pixel (voir tableau 3, p49), et la position de la goutte imprimée dépend de son emplacement dans la matrice.

Les images utilisées en remplissage statistique sont définies par des matrices de pixels comprenant  $n_x$  colonnes et  $n_y$  lignes.  $n_x$  et  $n_y$  sont déterminés par la longueur (L) et la largeur (l) de l'image imprimée et par la résolution d'impression ( $r_x$  et  $r_y$ ) dans les deux axes X et Y.

$$n_x = \frac{r_x L}{25400} \text{ et } n_y = \frac{r_y l}{25400} \quad \text{I-17}$$

Avec L et l en  $\mu\text{m}$  et  $r_x$  et  $r_y$  en dpi (dot-per-inch: point par pouce)

La résolution en X définit la fréquence d'impression en fonction de la vitesse de déplacement du substrat ( $v_{sub}$  en mm/s):

$$f = \frac{r_x v_{sub}}{25400} \cdot 1000 \quad \text{I-18}$$

La résolution en Y ( $r_y$ ) est imposée par la résolution native de la tête d'impression, c'est-à-dire par la distance entre les buses ( $d_{buse}=169,3\mu\text{m}$  d'où  $25400/d_{buse}=150\text{dpi}$  pour la tête XAAR318 et  $d_{buse}=70,5\mu\text{m}$  pour 360dpi pour la tête XAAR760). Ainsi,  $r_y$  peut seulement prendre des valeurs égales à des multiples de la résolution native de la tête d'impression ( $r_y = k 150$  pour XAAR318 et  $r_y = k 360$  pour XAAR760).  $k$  correspond alors au nombre de passages du substrat sous la tête d'impression.

### 3.3 - Définition des paramètres d'impression classique

Dans un premier temps nous avons réalisé des tests de remplissage en méthode d'impression dite "classique". Cette méthode consiste à imprimer toutes les lignes d'une image, en décalant le substrat par translation suivant l'axe Y entre chaque passage d'une distance  $d_y$  (en  $\mu\text{m}$ ), calculée de la manière suivante:

$$d_y = \frac{25400}{r_y} \quad \text{I-19}$$

Le logiciel d'impression découpe l'image d'impression afin d'attribuer chaque ligne de la matrice à une buse et à un passage de substrat donné en fonction de la résolution d'impression en Y (Figure 95). Les  $k$  premières lignes seront imprimées avec la buse numéro 1, les  $k$  suivantes avec la buse numéro 2, etc...

*Exemple:*

*Nous voulons imprimer une image de  $3 \times 1\text{mm}$  ( $L \times l$ ) avec une tête XAAR318 à la résolution de  $200\text{dpi} \times 300\text{dpi}$  ( $r_x \times r_y$ ) et à une vitesse d'impression de  $150\text{mm/s}$ . L'équation I-17 nous permet alors de calculer la taille de l'image à imprimer ( $n_x=24$  pixels et  $n_y= 12$  pixels). Le substrat devra effectuer  $k=2$  passages à une vitesse de  $150\text{mm/s}$  décalés de  $d_y=84,7\mu\text{m}$  (équation I-19) sous la tête d'impression pour écrire toute l'image (Figure 95). Et la fréquence d'éjection des gouttes sera de  $1181\text{Hz}$  d'après l'équation I-18.*



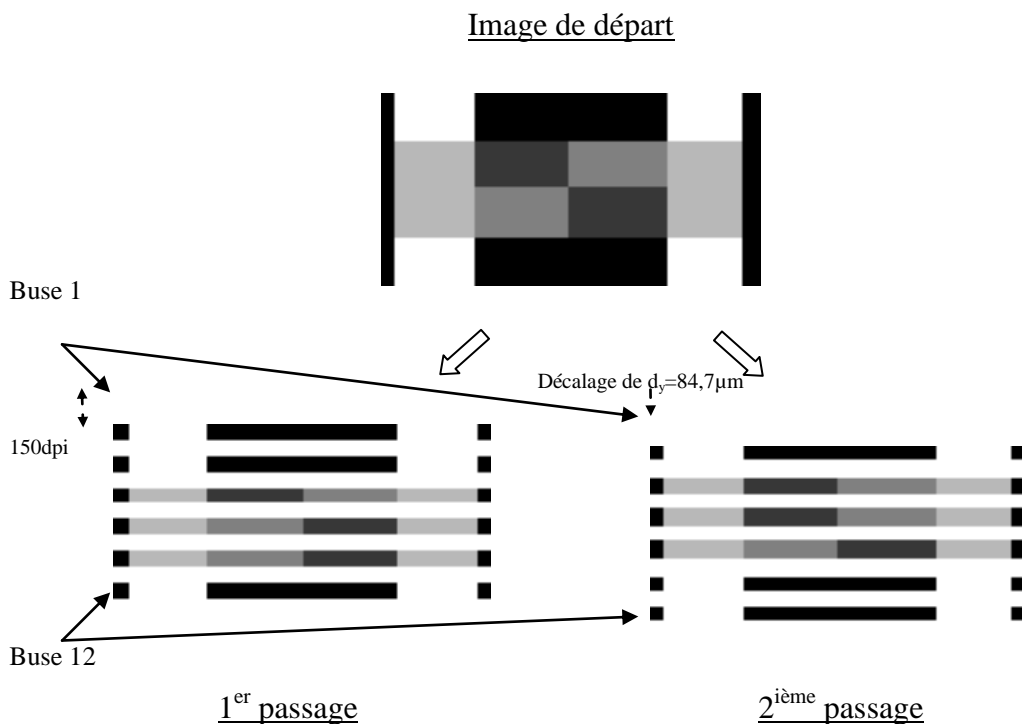


Figure 94 - Exemple de découpage d'une image de 24x12 pixels, imprimée avec une tête XAAR318 en 2 passages à 150dpi décalés de  $d_y=84,7\mu\text{m}$

### 3.4 - Impression en mode binaire avec des petites gouttes

Nous avons choisi de travailler en mode binaire avec les têtes XAAR, en utilisant seulement les plus petites gouttes disponibles (niveau de gris 2). Ce choix technologique a plusieurs avantages détaillés ci-dessous:

N'avoir qu'une taille de goutte à gérer permet de contrôler la volumétrie des dépôts en définissant la variation de densité surfacique des gouttes (nombre de gouttes par  $\text{cm}^2$ ) sur l'ensemble du substrat. Ceci simplifie la définition du motif à réaliser.

Cette option nécessite la gestion et l'optimisation des paramètres d'éjection d'un seul niveau de gris, ce qui réduit considérablement la complexité de développement paramétrique du procédé d'impression explicité dans le chapitre 2 de ce manuscrit.

Par ailleurs, l'utilisation d'une méthode de remplissage statistique est fortement dépendante du rapport entre le volume moyen des microcuves ( $V_c$ ) et le volume moyen des gouttes ( $V_g$ ). Plus ce rapport ( $V_c / V_g$ ) est grand, plus la précision du remplissage est importante et moins l'impact des erreurs de positionnement des gouttes est important.

Enfin, plus ce rapport est grand, plus le nombre de gouttes de chaque liquide nécessaire au remplissage d'une cuve, est important, ce qui offre une meilleure maîtrise de la proportion de chaque liquide dans le mélange obtenu et donc une meilleure discrétisation du profil souhaité.

Par exemple, s'il faut en moyenne 120 gouttes d'un liquide A d'indice de réfraction  $n_A$  pour remplir une cuve de 800pl (cuve carrée de  $200 \times 200 \times 20 \mu\text{m}$ ) et 130 gouttes d'un liquide B d'indice de réfraction  $n_B$  pour remplir la même cuve, en jouant sur la proportion de A par rapport à B, il est possible d'obtenir 121 valeurs différentes d'indices de réfraction pour la définition du profil de phase.

Tous ces choix technologiques, nous ont permis de définir une stratégie d'impression statistique dite "classique" avec laquelle nous avons réalisé les premiers tests de remplissage de nos microstructures par procédé jet d'encre.

## **II - Caractérisation des remplissages**

Les films microstructurés, remplis par procédé jet d'encre, doivent être caractérisés pour étudier le niveau et la dispersion du profil de remplissage. Pour cela, nous avons utilisé des technologies classiques d'analyse comme la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage, ou la profilométrie mécanique et optique (mesures de topologie des microstructures vides ou remplies).

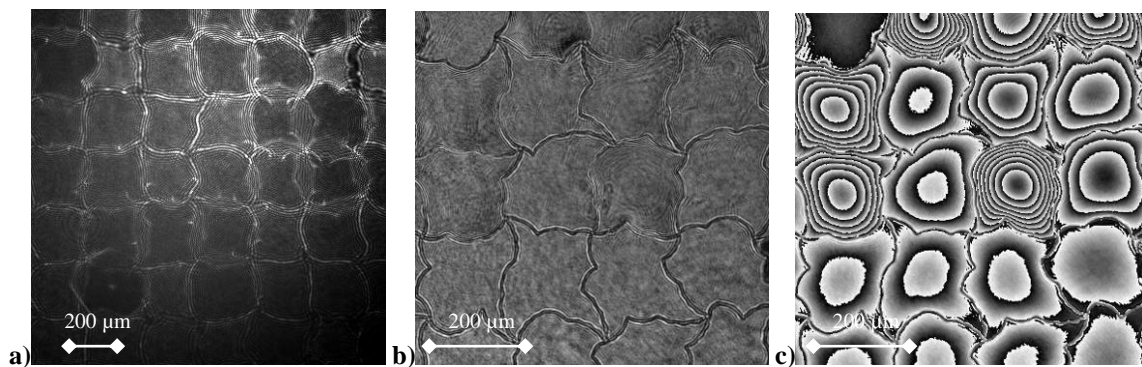
Les profils d'indice de réfraction sont réalisés dans nos microstructures grâce à des liquides incolores, ne présentant pas de fortes variations d'intensité. Or, les caméras des microscopes optiques classiques sont sensibles aux variations d'intensité et ne détectent pas les variations de phase. Les microscopes classiques nous donnent donc peu d'information sur la qualité du remplissage de nos cuves. Nous avons alors utilisé un outil de caractérisation moins courant, un microscope digital holographique, permettant d'analyser les variations de phase et de remonter à la topologie de nos remplissages.

Le scanner, deuxième outil de caractérisation régulièrement utilisé pour caractériser nos échantillons, sera aussi brièvement introduit.

## 1 - *Microscope digital holographique*

L'outil de contrôle, le plus utilisé lors de mes travaux, est un microscope digital holographique en transmission <sup>[6,7]</sup> (DHM : Digital Holographic Microscopy) de la société LYNCEETEC, qui permet de mesurer le déphasage subi par un front d'onde à travers un échantillon.

L'holographie, inventée en 1947 par GABOR, consiste à éclairer un objet par une source de lumière cohérente (laser) afin d'obtenir des franges d'interférences par recombinaison de l'onde émise par la source laser (onde de référence) et l'onde réfléchi par l'objet. Les interférences les plus lumineuses correspondent aux zones où la lumière transmise par l'objet est en phase avec le faisceau de référence. L'hologramme ainsi enregistré est interprété par un logiciel de reconstruction numérique qui crée une image pour l'intensité et une autre pour la phase (Figure 96).



**Figure 95 - Exemple d'images obtenues pour des cuves aléatoires à base carrées sous-remplies**  
**a) Hologramme b) Intensité c) Phase**

Dans ce dispositif (Figure 97), le faisceau laser est séparé en deux faisceaux: le faisceau objet qui va traverser l'échantillon et le faisceau référence qui ne traverse que de l'air. Le faisceau objet va subir un déphasage lors de son passage à travers l'échantillon et son front d'onde va donc être modifié (Figure 98). Les deux faisceaux sont ensuite recombinaés au niveau du capteur de la caméra pour former une image d'interférence, permettant d'obtenir un hologramme. La longueur du faisceau de référence doit être réglée par un jeu de miroirs pour être la même que celle du faisceau objet.

Les matériaux observés au DHM doivent transmettre partiellement l'intensité de la lumière et ne pas être trop diffusant, ce qui correspond aux caractéristiques de nos échantillons.

La variation de phase  $\Delta\varphi$  mesurée à travers l'échantillon par le DHM en transmission est calculée modulo  $2\pi$  par :

$$\Delta\varphi \equiv \left( \frac{2\pi}{\lambda} e (n_2 - n_1) \right) \text{Mod } 2\pi \quad \text{II-1}$$

Avec  $\lambda = 682\text{nm}$  la longueur d'onde du laser du DHM,  $e$  et  $n_2$  l'épaisseur et l'indice de réfraction de l'échantillon, et  $n_1 = 1$  l'indice de l'air.

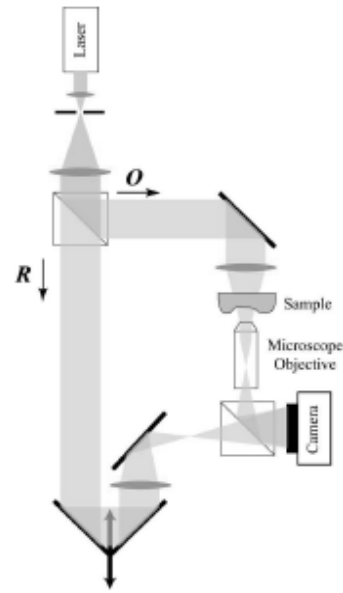


Figure 96 – Schéma de fonctionnement simplifié du DHM en transmission

Cet outil mesure donc la différence de chemin optique entre un rayon traversant l'échantillon  $L_{ana}$  et le rayon de référence  $L_{réf}$ .

$$\Delta\varphi \equiv \left( \frac{2\pi}{\lambda} \Delta L \right) \text{Mod } 2\pi \quad \text{avec} \quad \Delta L = L_{ana} - L_{réf} \quad \text{II-2}$$

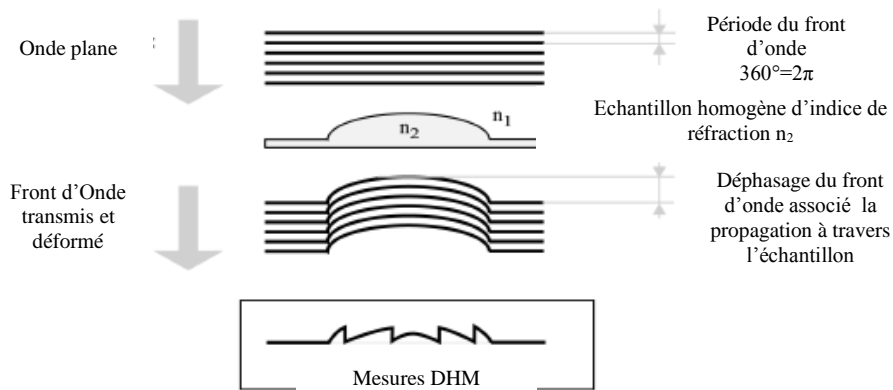
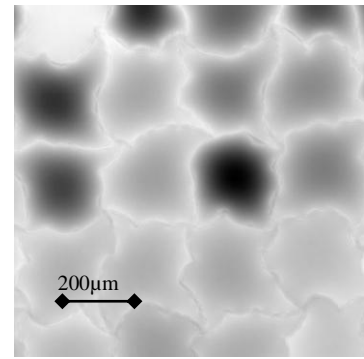


Figure 97 - Principe de mesure de phase du DHM en transmission

Si le saut de phase entre deux points n'est pas trop important (inférieur à  $\lambda n_2 / n_1$ ), un outil intégré au logiciel du DHM permet de déplier la phase et d'obtenir une image de la topologie de l'échantillon sans le modulo  $2\pi$ . L'image de phase de la figure 95 dépliée devient alors l'image 99. Sur cette image, où toutes les cuves sont remplies avec un même

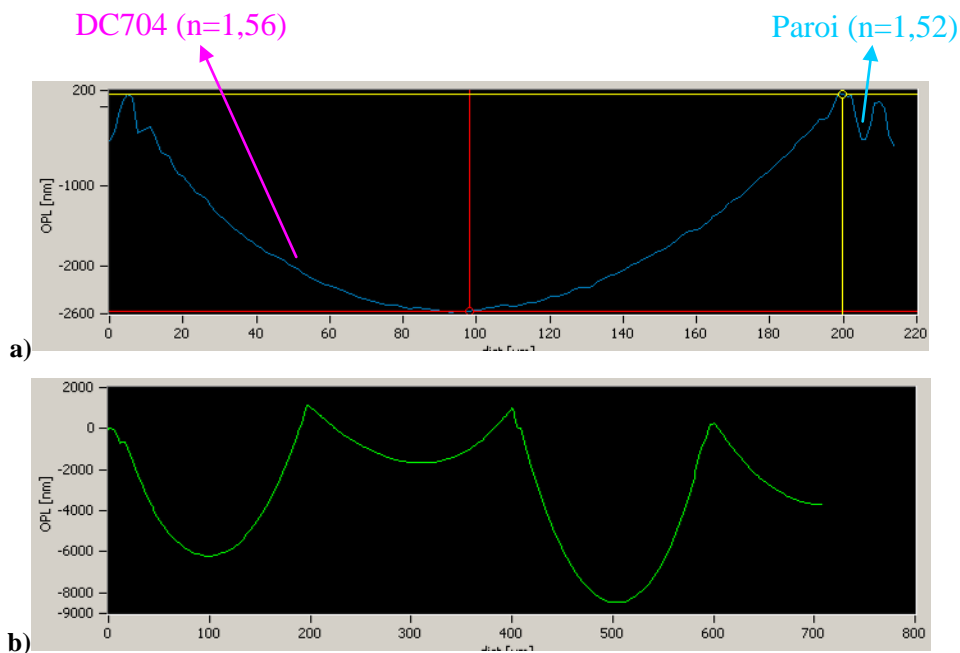
liquide, le DHM nous indique que les cuves claires sont mieux remplies que les cuves foncées.

Si l'échantillon est homogène en indice de réfraction, le DHM analyse sa topologie, alors que si l'échantillon est homogène en épaisseur, le DHM étudie son profil de phase. Cependant, dans notre cas, nous observons des échantillons inhomogènes en épaisseur (quand les cuves ne sont pas parfaitement remplies) et en indice de réfraction (profil de phase).



**Figure 98– Image développée de la phase**

Il faut donc se méfier quant à l'interprétation des images obtenues. Les parois d'une cuve sous-remplie par un liquide dont l'indice de réfraction est supérieur à l'indice de réfraction de la microstructure ( $n > 1,512$ ) pourront ainsi paraître plus petites que le niveau de liquide, ce qui est physiquement faux (Figure 100-a).



**Figure 99 - Exemples de profils de remplissage a) d'une cuve ou b) de plusieurs cuves correspondants à la figure 98**

Il est tout de même possible d'analyser la qualité du remplissage d'une cuve, en admettant, que le liquide qu'elle contient est homogène en indice de réfraction. Ainsi, en prenant certaines précautions, il nous est tout de même possible de visualiser le profil de remplissage pour quantifier la flèche du ménisque (Figure 100), ainsi que le modèle 3D associé (Figure 101).

Enfin, un module d'assemblage automatique permet de juxtaposer plusieurs acquisitions afin de reconstruire un profil de remplissage et de quantifier les défauts et l'homogénéité sur une grande surface.

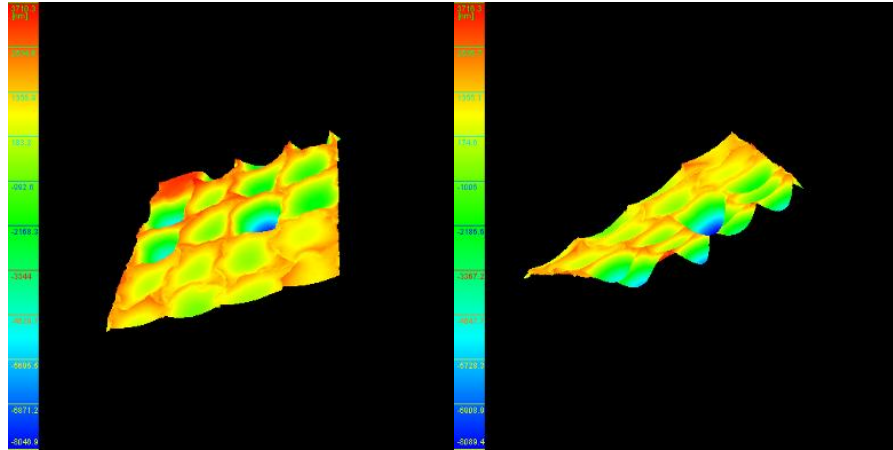


Figure 100 - Exemples de profils 3D de remplissage correspondants à la figure 98

## 2 - Scanner

Une autre méthode pour caractériser visuellement nos films pixellisés a été de scanner nos échantillons avec un scanner de bureau Epson V200 Photo. Le scan à haute résolution (4800dpi), nous permet d'obtenir des images de nos échantillons colorés en contrôlant la luminosité et les contrastes pour, par exemple, vérifier l'évolution d'un échantillon dans le temps ou faire ressortir des défauts de remplissage.

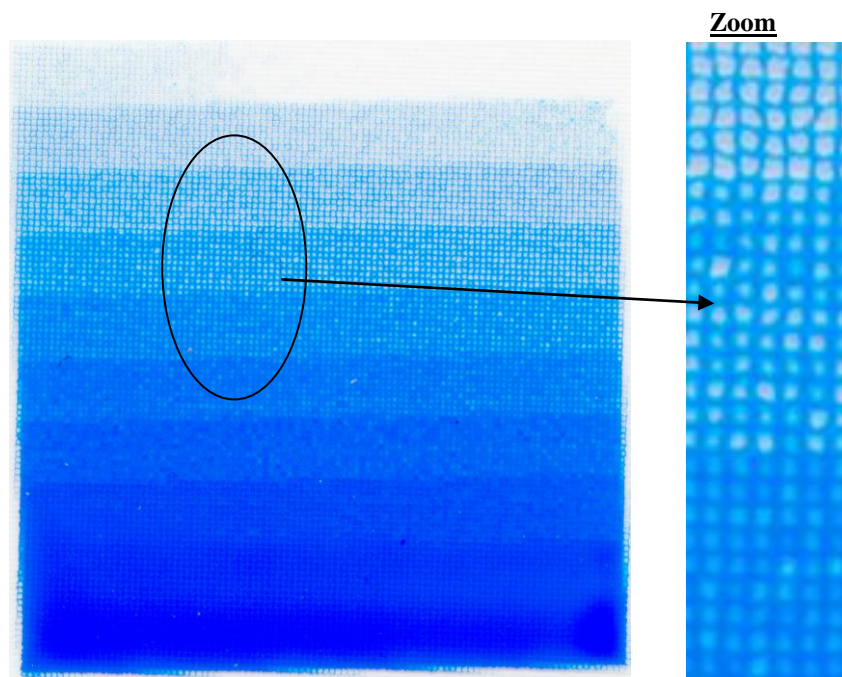


Figure 101- Exemple d'image scannée d'un film microstructuré rempli par une encre UV cyan

L'échantillon présenté figure 102 a été réalisé en encre UV cyan sur une microstructure aléatoire à base carrée. Ce patch fait 2x2cm et est composé de 100 zones carrées dont le remplissage varie de gauche à droite et de haut en bas. Cette image illustre bien le fait que le liquide va préférentiellement s'étaler le long des parois de la microstructure dans les zones les moins remplies.

### **III - Inhomogénéités de remplissage**

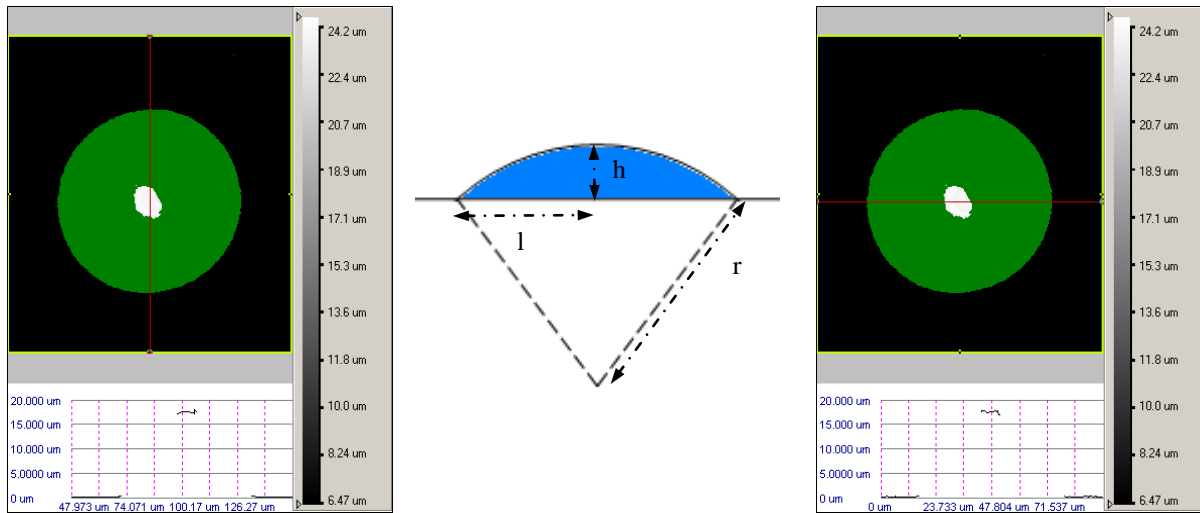
Ces différents outils de caractérisation, nous ont permis d'identifier un certains nombres de défauts de remplissage et de déterminer leurs diverses origines. Les problèmes d'inhomogénéité de remplissage peuvent être dus à la dispersion des volumes des gouttes éjectées, aux disfonctionnements des buses, à la périodicité des microstructures ou au rapport volumique entre les cuves et les gouttes.

#### **1 - Dispersion de volume des gouttes**

BRUNHAL <sup>[8]</sup> a étudié la dispersion de volume sur l'ensemble des buses d'une tête XAAR XJ126-200, fonctionnant sur le même principe que les têtes que nous utilisons pour nos travaux. De la même manière, nous avons effectué un certain nombre de mesures de volume sur une partie des buses d'une tête XAAR318. Nous avons utilisé des gouttes d'huile DC704 de niveau de gris 8 (volume théorique 42pl), ce qui permet d'avoir une meilleure précision de mesure. Ces gouttes sont déposées de manière à ce qu'elles ne se touchent pas sur un substrat homogène et non mouillant et ont la forme d'une calotte sphérique, dont le volume peut être calculé par la mesure du rayon  $l$  et de la hauteur  $h$  de la calotte. La cartographie 3D de ce qui a été déposé sur le substrat a été examinée au profilomètre optique (Figure 103).

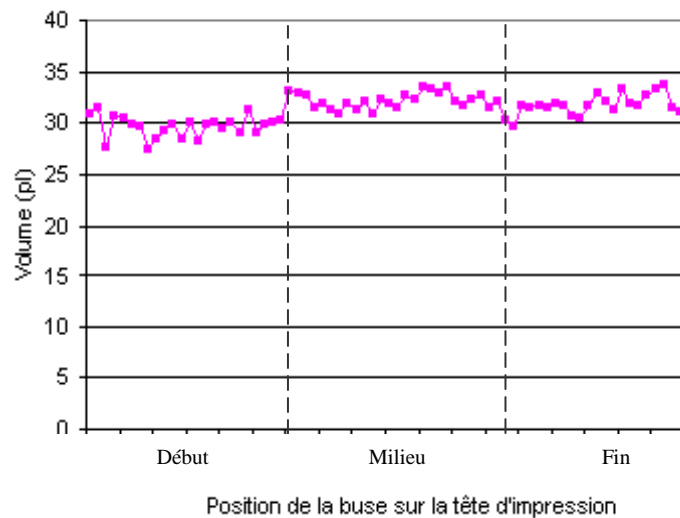
Ainsi, en considérant que la base de la goutte est un cercle, son volume est déterminé par la formule de calcul d'une calotte sphérique :

$$V = \frac{\pi}{6} h \sqrt{l^2 + h^2} \quad \text{III-1}$$



**Figure 102 - Goutte observée au profilomètre optique**  
**Mesure horizontale et verticale du diamètre et de la hauteur de la goutte**

Pour avoir une image de la dispersion du volume des gouttes éjectées sur l'ensemble de la tête, les mesures ont été réalisées sur les gouttes éjectées par les deux extrémités et le centre de la tête d'impression (Figure 104).



**Figure 103 - Dispersion du volume des gouttes sur les buses d'une tête XAAR318**

Position de la buse	Volume moyen (pL)	Ecart type (pL)	Précision absolue (+/- pL)	Précision absolue (+/- %)
Début	29,6	1,0	2,1	7,2
Milieu	32,5	0,7	1,0	3,1
Fin	31,7	1,0	2,0	5,3
Ensemble	31,2	1,5	3,7	11,9

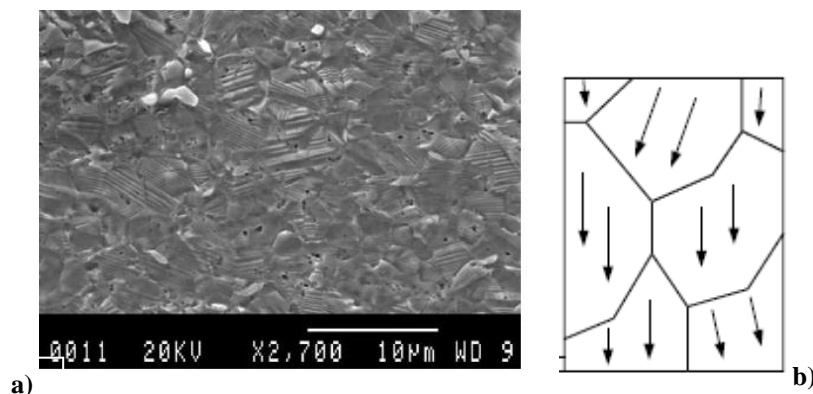
**Tableau 7 - Dispersion de volume des gouttes en fonction de la position de la buse**



Nous pouvons constater que le volume moyen mesuré vaut 31,2 pl (à la précision de mesure près) ce qui est loin des 42 pl annoncés par le fabricant des têtes XAAR. Ce résultat n'est pas surprenant puisque comme nous l'avons démontré dans le chapitre 2, le volume des gouttes dépend des propriétés rhéologiques du liquide déposé et des paramètres d'éjection utilisés (température, tension appliquée au PZT).

De plus, il existe une certaine dispersion de volume sur l'ensemble de la tête d'impression (Tableau 7) notamment dans la partie centrale de la tête où le volume moyen des gouttes éjectées par les buses est plus élevé qu'aux extrémités. Ceci peut s'expliquer par le fait qu'au centre de la tête, l'énergie créée par l'échauffement des actionneurs piézoélectriques est moins facilement dissipée, ce qui a tendance à faire baisser la viscosité du fluide contenu dans les canaux et donc à augmenter le volume et la vitesse des gouttes formées.

La forte dispersion d'une buse à l'autre peut aussi s'expliquer par le fait que la céramique piézoélectrique dans laquelle sont taillés les canaux, est constituée de multicristaux présentant des orientations et des propriétés sensiblement différentes (Figure 105). Ainsi chaque canal ne réagit pas exactement comme ces voisins lorsqu'il est soumis à un champ électrique et va donc produire une goutte avec des propriétés sensiblement différentes.



**Figure 104 - a) Micrographie MEB illustrant les différents cristaux de la céramique PZT <sup>[8]</sup>**  
**b) Schématisation de l'orientation de cristaux du PZT après polarisation <sup>[8]</sup>**

De plus, le scan d'un échantillon réalisé en encre UV Cyan par une tête XAAR318 (résolution native 150dpi), sur une microstructure carrée dont le pas des cuves est égal au pas des buses, montre bien la dispersion de volume entre les buses (Figure 106). Le remplissage des cuves ayant été effectué avec des petites gouttes (de niveau de gris 2), par impression classique en 8 passages de la tête d'impression décalés de 21,2 μm (1200dpi en Y), cela signifie que chaque colonne de cuves a été remplie par une ou deux buses au maximum.

Les variations verticales d'intensité de coloration présentent sur cet échantillon démontrent la dispersion volumique du dépôt réalisé.



Figure 105 - Dispersion des volumes buse à buse

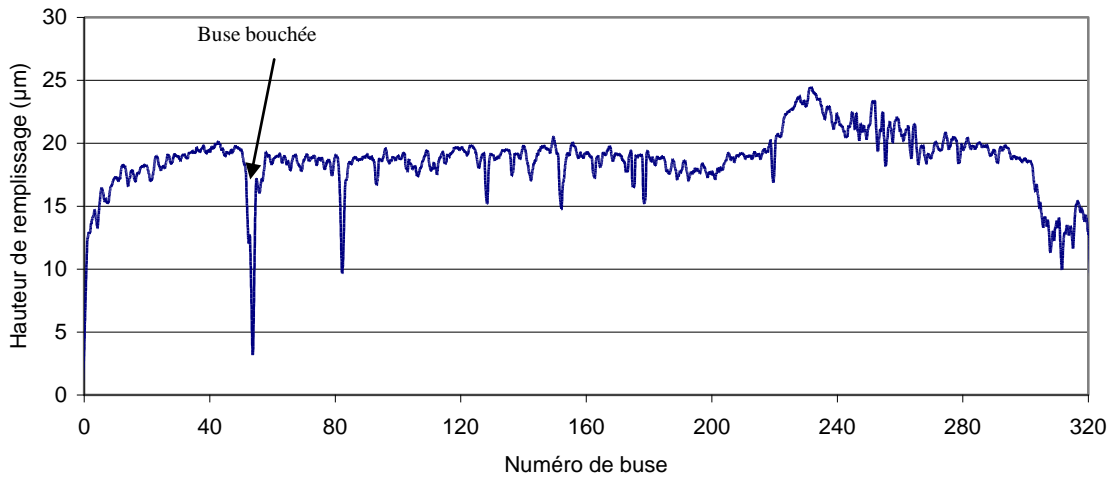


Figure 106 - Profil de dispersion de la hauteur de remplissage

La représentation du profil de dispersion de la hauteur de remplissage (figure 107) de la microstructure, confirme la forte inhomogénéité des volumes des petites gouttes. Ainsi, nous avons mis en évidence la dispersion de volume d'une buse à l'autre aussi bien pour les grosses que pour les petites gouttes.

## 2 - *Disfonctionnement des buses*

Un autre paramètre intervenant dans l'inhomogénéité du remplissage est le disfonctionnement des buses qui peut provenir soit d'une buse bouchée, soit d'une buse dont la trajectoire d'éjection est déviée <sup>[9]</sup>.

### 2.1 - Buses bouchées

En ce qui concerne les buses bouchées, il existe deux origines possibles:

- La présence de poussières : celles-ci peuvent boucher partiellement ou totalement les buses. Elles peuvent provenir de résidus de fabrication, de pigments ou de particules contenus dans les liquides. Pour éviter d'introduire des particules dans les canaux, tous les liquides sont filtrés avant d'être utilisés dans la tête d'impression. Il est recommandé d'utiliser des filtres correspondant à 1/10 du diamètre de l'orifice des buses. Par exemple, pour nos têtes d'impression dont le diamètre est égal à 27 $\mu$ m, le filtre ne doit donc pas laisser passer les particules plus grosses que 2,7 $\mu$ m.

- La présence de bulles d'air : ces bulles dans les canaux peuvent être à l'origine d'un dysfonctionnement du jet, car elles ont tendance à absorber les ondes acoustiques qui déclenchent l'éjection des gouttes. Les bulles d'air sont généralement présentes dans le liquide au niveau de la seringue, il est donc conseillé de faire dégazer le liquide dans un bain à ultrasons, avant de le mettre dans la seringue. Elles peuvent aussi être absorbées au niveau de l'orifice de sortie des buses si celui-ci présente un défaut comme une rayure ou si la tension de surface du liquide n'est pas bien adaptée.

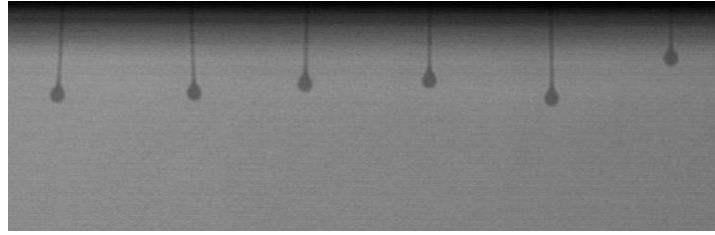
Dans les deux cas, il est possible d'éliminer la source du dysfonctionnement en purgeant la tête d'impression, c'est-à-dire en forçant le liquide à s'écouler par l'orifice en appliquant une surpression dans le canal.

En impression classique, le bouchage des buses implique un important défaut de remplissage localisé. Ceci s'explique par le fait que la buse bouchée n'imprime pas k lignes consécutives, ce qui génère une ligne de cuve vide ou très sous remplie (Figure 105 et 106).

Malheureusement, des buses sont fréquemment bouchées sur des têtes comportant 300 à 700 buses, toutes précautions de propreté et de maintenance pour conserver les buses opérationnelles sont donc nécessaires.

## **2.2 - Buses déviées**

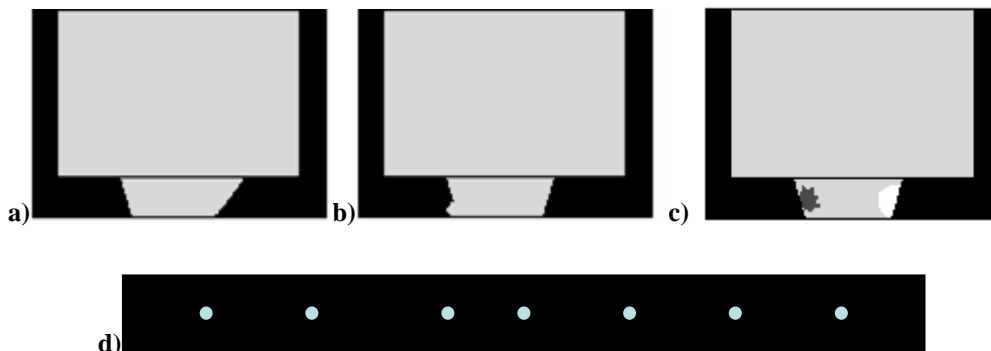
Les raisons qui font qu'une buse éjecte de travers (figure 108) peuvent être classées en deux catégories : les origines intrinsèques à la tête qui sont non modifiables, et les origines externes que l'utilisateur peut éliminer.



**Figure 107 - Photo de gouttes éjectées de travers lors de leur sortie des buses  
Image obtenue avec le système de visualisation stroboscopique**

- Les origines intrinsèques sont principalement dues aux défauts de fabrication de l'orifice (Figure 109). L'orifice peut ne pas être parfaitement axisymétrique, ou avoir un défaut de rugosité (microcavité). Le traitement de surface de l'orifice peut ne pas être homogène et créer un défaut de mouillabilité qui va dévier le liquide. Enfin, la position des buses peut ne pas être totalement maîtrisée lors de la fabrication. Malheureusement, l'utilisateur ne peut pas simplement corriger ces défauts.

- Les défauts externes sont comme pour le bouchage des buses dus principalement à la présence de poussières et de bulles d'air (figure 109-c) qui vont obstruer partiellement l'orifice des buses et diriger le liquide éjecté dans une direction privilégiée. Ils peuvent être aussi causés par des rayures du polyimide, présent à la sortie des buses, occasionnées lors de la maintenance des têtes. Ces rayures changent la rugosité et la mouillabilité de la surface et peuvent donc dévier le liquide. Enfin, comme nous l'avons présenté dans le chapitre 2, la déviation des gouttes peut être due à un mauvais paramétrage de l'impression, qui génère une faible vitesse d'éjection des gouttes. Ces dernières seront alors susceptibles d'être entraînées par les fluctuations d'air générées par le déplacement du substrat.



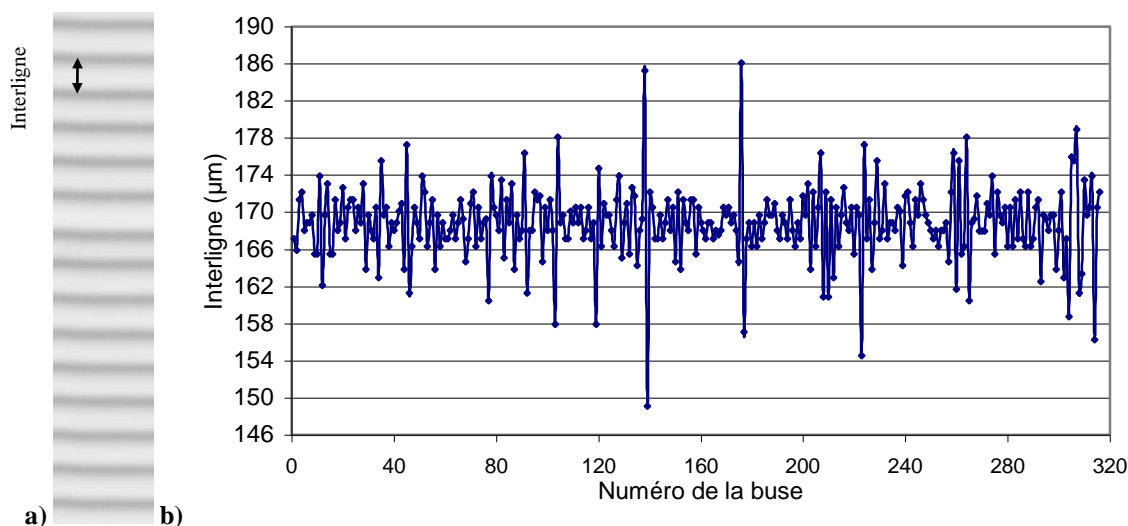
**Figure 108 - Schémas de l'orifice des buses - Causes de la déviation des jets  
lors de l'impression jet d'encre**

a) Défaut de symétrie, b) Défaut de rugosité, c) Poussières et bulles d'air, d) Défaut de positionnement

Les fabricants de têtes jet d'encre indiquent en général une précision de dépôt en mrad/mm. Concernant les têtes XAAR utilisées ici, la précision donnée est de 14 mrad/mm, c'est-à-dire que la majorité des gouttes sortant des buses doivent tomber dans un disque de  $7\mu\text{m}$  de rayon autour de sa position théorique lorsque le substrat est à 1 mm sous la tête d'impression.

Afin de vérifier les spécifications du constructeur, nous avons imprimé 318 lignes à 150dpi avec une tête XAAR318 (chaque buse imprime une ligne), avec une encre UV Cyan sur un papier d'impression en qualité photo afin de bien figer chaque ligne. Le substrat a été placé à 1mm de la sortie des buses et les paramètres d'impression ont été optimisés (vitesse d'éjection de 6m/s) afin d'éliminer les causes de déviation dues à la faible vitesse d'éjection des gouttes.

Le traitement informatique du scan à haute résolution de l'image obtenue, nous a permis de mesurer la distance interligne sur l'ensemble de l'image (Figure 110) et ainsi de cartographier la tête d'impression. Nous avons déterminé les positions théoriques de chacune des buses et déduit l'écart type et l'écart absolu sur la précision de positionnement des lignes imprimées.



**Figure 109 - a) Partie de l'image scannée de la cartographie de la tête d'impression  
b) Mesure des distances entre les lignes imprimées à 150dpi par une tête XAAR318  
pour une distance d'impression de 1mm**

Cette mesure démontre que la distance moyenne entre les lignes varie autour de  $169\mu\text{m}$  et que l'erreur relative entre la position théorique des lignes et la position réelle est de  $\pm 3,9\mu\text{m}$ , ce qui correspond à une précision de dépôt de 7,8 mrad/mm, meilleure que la

précision annoncée. Cependant, en écart absolu, certaines gouttes peuvent tomber jusqu'à 20,5µm de leur position théorique, ce qui représente un défaut de positionnement non négligeable pour le remplissage de nos microstructures.

Malheureusement, en impression classique, les défauts causés par les buses déviées, vont créer une erreur tous les 169,3µm pour la tête XAAR318 et tous les 70,5µm pour la tête XAAR760. En effet, le calcul du décalage par translation en Y entre chaque passage est basé sur la distance théorique entre les buses qui est supposée constante. Or si celle-ci varie, cela va créer un défaut d'impression à chaque transition entre deux buses (Figure 111).

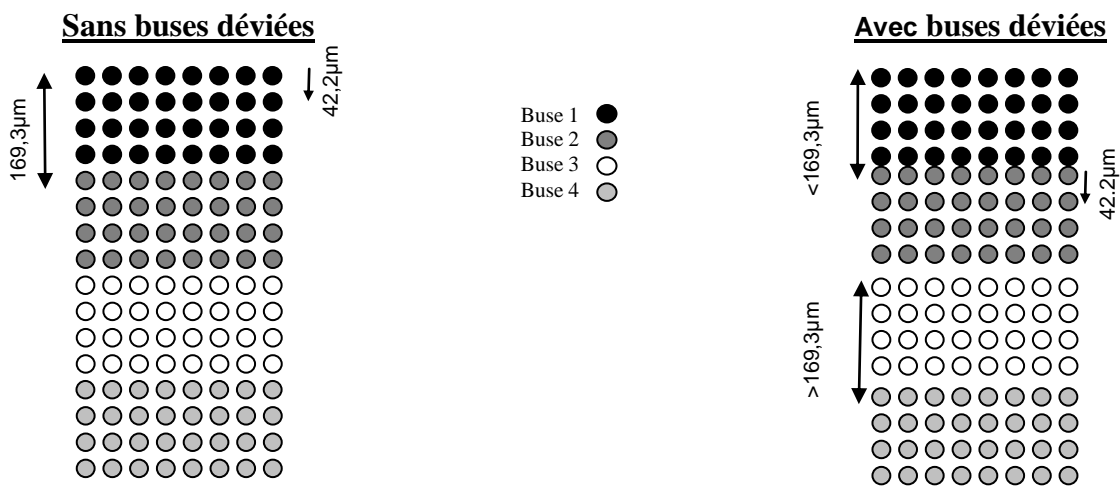


Figure 110 - Schématisation des défauts créés par la déviation des buses pour une impression classique à 600dpi avec une tête XAAR318 et un décalage de  $d_y=42,2\mu\text{m}$  entre chaque passage de tête

### 3 - Moiré

Nous avons observé un défaut visuel après remplissage de nos cuves, appelé effet de moiré. Ce défaut est illustré par la figure 112 qui est une image scannée d'une microstructure aléatoire à base carrée, remplie en encre UV Cyan par une tête XAAR318. Sur cette image, des bandes bleues plus foncées peuvent être observées à intervalles réguliers. Le moiré provient du battement de fréquence <sup>[10]</sup> créé par la superposition de deux phénomènes de fréquences spatiales proches ( $f_1$  et  $f_2$ ). Cette superposition génère un nouveau phénomène périodique comportant deux fréquences

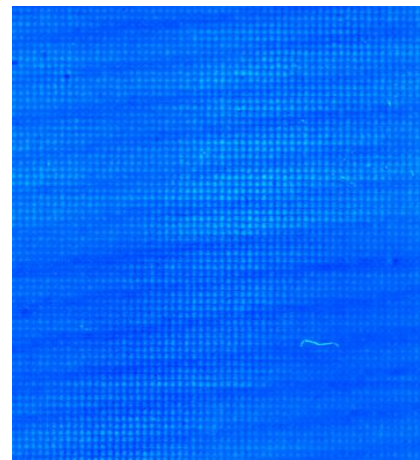
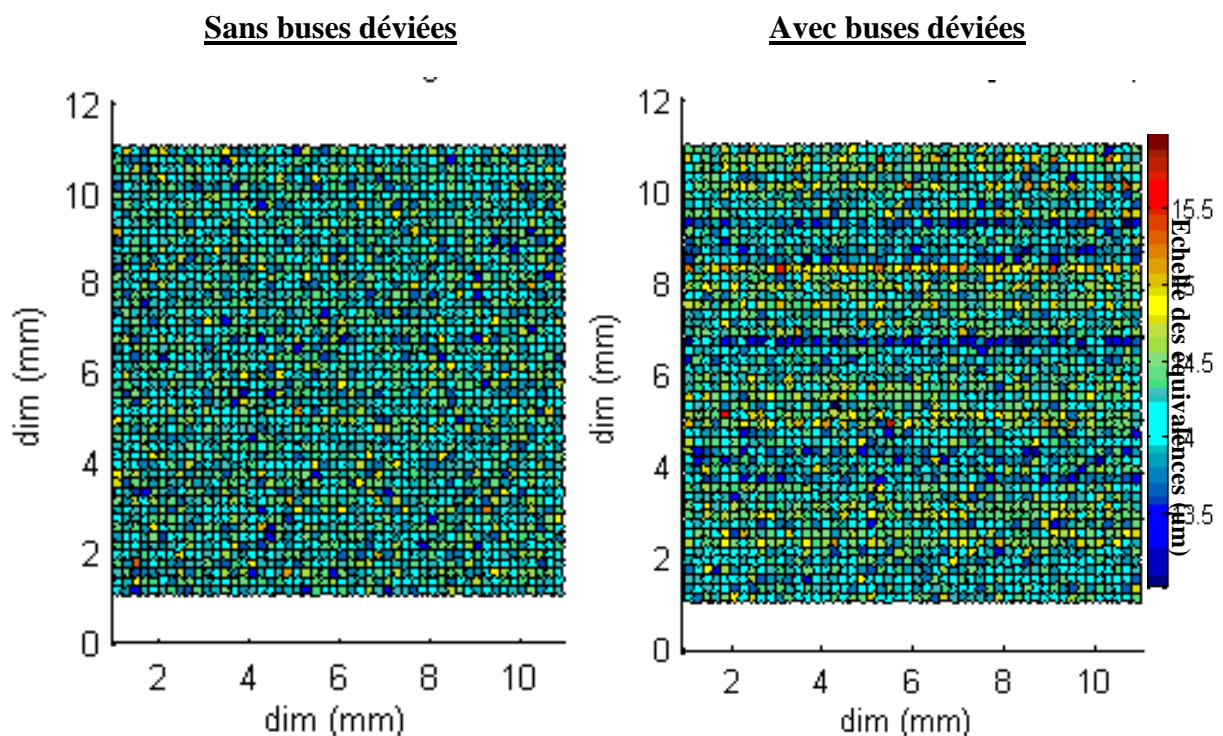


Figure 111 - Observation du moiré sur une microstructure aléatoire à base carrée

particulières égales à  $|f_1 + f_2|$  et  $|f_1 - f_2|$ . En général, seul le phénomène de moiré de fréquence  $|f_1 - f_2|$  est visible, car sa période est importante, alors que le phénomène de fréquence  $|f_1 + f_2|$  a une période plus faible que celles des réseaux initiaux et est donc difficile à distinguer.

Des simulations réalisées sur Matlab par Julien DUCHENE <sup>[11]</sup>, lors de son stage de fin d'études, ont démontré que les inhomogénéités liées au phénomène de moiré sont dues à la déviation des gouttes éjectées par certaines buses (Figure 113).



**Figure 112 - Simulation de remplissage d'une microstructure aléatoire à base carrée ( $d_c = 200\mu\text{m}$ ) par une tête d'impression XAAR318**

Ces simulations illustrent le remplissage d'une microstructure aléatoire à base carrée ( $d_c = 200\mu\text{m}$ ), par une tête XAAR318 de résolution native 150dpi. L'impression est réalisée par remplissage statistique à une résolution d'impression 1270x1200dpi en  $k=8$  passages décalés de  $d_y = 21,16\mu\text{m}$  (équation I-9). L'image de gauche simule une impression avec une tête parfaite dont les buses ne sont pas déviées et l'image de droite simule une impression avec une tête réelle présentant des défauts tous les  $169,3\mu\text{m}$ .

Ces simulations montrent que si toutes les buses éjectent parfaitement des gouttes à chaque passage, la fréquence spatiale des lignes imprimées  $f_1 = 47619 \text{ mm}^{-1}$  (pour une période

$T_1=21,16\mu\text{m}$ ) étant éloignée de la fréquence des cuves  $f_2=5000\text{Hz}$  (pour une période  $T_2=d_c=200\mu\text{m}$ ), le phénomène de moiré n'apparaît pas. Tandis que dans les conditions réelles d'impression, un défaut de positionnement des lignes imprimées est généré tous les  $169,3\mu\text{m}$  pour une fréquence spatiale de  $f_1'=5907,7\text{ mm}^{-1}$ , quelle que soit la résolution d'impression en Y. Le phénomène de moiré devrait alors apparaître à une fréquence de  $f_1'-f_2=907,7\text{ mm}^{-1}$ , c'est-à-dire tous les  $T_{\text{moiré}}=1,1\text{mm}$ , ce qui correspond à environ 5,5 cuves, que nous retrouvons sur la figure 112.

#### **4 - Rapport entre volume des cuves et volume des gouttes**

Les simulations Matlab réalisées par Julien DUCHENE <sup>[17]</sup> démontrent aussi l'importance du rapport entre le volume moyen des cuves ( $V_c$ ) et le volume moyen des gouttes ( $V_g$ ) sur la qualité du remplissage. En effet, même avec des buses non déviées et une dispersion nulle sur le volume des gouttes sur l'ensemble de la tête, si ce rapport est petit ( $V_c/V_g$ ), nous aurons un remplissage hétérogène de la microstructure (Figure 114).

L'ensemble de ces simulations d'impression met l'accent sur le fait qu'en remplissage statistique, plus le rapport  $V_c/V_g$  est grand plus le remplissage sera homogène. Nous ne pourrions donc obtenir un remplissage de nos microstructures de qualité qu'avec des petites gouttes. Or, nous avons tendance à diminuer la dimension caractéristique de nos microcuves afin d'améliorer la discrétisation de la phase de nos profils optiques. Il sera donc nécessaire dans le futur d'utiliser des têtes d'impression éjectant des gouttes de plus en plus petites.

Dans l'état actuel du projet, nous utilisons des têtes d'impression dont le volume moyen théorique des gouttes est de 6pl pour la tête XAAR318 et 8pl pour la tête XAAR760. Or, en tenant compte de ces simulations nous savons que le rapport  $V_c/V_g$  reste trop petit pour remplir parfaitement nos microstructures, et que par ailleurs même dans le cas idéal, nous aurons une dispersion de nos hauteurs de remplissage. Ainsi, dans l'attente d'avancées technologiques des constructeurs de tête d'impression nous permettant d'avoir des plus petites gouttes, nous nous sommes focalisés sur la minimisation des défauts d'impression.



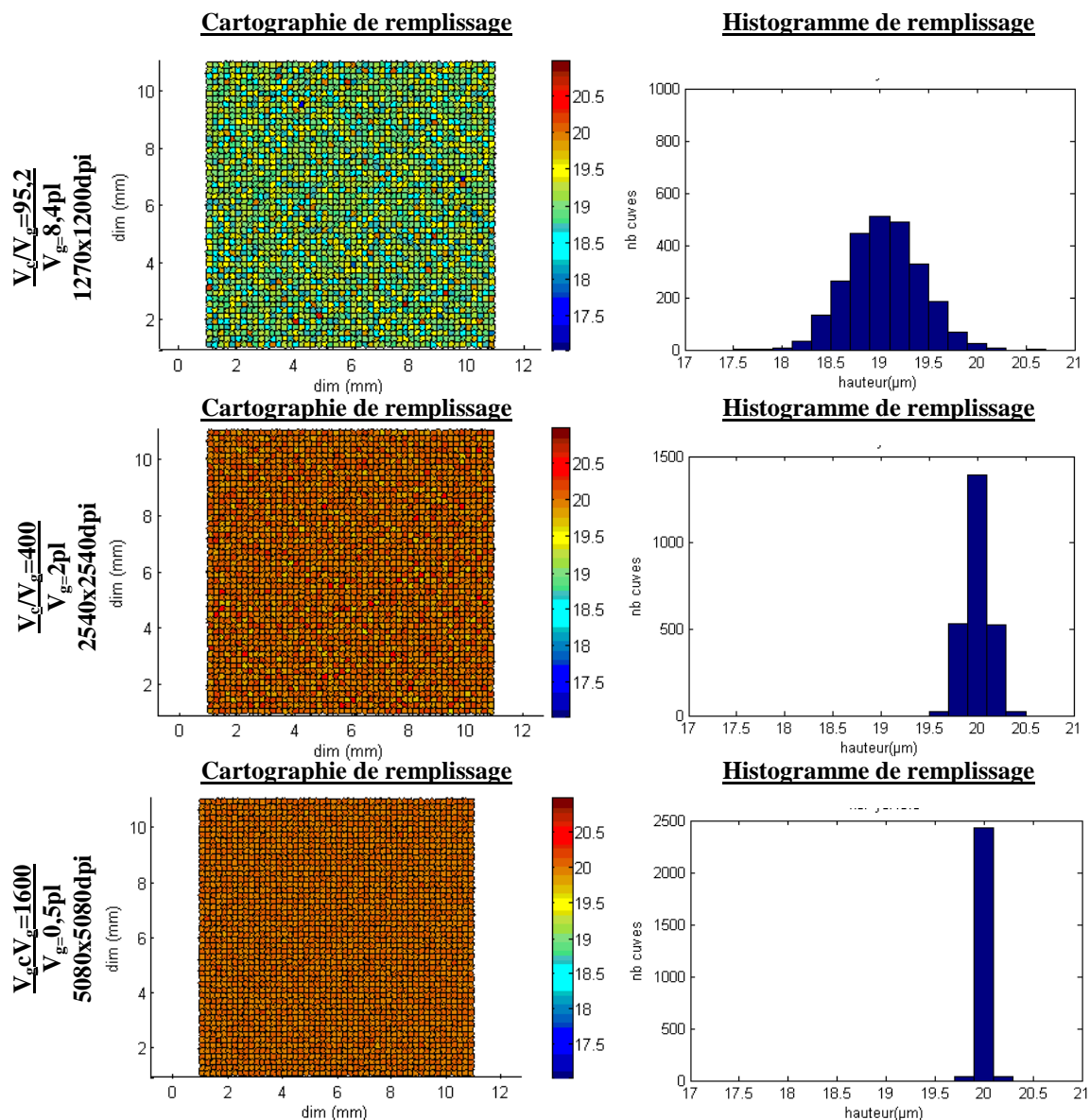
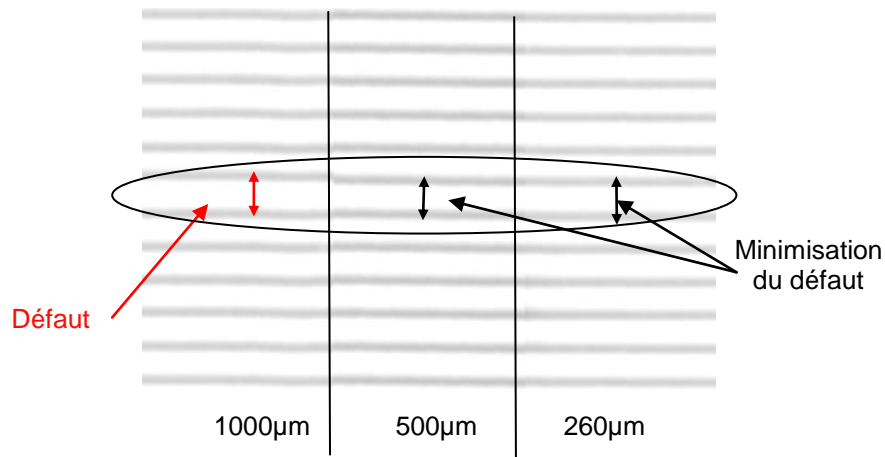


Figure 113 - Simulations d'impression sans disfonctionnement des buses et avec des gouttes de volume constant pour différents rapports  $V_c/V_g$  (Résolution d'impression adaptée au volume des gouttes)  
Microstructure aléatoire à base carrée ( $d_c=200\mu\text{m}$  et  $h=20\mu\text{m}$ )

## IV - Optimisation du remplissage

### 1 - Correction des buses déviées

Dans l'objectif d'optimiser le remplissage, une des premières solutions proposées est la limitation de l'impact des buses déviées. Pour cela, nous avons rapproché la tête d'impression le plus près possible du substrat.



**Figure 114 - Comparaison des intervalles entre les lignes imprimées par une tête XAAR318 (150dpi) à différentes hauteurs d'impression**

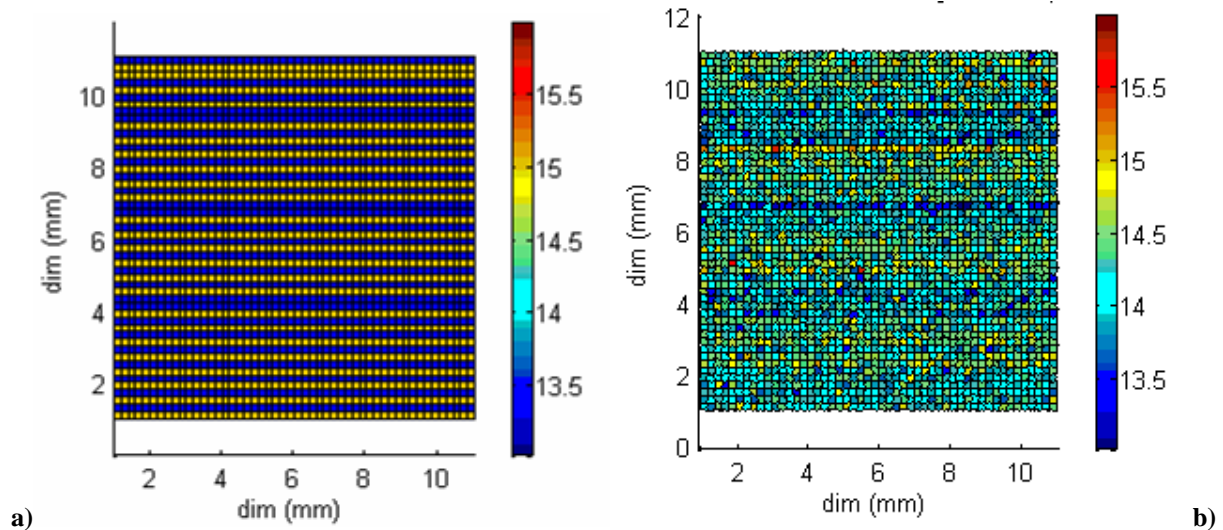
Pour mettre en évidence l'effet de la diminution de la distance d'impression sur la déviation des jets, nous avons imprimé 318 lignes d'encre UV bleue sur du papier, avec une tête XAAR318, à différentes hauteurs d'impression entre le substrat et la tête (Figure 115). Ainsi, on voit nettement que le défaut de positionnement existant pour une impression à 1mm disparaît peu à peu lorsque nous rapprochons la tête du substrat.

## **2 - Suppression du moiré**

Un deuxième défaut d'inhomogénéité du remplissage est l'effet du moiré. Pour le faire disparaître ou limiter son impact visuel, une des solutions est de s'affranchir de l'effet du à la superposition des deux réseaux de fréquences proches en jouant sur la forme des microstructures mais également sur l'angle d'impression.

### **2.1 - Forme géométrique des microstructures**

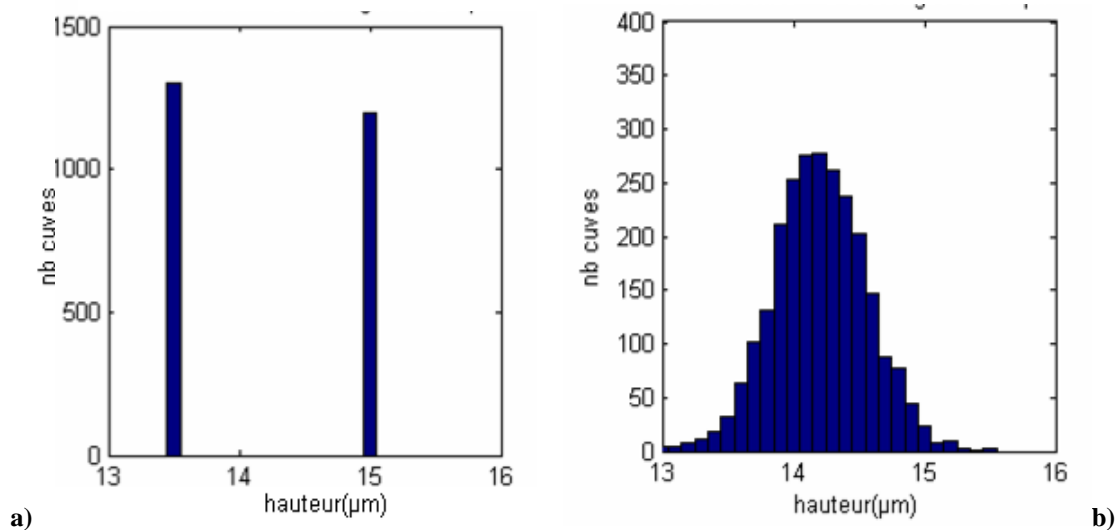
L'introduction de désordre dans le dessin des microstructures permet d'effacer les symétries, atténuant ainsi l'effet de moiré. Ceci est illustré par des simulations de remplissage réalisées sur une microstructure carrée et une microstructure aléatoire à base carrée de dimension caractéristique identique (Figure 116).



**Figure 115 - Simulations Matlab du remplissage a) microstructure carrée ( $d_c=200\mu\text{m}$ )**

**b) microstructure aléatoire à base carrée ( $d_c=200\mu\text{m}$ )\_ Simulation d'une impression à 1270x1200dpi**

Ces simulations démontrent que le phénomène de moiré est plus intense sur la structure carrée, présentant beaucoup de symétries. De plus, l'histogramme de répartition du volume de remplissage de cette dernière présente deux pics bien distincts, tandis que pour la microstructure aléatoire, la répartition du remplissage est définie par une gaussienne (Figure 117). Nous montrons ainsi que pour une microstructure aléatoire, le volume déposé est mieux réparti, atténuant ainsi les défauts localisés et le rendu du moiré.



**Figure 116 -Histogrammes de répartition des volumes de remplissage des cuves**

**a) microstructure carrée et une b) microstructure aléatoire à base carrée**

De plus, l'utilisation de microcuves de type « mosaïques », définies à partir de diagrammes de Voronoï, permet d'éliminer toutes symétries. Quelle que soit leur orientation, ces microstructures ne présentent pas de fréquences spatiales particulières dans un axe bien défini, nous n'avons donc pas d'apparition de phénomène de moiré lors de leur remplissage. Cela justifie d'autant plus leur utilisation.

## **2.2 - Angle d'impression**

La fréquence du moiré dépend de l'angle  $\alpha$  entre les deux réseaux de fréquences proches <sup>[11]</sup>. Nous avons donc vérifié expérimentalement, qu'en introduisant un angle  $\alpha$  entre la direction d'impression et les axes privilégiés des microstructures, l'impact visuel du moiré était limité. Ainsi, dans certaines conditions, il est possible d'avoir une configuration des réseaux telle que les fréquences du moiré généré soient trop élevées pour que l'œil puisse les distinguer. Ce principe est appliqué dans l'industrie graphique lors de l'impression en quadrichromie <sup>[12]</sup>. Les pixels des images du cyan, magenta, et noir sont répartis selon différents algorithmes de tramage, de manière à ce que les directions principales des lignes de tramage forment des angles de 30° entre elles. Le jaune étant la couleur la moins intense, elle pose moins de problème de formation de moiré et est positionnée à un angle de 15° par rapport au noir.

## **3 - Evolution de la stratégie d'impression**

Suite aux problèmes d'homogénéité et de dysfonctionnement de buses rencontrés, une stratégie d'impression plus complexe a été testée, suivant deux approches.

La première est la *redondance* d'impression qui consiste à imprimer une même ligne de gouttes avec deux buses différentes (voire plus). La seconde est l'*interlacé* qui consiste, pour une impression à k fois la résolution native de la tête d'impression, à imprimer k lignes successives d'une image avec k buses différentes de la tête.

Ainsi, en mixant ces deux solutions techniques k lignes consécutives seront imprimées par 2k buses différentes. Une comparaison entre cette stratégie d'impression et la stratégie classique, présentée plus haut, est illustrée figure 118.

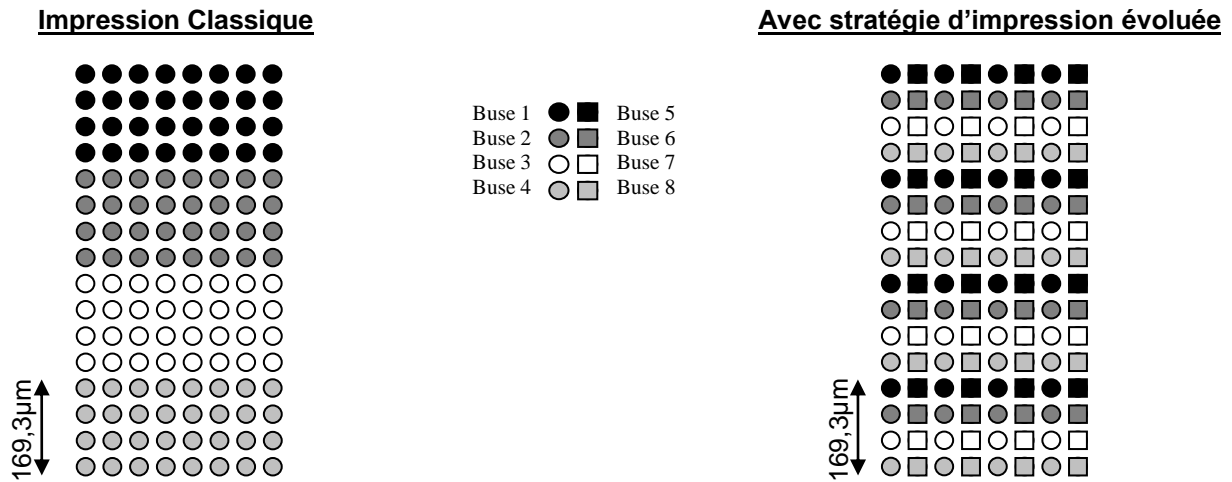


Figure 117 - Illustration d'une impression à 600dpi avec une tête XAAR318 (k=4) en impression classique et avec stratégie d'impression évoluée

Cette stratégie présente de nombreux avantages comme l'homogénéisation du volume de remplissage dans les cuves ou la minimisation de l'impact des buses bouchées sur la qualité du remplissage (Figure 119). Ainsi, une buse bouchée génèrera une ligne de cuves vides sur la structure remplie avec la stratégie classique, tandis que le volume manquant sera réparti sur un ensemble de cuves avec la nouvelle stratégie.

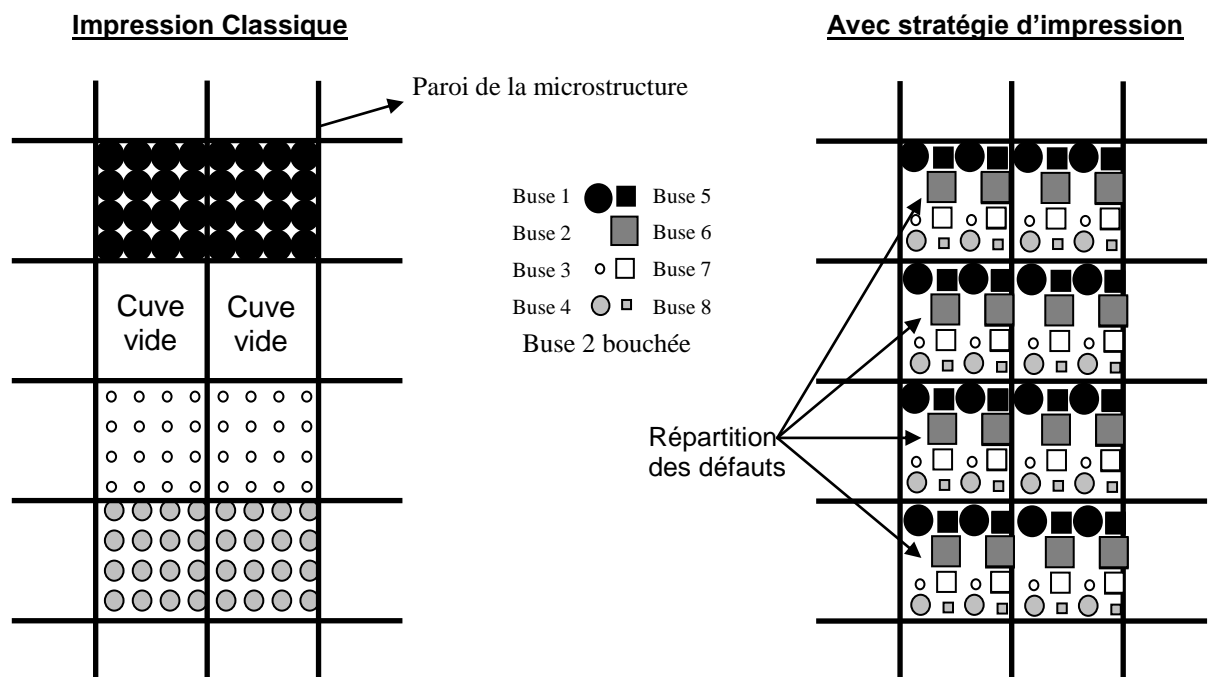


Figure 118 - Illustration de l'homogénéisation du volume de remplissage dans les cuves et de la minimisation de l'impact des buses bouchées sur la qualité du remplissage des cuves

Par ailleurs, nous n'avons plus d'apparition à intervalle régulier d'un défaut de positionnement dû à la déviation des buses à une fréquence proche de la fréquence de nos cuves. Par conséquent le phénomène de moiré n'intervient plus.

En réalité la quantité de matière déposée est la même avec les deux méthodes d'impression. Le volume manquant dû aux buses bouchées reste le même. Cependant la répartition des défauts de remplissage est plus étalée sur l'ensemble de la microstructure. Nous avons donc plus de défauts localisés, mais ils sont moins intenses et moins systématiques.

L'œil étant plus sensible aux phénomènes répétitifs et intenses, l'impact visuel des défauts dus à cette stratégie d'impression sera moins important que ceux provoqués par l'impression classique. Dans le milieu du graphisme, ce style de stratégie d'impression est utilisé pour améliorer le rendu visuel des impressions.

La figure 120 compare la qualité du remplissage d'une microstructure aléatoire à base carrée ( $d_c=200\mu\text{m}$  et  $h=20,8\mu\text{m}$ ) remplie par une encre UV transparente (FAU 114) avec une tête XAAR760 sans (a) et avec (b) cette stratégie d'impression. L'image b) présente moins de défauts ponctuels intenses ce qui signifie que le volume de remplissage est mieux réparti (Figure 121).



Figure 119 - Mesure DHM développée de la topologie de remplissage d'une partie de la microstructure remplie sans (a) et avec (b) stratégie d'impression

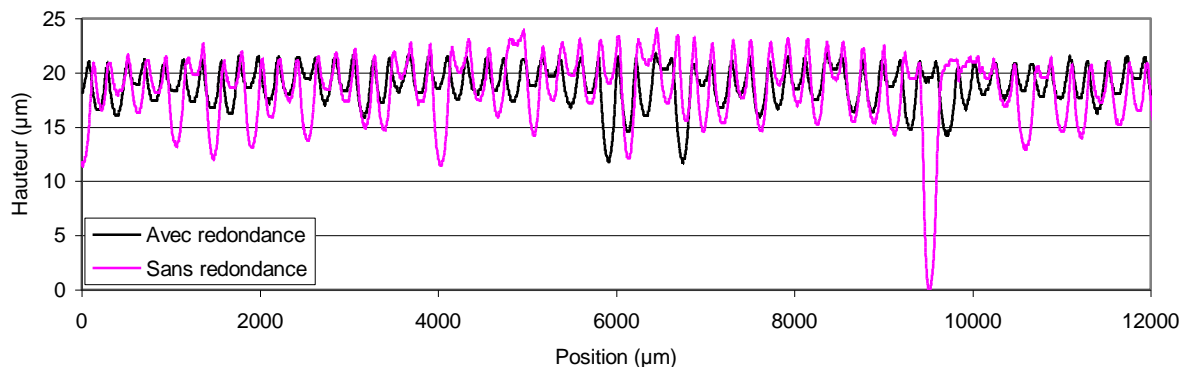


Figure 120 - Profils de remplissage de la microstructure remplie sans (a) et avec (b) stratégie d'impression

Cette stratégie d'impression évoluée présente tout de même un inconvénient important : la durée d'impression nécessaire augmente fortement en raison de la multiplication du nombre de passages de la tête d'impression aux différents endroits. Pour ce stade du projet ce détail est peu important, mais pourrait être un verrou pour une éventuelle mise en production.

Ainsi, ces différents outils d'optimisation, nous permettent d'obtenir des profils de remplissage corrects en attendant de minimiser la taille des gouttes. La diminution de la taille des gouttes devrait minimiser l'impact des défauts d'impression. Néanmoins, pour assurer un remplissage de qualité, il est probable que les outils présentés ci-dessus restent nécessaires quelle que soit la technologie de tête d'impression utilisée.

## **V - Gestion des volumes**

Pour rappel, l'objectif du projet est de réaliser des profils de phase sur des films microstructurés. Ces profils sont obtenus en contrôlant la variation spatiale de l'indice de réfraction, afin de moduler la front de l'onde lumineuse traversant le film pixellisé. Le contrôle de l'indice local de la microstructure est obtenu en gérant la proportion volumique d'un liquide d'indice  $n_1$  par rapport à un liquide d'indice  $n_2$  dans un mélange binaire. Chacun de ces constituants est déposé par une tête d'impression jet d'encre sur le substrat. Il est donc nécessaire de contrôler la répartition spatiale des gouttes déposées de chaque liquide sur la microstructure, pour générer le profil de phase désiré.

Ainsi, une fois l'éjection des gouttes et le procédé de remplissage optimisés, nous avons développé un protocole d'impression permettant de transformer un profil de phase (ou profil d'indice de réfraction) en une image compréhensible par le logiciel de gestion des têtes d'impression et permettant de gérer le volume de dépôt de chaque liquide. Dans les imprimantes de bureau, quel que soit le logiciel de création d'image, cette transformation est nécessaire pour être compréhensible par la machine. En général, l'outil de transformation informatique, appelé "Raster Image Processor", est intégré à l'imprimante. Notre système n'étant pas équipé de ce genre d'outil, nous avons développé notre propre protocole de transformation d'image, adapté aux besoins spécifiques du projet.

## 1 - Variation d'indices de réfraction d'un mélange homogène

Au préalable, nous avons voulu vérifier la variation linéaire de l'indice de réfraction d'un mélange en fonction de la fraction volumique de ses constituants. En admettant que le mélange soit homogène dans la cuve, l'indice de réfraction d'une cuve remplie dépend alors de la proportion volumique d'un liquide par rapport à l'autre dans le mélange.

Il est possible de définir l'indice de réfraction d'un mélange (m) homogène de deux produits (1 et 2) d'après la loi de mélange de BRUGGEMAN <sup>[13]</sup> :

$$f_1 \frac{\tilde{n}_1^2 - \tilde{n}_m^2}{\tilde{n}_1^2 + 2\tilde{n}_m^2} + f_2 \frac{\tilde{n}_2^2 - \tilde{n}_m^2}{\tilde{n}_2^2 + 2\tilde{n}_m^2} = 0 \quad \text{V-1}$$

Avec  $\tilde{n} = (n - ik_a)$  où n est l'indice de réfraction et k le coefficient d'absorption,  $f_1$  et  $f_2$  sont les fractions volumiques du liquide 1 et 2 dans le mélange

Dans notre cas, les liquides sont transparents et n'absorbent pas, donc  $k_a=0$  et  $\tilde{n} = n$ .

La formule de BRUGGEMAN devient alors :  $f_1 \frac{n_1^2 - n_m^2}{n_1^2 + 2n_m^2} + f_2 \frac{n_2^2 - n_m^2}{n_2^2 + 2n_m^2} = 0 \quad \text{V-V-2}$

De plus, l'indice de réfraction des matériaux utilisés lors de mes travaux varie entre 1,3 et 1,7 pour une longueur d'onde  $\lambda=589\text{nm}$ . Si l'on trace la loi de variation de l'indice de réfraction du mélange de ces deux produits en fonction de la fraction volumique de A, nous obtenons la courbe présentée figure 122.

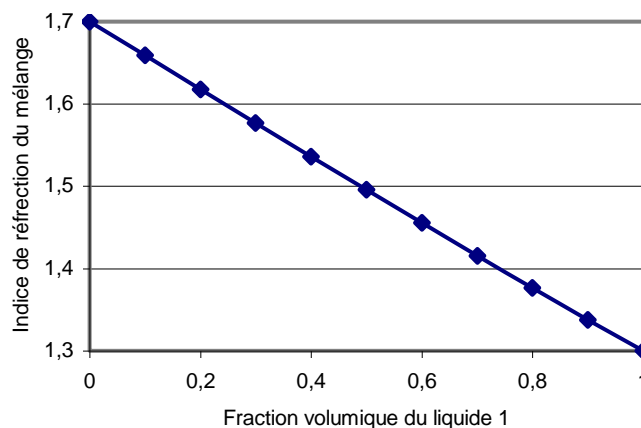


Figure 121 - Variation d'indice de réfraction d'un mélange de deux liquides d'indice  $n_1=1,3$  et  $n_2=1,7$  en fonction de la fraction volumique



Pour cette gamme d'indice de réfraction, la variation de l'indice du mélange est linéairement proportionnelle à la fraction volumique des liquides. Cette relation a été vérifiée pour le mélange de nos huiles et de nos encres transparentes, présentées au chapitre 2. La variation linéaire de l'indice de réfraction facilite la maîtrise de l'indice de réfraction local de la microstructure et la définition de notre protocole de transformation d'image.

Nous avons alors établi la relation linéaire suivante:

$$n_m = f_1(n_1 - n_2) + n_2 \quad \text{V-3}$$

## **2 - Densité surfacique de gouttes**

La première étape du protocole développé consiste à définir la densité surfacique de goutte nécessaire pour remplir une microstructure donnée. Le volume de la microstructure à remplir dépend de la hauteur des murs (variant de 18 à 22 $\mu\text{m}$  d'un film microstructuré à l'autre), et de sa forme géométrique. En effet, le pourcentage de surface recouverte par les murs de la microstructure augmente quand sa dimension caractéristique ( $d_c$ ) diminue.

Par ailleurs, n'ayant pas de méthode pour caractériser précisément le volume moyen des gouttes éjectées par l'ensemble des buses d'une tête d'impression, nous avons développé une démarche expérimentale permettant de déterminer le nombre de gouttes nécessaires pour remplir correctement 1 $\text{cm}^2$  d'une microstructure de forme géométrique connue et de hauteur  $h$ .

Pour cela nous utilisons une microstructure référence (pour chaque type de microstructure), dont la hauteur moyenne de mur a été caractérisée précisément au profilomètre mécanique, sur laquelle est imprimée une image de 1 $\text{cm}^2$  dont chaque pixel représente une goutte éjectée et ce pour différentes résolutions d'impression ( $r_x$  et  $r_y$ ).

En déterminant la résolution d'impression à laquelle le remplissage des microcuves est le meilleur, il est possible de connaître le nombre de gouttes qui ont été déposées sur la zone de 1 $\text{cm}^2$  correspondante et de revenir à la densité de goutte ( $D_{1\mu\text{m}}$ ) nécessaire pour remplir une épaisseur de 1 $\mu\text{m}$  de cette microstructure.

$$D_{1\mu\text{m}} = \frac{r_x \cdot r_y}{2,54^2} \cdot \frac{1}{h} \quad \text{V-4}$$

Cette démarche est réalisée pour chaque nouveau produit, dont l'éjection a été optimisée. Par la suite, il suffira de connaître les caractéristiques de la microstructure utilisée

(forme,  $d_c$  et  $h$ ) et de multiplier la densité  $D_{1\mu m}$  correspondante par la hauteur  $h$  afin de déterminer le nombre de gouttes  $D_l$  nécessaire pour remplir  $1\text{cm}^2$  de cette microstructure avec ce liquide.

### 3 - Définition du profil de phase

Les profils de phase, définissant la fonction optique souhaitée, sont calculés par Céline PASANAU [3] dans son travail de thèse à l'institut d'optique de Paris. Ils sont calculés pour une hauteur  $h$  de microstructure, une longueur d'onde donnée et une variation d'indice de réfraction donnée ( $\Delta n = n_1 - n_2$ ). Ils définissent les valeurs locales ( $n_m$ ) et les variations spatiales de l'indice de réfraction d'après l'équation V-3.

Le profil calculé est ensuite converti en image BMP à 256 niveaux de gris (Figure 123) en choisissant pour référence un des deux liquides d'indice (ici liquide 1). La valeur de niveau de gris de chaque pixel correspond alors au pourcentage volumique de liquide 1 qu'il faut retrouver dans le mélange binaire à la position de ce pixel dans l'image. Un pixel de niveau 0 (noir) correspond à 100% de liquide 1 et 0% de liquide 2, donc à un indice de réfraction égal à  $n_1$ . Alors qu'un pixel de niveau 255 (blanc) correspond à 0% de liquide 1 et 100% de liquide 2, donc à un indice de réfraction égal à  $n_2$ . La conversion de la valeur de l'indice de réfraction local en une valeur de niveau de gris ( $niv$ ) correspondante est calculée par la formule suivante :

$$niv = 255 \left( 1 - \frac{n_m - n_2}{n_1 - n_2} \right) \quad \text{V-5}$$

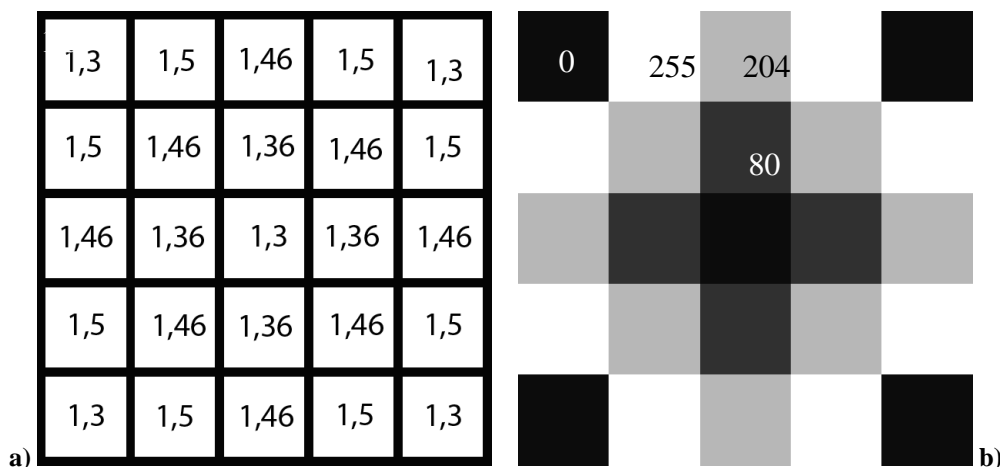


Figure 122 - a) Profil de phase souhaité (valeurs indiquées = indices de réfraction) avec  $n_1=1,3$  et  $n_2=1,5$   
 b) Profil de phase converti en image en 256 niveaux de gris (valeurs indiquées =niveaux de gris)


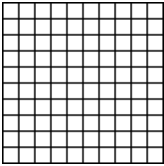

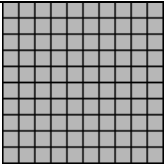

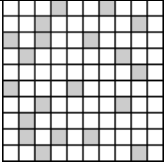
Cette image pourrait être transmise directement à la tête d'impression, cependant, celle-ci travaillerait en mode "niveaux de gris" (Greyscale : génération de différentes tailles de goutte), ce qui n'est pas souhaitable pour avoir une bonne gestion de la répartition des volumes. Une étape de transformation supplémentaire est nécessaire pour faire en sorte que la tête d'impression travaille en mode binaire.

#### **4 - Procédé de tramage**

La maîtrise de la répartition des gouttes des deux liquides d'indices de réfraction  $n_1$  et  $n_2$  à notre disposition nous permet de définir la proportion volumique d'un liquide par rapport à l'autre sur le substrat et ainsi de définir l'indice de réfraction local de la microstructure. L'utilisation de la tête d'impression en mode binaire impose de transformer l'image à 256 niveaux de gris en une image binaire contenant seulement des pixels blancs (pas de goutte) et des pixels gris (pour avoir les plus petites gouttes: niveau de gris 218 pour la XAAR318 et niveau de gris 204 pour la XAAR760). La dynamique de variation des indices de réfraction est conservée en maîtrisant la répartition spatiale des pixels gris et des pixels blancs. Pour cela, nous devons transformer chaque pixel de l'image de départ en une matrice de pixels contenant une proportion variable de pixels gris en fonction du niveau de gris du pixel de départ. Le logiciel développé permettant d'effectuer cette transformation est appelé un programme de tramage et la matrice de pixels utilisée est la cellule de trame.

Le tableau 8 présente le principe du tramage de l'image pour une cellule de trame de 10x10pixels.

*\* Remarque importante: Un quadrillage noir a été ajouté aux illustrations des matrices de tramage, afin de faciliter la visualisation des pixels. Bien entendu, les images tramées réelles ne contiennent pas ce quadrillage. Ceci est valable pour toutes les images présentées dans ce paragraphe.*

Pixel de l'image de départ	Niveau de gris	Cellule de trame du liquide référence	Nombre de gouttes dans la cellule	Taux de remplissage de la zone
	255		0/100	0%
	0		100/100	100%
	204		20/100	20%

**Tableau 8 - Principe de conversion du tramage**

Dans un premier temps, nous avons choisi de répartir les pixels gris dans la matrice de manière aléatoire. Il sera cependant nécessaire ultérieurement d'étudier d'autres modes de répartition.

#### 4.1 - Définition de la cellule de trame

La matrice définit une cellule de trame dont la taille dépend de la dimension caractéristique de la microstructure ( $d_c$ ) et de la résolution d'impression. La cellule de trame correspond à la plus petite zone sur laquelle l'indice de réfraction local va être calculé. En remplissage statistique, l'aire de cette cellule de trame doit être inférieure ou égale à l'aire moyenne des cuves de la microstructure, pour obtenir une bonne discrétisation de la phase et une minimisation des défauts de remplissage.

Plus la résolution d'impression est grande, plus le nombre de pixels et les possibilités de répartition des pixels gris dans la matrice de trame sont importants. Il est donc préférable de toujours travailler à la plus haute résolution possible. Nous avons donc fixé la résolution d'impression à 2900x720dpi ( $r_x \times r_y$ ) pour une vitesse de déplacement du substrat de 70mm/s et une fréquence d'impression de 7992 Hz pour la tête XAAR760 (fréquence maximale admise 8000 Hz).

*Remarque: Nous nous sommes limités à  $r_y=720dpi$  pour réduire le temps d'impression, car en remplissage statistique avec stratégie d'impression évoluée,*

*l'augmentation de la résolution en Y entraîne l'augmentation du nombre de passages nécessaires et un allongement considérable du temps d'impression. Dans le futur, avec la diminution de la taille des gouttes et de la taille des cuves, nous devrons sans doute passer à  $r_y = 1440\text{dpi}$  voire à  $r_y = 2880\text{dpi}$  pour augmenter la densité des gouttes*

Dans un premier temps, nous avons choisi de définir, pour chaque forme géométrique, la taille de la cellule de trame ( $S_{trame}$ ) comme une surface carrée d'aire égale au carré de la distance caractéristique ( $d_c$ ) de la microstructure à remplir.

Pour une impression sur une microstructure aléatoire à base carrée avec  $d_c = 200\mu\text{m}$  de coté, nous définissons une zone de trame carrée avec  $S_{trame} = d_c^2 = 4.10^{-2} \text{ mm}^2$ . Pour une microstructure mosaïque de dimension caractéristique égale à  $d_c = 75\mu\text{m}$ ,  $S_{trame} = 5,625.10^{-3} \text{ mm}^2$ .

Le nombre de pixels dans chaque axe ( $Nt_x$  et  $Nt_y$ ) de la matrice est alors calculé par ( $d_c$  en micromètres):

$$Nt_x = \text{partie entière} \left( \frac{d_c \cdot r_x}{25400} \right) \text{ et } Nt_y = \text{partie entière} \left( \frac{d_c \cdot r_y}{25400} \right) \quad \text{V-6}$$

Dans notre cas,  $r_x = 2900\text{dpi}$  et  $r_y = 720\text{dpi}$ , d'où :

- Pour une microstructure aléatoire à base carrée avec  $d_c = 200\mu\text{m}$ :

$$Nt_x = 23 \text{ et } Nt_y = 6$$

- Pour une microstructure mosaïque avec  $d_c = 75\mu\text{m}$ :

$$Nt_x = 9 \text{ et } Nt_y = 2$$

Le nombre de pixels maximal que la matrice de trame peut contenir, ou le nombre de positions disponibles pour les pixels gris dans la matrice, est alors déterminé par  $Nt_x Nt_y$ .

D'après ces calculs, pour une résolution d'impression donnée, la taille de la cellule de trame (et donc le nombre de pixels de la matrice) diminue avec la taille de la microstructure. Or, la discrétisation de la phase implique la diminution des dimensions des microstructures. Ceci implique une diminution de la taille des gouttes déposées par jet d'encre, pour augmenter la densité de gouttes par  $\text{cm}^2$  nécessaire pour remplir la microstructure. Ceci permettra aussi

d'augmenter la résolution d'impression et donc d'avoir une matrice de trame (équation V-6) plus grande. Ainsi plus la taille des gouttes sera petite, plus le nombre de gouttes et leur répartition dans la cellule de trame sera importante, et meilleure sera la discrétisation de la phase.

#### 4.2 - Redimensionnement de l'image du profil de phase

Une fois que la taille de la matrice de trame est définie, l'image du profil de phase en niveau de gris doit être redimensionnée pour l'adapter à la résolution d'impression et à la dimension du profil une fois imprimé.

La résolution d'impression définit le nombre de pixels dans les deux axes de l'image d'impression ( $N_{xf}$  et  $N_{yf}$ ) en fonction de la taille désirée ( $X \mu\text{m} \times Y \mu\text{m}$ ):

$$N_{xf} = \frac{X.r_x}{25400} \quad \text{et} \quad N_{yf} = \frac{Y.r_y}{25400} \quad \text{V-7}$$

Puisque chaque pixel de l'image de départ est transformé en une matrice contenant  $N_{tx}$  colonnes et  $N_{ty}$  lignes, l'image du profil avant tramage doit contenir  $N_{xi}$  et  $N_{yi}$  pixels, calculés comme suit:

$$N_{xi} = \text{partie entière} \left( \frac{N_{xf}}{N_{tx}} \right) \quad \text{et} \quad N_{yi} = \text{partie entière} \left( \frac{N_{yf}}{N_{ty}} \right) \quad \text{V-8}$$

$$\text{Soit } N_{xi} = \text{partie entière} \left( \frac{X.r_x}{25400.N_{tx}} \right) \quad \text{et} \quad N_{yi} = \text{partie entière} \left( \frac{Y.r_y}{25400.N_{ty}} \right) \quad \text{V-9}$$

*Exemple:*

*Le profil de phase, présenté figure 123, doit être imprimé sur une microstructure aléatoire à base carrée ( $d_c=200\mu\text{m}$  et  $h=20\mu\text{m}$ ) avec deux liquides d'indice de réfraction  $n_1=1,3$  et  $n_2=1,5$  et une tête d'impression XAAR760. Le liquide de référence choisi pour cette image est le liquide 1. Le profil doit faire  $1\text{mm} \times 1\text{mm}$  une fois imprimé sur la structure. La résolution d'impression est fixée à  $2900\text{dpx} \times 720\text{dpi}$ .*

*La technologie d'impression, la microstructure et les liquides choisis nous imposent les valeurs présentées dans le tableau 9.*

	Description	Nom	Valeur	Unité
Valeur fixes	Résolution d'impression	$r_x$	2900	dpi
		$r_y$	720	dpi
	Dimensions de la microstructure aléatoire à base carrée	$d_c$	200	$\mu\text{m}$
		$h$	20	$\mu\text{m}$
	Densité de gouttes pour remplir la microstructure sur $1\text{cm}^2$	$D_{1\mu\text{m}}$	11160	gouttes/ $\text{cm}^2/\mu\text{m}$
		$D_{2\mu\text{m}}$	12276	gouttes/ $\text{cm}^2/\mu\text{m}$
	Taille visée de l'image	X	1000	$\mu\text{m}$
		Y	1000	$\mu\text{m}$

**Tableau 9 - Tableau des variables fixées par la technologie**

Les calculs, présentés tableau 10, déterminés à partir des données du tableau 9 permettent de redimensionner l'image de départ pour l'adapter aux dimensions désirées du profil imprimé, à la résolution d'impression et à la taille de la cellule de trame.

L'image du profil avant tramage fait alors ici 5x5 pixels. En raison de l'arrondi imposé par ce calcul, l'image imprimée sera légèrement distordue et mesurera  $X_f = 1,007\text{mm}$  et  $Y_f = 1,058\text{mm}$  au lieu de  $1\text{mm} \times 1\text{mm}$ .

	Description	Nom	Calcul	Valeur	Unité
Valeurs Calculées	Nombre de pixels de la cellule de trame	$N_{t_x}$	$N_{t_x} = \text{partie entière} \left( \frac{d_c \cdot r_x}{25400} \right)$	23	pixels
		$N_{t_y}$	$N_{t_y} = \text{partie entière} \left( \frac{d_c \cdot r_y}{25400} \right)$	6	pixels
	Nombre de pixels de la cellule de trame	$N_{t_x} \cdot N_{t_y}$	$N_{t_x} \cdot N_{t_y}$	138	pixels
	Densité de pixels d'impression	$D_t$	$D_t = \frac{r_x \cdot r_y}{2,54^2}$	323641	gouttes/ $\text{cm}^2$
	Nombre de pixels de l'image d'impression	$N_{x_f}$	$N_{x_f} = \frac{X \cdot r_x}{25400}$	114	pixels
		$N_{y_f}$	$N_{y_f} = \frac{Y \cdot r_y}{25400}$	28	pixels
	Nombre de pixels de l'image de départ (avant tramage)	$N_{x_i}$	$N_{x_i} = \text{partie entière} \left( \frac{N_{x_f}}{N_{t_x}} \right)$	5	pixels
		$N_{y_i}$	$N_{y_i} = \text{partie entière} \left( \frac{N_{y_f}}{N_{t_y}} \right)$	5	pixels
	Taille réelle de l'image imprimée	$X_f$	$X_f = \frac{25400 \cdot N_{x_i} \cdot N_{t_x}}{r_x}$	1,007	$\mu\text{m}$
		$Y_f$	$Y_f = \frac{25400 \cdot N_{y_i} \cdot N_{t_y}}{r_y}$	1,058	$\mu\text{m}$

**Tableau 10 - Tableau des variables calculées pour effectuée le tramage de l'image**

### 4.3 - Tramage de l'image correspondant au liquide de référence

Une fois la cellule de trame définie, elle doit être adaptée au liquide de référence à éjecter (liquide 1). En effet, la cellule de trame correspond à une résolution d'impression de 2900 x 720dpi ce qui donne une densité de gouttes de  $D_t=323641$  gouttes sur  $1\text{cm}^2$  (Tableau 10). Cette valeur sera supérieure à  $D_l$  la densité de gouttes nécessaire pour remplir à 100% la microstructure par le liquide de référence. Le calcul du ratio  $D_l/D_t$  permet de calculer le nombre maximal de gouttes ( $N_{g\max 1}$ ) que l'on pourra mettre dans la matrice de trame pour avoir les cuves rempli à 100% par le liquide référence:

$$N_{g\max 1} = \text{partie entière} \left( N_t_x \cdot N_t_y \cdot \frac{D_l}{D_t} \right) \quad \text{V-10}$$

Le nombre de gouttes contenues par la matrice pour un pixel de niveau de gris quelconque ( $niv$ ) du profil de phase sera ensuite calculé par la formule:

$$N_{g1} = \text{partie entière} \left( \frac{255 - niv}{255} \cdot N_{g\max 1} \right) \quad \text{V-11}$$

Si nous reprenons notre exemple, nous avons  $D_{1\mu m} = 11160$  gouttes soit pour notre microstructure de  $h=20\mu m$ ,  $D_l = 223200$  gouttes par  $\text{cm}^2$ . D'après l'équation V-10 et les tableaux 9 et 10, nous aurons au maximum  $N_{g\max 1} = 95$  gouttes de liquide 1 dans la cellule de trame, soit 95 pixels gris (de niveau 204) et 43 pixels blancs répartis aléatoirement sur les 138 positions de la matrice.

Ainsi chaque pixel de l'image du profil de phase est transformé en une matrice de pixels de la manière suivante (Tableau 11), pour former l'image d'impression correspondant au liquide 1.

L'image d'impression, obtenue après tramage de l'image présentée figure 123, donne donc l'image suivante (Figure 124) pour le liquide 1 de référence.




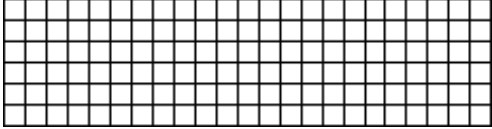

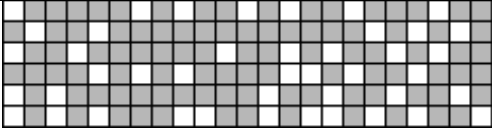

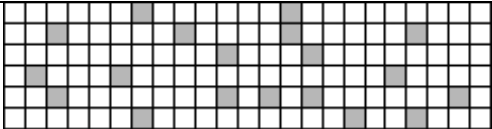
Pixel de l'image de départ	Niveau de gris	Cellule de trame du liquide référence	Nombre de gouttes dans la cellule	Taux de remplissage de la cuve
	255		0/138	0%
	0		95/138	100%
	204		19/138	20%

Tableau 11 - Conversion du niveau de gris d'un pixel en sa cellule de trame et taux de remplissage de la microstructure correspondant pour le liquide de référence (1)

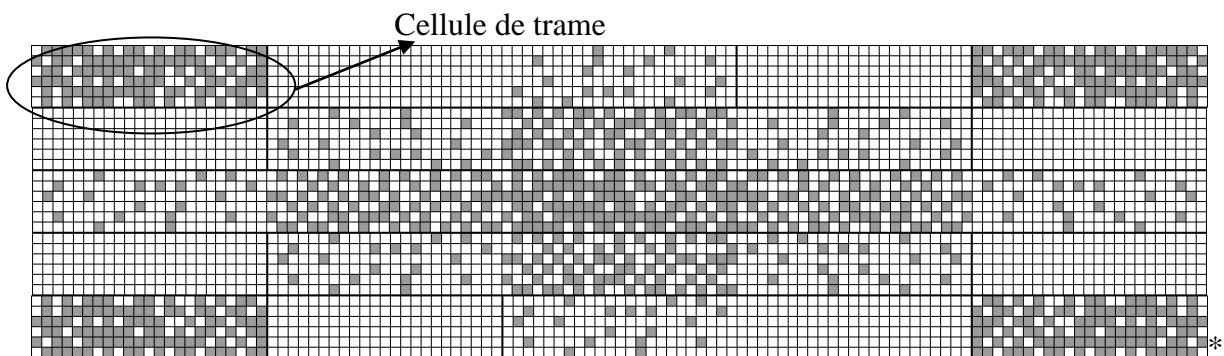


Figure 123 - Image d'impression tramée pour le liquide de référence (1)

#### 4.4 - Tramage correspondant au liquide complémentaire

De la même manière, le nombre maximal de gouttes de liquide complémentaire (liquide 2), que la matrice de trame peut contenir, doit être déterminé à partir de sa densité de goutte par cm<sup>2</sup>  $D_2$  :


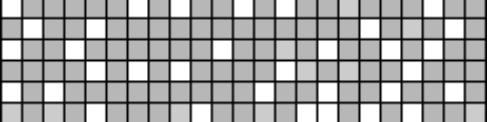

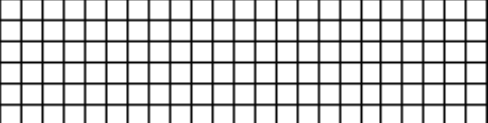

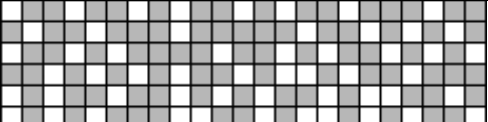
$$N_{g_{\max 2}} = \text{arrondi} \left( N_{t_x} \cdot N_{t_y} \cdot \frac{D_2}{D_t} \right) \quad \text{V-12}$$

Puis, le nombre de gouttes contenues par la matrice pour un pixel de niveau de gris quelconque ( $niv$ ) de l'image de départ sera alors calculé par la formule:

$$N_{g_2} = \text{arrondi} \left( \frac{niv}{255} N_{g_{\max 2}} \right) \quad \text{V-13}$$

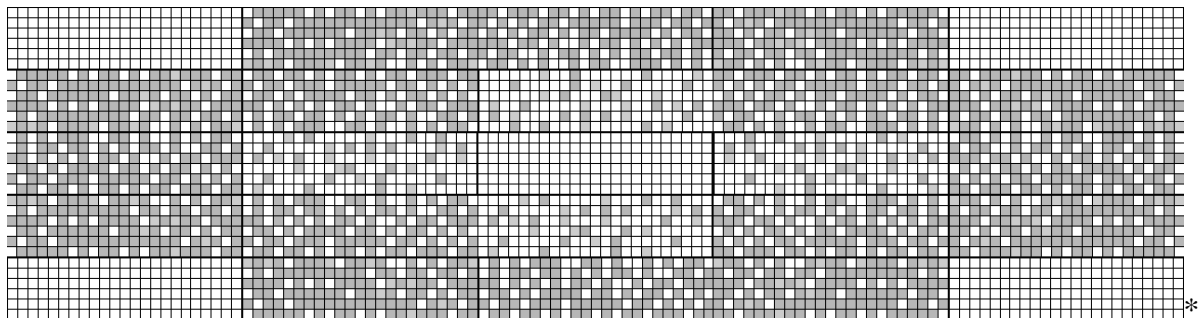
Dans notre exemple, le tableau 9 nous indique que  $D_{2\mu m} = 12276$  gouttes soit pour notre microstructure de  $h=20\mu m$ ,  $D_1 = 245520$  gouttes par  $cm^2$ . D'après l'équation V-12 et les tableaux 9 et 10, nous aurons au maximum  $N_{g_{max\ 2}}=105$  gouttes de liquide 2 dans la cellule de trame, soit 105 pixels gris (de niveau 204) pour 33 pixels blancs répartis aléatoirement sur les 138 positions de la matrice.

Et chaque pixel de l'image du profil de phase est transformé en une matrice de pixels de la manière suivante (Tableau 12), pour former l'image d'impression correspondant au liquide 2:

Pixel de l'image de départ	Niveau de gris	Cellule de trame du liquide référence	Nombre de gouttes dans la cellule	Taux de remplissage de la cuve
	255		105/138	100%
	0		0/138	0%
	204		84/138	20%

**Tableau 12 - Conversion du niveau de gris d'un pixel en sa cellule de trame et taux de remplissage de la microstructure correspondant pour le liquide complémentaire (2)**

L'image d'impression, obtenue après tramage de l'image présentée figure 123, donne donc l'image suivante (Figure 125) pour le liquide 2 complémentaire:



**Figure 124 - Image d'impression tramée pour le liquide de complémentaire (2)**

## **5 - Résultats**

Cet outil de tramage a imposé le développement d'un logiciel informatique. Une première version de ce logiciel a été développée chez Essilor pour en vérifier l'intérêt. Cette première version permet seulement d'avoir une matrice de trame carrée, non adaptée aux résolutions d'impression différentes en X et en Y, ce qui a pour conséquence d'imposer une distorsion plus importante de l'image après tramage et une moins bonne discrétisation spatiale du volume. Cependant les résultats sur la gestion des volumes et du remplissage obtenus étant très prometteurs, un cahier des charges correspondant aux travaux présentés ci-dessus a été réalisé et confié à une société extérieure pour la conception de la deuxième version du logiciel.

Malheureusement, ce logiciel n'a pas été développé à temps pour pouvoir être testé lors de mes travaux de thèse. Des impressions de profils de phase, réalisées avec la première version du logiciel de tramage, seront présentées dans le chapitre suivant.

## **VI - Conclusion**

Ce chapitre, consacré au remplissage des microstructures, contient cinq grandes parties. La première présente les microstructures et la problématique liée à leur remplissage par la technologie jet d'encre. La seconde présente succinctement deux outils utilisés pour la caractérisation des microcuves remplies. La troisième est consacrée aux défauts d'impression aboutissant à des inhomogénéités de remplissage. La quatrième propose des solutions pour limiter ces défauts et ainsi optimiser le remplissage. Enfin, la dernière partie illustre la gestion du volume des dépôts par le développement d'un logiciel informatique de tramage d'image.

La présentation des microstructures et l'évolution de leur forme géométrique a permis de mieux appréhender les difficultés qui vont être rencontrées lors du remplissage par la technologie jet d'encre. Une étude sur l'interaction entre les gouttes et les microcuves, réalisée notamment en observant l'impact des gouttes avec une caméra rapide, a été présentée. Enfin, l'introduction des deux méthodes de remplissage envisagées a démontré pourquoi l'effort de recherche a été focalisé sur le remplissage statistique, plutôt que sur l'adressage. Nous avons également expliqué, que pour des raisons de gestion de volumétrie et de discrétisation fine du profil de phase, nous avons choisi de travailler avec les têtes d'impression en mode binaire avec les plus petites gouttes possibles.

La deuxième partie est principalement consacrée à la présentation du principe de fonctionnement du microscope digital holographique en transmission. Cet outil est la principale méthode de caractérisation utilisée lors de mes travaux, puisqu'il offre la possibilité d'analyser localement les variations de phase des objets transparents observés et donc de remonter aux variations de front d'onde ou de topologie des films microstructurés. L'intérêt du scanner a aussi été succinctement abordé.

La présentation des causes et conséquences des inhomogénéités de remplissage a permis d'identifier les paramètres à maîtriser pour optimiser la qualité du dépôt. Ainsi, l'impact de la dispersion des volumes des gouttes éjectées par les différentes buses de la tête et le dysfonctionnement des buses ont été étudiés. Ces phénomènes créent des effets visuels néfastes du type moirage ou ligne de cuves vides sur le microfilm. Enfin, des simulations de remplissage, effectuées sur Matlab, ont démontré que même en l'absence de ces dysfonctionnements, il était nécessaire d'avoir un rapport entre le volume moyen des cuves et le volume moyen des gouttes le plus grand possible pour avoir un remplissage de qualité en impression statistique. Ceci a encore une fois prouvé la nécessité d'évoluer vers une technologie de tête d'impression offrant de très petites gouttes, pour pouvoir diminuer la taille des microcuves et améliorer la discrétisation du profil de phase.

La présentation de quelques outils d'optimisation de l'impression a tout de même démontré qu'il était possible de limiter les défauts de positionnement des gouttes et de supprimer l'effet de moiré. Puis, nous nous sommes focalisés sur une stratégie d'impression plus évoluée permettant de répartir les défauts, d'homogénéiser le volume sur l'ensemble des dépôts réalisés, et ainsi d'atténuer leurs impacts visuels.

Enfin, après avoir vérifié la linéarité de la variation de l'indice de réfraction d'un mélange de deux liquides avec la fraction volumique de l'un des deux constituants, nous avons présenté un outil informatique permettant de transformer un profil de phase en une image compréhensible par le logiciel de gestion des têtes d'impression. Ce procédé de tramage d'image offre la possibilité de gérer la répartition du volume de chacun des liquides, imprimés par procédé jet d'encre. Le principe de fonctionnement de cet outil informatique, spécialement développé pour notre projet a été détaillé.

En regard de ces résultats, dans l'état actuel de nos travaux et des technologies disponibles, il a été démontré qu'il ne serait pas envisageable d'obtenir un remplissage parfait

par impression jet d'encre. Cependant des méthodes pour optimiser le remplissage et limiter les inhomogénéités ont été présentées, ce qui nous permet d'envisager la réalisation de quelques composants optiques pixellisés, présentés dans le chapitre suivant.

- <sup>1</sup> PONT L., "Conception et réalisation de microdispositifs pour l'optique ophtalmique pixellisée " Thèse de doctorat CIFRE. Institut National des Sciences Appliquées Toulouse. (2007)
- <sup>2</sup> SHI F., "Etudes des propriétés physico-chimiques de surfaces microstructures: Application à la fabrication de verres organiques ophtalmiques digitaux", Thèse de doctorat CIFRE. Institut National Polytechnique Toulouse. (2006)
- <sup>3</sup> PASANAU C. Thèse de doctorat CIFRE. Institut d'optique de Paris, (prévue en 2010)
- <sup>4</sup> PILAUD V., Sur le diagramme de Voronoi et la triangulation de Delaunay d'un ensemble de points dans un revêtement du plan euclidien, <http://www.di.ens.fr/~pilaud/recherche/voronoirev.pdf> , (2006)
- <sup>5</sup> De GENNES P.G., BROCHART-WYART F., QUERE D., *Gouttes, Bulles, perles et ondes*, Collection Echelles, Belin (2002)
- <sup>6</sup> Lyncée tec, Digital holographic microscope, DHM 1000 Family – User Operating Manual, <http://www.lynceetec.com>
- <sup>7</sup> PEREZ JP., Optique, fondements et applications, MASSON Sciences, (2000)
- <sup>8</sup> BRUHNAHL J., "Physics of Piezoelectric Shear Mode Inkjet Actuators", Thèse de doctorat Royal Institute of Technology Condensed Matter Physics (2003)
- <sup>9</sup> LEE E. R., *Microdrop Generation*, CRC Press, (2003)
- <sup>10</sup> AMIDROR I., HERSCH R.D., OSTROMOUKHOV V., Spectral analysis and minimization of moiré patterns in colour separation, *Journal of Electronic Imaging*, 3(3), p. 295-317, (1994)
- <sup>11</sup> DUCHENE J., "Modélisation et analyse du remplissage de microstructures par Inkjet, Elaboration d'une nouvelle stratégie d'impression", Stage de fin d'étude Essilor International, Rapport confidentiel Essilor, (2008)
- <sup>12</sup> EMMEL P., "Modèles de prédiction couleur appliqués à l'impression jet d'encre", Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, (1998)
- <sup>13</sup> DEHAN E., TEMPLE-BOYER P., HENDA R., PEDROVIEJO J.J., SCHEID E., Optical and structural properties of SiO<sub>x</sub> and SiN<sub>x</sub> materials, *Thin Solid Films*, 266, p. 14-19, (1995)



## Chapitre 4

### - Réalisation de profils de phase -

#### I - Empilement des couches

Une fois que la microstructure a été remplie par dépôt jet d'encre, cette dernière doit être scellée afin de préserver l'intégrité du liquide de remplissage et donc de la fonctionnalisation (Figure 126).

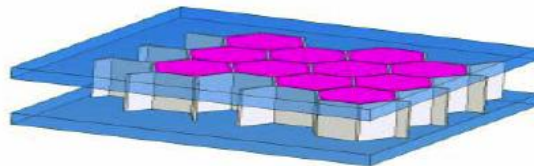


Figure 125 - Schématisation des microstructures scellées

Nous nous intéressons ici au cas où le remplissage des cuves est discrétisé grâce au procédé jet d'encre et confère au film une fonction optique discontinue. Nous avons étudié deux cas possibles de discrétisation dépendant de la nature chimique du liquide fonctionnel remplissant la microstructure: soit le matériau est une encre acrylate polymérisable sous UV, soit le matériau fonctionnel est un liquide non polymérisable.

- **Technologie "liquide/ solide"**

Dans le cas des encres UV, la solidification (ou gélification) du matériau par polymérisation permet d'ancrer la position du liquide dans une cuve. Il n'y a alors aucun risque de diffusion de matériau d'une cuve à l'autre au cours du temps. Cette voie est appelée technologie "liquide/ solide" car nous passons d'une phase liquide à une phase solide après polymérisation de l'encre.

- **Technologie "liquide/ liquide"**

Dans le cas des liquides non polymérisables, la technologie appelée cette fois "liquide/liquide" nécessite d'encapsuler les liquides par un dépôt chimique en phase vapeur

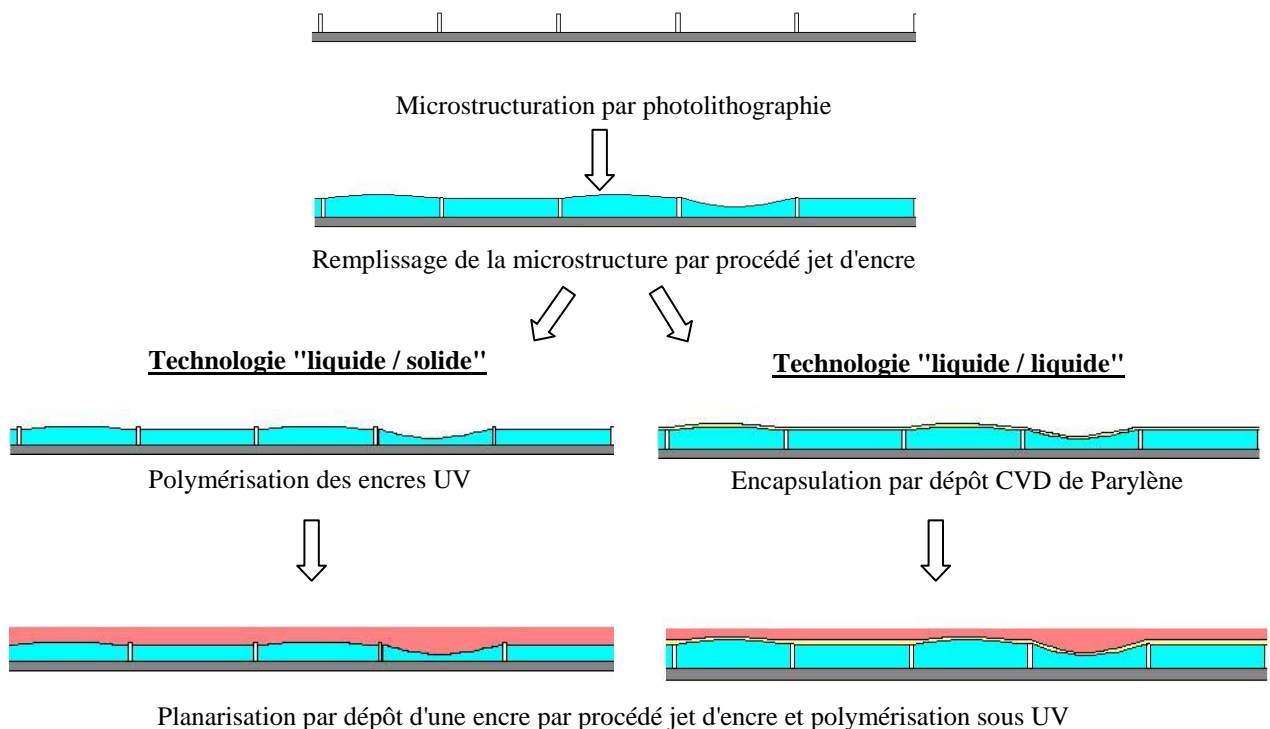


(CVD : Chemical Vapor Deposition) d'un polymère afin d'assurer l'étanchéité des microcuves. Nous avons choisi un dépôt conforme et transparent de Parylène permettant d'empêcher la communication d'une cuve à l'autre, ainsi que la pollution des cellules remplies par des liquides ou poussières extérieurs au système. Cette étape a été étudiée dans les travaux de thèse de Virginie SANTUCCI <sup>[1]</sup>, et sera présentée brièvement dans ce manuscrit.

○ **Procédé de planarisation**

La faible épaisseur de ce film de Parylène (200nm à 1µm), nécessaire pour garantir la transparence du dépôt, ne permet pas d'assurer la tenue mécanique de l'empilement. De plus, il s'agit d'un dépôt conforme qui épouse parfaitement le relief du matériau encapsulé. Il ne permet donc pas de gommer les imperfections résiduelles et inévitables du remplissage, présentes aussi après polymérisation des encres UV (Figure 128).

La tenue mécanique du système et l'atténuation des défauts de remplissage sont assurées par une deuxième étape dite de planarisation qui consiste à venir déposer un matériau transparent durcissable sur le Parylène ou sur l'encre polymérisée. Le moyen de déposer ce matériau polymérisable, sans altérer les structures et le dépôt de Parylène, a été étudié lors de mes travaux de thèse en collaboration avec Virginie SANTUCCI.



**Figure 126 - Empilement des couches dans les différentes étapes de fabrication des profils de phase**

Nous avons donc étudié deux procédés d'empilement de couches permettant de réaliser des profils de phase sur nos films pixellisés correspondant aux deux technologies "liquide/ solide" et "liquide/ liquide" (Figure 128).

## 1 - Technologie "liquide/ solide"

Cette application implique une particularité: le phénomène de retrait lors de la polymérisation. En effet, à cause de la formation des liaisons radicalaires lors de la polymérisation, le volume occupé par l'encre solide est légèrement inférieur (environ 10%) au volume de l'encre avant solidification. Ce retrait doit donc être pris en compte dans la gestion du volume déposé. Un léger sur-remplissage des microcuvés est effectué (en évitant la formation de flaque) pour assurer la qualité du remplissage après solidification (Figure 127).

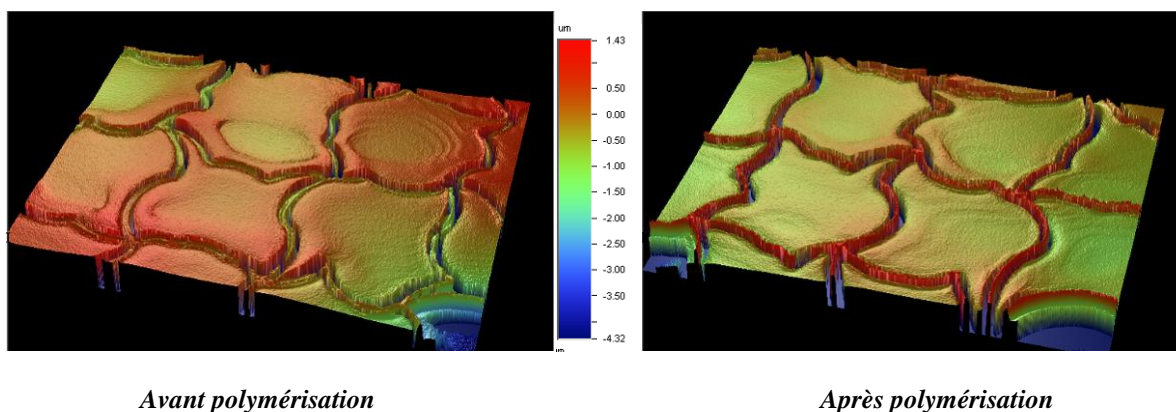


Figure 127 - Illustration du phénomène de retrait des encres UV

Images obtenues au profilomètre optique

## 2 - Encapsulation Parylène par dépôt CVD<sup>[2]</sup>

### 2.1 - Propriétés du Parylène

Le procédé d'encapsulation par dépôt chimique en phase vapeur (CVD), utilisé ici, forme un film de polymère poly (p-chloroxylylène) (Figure 129), plus communément appelé Parylène-C (PPXC).

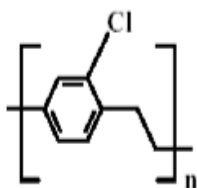


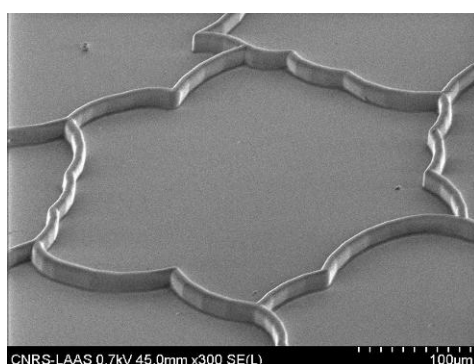
Figure 128 - Molécule du Parylène-C

Il existe plusieurs formes de Parylène dont les propriétés sont regroupées dans le tableau 13.

	PPXN	PPXC	PPXD	PPXF (AF4)
Absorption d'eau (% , 24h)	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
Perméabilité vapeur d'eau (25°C) (g.cm/m <sup>2</sup> .j atm)	0.24	0.02	0.20	-
Perméabilité aux gaz (25°C) (cm <sup>3</sup> (STP)cm/ m <sup>2</sup> .j)	O <sub>2</sub>	1.18	0.31	1.18
	CO <sub>2</sub>	8.86	0.83	5.12
T de fusion (°C)	420	290	380	500
T de transition vitreuse (°C)	60-70	80-100	80-100	110

**Tableau 13 - Propriétés des différentes formes de Parylène**

Le Parylène-C a été retenu dans le projet pour ses bonnes propriétés d'imperméabilité face aux gaz (H<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>) et à la vapeur d'eau et sa bonne résistance aux solvants grâce à la présence d'un atome de chlore sur son cycle benzénique. Il forme aussi un film conforme, épousant parfaitement la topologie de surface (Figure 130), et il est peu diffusant et transparent dans le visible pour de très faibles épaisseurs (200nm à 1µm).



**Figure 129 - Microcuve recouverte d'un film conforme de Parylène-C (1µm) observée au MEB**

## 2.2 - Principe de dépôt

Le dépôt par CVD du Parylène-C est effectué à température ambiante (<30°C) et sous vide poussé (<5.10<sup>-3</sup> mbar). Il est donc nécessaire que les liquides à encapsuler aient une faible tension de vapeur saturante, évitant ainsi leur évaporation lors du procédé.

Le procédé de dépôt se déroule de la manière suivante, quelle que soit la forme du Parylène (Figure 131) :

- Le [2, 2] paracyclophane, dimère solide, est sublimé à une température proche de 150°C sous vide primaire.

- Les vapeurs formées transitent alors dans un four de pyrolyse (environ 750°C) où les liaisons du cycle du dimère sont rompues pour former deux molécules actives de monomères, p-quinodimethane.
- Injectés dans l'enceinte de dépôt sous vide et à une température proche de 30°C où se trouve le substrat à encapsuler, les monomères s'adsorbent sur les surfaces froides dont la surface de liquide remplissant la microstructure.
- Les molécules polymérisent alors spontanément pour former un film homogène de Parylène (PPX).
- Puis selon la durée du procédé et la quantité initiale de monomère, la couche va croître jusqu'à atteindre l'épaisseur souhaitée.

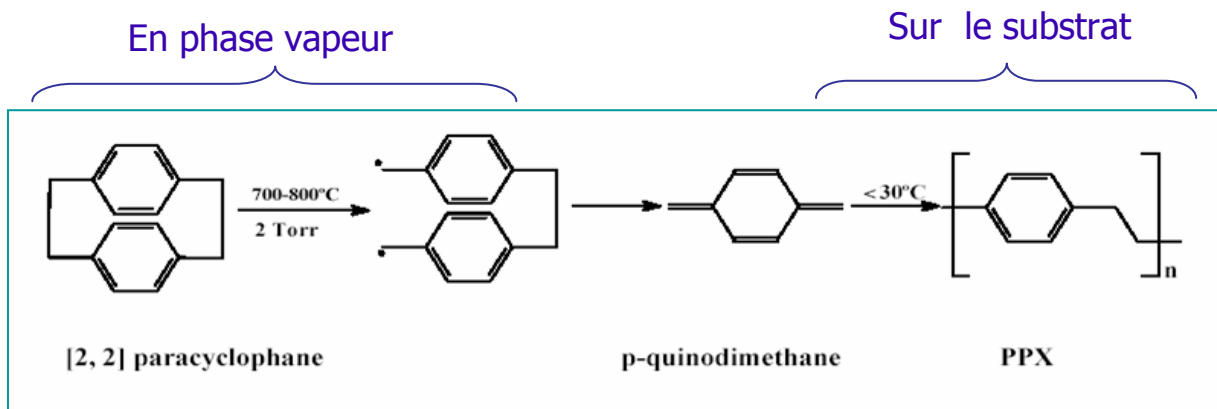


Figure 130 - Schématisation du procédé de dépôt de Parylène-N (PPXN)

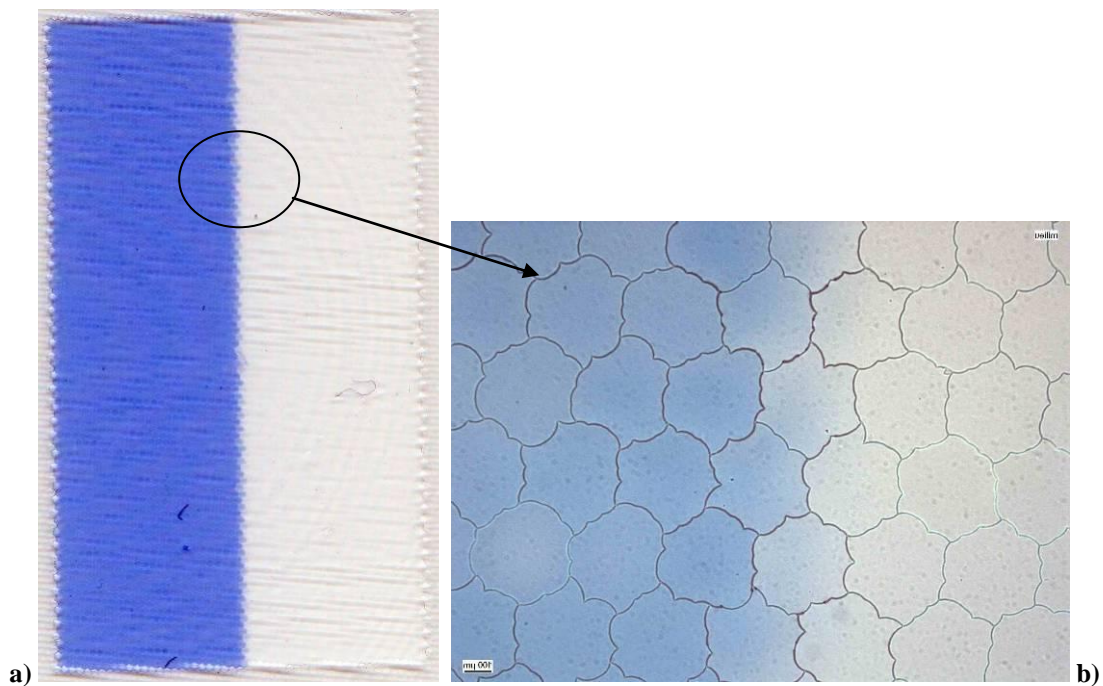
Cette méthode de dépôt permet d'obtenir un film conforme et homogène en épaisseur, recouvrant toute la surface de la microstructure. L'adhésion du Parylène sur le haut des murs devrait donc permettre d'encapsuler les cuves et ainsi d'emprisonner le liquide contenu dans chacune des cuves.

## 2.3 - Difficultés rencontrées

### a - Mouillabilité des liquides

Afin de vérifier la bonne adhésion du Parylène-C sur le haut des murs, nous avons rempli les microstructures (ici, aléatoire à base hexagonale) par jet d'encre en distinguant deux zones juxtaposées. L'une des zones est remplie avec une huile DC704 et l'autre avec la même huile siliconée à laquelle nous avons ajouté 1% de colorant savinyl bleu (Figure 132-a).

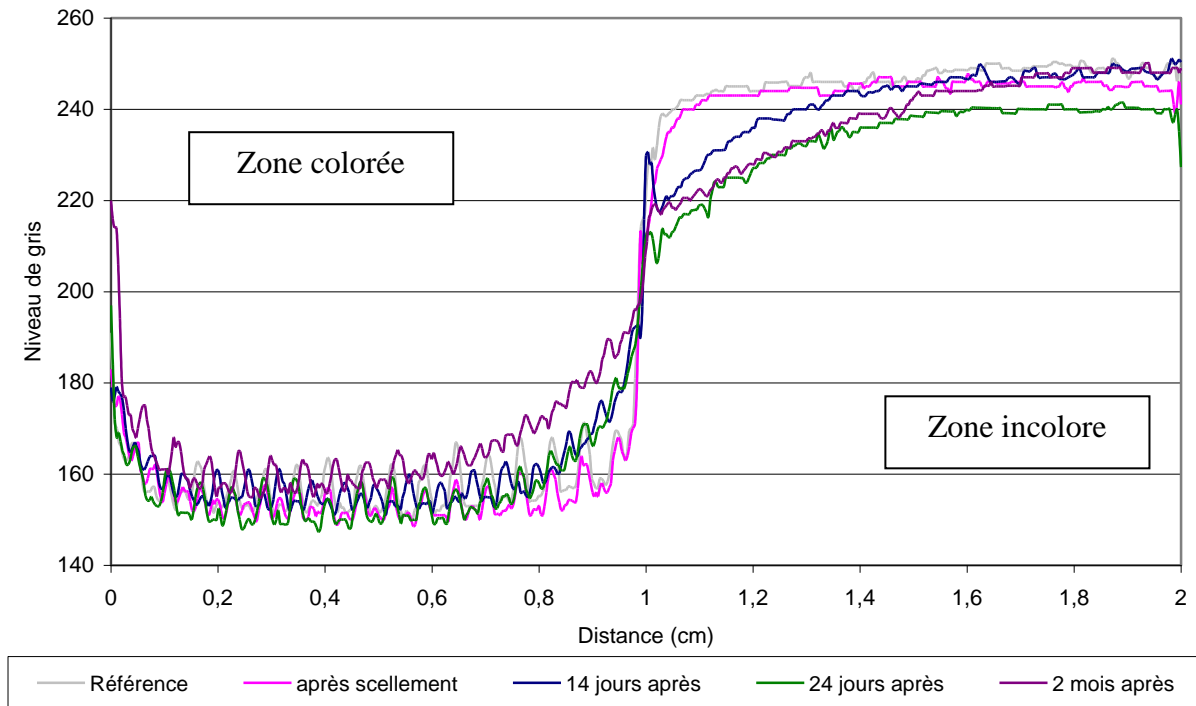
Ces microstructures ont ensuite été recouvertes par dépôt CVD de Parylène-C, à différentes épaisseurs.



**Figure 131 - a) Scan couleur d'une microstructure remplie sans Parylène contenant une huile sans colorant et une huile avec colorant (microstructure de référence)**  
**b) Observation au microscope du front entre les deux zones.**

Nous avons ensuite observé l'évolution de la couleur du front entre les deux zones, pour vérifier si le colorant bleu diffusait dans le temps dans l'huile non colorée (Figure 132-b). Pour cela, nous avons scanné la microstructure, en niveau de gris et à haute résolution (4800dpi), à différents moments après le dépôt de Parylène, toujours dans les mêmes conditions de luminosité et de contraste. Puis, nous avons analysé l'évolution du profil des niveaux de gris de l'image grâce à un logiciel de traitement d'image. Nous avons ainsi comparé les résultats obtenus avec une microstructure référence, remplie de la même manière mais non encapsulée (Figure 133).

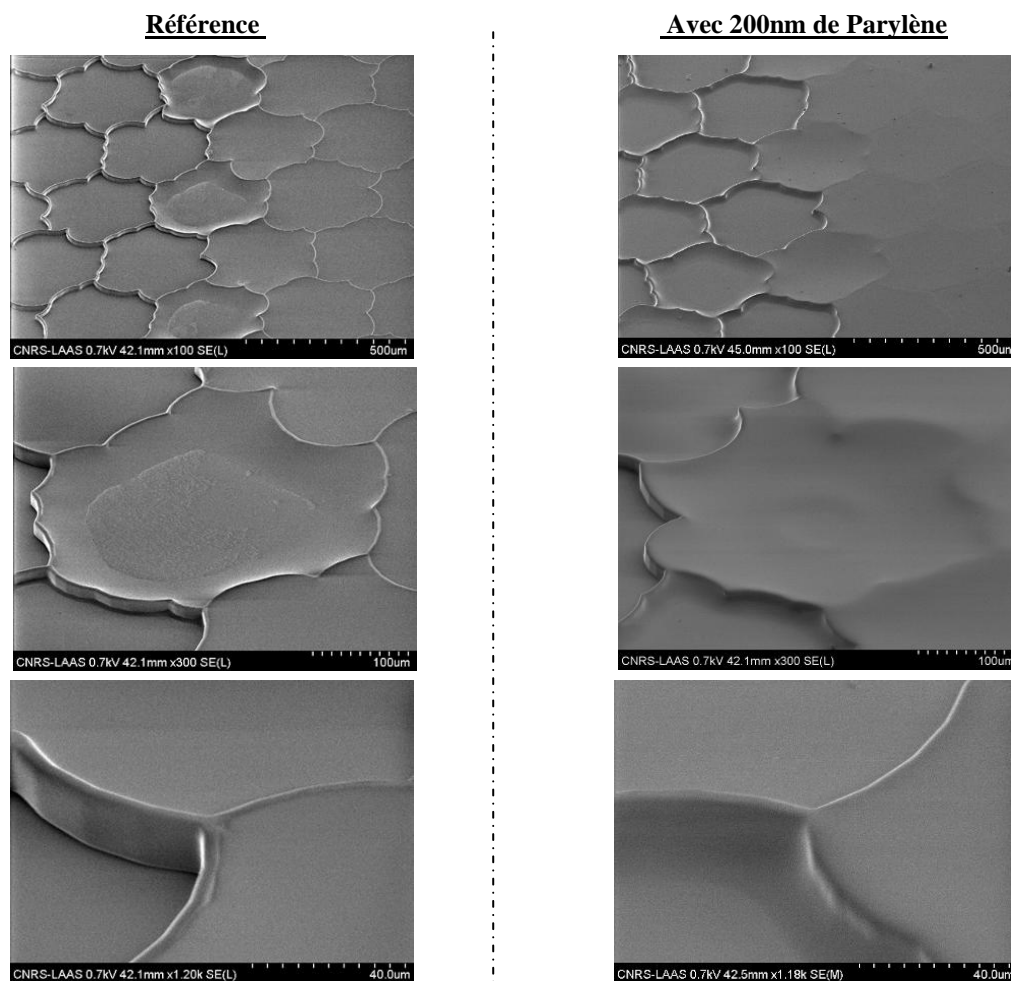
Les résultats de ce travail, effectué en collaboration avec Virginie SANTUCCI, montrent que le front de la microstructure de référence ne se déplace pas au cours du temps tandis que le front des films encapsulés évolue progressivement (Figure 133).



**Figure 132 - Evolution dans le temps du profil des niveaux de gris des deux zones: huile colorée et huile non colorée**

Nous pouvons observer que le front de colorant bleu diffuse vers la zone incolore, ce qui signifie que l'encapsulation des cuves n'est pas fonctionnelle. La microstructure référence ne connaissant pas la même évolution, il semblerait que le film de Parylène favorise le déplacement du colorant dans la microstructure, quelle que soit l'épaisseur du dépôt.

Nous avons ensuite observé au MEB la microstructure référence et une des microstructures encapsulées au Parylène (Figure 134). Nous avons observé des zones situées à la limite entre des cuves remplies et des cuves vides. Ces images montrent quand l'absence de Parylène, les murs sont facilement distinguables car il y a une rupture de topologie à la frontière entre le liquide et la paroi. Tandis que lorsque le dépôt de Parylène est effectué, la surface paraît plus lisse et il devient difficile de distinguer les murs de la microstructure.

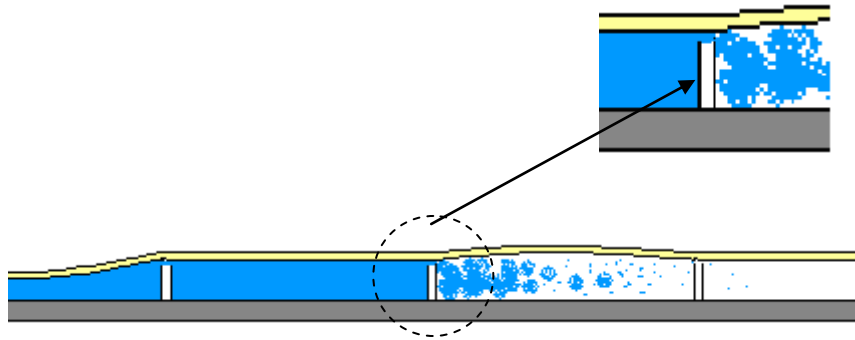


**Figure 133 - Observations MEB de la microstructure référence et d'une microstructure encapsulée avec 200nm de Parylène-C**

De plus, des mesures d'angles de gouttes (Tableau 14) montrent que les huiles étudiées, lors de nos travaux, ont tendance à bien mouiller le film de Parylène. Il semblerait que cette bonne affinité, entre les huiles et le film de Parylène, attire le liquide par capillarité en haut des murs et empêche l'adhésion du polymère en haut du mur lors de sa formation (Figure 135).

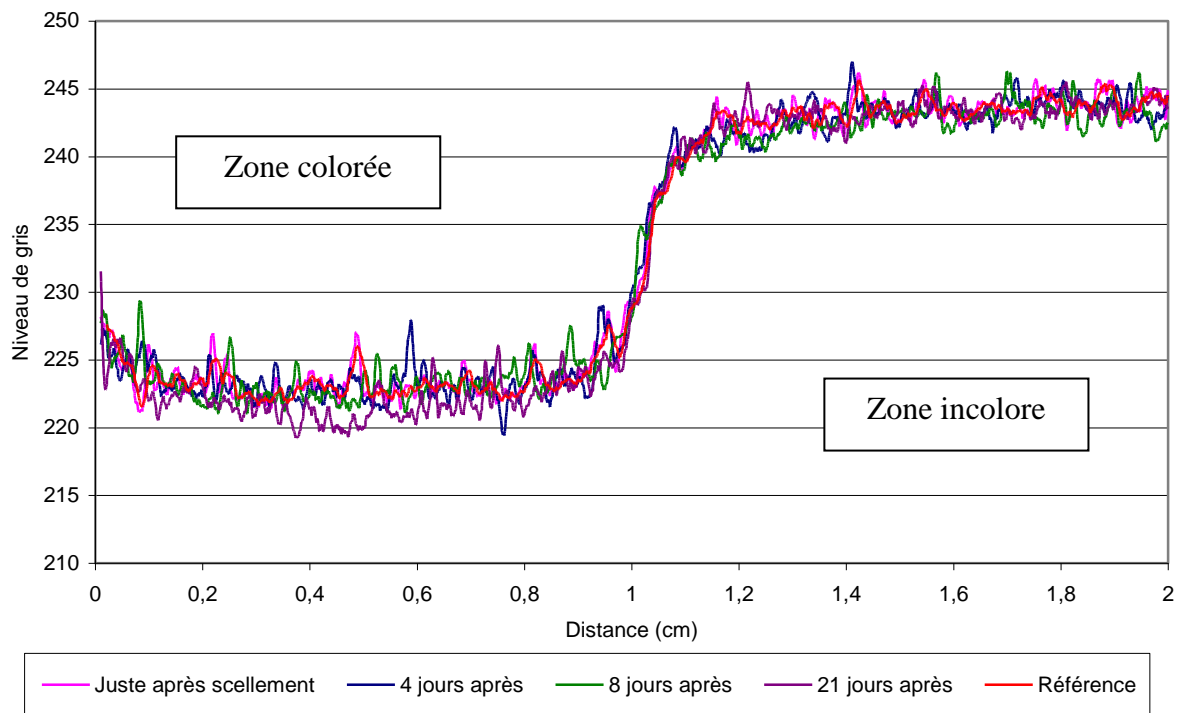
	Angle de goutte (°)		
	PPXC	PET	Résine Solgel
Huile DC704	7	12	33
Liquide-test	61	61	73

**Tableau 14 - Mesure d'angle de goutte de l'huile DC704 et du liquide test sur le Parylène-C (PPXC), le Polyéthylène Téréphtalate (PET) et la résine Solgel constituant la microstructure**



**Figure 134 - Diffusion du front de coloration dans la microstructure**

Par la suite, nous avons vérifié que les mêmes tests réalisés, avec un liquide-test non mouillant sur le Parylène-C (Tableau 14), n'entraînaient pas d'évolution du front de coloration après encapsulation (Figure 136).



**Figure 135 - Evolution dans le temps**

**du profil des niveaux de gris des deux zones: liquide-test coloré et liquide-test non coloré**

La propriété de non-affinité avec le Parylène-C est donc un nouveau critère à prendre en compte pour le choix des liquides à utiliser dans le projet. Toutes les huiles étudiées dans notre projet ne répondent pas à ce critère, nous n'avons donc pas pu poursuivre davantage la réalisation de profil de phase avec ces produits, bien qu'ils soient intéressants vis-à-vis de leurs autres propriétés, notamment de l'écart d'indice de réfraction ( $\Delta n = 0,21$ ).



### **b - Gonflement du Parylène**

La deuxième difficulté importante observée avec le dépôt de Parylène est son incompatibilité avec le cristal liquide E7. En effet, les microstructures remplies en E7 et recouvertes de Parylène-C ont rapidement montré un fort gonflement du film de Parylène et une destruction de la fonction d'encapsulation (Figure 137).

Ceci est probablement dû à la ressemblance des molécules aromatiques du Parylène et du E7 qui pourrait leur conférer une affinité telle que le E7 deviendrait un solvant du Parylène.



**Figure 136- Photo du gonflement du Parylène-C encapsulant du E7 + 1% de colorant savinyl bleu**

Afin de poursuivre les études sur la fonctionnalisation active des films, il serait nécessaire de trouver un cristal liquide compatible avec le dépôt CVD de Parylène ou un nouveau polymère pouvant remplir le rôle de film d'encapsulation.

### **c - Conclusion**

A la vue de ces résultats, nous n'avons pas pu poursuivre la réalisation de profils de phase par technologie "liquide/ liquide" nécessitant un dépôt de Parylène-C. Cette voie reste prometteuse mais demanderait une étude plus poussée notamment pour la compatibilité des matériaux, et le développement de nouveaux matériaux correspondant aux spécificités de l'ensemble du projet, incluant le procédé d'encapsulation.

Par ailleurs, il serait intéressant de tester l'encapsulation par dépôt CVD de Parylène-F (PPXF). Le fluor greffé sur ces molécules devrait permettre de baisser la mouillabilité des liquides sur le Parylène. L'utilisation de ce produit étant encore récente dans l'industrie, nous n'avons pas pu le tester.

Enfin, une autre voie de recherche se focalise actuellement sur un nouveau procédé de dépôt par photopolymérisation, permettant de déposer d'autres types de polymères en couches minces. Ce travail réalisé par Virginie SANTUCCI fait l'objet de son manuscrit de thèse <sup>[2]</sup>.

### 3 - Planarisation

Une fois que la discrétisation des cuves et leur étanchéité est assurée soit par polymérisation, soit par encapsulation, il reste une dernière étape pour finaliser l'empilement de l'objet optique : la planarisation.

Dans cette partie nous ne tiendrons pas compte de la couche d'encapsulation qui est homogène en épaisseur et ne devrait donc pas modifier les calculs présentés.

#### 3.1 - Intérêt

L'étape de planarisation consiste à gommer les imperfections de remplissage de la microstructure en réduisant ainsi les défauts optiques dus à ces imperfections. En effet, le mauvais remplissage d'une cuve conduit à la formation d'un ménisque concave ou convexe à l'interface liquide/ air. La courbure du ménisque et la différence d'indice entre l'air et le liquide contenu dans la cuve va faire en sorte que cette surface agit comme une microlentille convergente ou divergente pour l'onde incidente la traversant. Le film microstructuré est alors constitué d'un réseau de microlentilles le rendant optiquement inacceptable.

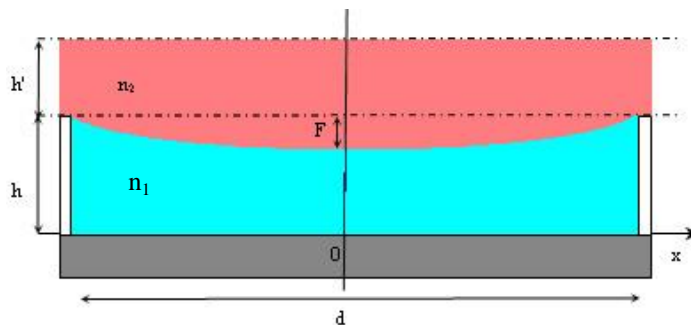


Figure 137 - Cuves remplies formant un ménisque circulaire de largeur  $d$  et de flèche  $F$

Gaid MOULIN <sup>[2]</sup> a étudié les défauts optiques engendrés par les défauts de remplissage des microcuves. Ainsi, on considère une cuve (de hauteur  $h$  et de largeur  $d$ ) remplie de liquide d'indice  $n_1$  et recouverte d'une couche de matériau d'indice  $n_2$  et d'épaisseur  $h'$ . L'interface entre les deux milieux forme un ménisque simplifié de forme circulaire définie par une corde de longueur  $d$  et une flèche  $F$  correspondant respectivement à

la largeur d'une cuve et à la profondeur du ménisque au centre de la cuve (Figure 138). La phase  $\varphi$  (en radians) d'une onde en un point  $x$  peut être déterminée par la formule suivante:

$$\varphi(x) = \varphi_0 - \frac{8\pi F \Delta n}{\lambda d^2} x^2 \quad \text{I-1}$$

Avec  $\varphi_0 = \frac{2\pi}{\lambda} [n_1 h + n_2 h' + \Delta n \cdot F]$  et  $\Delta n = n_2 - n_1$

Et où  $\lambda$  est la longueur d'onde à laquelle est observé l'échantillon ( $\lambda = 550\text{nm}$  à l'œil et  $\lambda = 682\text{nm}$  pour le laser de mesure du DHM).

Il est alors possible de définir la variation de phase  $\Delta\varphi$  introduite par le ménisque entre le centre ( $x=0$ ) et le bord de la cuve ( $x=d/2$ ) par la relation suivante :

$$\Delta\varphi = \varphi(0) - \varphi(d/2) = \frac{2\pi}{\lambda} F \Delta n \quad \text{I-2}$$

L'objectif étant de ne pas avoir de variation de phase entre le centre et le bord de la cuve, nous pouvons jouer sur la qualité du remplissage pour diminuer la flèche  $F$  du ménisque ou sur la différence d'indice de réfraction  $\Delta n$  entre les deux milieux formant l'interface courbée pour diminuer la variation de phase. Pour notre étude, le remplissage parfait de l'ensemble des cuves de notre microstructure n'étant pas envisageable, nous avons choisi de travailler sur la deuxième possibilité.

En l'absence de couche planarisante, le milieu d'indice  $n_2$  est l'air avec  $n_2 = n_{\text{air}} = 1$ . Si la flèche  $F$  est grande, nous avons alors un déphasage  $\Delta\varphi$  important. Si un matériau d'indice de réfraction moyen par rapport aux liquides de remplissage de la microstructure est déposé sur l'ensemble des cuves avec  $n_2 > n_{\text{air}}$ ,  $\Delta n$  est réduit. Le déphasage  $\Delta\varphi$  à l'intérieur d'une même cuve est atténué et nous avons alors un gommage des défauts optiques engendrés par le procédé jet d'encre (Figure 139).

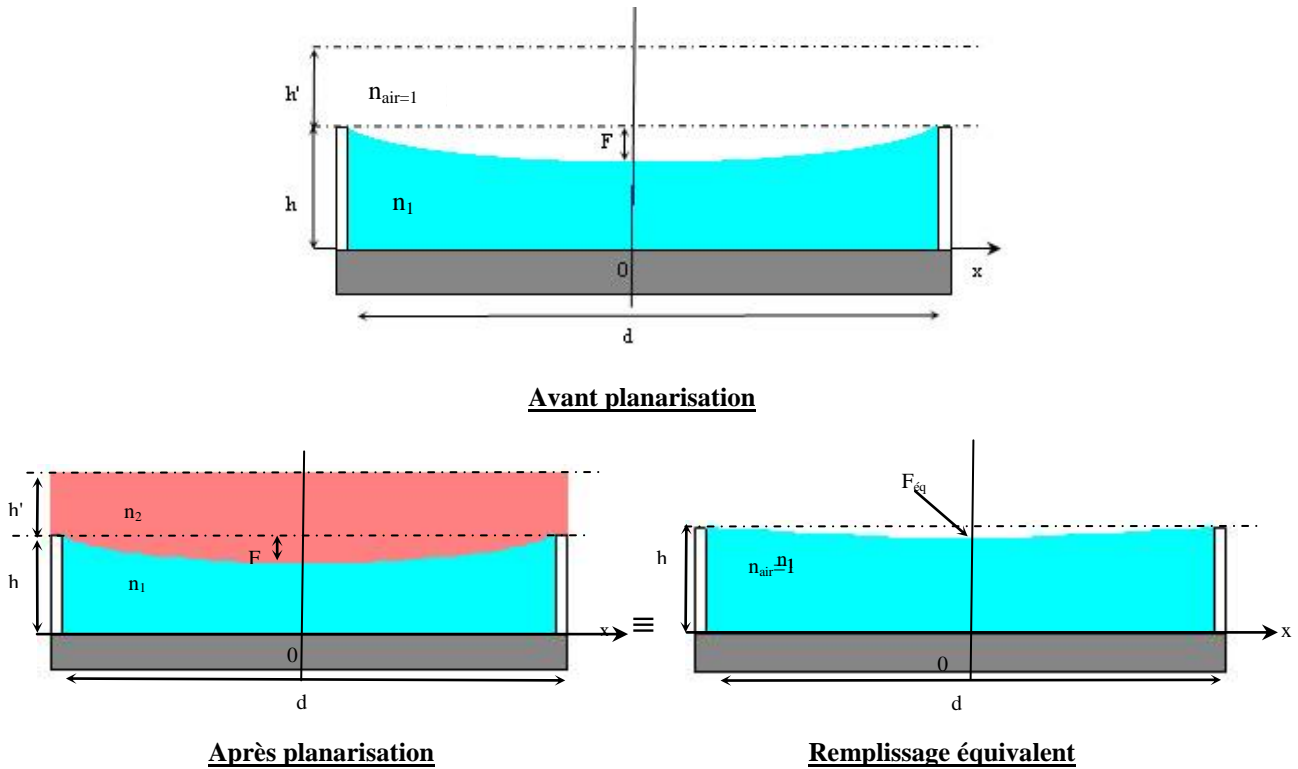


Figure 138 - Illustration de l'effet de la couche planarisante

D'après l'équation I-2, avant planarisation, nous avons:

$$\Delta\varphi_{av} = \frac{2\pi}{\lambda} F (n_1 - n_{air}) = \frac{2\pi}{\lambda} F (n_1 - 1) \quad \text{I-3}$$

Après planarisation, le déphasage vaut:

$$\Delta\varphi_{ap} = \frac{2\pi}{\lambda} F |n_1 - n_2| \text{ avec } n_2 > 1 \text{ donc } \Delta\varphi_{ap} < \Delta\varphi_{av} \quad \text{I-4}$$

Et nous pouvons déterminer la flèche  $F_{\acute{e}q}$  du ménisque de la cuve qui donnerait un déphasage équivalent à  $\Delta\varphi_{ap}$  sans couche de planarisation:

$$\Delta\varphi_{ap} = \frac{2\pi}{\lambda} F |n_1 - n_2| = \frac{2\pi}{\lambda} F_{\acute{e}q} (n_1 - 1) \text{ d'où } F_{\acute{e}q} = \frac{|n_1 - n_2|}{n_1 - 1} F \quad \text{I-5}$$

Pour illustrer l'effet de la couche de planarisation sur la variation de phase perçue par une onde lumineuse traversant une cuve, nous avons rempli en jet d'encre une microstructure aléatoire à base hexagonale par une encre d'indice de réfraction  $n_1=1,48$  (FAU115). Nous avons réalisé une mesure de topologie de cette microstructure au DHM. Puis, nous avons

réitéré cette mesure après avoir déposé une couche planarisante d'indice  $n_2=1,52$  (FAU94) sur les microcuves (Figure 140).

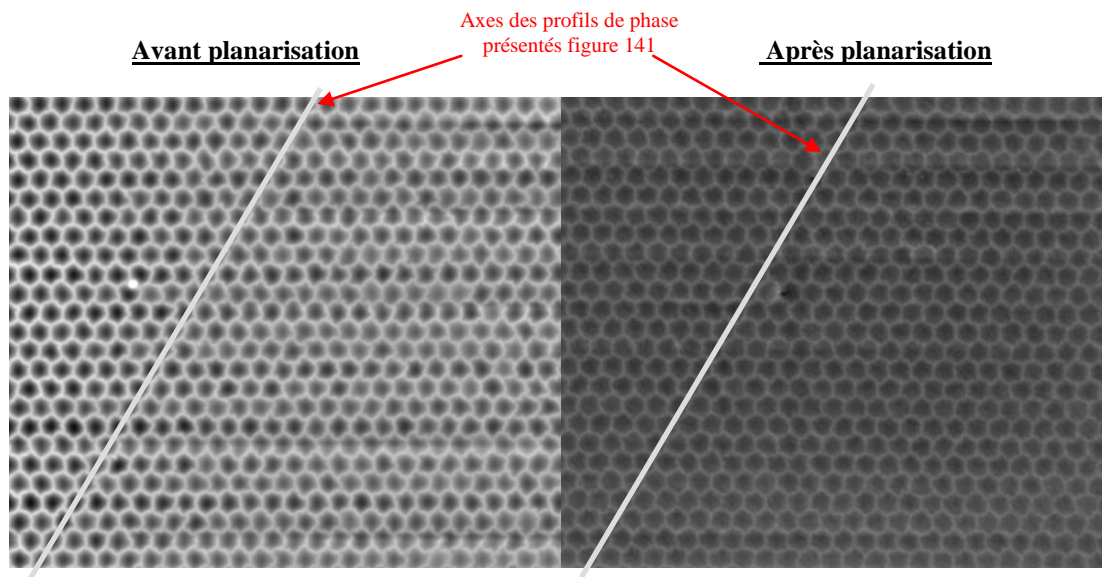


Figure 139 - Images DHM avant et après planarisation

Nous pouvons voir sur ces images comparatives que les variations de niveaux de gris présentes sur l'image avant planarisation, correspondant au niveau de remplissage des cuves, sont fortement atténuées après planarisation. Avec la couche planarisante, toutes les cellules de la microstructure ont globalement le même niveau de gris, ce qui signifie que toutes les cellules imposent globalement le même déphasage par rapport aux murs.

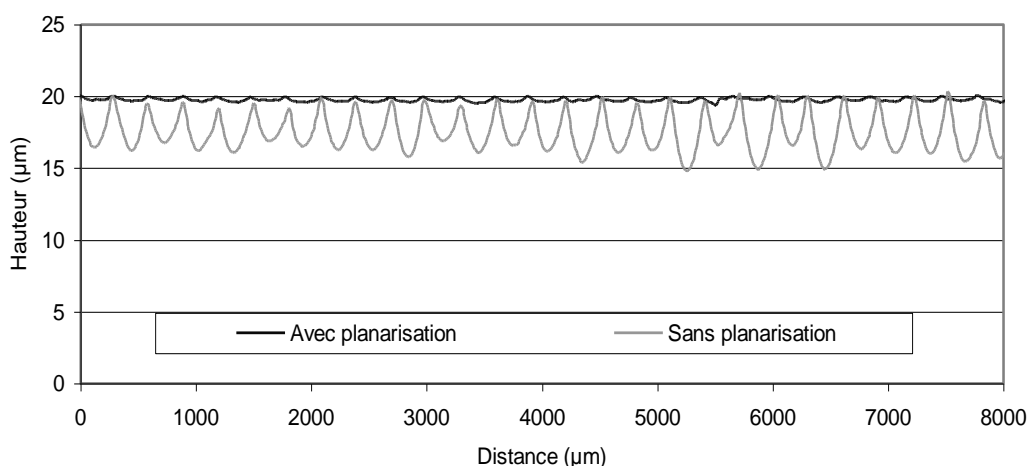


Figure 140 - Comparaison profil de remplissage

La figure 141 présente les profils de phase tracés suivant les deux axes indiqués sur la figure 140. Ainsi, les flèches (observées entre le centre et le bord des cuves) des ménisques des cuves remplies sans planarisation varient entre 3 et 5  $\mu\text{m}$ . Ceci correspond à des

déphasages  $\Delta\varphi_{av}$  variant entre 13,3 et 22,1 radians (équation I-3, avec  $\lambda = 682nm$  et  $\Delta n = 1,48 - 1 = 0,48$ ). Après planarisation, les flèches des ménisques équivalents observés varient de 250 à 430nm. Ceci est bien en adéquation avec les déphasages attendus après planarisation  $\Delta\varphi_{ap}$  variant de 1,1 à 1,9 radians (équation I-4 et I-5 avec  $\Delta n = |1,48 - 1,52| = 0,04$ ).

Ainsi, les valeurs de  $\Delta\varphi_{ap}$  apparentes obtenues avec la couche de planarisation correspondraient à des cuves remplies sans couche de planarisation dont les flèches des ménisques varieraient entre 250 et 430nm. Nous avons donc une forte diminution du déphasage observé à l'échelle des microcuves.

Cependant, l'application de cette couche de planarisation sur des cuves sous-remplies moyenne la valeur de l'indice de réfraction local de la cuve et donc détériore l'amplitude de la discrétisation de la phase de la microstructure. L'optimisation du remplissage des microstructures reste donc indispensable au projet pour obtenir une bonne discrétisation et une puissance optique importante.

### 3.2 - Principe de dépôt

Cette couche de planarisation est actuellement réalisée par dépôt jet d'encre d'une encre UV FAU94 polymérisable, d'indice de réfraction ( $n=1,52$ ) proche de celui des murs de la microstructure.



**Figure 141- Vue en coupe de l'empilement complet**

Pour que cette couche soit efficace (Figure 142), il est nécessaire qu'une fois solidifiée, elle forme une interface plane avec l'air. Si le liquide est bien mouillant, l'encre déposée va d'abord remplir préférentiellement les cavités formées par les ménisques concaves. Puis, l'ajout de liquide va permettre de combler la rugosité et former une couche homogène de liquide au dessus de l'ensemble du film texturé. Celui-ci va devenir alors transparent et optiquement acceptable.

Maintenant que l'impression jet d'encre et les stratégies de remplissage des microstructures ont été optimisées et que l'empilement des couches permettant de finaliser les objets ont été introduits, nous allons présenter un exemple concret de profil de phase réalisé sur un film pixellisé. Puis nous analyserons les propriétés optiques de ce profil.

## **II - Réalisation de lentille de Fresnel plane**

Afin de nous affranchir de l'étape d'encapsulation par procédé CVD, en raison des difficultés rencontrées, nous avons réalisé nos profils de phase en utilisant des encres polymérisables aux UV. La variation d'indice de réfraction atteignable avec ces encres acrylates, développées pour le projet, est égale à  $\Delta n = 0,08$ . Cette variation étant relativement faible pour imposer à une lentille une puissance optique détectable à l'œil, nous avons choisi de réaliser une lentille dite de Fresnel, permettant d'accroître la puissance optique perçue.

### **1 - Définition d'une lentille de Fresnel**

#### **1.1 - Principe**

Inventée en 1822 par Augustin Fresnel <sup>[3]</sup>, le principe des lentilles de Fresnel permet d'augmenter la puissance optique d'une lentille de large diamètre en s'affranchissant des problèmes d'épaisseur des lentilles classiques. Augustin Fresnel s'est penché sur cette problématique pour perfectionner le système de projection des phares dans les ports afin d'avoir une distance focale courte tout en minimisant le poids et le volume des lentilles.

Pour obtenir ce résultat, Fresnel va découper une lentille plan-convexe en section annulaires concentriques, nommées zones de Fresnel, dont la pente va varier plus ou moins fortement en fonction de la position de l'anneau par rapport au centre (Figure 143). Les courbures des anneaux prismatiques sont calculées de telle sorte que les faisceaux incidents venant du foyer de la lentille convexe ressortent parallèles à l'axe optique. Ces anneaux correspondent à des repliements de phase.

Ainsi en optique classique, une lentille de Fresnel est obtenue en taillant ces sections annulaires dans la masse du matériau (verre ou plastique), et en faisant varier la topologie de surface de la lentille comme illustrée figure 143. Sur cette figure les deux lentilles présentée ont la même distance focale, mais ont une épaisseur différente.

Les lentilles de Fresnel permettent d'augmenter la puissance optique d'une lentille pour une épaisseur donnée, mais présente une qualité optique médiocre en raison de la visibilité des anneaux la constituant.

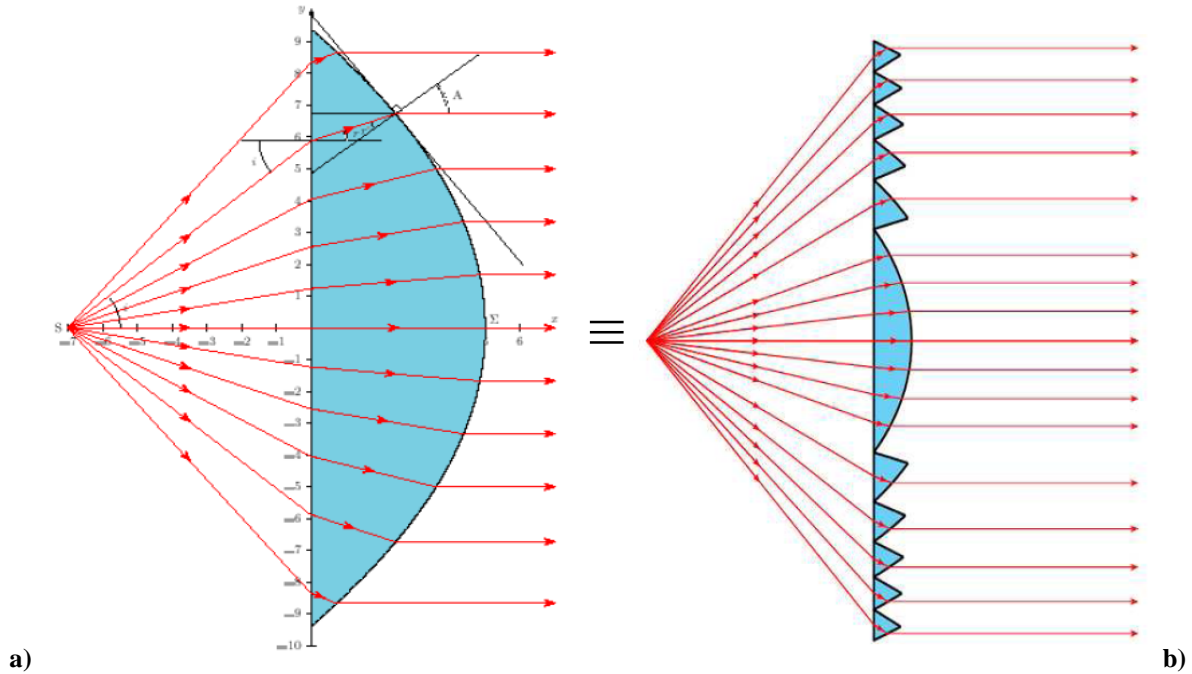


Figure 142 - Comparaison d'une lentille classique (a) et de la lentille de Fresnel correspondante (b)

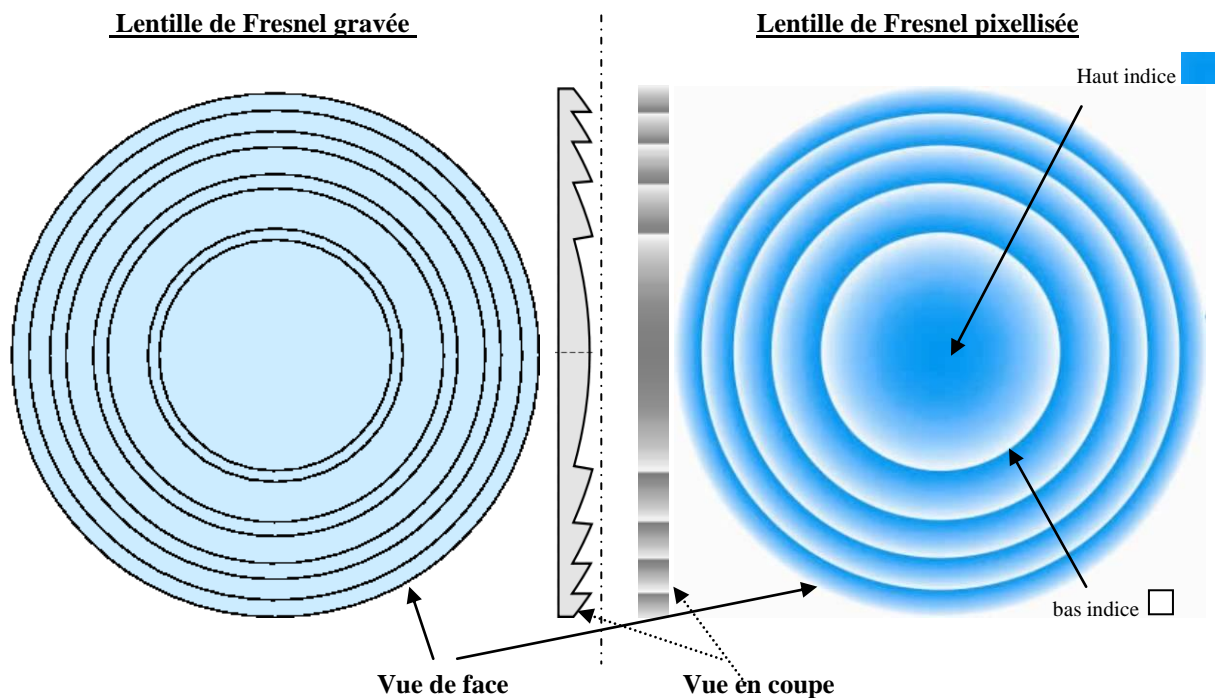


Figure 143 - Illustration d'une lentille de Fresnel classique (variation d'épaisseur) et de la lentille de Fresnel pixellisée correspondante (variation d'indice de réfraction)



Dans notre cas, les variations topologiques présentées correspondent aux variations d'indice de réfraction de notre microfilm (Figure 144). La lentille de Fresnel gravée aura la même épaisseur globale que la lentille pixellisée, mais dans la première les variations de phase sont imposées par les variations de topologie et dans la seconde par les variations concentrique d'indice de réfraction. L'utilisation d'anneaux prismatiques de Fresnel, nous permet d'augmenter la puissance optique de la lentille obtenue tout en utilisant des matériaux dont la différence d'indice de réfraction ( $\Delta n$ ) est faible.

## 1.2 - Calcul du profil de phase

Les calculs optiques permettant de définir les profils de phase des lentilles de Fresnel ont été effectués par Céline PASANAU <sup>[4]</sup>, à l'Institut d'optique d'Orsay. Ils sont définis pour sur une zone carrée de 16mm de côté en fonction de la distance focale visée ( $f$ ), de la hauteur de la microstructure ( $h$ ), d'une longueur d'onde ( $\lambda$ ) donnée et de la différence d'indice de réfraction entre les deux liquides utilisés ( $\Delta n$ ).

De manière simplifiée, l'expression de la focale d'une phase idéale est donnée par un polynôme de Zernike <sup>[4]</sup>. Pour une lentille classique de distance focale  $f$ , la phase est donnée en coordonnées cartésiennes par:

$$\varphi(x, y) = \frac{\pi}{\lambda f} (x^2 + y^2) \quad \varphi \text{ avec en radians} \quad \text{II-1}$$

Le maximum de déphasage sera alors calculé par la différence de phase en le bord de la lentille (de rayon  $r$ ) et le centre:

$$\Delta\varphi = \varphi(r, r) - \varphi(0,0) = \frac{\pi}{\lambda f} r^2 \quad \text{II-2}$$

Pour définir la lentille de Fresnel correspondante de diamètre  $r$ , il faut déterminer les repliements de phase, c'est-à-dire le nombre d'anneaux concentriques pour imposer ce déphasage au front d'onde la traversant. En principe, ces repliements sont effectués tous les modulus  $2\pi$  de phase. Dans notre cas, nous avons fixé la hauteur  $h$  de la lentille, et la différence d'indice maximale  $\Delta n$ . Nous pouvons donc définir la variation de phase d'un repliement  $\Delta\varphi_r$ , tel que:

$$\Delta\varphi_r = \frac{2\pi}{\lambda} h\Delta n \quad \text{II-3}$$

Le nombre  $i$  de repliements de phase nécessaires pour décrire l'ensemble de la lentille vaut:

$$i = \frac{\Delta\varphi}{\Delta\varphi_r} \quad \text{II-4}$$

Une illustration de différents profils calculés convertis en image à 256 niveaux de gris, comme décrit dans le chapitre 3, est proposée figure 145. Le liquide de référence étant le liquide d'indice le plus élevé, sur ces images les pixels noirs représentent le liquide de haut indice de réfraction et les pixels blancs le liquide de bas indice.

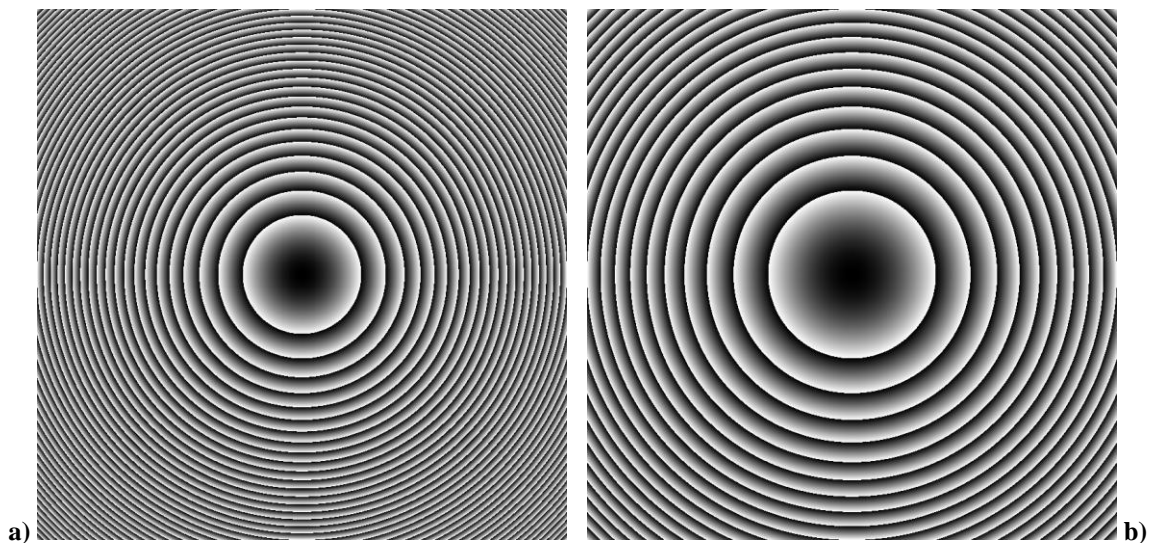


Figure 144 - Exemple de profil de phase en 256 niveaux de gris obtenu pour une lentille de Fresnel de distance focale de 1m (a) et 2m (b) pour  $\lambda = 682\text{nm}$ ,  $h=20\mu\text{m}$  et  $\Delta n = 0,08$

## 2 - Réalisation d'une lentille de Fresnel

### 2.1 - Liquides utilisés

Les liquides utilisés pour réaliser ces lentilles de Fresnel sont les encres FAU114 d'indice  $n_{114}=1,54$  et FAU115 d'indice  $n_{115}=1,48$  (présentées chapitre 2). Nous avons donc une différence d'indice disponible de  $\Delta n = 0,08$ . Ces deux liquides sont parfaitement miscibles et nous avons vérifié la variation linéaire de l'indice de réfraction de leur mélange binaire avec la fraction volumique d'un des deux constituants.

## 2.2 - Microstructures utilisées

Pour avoir une bonne discrétisation du profil de phase, nous avons réalisé des tests sur des mosaïques type Voronoï de dimension caractéristique  $d_c=75\mu\text{m}$  et  $d_c=50\mu\text{m}$ , dont la hauteur  $h$  des murs varie autour de  $20\mu\text{m}$ .

Les densités de gouttes nécessaires pour chacun des liquides permettant de remplir  $1\text{cm}^2$  de ces microstructures sont reportées dans le tableau 15:

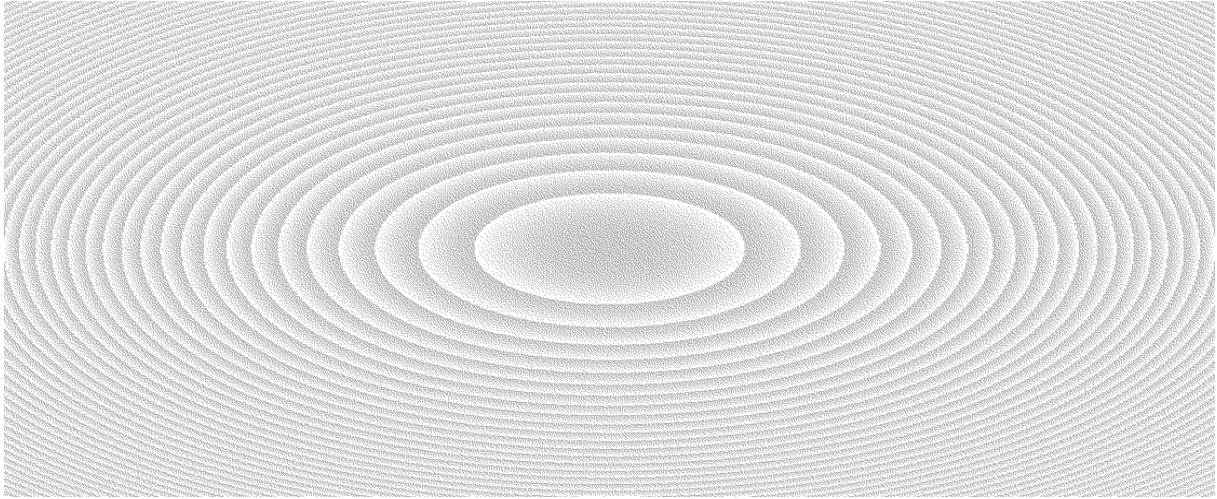
	$d_c=75\mu\text{m}$		$d_c=50\mu\text{m}$	
	$D_{\mu\text{m}}$ (gouttes/ $\text{cm}^2/\mu\text{m}$ )	$V_c/V_g$	$D_{\mu\text{m}}$ (gouttes/ $\text{cm}^2/\mu\text{m}$ )	$V_c/V_g$
FAU114	7254	8	6417	3
FAU115	9932	11	8370	4

Tableau 15 - Densité de gouttes par  $\text{cm}^2$  pour remplir une microstructure sur  $1\mu\text{m}$

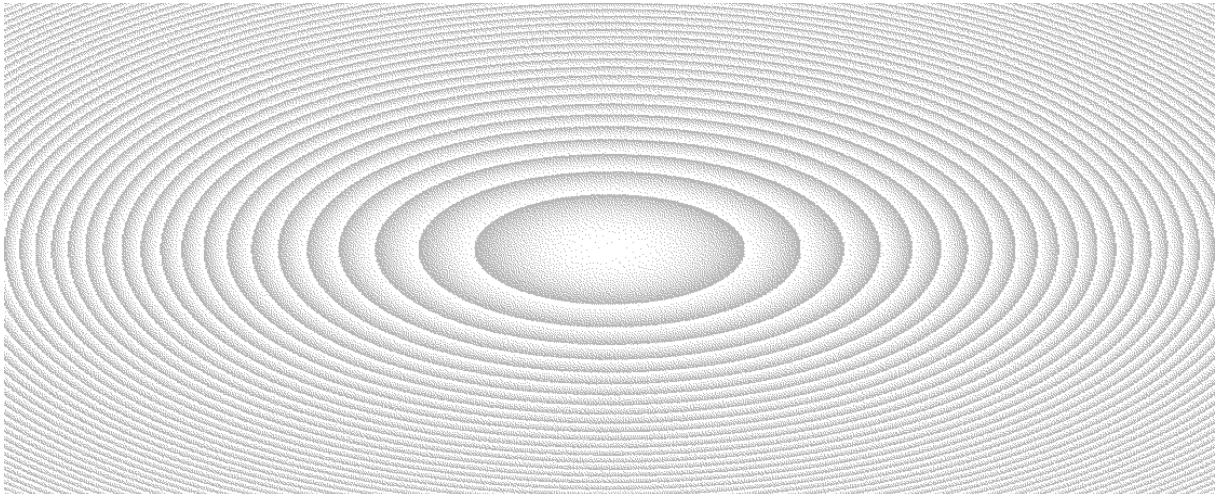
D'après ce tableau, nous pouvons remarquer que le rapport entre le volume moyen des cuves et le volume moyen des gouttes  $V_c/V_g$  varie entre 3 et 11. Nous savons donc d'ores et déjà que le remplissage des cuves sera non optimal. Cependant, les anneaux les plus à l'extérieur des lentilles étant très fins, il nous est nécessaire de travailler avec ces petites tailles de microcuves pour avoir une chance d'obtenir des anneaux bien définis.

## 2.3 - Tramage de l'image

Nous avons choisi de réaliser des lentilles de Fresnel de focale  $f=1\text{m}$  à  $\lambda=550\text{nm}$  et à  $\lambda=682\text{nm}$  (dont le profil est présenté figure 145-a). Une fois les paramètres nécessaires à la gestion des volumes des deux encres déterminés, l'image du profil de phase en 256 niveaux de gris a été redimensionnée et transformée à l'aide d'un outil de tramage proche de celui présenté dans le chapitre 3 (puisque le développement de ce dernier n'est actuellement pas terminé). Les images d'impression obtenues, représentant la cartographie de dépôt des gouttes pour chacun des liquides, sont présentées figures 146 et 147.



**Figure 145 -Image d'impression tramée pour l'encre FAU114 (liquide de référence) pour une lentille de Fresnel de focale  $f=1\text{m}$  ( $\lambda =682\text{nm}$ ,  $h=20\mu\text{m}$  et  $\Delta n =0,08$ )**



**Figure 146-Image d'impression tramée pour l'encre FAU115 (liquide complémentaire) pour une lentille de Fresnel de focale  $f=1\text{m}$  ( $\lambda =682\text{nm}$ ,  $h=20\mu\text{m}$  et  $\Delta n =0,08$ )**

## **2.4 - Définition des paramètres jet d'encre**

Les têtes d'impression utilisées pour ces tests sont les têtes XAAR318, dont les paramètres d'impression (tension appliquée et température) ont été optimisés pour avoir une éjection stable des gouttes. De plus, nous avons utilisé toutes les méthodes d'optimisation détaillées dans le chapitre 3 pour limiter les inhomogénéités de remplissage, à savoir la stratégie d'impression avec redondance et interlacé, et une distance d'impression entre tête et substrat faible.

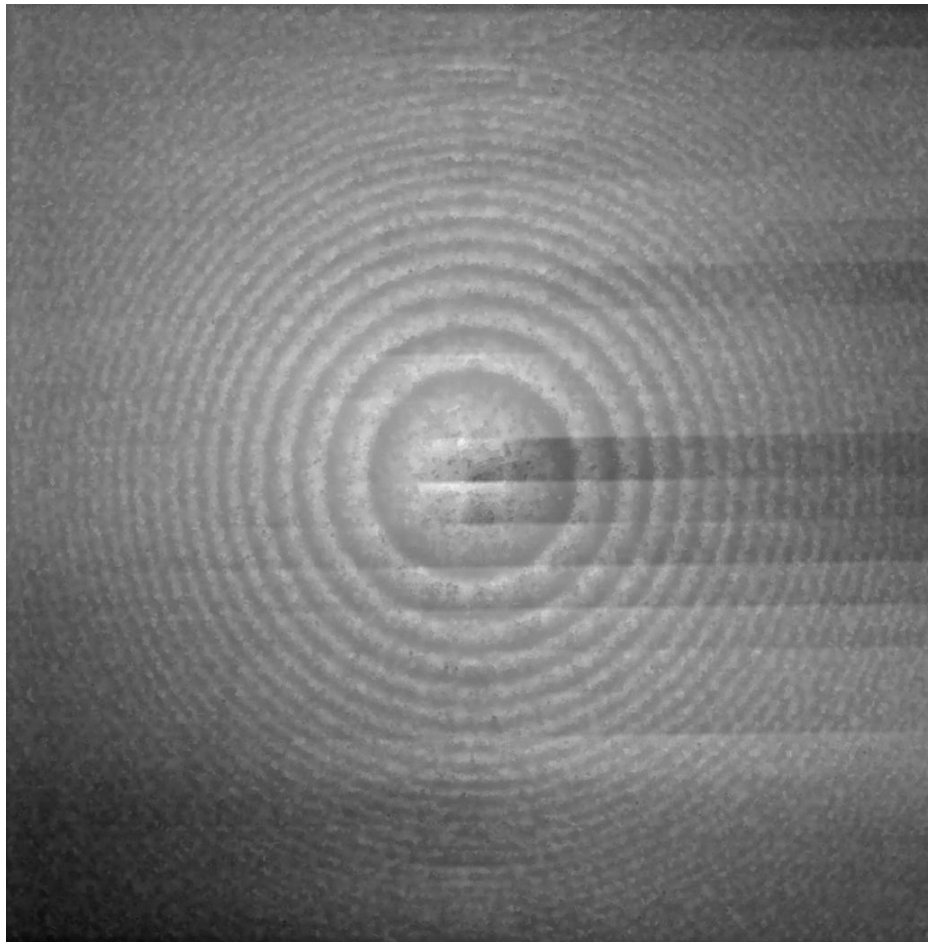
L'impression a été réalisée à 2000x720dpi pour une vitesse de déplacement du substrat de 70mm/s. Le substrat fait ensuite une dizaine d'aller-retours sous lampe UV EXFO afin de polymériser les encres UV. Puis, une couche d'encre FAU 94 (d'indice de réfraction  $n_{94}=1,52$ ) est déposée sur la microstructure pour former la couche de planarisation. Enfin, celle-ci est polymérisée sous lampe UV pour finaliser l'empilement.

Nous obtenons ainsi les lentilles de Fresnel que nous avons ensuite caractérisées.

### **3 - Caractérisations**

#### **3.1 - DHM (Microscope Digital Holographique)**

Le module d'assemblage automatique du DHM ainsi que l'objectif d'agrandissement x5, nous ont permis de reconstruire la cartographie de remplissage des lentilles présentée figure 148. Les bandes visibles sur cette image correspondent aux lignes du scan automatique du microscope.

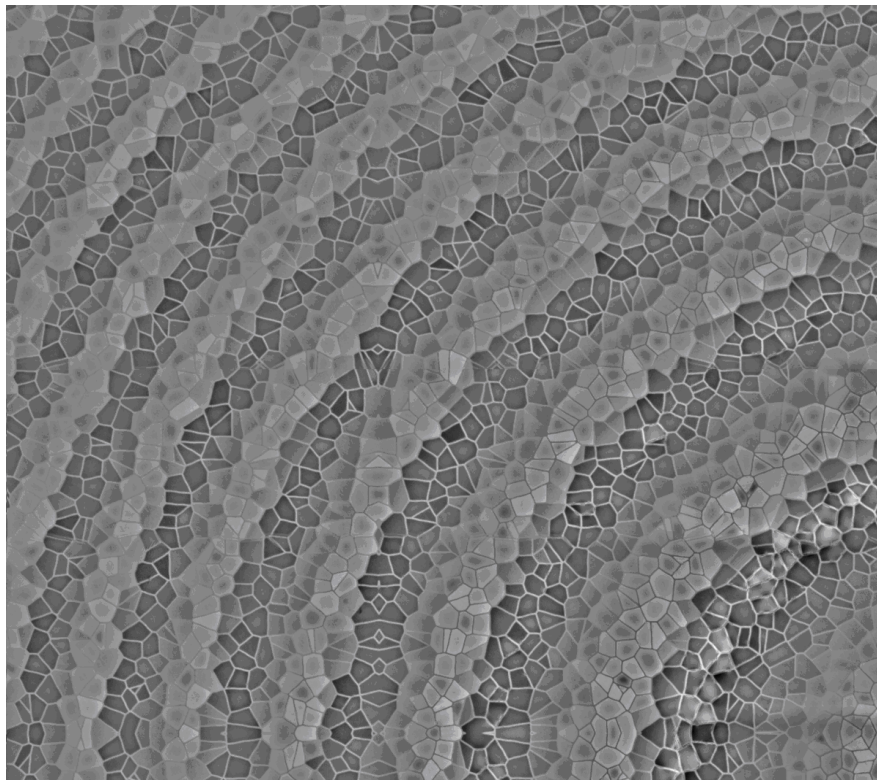


**Figure 147 - Cartographie de phase de la lentille de Fresnel ( $f=1m$ ,  $\lambda =682nm$  et  $\Delta n =0,08$ )**

Cette cartographie montre qu'il existe des défauts de reconstruction sur l'image. Précisément à ces endroits, le DHM n'a pas réussi à bien recoller la phase avec la bande précédente ou suivante, et nous pouvons remarquer que ces défauts sont plus concentrés au centre de la lentille. Le faisceau du laser de mesure étant plus fin que le diamètre de la lentille, nous supposons que celui-ci est dévié au fur et à mesure par la puissance de la lentille et que celui-ci perd alors sa référence de mesure. Il ne lui est alors plus possible d'assembler correctement les hologrammes permettant de cartographier la phase.

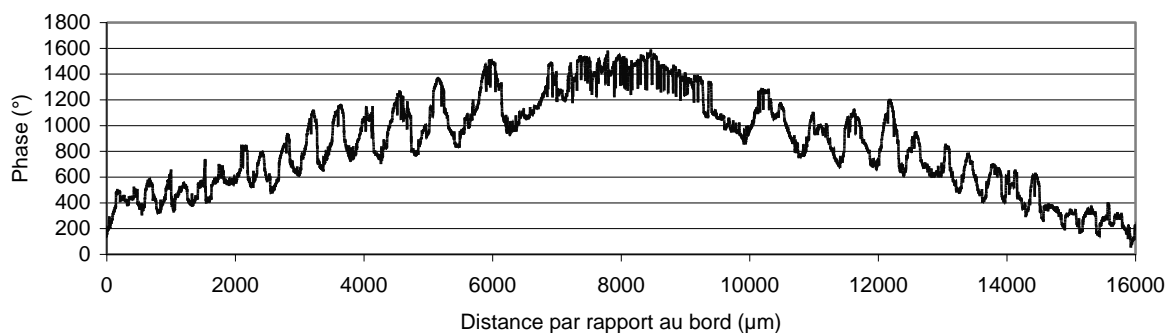
Ces défauts mis à part, nous remarquons que les variations de phase observées forment bien des anneaux concentriques. Ceci signifie que les têtes d'impression contenant les deux liquides ont été correctement positionnées l'une par rapport à l'autre et donc que les deux images ont été parfaitement superposées. Nous pouvons aussi constater que le nombre de repliements de phase visibles est bien égal au nombre d'anneaux du profil de la figure 145-a.

Par ailleurs, les anneaux placés dans la partie centrale de la lentille sont bien définis et lorsque l'on se rapproche du bord, ceux-ci deviennent de moins en moins faciles à distinguer. Ceci est dû à la résolution spatiale de la phase, imposée par la distance caractéristique des microcuves  $d_c$ , qui devient insuffisante pour bien échantillonner la phase sur les bords.



**Figure 148 - Zoom sur une partie de la cartographie présentée figure 148**

Sur le zoom présenté figure 149, nous pouvons distinguer la variation progressive de la phase dans chaque anneau. Cependant, plus l'anneau est positionné vers le bord et moins l'amplitude de la variation de phase est importante. Ce phénomène est aussi lié à la taille trop grande des microcuves ne permettant pas une bonne discrétisation des anneaux les plus fins, atténuant de ce fait la dynamique de la phase. Ceci peut être vérifié sur le profil de phase tracé le long de la diagonale horizontale de la lentille (Figure 150), où l'amplitude des pics de phase diminue en allant vers le bord de la lentille.

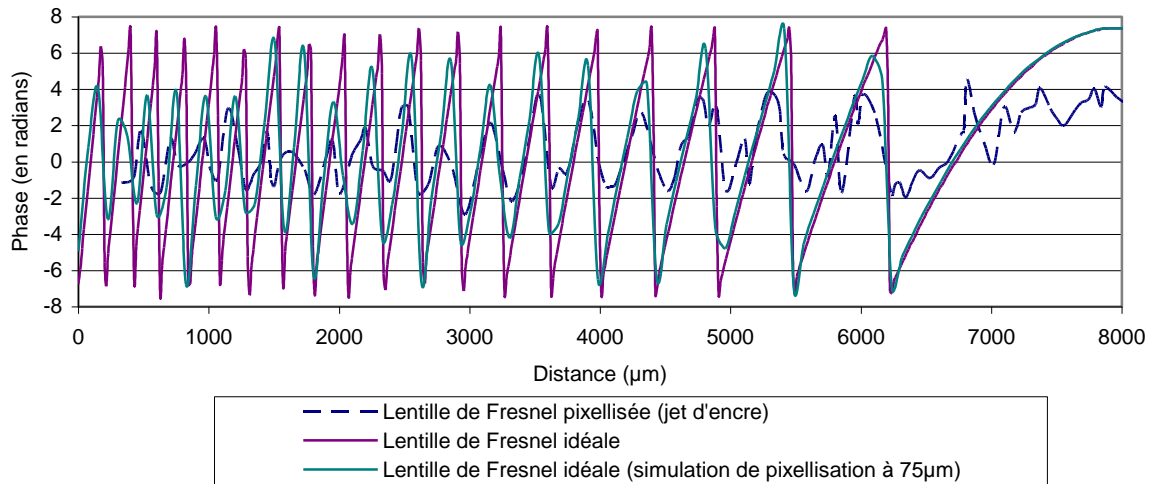


**Figure 149- Profil de phase tracé le long de la diagonale horizontale de la lentille**

Sur ce graphe, nous pouvons voir que la base de la lentille ne reste pas au même niveau de phase. Ce constat est en adéquation avec la variation de la couleur des murs de la microstructure en fonction de la position de la cuve sur l'anneau concentrique, signifiant que la phase mesurée par le DHM à travers les murs varie en fonction de sa position sur la lentille. Ce résultat reste improbable, ce qui semble confirmer le fait que la lentille perturbe le laser de mesure du DHM. Les mesures automatiques du DHM nous donnent donc une bonne approximation des variations de phase mais restent néanmoins peu précises.

Nous avons alors réalisé des mesures manuelles par déplacement sur l'axe de la diagonale de la lentille et en mesurant pour chaque cuve, le déphasage entre le liquide de remplissage et le mur. Ces mesures nous indiquent donc l'évolution de l'indice des microcuves sur une demi-diagonale de la lentille (Figure 151). L'axe des ordonnées représentant la phase est centrée sur la phase des rayons lumineux traversant les murs de la microstructure.

Les deux autres courbes du graphique représentent le profil de phase idéal pour avoir une lentille de Fresnel de focale 1m, et le même profil de phase simulant une pixellisation à 75µm. Ce deuxième profil donne donc une approximation du profil que nous devrions obtenir si le remplissage de nos microstructures était parfait.



**Figure 150 - Evolution de l'indice des microcuves sur une demi-diagonale de la lentille  
Déphasage par rapport aux murs de la microstructure**

L'écart d'amplitude entre ce profil et le profil des mesures effectuées sur notre lentille est dû au fait que nos microstructures mosaïques ne représentent pas une pixellisation parfaite à  $75\mu\text{m}$ .  $d_c = 75\mu\text{m}$  représente la taille moyenne des microcuves, qui présentent en réalité une très grande dispersion. Ce défaut a un fort impact sur la qualité de nos remplissages et donc sur l'échantillonnage du profil de phase.

Cependant, ces mesures nous indiquent que la géométrie du profil est respectée, puisque le nombre et la position des repliements de phase est globalement correcte. Enfin, nous pouvons aussi remarquer que le profil mesuré est très bruité, ce qui est la conséquence de la grande disparité de la taille des cuves.

Le DHM nous permet de réaliser des mesures locales de déphasage du front d'onde et de retracer une approximation du profil de phase de la lentille. Cependant, cet appareil de mesure ne nous offre pas la possibilité d'analyser la variation globale du front d'onde imposée par la lentille de Fresnel et ainsi de déterminer la distance focale et les aberrations optiques de celle-ci. Pour effectuer ces caractérisations nous avons utilisé un analyseur de front d'onde.

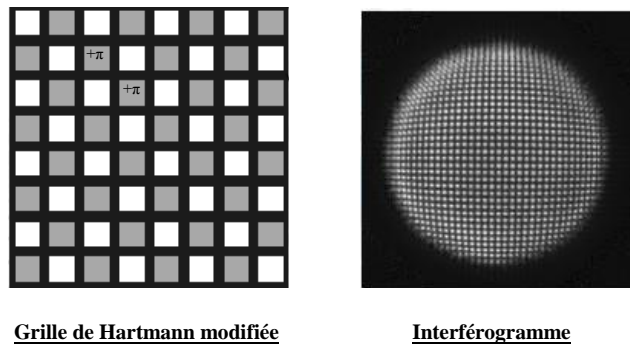
## 3.2 - Analyseur de front d'onde

### a - Principe de fonctionnement du banc de mesure

Ces analyses ont été réalisées au sein de la société PHASICS et sont basées sur des analyses de Shack-Hartmann <sup>[5]</sup>, permettant de mesurer la déformation du front d'onde à travers une lentille. Cet analyseur de front d'onde est composé d'un masque de Hartmann

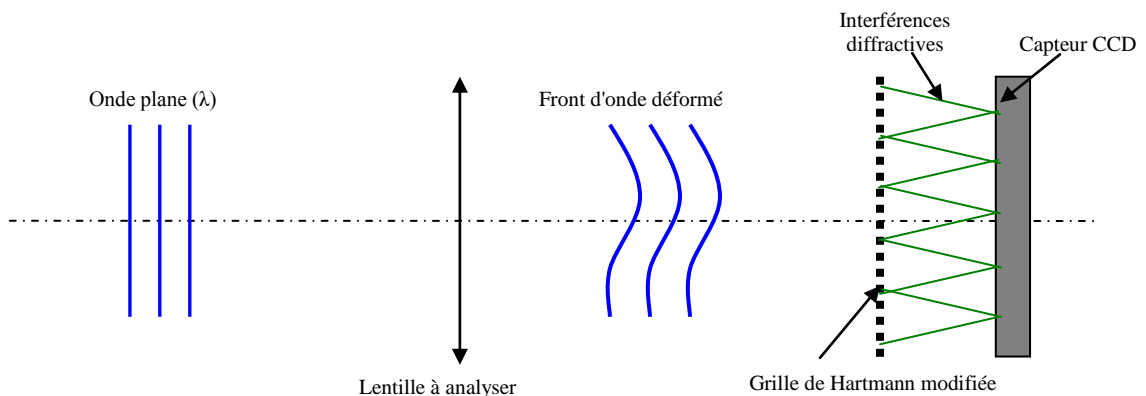


modifié <sup>[5]</sup> (Figure 152). Ce masque est une optique diffractive constituée d'un damier de sauts de phase et qui est placée en parallèle devant un capteur de caméra CCD sensible à la lumière.



**Figure 151 - Grille de Hartmann modifiée et interférogramme capté par la caméra CCD**

L'onde lumineuse va ainsi être déformée par la lentille analysée avant de passer à travers la grille de l'analyseur (Figure 153). L'optique diffractive va ensuite générer des interférences sur le capteur dont la position varie en fonction de la déformation imposée par la lentille analysée. Le logiciel informatique associé va déterminer la position relative des interférences par rapport à une référence correspondant à une onde plane non déformée. Des algorithmes permettent alors de remonter à la déformation du front d'onde et donc au profil de phase de la lentille en temps réel.



**Figure 152 - Principe de mesure de l'analyseur de front d'onde**

L'analyseur de la société Phasics a l'avantage d'avoir une très haute résolution (29,6 $\mu$ m), ce qui permet d'avoir une bonne cartographie de la phase. Il offre aussi la possibilité de faire des mesures à différentes longueurs d'onde. Nous avons effectué ici des mesures à 635nm (laser rouge) et à 540nm (diode verte).

## b - Observations

L'observation d'un halo lumineux important autour de la tache de focalisation nous indique qu'une grande partie de l'intensité lumineuse n'est pas focalisée, et traverse la lentille sans être déviée. Ce phénomène est lié à la diffusion importante générée par la présence de la microstructuration. Pour augmenter la qualité optique de nos lentilles, le taux d'énergie lumineuse diffusée doit être diminué. Ici, nous nous sommes affranchis de ce halo lumineux pouvant perturber la mesure du front sur le capteur en diaphragmant le faisceau et en ne laissant passer que la partie focalisée de celui-ci (Figure 154).

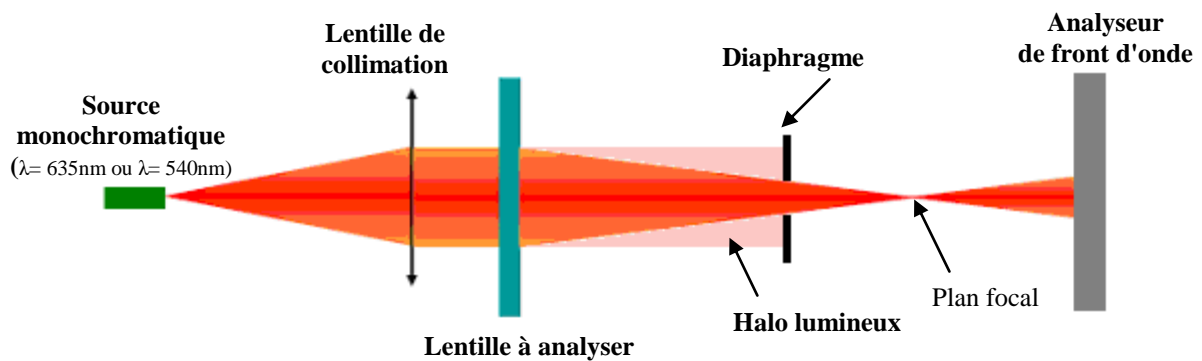


Figure 153 - Montage du banc d'observation

Le banc optique utilisé par PHASICS pour les analyses de front d'onde nous a permis de déterminer la distance focale de nos lentilles de Fresnel. Ainsi, à 635nm, la lentille fait bien focaliser le rayon collimaté. La présence de deux foyers images au lieu d'un a été mise en évidence à des distances focales  $f_1=1140\text{mm}$  et  $f_2=820\text{mm}$ . La raison de ce phénomène est actuellement étudiée en partenariat avec l'Institut d'optique, mais n'a pas encore été élucidé <sup>[4]</sup>.

La carte de phase du front d'onde qui a traversé la lentille est donnée figure 155. Les mesures présentées, ici, sont les variations de chemin optique  $\Delta L$  du front d'onde, qui peut être relié au déphasage par la relation:

$$\Delta\varphi = \frac{2\pi}{\lambda} \Delta L \quad \text{II-5}$$

Ces mesures montrent que l'onde analysée est une onde divergente, alors que la lentille est convergente. Ceci s'explique par le fait que cette analyse est effectuée en aval du foyer image de distance focale  $f_1$ , où les rayons focalisent en un point (ici, une tache) avant de s'éloigner en divergeant. Ainsi, la forme du front d'onde observée est bien celle attendue pour notre lentille.

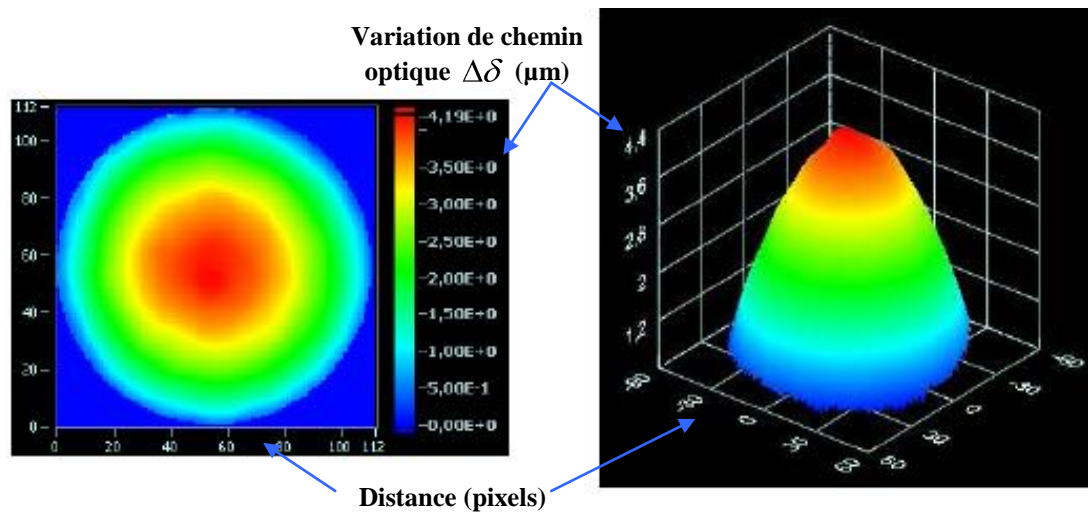


Figure 154 - Profil de phase du front d'onde de la lentille

Le logiciel utilisé offre également la possibilité de soustraire la forme globale du front d'onde aux mesures obtenues et ainsi d'observer les aberrations optiques résiduelles dans le plan focal de la lentille. Ces mesures montrent ainsi les déformations de l'onde, localisées au niveau de sa tache de focalisation. L'objectif est d'obtenir le front d'onde le plus plan possible (Figure 156).

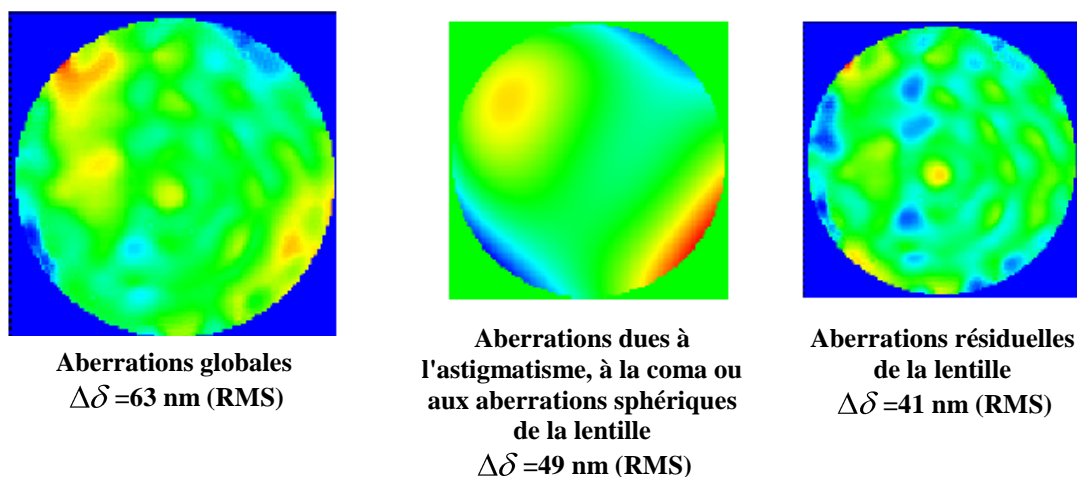


Figure 155 - Cartographie des aberrations optiques dans le plan focale  $f_1$  de la lentille

L'analyse du front nous indique que l'écart quadratique (RMS) des aberrations optiques ne dépasse pas  $63\text{nm} = \lambda_{\text{mesure}}/10$  sur l'ensemble de la lentille. En général, on considère que les aberrations sont visible à l'œil à partir de  $\lambda/10$ , nous sommes donc dans une gamme acceptable.

Les principales aberrations géométriques sont l'astigmatisme (anomalie due le plus souvent à une irrégularité de courbure de la cornée donnant une vision déformée des objets) et la coma (aberration de sphéricité des faisceaux pour un point situé hors de l'axe) [3]. Les analyses nous montrent aussi que ces aberrations sont dues en majorité à un léger astigmatisme de la lentille, dont l'origine vient probablement de la couche de planarisation. Tandis que les aberrations résiduelles à haute fréquence sont probablement dues aux défauts de remplissages de la microstructure.

De la même manière, les analyses effectuées à 540nm par PHASICS mettent en évidence la présence de deux foyers images à des distances focales  $f_1=1360\text{mm}$  et  $f_2=920\text{mm}$ . Les rayons de longueur d'onde 540nm focalisent un peu plus loin que les rayons du laser à 635nm, ce qui reste cohérent avec le comportement d'une lumière chromatique attendu en optique diffractive. Nous retrouvons ici aussi une forme divergente de front d'onde avec une variation du chemin optique concentrique. Par ailleurs, les aberrations optiques observées sont de l'ordre de  $\lambda_{\text{mesure}}/6,5$ , résultat qui reste acceptable.

Ainsi, des premiers profils de phase commencent à être fabriqués par jet d'encre sur les films pixellisés. Malgré les défauts de remplissage, nous avons pu démontrer que les lentilles de Fresnel présentées permettent de focaliser un faisceau collimaté. Il reste cependant encore beaucoup de travail à effectuer pour optimiser les profils de phase réalisés et comprendre les phénomènes observés, notamment la présence de deux foyers de focalisation proches de la distance focale attendue.

### III - Conclusion

Ce chapitre est consacré à la réalisation complète de profils de phase sur un film pixellisé et est constitué de deux grandes parties. La première détaille les étapes à effectuer après le remplissage de la microstructure par procédé jet d'encre et nécessaires pour finaliser l'empilement du système optique. La seconde donne un exemple de profil de phase réalisé, sous forme de lentille de Fresnel et décrit les analyses effectuées pour caractériser ses propriétés optiques.

La présentation de l'ensemble des couches nécessaires à la fabrication complète d'un profil de phase sur un film pixellisé, nous a permis de mieux comprendre l'intérêt de chaque couches de l'empilement et d'appréhender les difficultés rencontrées lors de leur mise en

œuvre. L'objectif ainsi que les caractéristiques de l'encapsulation par dépôt CVD de Parylène-C des microcuvés remplis ont été détaillés. Puis, l'introduction des problèmes liés à ce dépôt nous a permis d'expliquer pourquoi nous avons choisi dans un premier temps de nous affranchir de cette étape d'encapsulation, par l'utilisation d'une technologie dite "liquide/solide". Enfin, nous avons présenté la couche de planarisation permettant de finaliser l'empilement du profil de phase et d'atténuer les variations de phase à l'échelle des cuves, dues aux imperfections de remplissage par procédé jet d'encre.

La deuxième partie est consacrée à la présentation d'un exemple de réalisation de profil de phase sous forme d'une lentille de Fresnel. Cette application nous a permis de mettre en œuvre l'ensemble des procédés d'optimisation de l'éjection des gouttes et de remplissage des microcuvés présentés dans les chapitres précédents. Ainsi, après une brève présentation du principe de fonctionnement d'une lentille de Fresnel classique et de son équivalent en optique pixellisée, nous avons défini les paramètres d'impression utilisés pour réaliser des lentilles de Fresnel d'une dioptrie (distance focale de 1m). Des analyses optiques ont ensuite été effectuées pour les caractériser. Nous avons ainsi pu conclure grâce aux mesures du DHM que le nombre et le positionnement des anneaux de repliements de phase de la lentille sont correctement respectés. Par ailleurs, il a été établi que la valeur moyenne et la forte dispersion de la taille des cuves des microstructures mosaïques ne permettaient pas d'avoir un remplissage homogène et un bon échantillonnage de la phase. Ainsi, l'amplitude des repliements de phase observés n'est pas aussi grande que celle attendue et la discrétisation des anneaux se dégrade en allant vers le bord de la lentille. Enfin, grâce à un analyseur de front d'onde installé sur un banc optique, nous avons pu contrôler la forme du faisceau traversant la lentille. Nous avons établi que les lentilles permettaient de bien focaliser le faisceau collimaté, et que celles-ci présentent deux plans de focalisation autour de la distance focale souhaitée. La raison de ce phénomène n'a pas encore pu être définie. Puis, nous avons démontré que les aberrations optiques du front d'onde dans le plan focal de la lentille étaient de l'ordre de grandeur des aberrations acceptables par l'œil ( $\lambda_{\text{mesure}}/10$ ).

Ainsi, nous avons démontré la faisabilité de réalisation de composants optiques sur un film pixellisé plan. Cependant un certain nombre de points sont encore à étudier pour optimiser les résultats obtenus et augmenter la qualité optique de nos profils.

- 
- <sup>1</sup> SANTUCCI V., "Elaboration et caractérisation de films minces de polymères par CVD et photo-CVD pour des applications optiques originales", Thèse de doctorat CIFRE. Institut National Polytechnique Toulouse. (Prévue fin 2009)
  - <sup>2</sup> MOULIN G., "Composants optiques transparents pixellisés destinés au transport et à la formation d'images", Thèse de doctorat CIFRE. Laboratoire Charles Fabry de l'Institut d'Optique Faculté des sciences d'Orsay - Université Paris-Sud XI. (2009)
  - <sup>3</sup> PEREZ JP., Optique, fondements et applications, MASSON Sciences, (2000)
  - <sup>4</sup> PASANAU C. Thèse de doctorat CIFRE. Institut d'optique d'Orsay, (prévue en 2010)
  - <sup>5</sup> PRIMOT J., Theoretical description of Shack-Hartmann wave front sensor, *Optics Communications*, 222, p. 81-92, (2003)



## **Conclusion générale**

### **- Bilan et perspectives du projet -**

La première partie de cette conclusion générale a pour objectif de faire un bilan des résultats obtenus lors des travaux de thèse présentés dans ce manuscrit et la seconde partie expose les perspectives envisagées pour poursuivre et optimiser ces résultats.

#### **I - Bilan des travaux de thèse**

Cette thèse s'inscrit dans le cadre du projet d'optique digitale porté par la société ESSILOR en collaboration avec un ensemble de laboratoires de recherche. L'objectif de ce projet est de réaliser un saut conceptuel pour l'élaboration de verres ophtalmiques intelligents. Le principe de cette innovation repose sur la pixellisation de la surface du verre par l'application d'un film microstructuré sur l'une de ces faces, permettant l'intégration de fonctions actives au sein du verre. Les différentes étapes de fabrication de ce procédé sont présentées dans le premier chapitre. Mes travaux de thèse ont ainsi été effectués entre ESSILOR et le LAAS et sont consacrés à l'étude et à la mise en œuvre du procédé d'impression jet d'encre pour le remplissage par des liquides fonctionnels des microcuves, représentant les pixels du film digital. Un état de l'art de la technologie jet d'encre a été présenté au début de ce manuscrit exposant l'intérêt de ce procédé pour la réalisation du projet.

Le second chapitre est consacré à l'analyse du cœur de la technologie centrée sur les têtes d'impression jet d'encre. Ainsi, nous nous sommes intéressés à l'identification et à la compréhension des interdépendances fortes existantes entre les propriétés physico-chimiques des liquides fonctionnels et les paramètres du procédé. Le cahier des charges concernant les liquides étudiés a été détaillé, en donnant les spécifications imposées par l'ensemble du procédé. Puis, l'influence des principales propriétés (vitesse et volume) des gouttes éjectées sur la qualité des dépôts réalisés a été présentée. Nous avons ainsi pu constater que la maîtrise de la vitesse d'éjection des gouttes et de la hauteur d'impression permet d'éviter la présence de gouttes satellites parasites limitant ainsi les défauts de positionnement des gouttes. Par la suite, nous avons étudié les paramètres du procédé (notamment, la tension appliquée et la température) afin de contrôler les propriétés des gouttes et optimiser la qualité des éjections. Ainsi, nous avons présenté une méthode permettant de compenser les variations inévitables de



température, à l'intérieur de la tête, par l'ajustement instantané de la tension appliquée aux céramiques piézoélectriques. Les changements de température sont responsables des variations locales de viscosité et donc des variations de vitesse d'éjection des gouttes. Cette compensation permet alors de stabiliser grandement la qualité des dépôts obtenus. Enfin, une étude de la formation des gouttes d'un cristal liquide, présentant un comportement rhéologique spécifique, a été décrit.

Après avoir optimisé le procédé d'impression, nous nous sommes intéressés au remplissage des microstructures. Ainsi, nous avons mis en avant l'impact que pouvait avoir l'évolution de la forme géométrique des microstructures sur la qualité du remplissage. Puis, les différentes interactions mises en jeu entre le liquide et les parois des microcuves lors de l'impression ont été présentées. Nous avons pu constater, grâce à des observations réalisées avec une caméra rapide, que sous certaines conditions, les gouttes étaient susceptibles de se scinder en deux lors de l'impact sur le haut des murs et que par conséquent une partie du fluide restait coincée sur les parois. Puis, suite à la présentation des deux principaux outils de caractérisation optique utilisés pour étudier la qualité du remplissage de nos microstructures, nous avons détaillé les différentes stratégies d'impression permettant de gérer la dispense des liquides fonctionnels. Ainsi, diverses inhomogénéités de remplissage ont été observées, et des méthodes mises en place pour les limiter ou atténuer leur impact visuel ont été introduites. Nous avons notamment remarqué que l'utilisation d'une stratégie d'impression avec redondance et interlacé permet de répartir de manière plus homogène le volume dispensé et ainsi d'éviter les importants défauts de remplissage très localisés. Par ailleurs, l'importance de la maximisation du rapport entre le volume moyen des cuves et le volume moyen de gouttes a été démontrée. Enfin, le développement d'un logiciel informatique de tramage permettant de gérer le volume déposé a été présenté. Celui-ci consiste à transformer le profil de phase souhaité en une cartographie de pixels interprétable par la tête d'impression. Ainsi, il est possible de faire varier la densité surfacique des gouttes de chacun des liquides sur le film microstructuré et de maîtriser l'indice de réfraction local des cuves. Les résultats exposés dans cette partie nous ont donc permis de démontrer qu'avec la technologie actuellement utilisée et malgré les optimisations proposées, les inhomogénéités de remplissage de nos microstructures restent inévitables et peuvent être minimisées.

Par la suite, les étapes d'encapsulation et de planarisation nécessaires à la finalisation de l'empilement du film pixellisé ont été présentées. Ainsi, deux procédés technologiques ont

été développés en fonction de la nature chimique des liquides fonctionnels éjectés: la technologie "liquide/ solide" et la technologie "liquide/ liquide". Les difficultés rencontrées liées au procédé d'encapsulation par dépôt chimique en phase vapeur de Parylène-C ont été présentées, ce qui nous a permis d'expliquer pourquoi, à ce jour, nous n'avons pas pu réaliser un empilement complet par la voie technologique "liquide/ liquide". Par ailleurs, l'intérêt de la couche de planarisation pour atténuer le déphasage à l'échelle des cuves dû aux imperfections de remplissage a été démontré. Enfin, un exemple de réalisation de profils de phase sur film pixellisé sous forme de lentille de Fresnel a été réalisé avec deux encres polymérisables, dont la différence d'indice de réfraction vaut 0,08. Toutes les techniques développées précédemment ont été utilisées lors du procédé de fabrication. Les propriétés optiques de ces lentilles ont ensuite été étudiées par microscopie digitale holographique et par analyse de front d'onde. Nous avons ainsi constaté que le positionnement et le nombre d'anneaux de repliements de phase des lentilles imprimées correspondaient bien au profil de phase attendu et que la focalisation des faisceaux lumineux traversant la lentille était effective. Cependant, il semblerait que l'échantillonnage de la phase ne soit pas suffisant pour obtenir un profil parfaitement défini. L'amplitude des repliements et la topologie des variations de phase ne sont donc pas optimales ce qui pourrait expliquer la présence de deux plans de focalisation. Par ailleurs, nous avons démontré que les aberrations optiques du front d'onde dans le plan focal des lentilles étaient de l'ordre de grandeur des aberrations acceptables par l'œil ( $\lambda_{\text{mesure}}/10$ ).

Ainsi, les travaux réalisés dans cette thèse ont démontré la faisabilité de réalisation de composants optiques sur un film pixellisé, basé sur le concept d'optique digitale. Cependant certains points sont encore à étudier pour optimiser les résultats obtenus et augmenter la qualité optique de nos profils, c'est pourquoi quelques unes des améliorations mises en place et quelques perspectives envisagées vont maintenant être détaillées.

## **II - Perspectives des travaux de thèse**

### **1 - Formulation des liquides d'indice**

L'une des améliorations nécessaires à la poursuite du projet est l'augmentation de l'écart d'indice de réfraction entre les liquides utilisés pour réaliser les profils de phase. En effet, ceci permettrait d'avoir une dynamique de variation d'indice beaucoup plus importante et donc de réaliser des lentilles de plus grande puissance optique. La formulation de ces

liquides est relativement complexe car elle nécessite de tenir compte de toutes les spécifications du projet. En ce sens, il faudrait des liquides peu visqueux, non volatils, non mouillants sur le Parylène, miscibles entre eux et dont la différence d'indice soit la plus grande possible.

De nombreux efforts de recherche se sont concentrés sur le développement de ces liquides et des résultats encourageants sont obtenus notamment avec le développement de liquides ioniques<sup>[1]</sup>. Ces liquides spécifiquement développés présentent une très faible tension de vapeur saturante, ont un caractère hydrophile et mouillent donc difficilement la surface du Parylène. Par ailleurs, certains d'entre eux présentent l'avantage de pouvoir se mélanger tout en ayant des natures chimiques très différentes, donc des indices de réfraction très différents. La principale difficulté rencontrée avec les liquides ioniques est qu'ils présentent une conductivité ionique importante, incompatible avec l'utilisation des têtes d'impression de la société XAAR. En effet, la technologie " Shear mode/ Shared Walls" de ces têtes implique le contact direct entre les électrodes permettant d'activer les murs en PZT et le liquide contenu dans les canaux d'éjection. Or, la présence d'ions dans les liquides détruit ces électrodes et désactive définitivement les buses des têtes d'impression. De nouvelles têtes doivent donc être testées pour s'affranchir de ce problème. Nous avons notamment obtenus des premiers résultats intéressants avec des têtes d'impression de la société EPSON.

## **2 - Têtes d'impression**

L'un des principaux axes pouvant être fortement amélioré est le choix de la technologie des têtes d'impression. Outre le problème de compatibilité chimique évoqué juste au dessus, il est nécessaire à terme de diminuer la taille des gouttes formées afin de maximiser le rapport entre le volume moyen des cuves et le volume moyen des gouttes. En effet, pour obtenir une bonne discrétisation du profil de phase, la taille des cuves de la microstructure doit être minimisée et par conséquent la taille des gouttes aussi. Un certain nombre d'acteurs du jet d'encre travaillent actuellement sur cet aspect et proposent des têtes d'impression pouvant produire des gouttes d'environ 1pL<sup>[2]</sup>.

Reste cependant, la problématique de la maîtrise de la viscosité des liquides. La possibilité de contrôler la température de ces têtes n'est pas toujours offerte et souvent la température pouvant être employée est insuffisante pour atteindre la viscosité requise lors de l'éjection. Nous avons donc travaillé sur une méthode consistant à ajouter un solvant volatil à

la formulation des liquides afin d'atteindre la viscosité adéquate. Le film pixellisé est alors posé sur une plaque chauffante permettant l'évaporation du solvant au fur et à mesure de l'impression. De ce fait, le remplissage est mieux contrôlé et les premiers résultats obtenus par cette méthode sont plutôt encourageants.

### **3 - Développement d'outils pour limiter les défauts d'impression**

De nombreux travaux de recherche sont actuellement menés pour développer des outils permettant de limiter les défauts d'impression. Ainsi, la société XAAR propose une tête d'impression <sup>[3]</sup>, dans laquelle le fluide est en circulation continue aux niveaux des canaux. Ainsi, les frottements sont minimisés et la température du fluide est plus homogène à l'intérieur de la tête. Cette nouvelle génération de tête permet d'augmenter la gamme de viscosité acceptable et de limiter la sédimentation dans les canaux des pigments et nanoparticules, parfois présents dans les liquides. La société DIMATIX prévoit également de mettre sur le marché une tête similaire. Cette même société propose aussi des têtes dont les buses peuvent être contrôlées individuellement afin d'homogénéiser les propriétés des gouttes formées sur l'ensemble de la tête <sup>[4]</sup>.

Par ailleurs, des outils informatiques sont aussi développés pour tenir compte des défauts d'impression résiduels des têtes. Ainsi, la société Céradrop <sup>[5]</sup> propose la mise en place d'un système d'observation stroboscopique au sein même de la plate-forme d'impression. La caméra permet de visualiser, entre deux impressions, l'ensemble des buses de la tête utilisée et ainsi de détecter les buses bouchées ou éjectant les gouttes de travers afin de ne pas les utiliser lors de l'impression et de définir la stratégie d'impression la plus adéquate pour atteindre au mieux l'objectif.

Enfin, le remplissage par adressage abordé rapidement dans ce manuscrit pourrait être une alternative intéressante pour améliorer la qualité de nos profils. Il faudrait cependant d'importants efforts de recherche pour minimiser les temps de calculs nécessaires à son utilisation avec des microstructures de type mosaïque.

- <sup>1</sup> MOUTIERS G., BILLARD I., Les liquides ioniques : des solvants pour l'industrie, Techniques de l'ingénieur, AF 6712, (2005)
- <sup>2</sup> <http://www.DIMATIX.com/files/DMP-3000-Datasheet.pdf>
- <sup>3</sup> Van Den BERGEN P., Ink Jet Print Head With Improved Reliability, Great Britain, WO2007/006618, (2007)
- <sup>4</sup> Baldwin HT., Recent Developments at DIMATIX, European Ink Jet Conference in Prague, <http://www.DIMATIX.com/files/DIMATIX-Howard-Baldwin-Prague-March-07.pdf>, (2007)
- <sup>5</sup> <http://www.ceradrop.fr/francais/produits-services/Prestations.html>

## - Liste des publications -

### Congrès internationaux:

*Titre:*

Study and stabilization of a liquid crystal drop formation using a piezoelectric inkjet printhead

*Auteurs:*

S. POIRIER<sup>1,2,3</sup>, L. FADEL TARIS<sup>1,2</sup>, P. TEMPLE-BOYER<sup>1,2</sup> and S. VINSONNEAU<sup>3</sup>

1 CNRS; LAAS / 2 Université de Toulouse; UPS, INSA, INP, ISAE ; LAAS/ 3 ESSILOR International; Toulouse, France

*Nom du congrès:* IS&T's 25th International - Conference on Digital Printing Technologies (NIP25)

*Date:* 20-24 Septembre 2009

*Lieu:* Louisville, KY, USA

*Titre:*

Temperature compensation for the stabilization of inkjet printing process

*Auteurs:*

S. Poirier<sup>1,2</sup>, L. Fadel Taris<sup>1,2</sup> and P. Temple-Boyer<sup>1,2</sup>

1 CNRS; LAAS ; 7 avenue du colonel Roche, F-31077 Toulouse, FRANCE

2 Université de Toulouse; UPS, INSA, INP, ISAE; LAAS, F-31077 Toulouse, FRANCE

*Nom du congrès:* Micromechanics Europe Workshop - MME

*Date:* 20-22 Septembre 2009

*Lieu:* LAAS-CNRS, Toulouse, FRANCE

### Congrès nationaux:

*Titre:*

Remplissage de structures micrométriques tridimensionnelles par jet de matière

*Auteurs:*

Stéphanie POIRIER

CNRS; LAAS ; 7 avenue du colonel Roche, F-31077 Toulouse, FRANCE

*Nom du congrès:* Journées Nationales du Réseau Doctoral en Microélectronique - JNRDM

*Date:* 14-16 Mai 2008

*Lieu:* ENSEIRB, Bordeaux, FRANCE



**AUTEUR** : Stéphanie POIRIER

**TITRE** : Etude et mise en œuvre de liquides fonctionnels par procédé jet d'encre pour la réalisation de microdispositifs optiques

**DIRECTEUR DE THESE** : Pierre TEMPLE-BOYER

**LIEU ET DATE DE SOUTENANCE** : LAAS (Salle Europe) – 30 octobre 2009

---

### **RESUME en français**

Nous présentons, ici, l'adaptation d'un procédé technologique de dépôt de par jet de matière, communément appelé jet d'encre, pour la réalisation de profil de phase sur un verre pixellisé. L'étude des phénomènes complexes, mis en jeu dans le procédé jet d'encre, nous a permis d'identifier et de comprendre les interactions fortes entre les propriétés physico-chimiques des liquides fonctionnels et les contraintes technologiques des têtes d'impression. Ainsi, le contrôle des paramètres d'impression nous a permis d'optimiser la formation des gouttes éjectées. Dans un second temps, l'étude des problématiques de remplissage des microstructures pixellisées a été abordée. Différentes stratégies d'impression ont été proposées pour limiter l'impact des défauts d'impression rencontrés. Un procédé informatique de tramage a ensuite été développé, pour définir un profil de phase et gérer spatialement la volumétrie des dépôts. Les étapes de scellement et de planarisation des films microstructurés remplis ont également été abordées ainsi que les difficultés liées à leur mise en œuvre. Enfin, un exemple de réalisation d'une lentille de Fresnel plane par procédé jet d'encre et sa caractérisation optique ont été détaillées, montrant ainsi le travail de développement réalisé lors de la thèse.

---

### **MOTS-CLES**

Jet d'encre, Inkjet, Matériaux fonctionnels, Impression, Microdispositifs optiques

### **DISCIPLINE ADMINISTRATIVE (identique à celle de la page de titre)**

Conception des circuits microélectroniques et microsystèmes

---

### **INTITULE ET ADRESSE DE L'U.F.R. OU DU LABORATOIRE :**

LAAS-CNRS

7 avenue du Colonel Roche - 31077 Toulouse Cedex 4



***TITRE et résumé en anglais***

Study and implementation of functional liquids by inkjet deposition process for the realization of optical microdevices.

The adaptation of a technological material deposition process, named inkjet printing, is presented, here, in order to realize refractive index profiles for the pixellisation of corrective lenses. The study of the complex phenomena, involved in inkjet process, has enabled us to identify and understand the strong interactions between the physico-chemical properties of functional liquids and the technological constraints of printheads. This work allowed us to control printing parameters and optimize the drop formation process. Secondly, the study of problems related to the filling of microstructures has been approached. Various printing strategies have been proposed to limit the impact of printing errors encountered and a software has been developed for the project, allowing to define a refractive index profile and manage spatially the ejected volumes. Then, the sealing and the "planarization" processes of the filled microstructured films have been illustrated and the difficulties connected to their implementation were detailed. Finally, an example of optical microdevice was presented. Thus, the realization by inkjet printing process and the optical characterization of a flat Fresnel lens were detailed to illustrate the development realized during these works.