ROYAUME DU MAROC

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE
---

(19)

المملكة المغربية

المكتب المغربي
للملكية الصناعية و التجارية
---

(12) BREVET D'INVENTION

(11) N° de publication :
MA 37102 B1

(51) Cl. internationale :
B05C 11/06

(43) Date de publication :
29.12.2017

---

(21) N° Dépôt :
37102

(22) Date de Dépôt :
04.06.2014

(71) Demandeur(s) :
INSTITUT DE RECHERCHE EN ENERGIE SOLAIRE ET EN ENERGIES NOUVELLES, RUE ABOU MAROUANE ESSAADI QUARTIER ADMINISTRATIF AGDAL INSTITUTS 6208 RABAT (MA)

(72) Inventeur(s) :
ENNAJDAOUI ABOUBAKR

(74) Mandataire :
ENNAJDAOUI ABOUBAKR

---

(54) Titre : **DISPOSITIF ET METHODE DE DEPOT D'UNE COUCHE MINCE DE RESINE**

(57) Abrégé : La présente invention concerne une méthode de dépôt basé sur un dispositif constitué de deux compartiments qui permet, lorsque soumis à une pression gazeuse, le dépôt d'une couche mince de résine lisse et dépourvue de défauts à l'échelle microscopique et macroscopique sur tous types de support.

DISPOSITIF ET METHODE DE DEPOT D'UNE COUCHE MINCE DE RESINE

29 JAN 2016

DOMAINE DE L'INVENTION

La présente invention s'inscrit dans la catégorie générale des techniques de revêtement qui permettent le dépôt de couches minces de matériau sur un support. En l'occurrence, il s'agit ici d'une technique de dépôt alternative offrant la possibilité de déposer une couche mince de résine exempte de défauts. L'invention s'étend à de nombreux domaines et concerne tous les secteurs d'applications de l'enduction qui consiste à réaliser un revêtement liquide organique ou minéral sur tous types de supports quelques soient leurs natures physico-chimiques.

CONTEXTE DE L'INVENTION

Les microbatteries au lithium ont besoin d'être recouvert par un système d'encapsulation de haut niveau qui les protègent de la vapeur d'eau et de l'oxygène afin d'éviter le vieillissement prématuré se traduisant par une perte de leur performance électrochimique et indirectement électrique. Le système barrière composé d'une résine est une des solutions de couche dite de pré encapsulation. A l'heure actuelle, l'application d'une couche mince de résine sur le support est exclusivement réalisée par les techniques conventionnelles de dépôt. Or, il s'avère que ces mêmes méthodes favorisent l'apparition de défauts préjudiciables à la qualité de l'encapsulation. En outre, certaines conditions opératoires exacerbent de façon significative ce phénomène.

Les moyens d'enduction classiques permettant de déposer une couche sur un support sont connus, parmi elles, on peut citer à titre d'exemple :

- le trempage-retrait (dip coating),
- la tournette (spin coating),
- l'enduction par projection (spray coating)

Suivant la quantité de matière déposée et/ou le choix des paramètres de dépôt (vitesse de retrait du support dans le cas du trempage-retrait, vitesse, accélération et temps de rotation du support dans le cas du spin coating), le contrôle rigoureux de l'épaisseur est tout à fait possible.

Toutefois, l'usage de ses techniques de dépôt fait apparaître des défauts en surface et en volume qui, par leur présence, sont des facteurs limitant la qualité et la durabilité des

microbatteries. La littérature relative à l'innovation desdites méthodes de dépôt est fournie mais aucune d'entres elles ne sont capable d'éliminer totalement les défauts évoqués précédemment. En effet, les brevets US20120230155 20120913 ("Method of manufacturing piezoelectric vibrating reed, apparatus of manufacturing piezoelectric vibrating reed, piezoelectric vibrating reed, piezoelectric vibrator, oscillator, electronic apparatus, and radio-controlled timepiece") et JP55021423 19800215 1978JP-0093113 19780801 ("Spray coating resin solution") sont des exemples proposant l'ajout de dispositifs greffés à la base technologique des méthodes traditionnels ; pourtant, bien que leurs contributions aient conduit à une baisse notable des défauts, cela reste encore insuffisant au regard des niveaux élevés à atteindre en terme d'imperméabilité, par exemple.

Dans le cas particulier du spin coating (tournette), on identifie deux grandes familles de défauts :

- La rotation à grande vitesse du wafer entraîne par la force centrifuge une quantité significative de résine qui s'accumule en bordure de support pour créer un bourrelet qui peut s'étendre sur quelques centimètres. Celui-ci est à l'origine d'une surépaisseur qui contraint à un réajustement perpétuel des phases de dépôts ou de gravure. En outre, cet effet amplifie la présence de résidus qui compromettent les propriétés physico-chimiques du dépôt. Or, avec le nouveau dispositif, cet effet disparait.
- Le glissement de la résine du centre vers la périphérie à grande vitesse engendre la création d'un nombre élevé de défauts qui prennent la forme de trous, de traînées ou bien encore de « comètes » préjudiciables à la fonction d'encapsulation recherchée. Nous savons que ce phénomène rédhibitoire dont les facteurs principaux est le démouillage et la contamination particulaire est fortement corrélée à la vitesse de rotation de la tournette. Or, notre invention permet d'éliminer ce problème. En effet, l'étape d'étalement de la résine effectué au moment de la dispense par voie manuelle ou mécanique (avec un bras), empêche la formation de ce type de défauts.

La présente invention se veut être une méthode alternative qui offre l'avantage d'éviter la création des défauts inhérents au dépôt via les techniques traditionnelles. Au niveau de son architecture et de son système de fermeture, le dispositif s'apparente à un autoclave. Celui-ci est un récipient à parois plus ou moins épaisses et à fermeture hermétique conçu pour fonctionner à haute pression.

IDENTIFICATION ET PRINICPES DE L'INVENTION

L'invention consiste en un dispositif étanche qui soumit à une pression gazeuse permet le dépôt d'une couche mince de résine dans une gamme d'épaisseur assez large, de quelques dizaines de nanomètres à quelques centaines de micromètres.

Le dispositif est constitué de deux compartiments complémentaires. Le premier compartiment sert de réceptacle au support (wafer de silicium par exemple) sur lequel est réalisé le dépôt ou la dispense de la résine. Le deuxième compartiment raccordable et complémentaire au premier, possède au moins deux orifices à travers lesquels pourra, d'une part, être injecté un gaz sous pression qui fera office de piston gazeux à la surface de la résine puis, d'autre part, permettre via un capillaire ou une pipette à indication de mesure de quantifier l'épaisseur désirée de la résine. Le capillaire ou la pipette à indication de mesure sont placés à l'extrémité du support, en partie immergés dans un puits de résine liquide dont la profondeur est de quelques µm à quelques centimètres.

Conformément à l'invention, il est proposé un dispositif et un procédé de dépôt **selon la Figure 1**.

BREVE DESCRIPTION DE LA FIGURE

La figure 1 illustre de manière schématique la structure du dispositif de dépôt en vue de profil. Il comprend principalement deux compartiments (1) et (2) complémentaires. Le compartiment (2) possède au moins trois traversées constituées d'une entrée (3) et de deux sorties (5) et (8). Un puits (17) contenant une résine liquide est situé au bord du dispositif. Dans ce puits, plonge une partie de l'extrémité d'un tube capillaire verticale ou d'une pipette à indication de mesure (14).

DESCRIPTION DETAILLEE DE L'INVENTION

En référence à la figure 1, soit un dispositif d'enduction constituée de 2 compartiments (1) et (2) capables de recevoir en leur sein un support (15) d'un diamètre inférieur ou égale au diamètre du dispositif. Le compartiment (1) sert de logement calibré en termes de dimensions pour le support (15) tandis que le compartiment (2), placé au-dessus du compartiment (1), fait office de couvercle complémentaire. L'ensemble du dispositif est jointé (9) pour en assurer l'étanchéité.

Le compartiment (2) possède au total au moins trois orifices :

- une entrée (3) de gaz neutre (Hélium par exemple) pour l'introduction du gaz dans le dispositif. La vanne (12) permet la montée en pression d'hélium dans le dispositif. La pression peut être contrôlée par une vis micrométrique (4) au niveau de la ligne

d'entrée (3). Le dispositif peut présenter un indicateur de pression à affichage numérique ou aiguille pour estimer la pression à l'intérieur du dispositif.

- une sortie (5) formée d'un tube capillaire verticale à indication de mesure (de 2 mm de diamètre par exemple) ou d'une pipette à indication de mesure (14) dans laquelle s'écoule la résine. Sur le trajet d'écoulement, au-dessus de l'échelle de graduation, peut être également disposée une vanne (6) pour contrôler ou stopper le débit de résine injectée. Le raccordement à un flacon (7) permet la récupération du surplus de résine, le flacon (7) est posé sur une balance de précision,
- une sortie (8) représentée par un tube (de diamètre 6 mm, par exemple) sur lequel peut-être greffé, en extrémité, une vanne tout ou rien (13). Cette sortie (8) joue le rôle de soupape pour libérer le gaz présent à l'intérieur du dispositif vers l'extérieur. La vanne (11) est un moyen de dégazer le flacon (7) au moment ou suite au remplissage.

Les tubes (19) de l'entrée (3) et des sorties (5) et (8) traversent de manière étanche le compartiment (2) pour éviter toute source de fuite. L'étanchéité peut être assurée par des joints traversant (10), par soudure direct ou tout autre moyen. A l'extrémité du compartiment (2) se trouve un puits qui fait face à la sortie (5). Dans ce puits sera placée l'extrémité d'un tube capillaire verticale ou d'une pipette (14) à indication de mesure. Une partie du tube capillaire ou de la pipette à indication de mesure est immergée dans la résine liquide déposée préalablement. De préférence, le puits est intercalé entre le support (15) et la paroi interne du dispositif. La liaison et l'étanchéité entre le tube (20) et (14) est assuré par joint, soudure ou tout autre moyen.

L'ensemble du dispositif formé de ces 2 compartiments est étanche en position fermée afin d'éviter toute fuite de gaz. La liaison ou le raccordement de (1) avec (2) peut se faire selon tous les moyens existants pour rendre le dispositif hermétique. De la même manière, le maintien de l'assemblage (1) avec (2) peut s'appuyer sur tous les moyens conventionnels disponibles (exemple : vis, clapets, clips).

Par ailleurs, aucune indication particulière n'est à préciser quant aux dimensions de l'assemblage (1) et (2), l'objectif étant de pouvoir au moins contenir le support (15) et la résine déposée (16).

En ce qui concerne la constitution des compartiments (1) et (2), ceux-ci devront être des matériaux de nature à résister aux fortes pressions (de quelques bars à une centaine de bars), l'acier inoxydable est un de ceux, parmi d'autres, qui remplit cette condition. Lorsque le dispositif est fermé et mis sous pression, la résine (16) soumise au principe d'Archimède, s'étale progressivement sur la totalité de la surface du support (15), s'homogénéise en

épaisseur puis s'injecte à travers la ligne de sortie (5). La quantité et l'épaisseur de résine déposée est rendue possible par les indications de mesure du tube capillaire (14) ou de la pipette graduée (14).

A titre d'exemple, un procédé de dépôt de résine utilisant le dispositif :

1- Dispositif complet ouvert ((1) et (2) séparés), verser une quantité de 5 mL de résine sur le support (15) déjà placé au centre de son logement du compartiment (1),

2- Dans un délai assez court, positionner (2) sur (1), puis verrouiller de sorte que le dispositif soit étanché,

3- par l'entrée (3), ouvrir la vanne (12) et injecter l'hélium (gaz inerte) via la vis micrométrique (4) en contrôlant la montée progressive en pression jusqu'à 50 bars à l'intérieur du dispositif, cette étape peut prendre jusqu'à plusieurs minutes,

4- Attendre quelques secondes afin que la résine (16) s'étale de manière homogène,

5- Ouvrir lentement les vannes (6) et (11) car initialement fermées,

6- Contrôler la montée de la résine dans le tube capillaire ou la pipette à indication de mesure (diamètre de 1 à 2 mm) de façon à atteindre l'épaisseur désirée,

7- Fermer l'arrivée d'hélium par la vanne (12),

8- Fermer les 2 vannes (6) et (11),

9- Ouvrir la vanne (13) de la sortie (8) pour la dépression,

10- Ouvrir le dispositif en séparant (1) et (2),

11- Récupérer le support (15) avec la résine (16) déposée.

REVENDICATIONS

1. Dispositif et procédé de dépôt d'une couche mince de résine.

2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que le dispositif de dépôt comprend deux compartiments (1) et (2) complémentaires.

3. Procédé selon la revendication 2 caractérisé en ce que le dépôt de la résine est réalisé à une pression élevée inférieure à 500 bars dans un dispositif hermétique via des joints (9) disposés sur le pourtour dudit dispositif.

4. Dispositif selon la revendication 2 dans lequel le compartiment (2) possède au moins trois traversées étanches (10) constituées d'une entrée (3) et de deux sorties (5) et (8).

5. Dispositif selon la revendication 2 dans lequel le compartiment (1) possède un logement de support adapté (15) et un puits (17) à sa périphérie.

6. Dispositif selon la revendication 4 caractérisé en ce que la sortie (5) est disposée, de préférence, face au puits (17).

7. Dispositif selon la revendication 4 caractérisé en ce que la sortie (5) est constituée d'un capillaire ou d'une pipette à indication de mesure (14), connectée à un tube (20) lui-même relié à un flacon (7) dédié à recueillir la résine (16).

8. Dispositif selon la revendication 7 caractérisé en ce que le flacon (7) est posé sur une balance de précision (18).

9. Dispositif selon la revendication 4 caractérisée en ce que l'entrée (3), la sortie (5) et la sortie (8) disposent chacune d'au moins une vanne tout ou rien (12), (13) ou (6) associée de préférence un système de contrôle du débit gazeux (4).

10. Dispositif selon la revendication 4 caractérisée en ce que la sortie (8) peut disposer d'une soupape de sécurité calibrée.

11. Dispositif selon la revendication 4 caractérisé en ce que l'un des compartiments (1) ou (2) dispose de canalisation (19) adapté à l'écoulement de gaz ou de résine.

ABREGE

190 La présente invention concerne une méthode de dépôt basé sur un dispositif constitué de deux compartiments qui permet, lorsque soumis à une pression gazeuse, le dépôt d'une couche mince de résine lisse et dépourvue de défauts à l'échelle microscopique et macroscopique sur tous types de support.

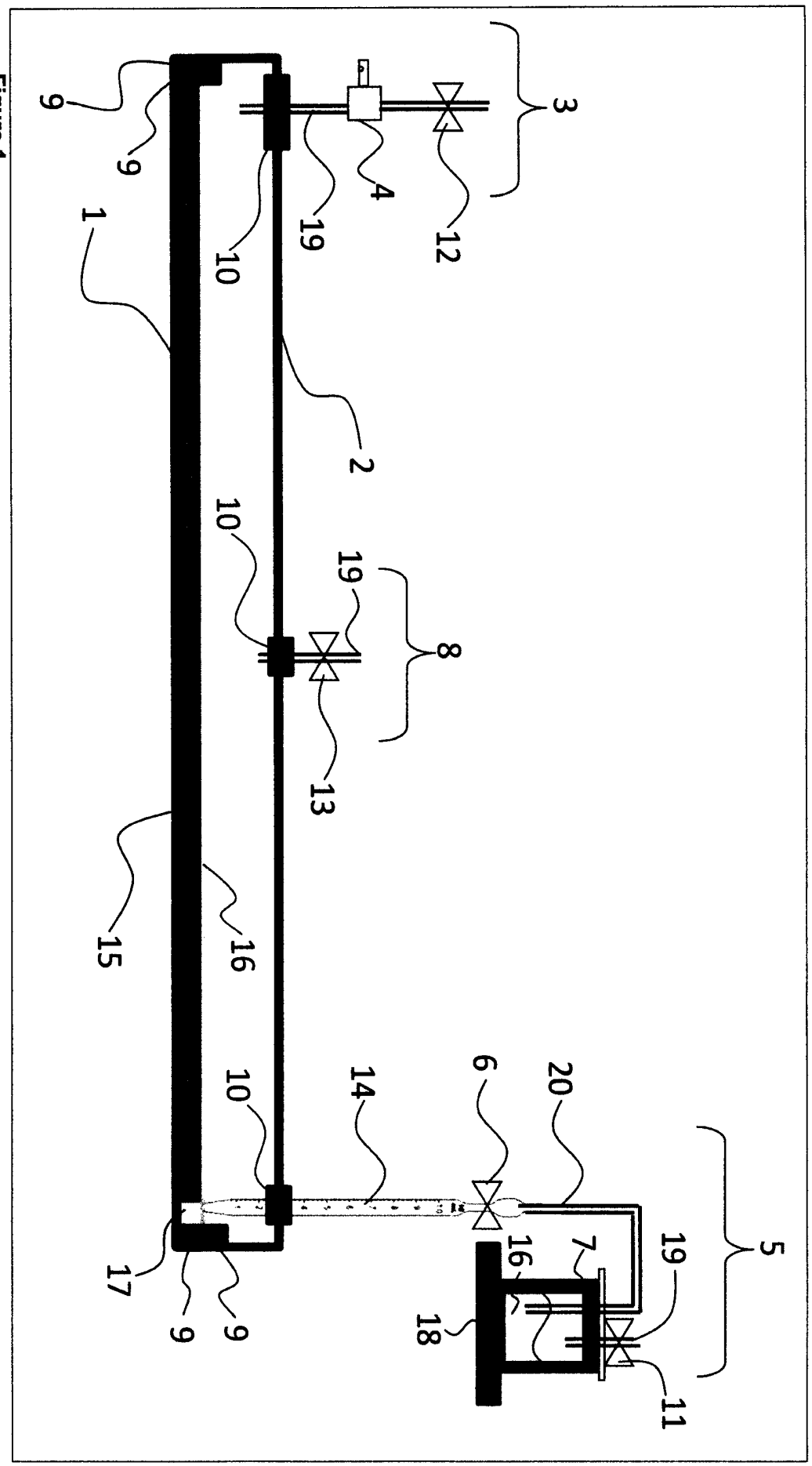

Figure 1

MA 37102B1

ROYAUME DU MAROC

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE

المملكة المغربية

المكتب المغربي
للملكية الصناعية والتجارية

RAPPORT DE RECHERCHE AVEC OPINION SUR LA BREVETABILITE

(Conformément aux articles 43 et 43.2 de la loi 17-97 relative à la protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée par la loi 23-13)

Renseignements relatifs à la demande	
N° de la demande : 37102	Date de dépôt : 04/06/2014
Déposant : INSTITUT DE RECHERCHE EN ENERGIE SOLAIRE ET EN ENERGIES NOUVELLES	
Intitulé de l'invention : Dispositif et méthode de dépôt d'une couche mince de résine	

Le présent document est le rapport de recherche avec opinion sur la brevetabilité établi par l'OMPIC conformément aux articles 43 et 43.2, et notifié au déposant conformément à l'article 43.1 de la loi 17-97 relative à la protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

Les documents brevets cités dans le rapport de recherche sont téléchargeables à partir du site http://worldwide.espacenet.com, et les documents non brevets sont joints au présent document, s'il y en a lieu.

Le présent rapport contient des indications relatives aux éléments suivants :

Partie 1 : Considérations générales
- ☒ Cadre 1 : Base du présent rapport
- ☐ Cadre 2 : Priorité
- ☐ Cadre 3 : Titre et/ou Abrégé tel qu'ils sont définitivement arrêtés

Partie 2 : Rapport de recherche

Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité
- ☒ Cadre 4 : Remarques de clarté
- ☒ Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle
- ☐ Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications dont aucune recherche significative n'a pu être effectuée
- ☐ Cadre 7 : Défaut d'unité d'invention

Examinateur: BRINI Abdelaziz	**Date d'établissement du rapport** : 20/03/2015
Téléphone: 0522586414	

ROYAUME DU MAROC OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE Dessins et Modèles

Partie 1 : Considérations générales

Cadre 1 : base du présent rapport

Les pièces suivantes de la demande servent de base à l'établissement du présent rapport :

- Description
  5 Pages
- Revendications
  11
- Planches de dessin
  1 Page

Partie 2 : Rapport de recherche

Classement de l'objet de la demande :

CIB : B05C5/02; B05C11/06; B05D1/26
CPC : B05C5/02; B05C11/06; B05D1/26

Bases de données électroniques consultées au cours de la recherche :

EPOQUE, Espacenet, Orbit

Catégorie*	Documents cités avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	N° des revendications visées
X A	US2013089668; 11-04-2014; GOTO TOMOHIRO et al [JP] Document en entier	1 2-11
X A	WO2012121026; 13-09-2012; TORAY INDUSTRIES [JP] - TORAY ENG CO LTD [JP] Document en entier	1 2-11
X A	WO2012139767; 18-10-2012; HOFFMANN LA ROCHE [CH]-ROCHE DIAGNOSTICS GMBH [DE] Document en entier	1 2-11

***Catégories spéciales de documents cités :**

-« **X** » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
-« **Y** » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
-« **A** » document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
-« P » documents intercalaires ; Les documents dont la date de publication est située entre la date de dépôt de la demande examinée et la date de priorité revendiquée ou la priorité la plus ancienne s'il y en a plusieurs
-« E » Éventuelles demandes de brevet interférentes. Tout document de brevet ayant une date de dépôt ou de priorité antérieure à la date de dépôt de la demande faisant l'objet de la recherche (et non à la date de priorité), mais publié postérieurement à cette date et dont le contenu constituerait un état de la technique pertinent pour la nouveauté

Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité

Cadre 4 : Remarques de clarté

1. La revendication 1 telle qu'elle a été rédigée n'est pas admise, car l'objet revendiqué doit être soit un procédé soit un dispositif et non pas les deux à la fois (dispositif et procédé ....).
2. La figure 1 représentant le dispositif revendiqué ne permet pas à l'examinateur de bien assimiler son mécanisme.
3. Les revendications 2 et 3 doivent décrire les étapes du procédé de façon claire et détaillée, tel qu'il a été détaillé dans la description à la page 5.

Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle

Nouveauté (N)	Revendications 2-11 Revendications 1	Oui Non
Activité inventive (AI)	Revendications 2-11 Revendications 1	Oui Non
Possibilité d'application Industrielle (PAI)	Revendications 1-11 Revendications aucune	Oui Non

Il est fait référence aux documents suivants. Les numéros d'ordre qui leur sont attribués ci-après seront utilisés dans toute la suite de la procédure

D1: US2013089668
D2: WO2012121026
D3: WO2012139767

1. **Nouveauté (N) :**

Le document D1 concerne un procédé et un dispositif de revêtement pour former une couche mince d'une solution de revêtement sur un substrat, comprenant une étape de dépôt de ladite couche mince par des buses de types à jet d'encre, suivi d'une étape de lissage pour lisser une surface à couche mince par projection d'un gaz sous pression ainsi l'épaisseur de la couche mince uniforme de la solution de revêtement peut être améliorée.

Le document D2 décrit un dispositif de revêtement et un procédé de revêtement capable de supprimer la fluctuation de la dimension en largeur d'un film de revêtement formé à partir d'un liquide de revêtement appliqué et qui comprend : une buse à fente (10) dotée d'un orifice de projection (11) qui projette un liquide de revêtement par l'orifice de projection (11) afin de revêtir un substrat (W) ; une unité d'entraînement (4) qui déplace le substrat (W) par rapport à la buse à fente (10) dans une direction aller-retour ; un élément de modification de largeur de projection (17); et une unité d'alimentation en air (21) qui comporte une buse d'air (22) qui pulvérise de l'air sur les régions des deux côtés latéraux extérieurs du liquide de revêtement projeté par l'orifice de projection (11).

Par conséquent, l'objet de la revendication 1 n'est pas nouveau conformément à l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13, au vu de D1 et D2.

Aucun des documents susmentionnés D1-D3 ne décrit de tel dispositif. Par conséquent, l'objet des revendications 2-11 est nouveau conformément à l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

2. Activité inventive (AI) :

Le document D1 est considéré comme étant l'état de la technique le plus proche de l'objet de la revendication 2.

L'objet de la revendication 2 diffère de D1 en ce que le dispositif comprend deux compartiments étanches (1) et (2) et une injection de gaz par sous pression pour étaler la couche mince de résine sur le substrat de dépôt.

Le problème que la présente demande se propose de résoudre est considéré comme étant la fourniture d'un dispositif de dépôt de couche mince pour éviter la création des défauts inhérents lors de dépôt.

La solution proposée ne semble pas être évidente à l'égard de l'art antérieur. Par conséquent, l'objet des revendications 2-11 implique une activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

3. Possibilité d'application industrielle (PAI) :

L'objet de la présente invention est susceptible d'application industrielle au sens de l'article 29 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13, parce qu'il présente une utilité déterminée, probante et crédible.