



**HAL**  
open science

# Adhérence d'une interface structurée polymère / silicium pour l'encapsulation par transfert de film : caractérisation expérimentale et modélisation

Coraly Cuminatto

► **To cite this version:**

Coraly Cuminatto. Adhérence d'une interface structurée polymère / silicium pour l'encapsulation par transfert de film : caractérisation expérimentale et modélisation. Autre. Université de Grenoble, 2012. Français. NNT : 2012GRENI088 . tel-00805111v2

**HAL Id: tel-00805111**

**<https://theses.hal.science/tel-00805111v2>**

Submitted on 21 Oct 2013

**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.

## THÈSE

Pour obtenir le grade de

## DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

Spécialité : **Matériaux, Mécanique, Génie civil, Electrochimie**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

**Coraly CUMINATTO**

Thèse co-dirigée par **Muriel BRACCINI, Guillaume PARRY et Fabien PARRAIN**

préparée au sein du **Laboratoire SIMaP**  
dans l'**École Doctorale I-MEP<sup>2</sup>**

## **Adhérence d'une interface structurée polymère/silicium pour l'encapsulation par transfert de film : caractérisation expérimentale et modélisation**

Thèse soutenue publiquement le **13 Décembre 2012**,  
devant le jury composé de :

**Monsieur Christophe DERAÏL**

Professeur, Université de Pau et des Pays de l'Adour, Président

**Monsieur Etienne BARTHEL**

Directeur de recherche, CNRS Ile de France, Rapporteur

**Monsieur Dominique LEGUILLON**

Directeur de recherche, CNRS Paris VI, Rapporteur

**Monsieur Rafael ESTEVEZ**

Professeur, Université Joseph Fourier, Examineur

**Monsieur Patrick McGARRY**

Lecturer, National University of Ireland Galway, Examineur

**Madame Muriel BRACCINI**

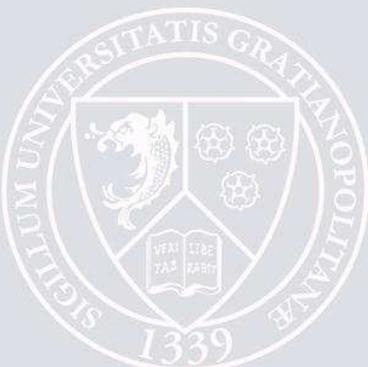
Chargée de recherche, CNRS Alpes, Directrice

**Monsieur Guillaume PARRY**

Maître de conférences, Grenoble-INP, Co-directeur

**Monsieur Fabien PARRAIN**

Maître de conférences, Université Paris Sud, Co-encadrant





# REMERCIEMENTS

---

En premier lieu, je commence ces remerciements par ma directrice de thèse Muriel Braccini, merci pour m'avoir recrutée et accueillie au sein du laboratoire. Un grand merci également pour le temps qu'elle m'a accordée, les remarques et conseils toujours pertinents, et la sympathique compagnie lors de nos déplacements. J'ai beaucoup appris au cours de cette thèse à ses côtés.

Je voudrais ensuite remercier les rapporteurs de cette thèse, M. Etienne Barthel et M. Dominique Leguillon, pour l'intérêt qu'ils ont accordé à ce travail de thèse. J'associe à ces remerciements les autres membres de mon jury qui ont accepté d'examiner mon travail. Les remarques et les questions lors de soutenance ont été très riches et variées. Au final, cet échange restera un de mes meilleurs souvenirs de ces trois années.

Je souhaite aussi remercier mes deux co-directeurs de thèse, Guillaume Parry et Fabien Parrain. Le premier pour sa patience lors de mon long et laborieux apprentissage de la modélisation numérique, et le second pour son chaleureux accueil au sein de son équipe lors de mes excursions au campus d'Orsay.

Merci d'ailleurs à toute la troupe de l'IEF. J'ai passé de très bons moments en leur compagnie. Merci plus particulièrement à Guillaume Schelcher pour m'avoir guidé dans les méandres de l'élaboration microélectronique.

J'ai eu l'opportunité d'encadrer quelques travaux pratiques et je souhaite remercier chaleureusement Karine Guilly et Muriel Merenda pour leur bonne humeur et l'aide qu'elles m'ont apporté. Merci aussi à Bernard Bonnet pour le petit café qui fait du bien. Merci à Estelle Appert qui m'a suivie pour cette activité et a partagé avec moi quelques ficelles du métier.

En ce qui concerne le SIMaP, merci à vous qui avez signé en même temps que moi : Audrey, Bastien, Ben, Clairette, Jean-Marie, Jochen, Mathilde, Thomas. Nous avons découvert et surmonté les démarches administratives ensemble. Et y'a pas à dire mais les réunions week-end ski à Eve c'est ce qu'il reste de plus efficace. Et Etienne de Saint-Etienne, arrivé à la bourre mais on l'aime bien quand même !

Merci aux anciens, Guilhem, Benjamin, Coraline, JP et les autres qui m'ont bien accueilli à l'entrée et convertie, sans grande difficulté, à la tradition du tarot le midi. Merci à ceux qui sont arrivés depuis, la relève est assurée : Eva, Fanny, Laurent, Maxime, Nico, Olivier, Simon, Thomas. Une pensée pour mes collègues de bureau successifs dont les derniers en date Natasha et Jean, ainsi que pour les occupants du troisième étage.

Merci aussi au staff qui fait tourner la boutique. Les dames d'abord : Augustine Alessio, Jacqueline Cuoq, Sylvie Champavier, Nadine Thieblemont ; et les messieurs ensuite : Laurent Artaud , Alain Domeyne, Colin Parlier, Benjamin Pichat et Roman Reboud.

Passons maintenant au gang de Grenoble, mes chers amis qui ont partagé ces trois années avec moi. Merci pour les fika du dimanche après-midi, accompagnés de l'inimitable partie de jeux de société. Merci aussi pour ces soirées jusqu'au bout de la nuit, les dégustations de spécialités régionales, les week-ends et Nouvel An à l'autre bout du pays ou à la maison. Qui aurait cru que Montbras et la montre de la ptite s'entendraient si bien ; et le backoeffe de Mme Durst ! Et surtout, surtout les festivals de Fanfare et cette chère bobine qui vont manquer.

Merci Clairette, merci Julien.

Merci à la fratrie et aux parents, merci à Maguy et Joëlle.





## SOMMAIRE

<b>INTRODUCTION GÉNÉRALE</b> .....	<b>7</b>
<b>CHAPITRE I : LE PROCÉDÉ DE TRANSFERT</b> .....	<b>13</b>
<b>I. 1. Les techniques d'encapsulation au niveau du substrat</b> .....	<b>15</b>
<i>I. 1. A. Encapsulation par couche sacrificielle / Wafer Level Thin Film Packaging</i> ....	15
<i>I. 1. B. Encapsulation par report de capots / Wafer Level Scale Packaging</i> .....	16
<i>I. 1. C. Comparaison des techniques d'encapsulation</i> .....	17
<b>I. 2. Les procédés d'encapsulation avec couche intermédiaire de scellement</b> .....	<b>20</b>
<i>I. 2. A. Soudure par fusion</i> .....	20
<i>I. 2. B. Soudure par joint eutectique</i> .....	21
<i>I. 2. C. Soudure par thermocompression</i> .....	21
<i>I. 2. D. Soudure par joint polymère</i> .....	22
<i>I. 2. E. Comparaison des procédés</i> .....	22
<b>I. 3. L'encapsulation par transfert de film</b> .....	<b>24</b>
<i>I. 3. A. Principe et structure</i> .....	24
<i>I. 3. B. Matériaux</i> .....	26
<i>I. 3. C. Étapes technologiques de fabrication</i> .....	30
<b>I. 4. Conclusion</b> .....	<b>41</b>
<b>CHAPITRE II : ÉTAT DE L'ART : MÉCANIQUE DE LA RUPTURE</b> .....	<b>45</b>
<b>II. 1. Rupture d'un matériau homogène</b> .....	<b>47</b>
<i>II. 1. A. Approche globale</i> .....	47
<i>II. 1. B. Approche locale</i> .....	49
<b>II. 2. Rupture à une interface continue</b> .....	<b>53</b>
<b>II. 3. Prise en compte de l'effet de texturation</b> .....	<b>55</b>

II. 3. A. Cas des interfaces hétérogènes.....	55
II. 3. B. Cas des interfaces discontinues.....	57
<b>II. 4. Conclusion .....</b>	<b>61</b>

## **CHAPITRE III : CARACTÉRISATION MÉCANIQUE DE L'ADHÉRENCE DE L'INTERFACE POLYMÈRE/SILICIUM .....65**

<b>III. 1. Essais mécaniques de mesure de l'adhérence .....</b>	<b>66</b>
III. 1. A. Test de flexion 4-points.....	66
III. 1. B. Test de clivage au coin .....	69
III. 1. D. Prise en compte de l'effet structuré .....	73
<b>III. 2. Échantillons.....</b>	<b>74</b>
III. 2. A. Conception.....	74
III. 2. B. Élaboration.....	75
III. 2. C. Comparaison théorique des modèles analytiques.....	77
<b>III. 3. Protocoles expérimentaux.....</b>	<b>80</b>
III. 3. A. Test de flexion 4-points.....	80
III. 3. B. Test de clivage au coin .....	82
<b>III. 4. Interface polymère/silicium : résultats expérimentaux .....</b>	<b>86</b>
III. 4. A. Qualité du dépôt de polymère.....	86
III. 4. B. Vérification des essais mécaniques .....	87
III. 4. C. Échantillons Si/BCB/Si.....	88
III. 4. D. Échantillons Si/Ni/BCB/Si.....	97
III. 4. E. Discussion.....	106
<b>III. 5. Conclusion.....</b>	<b>109</b>

## **CHAPITRE IV : MODÉLISATION DE L'INTERFACE STRUCTURÉE .....113**

<b>IV. 1. Modélisation mécanique de l'essai d'insertion de lame pour une interface structurée.....</b>	<b>116</b>
--	------------

<i>IV. 1. A. Cas d'une interface continue</i> .....	116
<i>IV. 1. B. Cas d'une interface structurée</i> .....	117
<b>IV. 2. Simulation de la propagation de fissure</b> .....	<b>135</b>
<i>IV. 2. A. Conception des modèles numériques</i> .....	135
<i>IV. 2. B. Essai de flexion 4-points</i> .....	148
<i>IV. 2. C. Essai d'insertion de lame</i> .....	156
<i>IV. 2. D. Discussion</i> .....	161
<b>IV. 3. Influence de la plasticité</b> .....	<b>163</b>
<i>IV. 3. A. Modélisation de l'essai en présence de plasticité dans le polymère</i> .....	163
<i>IV. 3. B. Résultats</i> .....	166
<b>IV. 4. Conclusion</b> .....	<b>171</b>
<b>CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES</b> .....	<b>175</b>
<b>ANNEXE A : FRACTOGRAPHIE DES ÉCHANTILLONS SI/NI/BCB/SI PAR ANALYSE EDX</b> .....	
	<b>189</b>
<b>ANNEXE B : FORMULATION ANALYTIQUE DU MODÈLE POUTRE/RESSORTS AVEC CINQ CORDONS</b> .....	
	<b>193</b>



# INTRODUCTION GÉNÉRALE

---



## INTRODUCTION GÉNÉRALE

---

**D**epuis plusieurs décennies, de nombreux domaines de technologies avancées se sont tournés vers une miniaturisation toujours plus importante. C'est le cas de la microélectronique où des dispositifs à la fois de plus en plus petits et de plus en plus performants sont recherchés. Parmi ces dispositifs, on trouve la catégorie des MEMS (Micro Electro Mechanical Systems), sigle qui désigne des systèmes électromécaniques aux dimensions micrométriques ( $10^{-6}$  m). Ces systèmes regroupent des actionneurs et des capteurs électriques et/ou mécaniques souvent associés au traitement du signal et de l'information. Les MEMS peuvent aussi se caractériser par la présence de parties mobiles au sein des dispositifs (micro-poutres, membranes...).

Ces micro-dispositifs nécessitent une couche de protection appelée encapsulation ou packaging. Cette étape a plusieurs objectifs. Tout d'abord, elle assure l'étanchéité de la structure à toute source de pollution extérieure pouvant compromettre son fonctionnement (humidité, température, corrosion, particules...). Ensuite, l'étape d'encapsulation garantit la mise en place de la connectivité électrique du dispositif au reste de la structure et parfois même un espace suffisant au fonctionnement de parties mobiles dans le cas de capteurs. Le procédé par transfert de films présente alors des perspectives très prometteuses. Ces dernières années, des techniques de transfert de motifs pour les films organiques solides se sont développées. En ce qui concerne les films inorganiques solides, peu de procédés ont été proposés et étudiés, hormis ceux pour la fabrication de substrat de silicium sur isolant (SOI). Cependant, un procédé d'encapsulation mono-tranche

(i.e. d'une couche mince) de micro-dispositifs par transfert de films a d'ores et déjà été mis au point par le laboratoire IEF (Institut d'Électronique Fondamentale, Orsay) et la société KFM Technology. Les capots servant à l'encapsulation de micro-dispositifs sont réalisés au niveau d'un substrat porteur sur une couche de faible adhésion. Lors de l'assemblage, le substrat porteur et le substrat cible, où se situent les micro-dispositifs, sont mis en contact via un film de scellement puis séparés, permettant ainsi l'encapsulation au niveau du substrat cible.

Le travail de thèse présenté dans ce manuscrit s'inscrit dans le cadre de l'ANR TRANSFILM dont le but premier est l'étude et l'optimisation de chaque étape technologique de ce procédé de transfert. Mon travail s'intéresse spécifiquement à l'optimisation par ingénierie de l'adhérence de l'étape de libération du substrat porteur après le transfert. L'objectif est la tenue de la couche de scellement constituée du polymère benzo-cyclo-butène (BCB). Maintenir l'étanchéité de la structure pour un fonctionnement optimal constitue un point crucial de l'étude et c'est le rôle de la couche de scellement. La force d'une interface est caractérisée par son énergie d'adhérence qui correspond à l'énergie nécessaire à la propagation d'une fissure interfaciale. Une adhérence élevée est indispensable entre d'une part, les cordons de scellement et le substrat cible (avec MEMS) et d'autre part entre les capots à transférer et les cordons de scellement. Le substrat est constitué de silicium, le capot de nickel et le cordon de polymère BCB. Ainsi, deux interfaces non pas continues mais structurées sont au cœur de l'étude : l'interface Silicium/BCB et l'interface BCB/Nickel.

La structuration peut changer la résistance globale d'une interface. Cependant, la présence de motifs discontinus (et donc d'espaces vides) n'implique pas forcément un affaiblissement de l'interface, même si la surface effectivement sollicitée diminue. De plus, l'étude d'une interface structurée s'avère plus complexe que celle d'une interface continue. Les conditions de propagation stationnaire favorables à l'exploitation analytique peuvent être difficiles à obtenir. Si c'est le cas, une approche différente doit être mise en place qui se décompose en deux points :

- un volet global, dont le but est de déterminer la résistance apparente de l'interface et l'éventuelle influence de paramètres géométriques et structuraux ;

- un volet local, qui cherche à s’émanciper des effets géométriques et d’échelle causés par la structuration avec pour objectif la caractérisation locale de l’interface.

Une caractérisation approfondie de telles interfaces a été réalisée selon deux axes complémentaires : l’expérimentation et la modélisation.

---

Le manuscrit se décompose en quatre chapitres.

Tout d’abord, une revue des différentes techniques d’encapsulation est proposée et le procédé d’encapsulation par transfert de film développé à l’IEF est décrit en détails : principe de fonctionnement, matériaux utilisés et étapes d’élaboration.

Le second chapitre concerne la mécanique de la rupture. Les concepts scientifiques indispensables à la bonne compréhension de l’étude sont présentés ainsi qu’une revue bibliographique de travaux antérieurs sur des interfaces structurées.

Ensuite, le troisième chapitre concerne le volet expérimental de l’étude. Afin d’étudier expérimentalement l’énergie d’adhérence des interfaces structurées en jeu, deux essais mécaniques ont été choisis. Ces essais sont le test de flexion 4-points et le test de clivage en coin. Compte-tenu des contraintes liées aux conditions d’élaboration des échantillons et du manque de répétabilité du procédé à ce stade non-industriel, les résultats expérimentaux seront restreints et tributaires d’une grande incertitude. Cependant, l’étude expérimentale permettra de fournir des tendances pour l’évolution de l’énergie d’adhérence en fonction des principaux paramètres d’optimisation que sont l’élaboration mais aussi la conception géométrique de la structure.

Enfin, le chapitre IV propose différents modèles, analytiques ou par la méthode des éléments finis. L’objectif de ces simulations est une meilleure compréhension à l’échelle locale des phénomènes observés macroscopiquement et spécifiques aux interfaces structurées. De plus, une des hypothèses de mise en œuvre des essais mécaniques est l’hypothèse de non-plasticité. Une étude numérique annexe permettra par ailleurs de valider cette hypothèse en délimitant son domaine d’application.



# CHAPITRE I

## LE PROCÉDÉ DE TRANSFERT

---



## CHAPITRE I : LE PROCÉDÉ DE TRANSFERT

---

L'intérêt porté à la miniaturisation des composants se manifeste dès 1959 avec le professeur Feynman et son célèbre discours « There's plenty of room at the bottom ». Il insiste sur le fait que la miniaturisation d'un système rend possible la multiplication de ses fonctions et de la quantité d'information stockée.

Cet intérêt a mené à l'apparition des microsystèmes, les MEMS (Micro Electro Mechanical Systems) dont la réalisation a été rendue possible grâce aux technologies de dépôt et de photolithographie développées initialement pour l'industrie de la microélectronique. Une des étapes clé de la fabrication d'un microsystème est son encapsulation dont l'objectif principal est de le protéger de l'environnement extérieur au sein duquel il sera placé (protection mécanique et chimique, maintien au sein d'un milieu contrôlé) tout en permettant sa liaison avec le monde macroscopique.

Pour cette étape de protection, on distingue deux techniques qui peuvent être réalisées collectivement. Pour l'une, l'encapsulation est réalisée lors de la fabrication du MEMS (Encapsulation par couche sacrificielle/Wafer Level Thin Film Packaging), pour l'autre, un capot protecteur est reporté sur les microdispositifs (Encapsulation par report de capots/Wafer Level Scale Packaging). Lors de l'encapsulation par couche sacrificielle, le capot protecteur est déposé par-dessus une couche structurée qui englobe les MEMS et qui sert de moule. Cette couche doit ensuite être supprimée, laissant le capot suspendu. Pour l'encapsulation par report de capot, celui-ci est déjà structuré et seule sa base a besoin d'être scellée autour des MEMS pendant l'étape dite de transfert.

Dans le cas de l'encapsulation par report de capots, les procédés d'élaboration peuvent se répartir en deux sous-familles, suivant le type de soudure employé. On trouve d'un côté les méthodes directes sans ajout de couche de scellement (soudure anodique, soudure

directe...), et de l'autre, les méthodes indirectes nécessitant une couche intermédiaire (soudure par joint eutectique, polymère...).

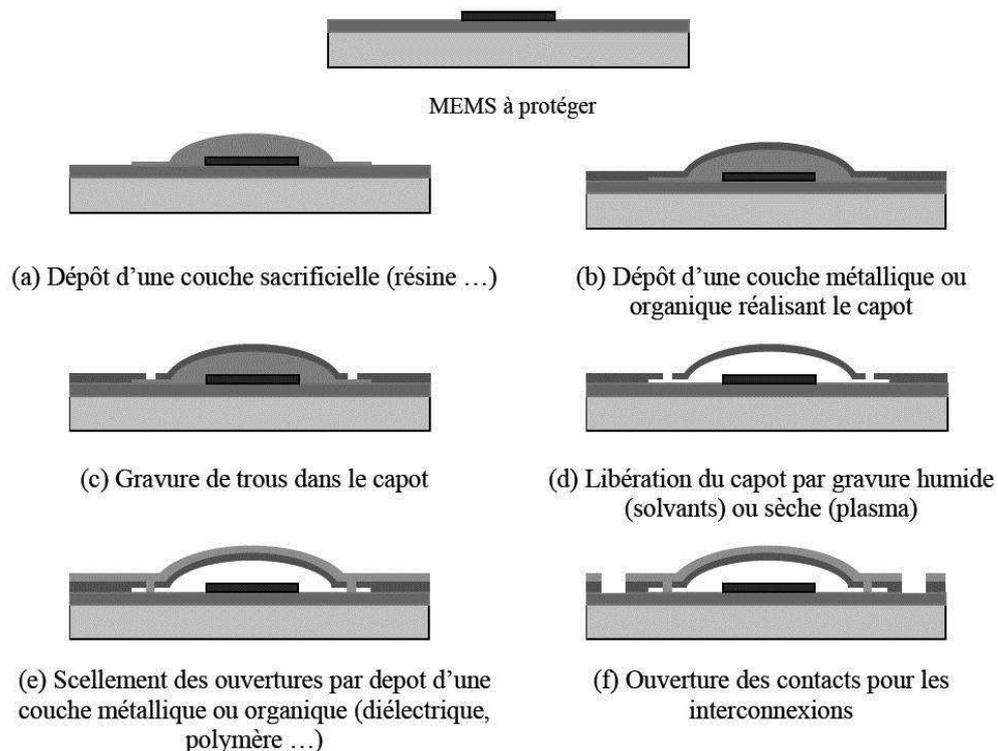
Dans ce chapitre, on se propose tout d'abord de présenter rapidement les différentes techniques d'encapsulation. Ensuite, on s'intéressera plus spécifiquement aux procédés d'élaboration avec couche intermédiaire de scellement. Enfin, on détaillera le procédé d'encapsulation qui se trouve au cœur de notre étude selon trois points : le principe de fonctionnement, les matériaux utilisés et les étapes d'élaboration.

## I. 1. Les techniques d'encapsulation au niveau du substrat

Le but des paragraphes suivants est de présenter les trois grandes techniques d'encapsulation existantes en commençant par l'encapsulation par couche sacrificielle. Ensuite, les encapsulations par report de capot, simple et par transfert de film sont abordées.

### I. 1. A. Encapsulation par couche sacrificielle / Wafer Level Thin Film Packaging

Pour l'encapsulation par couche sacrificielle, les microdispositifs et le capot sont élaborés sur le même substrat. Le capot repose sur une couche sacrificielle qui sera par la suite supprimée (cf. Figure I-1).



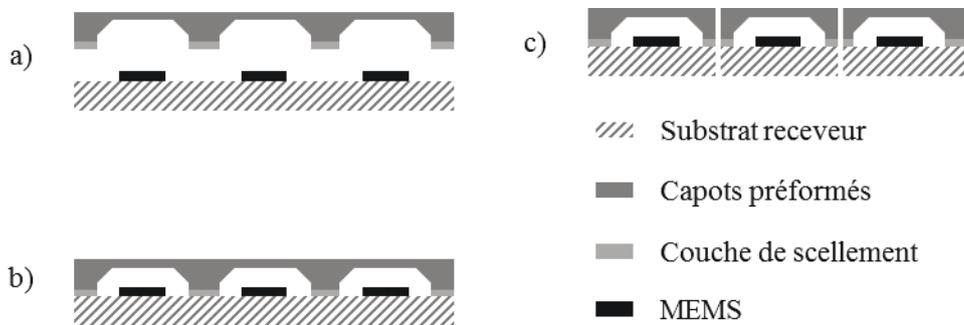
*Figure I-1 : Principe de réalisation de l'encapsulation par couche sacrificielle [PEY06].*

La tenue mécanique de l'assemblage entre le capot et le substrat dépend des propriétés d'adhérence de la couche reportée. De nombreuses études sur l'encapsulation basée sur l'utilisation d'une couche sacrificielle ont déjà été menées [GUC84-IKE90-LEB95-COH96-BAR97-LIN98-TSU01-CAN03-HE05-STA04-OMA09].

### *I. 1. B. Encapsulation par report de capots / Wafer Level Scale Packaging*

#### **I. 1. B. 1. Report simple de capot**

L'encapsulation est ici réalisée grâce au report d'un capot (verre, silicium, polymère...) sur le substrat portant les MEMS [YAN08]. Il est à noter que les deux parties sont élaborées de façon indépendante. Cette technique, présentée schématiquement sur la Figure I-2, est plus simple que l'encapsulation avec une couche sacrificielle, mais la principale difficulté reste la mise en place des connexions électriques.

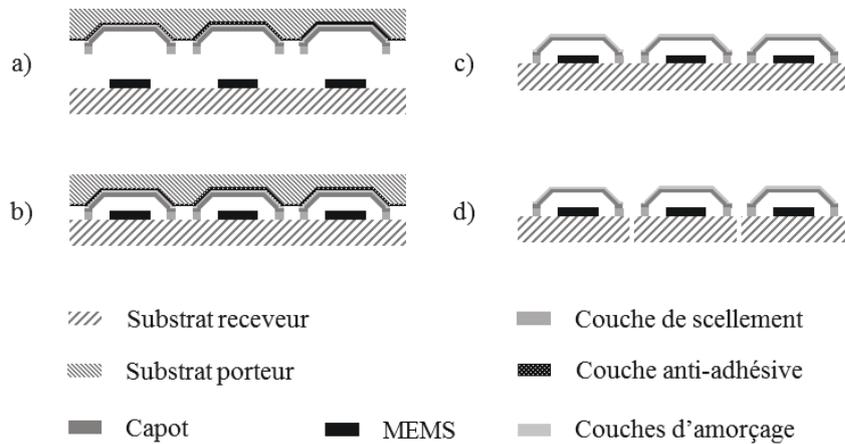


*Figure I-2 : Principe de réalisation du report simple de capots : a) Alignement ; b) Scellement ; c) Découpe.*

#### **I. 1. B. 2. Report de capot par transfert de film**

Une autre technique prometteuse pour le report de capot est le transfert de films (cf. Figure I-3). Cette technique consiste à transférer les capots réalisés sur un substrat porteur vers un substrat cible où les microdispositifs ont été préalablement élaborés. Dans ce cas, le choix du matériau utilisé pour les capots peut être un métal, un polymère, un

matériau isolant... De plus, il est possible d'envisager d'intégrer le capot comme un élément fonctionnel du système (présence de capteurs au sein du capot par exemple).



*Figure I-3 : Principe de réalisation du report de capots par transfert de films : a) Aligment ; b) Scellement ; c) Libération ; d) Découpe.*

Pour l'étape de libération des capots, les travaux de Jourdain [JOU03] ont montré que la libération par effet thermique est possible avec l'utilisation d'une couche intermédiaire. Une autre possibilité pour cette étape périlleuse consiste à générer une contrainte mécanique ou thermomécanique entre le substrat porteur en silicium et la couche mince de nickel dont sont généralement constitués les capots [PAN04].

### *I. 1. C. Comparaison des techniques d'encapsulation*

Le Tableau I-1 synthétise les avantages et inconvénients des trois principales techniques d'encapsulation présentées auparavant.

Tableau I-1 : Comparatif des différentes techniques d'encapsulation.

Méthode d'encapsulation	Avantages	Inconvénients
<b>Couche sacrificielle</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Encapsulation pendant le procédé de fabrication</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Libération difficile</li> <li>Faible résistance mécanique</li> <li>Perte du dispositif si capot défectueux</li> </ul>
<b>Report de capot simple</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Coût de production</li> <li>Robuste</li> <li>Possibilité d'encapsulation sous vide</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Bonne planéité nécessaire</li> <li>Force de compression élevée</li> <li>Alignement des substrats</li> <li>Découpe difficile</li> <li>Passage des connexions difficile</li> </ul>
<b>Report de capot par transfert de film</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Coût de production</li> <li>Robuste</li> <li>Découpé facilitée</li> <li>Large choix pour le matériau constitutif du capot</li> <li>Passage des connexions aisé</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Alignement des substrats</li> <li>Libération du substrat porteur pouvant être difficile</li> <li>Faible herméticité</li> </ul>

La technique d'encapsulation avec couche sacrificielle comporte deux inconvénients majeurs : une faible tenue mécanique d'une part et une étape de libération compliquée d'autre part. En effet, pour graver la couche sacrificielle, la formation d'un trou dans le capot est nécessaire pour injecter les agents de gravure. Cette étape s'avère critique et peut aboutir à l'endommagement du MEMS. Pour ces raisons, cette approche n'a pas été retenue dans le cadre de l'ANR dont dépend l'étude présentée ici.

Le procédé le plus intéressant reste le report de capot. Il présente notamment l'avantage de permettre un large choix de matériaux pour l'élaboration des capots.

D'autre part, l'étape finale de découpe est aussi à prendre en compte. Le choix s'oriente alors vers le transfert de films car l'épaisseur à découper est deux fois plus faible que dans le cas du report de capot simple.

Dans la partie suivante, nous nous intéressons aux différents procédés existants pour l'encapsulation par report de capot par transfert de film.

## I. 2. Les procédés d'encapsulation avec couche intermédiaire de scellement

Une des étapes critiques de l'encapsulation par transfert de films est la soudure entre les capots et le substrat cible où sont présents les dispositifs. Différentes techniques de scellement ont été développées. Elles se répartissent en deux catégories : les méthodes directes sans ajout de couche intermédiaire et les méthodes indirectes avec une couche de scellement.

L'objectif de cette partie est de présenter les principes des méthodes d'encapsulation indirectes avec couche de scellement. Des méthodes d'encapsulation sans couche intermédiaire comme la soudure directe [PLO99-ERS93] ou la soudure anodique verre-silicium directe [WEI03-LEE00a] ne seront pas abordées car elles sortent du cadre de l'étude.

### *I. 2. A. Soudure par fusion*

Le premier procédé d'encapsulation avec couche de scellement que l'on rencontre dans la littérature est la soudure par fusion. Pour ce procédé, des couches métalliques (ou composées d'alliages), déposées par pulvérisation, évaporation, ou formée par électrodéposition, sont utilisées comme couche de scellement. Cette technique a l'avantage de permettre l'assemblage de matériaux hétérogènes de manière hermétique. Après avoir mis en contact les substrats, ils sont portés à la température de fusion du matériau de soudure. Le passage en phase liquide des zones de soudure permet un contact intime des surfaces. Les matériaux de soudure couramment utilisés sont les alliages In-Sn (120°C) [LEE00b], Pb-Sn (180°C) [TAO03], Au-In (200°C) [WEL08-LIU00] et Au-Sn (280°C) [KIM06]. La plupart des procédés de soudure par fusion sont effectués sous un flux d'azote afin de prévenir la formation d'oxydes à la surface des métaux. Si ces oxydes se développent, ils peuvent compromettre la bonne formation de la phase liquide.

### *I. 2. B. Soudure par joint eutectique*

La soudure eutectique est une variante de la soudure par fusion. Pour certains alliages, une phase eutectique apparaît, et ce, à une température plus faible que la température de fusion des corps purs constitutifs de l'alliage. Ainsi, la formation de la phase eutectique se produit à l'interface entre les deux matériaux formant une soudure forte et hermétique à relativement basse température ( $< 400^{\circ}\text{C}$ ). La phase eutectique la plus courante est Si-Au qui présente une température de formation de  $363^{\circ}\text{C}$  pour un mélange constitué de 3,5% massique de silicium [SHP06].

Les avantages de la soudure par joint eutectique sont une température de soudure relativement faible ( $< 400^{\circ}\text{C}$ ) et une très bonne adhérence. Le principal inconvénient de ce procédé provient des contraintes internes induites par la différence entre les coefficients d'expansion thermique des constituants de la phase eutectique. Cela peut mener à une rupture à court terme de la soudure.

### *I. 2. C. Soudure par thermocompression*

Afin d'éviter la formation d'oxydes ou l'apparition de contraintes internes, une nouvelle technique a été mise au point, la soudure par thermocompression. Cette technique est basée sur le principe de déformation plastique à l'état solide. Les deux substrats à coller sont recouverts de films métalliques. La mise en contact sous forte pression (4-7 MPa) [TSA02, TAK04] de ces deux substrats permet l'obtention d'un unique film métallique par la création de liaisons fortes. Une étude de ce procédé à très forte pression (30-120 MPa) a aussi été menée [TSA04]. Les matériaux privilégiés pour ce procédé sont l'or et le cuivre avec une préférence pour l'or qui ne s'oxyde pas [TAK04].

L'avantage de la soudure par thermocompression est une température d'élaboration plus faible que pour la soudure eutectique. En contrepartie, il est nécessaire d'appliquer une force de compression plus importante.

### *I. 2. D. Soudure par joint polymère*

L'assemblage par joint polymère consiste à structurer un anneau de polymère, utilisé comme adhésif, sur le capot du substrat porteur, ou sur le substrat comportant les dispositifs. Une pression est appliquée pour permettre un contact intime entre la surface du substrat et le joint. L'empilement obtenu est ensuite soumis à un traitement thermique. Le polymère subit alors une transformation induite par le chauffage et/ou un rayonnement UV en passant d'une phase liquide ou viscoélastique à une phase solide [GAR08].

La soudure par joint polymère est un procédé simple à mettre en œuvre et de faible coût. De plus, la gamme de température applicable est comprise entre 20°C et 300°C. Par rapport aux autres techniques, celle-là permet de travailler à des températures plus faibles. Les inconvénients de cette technique sont une mauvaise herméticité de l'assemblage, associée à un risque de dégazage des solvants dans la cavité [OBE04].

### *I. 2. E. Comparaison des procédés*

Le Tableau I-2 synthétise les avantages et inconvénients des procédés d'encapsulation avec couche intermédiaire de scellement décrits précédemment.

Toutes les méthodes sont compatibles avec la gamme de température de fonctionnement des MEMS (< 400°C). Cependant, elles présentent des différences en termes d'herméticité, de fiabilité, d'adhérence et de coût.

Les procédés qui offrent une bonne herméticité finale permettent l'encapsulation sous vide, ce qui peut être indispensable dans certaines applications (capteurs inertiels résonants par exemple).

Dans le cadre de la soudure par joint polymère, le Benzocyclobutène (BCB) se révèle comme étant un excellent candidat. En effet, le BCB est un thermoplastique qui a beaucoup d'avantages. Il est photo-définissable, il dégaze peu de solvant, il est quasi-étanche (faible absorption d'humidité), il possède d'excellentes propriétés diélectriques et se réticule à basse température (180°C-250°C). Son utilisation permet d'obtenir une soudure à basse température et isolante bien que pas totalement hermétique. Les caractéristiques du matériau BCB sont abordées de façon plus détaillée dans la partie I. 3. B. 4.

Cependant, pour les scellements adhésifs impliquant des polymères, le problème majeur peut provenir de l'apparition plus ou moins répandue de réseaux fibreux. Ceux-ci sont dus à des bulles de gaz piégées dans le polymère à la suite du dégazage durant l'étape de scellement. Ce phénomène induit une diminution de l'adhérence mais il est possible de le réduire en utilisant une surface de scellement plus faible. Cela signifie que la taille des joints de polymère BCB doit être assez mince pour empêcher ce phénomène de dégazage.

*Tableau I-2 : Comparatif des procédés d'encapsulation avec couche de scellement.*

Procédé de scellement	Gamme de température (°C)	Herméticité	Avantages	Inconvénients
<b>Fusion</b>	100-300	OUI	Basse température	Contraintes résiduelles
<b>Joint eutectique</b>	200-400	OUI	Température modérée	Force importante
<b>Thermocompression</b>	180-400	OUI	Température modérée	Surfaces de forte planéité
			Simple Bas coût	
<b>Joint polymère</b>	20-300	NON	Basse température Tolérant aux défauts de planéité Passage de connexion simple (polymère isolant)	Dégazage

## I. 3. L'encapsulation par transfert de film

L'encapsulation par transfert de film apparaît donc comme une piste prometteuse au vu des avantages qu'elle procure : coût, facilité de mise en œuvre, découpe facilitée... De plus, en utilisant le procédé de scellement avec le BCB comme joint polymère adhésif, la seule étape réalisée sur le substrat cible comportant les MEMS sera l'étape de collage, ce qui limite les risques de dégradation de ceux-ci.

Dans cette partie, on s'attachera à décrire spécifiquement le procédé de transfert mis en place pour l'étude, les matériaux utilisés et les étapes d'élaboration.

### *I. 3. A. Principe et structure*

L'étude est centrée sur un procédé d'encapsulation par transfert de films. Ce procédé peut-être décrit par le terme mono-tranche qui signifie qu'un seul substrat sera présent dans la structure finale. Un des avantages des procédés mono-tranches est la diminution de l'épaisseur de l'empilement. Cela facilite la découpe des micro-dispositifs. Le procédé a été conçu pour être applicable aux basses températures (< 400°C) et présente donc une grande adaptabilité vis-à-vis des matériaux et technologies utilisés pour réaliser le système à encapsuler (compatibilité VLSI<sup>1</sup> entre autres). Le procédé d'encapsulation dont il est question ici est basé sur le transfert d'un film de nickel structuré, formant le capot, depuis un substrat porteur vers un substrat receveur comportant les MEMS à protéger. Le film de nickel est élaboré sur une couche de faible adhésion afin de faciliter sa libération par action mécanique. Un schéma de principe du procédé a été présenté précédemment sur la Figure I-3.

Divers matériaux ont été sélectionnés pour leur compatibilité avec le procédé envisagé et leurs propriétés adaptées à chaque étape. Le Tableau I-3 synthétise les matériaux utilisés dans l'empilement complet. Les choix effectués sont argumentés dans la partie suivante.

---

<sup>1</sup> VLSI : « Very Large Scale Intégration ». Procédé qui vise à intégrer des milliers de transistors au sein d'une même puce (ex : microprocesseur).

*Tableau I-3 : Matériaux choisis pour chaque fonction au sein de la structure.*

<b>Fonction</b>	<b>Substrat</b>	<b>Couche anti-adhésive</b>	<b>Couches d'amorçage</b>	<b>Capot</b>	<b>Polymère de scellement</b>
<b>Matériau</b>	Silicium	Fluoropolymère (téflon®)	Titane, Cuivre	Nickel	Benzo-cyclo-butène (BCB)
<b>Épaisseur</b>	525 $\mu\text{m}$	/	10 nm, 100 nm	De qq $\mu\text{m}$ à 50 $\mu\text{m}$	3 $\mu\text{m}$

Un nombre restreint d'étapes technologiques est nécessaire à l'exécution du procédé technologique:

- la préparation du substrat (formation des cavités des capots),
- le dépôt de la couche anti-adhésive,  
l'élaboration des capots, précédée des dépôts des couches d'amorçage,
- la réalisation des cordons de soudure,
- l'alignement et le collage des substrats,
- la libération mécanique du substrat porteur.

La Figure I-4 propose une représentation schématique de ces étapes d'élaboration qui sont détaillées après la revue des matériaux.

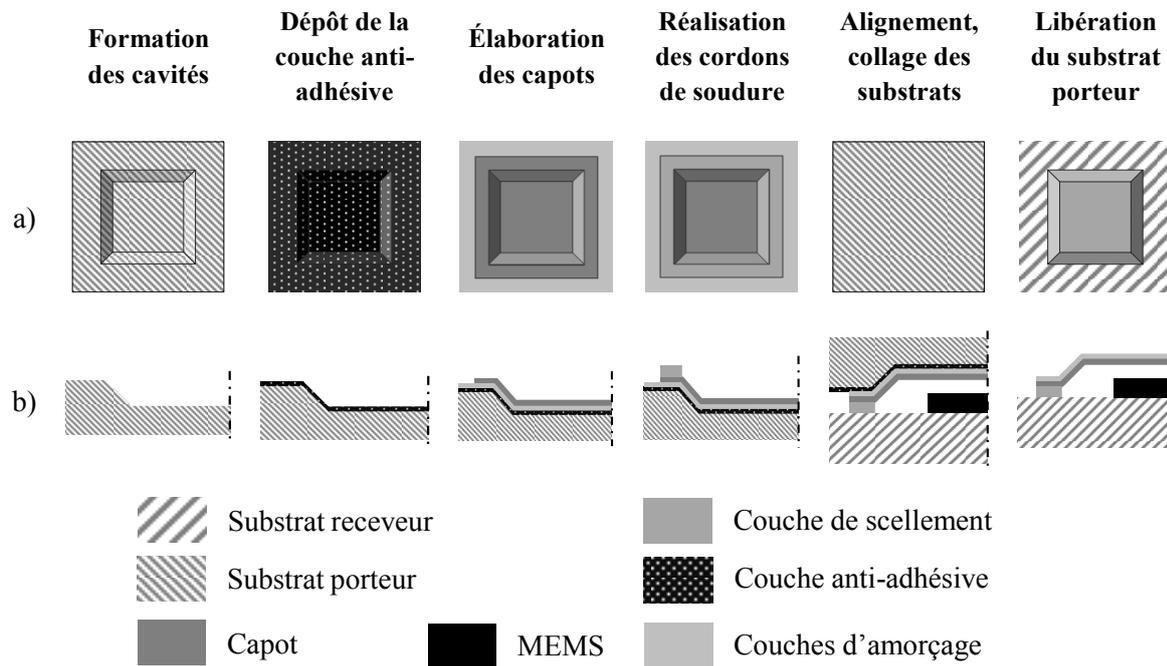


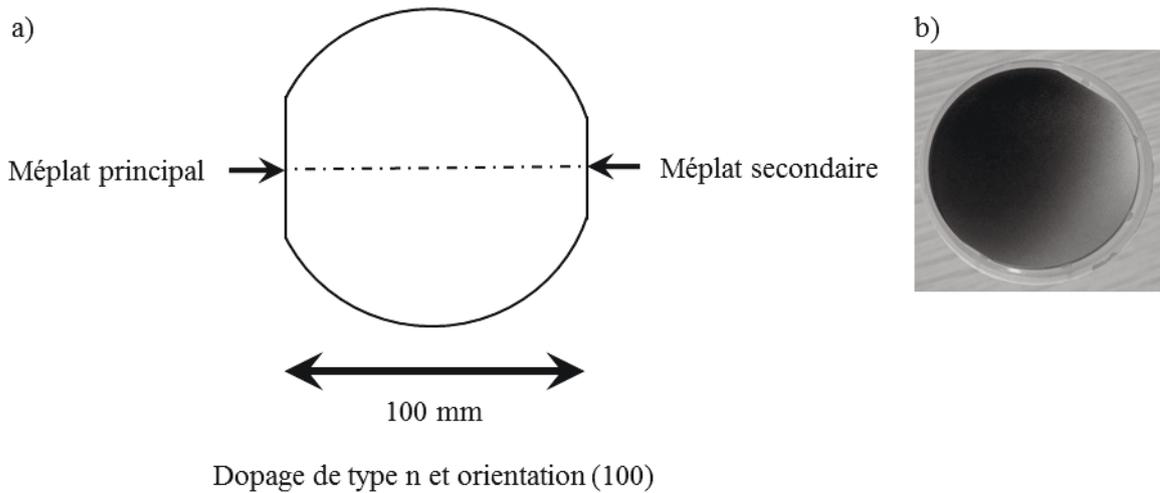
Figure I-4 : Étapes technologiques du procédé d'encapsulation mono-tranche par transfert de film avec couche intermédiaire de scellement (joint polymère) : a) Vue de dessus; b) Coupe.

### I. 3. B. Matériaux

Le but de la partie suivante est la description des matériaux mis en jeu au cours du procédé et la justification de leur usage compte-tenu de leur fonction au sein du dispositif.

#### I. 3. B. 1. Le substrat de silicium

Le substrat porteur est un substrat de silicium dont les deux faces sont polies afin de pouvoir effectuer des étapes technologiques de chaque côté. Sa rugosité est inférieure à 5 nm et la variation totale d'épaisseur est de 5  $\mu\text{m}$ . La haute conductivité thermique du silicium ( $140 \text{ m}^{-1} \cdot \text{W} \cdot \text{K}^{-1}$ ) sera favorable lors de l'étape de soudure à 250°C.



*Figure I-5 : Substrat de Silicium 4'' : a) Représentation schématique ; b) Cliché photographique [XIA12]®.*

Un substrat se présente sous la forme d'une plaque circulaire de 4 pouces de diamètre ( $\sim 100$  mm) et de  $525 \pm 20$   $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Deux méplats servent de repères sur les bords du substrat (cf. Figure I-5). Le méplat principal permet d'identifier l'orientation cristalline de la surface du wafer, ici (100). L'orientation du second méplat par rapport au premier définit le dopage du silicium. Dans le cas présent, les substrats sont dopés de type  $n$  (phosphore) et ont une conductivité comprise entre 1 et 20  $\Omega\cdot\text{cm}^{-1}$ .

### I. 3. B. 2. La couche anti-adhésive

L'optimisation de l'élaboration de la couche anti-adhésive est réalisée au cours d'une étude menée parallèlement à celle décrite dans ce manuscrit [SCH12]. Malgré la difficulté de mise en œuvre des couches fluorocarbonées, du fait de leur faible énergie de surface et leur réactivité chimique limitée, des études ont déjà été menées sur leur utilisation et leur dépôt en tant que couche de faible adhésion [JAS98-SMI98-SCH00-KEL07]. L'utilisation d'une couche à adhérence contrôlée fluorocarbonée est donc privilégiée mais elle est limitée par sa température de dégradation qui est de 300°C. Dans le cadre de cette étude, la couche fluorocarbonée est réalisée par voie plasma grâce à un bâti dédié.

Pour les applications à plus haute température, l'utilisation d'une couche de DLC (Diamond Like Carbon) est à l'étude pour sa stabilité thermique et sa faible énergie de surface.

Il est à noter que du fait de l'adhésion très faible de ces couches, il est impossible de tester mécaniquement les interfaces obtenues car la simple manipulation des échantillons amorce la décohésion. Dans ce cas, la caractérisation de l'adhérence est menée par mesure d'angle de contact.

### I. 3. B. 3. Le capot de nickel

Le matériau nickel a été sélectionné pour les capots pour son module de Young proche de 210 GPa [ERA96] qui les rend durs et résistants. Une étude par interférométrie a montré que les capots de 25  $\mu\text{m}$  de hauteur, réalisés par électrodéposition, présentent une déflexion maximale de 10  $\mu\text{m}$  (cf. Figure I-6). Cela peut s'expliquer d'une part par la contraction du gaz présent à l'intérieur du capot après l'étape de soudure, lorsque la structure passe de 250°C à la température ambiante, et d'autre part, et de manière plus significative, par un gradient de contrainte résiduelle au sein du film élaboré. Le Tableau I-4 résume quelques propriétés du nickel.

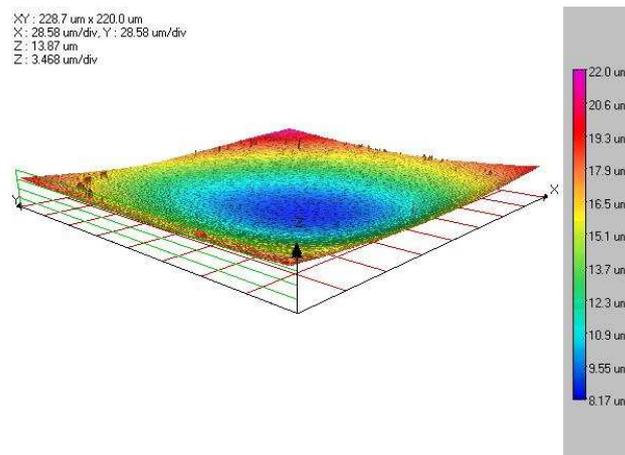


Figure I-6 : Profil 3D de la face supérieure d'un capot obtenu par interférométrie [SCH12].

*Tableau I-4 : Caractéristiques générales du nickel, du cuivre et du titane à température ambiante [EFU09].*

Matériau	Densité (kg/m <sup>3</sup> )	Module de Young (GPa)	Coefficient de Poisson	CTE, coefficient d'expansion thermique (K <sup>-1</sup> )	Résistivité électrique (Ω.m)
Nickel	8900	206,843	0,31	1,340.10 <sup>-5</sup>	6,840.10 <sup>-8</sup>
Cuivre	8960	110,316	0,36	1,650.10 <sup>-5</sup>	1,673.10 <sup>-8</sup>
Titane	4510	117,211	0,32	8,600. 10 <sup>-5</sup>	4,200.10 <sup>-7</sup>

En anticipation de la suite du projet, des dépôts intermédiaires de titane et de cuivre sont nécessaires entre la couche de nickel et la couche anti-adhésive. En effet, pour avoir le meilleur compromis entre la vitesse de dépôt et l'homogénéité de l'épaisseur, le nickel est déposé par une méthode nécessitant une couche d'accroche conductrice (électrodéposition). Les fluoropolymères étant isolants, il faut déposer une couche conductrice de cuivre pour permettre le dépôt.

Cependant, la faible énergie de surface des fluoropolymères peut rendre leur métallisation difficile. L'adhésion des métaux sur les polymères fluorés fait intervenir les fluorures métalliques se formant préférentiellement selon la suite : Ti > Al > Fe > Ni > Au >> Cu [CAV99]. Ainsi, le dépôt d'une sous-couche d'accroche de titane est effectué. Pour l'élaboration du capot, trois matériaux successifs sont donc déposés ; le titane et le cuivre jouant le rôle de couches d'amorçage et le nickel constituant le capot. Le Tableau I-4 consigne quelques propriétés du titane et du cuivre.

### I. 3. B. 4. Le polymère de scellement

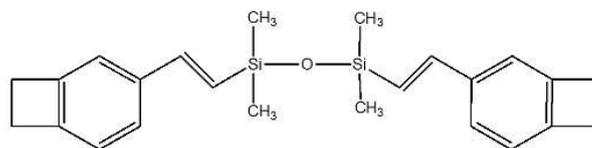
De façon générale, le benzocyclobutène (BCB), polymère thermoplastique, a été choisi comme matériau de scellement pour sa compatibilité avec le procédé basse température (< 400°C) recherché. L'usage du BCB est très répandu en microélectronique et a déjà été l'objet de nombreuses publications [POL05-LIU04-MCM08]. Le BCB possède une température de polymérisation relativement basse (200-300°C). Différents travaux ont démontré la capacité du BCB à s'adapter à la topographie de surface du substrat [JOU03],

ainsi que sa résistance au solvant et son faible taux d'absorption d'eau (quasi-étanchéité) [FAB02]. D'autre part, pour la structuration, le BCB se comporte comme une résine négative. Cela signifie que les régions exposées aux rayonnements UV réticulent et persistent après une étape de développement dans un solvant. Pour ce projet, le BCB photosensible 4024 (série 4000) de la société Dow Chemicals a été choisi. Le Tableau I-5 présente les propriétés fournies par le fabricant et utilisées tout au long de l'étude.

Le BCB (ou cyclotène) est un polymère composé à la base du monomère  $\alpha$ -chloro-o-xylène, dont la formule de Lewis est représentée sur la Figure I-7.

*Tableau I-5 : Propriétés fournisseur du BCB 4024 [DOW09].*

Module de Young (GPa)	Coefficient de Poisson	Température de transition vitreuse (°C)	Stabilité thermique (% perte de poids par heure à 350°C)	Conductivité thermique à 24°C (W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )	Limite à la traction (MPa)
2,9 ± 0,2	0,34	> 350	1,7	0,29	87 ± 9



*Figure I-7 : Représentation de Lewis du monomère  $\alpha$ -chloro-o-xylène.*

### I. 3. C. Étapes technologiques de fabrication

On rappelle les sept étapes technologiques qui composent le procédé de transfert :

- la gravure du substrat porteur permettant de réaliser les moules où seront formés les capots,
- le dépôt d'une couche fluorée anti-adhérente,
- l'élaboration des capots, précédée des dépôts des couches d'amorçage,
- la réalisation des cordons de soudure,

- l’alignement et le scellement à basse température des deux substrats,
- la libération du substrat porteur,
- la découpe des micro-dispositifs.

Dans les paragraphes suivants, chacune de ces étapes est décrite. Il est à noter que l’élaboration se déroule en salle blanche. Le procédé d’élaboration complet a été initié lors des travaux de thèse de S. Brault [BRA10] et optimisé lors des travaux de thèse de G. Schelcher [SCH12].

### **I. 3. C. 1. Préparation du substrat**

#### *a) Nettoyage*

La première étape est une opération de nettoyage avant de commencer tout procédé. Le nettoyage se déroule en trois temps :

- Élimination de la couche native d’oxyde de silicium,
- Création d’une couche d’oxyde de silicium pour piéger les traces d’impuretés métalliques et alcalines en surface,
- Élimination de la couche d’oxyde.

#### *b) Croix d’alignement en face arrière*

Dans la suite du procédé, plusieurs opérations vont se succéder. Des masques avec des motifs vont être utilisés lors des étapes de lithographie afin d’obtenir une structuration des couches. Pour ces étapes, il est primordial d’avoir un bon alignement entre niveaux de masque, pour connaître parfaitement la position des motifs (ex : individualisation des micro-dispositifs par découpe à la scie diamantée). Le masque contient des motifs supplémentaires appelés des croix d’alignement qui permettent lors des étapes de lithographie de bien aligner le masque et le substrat.

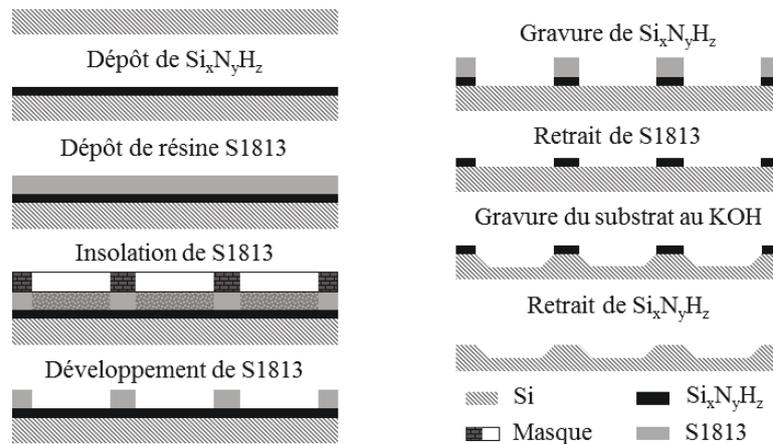
On réalise des croix d’alignement en face arrière en prévision de l’étape de collage des deux substrats. En effet, les capots doivent être encapsulés avec une précision d’alignement meilleure que 5  $\mu\text{m}$ .

Pour masquer les parties du substrat qui ne doivent pas être gravées, une couche de résine protectrice va être déposée et structurée par lithographie. L'étape de lithographie se compose de quatre opérations : l'enrésinement, le recuit, l'insolation et le développement. La lithographie est suivie de l'étape de gravure.

- Enrésinement : Dépôts par centrifugation d'un promoteur d'adhérence et de la résine. Le promoteur renforce le caractère hydrophobe de la surface du silicium et améliore ainsi l'adhérence de la résine.
- Recuit : Cela permet de durcir la résine par évaporation d'une grande partie du solvant et de favoriser l'adhérence.
- Insolation : La résine est insolée par rayonnement UV. C'est au cours de cette étape que les motifs sont transférés.
- Développement : La résine insolée est dégradée lors du développement. Les motifs et les croix d'alignement apparaissent.
- Gravure : Les parties du silicium non-masquées sont gravées par voie sèche selon la technique de gravure ionique réactive (RIE). Enfin, la résine protectrice est supprimée.

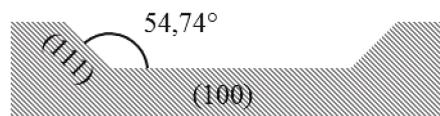
### *c) Formation des cavités*

Une fois les repères gravés en face arrière, les capots sont structurés dans la face avant du substrat. Cette structuration est en réalité complexe et requiert plusieurs étapes intermédiaires schématisées par la Figure I-8 : dépôt d'un film mince de  $\text{Si}_x\text{N}_y\text{H}_z$  par PECVD, dépôt d'une couche de résine, structuration de la couche de résine par lithographie, gravure sèche du film de  $\text{Si}_x\text{N}_y\text{H}_z$  par RIE, retrait de la couche de résine, gravure humide anisotrope (KOH) des cavités, retrait du film de  $\text{Si}_x\text{N}_y\text{H}_z$  (acide fluorhydrique).



*Figure I-8 : Récapitulatif des étapes technologiques nécessaires à la formation des cavités dans le substrat.*

Pour faciliter la libération mécanique des capots lors du transfert, il est préférable d'avoir un moule présentant des flancs inclinés plutôt que droits. Ainsi, l'attaque chimique qui a été choisie pour cette étape est une solution d'hydroxyde de potassium (KOH) qui attaque le silicium de façon sélective. Les plans cristallins (100) sont gravés environ 400 fois plus rapidement que les plans (111) qui sont considérés comme des plans d'arrêt. La particularité du silicium est l'angle formé par ces deux plans qui est de  $54,74^\circ$ . Ainsi, le profil des cavités formées par gravure au KOH correspond à une pyramide à base tronquée comme le montre la Figure I-9.



*Figure I-9 : Profil de gravure anisotrope du silicium.*

Dans un premier temps, un masque de gravure est réalisé pour ne pas attaquer la surface complète du substrat. Sachant que les résines standards sont attaquées par l'hydroxyde de potassium, un masque en nitrure de silicium est utilisé à la place. En effet, la solution KOH attaque moins rapidement le nitrure de silicium que les plans (100) du silicium.

Ainsi, un film mince de  $\text{Si}_x\text{N}_y\text{H}_z$  de 150 nm d'épaisseur est déposé puis un masque de résine est réalisé par lithographie simple. Enfin, la couche est structurée par gravure plasma sèche pour obtenir un nouveau masque adéquat pour la gravure au KOH.

Pour la lithographie, un masque de résine S1813 est élaboré selon le même mode opératoire que celui décrit au paragraphe précédent. Il est à noter qu'il est primordial durant cette étape d'aligner le masque de résine avec les croix d'alignement déjà gravées sur la face arrière du substrat.

La couche de  $\text{Si}_x\text{N}_y\text{H}_z$  est ensuite structurée par gravure sèche par RIE. Un dispositif de fin d'attaque constitué d'une caméra interférométrique laser est utilisé pour ne graver que la couche de nitrure de silicium et non le silicium situé en-dessous. Pour finir, la résine est retirée.

Le substrat possède ainsi une couche structurée de  $\text{Si}_x\text{N}_y\text{H}_z$  qui peut être utilisée comme masque pour la gravure humide anisotrope du silicium (voir Figure I-8). Expérimentalement, la profondeur de la cavité obtenue est de 25  $\mu\text{m}$ . Une fois les cavités formées, la couche de nitrure de silicium est supprimée.

### **I. 3. C. 2. Dépôt de la couche de faible adhésion**

Deux types de couches de faible adhésion ont été sélectionnés selon la gamme de température. Pour les applications à basse température ( $< 300^\circ\text{C}$ ), une couche fluorocarbonée est privilégiée. Pour les températures comprises entre  $300^\circ\text{C}$  et  $400^\circ\text{C}$ , une couche de DLC (Diamond Like Carbon) est envisagée. Ces deux matériaux sont l'objet de recherches (IEF) tant pour l'élaboration que les caractérisations chimiques et mécaniques.

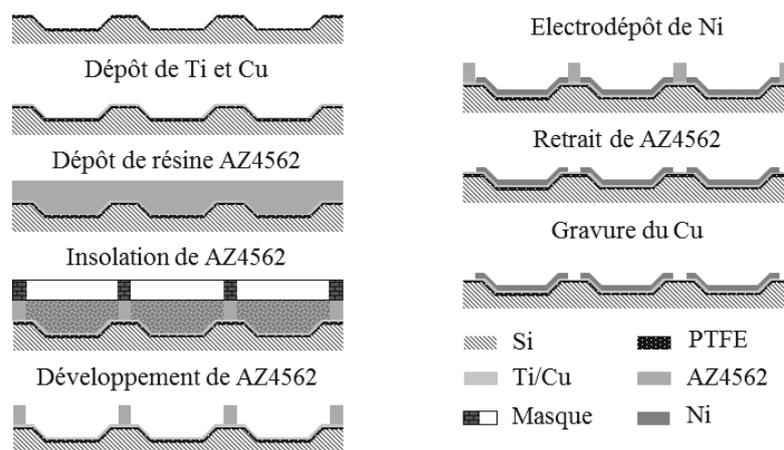
Pour les couches fluorocarbonées  $\text{C}_x\text{F}_y$ , idéalement équivalentes au polytétrafluoroéthylène (PTFE), la mise en œuvre est difficile. Les techniques standards de dépôt par voie humide sont exclues à cause de la haute viscosité du PTFE à son point de fusion et de son insolubilité dans les solvants classiques [ANT98]. D'autres techniques sont envisageables : l'évaporation sous vide, la pulvérisation de cibles de PTFE [WAN97], les dépositions par plasma [JAS99]. L'avantage de ces méthodes est l'adhésion élevée entre le dépôt et le substrat [AGO88]. Cependant, la structure chimique

exacte du PTFE n'est pas obtenue. La technique choisie pour le dépôt est la voie plasma [AGO90-AGO87-KEL07].

Pour la couche « Diamond Like Carbon », un dépôt par pulvérisation a été adopté mais les paramètres exigent une optimisation. Le choix de sous-couches nécessaires à la limitation de l'impact des contraintes résiduelles est aussi à l'étude. La caractérisation chimique et mécanique des films est menée par G. Schelcher [SCH12].

### I. 3. C. 3. Formation des capots

Une fois la couche de faible adhésion déposée sur le substrat, les capots sont formés. Par souci de clarté, les différentes étapes nécessaires à leur élaboration sont résumées par la Figure I-10.



*Figure I-10 : Récapitulatif des étapes technologiques nécessaires à la formation des capots.*

#### a) Dépôts des couches d'amorçage

Pour permettre la croissance de la couche de nickel, des dépôts intermédiaires de titane et de cuivre sont nécessaires. Le cuivre assure la conductivité électrique nécessaire pour le dépôt ultérieur de nickel et le titane sert de couche d'accroche sur le PTFE afin d'obtenir une bonne adhésion du cuivre.

Les couches de titane et de cuivre sont déposées sur la totalité du substrat par pulvérisation cathodique (magnétron DC) car cette méthode permet d'obtenir une bonne

adhérence du film déposé. Notons que de faibles épaisseurs sont suffisantes : 10 nm de titane et 100 nm de cuivre.

#### *b) Lithographie*

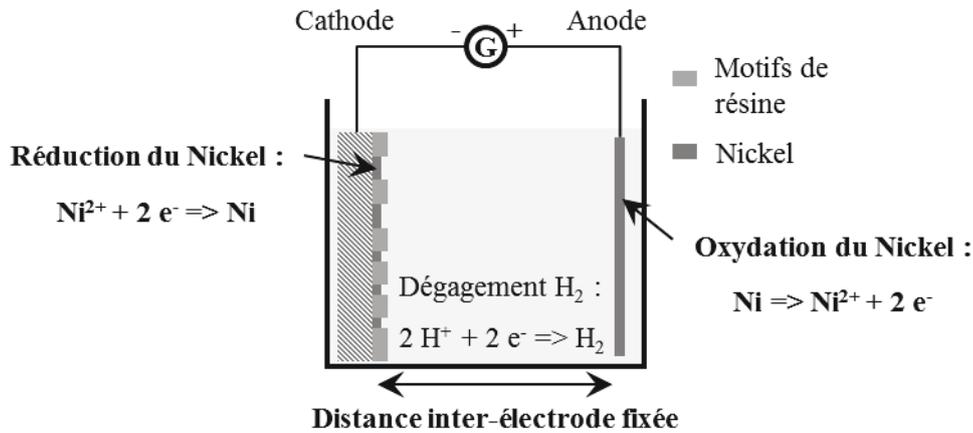
Au cours de l'étape suivante, seules les cavités vont être recouvertes d'une couche de nickel. Une nouvelle étape de lithographie est effectuée. Un moule de résine AZ4562 est ainsi réalisé après la métallisation du substrat.

Le substrat est ensuite insolé. Il comporte des motifs carrés, de côté 1100, 1200, 1300 et 1400  $\mu\text{m}$ , définissant la taille des capots. L'alignement du masque avec les croix déjà présentes sur la face du substrat permet de s'assurer que les capots seront bien élaborés à l'intérieur des cavités. Pour finir, la résine est développée.

#### *c) Électrodéposition de la couche de nickel*

Une fois le titane et le cuivre déposés, et le masque de résine réalisé, le substrat est prêt à accueillir les capots de nickel. L'électrodéposition est choisie plutôt que la pulvérisation ou l'évaporation car cette méthode permet d'obtenir une couche de plusieurs dizaines de micromètres d'épaisseur avec une bonne homogénéité et de faibles contraintes résiduelles [PRI98].

L'électrodéposition utilise le principe de l'électrolyse, basé sur la conversion de l'énergie électrique en énergie chimique. Le métal à déposer est présent dans l'électrolyte où plongent une anode et une cathode. Le passage d'un courant électrique dans le système permet la réduction des ions métalliques sur la cathode. Le montage expérimental est schématisé sur la Figure I-11. Le substrat joue le rôle de cathode, où se produit la réaction de réduction. Le contact électrique est pris sur la couche d'amorçage de cuivre à la périphérie du substrat. L'anode est constituée d'une plaque de nickel permettant de renouveler les ions  $\text{Ni}^+$  pendant l'électrolyse.



*Figure I-11 : Schéma du montage expérimental d'électrodéposition.*

La composition de l'électrolyte, consignée dans le Tableau I-6, correspond à un « bain de Watts » et est couramment utilisée pour le dépôt de nickel. La composition du bain influe à la fois sur la structure du dépôt et sur sa composition. Le sulfate et le chlorure de nickel permettent lors de leur dissociation de donner des cations  $\text{Ni}^+$  dont la réduction conduit à la formation du dépôt métallique. L'acide réduit la chute de tension observée lors du passage du courant dans la solution. Enfin, la saccharine sert à inhiber la croissance des grains et des germes cristallins en bloquant des sites de dépôt. Cela favorise une croissance bidimensionnelle plutôt que tridimensionnelle, ce qui conduit à un dépôt à grains fins [PRI98].

*Tableau I-6 : Composition de l'électrolyte*

Espèce chimique	$\text{NiSO}_4, 6\text{H}_2\text{O}$	$\text{NiCl}_2, 6\text{H}_2\text{O}$	$\text{H}_3\text{BO}_3$	Saccharine
Concentration (mol/L)	0,750	0,020	0,400	0,016

Afin d'obtenir une vitesse de dépôt maximale tout en conservant une rugosité de surface faible (2 nm RMS), le dépôt doit être réalisé avec une densité de courant de 11 mA/cm<sup>2</sup>. La vitesse de croissance du nickel est alors de 0,2  $\mu\text{m}/\text{min}$ . Ainsi, pour obtenir une

épaisseur de 3  $\mu\text{m}$ , la durée du dépôt doit être de 15 minutes. Les paramètres du dépôt électrolytique sont consignés dans le Tableau I-7.

*Tableau I-7 : Paramètres du dépôt électrolytique.*

Distance inter- électrode (cm)	Densité de courant (mA/cm <sup>2</sup> )	Vitesse de croissance ( $\mu\text{m}/\text{min}$ )	Durée du dépôt (min)	Épaisseur de nickel ( $\mu\text{m}$ )
10	11	0,2	15	3

Avant l'élaboration des cordons de soudure, la résine présente sur le substrat est supprimée. De plus, la couche d'amorçage de cuivre est gravée entre les capots avec une solution d'attaque sélective (Copper Etch BTP, société Transene). Cette solution attaque uniquement le cuivre et n'endommage pas les motifs de nickel.

#### I. 3. C. 4. Réalisation des cordons de soudure

Des cordons de soudure de 10  $\mu\text{m}$  d'épaisseur sont structurés par lithographie sur la périphérie des capots de nickel. Une telle épaisseur est nécessaire pour une bonne adaptation aux variations de topographie induites par l'étape de collage. Des cordons de BCB de différentes largeurs sont élaborés : 50, 100, 150, 200, 250  $\mu\text{m}$ . Ces dimensions sont assez faibles pour empêcher le piégeage de gaz lors de l'étape de soudure. Le BCB se comportant comme une résine négative, il est directement utilisé pour les étapes de lithographie :

- Enrésinement : Un promoteur d'adhérence est déposé sur la face avant du substrat porteur par centrifugation et recuit. Son rôle est d'assurer une bonne adhésion entre le BCB et le nickel. Le BCB est ensuite déposé sur le promoteur d'adhérence. Un recuit permet d'amorcer la polymérisation et d'évaporer une partie du solvant.
- Insolation : Les capots de nickel sont alignés avec le masque contenant les motifs des cordons.

- Développement : Les cordons de BCB et de nouvelles croix d'alignement apparaissent.

Le substrat est ensuite rincé et séché pour être prêt pour l'étape de soudure.

### I. 3. C. 5. Alignement et collage des substrats

La soudure des capots de nickel sur le substrat receveur où se trouvent les MEMS nécessite une étape d'alignement en face arrière. Ensuite, l'étape de collage s'effectue sous atmosphère d'azote et combine la mise en compression de l'empilement et un cycle thermique, paramètres optimisés précédemment [BRA10]. La force appliquée est de 3500 N ce qui correspond à une pression de 17 MPa au niveau des cordons. Le cycle thermique mis en place est présenté dans la Figure I-12. La température de recuit est limitée par la stabilité thermique de la couche fluorée (300°C) et éventuellement par les MEMS présents sur le substrat receveur.

Il est à noter que sous l'effet de la thermocompression, l'épaisseur des cordons de soudure passe de 10 à 3  $\mu\text{m}$ .

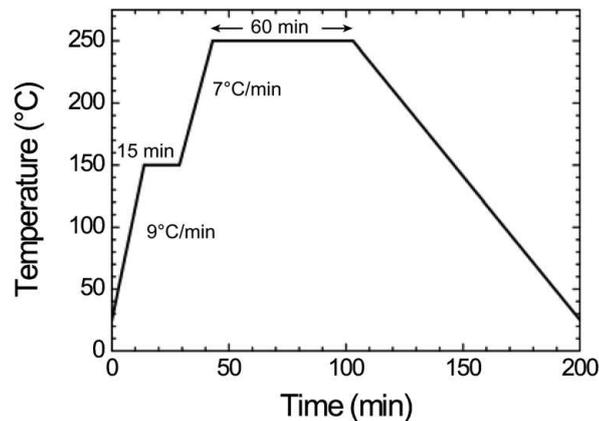
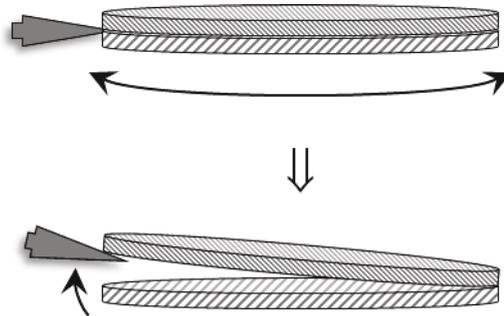


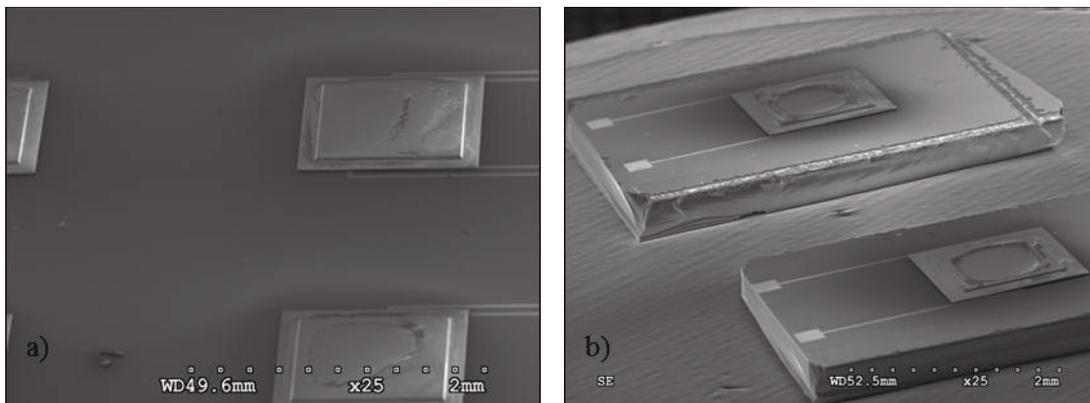
Figure I-12 : Cycle thermique du recuit du BCB [SCH11].

### I. 3. C. 6. Libération et découpe des capots

À l'heure actuelle, les substrats sont séparés et les capots libérés grâce à un coin métallique, par simple action mécanique selon le protocole présenté par la Figure I-13. L'un des buts du travail de thèse est de proposer un protocole automatisé de libération par effort mécanique ou thermomécanique fournissant un rendement de structures transférées au-dessus de 90%.



*Figure I-13 : Principe de libération mécanique des deux substrats.*



*Figure I-14 : Images MEB de microdispositifs obtenus par transfert de capot : a) Avant découpe; b) Après découpe par clivage.*

Enfin, la dernière étape de ce procédé technologique consiste en la découpe des microdispositifs à la scie diamantée ou par clivage. La Figure I-14 montre des clichés MEB de microdispositifs obtenus avant et après découpe.

## I. 4. Conclusion

Dans ce chapitre, une revue non-exhaustive de techniques et de procédés issus de la microélectronique a été présentée : tout d'abord, les techniques d'encapsulation au niveau du substrat, puis plus particulièrement les procédés d'encapsulation avec couche intermédiaire de scellement.

Une étude comparative a aussi permis de justifier la sélection du procédé d'encapsulation par transfert de films pour notre application et celui-ci a été détaillé dans la suite du chapitre. Les informations concernant son principe, les matériaux sélectionnés et les étapes technologiques de fabrication ont été exposées précisément.

Pour une industrialisation du procédé décrit dans cette partie, il est primordial de comprendre les phénomènes impliqués dans l'étape de libération qui nécessite d'être automatisée.

Pour cela nous nous intéressons à la science de la rupture des interfaces pour mieux appréhender l'étape critique que représente la libération des capots.



# CHAPITRE II

ÉTAT DE L'ART :  
MÉCANIQUE DE LA RUPTURE

---



## CHAPITRE II : ÉTAT DE L'ART : MÉCANIQUE DE LA RUPTURE

---

**P**our caractériser une interface deux termes peuvent être employés : adhésion et adhérence.

Le terme adhésion correspond à l'approche physico-chimique microscopique. Toutes les interactions interatomiques et intermoléculaires à l'interface sont prises en compte. Ces interactions sont de natures différentes : électrostatique, chimique, dipolaire, ionique, de type Van der Waals... Cette propriété dépend exclusivement des caractéristiques de surface et est évaluée théoriquement à partir de mesures d'énergie de surface.

Le problème serait alors complètement posé si les matériaux étaient indéformables mais ce n'est généralement pas le cas. Lors de la séparation, les liaisons au voisinage de l'interface se déforment ce qui amène à emmagasiner de l'énergie. Le terme adhérence correspond alors à une approche mécanique macroscopique. Il est utilisé pour représenter le travail ou les forces nécessaires à la séparation de l'interface. Ces forces impliquées dans le phénomène de rupture peuvent être appliquées de manières diverses (tension, cisaillement, flexion...) et sont définies de façons différentes selon la technique de caractérisation utilisée (forces par unité de longueur ou de surface, énergie par unité de surface...). Le plus souvent, le paramètre physique qui décrit l'adhérence est l'énergie de rupture  $G_c$  (J/m<sup>2</sup>) de l'interface.

La difficulté provient de la relation entre l'adhésion et l'adhérence qui est dépendante de nombreux paramètres, comme la structure ou les contraintes, qui sont difficiles à modéliser. De fait, la mesure de l'adhérence est propre à un système donné : matériaux, dimensions caractéristiques (épaisseur d'un film mince par exemple). De plus, elle dépend du mode de sollicitation. Lorsque l'on s'intéresse à un seul système bien connu et

paramétré, il est possible d'utiliser les valeurs de l'adhérence pour étudier de façon comparative l'impact de différents facteurs sur la résistance d'une même interface.

Enfin, dans l'étude de la rupture de structures hétérogènes, la localisation de la rupture est primordiale pour comprendre l'origine de celle-ci. Lorsque la rupture a lieu dans le volume d'un des matériaux, elle est dite cohésive. Lorsque la rupture a lieu à l'interface, elle est alors dite adhésive.

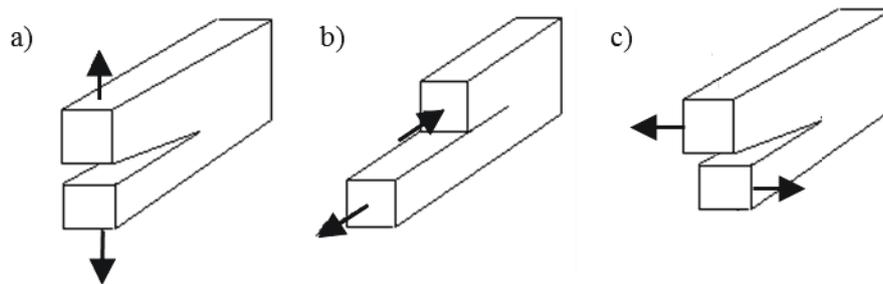
En résumé, l'adhésion représente l'ensemble des interactions qui se produisent au contact entre deux surfaces alors que l'adhérence correspond au résultat d'un essai mécanique de séparation. Enfin, on appelle énergie de rupture, l'énergie nécessaire pour créer une unité de fissure et qui s'exprime donc en  $J/m^2$ .

Dans un premier temps, on présente le plus simplement possible les notions scientifiques indispensables à la bonne compréhension du manuscrit.

Dans un second temps, on propose une revue bibliographique de travaux effectués sur des interfaces structurées.

## II. 1. Rupture d'un matériau homogène

Le phénomène d'ouverture et de propagation d'une fissure au sein d'un matériau homogène, isotrope et élastique a été largement étudié. Dans un matériau homogène fragile, le mode de propagation d'une fissure est le mode I ou ouverture en traction (cf. Figure II-1-a). Pour ce mode d'ouverture, les surfaces s'éloignent l'une de l'autre perpendiculairement au plan de propagation de la fissure.



*Figure II-1 : Les trois modes de rupture.*

*a) Mode I : traction ; b) Mode II : cisaillement (parallèle à la direction de propagation) ;  
c) Mode III : cisaillement (perpendiculaire à la direction de propagation).*

Il est à noter que c'est en traction (mode I) que la résistance à la rupture est la plus faible. Des phénomènes de dissipation et de déformation des matériaux sont présents lors de la rupture et l'amplitude de ceux-ci varient quand on change de mode d'ouverture.

### II. 1. A. Approche globale

En 1920, Griffith [GRI20] adopte une approche thermodynamique et propose un critère pour la rupture des matériaux fragiles selon lequel la fissure ne se propage que lorsque l'énergie récupérée lors de l'avancée est supérieure à celle nécessaire pour créer la surface libre. Pour décrire cette compétition, Griffith suggère une approche basée sur un équilibre énergétique. L'énergie de rupture  $G_c$  (J/m<sup>2</sup>) est comparée à la réduction en énergie du système par unité de surface libre créée. Cette quantité est appelée le taux de restitution d'énergie et est notée  $G$ .

La condition d'avancée de fissure d'après Griffith est donc :

$$G \geq G_c \quad (\text{II-1})$$

Irwin [IRW60] modifie le critère de Griffith et propose une expression du champ de contraintes  $\sigma$  au voisinage de la fissure, unique pour tous les problèmes (même chargement et même géométrie de fissure). Ce champ de contraintes est directement proportionnel à un paramètre  $K$  dépendant du mode de rupture, appelé facteur d'intensité de contrainte. La valeur de  $K_{Ic}$  (MPa. $\sqrt{\text{m}}$ ), le facteur d'intensité de contrainte critique en mode I, alors appelé ténacité, est utilisé pour définir la résistance d'un matériau dans le cas d'une rupture linéaire élastique :

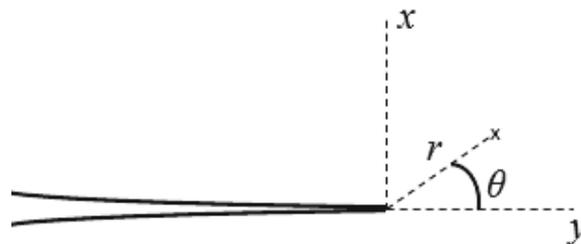
$$G \geq G_{Ic} = \begin{cases} \frac{K_{Ic}^2}{E} & \text{contraintes planes} \\ \frac{(1 - \nu^2)K_{Ic}^2}{E} & \text{déformations planes} \end{cases} \quad (\text{II-2})$$

où  $E$  est le module de Young et  $\nu$  le coefficient de Poisson.

En mode I, l'expression du champ de contraintes au voisinage de la fissure est de la forme suivante (avec les conventions fournies par la Figure II-2) :

$$\sigma_{ij} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}(\theta) \quad \text{avec } i, j \in [x, y] \quad (\text{II-3})$$

où  $r$  et  $\theta$  sont les coordonnées polaires centrées au front de fissure et  $f_{ij}$  sont des fonctions indépendantes de la géométrie de la fissure et des conditions de sollicitation.



*Figure II-2 : Conventions adoptées au front de fissure.*

Lorsque l'on s'éloigne du front de fissure, le champ de contraintes rejoint le champ régulier imposé par les conditions aux limites. La frontière entre les deux champs est appelé le rayon de K-dominance, noté  $R_k$ . Lorsque  $r$  tend vers 0, i.e. lorsque l'on se rapproche du front de fissure, il y a divergence des contraintes, ce qui n'est pas physique. Il faut alors tenir compte des phénomènes dissipatifs qui sont présents en pointe de fissure et adopter une approche plus locale.

### II. 1. B. Approche locale

Même dans le cas d'une rupture fragile à l'échelle macroscopique (plasticité confinée), des phénomènes dissipatifs ont été détectés en pointe de fissure (microfissures, cavités ou zone de plastification) qui ne sont pas pris en compte dans l'expression du champ de contraintes précédente. Une approche plus locale du phénomène de propagation a dû être abordée.

#### II. 1. B. 1. Modèle de Irwin en plasticité confinée

Irwin [IRW60] propose un modèle applicable aux conditions de contrainte plane et définit une taille de zone plastique  $R_p$  autour du front de fissure :

$$R_p = \frac{1}{\pi} \left( \frac{K}{\sigma_y} \right)^2 \quad (\text{II-4})$$

où  $\sigma_y$  est la limite élastique du matériau.

Cette approximation n'est valable que dans le plan de la fissure et dans l'hypothèse de la plasticité confinée i.e. lorsque  $R_p$  reste petit devant  $R_k$ . La fissure et la zone plastique se comportent alors comme une fissure fictive de longueur totale  $a + R_p$ . Le profil de la fissure est modifié par la plasticité (cf. Figure II-3). Il y a émoussement de la pointe de fissure : les flancs s'écartent d'une valeur  $\delta$ , appelée écartement de fissure ou « crack tip opening displacement » (CTOD), qui peut être estimée par la relation suivante [LEM09] :

$$\delta \approx \frac{4}{\pi} \frac{K^2}{E \sigma_y} \quad (\text{II-5})$$

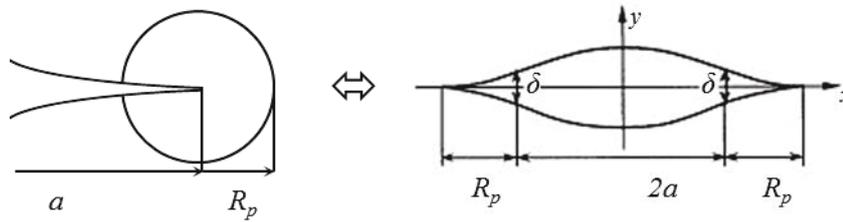


Figure II-3 : Modèle d'Irwin : Représentation schématisée du profil de fissure (CTOD).

Ce CTOD peut être pris comme critère d'avancée de fissure.

Par ailleurs, le bilan énergétique de Griffith est modifié par l'introduction d'un terme supplémentaire  $G_{pl}$  correspondant à la contribution plastique :

$$G \geq G_c = G_0 + G_{pl} \quad (\text{II-6})$$

où  $G_0$  est l'énergie de rupture au sens de Griffith.

### II. 1. B. 2. Modèle de zone cohésive

Afin de s'émanciper de la divergence des contraintes et des déformations en pointe de fissure, Barenblatt [BAR62] pose l'hypothèse d'une zone dite de transition à la pointe de fissure entre l'endroit où le matériau est totalement conforme et celui où il est complètement dégradé (cf. Figure II-4). Dans cette zone spécifique, appelée zone cohésive, des forces cohésives  $F_{co}$  continuent de s'exercer sur les deux flancs de la future fissure.

Plusieurs modèles ont été élaborés pour représenter l'évolution de la relation entre la traction et le déplacement au sein de la zone cohésive à partir de concepts développés indépendamment par Barenblatt [BAR62] et Dugdale [DUG60] au début de années soixante. Le but des paragraphes suivants est de décrire deux de ces modèles parmi les plus simples : le modèle de Dugdale [DUG60] et celui de Needleman [NEE79].

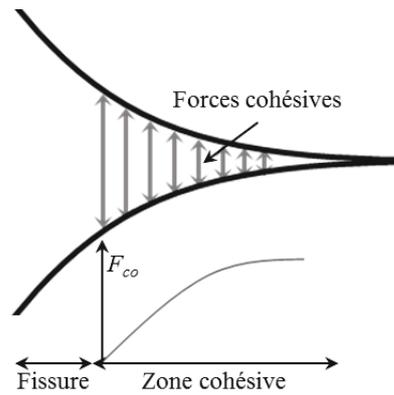


Figure II-4 : Représentation schématique d'une zone cohésive en pointe de fissure.

a) *Modèle de Dugdale [DUG60]*

Le premier modèle fut introduit par Dugdale en 1960. Il décrit l'évolution des contraintes de traction  $T_n$  en fonction du déplacement normal  $\Delta_n$  (cf. Figure II-5). Ce dernier reste nul tant que la contrainte reste inférieure à une valeur critique  $T_c$ . Ensuite, le comportement reproduit celui d'un solide rigide parfaitement plastique jusqu'à ce que le déplacement atteigne une valeur seuil  $\delta_n$  au-delà de laquelle les interactions entre les flancs de la fissure deviennent négligeables.

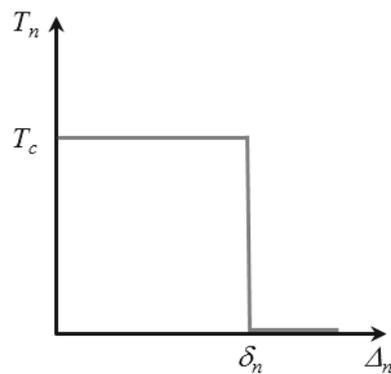
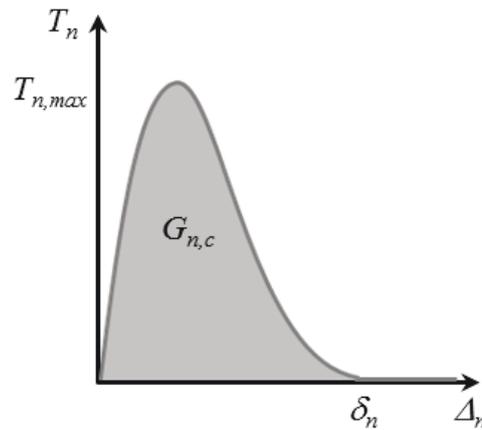


Figure II-5 : Loi d'interface de Dugdale dans la direction normale.

b) *Modèle de Needleman [NEE79]*

Plus tard, le concept d'énergie de rupture a été introduit dans les modèles de zone cohésive. Dans son modèle, Needleman décrit l'évolution des contraintes normale  $T_n$  et tangentielle  $T_t$  en fonction des déplacements  $\Delta_n$  et  $\Delta_t$ . Sur la Figure II-6, on a choisi de représenter l'évolution de la contrainte normale en fonction du déplacement normal lorsque le déplacement tangent est nul. Les contraintes normale et tangentielle dérivent d'un potentiel  $\Psi$  :

$$T_n = \frac{\partial \Psi}{\partial \Delta_n} ; T_t = \frac{\partial \Psi}{\partial \Delta_t} \quad (\text{II-7})$$



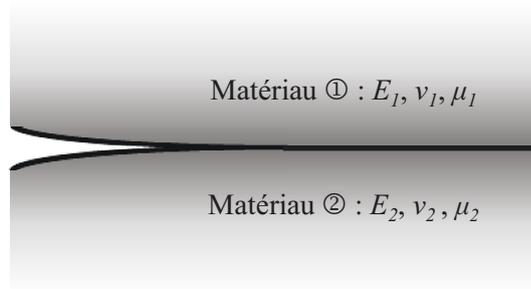
*Figure II-6 : Loi d'interface de Needleman dans la direction normale.*

Ce potentiel fait intervenir plusieurs paramètres qui servent à caractériser l'interface :  $T_c$  représente la contrainte critique du matériau avant endommagement et  $\delta_n$  le déplacement critique au-delà duquel les forces cohésives qui s'exercent sur les flancs de la fissure deviennent nulles. Dans ce modèle, l'énergie de rupture  $G_c$  correspond à l'aire sous la (les) courbe(s) :

$$G_c = G_{n,c} + G_{t,c} = \frac{1}{2} T_{n,max} \delta_n + \frac{1}{2} T_{t,max} \delta_t \quad (\text{II-8})$$

## II. 2. Rupture à une interface continue

Le but de cette partie est de décrire brièvement le critère de propagation d'une fissure à l'interface entre deux matériaux isotropes (cf. Figure II-7). Le cas des matériaux anisotropes n'est pas abordé ici [SUO90]. Lorsque la fissure se propage préférentiellement à l'interface entre deux matériaux, il faut s'intéresser à la mixité modale de la sollicitation à cause du confinement de la fissure. En effet, la dissymétrie des modules ainsi que l'éventuelle asymétrie des conditions de chargement peuvent induire une composante de cisaillement (mode II).



*Figure II-7 : Représentation géométrique et notations pour une fissure à l'interface entre deux matériaux.*

Pour estimer la disparité de comportement élastique entre les deux matériaux, Dundurs [DUN69] propose deux paramètres qui portent son nom :

$$\alpha = \frac{\mu_1(\kappa_2 + 1) - \mu_2(\kappa_1 + 1)}{\mu_1(\kappa_2 + 1) + \mu_2(\kappa_1 + 1)} \quad (\text{II-9})$$

$$\beta = \frac{\mu_1(\kappa_2 - 1) - \mu_2(\kappa_1 - 1)}{\mu_1(\kappa_2 + 1) + \mu_2(\kappa_1 + 1)} \quad (\text{II-10})$$

$$\text{Avec } \kappa_i = \begin{cases} \frac{3 - \nu_i}{1 + \nu_i} & \text{contraintes planes} \\ 3 - 4\nu_i & \text{déformations planes} \end{cases} \quad i = (1,2) \quad (\text{II-11})$$

où  $E_i$ ,  $\nu_i$  et  $\mu_i$  ( $i = 1,2$ ) représentent respectivement le module de Young, le coefficient de Poisson et le module de cisaillement des deux matériaux.

À l'aide de ces nouveaux paramètres, il est possible de calculer le champ de contraintes et de déplacements en pointe de fissure [HUT92]. En mode mixte, l'expression du taux de restitution d'énergie en fonction des facteurs d'intensité de contraintes  $K_I$  et  $K_{II}$  est :

$$G = \frac{(1 - \beta^2)}{2} \left( \frac{1}{\bar{E}_1} + \frac{1}{\bar{E}_2} \right) (K_I^2 + K_{II}^2) \quad (\text{II-12})$$

$$\text{Avec } \bar{E}_i = \begin{cases} E_i & \text{contraintes planes} \\ \frac{E_i}{1 - \nu_i^2} & \text{déformations planes} \end{cases} \quad i = (1,2) \quad (\text{II-13})$$

où  $K_I$  et  $K_{II}$  sont les facteurs d'intensité de contrainte du mode I et du mode II.

On introduit aussi l'angle de mixité modale  $\psi$  suivant :

$$\psi = \tan^{-1} \left( \frac{K_{II}}{K_I} \right) \quad (\text{II-14})$$

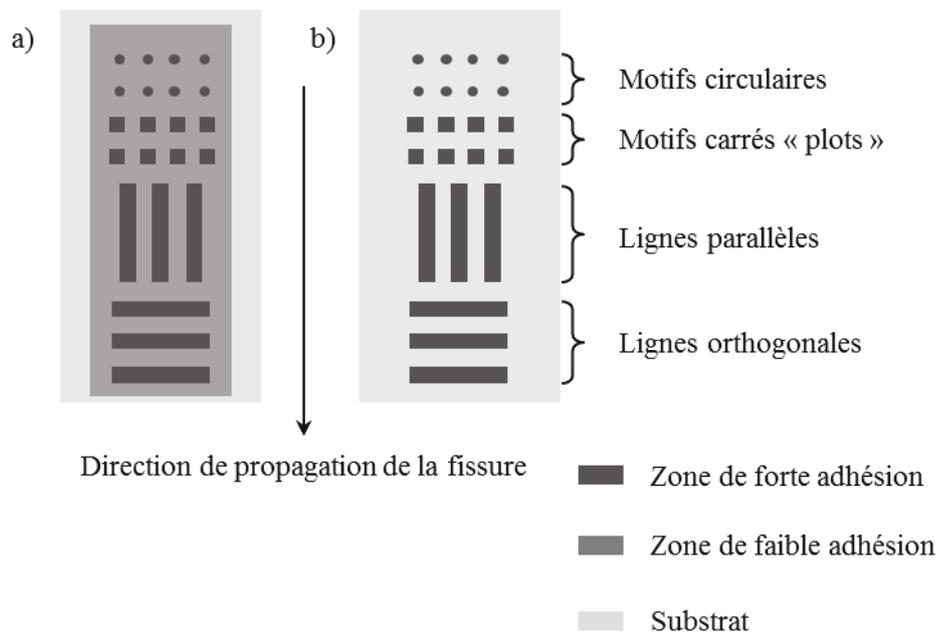
Du fait de l'évolution des mécanismes dissipatifs en fonction des modes d'ouverture, l'angle de mixité modale  $\psi$  peut avoir une influence sur l'énergie de rupture  $G_c$ . Cependant, à ce jour, seules des lois empiriques existent pour décrire cette évolution, telles que :

$$G \geq G_c(\psi) = G_{Ic} [1 + (1 - \lambda) \tan^2 \psi] \quad (\text{II-15})$$

où  $\lambda$  est un paramètre d'ajustement de la contribution du mode II à la sollicitation de l'interface.  $\lambda = 1$  correspond au cas fragile parfait (uniquement mode I).

## II. 3. Prise en compte de l'effet de texturation

Les interfaces structurées peuvent être classées en deux catégories. Tout d'abord, on trouve les interfaces hétérogènes, qui combinent deux interfaces au comportement mécanique différent (forte et faible adhésion). Ensuite, il y a les interfaces discontinues que l'on pourrait modéliser par des interfaces hétérogènes où la zone de faible adhésion ne serait en fait composée d'aucun matériau (ou d'une zone d'adhésion nulle) (cf. Figure II-8).



*Figure II-8 : Exemples simplifiés d'interfaces structurées :  
a) Interface hétérogène ; b) Interface discontinue.*

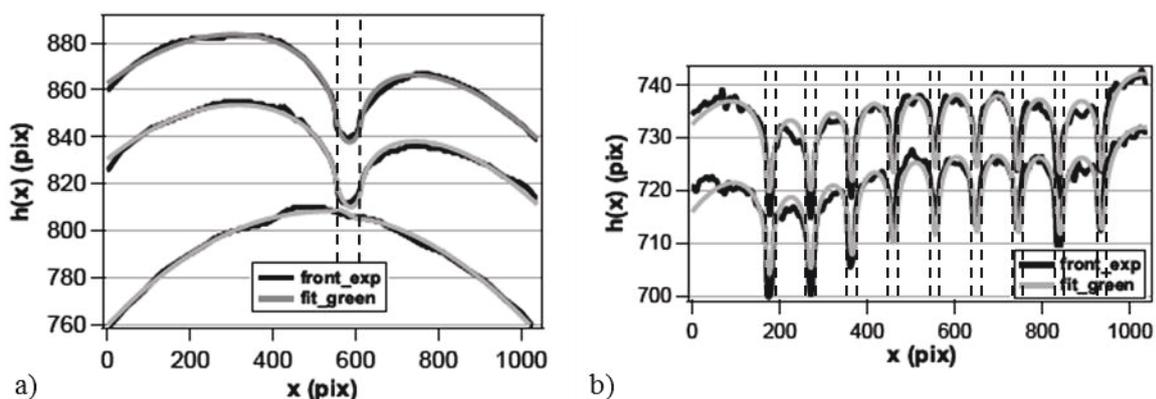
### II. 3. A. Cas des interfaces hétérogènes

Lorsque des obstacles se trouvent à une interface (précipités, dislocations, chimie différente), cela peut engendrer un ralentissement ou une accélération de la propagation de la fissure. Ce phénomène se traduit par une déformation du front de fissure.

Les premières études purement théoriques sur ce sujet ont été menées par Rice et al. [RIC85-GAO89] dans les années 1980, pour le cas où les obstacles sont des zones de plus

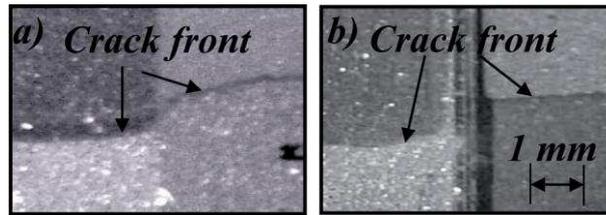
forte adhésion. Dans le cas d'obstacles périodiques, circulaires ou rectangulaires, il est possible de corréler le profil du front de fissure à la répartition des facteurs d'intensité de contrainte à partir de la théorie de perturbation linéaire (« linear perturbation theory ») [GAO86]. Néanmoins, cette approche, basée sur une approximation du premier ordre, ne fournit pas de résultats quantitatifs et n'est plus valable dès que les obstacles présentent une résistance deux fois plus élevée que le reste de l'interface.

La corrélation de ce modèle avec des expériences était difficile à cause du manque d'outils d'observation précise du front de fissure in-situ. Plus récemment, l'utilisation de substrats de verre [DAL09-DAL10] ou de polymère [BUD12] a permis de remédier à ce problème. À l'aide d'un ajustement du profil du front de fissure entre les observations expérimentales et le modèle (cf. Figure II-9), il est à présent possible d'identifier le contraste de ténacité entre les deux zones de l'interface [DAL10].



*Figure II-9 : Ajustement du front de fissure expérimental à l'aide de la théorie de perturbation linéaire : a) Pour un obstacle ; b) Pour une série d'obstacles [DAL10]. Les pointillés mettent en avant les zones de plus forte adhésion de l'interface.*

De plus, l'énergie d'adhérence macroscopique va dépendre d'un terme supplémentaire qui représente l'interaction entre les deux zones [BUD12]. Cette interaction est bien visible sur le profil du front de fissure (cf. Figure II-10-a). Si on élimine cette zone de transition (cf. Figure II-10-b), ce terme disparaît, ainsi que la perturbation. Ce dernier cas se rapproche alors d'une interface discontinue.



*Figure II-10 : Front de fissure d'une interface hétérogène : a) Présence d'une zone de transition entre les deux zones qui influence l'énergie d'adhérence globale ; b) La zone de transition est supprimée à l'aide d'une entaille entre les zones de forte et de faible adhésion [BUD12].*

Certaines interfaces sont trop fortes pour être caractérisées de façon continue avec les techniques classiques. Une structuration de celles-ci sous forme d'obstacles au sein d'une interface d'adhérence plus faible et connue est donc un moyen de les caractériser de manière indirecte.

### *II. 3. B. Cas des interfaces discontinues*

Des études ont été menées avec différents motifs et à différentes échelles [TSA04-POU11-TAD08b-LIT03], notamment dans le domaine de la microélectronique afin d'assurer de bons procédés de collage et de transfert. L'approche développée dans le cas d'interfaces hétérogènes n'est pas applicable aux interfaces discontinues car le front de fissure n'est pas continu. Ici, nous nous limitons aux cas de motifs en forme de lignes parallèles ou perpendiculaires à la direction de propagation de la fissure, pour lesquels il y a peu de littérature.

Litteken et al. [LIT03] ont étudié l'interface structurée entre un substrat de silicium et des lignes parallèles de polymère ductile recouvertes d'une couche d'oxyde de silicium et d'une couche de cuivre (cf. Figure II-11). La largeur des motifs varie de 2 à 12  $\mu\text{m}$  et l'épaisseur de 0,25 à 5,25  $\mu\text{m}$ . Cette étude montre qu'une augmentation de l'épaisseur des motifs de polymère entraîne un renforcement de l'interface grâce à une dissipation plastique plus importante au sein des motifs (cf. Figure II-12-a). La résistance globale de l'interface semble être sensible à la géométrie et à la taille des motifs ductiles présents. Ainsi, une diminution du rapport largeur/hauteur des motifs induit aussi un renforcement de l'interface (cf. Figure II-12-b).

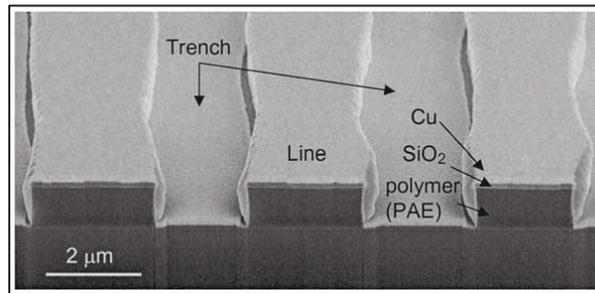


Figure II-11 : Image MEB (Microscope électronique à balayage) des motifs caractérisés [LIT03].

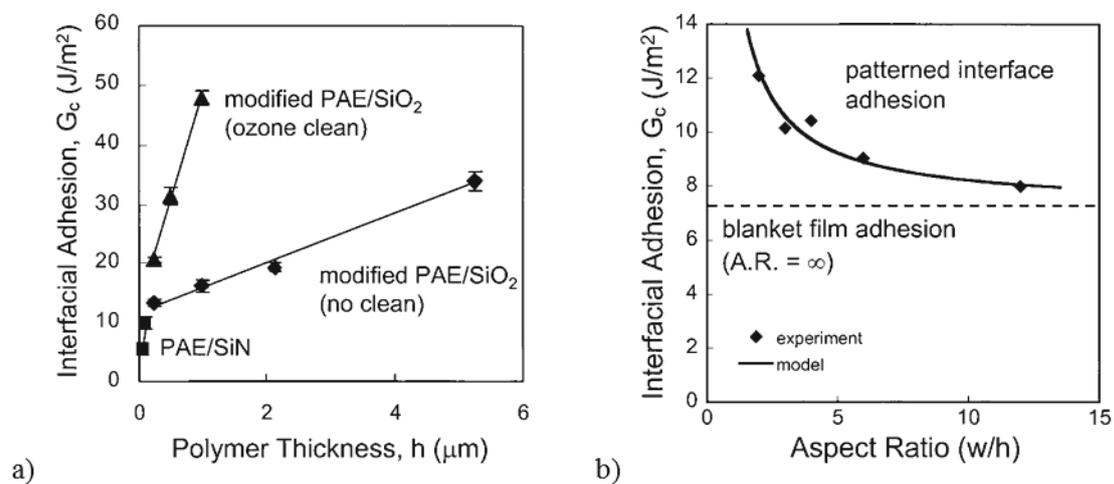


Figure II-12 : Évolution de l'énergie interfaciale : a) En fonction de l'épaisseur de polymère ; b) En fonction du rapport largeur/hauteur des motifs [LIT03].

Tadepalli et al. [TAD08b] ont de leur côté étudié l'interface structurée Cu/Cu i.e. la propagation d'une fissure à l'interface entre une couche continue de cuivre et des motifs de cuivre, similaires à ceux présentés sur la Figure II-13. Le but est d'étudier l'influence de motifs de cuivre de différentes formes et tailles sur la résistance de l'interface. Dans cette étude, l'énergie d'adhérence mesurée est toujours corrigée par un paramètre d'aire de contact  $A_f$  afin de s'émanciper de ce facteur. Il est intéressant de noter que  $A_f$  est pris égal à 1 dans le cas de lignes orthogonales à la direction de propagation.

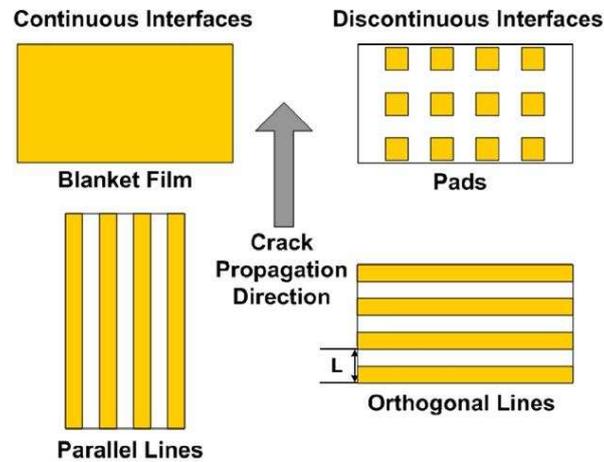


Figure II-13 : Représentation schématique des quatre différentes sortes d'interfaces caractérisées [TAD08b].

Avec ces approximations, la résistance de l'interface est indépendante de la taille des motifs dans le cas des lignes parallèles. Par contre, dans le cadre des plots et des lignes orthogonales, la résistance de l'interface est renforcée lorsque la taille des motifs diminue (cf. Figure II-14).

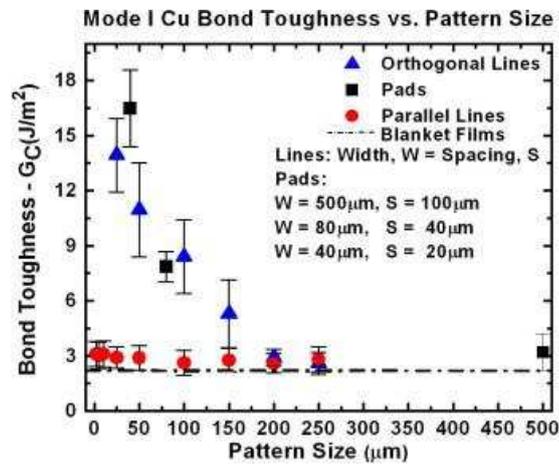


Figure II-14 : Évolution de la résistance de l'interface notée  $G_c$  en fonction de la taille des motifs [TAD08b].

À partir de ce travail expérimental, Tvergaard et Hutchinson [TVE09] ont mené une étude numérique pour déterminer la contribution de la plasticité au sein du cuivre dans la résistance globale de l'interface dans le cas de lignes orthogonales. Pour cela, l'interface est décrite par la loi de zone cohésive proposée en Figure II-15. Même si les propriétés du cuivre n'ont pu être respectées (limite élastique trop élevée, résistance de l'interface sous-estimée), il est montré que la plasticité ne se déclare que lorsque la limite élastique est au moins deux fois plus petite que la limite en traction  $\hat{\sigma}$  définie pour l'interface. Par ailleurs, plus la fissure progresse au sein d'un motif, plus la résistance de l'interface diminue qu'il y ait ou non de la plasticité (cf. Figure II-16). Cela démontre un comportement instable de la propagation.

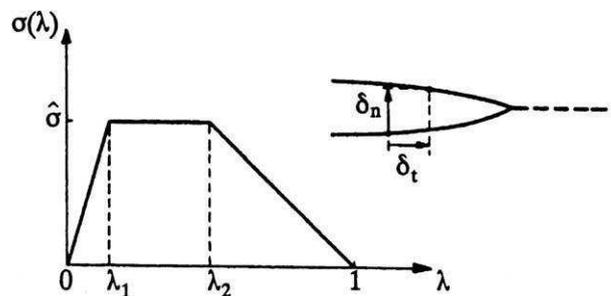


Figure II-15 : Loi de traction séparation [TVE09].

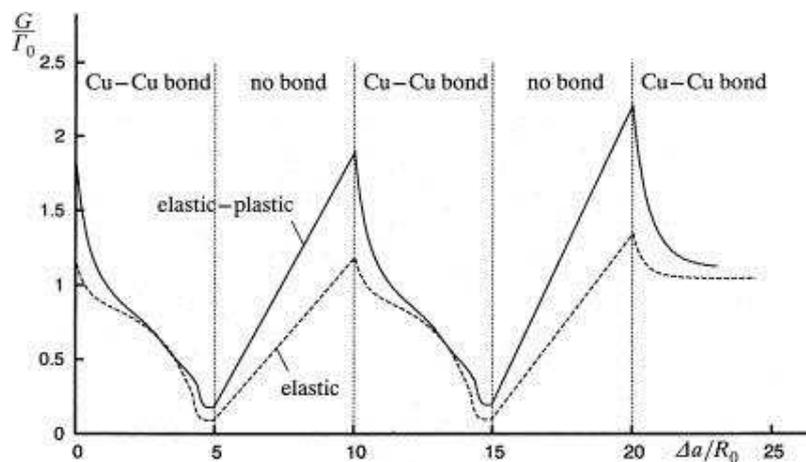


Figure II-16 : Évolution de la résistance de l'interface au cours de la propagation de la fissure :  $G$  est le taux de restitution d'énergie,  $\Gamma_0$  est l'énergie de fracture définie par la loi cohésive,  $a$  est l'avancée de fissure et  $R_0$  est la taille de la zone plastique [TVE09]. Les segments continus (« no bond ») relient les motifs mais ne correspondent pas à des calculs numériques.

## II. 4. Conclusion

Différentes approches sont proposées par la mécanique de la rupture pour décrire un critère de propagation de la fissure : l'approche globale, énergétique et l'approche locale avec les modèles de zones cohésives.

Les critères de propagation de fissure au sein d'un matériau homogène et à l'interface continue entre deux matériaux ont été explicités. Dans le cas d'une fissure à l'interface de deux matériaux, la mixité des modes de sollicitation est incontournable avec la prise en compte de l'angle de mixité modale dans le critère.

Enfin, une revue bibliographique de travaux de caractérisation mécanique d'interfaces structurées (hétérogènes et discontinues) a été proposée. Celle-ci met en avant l'effet renforçant ou affaiblissant de paramètres tels que l'aire de contact, l'épaisseur des motifs et leur orientation par rapport à la direction de propagation de la fissure. Les mécanismes impliqués sont donc variables, ils peuvent être dus aux matériaux, à la géométrie ou à un effet d'échelle.

Pour notre étude expérimentale proposée dans le chapitre suivant, une attention particulière sera portée à ces différents paramètres.



# CHAPITRE III

## CARACTÉRISATION MÉCANIQUE DE L'ADHÉRENCE DE L'INTERFACE POLYMÈRE/SILICIUM

---



## **CHAPITRE III : CARACTÉRISATION MÉCANIQUE DE L'ADHÉRENCE DE L'INTERFACE POLYMÈRE/SILICIUM**

---

**I**l a été défini deux essais mécaniques dans le but d'étudier l'énergie d'adhérence à l'interface structurée silicium/polymère. Ces essais sont le test de flexion 4-points et le test de clivage au coin.

L'objet de ce chapitre est de présenter ces différents essais mécaniques. La conception des échantillons développés spécialement pour ces essais et les résultats expérimentaux obtenus sont également inclus.

L'étude expérimentale a pour but de mettre en avant l'impact des différents paramètres, structuraux et géométriques, sur la résistance globale de l'empilement. Afin de valider la conception du procédé de transfert de films, il faut s'assurer de la tenue des interfaces structurées mises en jeu : nickel/polymère et polymère/silicium.

### III. 1. Essais mécaniques de mesure de l'adhérence

Deux essais mécaniques ont été retenus dans le but d'étudier l'énergie d'adhérence des différentes interfaces étudiées. Ces essais sont le test de clivage au coin et le test de flexion 4-points. Ils ont été choisis car ils permettent de mesurer une énergie d'adhérence basée sur la propagation stable d'une fissure, notamment dans le cas de collages.

L'objet de cette partie est de présenter le principe et la mise en équation de ces différents essais.

#### III. 1. A. Test de flexion 4-points

##### III. 1. A. 1. Principe de l'essai

Le test de flexion 4-points consiste à mesurer l'énergie d'adhérence entre deux matériaux en créant une fissure par effet de flexion. L'échantillon est constitué de deux substrats collés et comporte une pré-entaille au milieu de l'un d'eux qui débouche au plus près de l'interface. L'échantillon est mis en flexion grâce au déplacement de deux appuis mobiles répartis de chaque côté de l'entaille, l'éprouvette reposant sur deux appuis qui eux restent fixes. La Figure III-1-a schématise l'éprouvette obtenue et donne ses dimensions. Au cours de l'essai, une fissure se propage à l'interface à partir de l'entaille.

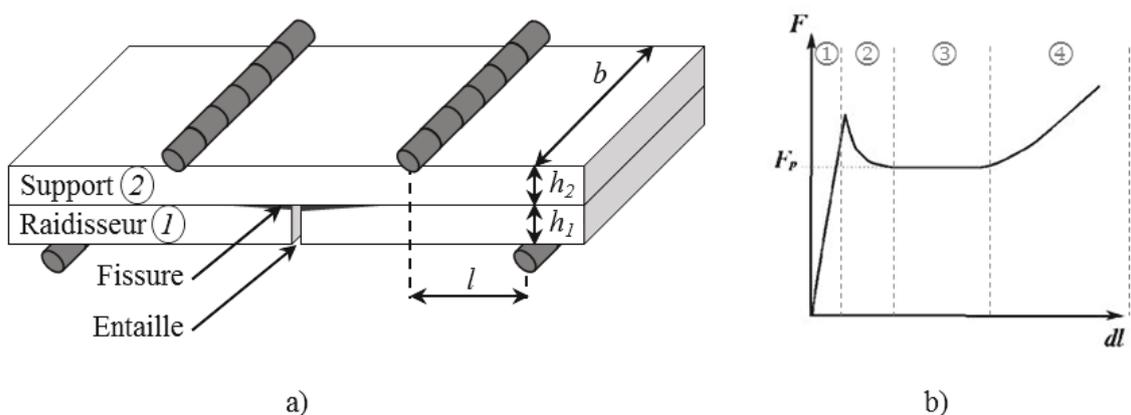


Figure III-1 : a) Principe du test de flexion 4-points ; b) Courbe de charge caractéristique (force appliquée en fonction du déplacement des appuis) [BRA09].

La Figure III-1-b illustre une courbe de charge caractéristique donnant l'évolution de la force en fonction du déplacement des appuis. La première partie de la courbe correspond au chargement de l'échantillon en énergie élastique ①. La force augmente jusqu'à atteindre un pic qui correspond à l'amorçage de la fissure ②. On observe ensuite une relaxation de la force. Celle-ci diminue jusqu'à une valeur plateau correspondant à la propagation stable de la fissure entre les deux substrats ③. Cet état stationnaire dure le temps que la fissure parvienne aux appuis intérieurs. Ensuite, la fissure ne progresse plus. L'augmentation de la force sur la courbe correspond alors à la flexion du substrat « support » ④.

L'énergie d'adhérence de l'interface peut être déterminée à partir de la valeur plateau de la force  $F_p$  qui correspond au régime stationnaire de propagation de la fissure.

### III. 1. A. 2. Mise en équation : modèles analytiques

On distingue principalement deux modèles analytiques qui ont été élaborés dans le but de déterminer l'énergie d'adhérence d'une interface continue à partir de cet essai mécanique, dans le cas de déformations élastiques. Le modèle de Charalambides, établi en 1989 [CHA89], s'intéresse à la propagation d'une fissure entre deux substrats. Hofinger affine le modèle en 1998 [HOF98] pour l'adapter à la caractérisation d'une interface entre un film mince (adhésifs, céramiques...) et un substrat.

#### a) Interface entre deux substrats

Dans la configuration où la fissure étudiée se propage à l'interface entre deux substrats et induit des déformations purement élastiques, Charalambides et al. [CHA89] ont identifié la relation entre le taux de restitution d'énergie à l'équilibre  $G$  et les différents paramètres de l'essai :

$$G = \frac{3F_p^2 l^2}{2\bar{E}_2 H^3 b^2} \left[ \frac{1}{\left(\frac{h_2}{H}\right)^3} - \frac{\eta}{\left(\frac{h_1}{H}\right)^3 + \eta \left(\frac{h_2}{H}\right)^3} + \frac{3\eta h_1 h_2}{H^2 \left(\frac{h_1}{H} + \eta \frac{h_2}{H}\right)} \right] \quad (\text{III-1})$$

$$\text{avec } H = h_1 + h_2 \text{ et } \eta = \frac{E_2 (1 - \nu_1^2)}{E_1 (1 - \nu_2^2)} \quad (\text{III-2})$$

où  $F_p$  est la valeur de la force au plateau,  $l$  est la distance entre les appuis extérieurs et intérieurs,  $b$  la largeur de l'échantillon,  $h_i$ ,  $E_i$  et  $\nu_i$  renvoient respectivement à l'épaisseur, le module de Young et le coefficient de Poisson des substrats ( $i=1, 2$ ) suivant la nomenclature donnée en Figure III-1.

Dans le cadre de notre étude, les substrats « support » et « raidisseur » sont identiques. L'expression du taux de restitution d'énergie se simplifie :

$$G = \frac{21 (1 - \nu^2)}{16} \frac{l^2}{E} \frac{F_p^2}{b^2 h^3} \quad (\text{III-3})$$

où  $h$ ,  $E$  et  $\nu$  renvoient respectivement à l'épaisseur, le module de Young et le coefficient de Poisson des substrats.

#### *b) Interface entre un film mince et un substrat*

Pour une analyse plus fine, Hofinger [HOF98] a développé un modèle qui prend en compte la présence d'une couche intermédiaire entre les deux substrats. Une fois de plus, l'un tient le rôle de support et l'autre de raidisseur (cf. Figure III-2). La relation entre les différents paramètres et le taux de restitution d'énergie  $G$  est la suivante (lorsque le support et le raidisseur sont identiques) :

$$G = \frac{M_b^2 (1 - \nu_{sub}^2)}{2E_{sub}} \left( \frac{1}{I_{sub}} - \frac{1}{I_c} \right) \quad (\text{III-4})$$

$$\text{avec } I_{sub} = \frac{h_{sub}^3}{12} ; \quad (\text{III-5})$$

$$M_b = \frac{F_p l}{2b} ; \quad (\text{III-6})$$

$$\kappa = \frac{E_{film} (1 - \nu_{sub}^2)}{E_{sub} (1 - \nu_{film}^2)} ; \quad (\text{III-7})$$

$$I_c = \frac{1}{3}(2h_{sub}^3 + \kappa h_{film}^3) - \frac{h_{int}^2}{4}(\kappa h_{film} + 2h_{sub}) + h_{sub}h_{film}(h_{sub} + h_{film}) \quad (III-8)$$

où  $F_p$  est la valeur de la force au plateau,  $l$  la distance entre les deux appuis,  $b$  la largeur de l'échantillon.  $h_i$ ,  $E_i$  et  $\nu_i$  ( $i=$ sub, film) représentent respectivement l'épaisseur, le module de Young, le coefficient de Poisson et les indices *sub* et *film* renvoient l'un au substrat et l'autre au film mince.  $I_{sub}$  correspond au moment d'inertie du substrat,  $M_b$  correspond au moment de flexion et  $I_c$  représente le moment d'inertie de l'empilement.

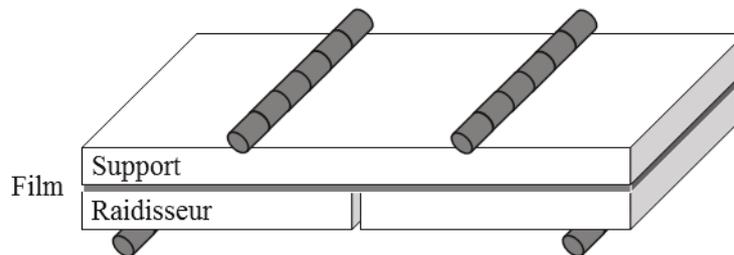


Figure III-2 : Essai de flexion 4-points : Interface entre un film mince et un substrat.

### III. 1. B. Test de clivage au coin

#### III. 1. B. 1. Principe de l'essai

Le test de clivage au coin consiste à mesurer l'énergie d'adhérence entre deux matériaux en créant une fissure par insertion d'un coin (cf. Figure III-3). L'adhérence est alors mesurée à partir de la longueur de fissure engendrée. Pour notre étude, les deux substrats considérés sont identiques (mêmes dimensions et même matériau). La sollicitation exercée par ce test est proche du mode I pur. Cet essai mécanique est connu aussi dans le domaine de la microélectronique comme la méthode de la lame de Mazsara [MAS88].

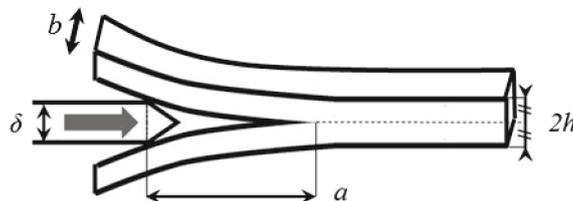


Figure III-3 : Principe du test de clivage au coin.

### III. 1. B. 2. Mise en équation : modèles analytiques

Trois modèles, ayant des niveaux de complexité différents, ont été développés pour décrire le test de clivage au coin dans le cas de déformations élastiques : le modèle de Cognard [COG86], celui de Kanninen [KAN73] et celui de Penado [PEN93].

#### a) Modèle de Cognard

La première approche consiste à modéliser l'échantillon comme l'assemblage de deux poutres encastées au niveau de la pointe de fissure, soumises à flexion sous l'action du coin. Cognard [COG86] a montré que l'énergie de déformation élastique  $U_{el}$  emmagasinée dans les deux bras de l'éprouvette sous l'action du coin s'exprime de la façon suivante :

$$U_{el} = \frac{5Eb h^3 \delta^2}{16a[5a^2 + 3(1 + \nu)h^2]} \quad (\text{III-9})$$

où  $E$  et  $\nu$  sont respectivement les modules de Young et les coefficients de Poisson des substrats d'épaisseur  $h$  et de largeur  $b$ ,  $\delta$  l'épaisseur du coin et  $a$  la longueur de la fissure.

Lorsque l'épaisseur du substrat est petite devant la longueur de fissure, l'équation précédente se simplifie :

$$U_{el} = \frac{Eb h^3 \delta^2}{16a^3} \quad (\text{III-10})$$

Sous l'effet de l'énergie élastique emmagasinée, la fissure avance d'une surface  $dS$ . Elle se propage à déplacement constant, imposé par l'épaisseur du coin. Par conséquent, avec  $dS = bda$ , on trouve :

$$G = -\left(\frac{dU_{el}}{dS}\right) = -\frac{1}{b}\left(\frac{dU_{el}}{da}\right) \quad (\text{III-11})$$

En dérivant l'équation (III-10) par rapport à  $a$ , puis en introduisant le résultat dans l'équation précédente, on obtient la formule finale suivante :

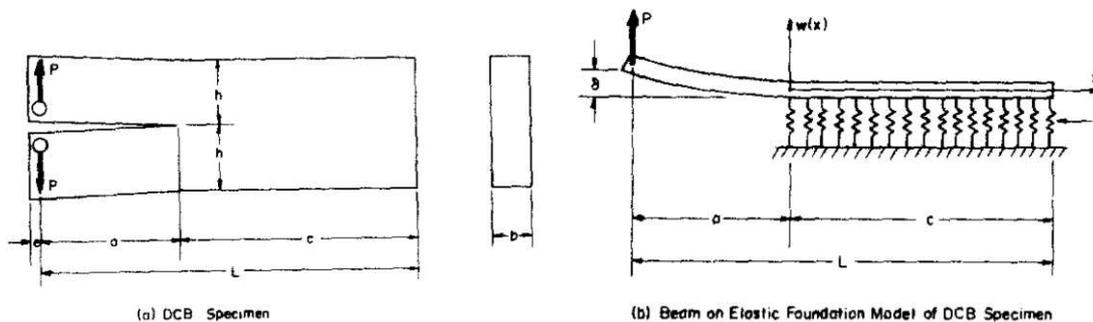
$$G = \frac{3Eh^3\delta^2}{16a^4} \quad (\text{III-12})$$

Par ailleurs, une étude [BER04] a démontré que l'épaisseur de la lame utilisée n'influe pas sur l'énergie d'adhérence mesurée dans une certaine gamme du rapport  $h/a$  qui correspond à notre étude.

*b) Modèle de Kanninen*

Kanninen affine le modèle de Cognard en prenant en compte la région au-delà du front de fissure [KAN73]. En effet, cette région des substrats contribue à la déformation, et par conséquent le modèle de poutre encastree néglige cette contribution. Il développe un modèle basé sur une approche unidimensionnelle : le substrat supérieur est alors décrit comme une poutre dont une partie est libre et la seconde repose sur une fondation élastique de module  $k$  (cf. Figure III-4). Ce module représente la déformation des substrats encore collés, il dépend donc de leur module élastique et de leurs dimensions :

$$k = \frac{2Eb}{h} \quad (\text{III-13})$$



*Figure III-4 : Modèle de fondation élastique développé par Kanninen [KAN73].*

Dans le cadre de cette théorie, le taux de restitution d'énergie exprimé par le modèle de Cognard est corrigé à la baisse par un facteur dépendant de la longueur de fissure  $a$  et de l'épaisseur des substrats  $h$  :

$$G = \frac{3Eh^3\delta^2}{16a^4} \frac{1}{\left(1 + \frac{1}{\lambda_0 a}\right)^4} = \frac{3Eh^3\delta^2}{16a^4} \frac{1}{\left(1 + 0,64 \frac{h}{a}\right)^4} \quad (\text{III-14})$$

$$\text{avec } \lambda_0 = \left(\frac{3k}{Ebh^3}\right)^{1/4} = \frac{6^{1/4}}{h} \quad (\text{III-15})$$

*c) Modèle de Penado*

À l'analyse de Kanninen, Penado ajoute un film d'épaisseur  $2h_{film}$  et de module de Young  $E_{film}$ , intercalé entre les deux substrats, qui représente le film d'adhésif les joignant, modifiant ainsi le module de la fondation élastique [PEN93]. Il aboutit au résultat suivant :

$$G = \frac{3Eh^3\delta^2}{16a^4} \frac{1}{\left(1 + \frac{\lambda}{\lambda_0 a}\right)^4} \quad (\text{III-16})$$

Le paramètre  $\lambda$  est donné par :

$$\lambda = \left(\frac{3k_{eq}}{Ebh^3}\right)^{1/4} \quad (\text{III-17})$$

$$\text{avec } \frac{1}{k_{eq}} = \frac{1}{k} + \frac{1}{k_{film}} \quad (\text{III-18})$$

$$\text{et } k_{film} = \frac{2E_{film}b}{h_{film}} \quad (\text{III-19})$$

Les expressions de  $k$  et  $\lambda_0$  sont les mêmes que celles exprimées au paragraphe précédent.

### III. 1. D. Prise en compte de l'effet structuré

Lorsque l'interface est discontinue, elle peut être vue comme une interface composite matière/vide. En première approximation, on peut alors corriger les modèles précédents par un facteur représentant la fraction surfacique de contact  $A_f$  :

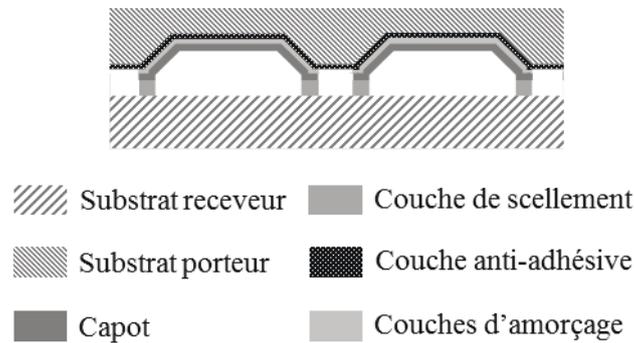
$$G_{eff} = \frac{1}{A_f} G \quad (\text{III-20})$$

$$\text{avec } A_f = \frac{\text{Aire}_{contact}}{\text{Aire}_{totale}} \quad (\text{III-21})$$

Cela revient à dire que les caractérisations mécaniques permettent de mesurer une énergie d'adhérence apparente (ou globale)  $G$  de l'interface. En normalisant cette énergie d'adhérence par la fraction surfacique  $A_f$ , on obtient l'énergie d'adhérence effective (ou locale)  $G_{eff}$ . Cette correction a été utilisée dans d'autres travaux avec des lignes de cuivre parallèles et orthogonales à la direction de propagation de la fissure, ainsi que dans le cas de plots carrés [TAD08b] (cf. II. 3. B).

## III. 2. Échantillons

La structure impliquée dans le procédé de transfert de film et présentée au chapitre I est très complexe (cf. Figure III-5) même sans tenir compte des microdispositifs. Différents types de couches et différents matériaux sont utilisés : substrats plat ou structuré, film continu structuré, couche discontinue.

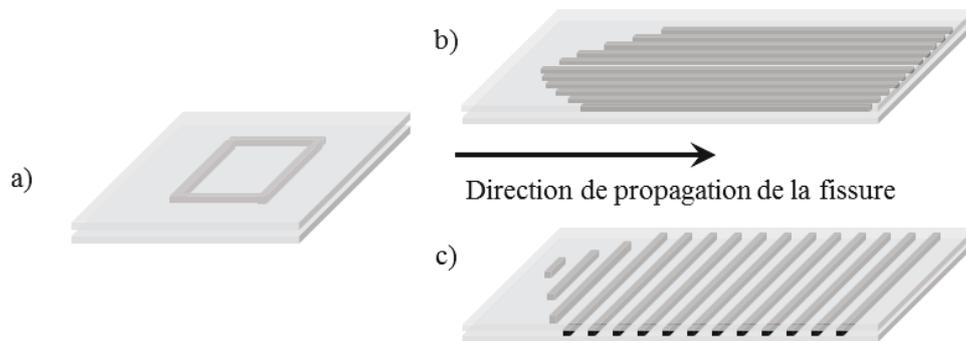


*Figure III-5 : Structure du transfert de film.*

Afin de faciliter l'exploitation expérimentale et la modélisation numérique, nous avons choisi de simplifier cette structure du point de vue des matériaux et de la géométrie.

### III. 2. A. Conception

L'objectif de l'étude est la caractérisation de l'adhérence du polymère BCB au sein de l'empilement i.e. sur le silicium et le nickel. Il est impossible de caractériser l'interface silicium/polymère si une interface d'adhérence plus faible est aussi sollicitée. Cela signifie que la couche anti-adhésive qui représente le point faible de la structure du point de vue de l'adhérence doit être supprimée. Afin de limiter les effets de texture créés par la structuration du substrat porteur, cette dernière est aussi exclue. Enfin, pour différencier l'adhérence entre le polymère et le silicium, de celle entre le polymère et le nickel, deux séries d'échantillons sont fabriquées. Les échantillons avec la couche de nickel seront référencés par Si/Ni/BCB/Si et ceux ne comportant pas de nickel seront référencés par Si/BCB/Si.



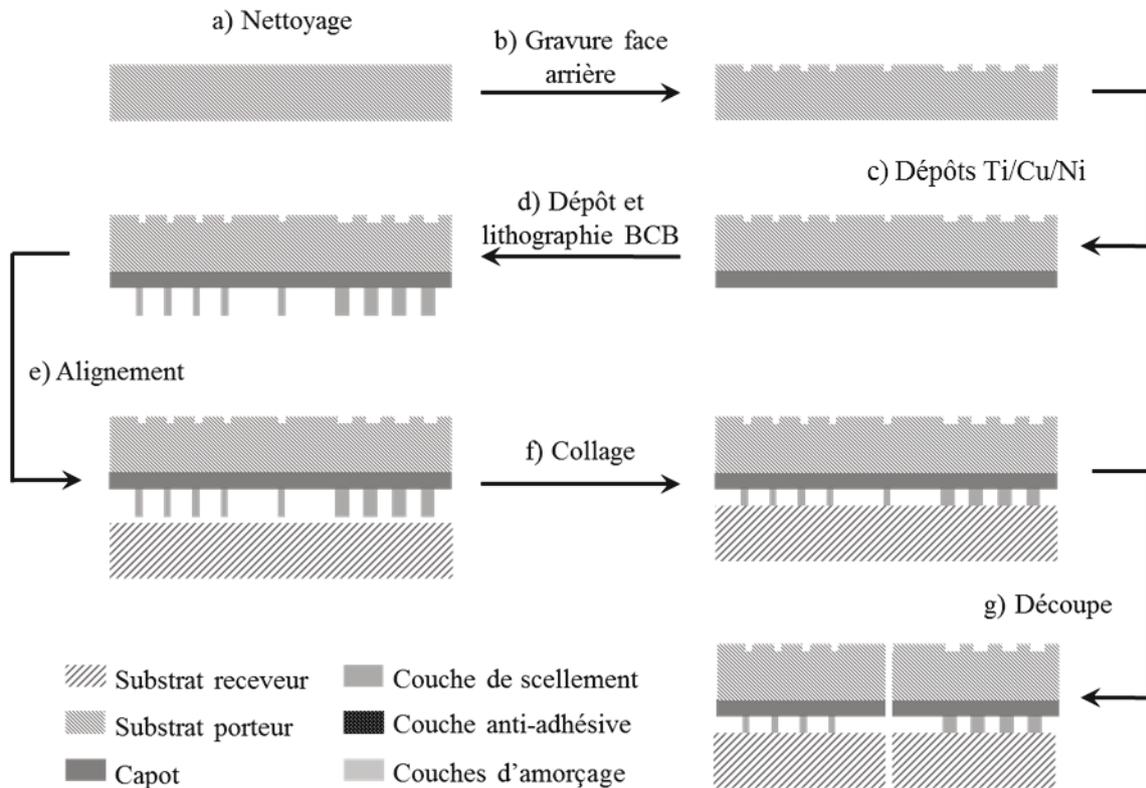
*Figure III-6 : Polymère BCB : a) Motif original ; b) Configuration « parallèle » ; c) Configuration « perpendiculaire ».*

Les motifs obtenus pour les cordons de polymère sont schématisés sur la Figure III-6-a. Ils présentent une forme carrée difficile à exploiter avec les essais mécaniques choisis. À la place, le polymère est organisé en un réseau de lignes équidistantes. Deux configurations géométriques distinctes émergent de ces choix de conception. Lors des essais mécaniques, la direction de propagation de la fissure sera soit parallèle aux cordons de polymère (cf. Figure III-6-b), soit perpendiculaire (cf. Figure III-6-c). Dans la suite du manuscrit, ces deux géométries seront appelées respectivement « parallèle » ou « para » et « perpendiculaire » ou « perp ».

D'autre part, afin de faciliter l'amorçage de la rupture à l'interface, le réseau de lignes de polymère incorpore une géométrie en forme de chevron déjà utilisée pour des études similaires [TAD08a]. Cela facilite l'amorçage et permet une transition douce avant l'état stationnaire de propagation. Cela permet aussi de limiter le risque de rupture brutale du substrat de silicium (clivage).

### *III. 2. B. Élaboration*

Les étapes d'élaboration des échantillons sont moins nombreuses que pour le procédé de transfert explicité au chapitre I. Les mêmes techniques et les mêmes paramètres expérimentaux sont toutefois utilisés pour conserver les dimensions des couches de nickel (épaisseur = 3  $\mu\text{m}$ ) et de polymère (épaisseur = 3  $\mu\text{m}$ , largeur = 100 ou 200  $\mu\text{m}$ ). La Figure III-7 ci-dessous résume le procédé d'élaboration des échantillons Si/Ni/BCB/Si. Pour l'obtention des échantillons Si/BCB/Si, il suffit d'omettre l'étape c) des dépôts métalliques.



*Figure III-7 : Principe de réalisation des échantillons Si/Ni/BCB/Si pour la caractérisation mécanique.*

Ainsi, deux types d'empilement sont testés. De plus, les échantillons sont élaborés afin de pouvoir étudier également l'influence de la largeur et de l'orientation des cordons de polymère. Si la largeur des lignes de polymère est de 100 ou 200  $\mu\text{m}$ , la périodicité des motifs reste toujours de 400  $\mu\text{m}$ . De plus, l'orientation des cordons par rapport à la direction de propagation du front de fissure est soit parallèle soit perpendiculaire. D'autre part, l'étape de mise en contact des deux substrats, le collage, a été expérimenté sous vide ( $10^{-4}$  mbar) et sous flux de diazote. L'influence de ce paramètre a aussi été étudiée. On se réfère aux collages effectués sous vide par la dénomination « Vacuum » et aux collages sous flux gazeux par « N<sub>2</sub> ».

Un masque de lithographie différent est employé pour obtenir des réseaux de lignes de polymère (cf. Figure III-8-a).

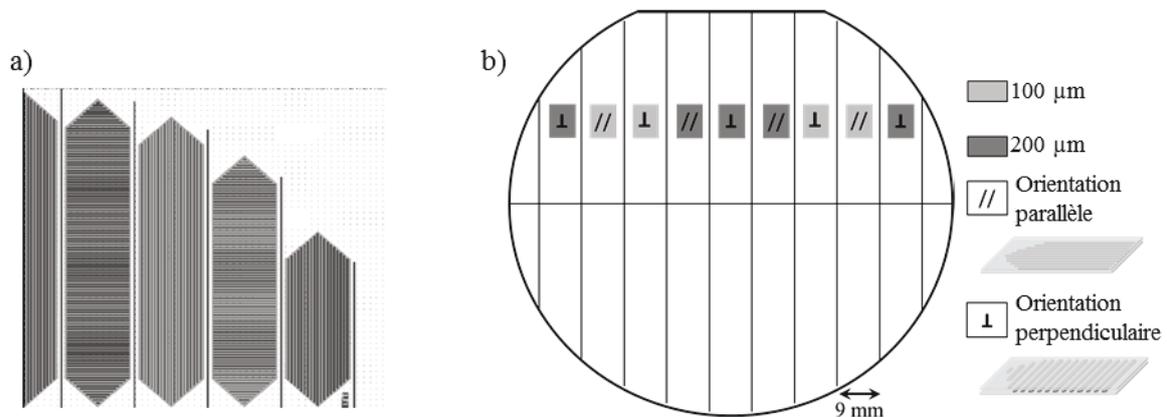


Figure III-8 : a) Motifs présents sur un quart du masque de lithographie ; b) Répartition des configurations des échantillons sur un collage.

À partir des deux substrats de silicium que forment un collage, neuf éprouvettes de flexion 4-points (ou dix-huit de clivage en coin) peuvent être élaborées. La Figure III-8-b décrit la répartition des différents types d'échantillons.

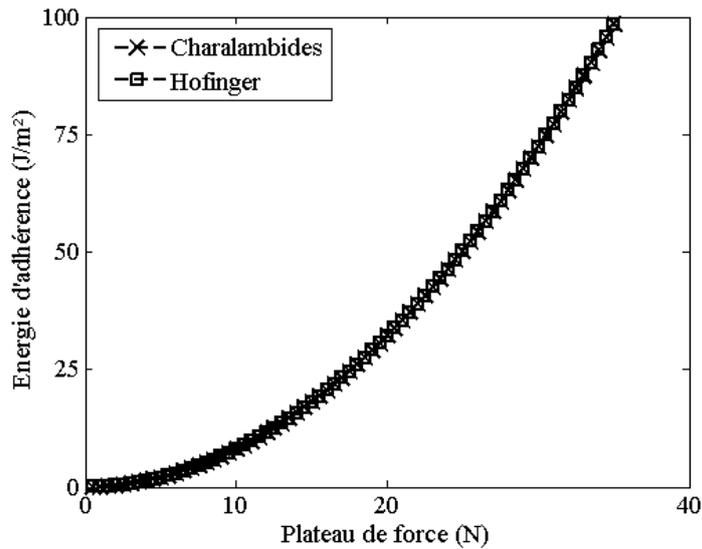
### III. 2. C. Comparaison théorique des modèles analytiques

Avant de commencer les expérimentations, nous avons comparé les modèles analytiques pour notre cas d'étude. Pour cela, on considère un empilement de substrats de silicium avec une interface continue de polymère BCB. Pour chaque essai mécanique, on compare les résultats théoriques obtenus avec les différents modèles analytiques. Le Tableau III-1 synthétise les valeurs numériques utilisées pour les dimensions et les propriétés mécaniques.

Tableau III-1 : Données numériques utilisées pour la comparaison théorique des modèles analytiques.

$E_{sub}$ (GPa)	$\nu_{sub}$	$H_{sub}$ (μm)	$E_{film}$ (GPa)	$\nu_{film}$	$H_{film}$ (μm)	$b$ (mm)	$l$ (mm)	$\delta$ (μm)
185	0,28	525	3	0,34	3	9	12	100

On remarque que les courbes présentent une très bonne cohérence entre elles. Dans le cas de l'essai de flexion 4-points les courbes sont parfaitement superposées (cf. Figure III-9). La prise en compte d'une interface continue de polymère n'a pas d'influence sur la valeur de l'énergie d'adhérence.



*Figure III-9 : Comparaison des modèles analytiques de l'essai de flexion 4-points.*

Pour le clivage en coin, la situation est différente (cf. Figure III-10). Comme attendu, l'utilisation du modèle de Cognard entraîne une surestimation de l'énergie d'adhérence par rapport aux modèles de fondation élastique. Par contre, les résultats obtenus avec les modèles de Kanninen et de Penado sont équivalents. Ici non plus, la prise en compte de la couche de polymère n'est pas pertinente pour notre étude.

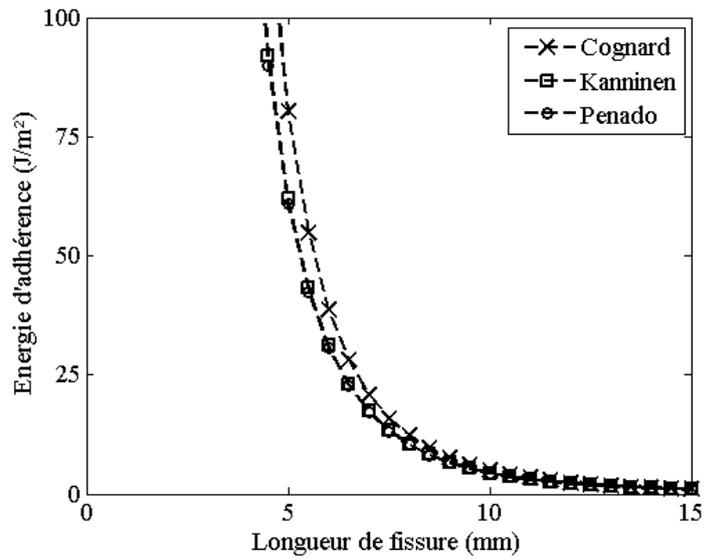


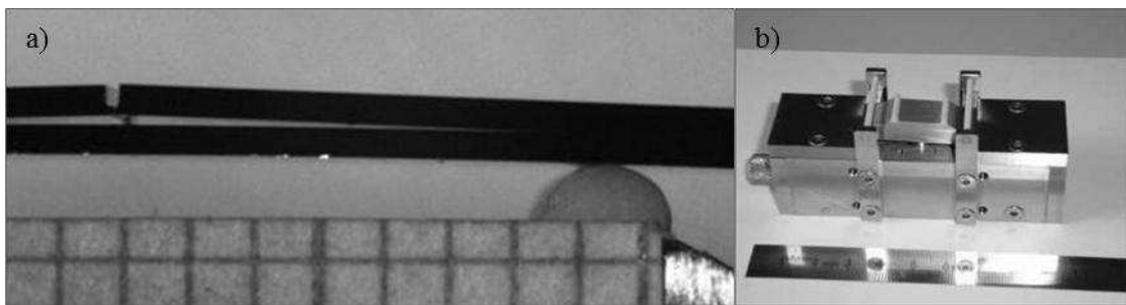
Figure III-10 : Comparaison des modèles analytiques de l'essai d'insertion de lame.

Par souci de simplicité, et lorsqu'il n'y a pas de remarque contraire, les exploitations des expériences décrites dans le manuscrit ont été effectuées à l'aide des modèles de Charalambides pour la flexion 4-points (équation III-3) et de Kanninen (équation III-14) pour le clivage en coin.

### III. 3. Protocoles expérimentaux

#### III. 3. A. Test de flexion 4-points

Expérimentalement, l'échantillon est placé de façon à être parfaitement centré par rapport aux appuis. Cela permet d'éviter toute dissymétrie dans le chargement afin de limiter le risque de rupture brutale des substrats. La vitesse de déplacement imposée aux appuis est de 1 mm/min. Le suivi de la courbe de charge est assuré par une cellule de force reliée aux appuis.

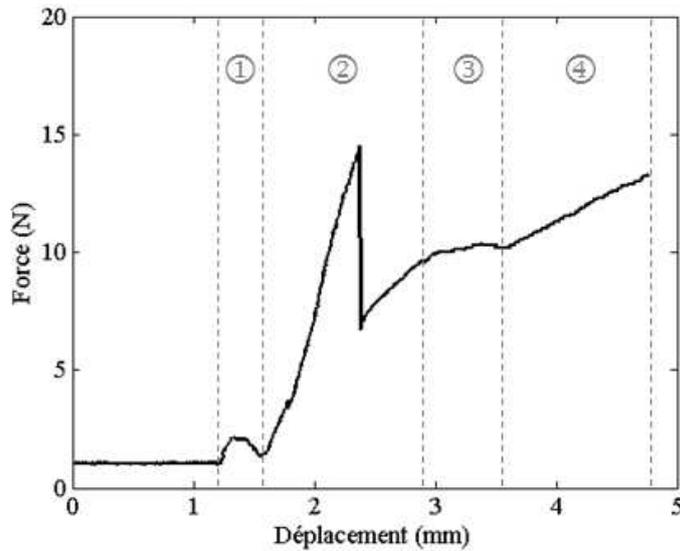


*Figure III-11 : Clichés du dispositif expérimental du test de flexion 4-points : a) Vue de côté d'un échantillon en flexion ; b) Vue de dessus du dispositif.*

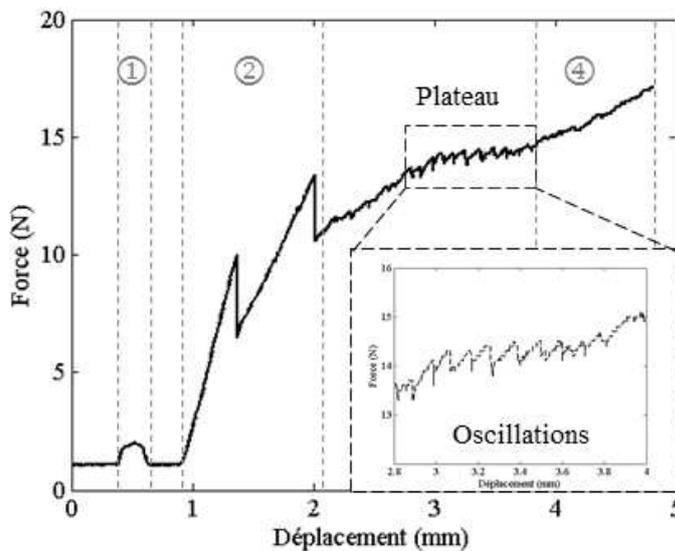
La courbe de charge (cf. Figure III-12) obtenue pour un échantillon où les cordons de polymère sont orientés parallèlement à la direction de propagation de la fissure présente quatre phases distinctes. La bosse observée au début du test ① correspond à la mise en contact et à l'alignement des appuis et de l'éprouvette. Cette phase est suivie d'un chargement élastique de la structure jusqu'à une chute brutale de la force ②. Ce pic coïncide avec l'amorçage de la fissure qui nécessite un surplus d'énergie. Celle-ci se propage ensuite, aidée par la géométrie en chevron jusqu'à atteindre le régime stationnaire. La courbe de charge se stabilise alors autour d'une valeur plateau de la force ③ qui permet de déterminer l'énergie d'adhérence. Lorsque la fissure parvient aux appuis intérieurs, la propagation s'arrête. La dernière phase de chargement de la structure ④ caractérise la déformation élastique du substrat « support » (cf. Figure III-1).

Dans le cas de l'orientation perpendiculaire (cf. Figure III-13), on observe des petites oscillations de la force au niveau du plateau. Elles ne sont pas liées à l'équipement de test, mais sont propres au comportement de l'échantillon et correspondent à un réamorçage de la

fissure à chaque cordon. Ce phénomène a sûrement un effet renforçant sur l'interface qui transparaîtra au travers des valeurs d'énergie d'adhérence apparente (cf. III. 4. C. 4). De plus, on observe ici deux pics d'amorçage consécutifs, la fissure se propageant de chaque côté de l'entaille.



*Figure III-12 : Courbe de charge d'un test de flexion 4-points.  
Descriptif de l'échantillon : Para/200 $\mu$ m/Vacuum.*



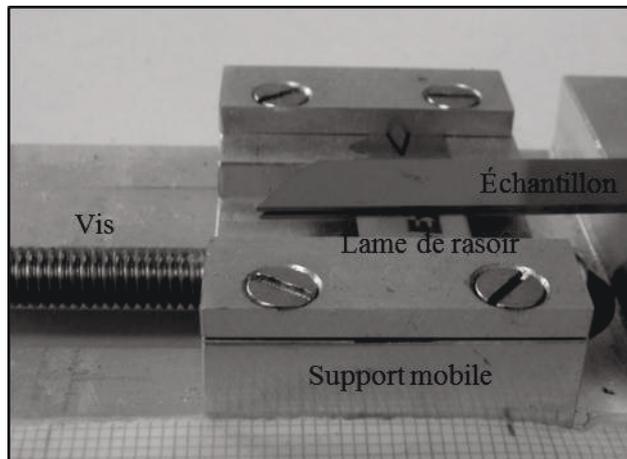
*Figure III-13 : Courbe de charge d'un test de flexion 4-points avec phénomène de réamorçage ;  
l'encart correspond à un zoom sur la zone du plateau.  
Descriptif de l'échantillon : Perp/200 $\mu$ m/N<sub>2</sub>.*

### III. 3. B. Test de clivage au coin

Le protocole d'essai suivi pour notre étude est décrit ci-dessous.

Un coin de 0,1 mm d'épaisseur et d'une grande rigidité (une lame de rasoir) est introduit entre les deux substrats de silicium. Une fissure initiale est créée puis le coin est déplacé lentement (1 mm/min) jusqu'à dépasser la zone du chevron où le régime stable est atteint.

Le dispositif expérimental de clivage au coin est composé de deux parties : une partie fixe où l'échantillon prend appui et une partie mobile gouvernant l'avancée de la lame à l'aide d'une vis (cf. Figure III-14).



*Figure III-14 : Cliché du dispositif expérimental du test d'insertion de lame.*

Pour déterminer expérimentalement la valeur de la longueur de fissure, deux possibilités existent selon les propriétés des matériaux testés. Lorsque la structure est transparente aux rayons visibles (verre) ou aux infrarouges (silicium), une caméra classique ou IR est utilisée pour mesurer la longueur de fissure directement par contraste [BAR05-BER04]. Dans les autres cas, la longueur de fissure peut se calculer à partir du profil de déformation provoqué par l'insertion de la lame qui est mesuré par profilométrie mécanique. Un profilomètre mécanique permet la mesure du relief d'une surface par balayage de celle-ci avec une pointe fine (cf. Figure III-15). Le profil ainsi obtenu est comparé à un profil théorique afin d'en déduire la longueur de fissure  $a$ .

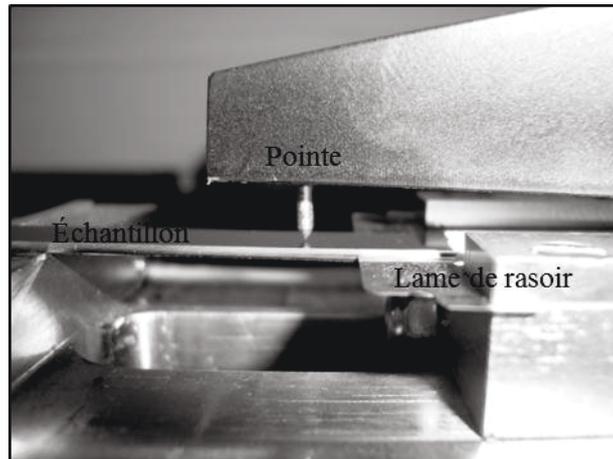


Figure III-15 : Cliché du dispositif expérimental de profilométrie mécanique.

Dans le cadre de nos expérimentations, la longueur de fissure est mesurée par profilométrie mécanique et par observation IR (cf. Figure III-17).

L'obtention de la longueur de fissure à partir du profil de déformation mesuré est effectuée à l'aide d'un programme d'optimisation mis au point lors du travail de thèse de F. Strepenne [STR10] (logiciel Scilab).

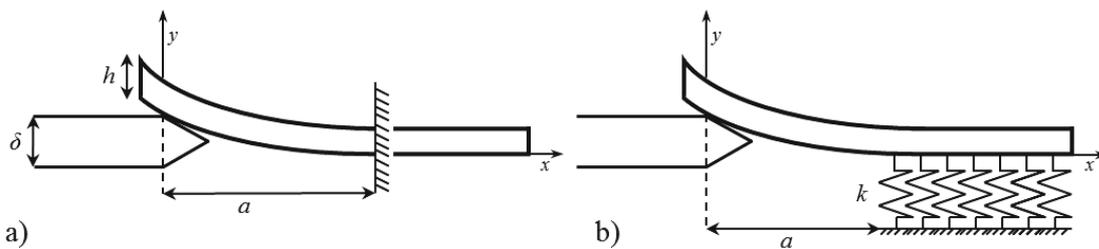


Figure III-16 : Les différents modèles d'analyse de déformation du substrat : a) Poutre encastrée ; b) Fondation élastique.

Trois modèles analytiques qui fournissent une expression du profil de déformation  $u_y(x)$  ont été étudiés pour l'analyse du substrat pendant le test de clivage au coin (cf. Figure III-16) :

- le modèle de poutre encastrée Euler-Bernoulli [BER07] :

$$u_y(x) = \frac{\delta}{4} \left( 2 - 3 \frac{x}{a} + \frac{x^3}{a^3} \right) \quad (\text{III-22})$$

- le modèle de poutre encastree de Timoshenko [TIM40] :

$$u_y(x) = \frac{\Delta}{2} \left[ \left( \frac{\nu}{2a} - \frac{2a(1-\nu)}{h^2} - \frac{1}{a} \right) x + \frac{2(1-\nu)}{3ah^2} x^3 + \left( \frac{4(1-\nu)a^2}{3h^2} + 1 \right) \right] \quad (\text{III-23})$$

$$\text{avec } \Delta = \frac{\delta}{\frac{4}{3}(1-\nu) \frac{a^2}{h^2} + 1} \quad (\text{III-24})$$

- le modèle de fondation élastique avec la formulation de Kanninen [KAN73] : la poutre de longueur  $L$  est fixée à l'aide d'une fondation élastique de longueur  $c$  ( $L = a+c$ ) :

$$u_y(x) = \frac{3\delta}{h^3 \lambda^3 \Phi} \left( \frac{\lambda^3 (x-a)^3}{3} + a\lambda^3 (x-a)^2 - A\lambda(x-a) + B \right) \quad (\text{III-25})$$

$$\text{avec } A = \left[ \frac{\sinh^2 \lambda c + \sin^2 \lambda c}{\sinh^2 \lambda c - \sin^2 \lambda c} \right] + 2a\lambda \left[ \frac{\sinh \lambda c \cosh \lambda c - \sin \lambda c \cos \lambda c}{\sinh^2 \lambda c - \sin^2 \lambda c} \right], \quad (\text{III-26})$$

$$B = \left[ \frac{\sinh \lambda c \cosh \lambda c + \sin \lambda c \cos \lambda c}{\sinh^2 \lambda c - \sin^2 \lambda c} \right] + a\lambda \left[ \frac{\sinh^2 \lambda c + \sin^2 \lambda c}{\sinh^2 \lambda c - \sin^2 \lambda c} \right], \quad (\text{III-27})$$

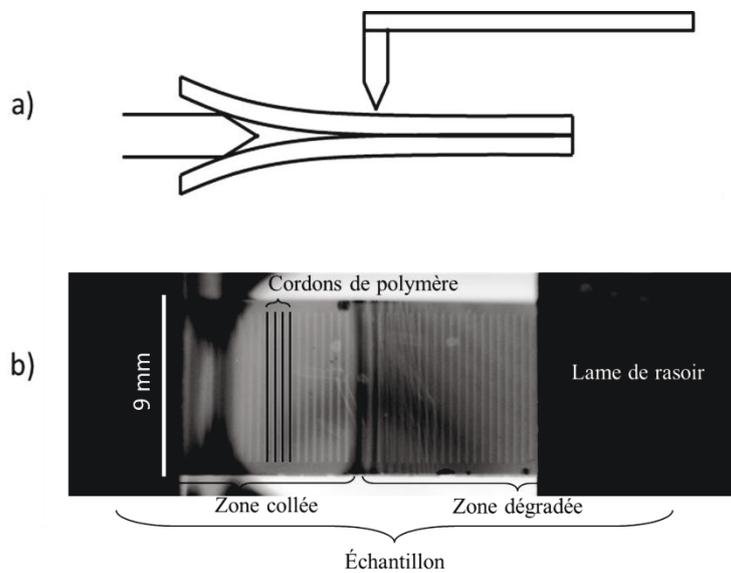
$$\Phi = \frac{2}{h^3 \lambda^3} \left( 2a^3 \lambda^3 + 6a^2 \lambda^2 \left[ \frac{\sinh \lambda c \cosh \lambda c - \sin \lambda c \cos \lambda c}{\sinh^2 \lambda c - \sin^2 \lambda c} \right] + 6a\lambda \left[ \frac{\sinh^2 \lambda c + \sin^2 \lambda c}{\sinh^2 \lambda c - \sin^2 \lambda c} \right] + 3 \left[ \frac{\sinh \lambda c \cosh \lambda c + \sin \lambda c \cos \lambda c}{\sinh^2 \lambda c - \sin^2 \lambda c} \right] \right) \quad (\text{III-28})$$

$$\text{et } \lambda^4 = \frac{3k}{Ebh^3} \quad (\text{III-29})$$

où  $\lambda$  est la raideur de l'interface,  $b$  la profondeur du substrat et  $k$  la raideur du ressort utilisé dans le modèle ( $k=1,615Eb/h$  [LI04]).

Lorsque la longueur de fissure mesurée est grande devant l'épaisseur du substrat, les trois modèles donnent des résultats similaires. Ces résultats ont été comparés à des travaux de simulation numérique. L'erreur constatée sur la longueur de fissure obtenue avec le modèle de fondation élastique est inférieure au pourcent. Pour les deux autres modèles, elle est de 2%.

Pour le travail présenté dans ce manuscrit, les longueurs de fissure expérimentales ont été obtenues par optimisation avec le modèle de poutre encastrée Euler-Bernoulli (équation III-22).

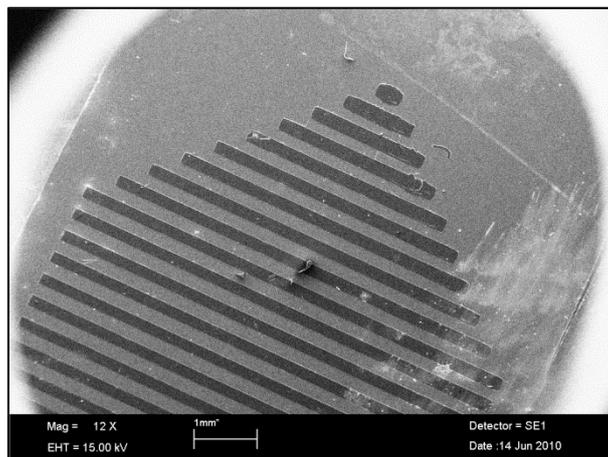


*Figure III-17 : Caractérisation de l'essai d'insertion de lame : a) Profilométrie mécanique ; b) Observation infra-rouge.*

### III. 4. Interface polymère/silicium : résultats expérimentaux

#### III. 4. A. Qualité du dépôt de polymère

Des clichés au microscope électronique à balayage (MEB) ont été effectués afin d'observer la qualité du dépôt de polymère BCB. Pour ceci, les échantillons ont été ouverts après les tests mécaniques et les cordons de polymère ont été regardés sous électrons secondaires.



*Figure III-18 : Cliché MEB (électrons secondaires, x12) d'un chevron de polymère BCB. Conditions d'élaboration : largeur des cordons de BCB : 200  $\mu\text{m}$  ; collage sous flux de diazote.*

Sur la Figure III-18, on voit que les chevrons de BCB sont bien définis. La rupture de l'interface est donc bien facilitée par la géométrie en chevron. Cependant, sur le cliché présenté par la Figure III-19, on voit que certains cordons ne sont pas conformes. Cette non-conformité provient d'un défaut au cours de l'élaboration de l'échantillon ; probablement lors de l'étape de lithographie (sur ou sous-développement de la résine) ou de celle de collage (problème de dégazage).

Ce problème de répétabilité des conditions d'élaboration entraîne une incertitude supplémentaire sur les valeurs d'adhérence déterminées expérimentalement. Il est difficile d'évaluer l'impact de tels défauts sur la tenue de l'interface.

Dans la suite de l'étude, on compare donc uniquement des valeurs trouvées pour des échantillons provenant d'un même collage, excepté pour l'étude de l'influence des conditions de collage.

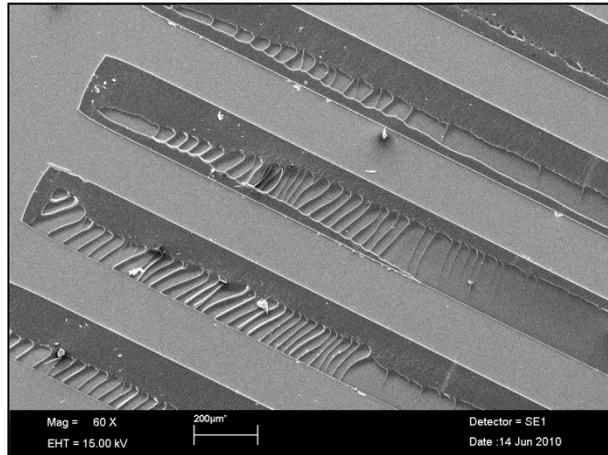


Figure III-19 : Cliché MEB (électrons secondaires, x60) de cordons de BCB.  
Conditions d'élaboration : largeur des cordons de BCB : 200 µm, collage sous flux de diazote.

### III. 4. B. Vérification des essais mécaniques

#### III. 4. B. 1. Détermination de la longueur de fissure lors du clivage au coin

Pour l'essai mécanique d'insertion de lame, deux méthodes sont possibles pour déterminer la longueur de fissure : profilométrie mécanique et observation IR. Sachant que l'énergie d'adhérence dépend à la puissance quatre de cette valeur, il est primordial de choisir la méthode la plus précise pour notre système.

La profilométrie est une technique automatisée qui offre une bonne répétabilité mais qui requiert un post-traitement numérique.

L'observation IR est par contre une méthode directe où l'on distingue les positions du front de fissure et de la lame. Néanmoins, elle est compliquée à mettre en œuvre et nécessite de longs réglages pour obtenir un contraste satisfaisant.

Nous avons tout de même mis à profit cette technique pour suivre l'avancée du front de fissure au cours d'un test d'insertion de lame. Ainsi, en temps réel, il est possible de comparer la mesure visuelle et la mesure obtenue par profilométrie et optimisation numérique. La

Figure III-20 ci-après synthétise les résultats obtenus pour quatre échantillons de configuration perpendiculaire différents. Les barres d'erreur<sup>2</sup> correspondent à la dispersion due à la méthode de mesure.

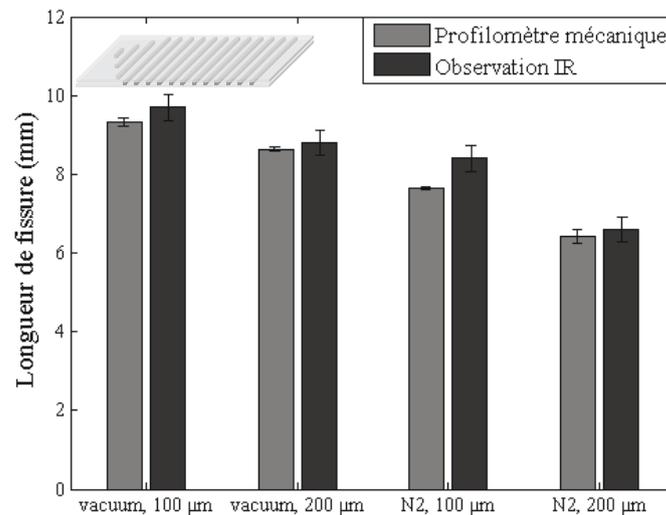


Figure III-20 : Comparaison des deux méthodes de détermination de la longueur de fissure.

Les valeurs de longueur de fissure déterminées avec les deux méthodes de caractérisation sont semblables. De plus, l'erreur relative de la profilométrie mécanique est plus faible que pour l'observation IR. Ainsi, la caractérisation par profilométrie est validée et est utilisée pour le reste de l'étude.

### III. 4. C. Échantillons Si/BCB/Si

#### III. 4. C. 1. Fractographie

Avant toute interprétation des résultats en termes d'énergie d'adhérence, une vérification expérimentale s'impose. En effet, on a observé dans un premier temps le faciès de rupture après essai mécanique afin de déterminer la localisation de la fissure dans l'empilement. Les observations ont été faites par microscopie optique et par microscopie électronique à balayage (MEB). Les observations ont pour but de déterminer si la fissure se propage dans le BCB ou à

<sup>2</sup> Les erreurs sont calculées pour une valeur de deux écart-types ( $2\sigma$  écart standard à la moyenne).

l'interface polymère/silicium. Par souci de visibilité, les résultats sont présentés sous forme de tableaux (cf. Tableau III-2, Tableau III-3).

On fait une distinction entre le substrat Si-porteur et le substrat Si-receveur. Le substrat porteur correspond au substrat sur lequel est effectué le dépôt de polymère BCB. Le substrat receveur correspond au substrat auquel les cordons adhèrent pendant l'étape de collage. De plus, on discrimine les échantillons selon les conditions de collage : sous vide ou sous flux de diazote.

#### *a) Collages sous vide*

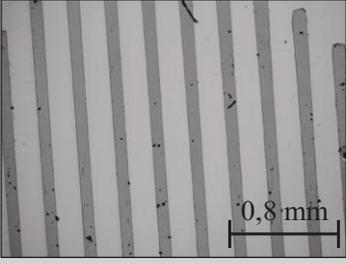
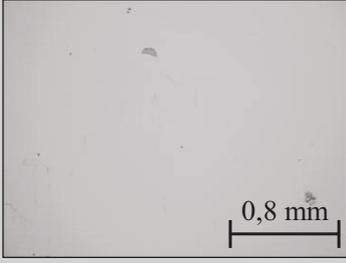
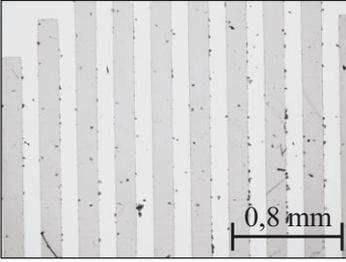
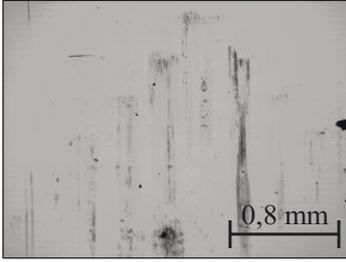
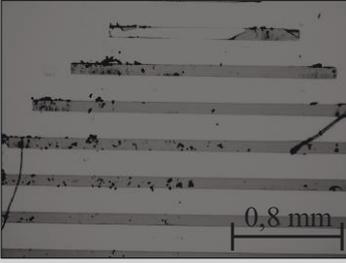
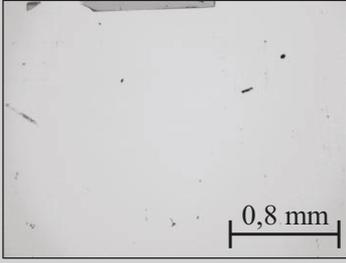
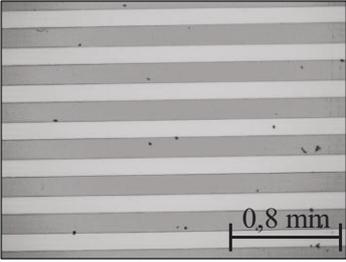
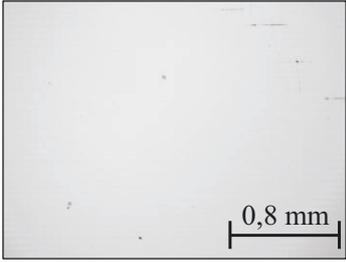
Le Tableau III-2 suivant synthétise les observations obtenues au microscope optique pour les échantillons Si/BCB/Si collés sous vide ( $10^{-4}$  mbar).

Quel que soit l'échantillon observé, la fissure se propage à l'interface BCB/Si-receveur créée par thermocompression lors de l'étape de collage.

Les cordons de polymère adhèrent mieux au substrat porteur. Cela s'explique par les conditions expérimentales. D'une part, lors du dépôt de BCB, un promoteur d'adhésion est employé. Dans des travaux antérieurs, l'effet du promoteur d'adhésion a été étudié et il a été montré que celui-ci double l'adhérence du BCB sur la surface du silicium [SNO98-IM00]. D'autre part, lors du dépôt sur le substrat porteur, le BCB est liquide, assurant un bon mouillage. Enfin, une pré-réticulation est également vue par cette interface. Elle peut favoriser l'établissement de liaisons entre le silicium et le polymère. Le substrat receveur ne bénéficie pas de ces deux points dans la création de sa liaison avec le BCB. Tous ces facteurs peuvent contribuer à une résistance plus faible de la liaison entre le BCB et le silicium du substrat receveur.

L'interface caractérisée par les essais mécaniques dans le cas des échantillons Si/BCB/Si collés sous vide est donc BCB/Si receveur.

*Tableau III-2 : Observations au microscope optique du faciès de rupture pour les échantillons Si/BCB/Si collés sous vide ( $10^{-4}$  mbar).*

Orientation	Largeur	Substrat porteur	Substrat receveur
Parallèle 	100 $\mu\text{m}$		
	200 $\mu\text{m}$		
Orthogonale 	100 $\mu\text{m}$		
	200 $\mu\text{m}$		

*b) Collages sous flux de diazote*

Le Tableau III-3 suivant synthétise les observations obtenues au microscope électronique à balayage (MEB) pour les échantillons Si/BCB/Si collés sous flux de gaz neutre (N<sub>2</sub>).

Dans le cas de collage sous flux de diazote, on observe une disparité de comportement des cordons de BCB.

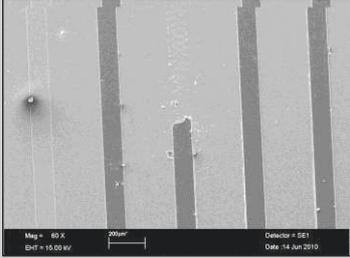
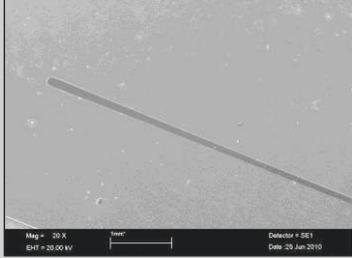
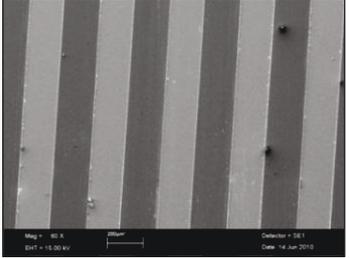
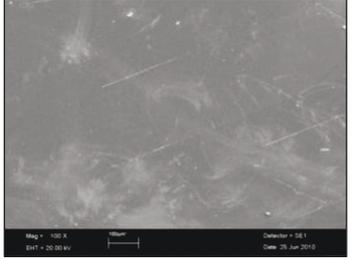
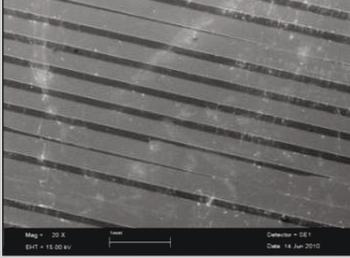
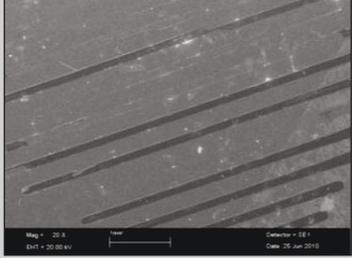
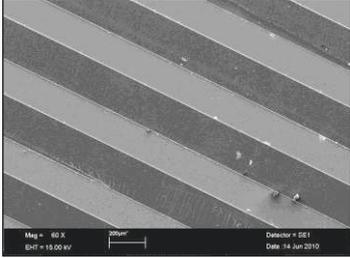
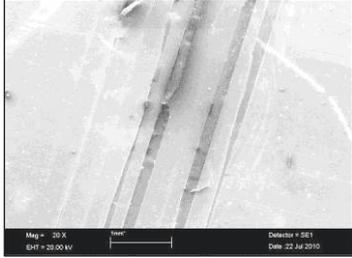
Dans la configuration parallèle, la fissure se propage exclusivement à l'interface entre le polymère et le substrat receveur. Dans ce cas, l'interface caractérisée est aussi BCB/Si receveur.

Pour la configuration perpendiculaire, les cordons semblent se répartir de façon plus aléatoire sur les deux substrats après ouverture de l'interface. Pour les cordons les plus larges (200 µm), l'interface caractérisée reste majoritairement BCB/Si-receveur. Les cordons de 100 µm de large par contre, sont partagés équitablement entre Si-porteur/BCB et BCB/Si-receveur. Cela laisse à penser qu'ils adhèrent aussi bien au substrat sur lequel a lieu le dépôt que sur celui auquel ils sont collés par thermocompression. On peut y voir l'influence de deux paramètres : l'orientation des cordons qui favorise le déplacement de la fissure et le flux gazeux lors du collage.

On peut émettre l'hypothèse que le flux de diazote a pour effet, soit d'affaiblir l'interface Si/BCB avec promoteur d'adhésion, soit de renforcer l'interface avec le substrat porteur (et donc sans promoteur). Ces hypothèses sont à confirmer au vu des résultats obtenus en termes d'énergie d'adhérence présentés dans la partie III-5-D-1.

D'autre part, ces observations ne révèlent pas de signe de large déformation plastique des cordons de polymère, que ce soit sous vide ou sous flux de diazote. S'il existe une plasticité moins étendue, nos outils de caractérisation expérimentaux ne permettent pas de la détecter.

*Tableau III-3 : Observations au microscope électronique à balayage (MEB, électrons secondaires) du faciès de rupture pour les échantillons Si/BCB/Si collés sous flux de diazote.*

Orientation	Largeur	Substrat porteur	Substrat receveur
Parallèle 	100 $\mu\text{m}$		
	200 $\mu\text{m}$		
Orthogonale 	100 $\mu\text{m}$		
	200 $\mu\text{m}$		

### III. 4. C. 3. Impact de l'environnement de collage

Le graphe (cf. Figure III-21) ci-dessous présente l'énergie d'adhérence apparente ou globale de dix échantillons. Les résultats sont regroupés selon la configuration de l'échantillon et la méthode de caractérisation ; ils mettent en avant l'influence des conditions de collage : flux de N<sub>2</sub> ou vide (10<sup>-4</sup> mbar).

Ces résultats montrent que l'interface est plus forte lorsque le collage est effectué sous flux de gaz neutre que sous vide. Même si des disparités de collage peuvent apparaître d'une plaque à l'autre, indépendamment de l'effet de l'atmosphère, la même tendance se retrouve pour tous les couples d'éprouvettes.

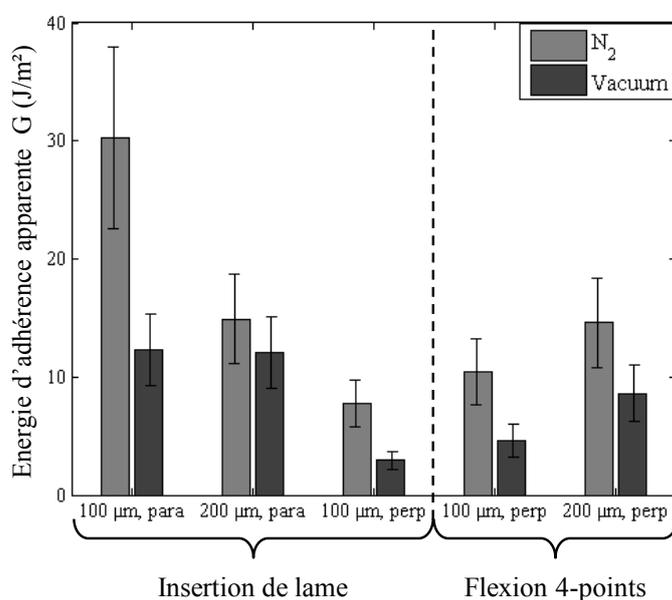


Figure III-21 : Influence des conditions de collage sur l'énergie d'adhérence<sup>3</sup>.

Une étude du comportement mécanique du BCB obtenu dans ces conditions a été menée par nanoindentation. Cette mesure instrumentée des propriétés mécaniques locales a été effectuée sur une machine commerciale XP (MTS) avec une pointe en diamant de type Berkovich. Au cours de l'essai, la force, le déplacement et la rigidité de contact sont mesurés. Le taux de déformation appliqué est de 10<sup>-2</sup> s<sup>-1</sup>, ce qui est le plus bas possible avec cet équipement. Les

<sup>3</sup> Il n'y a pas de résultat pour toutes les configurations car certaines d'entre elles n'ont pu être testées correctement. Le substrat s'est rompu durant les tests avant que la fissure n'atteigne le régime de propagation stable de la fissure malgré la présence du chevron.

résultats obtenus en termes de module de Young et de dureté sont consignés dans le Tableau III-4 ci-dessous.

*Tableau III-4 : Résultats des essais de nanoindentation.*

<b>Condition de collage</b>	<b>Module de Young (GPa)</b>	<b>Dureté (MPa)</b>
<b>10<sup>-4</sup> mbar</b>	4,66 ± 0,08	350 ± 30
<b>N<sub>2</sub> flux</b>	4,01 ± 0,15	241 ± 20

La différence entre les modules de Young mesurés ne suffit pas à expliquer le comportement des cordons de polymère. En revanche, en regardant les valeurs de dureté, on remarque que cette dernière est plus faible pour les cordons collés sous flux de N<sub>2</sub>. En étant moins durs, ces cordons présentent une plus forte ductilité et par conséquent contribuent à la résistance de l'interface avec le silicium par dissipation plastique. Ainsi, plus d'énergie est nécessaire pour endommager l'interface. Cela explique en partie le renforcement de l'interface collée sous flux de N<sub>2</sub> par rapport au cas sous vide.

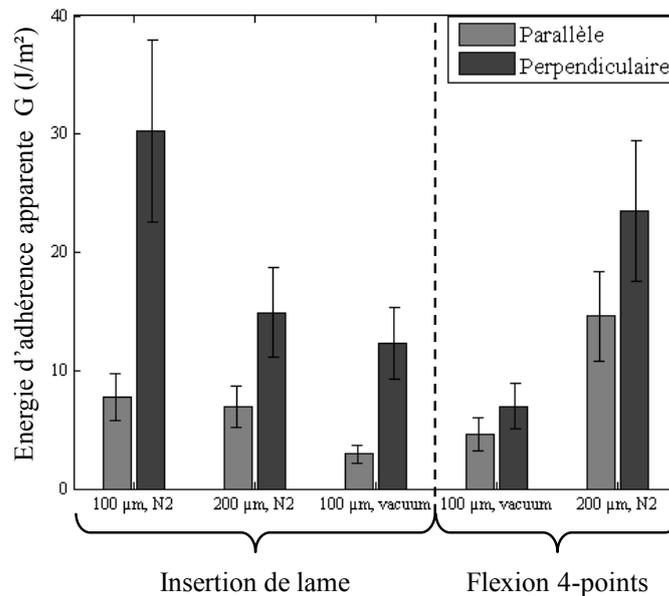
#### **III. 4. C. 4. Impact de l'orientation des cordons de polymère**

Le graphe proposé (cf. Figure III-22) reprend les valeurs d'énergie d'adhérence déjà présentées au paragraphe précédent. Les résultats sont cette fois regroupés selon les dimensions des cordons de polymère et la méthode de caractérisation ; ils mettent en avant l'influence de l'orientation des cordons par rapport à la direction de propagation de la fissure.

Ces résultats montrent que l'interface est plus forte lorsque les cordons sont orientés orthogonalement à la direction de propagation de la fissure. L'amplitude de la différence observée est toutefois difficile à prévoir.

Ce renforcement rejoint les observations faites lors des essais de flexion 4-points (cf. III. 3. A). À chaque fois que le front de fissure rencontre un nouveau cordon, la fissure doit de nouveau être initiée. L'amorçage d'une fissure étant en général plus couteuse en énergie que

sa propagation, cela explique le fait que l'énergie d'adhérence globale soit plus élevée. Il n'y a pas de régime stationnaire pour cette configuration.



*Figure III-22 : Influence de l'orientation des cordons de polymère sur l'énergie d'adhérence.*

#### III. 4. C. 5. Impact de la taille des cordons de polymère

Pour mettre en évidence l'impact de la taille des cordons de polymère (100 ou 200 μm) sur l'énergie d'adhérence globale, les valeurs expérimentales sont triées selon l'orientation des cordons et l'environnement de collage (cf. Figure III-23). Au vu des résultats et des barres d'incertitude, il est impossible de déterminer de façon pertinente l'impact de la taille des cordons de polymère. L'effet de taille des motifs n'est pas observé ici contrairement aux travaux présents dans la littérature [TAD08b-LIT03]. Cependant, la gamme de variation de ce paramètre est limitée dans notre étude.

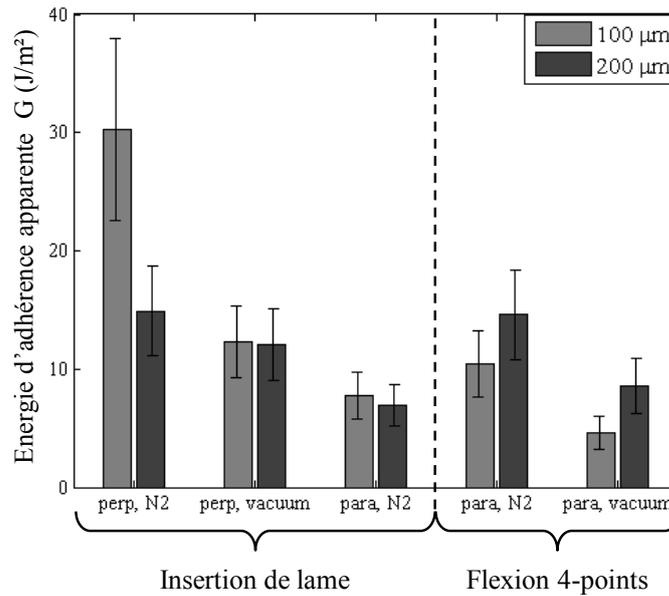


Figure III-23 : Influence de la taille des cordons de polymère sur l'énergie d'adhérence.

Toutefois, on peut ramener l'énergie d'adhérence apparente à une énergie d'adhérence effective, ou locale, indépendante de la géométrie de l'interface en faisant une correction par rapport à l'aire de contact (cf. Figure III-24). On rappelle les équations ci-dessous :

$$G_{eff} = \frac{1}{A_f} G \quad (III-30)$$

$$\text{avec } A_f = \frac{\text{Aire}_{contact}}{\text{Aire}_{totale}} \quad (III-31)$$

Dans le cas des cordons de 100 µm,  $A_f = 1/4$  et pour 200 µm,  $A_f = 1/2$ .

Théoriquement, pour un traitement chimique donné, l'énergie d'adhérence effective est la même quelle que soit la taille des cordons. Une différence entre les échantillons qui ont été collés dans un environnement distinct est possible du fait d'une modification chimique de l'interface ou du cordon de polymère. Cependant, ce n'est pas ce que montre la figure. Ainsi, des phénomènes supplémentaires doivent intervenir : effet de bord, plasticité du polymère... Une étude au niveau local et notamment au front de fissure apparaît nécessaire pour identifier ces phénomènes et essayer de quantifier leur impact. Cela remet aussi en question la légitimité de l'usage de modèles analytiques élaborés à l'origine pour l'étude d'interfaces continues.

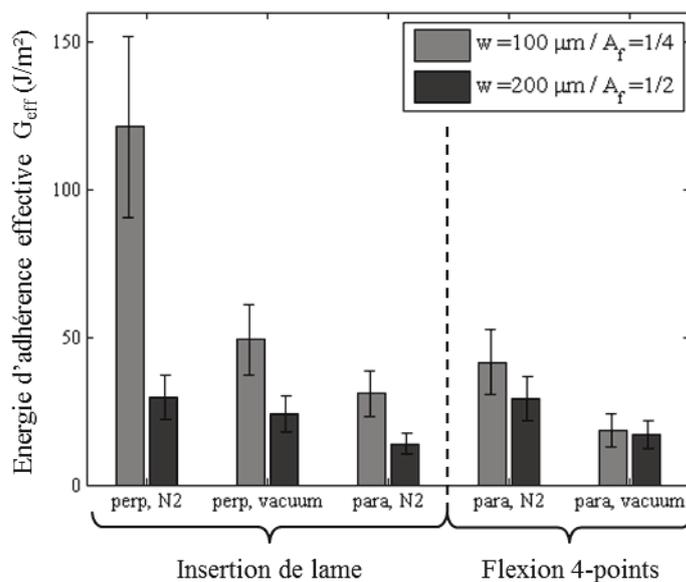


Figure III-24 : Énergie d'adhérence effective pour les échantillons Si/BCB/Si.

### III. 4. D. Échantillons Si/Ni/BCB/Si

Les échantillons Si/Ni/BCB/Si ont été caractérisés à l'aide de l'essai de clivage au coin uniquement.

#### III. 4. D. 1. Fractographie

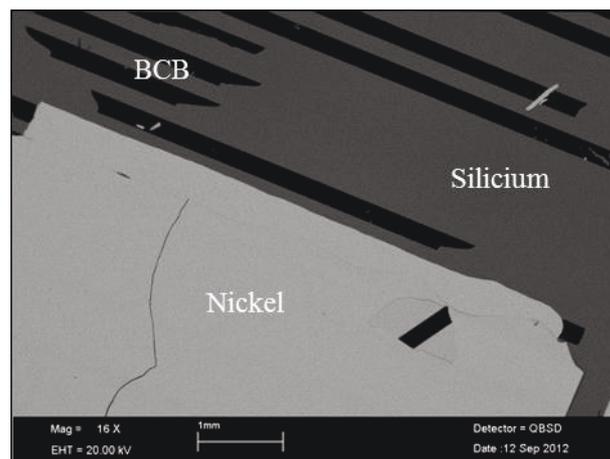
Pour ces échantillons, l'étude du faciès de rupture a pour but de déterminer si la fissure se propage dans le BCB ou à l'une des interfaces (Si/Ni, Ni/BCB ou BCB/Si). Les observations ont été faites par microscopie électronique à balayage (MEB).

Par souci de visibilité, les résultats sont présentés sous forme de tableaux (cf. Tableau III-5, Tableau III-6).

On rappelle la distinction entre le substrat porteur et le substrat receveur : le substrat porteur correspond au substrat sur lequel est effectué le dépôt de polymère BCB. Le substrat receveur correspond au substrat auquel les cordons adhèrent pendant l'étape de collage. De plus, on discrimine les échantillons selon les conditions de collage : sous vide ou sous flux de diazote.

Les observations effectuées au microscope électronique à balayage (MEB) en électrons secondaires et électrons rétrodiffusés ont été complétées par des analyses EDX (Energy Dispersive X-ray) en raison de la multiplicité des couches impliquées [TEC06a-TEC06b-TEC09].

Les images en électrons rétrodiffusés font apparaître un contraste dû à une différence de composition des couches. Le coefficient de rétrodiffusion des électrons augmente avec le numéro atomique  $Z$  de l'élément étudié. Cela signifie que plus  $Z$  est important, plus la zone apparaît claire. L'identification des couches de silicium ( $Z = 14$ ), de nickel ( $Z = 28$ ) et de polymère (carbone  $Z = 6$  et oxygène  $Z = 8$ ) est déjà bien visible sur ces images, comme le montre le cliché de la Figure III-25-a. Cette identification visuelle a été confirmée par des analyses EDX (cf. ANNEXE A).



*Figure III-25 : Cliché MEB (électrons rétrodiffusés) d'un échantillon Si/Ni/BCB/Si : du contraste le plus foncé au plus clair on identifie le polymère, le silicium et le nickel.*

Les analyses EDX ne sont pas présentées pour chaque cliché. En effet, la hiérarchie des teintes suffit à la bonne compréhension des résultats. Du plus clair au foncé, on trouve toujours nickel, silicium et enfin polymère.

*a) Collages sous vide*

Le Tableau III-5 suivant synthétise les observations obtenues au microscope électronique à balayage (électrons rétrodiffusés) pour les échantillons Si/Ni/BCB/Si collés sous vide ( $10^{-4}$  mbar).

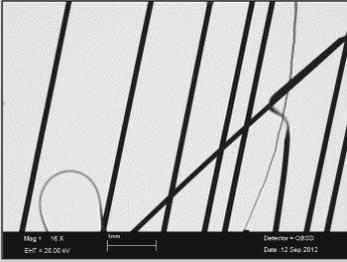
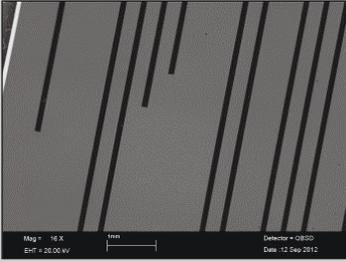
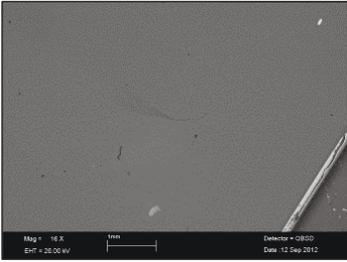
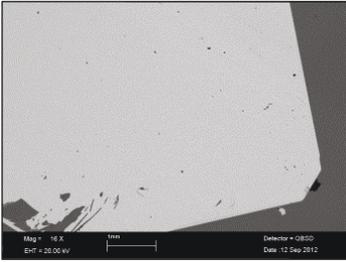
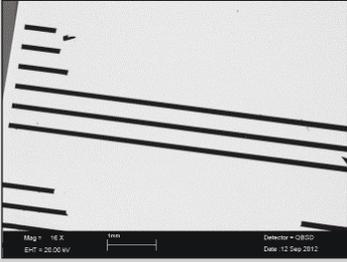
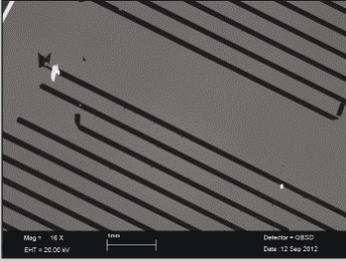
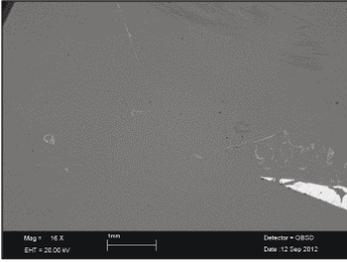
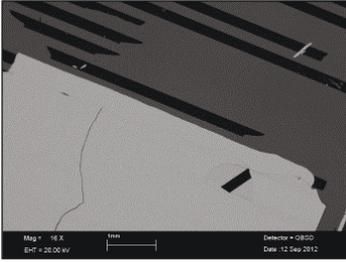
Pour ces collages sous vide on observe une différence flagrante de comportement selon la largeur des cordons, quelle que soit l'orientation de ceux-ci.

Dans le cas des cordons de 100  $\mu\text{m}$  de large, la rupture se situe aux interfaces du polymère Ni/BCB et BCB/Si. Elle se propage à l'une ou à l'autre interface selon les cordons. Sur le cliché de l'orientation parallèle, on trouve même des cordons totalement décollés des deux côtés. Il est donc compliqué de déterminer avec certitude quelle interface est caractérisée par les essais : Ni/BCB ou BCB/Si.

Pour les cordons de 200  $\mu\text{m}$  de large, la fissure se propage préférentiellement à l'interface continue Si/Ni. C'est alors l'adhérence de celle-ci qui est caractérisée par les essais mécaniques.

Selon la taille des cordons, ce n'est donc pas la même interface qui est caractérisée.

*Tableau III-5 : Observations au microscope électronique à balayage (MEB, électrons rétrodiffusés) du faciès de rupture pour les échantillons Si/Ni/BCB/Si collés sous vide ( $10^{-4}$  mbar).*

Orientation	Largeur	Substrat porteur (Si/Ni)	Substrat receveur (/Si)
Parallèle 	100 $\mu\text{m}$		
	200 $\mu\text{m}$		
Orthogonale 	100 $\mu\text{m}$		
	200 $\mu\text{m}$		

*b) Collages sous flux de diazote*

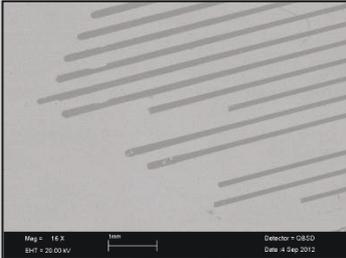
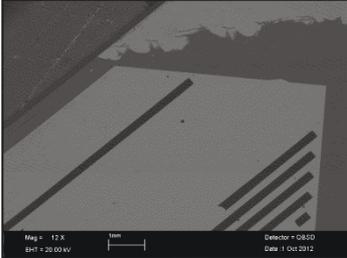
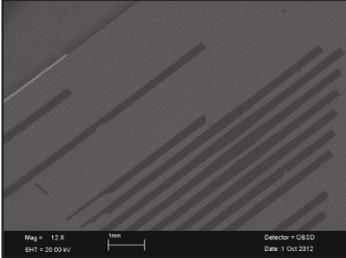
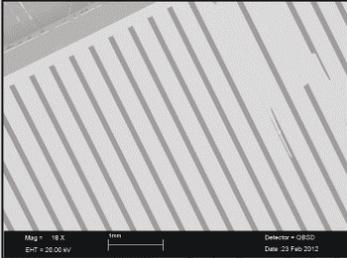
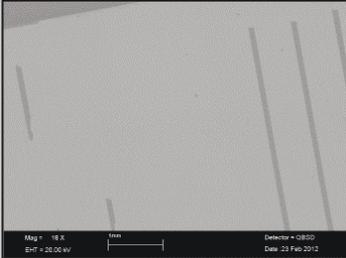
Le Tableau III-6 regroupe les clichés de fractographie obtenus au microscope électronique à balayage (électrons rétrodiffusés) pour les échantillons Si/Ni/BCB/Si collés sous flux de diazote.

Dans tous les cas, la rupture se situe à l'une des interfaces structurées Ni/BCB ou BCB/Si. Pour l'orientation parallèle, c'est préférentiellement l'interface Ni/BCB qui est caractérisée. Inversement, pour l'orientation orthogonale, on voit sur les clichés de l'échantillon 100  $\mu\text{m}$  que c'est l'interface BCB/Si qui est caractérisée.

Le dernier type d'échantillon n'a pas pu être testé (perpendiculaire/200 $\mu\text{m}$ /N<sub>2</sub>). Lors des essais mécaniques, le substrat s'est rompu par clivage brutal avant que la fissure ne dépasse la zone du chevron.

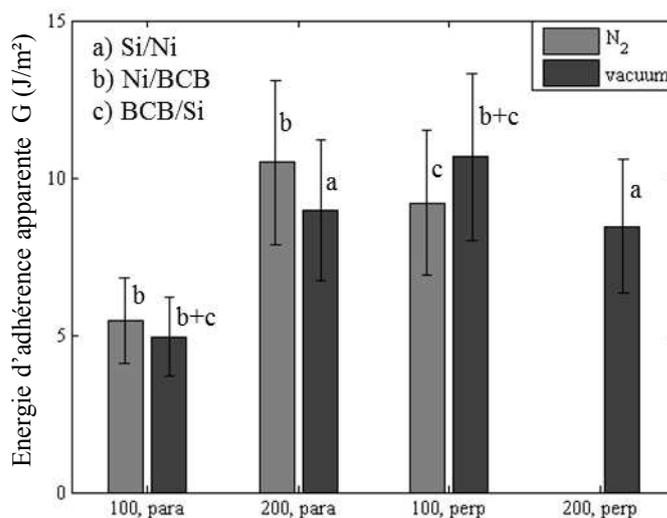
Pour les collages sous flux de diazote, cela semble donc être l'orientation des cordons qui détermine l'interface caractérisée.

*Tableau III-6 : Observations au microscope électronique à balayage (MEB, électrons rétrodiffusés) du faciès de rupture pour les échantillons Si/Ni/BCB/Si collés sous flux de diazote.*

Orientation	Largeur	Substrat porteur (Si/Ni)	Substrat receveur (/Si)
Parallèle 	100 $\mu\text{m}$		
	200 $\mu\text{m}$		
Orthogonale 	100 $\mu\text{m}$		
	200 $\mu\text{m}$	/	/

### III. 4. D. 3. Impact de l'environnement de collage

Le graphe (cf. Figure III-26) présente l'énergie d'adhérence apparente ou globale des échantillons Si/Ni/BCB/Si. Les résultats sont regroupés selon la géométrie de l'échantillon afin de mettre en avant l'influence des conditions de collage : flux de N<sub>2</sub> ou vide (10<sup>-4</sup> mbar). De plus, pour chaque échantillon, l'interface rompue est précisée.



*Figure III-26 : Influence des conditions de collage sur l'énergie d'adhérence et localisation de la rupture.*

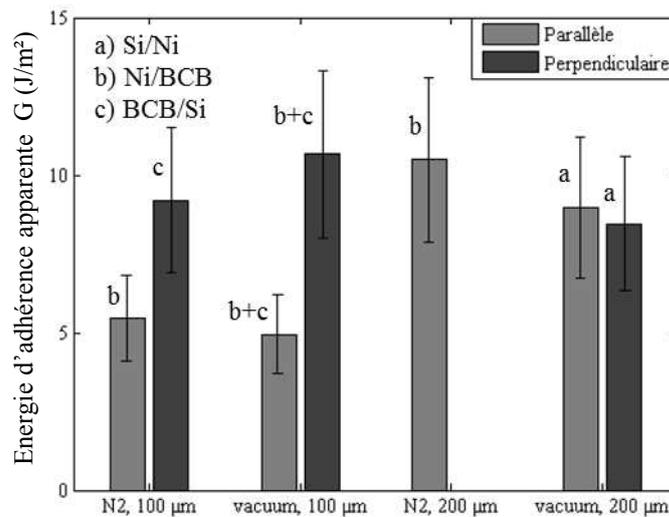
Quel que soit le type d'échantillon et l'interface rompue, les valeurs d'énergie d'adhérence sont de l'ordre de 5 à 10 J/m<sup>2</sup>.

Lorsque le collage est effectué sous flux de diazote, la rupture de l'empilement Si/Ni/BCB/Si est localisée à l'interface Ni/BCB pour l'orientation parallèle des cordons et à l'interface BCB/Si pour l'orientation perpendiculaire. Par contre, lorsque que le collage est effectué sous vide, la rupture a lieu à l'interface continue Si/Ni pour les plus larges cordons (200 μm) ou de façon mixte de chaque côté du polymère (100 μm).

Les interfaces sollicitées semblent avoir des énergies d'adhérence similaires quelles que soient les conditions d'élaboration, et ce, même si le chemin de fissure est différent. L'étude des cordons de 200 μm de large montre par ailleurs que l'interface Si/Ni rompt dans les deux cas pour une valeur d'énergie autour de 8-9 J/m<sup>2</sup>.

### III. 4. D. 4. Impact de l'orientation des cordons de polymère

Le graphe proposé (cf. Figure III-27) reprend les valeurs d'énergie d'adhérence présentées au paragraphe précédent. Les résultats sont cette fois regroupés selon l'orientation des cordons par rapport à la direction de propagation de la fissure afin de mettre en avant l'influence de ce paramètre sur l'énergie d'adhérence apparente.



*Figure III-27 : Influence de l'orientation des cordons de polymère sur l'énergie d'adhérence et localisation de la rupture.*

Pour les cordons de 100 µm de large, l'énergie d'adhérence apparente est quasiment deux fois plus élevée dans la configuration perpendiculaire que dans la configuration parallèle. On retrouve la même tendance que pour les échantillons Si/BCB/Si. Par contre ce n'est pas le cas pour les cordons de 200 µm de large collés sous vide. Les deux orientations présentent la même énergie d'adhérence.

Les clichés MEB ont montré que pour les cordons de 200 µm collés sous vide, c'est l'interface Si/Ni qui est caractérisée alors que pour les cordons de 100 µm, ce sont les interfaces avec le BCB : Ni/BCB ou BCB/Si.

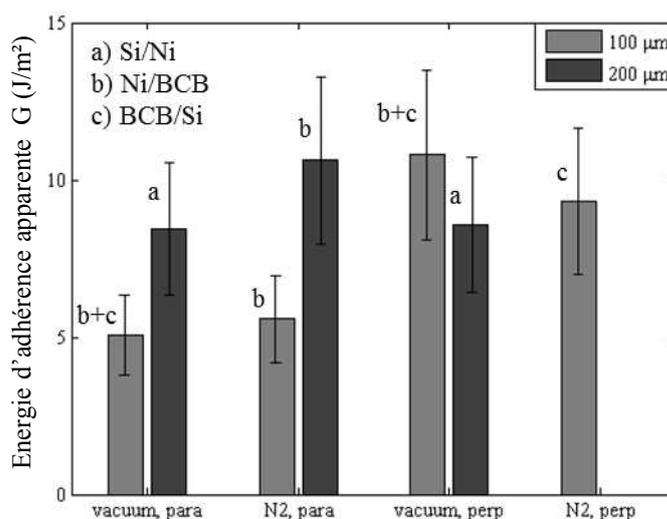
L'interface Si/Ni est continue et non pas structurée. L'orientation des cordons n'a donc aucune influence sur l'énergie mesurée. Par contre, lorsque l'interface sollicitée est structurée (BCB/Si), le phénomène renforçant du réamorçage de l'orientation perpendiculaire est bien présent.

### III. 4. D. 5. Impact de la largeur des cordons de polymère

Le Figure III-28 propose de comparer les résultats d'énergie d'adhérence en fonction de la taille des cordons.

Les résultats précédents ont montré que pour les collages sous vide, l'interface rompue change selon la taille des cordons déposés. Il est donc difficile de discriminer les énergies d'adhérence mesurées selon ce critère.

Pour les cordons d'orientation parallèle et collés sous flux de diazote, l'interface caractérisée est Ni/BCB. On voit que l'énergie d'adhérence globale est quasiment deux fois plus élevée pour les cordons de 200  $\mu\text{m}$  de large que pour ceux de 100  $\mu\text{m}$ . L'énergie mesurée est donc proportionnelle à l'aire de contact et il n'y a pas d'effet de réamorçage pour cette orientation.



*Figure III-28 : Influence de la largeur des cordons de polymère sur l'énergie d'adhérence et localisation de la rupture.*

### III. 4. E. Discussion

Deux empilements ont été caractérisés : Si/BCB/Si et Si/Ni/BCB/Si. Pour chacun de ces empilements, plusieurs critères de comparaison ont été abordés : l'environnement de collage (vide ou N<sub>2</sub>), l'orientation des cordons de polymère (parallèle ou orthogonale) et la largeur des cordons (100 µm ou 200 µm). L'influence de l'épaisseur des motifs n'a pu pas être examinée car celle-ci est fixée à 3 µm par le procédé d'élaboration.

Les fractographies ont mis en évidence une disparité de comportements des empilements suivant les conditions d'élaboration et les géométries.

L'interface caractérisée par les essais mécaniques pour l'empilement Si/BCB/Si est BCB/Si receveur formée par thermocompression. Elle est donc plus faible que l'interface Si porteur/BCB. Cette interface est différente du point de vue chimique : un promoteur d'adhésion est déposé entre le silicium et le polymère. De plus, une étape de pré-réticulation est effectuée. Ces facteurs semblent jouer un rôle important pour la qualité de l'interface et améliorer sa résistance mécanique.

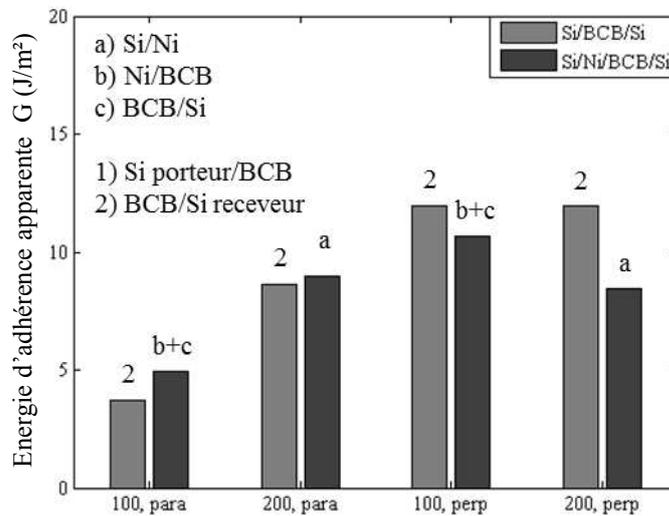
L'étude des échantillons Si/Ni/BCB/Si s'est avérée difficile. L'instabilité de comportement de la fissure a compromis une exploitation claire des résultats expérimentaux en termes d'énergie d'adhérence. Pour les collages sous vide, et lorsque les cordons sont fins (100 µm), la fissure est mixte : elle oscille de part et d'autre du polymère BCB. De plus, les deux interfaces semblent avoir des énergies proches. Lorsque les cordons sont plus larges (200 µm), l'interface structurée est renforcée et la rupture a lieu à l'interface continue Si/Ni. Pour les collages sous flux de diazote, et lorsque les cordons sont orientés parallèlement à la direction de propagation, la fissure se propage à l'interface Ni/BCB. Lorsque l'orientation est perpendiculaire, la fissure se trouve à l'interface BCB/Si.

Des conclusions générales sur l'impact des différents paramètres peuvent être énoncées.

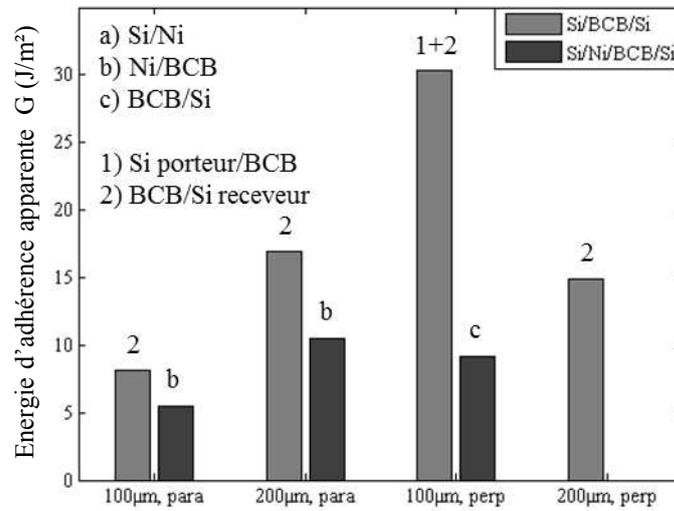
Quel que soit l'empilement étudié, la résistance est renforcée par une orientation des cordons de façon perpendiculaire par rapport à la direction propagation. On a vu que cet effet est dû à un réamorçage de la fissure lorsqu'elle atteint un nouveau cordon ; l'amorçage étant plus coûteux en énergie que la simple propagation.

Lorsque l'on s'intéresse à l'influence des conditions de collage, il est possible de conclure que le flux de N<sub>2</sub> renforce la résistance de l'empilement Si/BCB/Si mais n'a pas d'effet

significatif pour les échantillons Si/Ni/BCB/Si. Pour une meilleure compréhension, les résultats expérimentaux obtenus pour les différents empilements sont présentés sur les figures ci-après. Sur la première (cf. Figure III-29), tous les échantillons collés sous vide sont représentés. Tous les échantillons collés sous flux de N<sub>2</sub> sont regroupés sur la Figure III-30. En comparant ces deux figures, on voit que l'empilement Si/Ni/BCB/Ni n'est pas influencé par l'environnement de collage car lorsque les interfaces avec le polymère BCB sont renforcées sous flux de diazote, la rupture se déplace vers l'interface Si/Ni qui rompt alors autour de 8 J/m<sup>2</sup>.



*Figure III-29 : Influence de la couche de nickel sur l'énergie d'adhérence dans le cas d'un collage sous vide (10<sup>-4</sup> mbar).*



*Figure III-30 : Influence de la couche de nickel sur l'énergie d'adhérence dans le cas d'un collage sous flux de N<sub>2</sub>.*

L'étude de l'impact de la largeur des cordons (100 μm ou 200 μm) sur l'énergie d'adhérence revient à étudier l'impact de l'aire de contact  $A_f$  (1/4 ou 1/2). Pour l'empilement Si/BCB/Si, on a vu que l'énergie d'adhérence mesurée n'est pas proportionnelle à l'aire de contact, même si l'étude de seulement deux valeurs de celle-ci n'est pas suffisante pour conclure. Pour l'empilement Si/Ni/BCB/Si, il n'y a pas non plus de relation de proportionnalité observée sauf peut-être dans le cas où l'interface rompue est Ni/BCB (orientation parallèle).

### III. 5. Conclusion

Dans ce chapitre à propos de la caractérisation mécanique de l'adhérence de l'interface polymère silicium, on a d'abord présenté les essais mécaniques utilisés pour l'étude : le test de flexion 4-points et le test de clivage en coin (DCB). Pour cela, le principe des essais, les modèles analytiques associés et les protocoles expérimentaux ont été décrits.

La conception et l'élaboration d'échantillons adaptés à ces essais ont aussi été expliquées. La partie la plus développée de ce chapitre concerne cependant la présentation des résultats expérimentaux.

Les valeurs obtenues pour les énergies d'adhérence sont comprises entre 5 et 20 J/m<sup>2</sup> sauf pour la configuration 100µm/perp/N<sub>2</sub> de l'empilement Si/BCB/Si (30 J/m<sup>2</sup>). Dans le procédé de transfert optimum, la libération de la structure doit se faire à l'interface la plus faible i.e. entre le capot et la couche de film anti-adhésive. L'énergie d'adhérence de cette interface est inférieure aux résultats trouvés pour les empilements Si/BCB/Si et Si/Ni/BCB/Si. Le procédé technologique est donc déjà efficace.

Cependant, le collage sous flux de N<sub>2</sub> (par rapport au collage sous vide) semble renforcer l'adhérence de l'interface BCB/Si et n'avoir pas d'influence sur les interfaces Si/Ni et Ni/BCB.

D'autre part, l'étude expérimentale a mis en avant le rôle primordial que joue l'orientation des cordons pour la résistance de l'interface. L'énergie d'adhérence mesurée est en effet renforcée lorsque les cordons de polymère sont orientés orthogonalement à la direction de propagation de la fissure à cause d'un phénomène de réamorçage. De plus, l'impact de la largeur des cordons sur l'énergie d'adhérence globale a montré un résultat inattendu : celle-ci ne semble pas proportionnelle à l'aire de contact notamment pour l'orientation orthogonale. C'est du moins ce que montre l'exploitation des modèles analytiques. Ces derniers ayant été élaborés pour l'étude d'interfaces continues, se pose la question de la pertinence de leur utilisation pour une interface structurée de façon périodique comme la nôtre.

Il apparait alors très intéressant de mener une étude plus poussée de l'empilement Si/BCB/Si lorsque l'orientation des cordons est orthogonale à la direction de propagation de la fissure. Cela permettrait d'avoir une meilleure compréhension du comportement de cette interface.

Dans le chapitre IV, un modèle analytique modifié est élaboré pour l'essai d'insertion de lame afin de mieux prendre en compte la structuration de l'interface. Une modélisation numérique des essais mécaniques est aussi présentée. Le but est d'obtenir une étude plus fournie sur l'impact des paramètres géométriques et dimensionnels, notamment l'aire de contact.

# CHAPITRE IV

## MODÉLISATION DE L'INTERFACE STRUCTURÉE

---



## CHAPITRE IV : MODÉLISATION DE L'INTERFACE STRUCTURÉE

---

**P**our l'essai d'insertion de lame, on a vu au chapitre III qu'il existe des modèles bien établis dans le cas d'une fissure se propageant à l'interface entre deux substrats ou entre une couche mince et un substrat. Les conditions de validité de ces modèles sont les suivantes : élasticité, isotropie des propriétés mécaniques dans les matériaux et enfin un état de propagation stationnaire. Les observations expérimentales, présentées au chapitre précédent, montrent que dans certains cas, la propagation de la fissure au sein de nos échantillons se fait de façon périodique, surtout lorsque les lignes de polymère sont orthogonales à la direction de propagation. Par conséquent, l'utilisation de ces modèles classiques pour l'exploitation des données expérimentales n'est plus pertinente.

Une compréhension locale du comportement du front de fissure apparaît essentielle pour interpréter les mesures macroscopiques. Il est donc nécessaire de trouver des modèles plus adaptés à la géométrie des échantillons. Des modèles analytiques simplifiés, ayant pour but de capturer les différences fondamentales entre interface continue et interface structurée, seront présentés dans un premier temps. Nous verrons ensuite que le calcul numérique devient nécessaire pour aller plus loin dans l'étude de cette interface structurée silicium/polymère.

Nous avons fait le choix de la modélisation par éléments finis [CHA05-RAP98] très utilisée dans la majorité des domaines de la physique (mécanique, électronique, thermique...) pour résoudre des systèmes d'équations aux dérivées partielles. Cette méthode est particulièrement utile lorsque la géométrie et/ou les conditions aux limites sont complexes, menant à des champs hétérogènes.

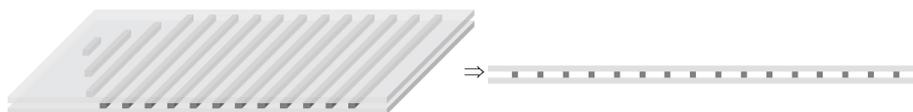
Le domaine est décomposé en une mosaïque de formes simples appelés éléments (segments en 1D, polygones en 2D, polyèdres en 3D), chaque sommet appelé nœud : c'est le maillage. Sur chaque élément, une approximation du champ inconnu est construite sur une base de polynômes. Le champ inconnu  $U(x,y,z)$  devient ainsi un vecteur  $U_i$  ( $i=1..n$ ), où chaque  $U_i$  est la valeur du champ au nœud  $i$ . Cette méthode conduit naturellement à une discrétisation adaptée au calcul matriciel et permet la résolution des équations de la mécanique.

L'utilisation de l'outil numérique permet en outre de respecter la géométrie de l'échantillon : la largeur et l'espacement des cordons.

Les travaux de simulation ont été effectués à l'aide du code d'éléments finis ABAQUS [ABA11]. Celui-ci contient une interface graphique qui permet une grande liberté au niveau des choix des structures et des comportements mécaniques des matériaux. De plus, le logiciel est aussi capable de lire un fichier codé en langage python. Compte-tenu de la périodicité de notre structure et des études géométriques envisagées, cette possibilité présente un avantage certain. En effet, la conception géométrique du modèle est complètement paramétrée ce qui permet de modifier une variable structurale sans redimensionner tout le modèle manuellement dans l'interface graphique.

Pour notre étude, nous avons choisi de modéliser uniquement les échantillons d'orientation perpendiculaire. En effet, ils présentent un plus grand intérêt au niveau de la compréhension des phénomènes. De plus, il est possible de réduire l'échantillon à un modèle numérique en deux dimensions (cf. Figure IV-1) alors que pour modéliser l'orientation parallèle, il est obligatoire de recourir à une structure en trois dimensions.

La première partie des travaux numériques présentent des études effectuées dans l'hypothèse d'un comportement purement élastique du polymère. Les deux essais mécaniques ont été recréés : la flexion 4-points et le clivage en coin.



*Figure IV-1 : Simplification de l'échantillon d'orientation orthogonale en un système à deux dimensions.*

Dans une seconde partie, une étude de la plasticité est proposée. Le but de ce travail est d'anticiper les conditions d'apparition de celle-ci, notamment par effet de bord, et son impact sur les valeurs d'énergie d'adhérence mesurées expérimentalement.

## IV. 1. Modélisation mécanique de l'essai d'insertion de lame pour une interface structurée

### IV. 1. A. Cas d'une interface continue

Pour l'étude de l'interface continue, le but est de relier un taux de restitution d'énergie  $G$  à une longueur de fissure  $a$ . Cette longueur  $a$  est définie comme la distance entre l'appui et le front de fissure (cf. Figure IV-2).

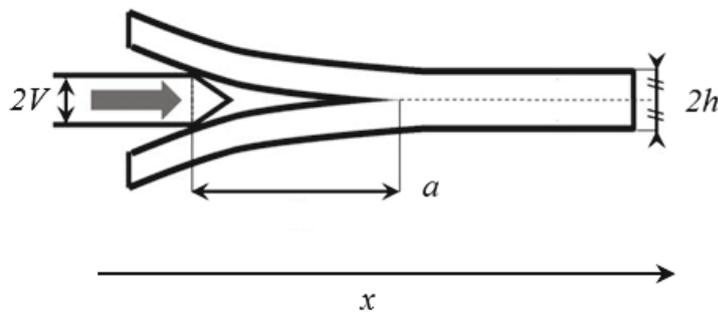


Figure IV-2 : Représentation schématique de l'essai de clivage en coin.

Dans cette configuration, l'équilibre est invariant par translation le long de l'axe  $x$  et l'analyse dimensionnelle permet d'écrire :

$$\frac{G}{Eh} = f_1 \left( \frac{a}{h}, \frac{V}{h} \right) \quad (\text{IV-1})$$

où  $f_1$  est une fonction des deux paramètres adimensionnels  $a/h$  et  $V/h$ .

De plus, comme on se place dans le cas de l'élasticité linéaire, on a :

$$\frac{G}{Eh} = \frac{V^2}{h^2} f_2 \left( \frac{a}{h} \right) \quad (\text{IV-2})$$

où  $f_2 \left( \frac{a}{h} \right) = \frac{h^2}{V^2} f_1 \left( \frac{a}{h}, \frac{V}{h} \right)$

À l'équilibre, d'après le critère de Griffith, il y a égalité entre le taux de restitution d'énergie  $G$  et l'énergie de rupture  $G_c$ , et donc :

$$\frac{a}{h} = f_3 \left( \frac{EV^2}{G_c h} \right) \quad (\text{IV-3})$$

où  $f_3(X) = f_2^{-1}(1/X)$  est une fonction.

Il est donc aisé de relier directement la longueur  $a$  à  $G_c$ , et ce quelle que soit l'étendue de la fissure, en raison de l'invariance par translation selon l'axe  $x$ .

### IV. 1. B. Cas d'une interface structurée

#### IV. 1. B. 1. Analyse dimensionnelle

Pour l'étude analytique de l'interface structurée, on se base sur le schéma et les notations présentées par la Figure IV-3 ci-dessous :  $a$  représente la distance entre l'appui et le bord du premier cordon de longueur  $w_0$  et  $d$  est la longueur de cordon décollé.

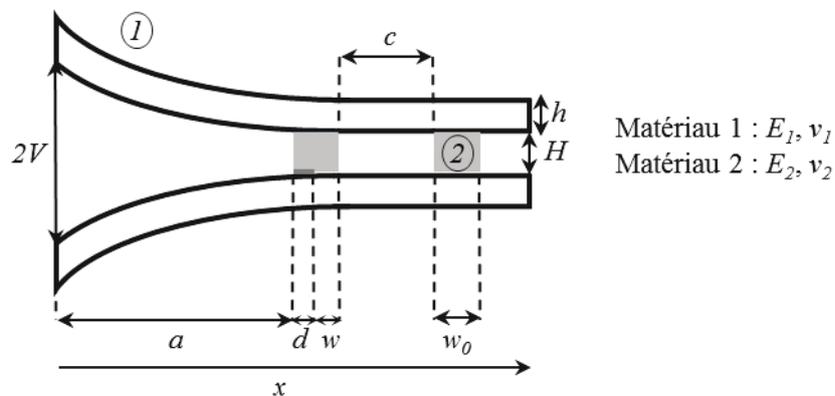


Figure IV-3 : Représentation schématique du test de clivage en coin dans le cas d'une interface structurée périodique. La profondeur de la structure est  $b = 9 \text{ mm}$ .

L'analyse dimensionnelle donne cette fois :

$$\frac{G}{E_1 h} = \frac{V^2}{h^2} f_1 \left( \frac{a}{h}, \frac{d}{h}, \frac{w_0}{h}, \frac{H}{h}, \frac{\bar{E}_2}{\bar{E}_1} \right) \quad (\text{IV-4})$$

où  $\bar{E}_i = \frac{E_i}{(1-\nu_i^2)}$  est le module réduit.

On remarque que les termes de la fonction  $f_1$  font intervenir non seulement des propriétés des matériaux et des dimensions intrinsèques de l'échantillon mais aussi les longueurs  $a$  et  $d$ . Si on explicite comme précédemment la condition d'équilibre  $G = G_c$  et que l'on évalue le terme  $d/h$ , on obtient la relation suivante :

$$\frac{d}{h} = f_2 \left( \frac{a}{h}, \frac{E_1 V^2}{G_c h}, \frac{\bar{E}_2}{\bar{E}_1}, \frac{w_0}{h}, \frac{H}{h} \right) \quad (\text{IV-5})$$

On voit qu'il est alors possible de relier la longueur dégradée  $d$  à l'énergie de rupture  $G_c$  mais seulement pour une longueur  $a$  donnée. La présence du paramètre  $a/h$  traduit l'absence d'invariance par translation selon l'axe  $x$  dans ce contexte. En particulier, le taux de restitution d'énergie varie à mesure que  $d$  augmente. Il faut donc élaborer un modèle analytique capable de prendre en compte cette dépendance.

#### IV. 1. B. 2. Proposition d'un modèle poutre/ressorts pour un cordon

L'enjeu de ce paragraphe est de décrire un modèle analytique modifié qui permet de rendre compte de la variation du taux de restitution d'énergie au cours de la dégradation d'un cordon. Dans les modèles classiques, on considère soit une poutre encastree (Cognard), soit une poutre qui repose sur une fondation élastique semi-infinie (Kanninen). Ici, on a un cordon de polymère dont on peut modéliser la réponse mécanique par celle de deux ressorts associés : un ressort linéaire et un ressort de torsion (cf. Figure IV-4).

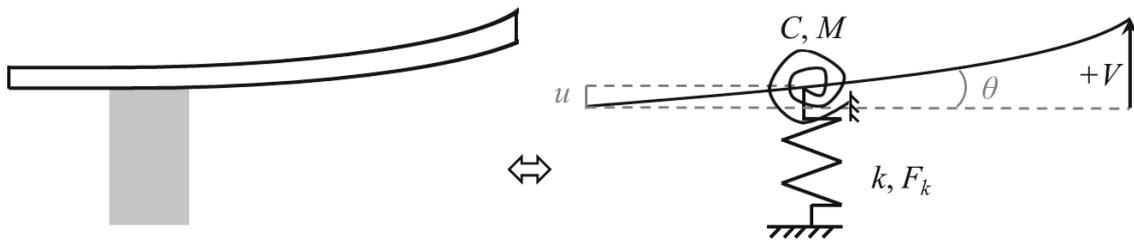


Figure IV-4 : Modèle poutre-ressorts.

Le ressort de torsion est caractérisé par une raideur  $C$  et un moment de torsion  $M$ . Le ressort linéaire est caractérisé par une raideur  $k$  et une force de rappel  $F_k$ . Les raideurs des ressorts sont exprimées comme des fonctions de  $w, H, E_2, \nu_2$ . Pour les identifier, on étudie séparément la réponse en traction/compression et la réponse en flexion.

a) Réponse en traction/compression

Pour déterminer la force de rappel du ressort linéaire, on s'intéresse à la réponse en traction de la structure (cf. Figure IV-5).

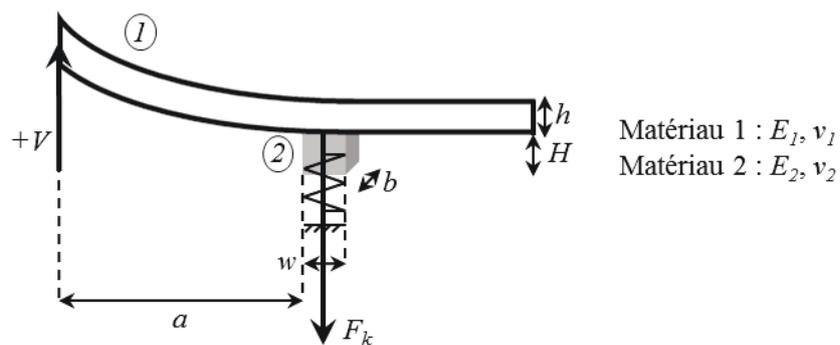


Figure IV-5 : Modèle poutre-ressorts, réponse en traction / compression.

Si l'on exprime les efforts appliqués sur la surface, on obtient l'expression de la force de rappel  $F_k$  :

$$\sigma = \frac{F_k}{wb} = E_2 \varepsilon = E_2 \frac{V}{H} \quad (\text{IV-6})$$

$$F_k = \frac{E_2 wbV}{H} \quad (\text{IV-7})$$

*b) Réponse en flexion*

Pour déterminer les paramètres du ressort de torsion (moment  $M$ , raideur  $C$ ), on s'intéresse à la réponse en flexion de la structure (cf. Figure IV-6).

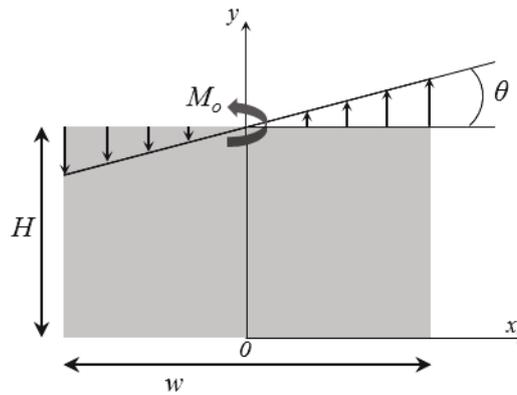


Figure IV-6 : Modèle poutre-ressorts, réponse en flexion.

On cherche à déterminer la relation entre le moment  $M_o$  appliqué sur la surface supérieure et l'angle de rotation  $\theta$ . On cherche un champ des contraintes vérifiant un équilibre de la forme :

$$\sigma_{xx} = 0 \quad (\text{IV-8})$$

$$\sigma_{xy} = 0 \quad (\text{IV-9})$$

$$\sigma_{yy} = \alpha M_o b x \quad (\text{IV-10})$$

où  $\alpha$  est une constante à déterminer.

Notons que dans le cadre de l'élasticité linéaire, la contrainte selon l'axe  $y$  est proportionnelle au moment  $M_o$ . L'expression de ce dernier est alors :

$$M_o = \int_{-wh}^{wh} \sigma_{yy} x \, dx = \int_{-wh}^{wh} \alpha M_o b x^2 \, dx \quad (\text{IV-11})$$

L'intégration de cette expression permet l'identification de la constante  $\alpha$  :

$$\alpha = \frac{12}{bw^3} \quad (\text{IV-12})$$

Ensuite, on explicite le champ des déformations :

$$\varepsilon_{xx} = \frac{1 + \nu_2}{E_2} [(1 - \nu_2)\sigma_{xx} - \nu_2\sigma_{yy}] = -\nu_2 \frac{(1 + \nu_2) 12M_o}{E_2 bw^3} x \quad (\text{IV-13})$$

$$\varepsilon_{yy} = \frac{1 + \nu_2}{E_2} [(1 - \nu_2)\sigma_{yy} - \nu_2\sigma_{xx}] = \frac{(1 + \nu_2)(1 - \nu_2) 12M_o}{E_2 bw^3} x \quad (\text{IV-14})$$

En intégrant, on obtient une première expression du champ de déplacement  $U(u, v)$  :

$$u(x, y) = -\nu_2 \frac{(1 + \nu_2) 6M_o}{E_2 bw^3} x^2 + f(y) \quad (\text{IV-15})$$

$$v(x, y) = \frac{(1 + \nu_2)(1 - \nu_2) 12M_o}{E_2 bw^3} xy + g(x) \quad (\text{IV-16})$$

où  $f(y)$  et  $g(x)$  sont des fonctions à déterminer à l'aide de conditions aux limites.

Sachant que la déformation en cisaillement est nulle et en explicitant les conditions aux limites pour les déplacements, on peut écrire :

$$\varepsilon_{xy} = 0 \Rightarrow \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} = 0 \quad (\text{IV-17})$$

$$\forall x, v(x, 0) = 0 \quad (\text{IV-18})$$

$$u(0, 0) = 0 \quad (\text{IV-19})$$

Il est alors possible d'exprimer complètement le champ de déplacement :

$$u(x, y) = \frac{(1 + \nu_2) 6M_o}{E_2} \frac{6M_o}{bw^3} [-\nu_2 x^2 - (1 - \nu_2)y^2] \quad (\text{IV-20})$$

$$v(x, y) = \frac{(1 - \nu_2)^2 12M_o}{E_2} \frac{12M_o}{bw^3} xy \quad (\text{IV-21})$$

L'angle  $\theta$  peut être calculé comme suit :

$$\theta(x, H) = \frac{\partial v(x, y = H)}{\partial x} \quad (\text{IV-22})$$

On obtient finalement l'expression de l'angle  $\theta_o$  et donc celle du moment  $M_o$  :

$$\theta_o = \frac{1 - \nu_2^2}{E_2} \frac{12M_o H}{bw^3} \quad (\text{IV-23})$$

$$M_o = \frac{E_2}{1 - \nu_2^2} \frac{bw^3 \theta_o}{12H} \quad (\text{IV-24})$$

On remarque que les raideurs des ressorts sont des fonctions croissantes de  $w$  (longueur de cordon non dégradé).

## c) Étude de l'équilibre du système

Ayant identifié la réponse mécanique du cordon, il reste à résoudre l'équation de flexion de la poutre en utilisant les bonnes conditions aux limites (cf. Figure IV-7). On utilise pour cela la relation classique de la résistance des matériaux entre la flèche de la poutre  $V(x)$  (avec  $V(x) = v(x, H)$ ) et le moment de flexion  $M(x)$  :

$$\frac{d^2V(x)}{dx^2} = \frac{M}{E_1 I_z} = \frac{F(L-x)}{E_1 I_z} \quad (\text{IV-25})$$

$$\text{avec } I_z = \frac{bw^3}{12} \quad (\text{IV-26})$$

où  $A$  et  $B$  sont des constantes à déterminer à l'aide des conditions aux limites.

Ainsi, on obtient :

$$V(x) = \frac{F}{E_1 I_z} \left( \frac{Lx^2}{2} - \frac{x^3}{6} + Ax + B \right) \quad (\text{IV-27})$$

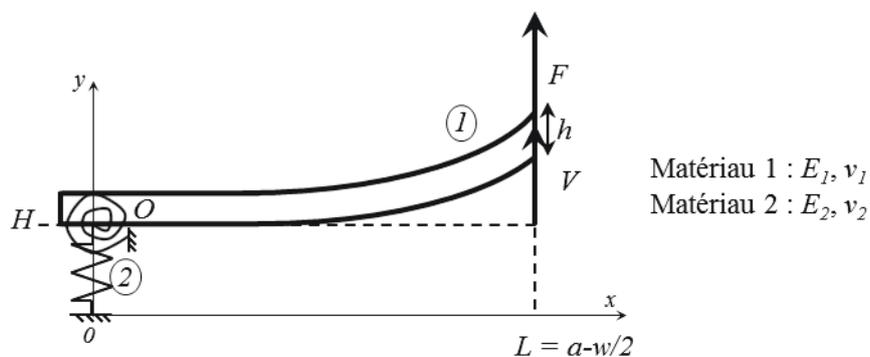


Figure IV-7 : Modèle poutre-ressorts : notations pour l'étude du système à l'équilibre.

Pour la résolution, on se sert des conditions aux limites sur le moment et sur la flèche en  $x = 0$ . On se place à l'équilibre statique pour lequel le torseur des efforts extérieurs en  $O$  est nul :

$$M(O, F_k) + M(O, F) = 0 \quad (\text{IV-28})$$

$$F_k + F = 0 \quad (\text{IV-29})$$

où  $M(O, F_i)$  est le moment en O de la force  $F_i$ .

À partir des calculs du paragraphe précédent, on obtient :

$$M_o = LF = \frac{E_2}{1 - \nu_2^2} \frac{bw^3}{12H} \theta_o \Rightarrow \theta_o = \frac{1 - \nu_2^2}{E_2} \frac{12HLF}{bw^3} \quad (\text{IV-30})$$

$$V(0) = \frac{HF}{bE_2w} \quad (\text{IV-31})$$

Il est alors possible de déterminer les deux constantes  $A$  et  $B$  :

$$A = \frac{E_1}{E_2} \frac{h^3 HL}{w^3} \quad (\text{IV-32})$$

$$B = \frac{E_1}{E_2} \frac{12Hh^3}{w} \quad (\text{IV-33})$$

On obtient ainsi l'expression de la flèche selon  $x$  et en  $x = L$  :

$$V(x) = \frac{12F}{E_1bh^3} \left[ \frac{Lx^2}{2} - \frac{x^3}{6} + \frac{E_1}{E_2} \frac{h^3 HLx}{w^3} + \frac{E_1}{E_2} \frac{12Hh^3}{w} \right] \quad (\text{IV-34})$$

$$V(L) = \frac{12F}{E_1bh^3} \left[ \frac{L^3}{3} + \frac{E_1}{E_2} \frac{h^3 HL^2}{w^3} + \frac{E_1}{E_2} \frac{12Hh^3}{w} \right] \quad (\text{IV-35})$$

Dans un second temps, on peut calculer l'énergie élastique stockée dans la poutre, notée  $U_{ell}$  :

$$U_{el1} = \frac{1}{2} \int \frac{M^2}{E_1 I_z} dx = \frac{1}{2} \int_0^L \frac{F^2 (L-x)^2}{E_1 I_z} dx = \frac{F^2 L^2}{4E_1 I_z} \quad (\text{IV-36})$$

Dans un troisième temps, on exprime l'énergie élastique stockée dans le cordon de polymère, notée  $U_{el2}$  :

$$U_{el2} = \frac{1}{2} (M_o \theta_o + FV(0)) \quad (\text{IV-37})$$

Finalement, on peut déterminer un taux de restitution d'énergie  $G$  avec la formule suivante :

$$\begin{aligned} G &= - \left( \frac{\partial (U_{el1} + U_{el2})}{\partial S} \right)_{V=cte} = - \left( \frac{\partial (U_{el1} + U_{el2})}{b \cdot \partial d} \right)_{V=cte} \\ &= \left( \frac{\partial (U_{el1} + U_{el2})}{b \cdot \partial w} \right)_{V=cte} \end{aligned} \quad (\text{IV-38})$$

Le taux de restitution d'énergie  $G$  peut s'exprimer en fonction de  $a$  et  $w$  (ou  $d = w_0 - w$ ) :

$$G = \frac{1}{2} \frac{(36a^2 + w^2) H w^2 \bar{E}_2 h^6 E_1^2 V^2}{(4a^3 \bar{E}_2 w^3 + 12H a^2 E_1 h^3 + H E_1 h^3 w^2)^2} \quad (\text{IV-39})$$

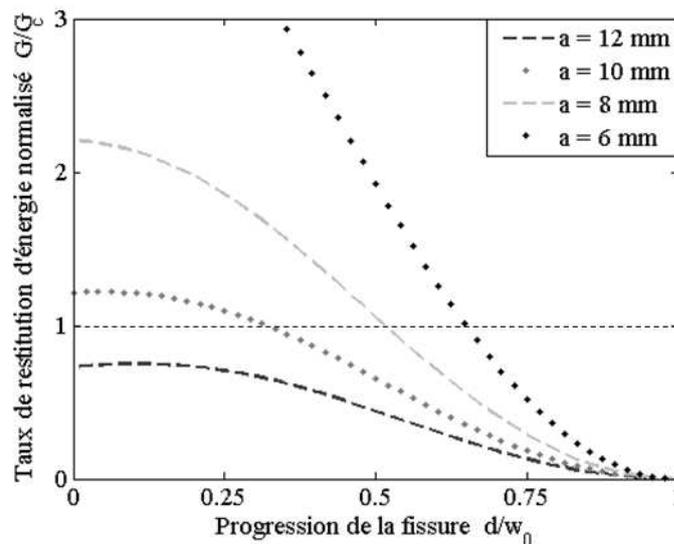
L'expression du taux de restitution d'énergie obtenue concorde parfaitement avec l'analyse dimensionnelle présentée auparavant (IV-4) :

$$\frac{G}{E_1 h} = \left( \frac{V}{h} \right)^2 \frac{\left[ 36 \left( \frac{a}{h} \right)^2 + \left( \frac{w}{h} \right)^2 \right] \frac{H}{h} \left( \frac{w}{h} \right)^2 \frac{\bar{E}_2}{E_1}}{4 \left( \frac{a}{h} \right)^3 \frac{\bar{E}_2}{E_1} \left( \frac{w}{h} \right)^3 + 12 \frac{H}{h} \left( \frac{a}{h} \right)^2 + \frac{H}{h} \left( \frac{w}{h} \right)^2} \quad (\text{IV-40})$$

À partir de l'expression (IV-39), il est possible d'étudier l'influence des différents paramètres sur la résistance du cordon de polymère même si les valeurs utilisées ne sont pas quantitatives.

Dans un premier temps, on fixe la résistance de l'interface  $G_c = 30 \text{ J/m}^2$  et on regarde l'évolution du taux de restitution d'énergie normalisé  $G/G_c$  en fonction de la dégradation du cordon  $d/w_0$ , et ce, pour différentes longueurs de fissure  $a$  (cf. Figure IV-8).

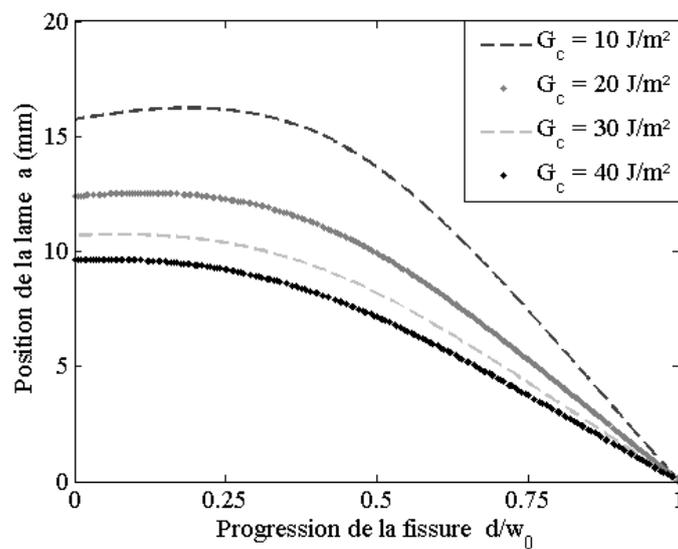
La fissure de propagation au sein du cordon tant que le taux de restitution d'énergie normalisé  $G/G_c$  est supérieur à 1. Lorsque la lame est trop éloignée ( $a = 12 \text{ mm}$ ), le cordon n'est pas dégradé puisque  $G/G_c$  n'atteint jamais la valeur 1. Dans les autres cas, il est possible de déterminer l'état de dégradation  $d$  du cordon pour chaque position de la lame.



*Figure IV-8 : Évolution du taux de restitution d'énergie normalisé  $G/G_c$  en fonction de la dégradation du cordon  $d/w_0$  pour différentes valeurs de longueurs de fissure  $a$ .*

Dans un second temps, on détermine la position de la lame  $a$  au cours de la dégradation du cordon  $d/w_0$  pour différentes valeurs de la résistance de l'interface  $G_c$  (cf. Figure IV-9).

Comme attendu, on remarque que plus l'interface est forte, plus la lame doit être rapprochée pour dégrader la même portion du cordon. De plus, la longueur de fissure ne semble pas strictement décroissante. Cette tendance est surtout visible pour le cas  $G_c = 10 \text{ J/m}^2$ . La courbe montre que pour dégrader un quart du cordon, la position de la lame à l'équilibre est plus éloignée que pour une dégradation plus faible. Cela met en évidence une possible instabilité de la propagation de la fissure.



*Figure IV-9 : Pour différentes valeurs de  $G_c$  : évolution de la position de la lame  $a$  au cours de la dégradation du cordon  $d/w_0$ .*

Cependant, ce modèle simplifié, impliquant un unique cordon, dévoile ses limites. En effet, quelle que soit la résistance de l'interface, il semble que pour dégrader complètement un cordon, la longueur de fissure doit être égale à 0, ce qui montre une grande rigidité des conditions aux limites utilisées. La définition des conditions aux limites est inadéquate et peut être la source de l'instabilité observée.

### IV. 1. B. 3. Application du modèle poutre/ressorts à plusieurs cordons

Pour avoir un modèle plus réaliste, il faut prendre en compte plusieurs cordons. La méthode purement analytique présentée précédemment se complexifie. On choisit de décrire cinq cordons avec le modèle poutre/ressorts et on s'intéresse à la dégradation du premier. Chaque cordon est représenté par un ressort de torsion et un ressort linéaire identifiés au paragraphe précédent. Pour vérifier cette étude, une modélisation par la méthode des éléments finis est également effectuée.

#### a) Modèle analytique

La représentation schématique du modèle à cinq cordons est présentée sur la Figure IV-10. Pour la mise en équation du problème, on choisit de diviser le modèle en cinq domaines.

Le même raisonnement est appliqué à chaque domaine : on se place à l'équilibre statique pour lequel le torseur des efforts extérieurs en O est nul. Puis, la continuité de la flèche et de sa dérivée imposent l'égalité des déplacements et des rotations à chaque frontière des domaines. Cela permet de déterminer les constantes inconnues et l'expression du taux de restitution d'énergie  $G$  (cf. ANNEXE B).

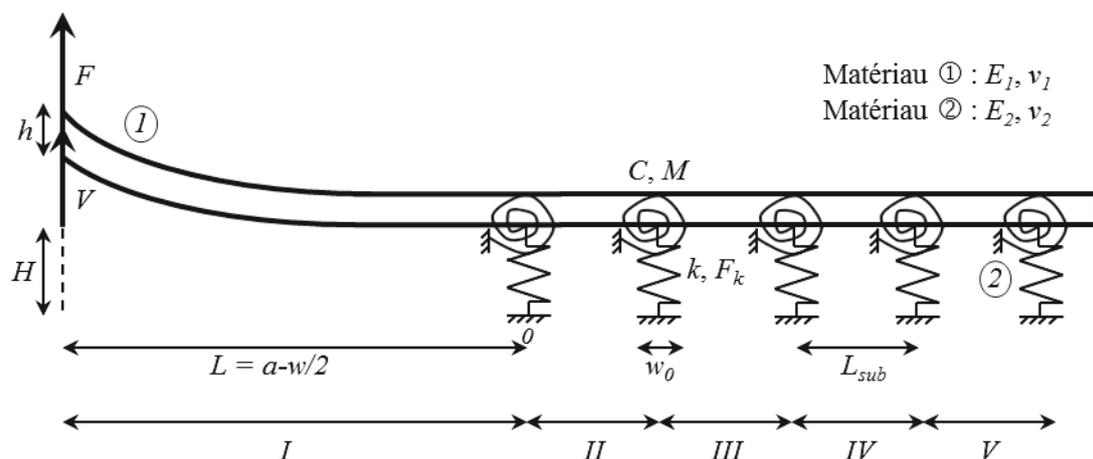
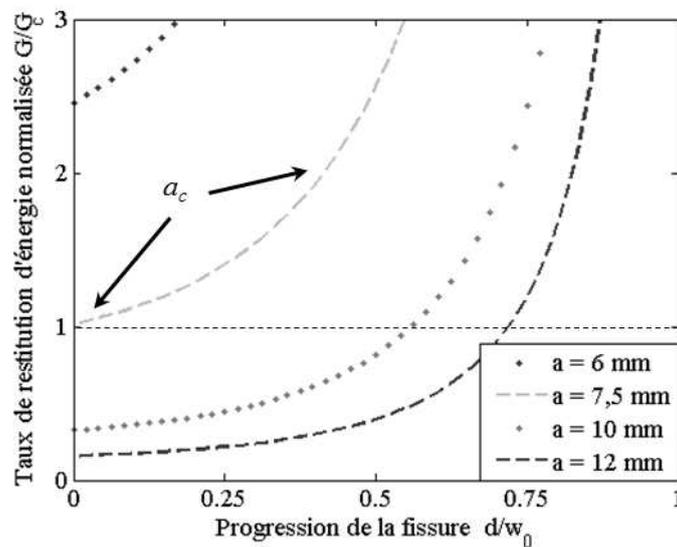


Figure IV-10 : Modèle poutre/ressorts avec cinq cordons.

Un nouveau paramètre apparaît dans ce modèle : la périodicité du motif, représentée par un facteur d'aire de contact  $A_f$  défini par le rapport  $w_0/L_{sub}$ .

Pour commencer cette étude, on fixe le facteur d'aire de contact  $A_f = 1/4$  ainsi que la résistance de l'interface  $G_c = 30 \text{ J/m}^2$  et on regarde l'évolution du taux de restitution d'énergie normalisé  $G/G_c$  en fonction de la dégradation du cordon  $d/w_0$ , et ce, pour différentes longueurs de fissure  $a$  (cf. Figure IV-11). La figure montre que le taux de restitution d'énergie normalisé est strictement croissant et a la même allure quelle que soit la position de la lame. Lorsque la lame est éloignée ( $a = 10, 12 \text{ mm}$ ) la fissure ne s'amorce pas puisque  $G/G_c < 1$  pour  $d = 0$ .

Il existe une valeur critique de la longueur de fissure  $a_c$  pour laquelle l'amorçage a lieu, ici 7,5 mm. Cependant, comme le taux de restitution d'énergie est strictement croissant, cela implique que lorsque la propagation de la fissure est amorcée, elle devient instable et la totalité du cordon est alors dégradée (cf. Figure IV-12). Ce phénomène est encore plus visible si la longueur de fissure est inférieure à  $a_c$ .



*Figure IV-11 : Modèle analytique à cinq cordons : Évolution du taux de restitution d'énergie normalisé  $G/G_c$  en fonction de la dégradation du cordon  $d/w_0$  pour différentes valeurs de longueurs de fissure  $a$  ( $A_f = 1/4$ ).*

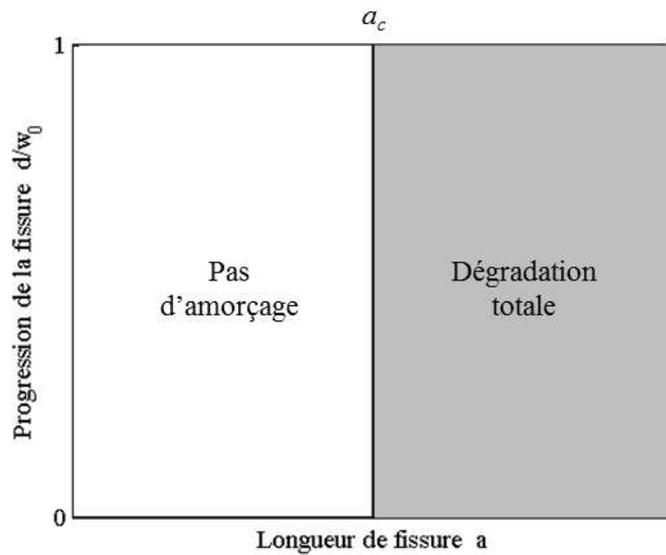


Figure IV-12 : Représentation schématique de la dégradation du cordon.

Pour aller plus loin dans l'exploitation de ce modèle analytique à cinq cordons, on s'intéresse à l'impact de l'aire de contact  $A_f$ . On considère plus particulièrement le cas  $A_f = 1/6$ . En fixant  $w_0 = 160 \mu\text{m}$ , cela revient à étudier l'impact de l'espacement entre les cordons. On détermine la position de la lame  $a$  au cours de la dégradation du cordon  $d/w_0$  pour différentes valeurs de la résistance de l'interface  $G_c$  (cf. Figure IV-13). Comme attendu, plus l'interface est forte, plus la lame doit être proche pour faire progresser la fissure. Cependant, l'évolution de la position de la lame n'est plus strictement croissante. En trait plein, on représente la zone de propagation stable. Les pointillés représentent le comportement instable difficile à stabiliser expérimentalement. Pour cela, il faudrait être en mesure de maîtriser parfaitement le déchargement de l'interface.

On remarque que l'instabilité se déclenche au même stade de propagation  $d/w_0$  pour tous les calculs proposés. Cette valeur critique peut être liée à la taille du cordon ( $w$ ), à la distance inter-cordon ( $L_{sub-w}$ ) ou encore à l'aire de contact ( $A_f$ ). Des études complémentaires devraient permettre de lever cette indétermination.

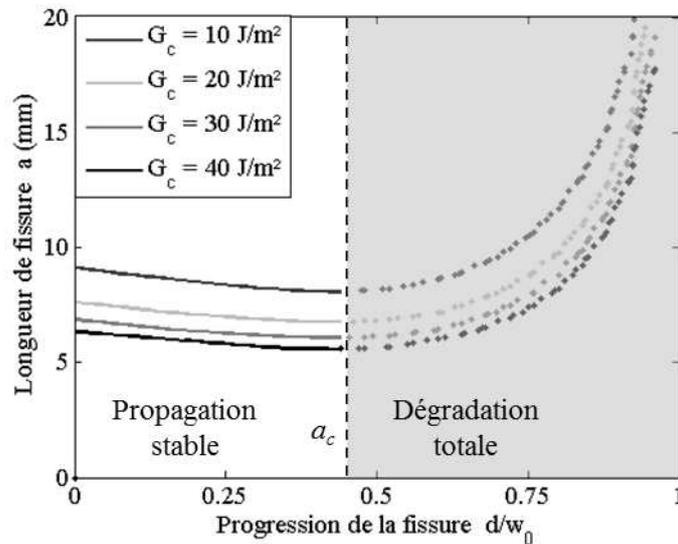


Figure IV-13 : Modèle analytique : Pour différentes valeurs de  $G_c$  : évolution de la position de la lame  $a$  en fonction de la dégradation du cordon  $d/w_0$  ( $A_f = 1/6$ ).

#### b) Modélisation par la méthode des éléments finis

Le modèle précédent permet d'éclaircir le mécanisme de propagation d'une fissure à une interface structurée, au moins du point de vue qualitatif. Une approche plus quantitative peut être obtenue en s'appuyant sur une modélisation par éléments finis [CHA05].

Dans ce modèle, on se place dans le cadre de l'élasticité linéaire 2D en déformation plane. Les deux substrats de silicium et les cordons de polymère sont entièrement modélisés (ils ne sont pas remplacés par des ressorts équivalents). En calculant l'énergie élastique totale du système pour différents stades d'avancée de la fissure, il est alors possible de reprendre l'approche énergétique vue ci-dessus pour laquelle :

$$G = - \left( \frac{\partial U_{el}}{\partial S} \right)_{V=cte} \quad (IV-41)$$

Sur la Figure IV-14, où le modèle est schématisé, on peut voir un maillage par des éléments CPE4I (déformations planes, mode incompatible) qui représentent mieux l'état de flexion que les éléments linéaires classiques.

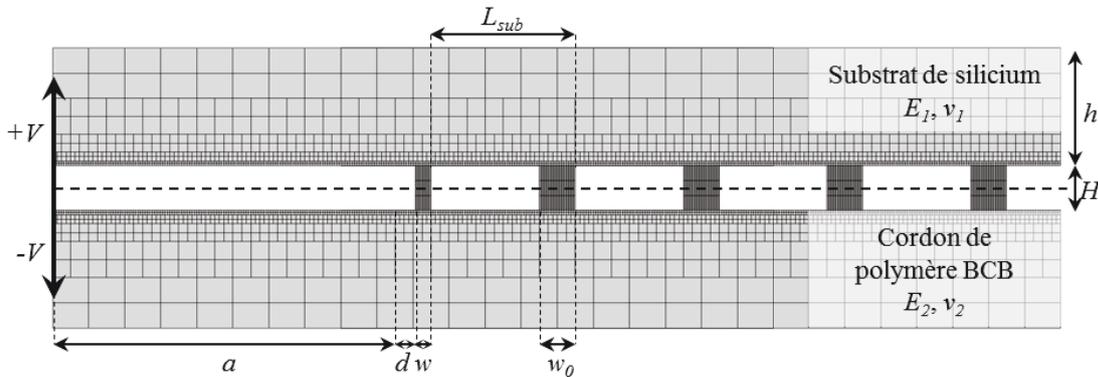


Figure IV-14 : Modélisation par la méthode des éléments finis : cas purement élastique, structure et maillage. (cette représentation schématisée n'est pas à l'échelle ; on rappelle  $H = 3 \mu\text{m}$  et  $h = 525 \mu\text{m}$ ).

Tableau IV-1 : Propriétés élastiques des matériaux.

Matériau	Module de Young (GPa)	Coefficient de Poisson
Silicium	185	0,28
Polymère (BCB)	3	0,34

On simule plusieurs états du système représentant chacun un stade d'avancement différent de la fissure<sup>4</sup>. Comme dans le modèle analytique, celui-ci est associé à une diminution de longueur du premier cordon. Ainsi, tous les cordons ont la même longueur  $w_0$  excepté le plus proche de la lame qui a une longueur  $w = w_0 - d$  (où  $d$  est la longueur de cordon dégradé). Ce paramètre  $d$  est la seule variable de cette série de calculs.

Le chargement consiste en un déplacement  $\pm V$  imposé aux substrats (la manière précise d'imposer cette ouverture est détaillée au IV.2.A.2.b). Les propriétés des matériaux sont

<sup>4</sup> La longueur  $a$  a été choisie de façon à ce que le cordon soit endommagé sur la moitié de sa longueur. Pour cela, une couche d'éléments cohésifs a été insérée entre le substrat et le cordon (cf. IV. 2. A. 1). Une série de calculs numériques avec pour variable  $a$  a permis sa détermination.

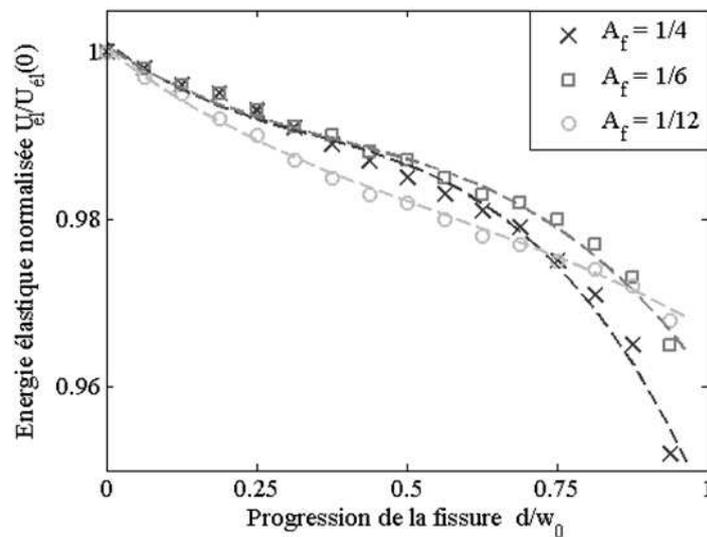
purement élastiques (cf. Tableau IV-1) et les dimensions de la structure sont conservées. Le calcul par éléments finis permet d'extraire l'énergie élastique stockée dans le système à l'équilibre mécanique.

On étudie plusieurs valeurs de  $A_f$  : 1/4, 1/6 et 1/12 correspondant à une longueur  $L_{sub}$  de 0,64, 1,25 et 2,25 mm respectivement. Pour chaque valeur du paramètre  $d/w_0$ , on calcule l'énergie élastique  $U_{el}(d)$  du modèle constitué des cordons de polymère et des substrats de silicium (cf. Figure IV-15).

On peut noter que, comme pour le modèle analytique, l'énergie élastique stockée dans le système diminue à mesure que la fissure progresse. De plus, il est intéressant de constater que le signe de la courbure est particulièrement sensible au paramètre d'aire de contact  $A_f$ , comme prédit par le modèle analytique. À l'aide d'une interpolation des points issus du calcul numérique, on obtient une expression de  $U_{el}$  en fonction de  $d$  de la forme suivante :

$$U_{el} = \alpha d^3 + \beta d^2 + \gamma d + \eta \quad (\text{IV-42})$$

Où  $\alpha, \beta, \gamma, \eta$ , sont des valeurs relatives différentes pour chacun des cas,  $d$  est exprimé en mm et  $U_{el}$  en mJ.



*Figure IV-15 : Modélisation par la méthode des éléments finis : Évolution de l'énergie élastique du système normalisée  $U_{el}/U_{el}(d=0)$  en fonction de la largeur de cordon dégradée ( $d/w_0$ ) pour différentes aires de contact  $A_f$  ( $w_0 = 160 \mu\text{m}$ ).*

À partir de cette équation, il est alors aisé d'obtenir la variation de  $G$  en fonction de  $d/w_0$  présentée en Figure IV-16 :

$$G = -\frac{dU_{\text{él}}}{dS} = -\frac{dU_{\text{él}}}{b dd} = -\frac{(3\alpha d^2 + 2\beta d + \gamma)}{b} \quad (\text{IV-43})$$

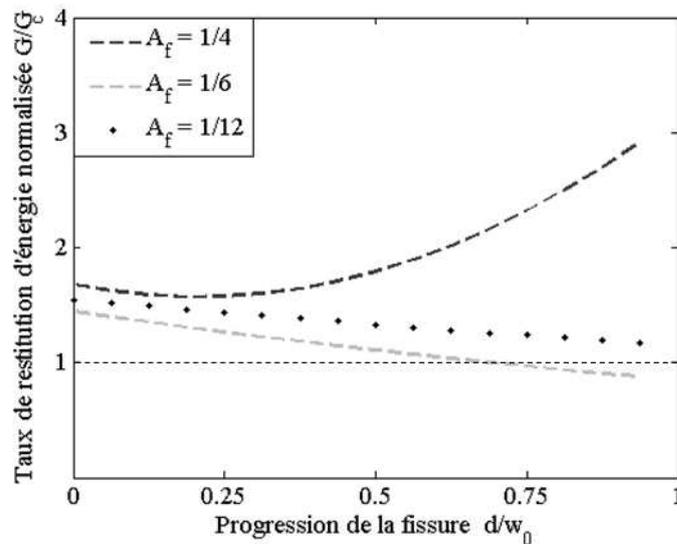


Figure IV-16 : Modélisation par la méthode des éléments finis : Évolution du taux de restitution d'énergie en fonction de la largeur de cordon dégradée ( $d/w_0$ ).

On remarque la courte période de propagation stable de la fissure dans le cas  $A_f = 1/4$ . Cependant, lorsque  $A_f$  diminue, le cordon se dégrade complètement en régime stable. On voit tout de même qu'il n'est pas possible de suivre les dernières étapes de dégradation du cordon avec les calculs numériques. Cela est peut-être dû à l'apparition d'une instabilité en bout de cordon mais cela n'a pas été vérifié.

## IV. 2. Simulation de la propagation de fissure

Dans le but de simuler la dégradation progressive de l'interface au niveau local lors du chargement, on utilise un modèle de zone cohésive pour décrire le comportement de l'interface indépendamment des cordons et des substrats.

La partie suivante est décomposée en trois sous-parties. Dans la première, on s'attachera à décrire la modélisation numérique et les étapes de vérification. Ensuite, les études numériques des deux essais mécaniques sont exposées l'une après l'autre : d'abord l'essai de flexion 4-points, puis le test de clivage au coin.

### *IV. 2. A. Conception des modèles numériques*

#### **IV. 2. A. 1. Modélisation de l'échantillon**

L'échantillon est modélisé de la même façon pour les deux essais mécaniques. Seules les conditions de chargement et les conditions aux limites ont besoin d'être adaptées pour simuler au mieux la réalité expérimentale.

La conception de l'éprouvette est totalement codée en langage python et est basée sur la périodicité du motif. On définit une cellule unitaire Si/BCB/Si, centrée autour d'un cordon de polymère (cf. Figure IV-17), que l'on répète autant de fois que nécessaire. Toutes les dimensions et propriétés des matériaux sont ainsi paramétrées dans le code python.  $L_{sub}$  est la largeur de la cellule unitaire,  $w$  est la largeur des cordons,  $H_{sub}$  et  $H_{cordon}$  renvoient respectivement à l'épaisseur du substrat et du cordon. La profondeur de la structure est  $b = 9$  mm.

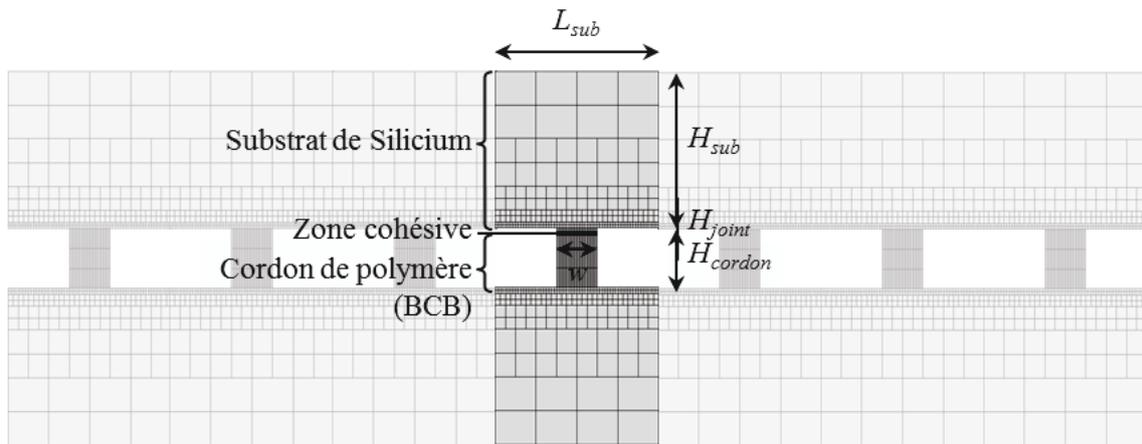


Figure IV-17 : Cellule unitaire de base pour la construction du modèle (profondeur de la structure  $b = 9\text{mm}$ ). (cette représentation schématique n'est pas à l'échelle ; on rappelle  $H_{\text{cordon}} = 3\ \mu\text{m}$  et  $H_{\text{sub}} = 525\ \mu\text{m}$ ).

Tableau IV-2 : Propriétés élastiques des matériaux.

Matériau	Module de Young (GPa)	Coefficient de Poisson
Silicium	185	0,28
Polymère (BCB)	3	0,34

Le polymère et le silicium ont un comportement mécanique purement élastique (cf. Tableau IV-2). À l'interface polymère/silicium supérieure, on introduit une couche d'éléments appelés « cohésifs ». Idéalement, ces éléments n'ont pas d'épaisseur. Dans notre cas, pour des raisons pratiques liées à la création du modèle en python, une épaisseur la plus faible possible leur a été affectée :  $H_{\text{joint}} = 2.10^{-6}\text{ mm}$ . Le comportement de ces éléments obéit à une loi cohésive de type Needleman linéarisée afin de simuler la fissure et de suivre sa propagation (cf. Figure IV-18).

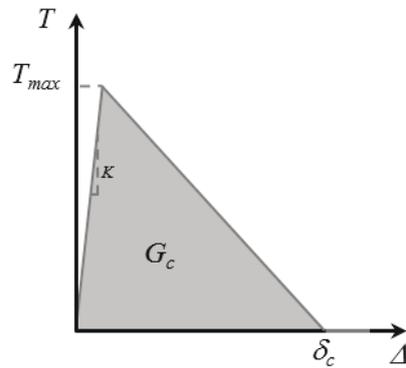


Figure IV-18 : Loi cohésive Needleman linéarisée.

On rappelle qu'une telle loi est caractérisée par trois paramètres reliés par l'équation suivante, dans la mesure où la pente  $K$  est très élevée (ici  $K = 10^6$ ) :

$$G_c = \frac{1}{2} T_{max} \delta_c \quad (\text{IV-44})$$

où  $G_c$  (N/mm<sup>2</sup>) est l'énergie nécessaire à la dégradation de l'élément,  $T_{max}$  (MPa) est la résistance à la traction et  $\delta_c$  est le déplacement critique (mm).

Le choix de deux de ces paramètres suffit donc à décrire complètement le comportement mécanique des éléments cohésifs. Les expériences fournissent des valeurs d'énergie d'adhérence de l'ordre de quelques dizaines de J/m<sup>2</sup>. La valeur de  $G_c$  est fixée arbitrairement à 30 J/m<sup>2</sup> = 0,03 N/mm<sup>2</sup>. D'autre part, des essais de « pull test » [BRA10] ont été mis en œuvre à l'IEF sur des capots. Une force de traction de l'ordre de quelques dizaines de MPa est nécessaire pour désolidariser l'ensemble capot-cordon du substrat receveur. On choisit donc une résistance à la traction  $T_{max}$  de 30 MPa. La valeur du déplacement critique  $\delta_c$  est alors de 2 μm. Chacune de ces valeurs peut être modifiée à volonté.

Au cours des calculs, il est possible de suivre l'évolution de la fissure grâce à un critère d'endommagement « SDEG » disponible pour chaque élément de la zone cohésive. Ce critère est compris entre 0 et 1. On considère en général [TVE09] que l'élément est complètement dégradé lorsque ce critère atteint 0,9.

Les éléments qui présentent un critère d'endommagement compris entre 0 et 0,9 composent la « process zone », l'équivalent de la zone cohésive présentée au II.1.B. On rappelle que dans cette zone, des forces s'exercent encore sur les deux flancs de la fissure. S'il est difficile de caractériser expérimentalement une « process zone », il est possible d'estimer théoriquement sa longueur [TVE09]:

$$\Delta_{pz} \sim \frac{E_{BCB} G_c}{T_{max}^2} = \frac{3 * 0,03}{30^2} = 100 \mu m \quad (IV-45)$$

Nous nous sommes assurés que cette « process zone » était composée d'au moins six éléments afin de bien prendre en compte l'endommagement. L'utilisation d'un tel modèle pour l'interface introduit naturellement une longueur caractéristique supplémentaire qui est la taille de la « process zone »  $\Delta_{pz}$ . Il convient donc d'étudier l'influence de cette longueur, notamment lorsque la taille des cordons  $w$  devient plus petite que la taille de la « process zone »  $\Delta_{pz}$ .

#### IV. 2. A. 2. Modélisation des essais mécaniques

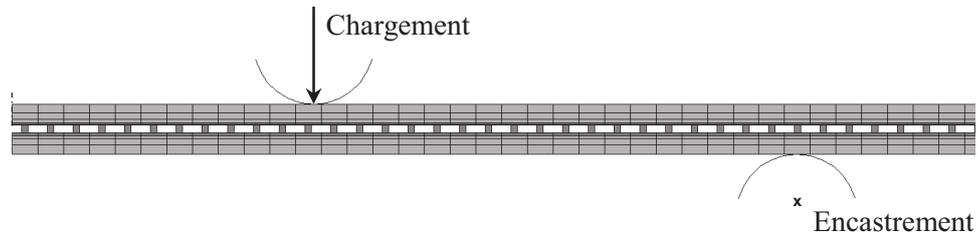
L'objet de cette partie est de décrire les conditions de chargement et les conditions aux limites nécessaires à une simulation réaliste de chaque essai mécanique.

##### *a) Essai de flexion 4-points*

L'objectif principal de l'étude numérique de l'essai de flexion 4-points est de vérifier l'hypothèse selon laquelle il existe un lien entre les oscillations de la courbe de charge au niveau du plateau et le réamorçage de la fissure à l'approche d'un nouveau cordon de polymère (cf. III.3.A).

Afin de limiter la durée des temps de calcul, il faut minimiser le nombre d'éléments du modèle. On définit une condition de symétrie pour le substrat supérieur au niveau de l'entaille, ce qui permet de modéliser seulement la moitié de l'échantillon (cf. Figure IV-19). Les appuis sont modélisés par des cylindres rigides auxquels on impose un déplacement comme condition de chargement. Le cylindre extérieur reste fixe et on

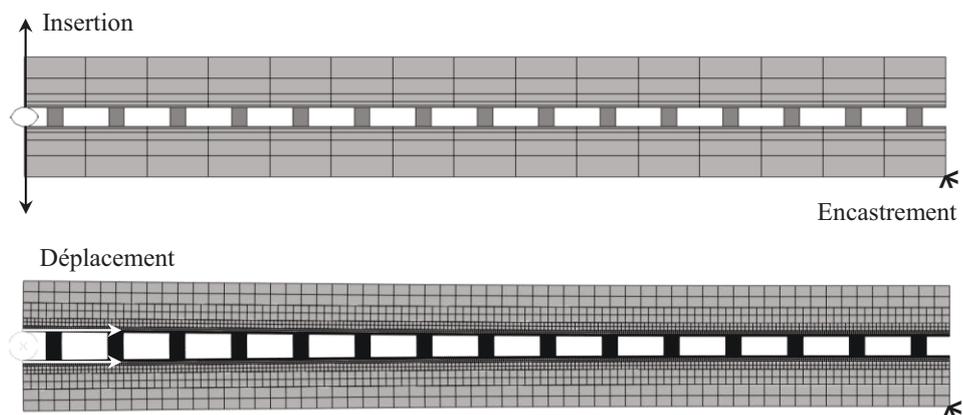
impose un déplacement vertical au cylindre intérieur. On recrée ainsi des conditions au plus proche de celles de l'essai mécanique réel.



*Figure IV-19 : Conditions aux limites et de chargement pour la simulation de l'essai de flexion 4-points.*

*b) Essai d'insertion de lame*

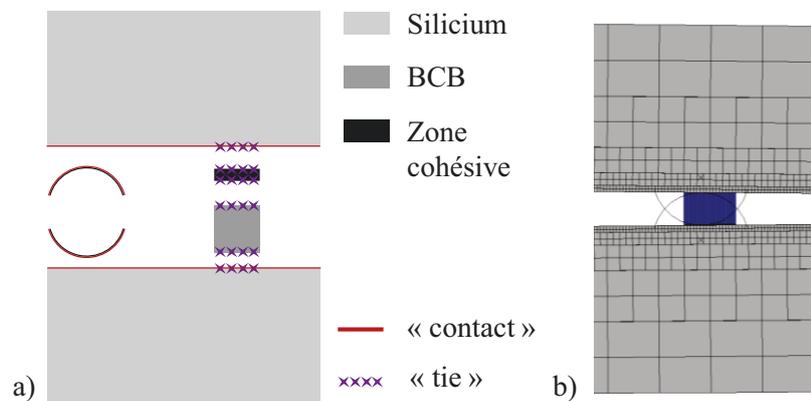
L'objectif de la modélisation de l'essai d'insertion de lame est une meilleure compréhension de l'influence des motifs et de leur taille sur la propagation de la fissure et l'énergie d'adhérence de l'interface.



*Figure IV-20 : Conditions aux limites et de chargement pour la simulation de l'essai d'insertion de lame.*

Pour la modélisation de cet essai, il n'est pas possible de définir de condition aux limites de symétrie. L'échantillon est soumis à une condition aux limites d'encastrement à son extrémité extérieure (cf. Figure IV-20). Afin de représenter la lame de rasoir utilisée expérimentalement (épaisseur  $\delta = 100 \mu\text{m}$ ), on choisit de créer deux cylindres rigides dont les déplacements sont corrélés. De manière à simuler l'insertion de la lame, les deux cylindres sont déplacés verticalement, en directions opposées, chacun d'une distance  $\delta/2$  qui correspond à la demi-épaisseur de la lame. Pour la translation de la lame entre les deux substrats, on impose un déplacement horizontal simultané des deux cylindres, l'écart entre les deux points de contact restant fixé à  $\delta$ .

La continuité des déplacements entre les différentes parties du modèle est assurée en employant une contrainte cinématique de type TIE dans ABAQUS. Cela revient à définir une surface maîtresse et une surface esclave pour deux surfaces en vis-à-vis. Les degrés de liberté de la surface esclave sont éliminés de sorte que la surface maîtresse pilote le déplacement au niveau de l'interface. Afin de permettre aux cylindres de rester au contact des substrats et de franchir les motifs de polymère et les éléments de la zone cohésive dégradés comme s'ils n'étaient pas présents, une condition de CONTACT a été appliquée entre les surfaces des cylindres et les surfaces des substrats (cf. Figure IV-21).



*Figure IV-21 : a) Vue éclatée des conditions de contact au sein d'une cellule unitaire ;  
b) Franchissement d'un motif par les cylindres de contact.*

### IV. 2. A. 3. Vérification du modèle : cas de l'interface continue

Plusieurs paramètres de la simulation doivent être vérifiés avant de commencer toute étude numérique de l'interface structurée. Pour ce faire, nous avons modélisé une interface continue Si/BCB/Si.

#### a) Impact de la viscosité

Les simulations font intervenir un paramètre adimensionnel spécifique appelé « viscosité ». Ce paramètre non-physique a pour but de faciliter les étapes de calculs, en favorisant la convergence lors de l'étape critique de l'amorçage de la fissure, et doit être du même ordre de grandeur que le pas de temps [GAO04]. Cependant, il faut prendre soin de vérifier que cela n'influence pas les résultats. La valeur de la viscosité doit être choisie de façon à ce que l'énergie dissipée par viscosité reste négligeable par rapport aux autres énergies. Les figures ci-après présentent la contribution de cette énergie à l'énergie du système pour une viscosité de  $10^{-5}$ . Les graphes montrent que cette valeur n'influence pas les résultats numériques puisque l'énergie dissipée par viscosité est infime. Pour toutes les études, on a donc choisi une viscosité de  $10^{-5}$ .

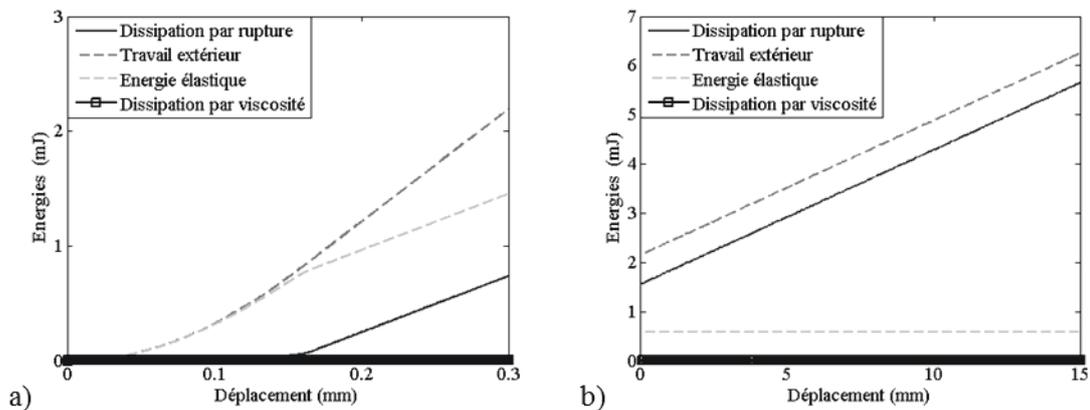


Figure IV-22 : Contribution de la viscosité ( $10^{-5}$ ) à l'énergie du système : a) Flexion 4-points ; b) Insertion de lame.

b) Loi de traction séparation

Nous regardons ensuite si la loi cohésive imposée est bien suivie au sein des éléments cohésifs. Pour l'essai de flexion 4-points, on trace la traction normale  $T_n$  et la traction tangentielle  $T_t$ , ainsi que la variable d'endommagement  $SDEG$  en fonction des ouvertures normales et tangentielles  $\delta_n$ ,  $\delta_t$  (cf. Figure IV-23). Pour l'essai d'insertion de lame,  $T_n$  et  $SDEG$  ont été tracés en fonction de  $\delta_n$  (cf. Figure IV-24). Le critère d'amorçage  $\beta$  choisi est quadratique donc l'endommagement débute lorsque :

$$\beta = \left(\frac{T_n}{T_{max}}\right)^2 + \left(\frac{T_t}{T_{max}}\right)^2 = 1 \quad (IV-46)$$

où  $T_{n,max}$  et  $T_{t,max}$  sont respectivement les tractions maximales que peut subir l'interface en mode normal pur et en mode de cisaillement pur. Dans notre modélisation, il a été fixé  $T_{n,max} = T_{t,max} = T_{max}$ .

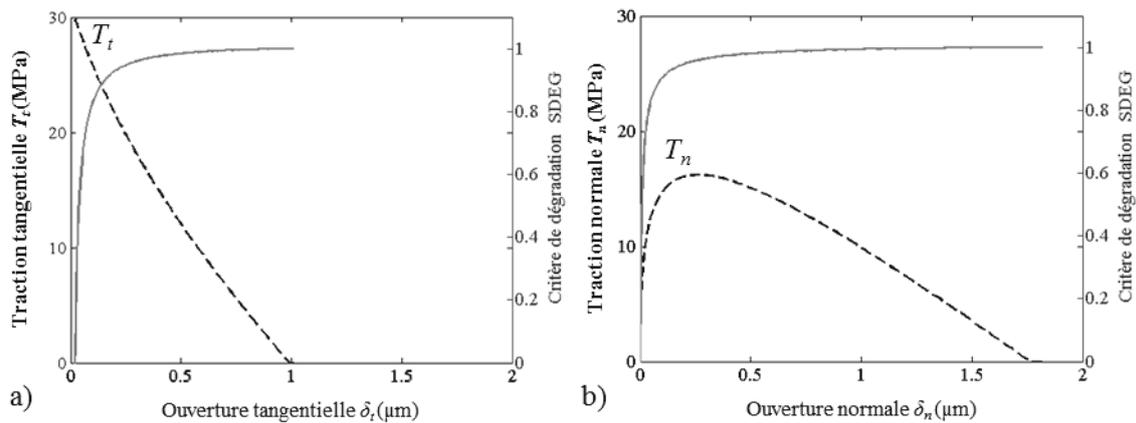
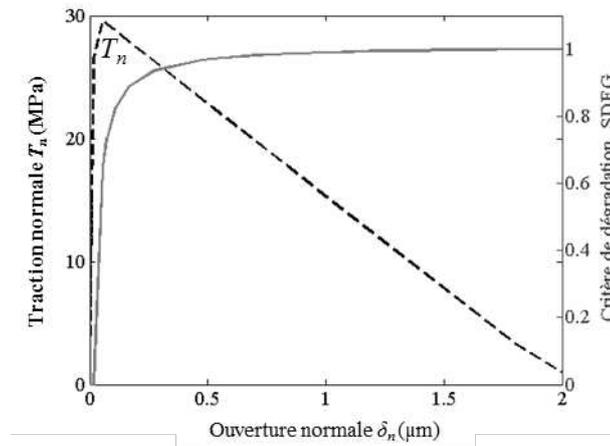


Figure IV-23 : Flexion 4-points: vérification de la loi de traction séparation dans les éléments cohésifs : a) Cisaillement ; b) Effort normal.



*Figure IV-24 : Insertion de lame : vérification de la loi de traction séparation dans les éléments cohésifs.*

Pour chacun des essais mécaniques, la loi est bien vérifiée puisque  $\beta$  est proche de 1 et l'énergie d'adhérence caractérisée  $G_c = G_{c,t} + G_{c,n}$  est bien égale à  $30 \text{ J/m}^2$ , la valeur consigne de la simulation (cf. Tableau IV-3). Pour la simulation de la flexion 4-points,  $\beta$  vaut 1,28. Ce dépassement est dû à la viscosité qui retarde l'endommagement et qui peut induire un léger excès dans les tractions effectivement appliquées.

*Tableau IV-3 : Vérification de la loi cohésive.*

	$T_t$ (MPa)	$\delta_t$ (mm)	$G_{c,t}$ (J/m <sup>2</sup> )	$T_n$ (MPa)	$\delta_n$ (mm)	$G_{c,n}$ (J/m <sup>2</sup> )	$\beta$	$G_c$ (J/m <sup>2</sup> )
<b>Flexion 4-points</b>	29,8	$1,01 \cdot 10^{-3}$	15,0	16,2	$1,82 \cdot 10^{-3}$	14,7	1,28	29,8
<b>Insertion de lame</b>	/	/	/	29,7	$2,08 \cdot 10^{-3}$	30,9	0,98	30,9

*c) Taille de la « process zone »*

Dans un troisième temps, il faut vérifier si la longueur de la « process zone » est égale à la valeur théorique  $\Delta_{pz} = 100 \text{ } \mu\text{m}$ . Lorsque la propagation est stationnaire, on observe

directement le nombre d'éléments cohésifs dont le critère de dégradation  $SDEG$  est compris entre 0,1 et 0,9 (cf. Figure IV-25).

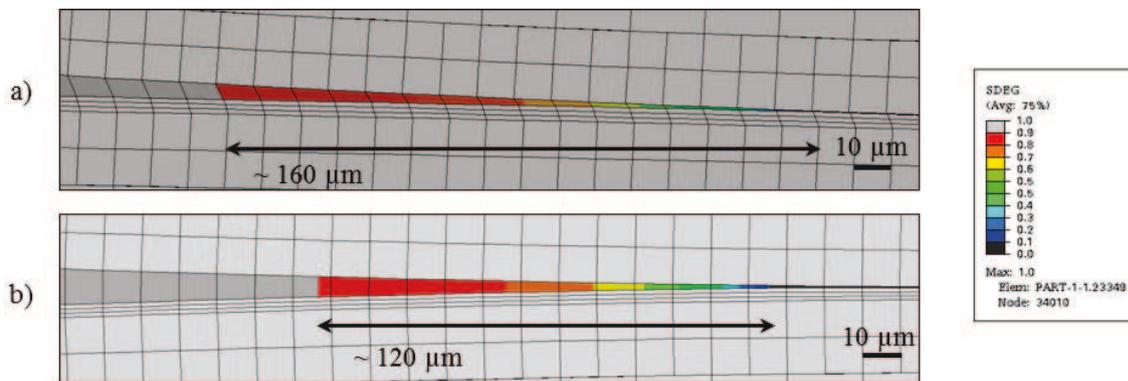


Figure IV-25 : Détermination de la longueur de la « process zone »  $\Delta_{pz}$  : a) Flexion 4-points ; b) Insertion de lame.

Dans le cas de la flexion 4-points, on trouve une longueur de « process zone » de 160  $\mu\text{m}$  contre 120  $\mu\text{m}$  pour l'insertion de lame. Ces longueurs sont du même ordre de grandeur que la taille des cordons. Une étude numérique spécifique est nécessaire afin de savoir s'il y a un effet d'échelle lorsque la largeur des cordons  $w$  est inférieure ou égale à  $\Delta_{pz}$ .

D'autre part, afin d'assurer une bonne stabilité du modèle, la longueur des éléments cohésifs est fixée par défaut à 10  $\mu\text{m}$ .

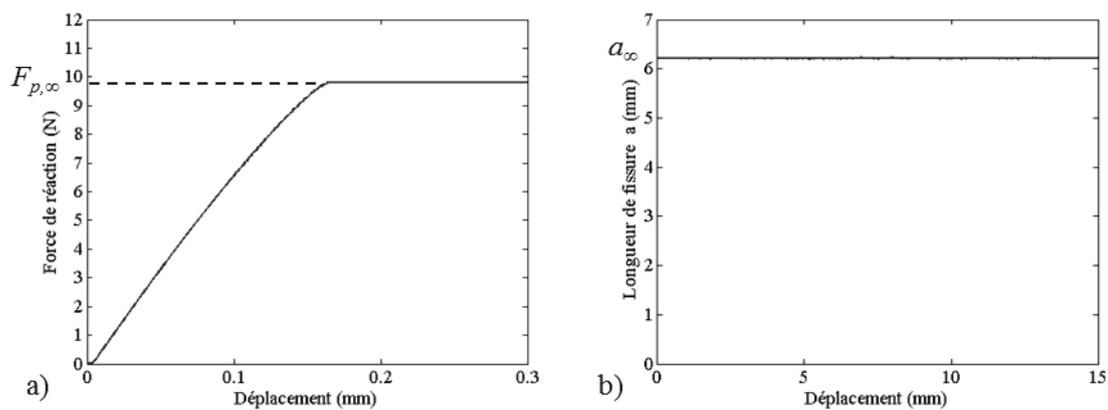
#### d) Détermination de l'énergie d'adhérence

La dernière vérification des modèles concerne la cohérence de l'énergie d'adhérence déduite du comportement mécanique du système au cours du calcul avec les données locales entrées dans la loi d'interface. Deux approches sont possibles : analytique et énergétique.

Dans un premier temps, on extrait des simulations les données nécessaires à l'application des modèles analytiques classiques. Dans le cas de la flexion 4-points, il s'agit de la force appliquée au niveau du plateau  $F_{p,\infty}$  lorsque la propagation de la fissure est stable. Dans le

cas du test de clivage au coin, il s'agit de la distance entre la lame insérée et le front de fissure, notée  $a_\infty$ .

Pour la simulation de l'essai de flexion 4-points, on trace la courbe de charge afin d'identifier la valeur du plateau de force (cf. Figure IV-26-a). Pour la simulation de l'essai de clivage au coin, on trace l'évolution de longueur de fissure  $a$  au cours de la translation de la lame (cf. Figure IV-26-b). Comme attendu, ces graphes montrent que pour une interface continue, un régime stationnaire de propagation est atteint (pas d'oscillation et  $a$  constant).



*Figure IV-26 : Simulation de l'interface continue : a) Courbe de charge obtenue pour l'essai de flexion 4-points ; b) Évolution de la longueur de fissure obtenue pour le test de clivage au coin.*

À l'aide des formules analytiques, on calcule ensuite les énergies d'adhérence (cf. Tableau IV-4). Avec l'essai de flexion 4-point, l'énergie d'adhérence caractérisée est de  $30,9 \text{ J/m}^2$ . On a donc un bon couplage entre les modèles numérique et analytique. Pour l'insertion de lame, les énergies d'adhérence calculées avec les modèles analytiques de Cognard et Kanninen présentent une imprécision de 10% par rapport à la valeur consignée  $G_c = 30 \text{ J/m}^2$ . Le modèle de Cognard surestime l'énergie d'adhérence de l'interface alors que la modèle de Kanninen sous-estime celle-ci. Cela montre que l'étude analytique du système n'est pas optimale.

Tableau IV-4 : Détermination des énergies d'adhérence des interfaces continues à l'aide des modèles analytiques classiques.

Flexion 4-points		Insertion de lame		
Plateau de force $F_{p,\infty}$ (N)	$G_\infty$ (J/m <sup>2</sup> )	Longueur de fissure $a_\infty$ (mm)	$G_{Cognard,\infty}$ (J/m <sup>2</sup> )	$G_{Kanninen,\infty}$ (J/m <sup>2</sup> )
9,80	30,9	6,21	33,8	27,3

Une autre manière de vérifier la cohérence des calculs est de calculer le taux de restitution d'énergie  $G$  de la structure au cours du calcul :

$$G = \frac{-dU}{dS} = \frac{-dU}{bda} \quad (\text{IV-47})$$

où  $U$  est l'énergie potentielle de l'ensemble de la structure,  $S$  est la surface libre créée et  $b$  la profondeur de la structure.

$G$  est ainsi une grandeur globale. Il convient de s'assurer que l'on a bien  $G = G_c$  lors de la propagation de la fissure.

L'évolution de l'énergie potentielle est accessible dans ABAQUS à partir de l'énergie de déformation élastique du système  $U_{el}$  et du travail des forces extérieures  $W_{ext}$  :

$$U = U_{el} - W_{ext} \quad (\text{IV-48})$$

Les évolutions de la longueur de fissure  $a$  et de l'énergie potentielle  $U$  le long du plateau de force sont bien approchées par des droites (cf. Figure IV-27, Figure IV-28). Il est ensuite aisé de remonter au taux de restitution d'énergie en régime stationnaire de propagation, que l'on note  $G_{ss}$ . On trouve  $G_{ss} = 30,2$  J/m<sup>2</sup> pour la flexion 4-points et  $G_{ss} = 30,0$  J/m<sup>2</sup> pour l'insertion de lame. Le calcul numérique est donc cohérent.

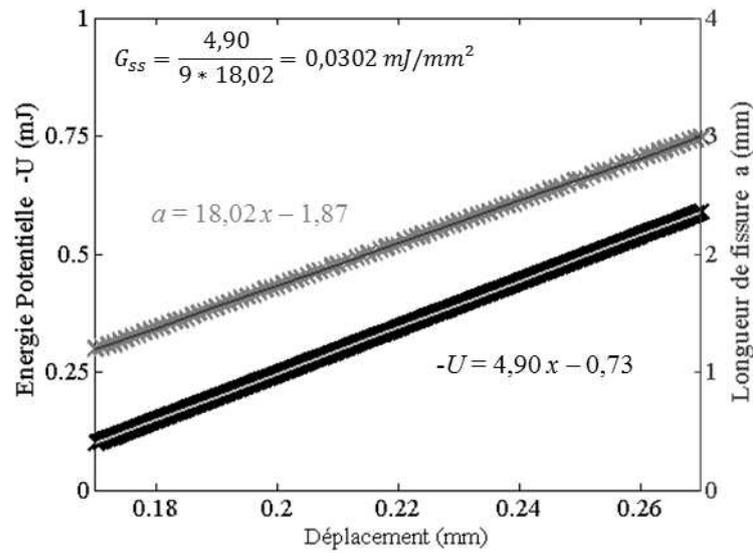


Figure IV-27 : Flexion 4-points : calcul du taux de restitution d'énergie  $G_{ss}$  à partir de l'énergie potentielle du système  $U$  et de la longueur de fissure  $a$  ( $SDEG = 0,9$ ).

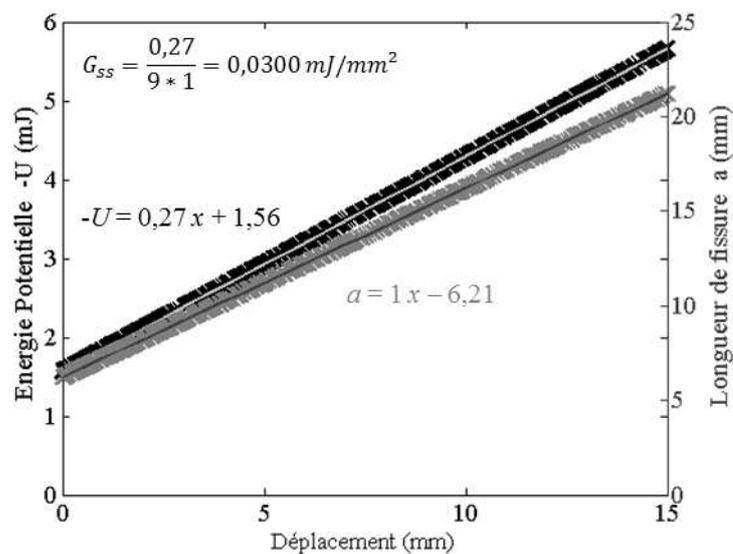


Figure IV-28 : Insertion de lame : calcul du taux de restitution d'énergie  $G_{ss}$  à partir de l'énergie potentielle du système  $U$  et de la longueur de fissure  $a$  ( $SDEG = 0,9$ ).

La stratégie de simulation de fissuration interfaciale choisie (couplage d'éléments de déformation plane avec des éléments cohésifs) indique une cohérence entre grandeur

énergétiques globales (calcul de  $G$ ) et données locales ( $G_c$ ), de plus elle est validée par les modèles analytiques classiques utilisables dans le cadre d'une interface continue. Cette stratégie peut donc être adaptée au cas d'une interface structurée, pour lequel aucun modèle analytique n'est disponible.

#### *IV. 2. B. Essai de flexion 4-points*

##### **IV. 2. B. 1. Influence de la « process zone »**

Pour commencer l'étude numérique de l'essai de flexion 4-points dans le cas d'une interface continue, on vérifie l'influence de la « process zone » sur les résultats. On rappelle que sa longueur est  $\Delta_{pz} = 160 \mu\text{m}$ . Afin de déterminer s'il y a un effet d'échelle lorsque  $\Delta_{pz}$  devient plus grand que la taille du motif  $w$ , on a réalisé une série de simulations pour laquelle on fixe l'aire de contact  $A_f = 1/4$  et l'on fait varier  $w$ . Les résultats en termes de courbe de charge sont proposés en Figure IV-29. On voit sur cette figure que la valeur du plateau de force est globalement la même pour toutes les simulations. Cela laisse à penser que cette valeur est uniquement liée à l'aire de contact. Cependant, les courbes en pointillés et les courbes en traits pleins n'ont pas le même comportement. Les premières ne présentent pas d'oscillation de la force au niveau du plateau, contrairement aux autres. Ces courbes correspondent à des motifs plus petits que la « process zone ». À petite échelle de motifs, l'interface est donc vue comme une interface continue. Pour les études présentées dans la suite, la taille des motifs est maintenue au-dessus de  $\Delta_{pz}$  ( $w \geq \Delta_{pz}$ ) afin d'éviter ces effets d'échelle. De plus, chaque oscillation correspond bien au moment où la fissure attaque un nouveau cordon.

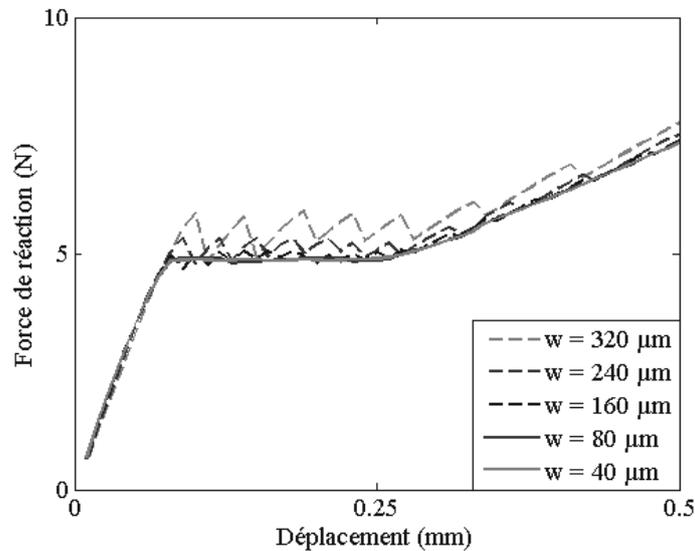


Figure IV-29 : Flexion 4-points : Évolution de la courbe de charge en fonction de la largeur du motif ( $A_f=1/4$ ) : pour les courbes en pointillés,  $w > \Delta_{pz}$ , pour les courbes en continu,  $w < \Delta_{pz}$ .

#### IV. 2. B. 2. Influence de l'aire de contact

Dans un second temps, nous avons étudié l'influence de l'aire de contact sur différents paramètres : courbe de charge, longueur de fissure et bien sûr énergie d'adhérence ; cela afin de vérifier une proportionnalité possible entre la résistance de l'interface et l'aire de contact. Pour cette étude, on fixe la valeur de  $w$  à  $160 \mu\text{m}$  ( $> \Delta_{pz}$ ) et l'on fait varier la longueur de la cellule unitaire  $L_{sub}$  de  $190 \mu\text{m}$  à  $1600 \mu\text{m}$ . On balaie ainsi des valeurs d'aire de contact  $A_f$  comprises entre  $1/10$  et  $5/6$  (cf. Figure IV-30).

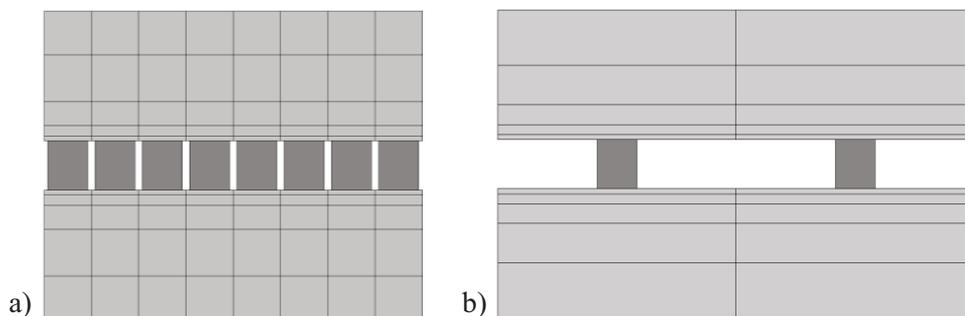


Figure IV-30 : Représentation des deux cas de l'étude l'influence de l'aire de contact : a)  $A_f = 5/6$  ; b)  $A_f = 1/6$ .

## a) Courbe de charge

Sur la Figure IV-31, on peut voir l'évolution de la courbe de charge en fonction de l'aire de contact  $A_f$ . Comme attendu, lorsque l'on se rapproche de l'interface continue, les oscillations du plateau de force disparaissent. De plus, le comportement expérimental est bien retrouvé puisque le plateau de force s'arrête lorsque la fissure atteint le niveau de l'appui intérieur. À ce moment-là, le modèle décrit uniquement la flexion du substrat supérieur.

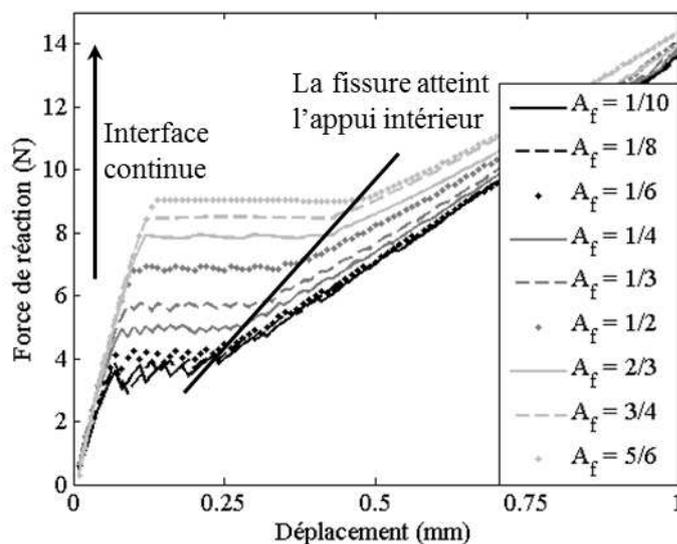


Figure IV-31 : Flexion 4-points : Courbes de chargement (force=f(déplacement)) pour différentes valeurs d'aire de contact  $A_f$  ( $w = 160 \mu\text{m}$ ).

## b) Longueur de fissure

Avec l'outil numérique et la présence de la zone cohésive à l'interface entre le cordon de polymère et le substrat, il est possible de suivre la position du front de fissure au cours du calcul. Il est donc possible de connaître la longueur de fissure à chaque instant. La Figure IV-32 montre l'évolution de celle-ci en fonction de l'aire de contact. On remarque que la longueur de fissure varie de manière linéaire lorsque  $A_f$  est proche de 1. Au contraire, pour une interface avec des petits motifs très espacés ( $A_f = 1/6$  par exemple), la longueur de fissure évolue de façon instable. On peut reconnaître des crans qui correspondent aux sauts de la fissure d'un cordon à l'autre.

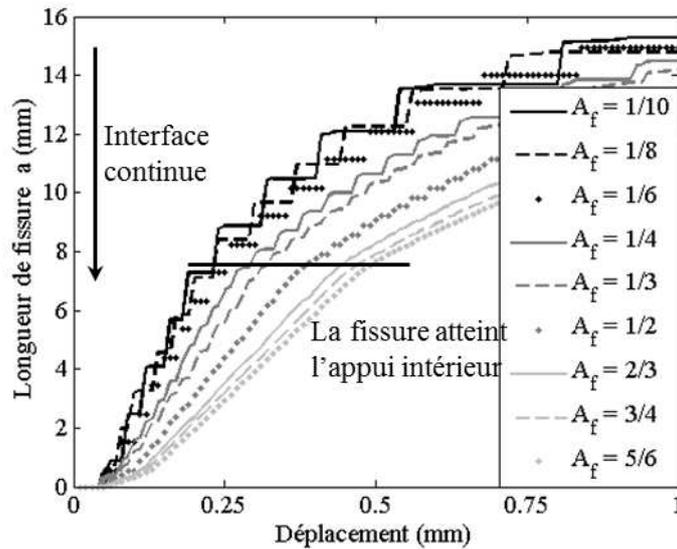


Figure IV-32 : Flexion 4-points : Évolution de la longueur de fissure (définie pour  $SDEG = 0,9$ ) pour différentes valeurs d'aire de contact  $A_f$  ( $w = 160 \mu\text{m}$ ).

### c) Énergie d'adhérence

Dans la formulation analytique, l'énergie d'adhérence est proportionnelle à  $F_p^2$ . Lorsqu'il y a des oscillations (propagation périodique de la fissure), on utilise les valeurs maximales et minimales du plateau de force (cf. Figure IV-33) pour le calcul de l'énergie d'adhérence. Comme attendu, les valeurs du plateau de force tendent vers la valeur  $F_{p,\infty}$  obtenue avec la simulation de l'interface continue lorsque  $A_f$  se rapproche de 1. Cependant, lorsque  $A_f$  est faible ( $A_f < 1/4$ ), l'incertitude quant à la valeur du plateau de force augmente, ce qui risque d'avoir un impact sur les valeurs d'énergie d'adhérence.

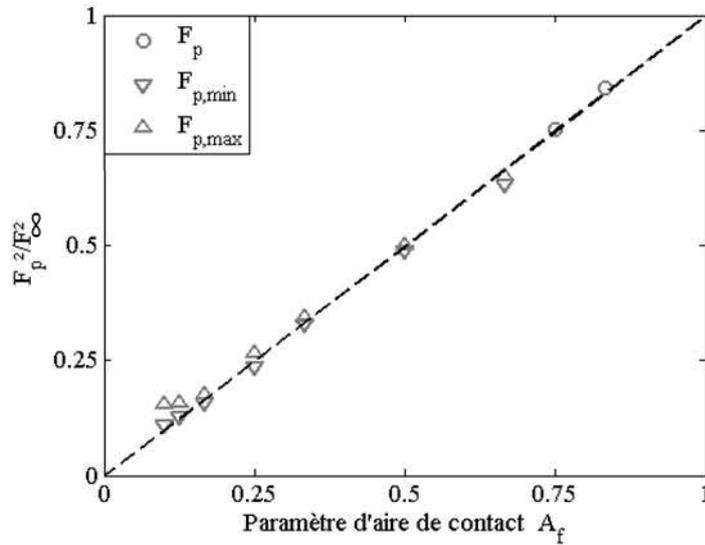


Figure IV-33 : Flexion 4-points : Impact de l'aire de contact  $A_f$  sur le plateau de force  $F_p$  ( $w = 160 \mu\text{m}$ ).

Les résultats en termes d'énergie d'adhérence apparente (ou globale)  $G$  et d'énergie d'adhérence effective (ou locale)  $G_{eff}$  i.e. corrigée par l'aire de contact  $A_f$  sont présentés dans la Figure IV-34.

On voit que  $G$  varie linéairement avec l'aire de contact. D'autre part, pour  $A_f > 1/4$  les valeurs corrigées ( $G_{eff}$ ), sont égales à  $30 \text{ J/m}^2$ , ce qui correspond bien à la valeur  $G_\infty$  de l'interface continue et aussi à  $G_c$ , définie comme paramètre d'entrée de la loi de traction séparation. Cependant, lorsque le paramètre d'aire de contact diminue, les valeurs d'énergie d'adhérence effective ne sont plus cohérentes.

Ainsi, l'utilisation des formules analytiques élaborées pour les interfaces continues est possible dans le cas d'interfaces structurées tant que le paramètre d'aire de contact est supérieur à  $1/4$ . Théoriquement, en faisant une corrélation entre les valeurs expérimentales obtenues en termes de plateau de force et les résultats des modélisations numériques, il doit donc être possible de déterminer les paramètres de zone cohésive adéquats pour la définition du comportement de l'interface. Par contre, pour  $A_f < 1/4$ , le recours à la simulation numérique est nécessaire du fait de la forte périodicité de la propagation.

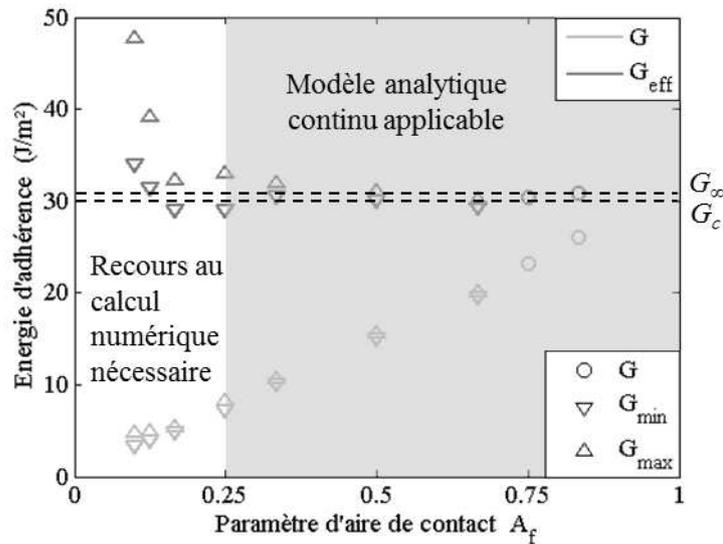


Figure IV-34 : Flexion 4-points : Impact de l'aire de contact  $A_f$  sur l'énergie d'adhérence apparente  $G$  et l'énergie d'adhérence effective  $G_{eff}$ .

Une autre manière de déterminer la résistance de l'interface est de calculer le taux de restitution d'énergie que l'on note par :

$$G = \frac{-dU}{dS} = \frac{-dU}{lda} \quad (\text{IV-49})$$

où  $S$  est la surface libre créée et  $l$  la profondeur de la structure.

On propose les exemples de calcul du taux de restitution d'énergie pour les cas extrêmes  $A_f = 5/6$  et  $1/10$ .

Pour  $A_f = 5/6$  (cf. Figure IV-35-a), les évolutions de la longueur de fissure  $a$  et de l'énergie potentielle  $U$  le long du plateau de force sont bien approchées par des droites. Il est alors aisé de remonter au taux de restitution d'énergie :

$$G = - \frac{dU}{bda} = \frac{4,5}{9 * 19,75} = 0,025 \text{ mJ/mm}^2 = 25 \text{ J/m}^2 \quad (\text{IV-50})$$

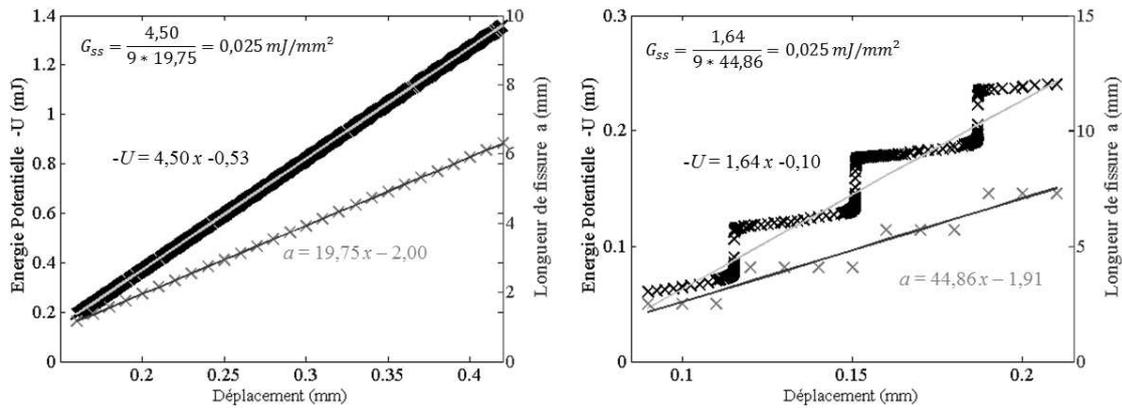


Figure IV-35 : Flexion 4-points : Exemples de calculs du taux de restitution d'énergie  $G_{ss}$  à partir de l'énergie potentielle du système  $U$  et de la longueur de fissure  $a$  ( $w = 160 \mu\text{m}$ ) :  
 a)  $L_{sub} = 190 \mu\text{m}$  et  $A_f = 5/6$  ; b)  $L_{sub} = 1600 \mu\text{m}$  et  $A_f = 1/10$ .

Pour le cas  $A_f = 1/10$  (cf. Figure IV-35-b), l'approximation par des droites est difficile à cause de la propagation périodique de la fissure. Le calcul conduit tout de même au taux de restitution d'énergie suivant :

$$G = - \frac{dU}{bda} = \frac{1,64}{9 * 44,9} = 0,004 \text{ mJ/mm}^2 = 4 \text{ J/m}^2 \quad (\text{IV-51})$$

Il est ensuite possible de calculer un taux de restitution d'énergie effectif  $G_{eff}$  corrigé par l'aire de contact  $A_f$  (cf. Figure IV-36). Cette méthode de résolution donne les mêmes résultats que ceux obtenus à partir de la valeur du plateau de force. Ici aussi, le taux de restitution d'énergie varie linéairement avec l'aire de contact et tend vers  $G_c$  et  $G_\infty$  lorsque l'on se rapproche de  $A_f = 1$ . Cependant, les valeurs d'énergie d'adhérence effective ne sont plus cohérentes lorsque  $A_f < 1/4$ .

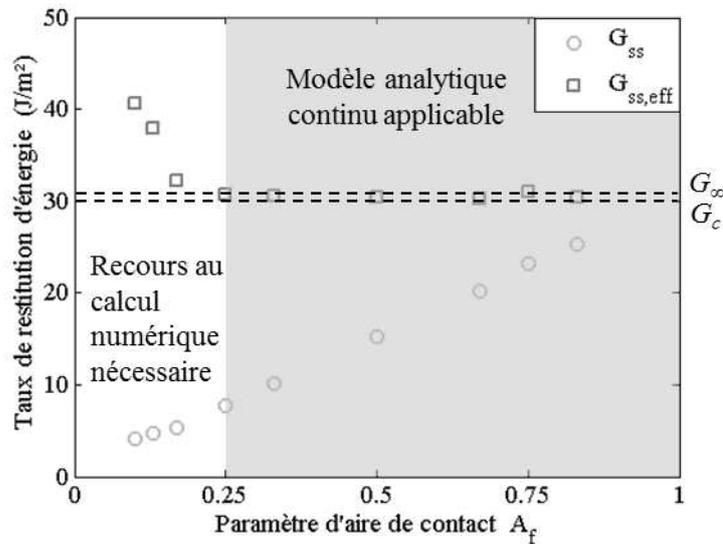


Figure IV-36 : Impact de l'aire de contact  $A_f$  sur le taux de restitution d'énergie apparent  $G_{ss}$  et le taux de restitution d'énergie effectif  $G_{ss,eff}$ .

Pour l'essai de flexion 4-points, il y a donc deux façons de déterminer la résistance de l'interface structurée polymère/silicium : à partir du plateau de force ou de l'énergie potentielle.

Le test de flexion 4-points possède une robustesse telle que la réponse d'une interface structurée d'énergie d'adhérence effective  $G_{eff}$  est très proche de celle d'une interface continue d'énergie d'adhérence  $G$ . Cette propriété n'a été vérifiée que dans les cas où le paramètre d'aire de contact  $A_f$  est supérieur à 1/4. En revanche, pour  $A_f < 1/4$ , il faut simuler très précisément la propagation de la fissure au sein d'un cordon pour pouvoir évaluer le taux de restitution d'énergie à chaque avancée de la fissure. Pour l'instant, les simulations montrent que l'évolution de celle-ci se fait en marche d'escalier, des points supplémentaires sont nécessaires. Expérimentalement, cela signifie qu'une instrumentation pointue est nécessaire pour l'étude de cette interface structurée lorsque  $A_f < 1/4$ .

### IV. 2. B. 3. Comparaison avec les résultats expérimentaux

On peut distinguer deux situations  $A_f > 1/4$  ( $L_{sub} < 640 \mu\text{m}$ ) et  $A_f < 1/4$  ( $L_{sub} > 640 \mu\text{m}$ ). Dans le premier cas, on a vu qu'il était possible d'utiliser le modèle analytique classique avec pour seule modification la prise en compte de  $A_f$ . Un travail d'ajustement devrait permettre de trouver un set de paramètres adéquats pour la loi cohésive. Dans le second cas, un suivi plus détaillé de la propagation de la fissure au sein d'un cordon est nécessaire, tant expérimentalement que numériquement. Sachant que pour nos échantillons, on a seulement  $A_f = 1/2$  et  $A_f = 1/4$ , il semble vain d'essayer de corréler nos résultats. Des valeurs expérimentales supplémentaires sont nécessaires.

## IV. 2. C. Essai d'insertion de lame

### IV. 2. C. 1. Étude de la longueur de fissure

Avant toute étude dimensionnelle ou géométrique, on observe l'évolution de la longueur de fissure au cours du déplacement de la « lame de rasoir ». Si la propagation est stationnaire alors la longueur de fissure est constante. Pour ce faire, on a fixé le paramètre d'aire de contact  $A_f = 1/4$ . On rappelle que  $A_f$  est défini comme le rapport  $w/L_{sub}$  où  $L_{sub}$  est la largeur de la cellule unitaire et  $w$  la largeur du cordon. On a testé deux largeurs de cordon :  $w = 25$  et  $250 \mu\text{m}$ . Les résultats de ces simulations sont présentés sur la Figure IV-37.

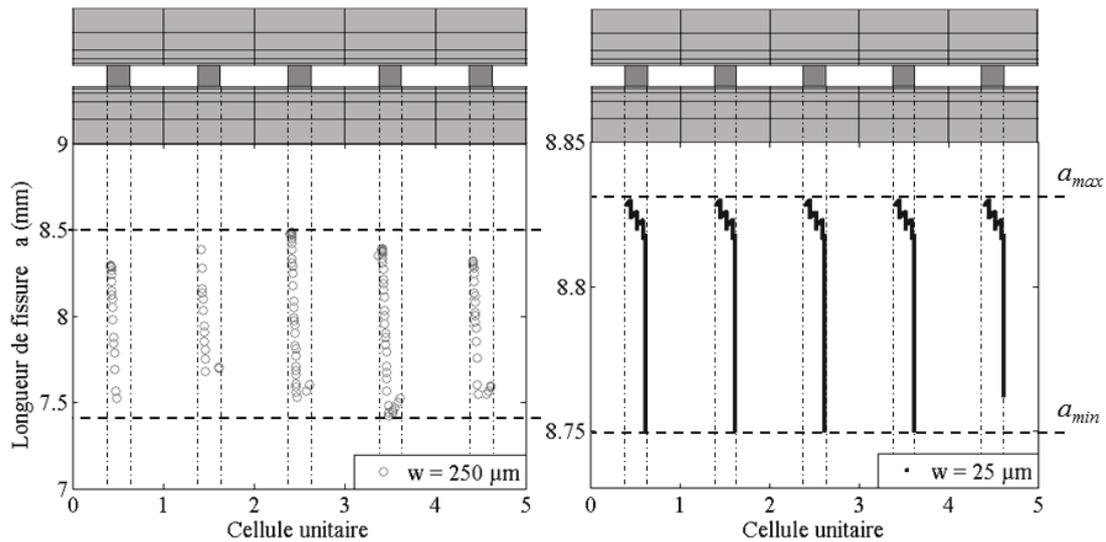


Figure IV-37 : Évolution de la longueur de fissure ( $SDEG = 0,9$ ) au cours de la simulation de l'essai d'insertion de lame pour deux cas extrêmes:  $w \in [25 ; 250]$  ( $A_f = 1/4$ ).

Comme attendu, la propagation de la fissure se fait de façon périodique puisque notre interface est composée de motifs discontinus et répétés. Cependant, même lorsque la fissure se propage au-dessus d'un cordon, cette propagation n'atteint pas un régime stationnaire.

Les échantillons de ces deux modèles ont le même  $A_f$ . Changer la largeur des motifs a aussi modifié l'espacement entre eux : celui-ci est passé de  $750 \mu\text{m}$  ( $w = 250 \mu\text{m}$ ) à  $75 \mu\text{m}$  ( $w = 25 \mu\text{m}$ ). En observant la propagation de la fissure sur un seul cordon, on voit très clairement que les deux configurations étudiées n'ont pas le même comportement. Lorsque l'espacement est grand, la longueur de fissure commence par diminuer puis ré-augmente. Cela signifie que la propagation est stable sur une première partie de l'interface. Par contre, lorsque l'espacement est plus faible, la longueur de fissure chute brutalement. La propagation est instable, les oscillations visibles sont associées à la régularisation numérique (viscosité) qui a facilité la convergence. Cette étude est une confirmation des observations du paragraphe IV. 1. B. 3. : la propagation d'une fissure à une interface structurée est globalement instable ; pour obtenir une propagation stable sur une première partie du cordon, il faut augmenter la distance inter-cordons.

La longueur de fissure diminue globalement et oscille entre deux extrema notés  $a_{min}$  et  $a_{max}$ . Il ne sera pas possible de calculer le taux de restitution d'énergie apparent à cause de cette périodicité.

On réalise une série de simulations pour lesquelles on fixe l'aire de contact ( $A_f = 1/4, 1/3, 1/2$ ) et l'on fait varier  $w$ . On choisit de reporter les longueurs de fissure maximale  $a_{max}$  enregistrée lors de l'étape de propagation. Les résultats sont proposés en Figure IV-38. On voit que la valeur  $a_{max}$  est globalement la même pour une même valeur de  $A_f$ . Cela laisse à penser que la longueur de fissure est uniquement liée à l'aire de contact et cela aussi lorsque  $w < \Delta_{pz} = 120 \mu\text{m}$ . Cependant, les grandeurs encadrées, qui correspondent à des espacements entre cordons égaux ou supérieurs à 1 mm, ont un comportement différent et s'éloignent des autres grandeurs de la série. On retrouve bien l'impact du paramètre « espacement » comme précédemment. D'un autre côté, il n'y a pas d'effet dû à la taille de la « process zone », il est donc possible d'étudier des motifs plus petits que  $120 \mu\text{m}$ .

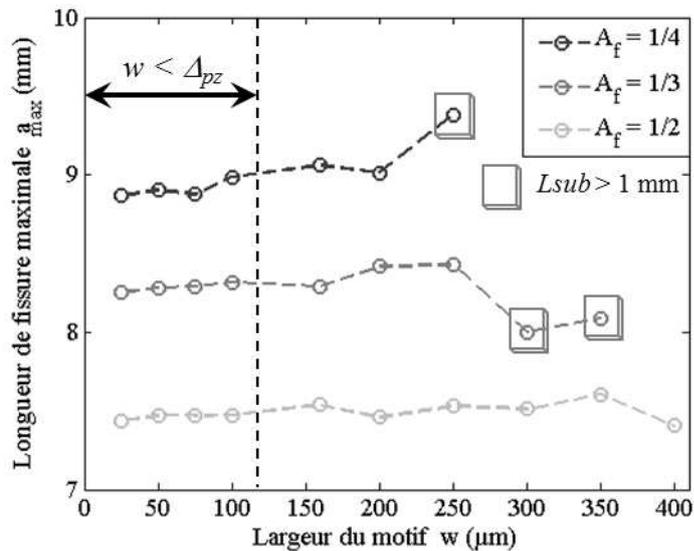
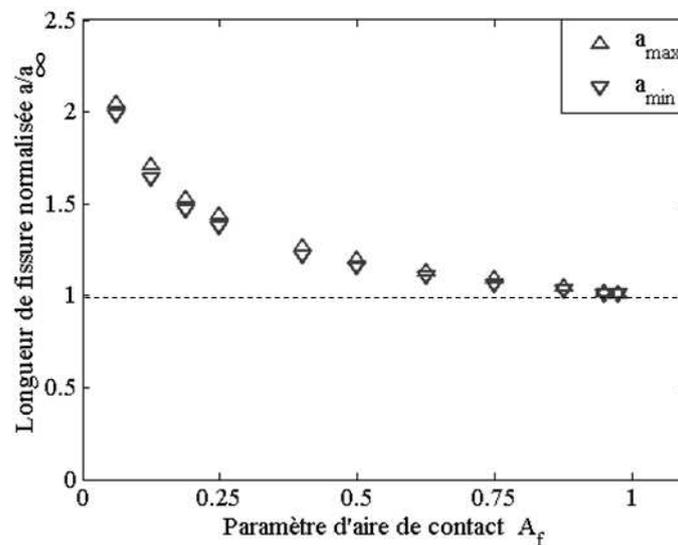


Figure IV-38 : Évolution de la longueur de fissure maximale ( $SDEG = 0,9$ ) en fonction de la largeur du motif  $w$  et pour différents paramètres d'aire  $A_f$ .

Dans un second temps, nous avons étudié l'influence de l'aire de contact sur la longueur de fissure et bien sûr l'énergie d'adhérence ; cela afin de vérifier une proportionnalité possible entre la résistance de l'interface et l'aire de contact. Pour cette étude, on fixe la

valeur de  $L_{sub}$  à 400  $\mu\text{m}$  et l'on fait varier la largeur du motif  $w$  de 25  $\mu\text{m}$  à 390  $\mu\text{m}$ . On balaie ainsi des valeurs d'aire de contact  $A_f$  comprises entre 1/16 et 39/40.

Les résultats sont présentés sur la Figure IV-39. Comme attendu, la longueur de fissure tend vers la valeur obtenue avec la simulation de l'interface continue  $a_\infty$  lorsque  $A_f$  se rapproche de 1. Cependant, lorsque  $A_f$  est faible ( $A_f < 1/4$ ), l'écart entre les longueurs de fissure maximale et minimale augmente, ce qui risque d'avoir un impact sur les valeurs d'énergie d'adhérence.



*Figure IV-39 : Impact de l'aire de contact  $A_f$  sur la longueurs de fissure maximale et minimale calculées à  $SDEG = 0,9$  ( $L_{sub} = 400 \mu\text{m}$ ).*

#### IV. 2. C. 2. Détermination de l'énergie d'adhérence

Les résultats en termes d'énergie d'adhérence apparente  $G$  et d'énergie d'adhérence effective  $G_{eff}$  i.e. corrigée par l'aire de contact  $A_f$  sont présentés dans la Figure IV-40. Deux séries de valeurs sont proposées dans le but de comparer les deux modèles analytiques (Cognard et Kanninen). Sur la Figure IV-40-a, les calculs ont été effectués avec  $a_{max}$  alors que sur la Figure IV-40-b, les calculs ont été effectués avec  $a_{min}$ .

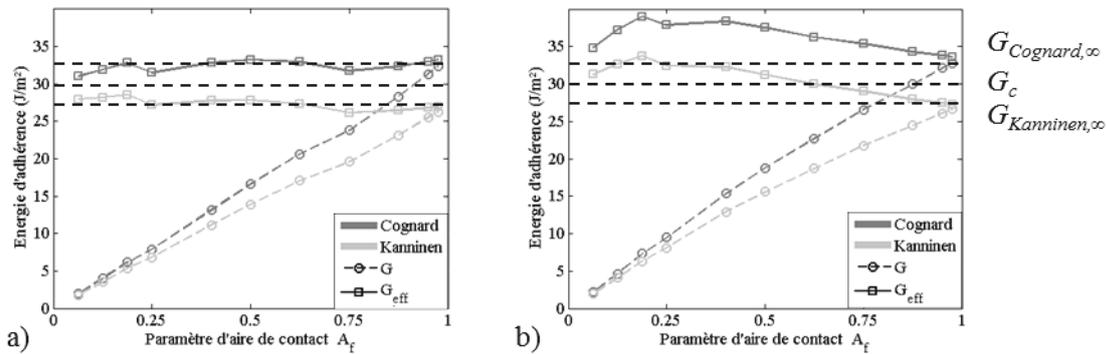
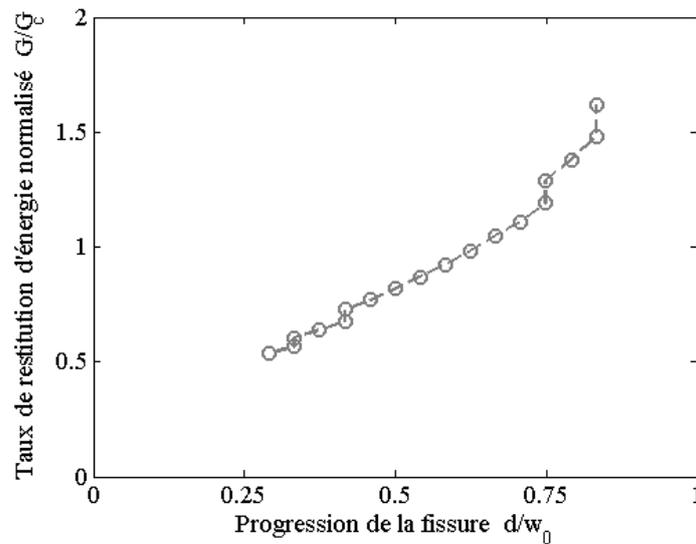


Figure IV-40 : Impact de l'aire de contact  $A_f$  sur l'énergie d'adhérence apparente  $G$  et l'énergie d'adhérence effective  $G_{eff}$  calculées à partir de la longueur de fissure ( $SDEG = 0,9$ ) avec les deux modèles analytiques : Cognard et Kanninen : a) Longueur de fissure maximale ; b) Longueur de fissure minimale.

Quel que soit le modèle employé,  $G$  varie linéairement avec l'aire de contact. En utilisant  $a_{max}$ , les valeurs corrigées ( $G_{eff}$ ) sont égales à  $G_{Cognard,\infty}$  ou  $G_{Kanninen,\infty}$ , valeurs obtenues pour l'interface continue, selon le modèle analytique employé. Avec les modèles analytiques, l'énergie d'adhérence est soit surestimée (Cognard), soit sous-estimée (Kanninen), par rapport à la valeur de référence  $G_c$ . Une fois de plus, l'utilisation de ces modèles classiques peut-être questionnée. Avec l'utilisation de  $a_{min}$  par contre, les résultats n'ont aucune pertinence.

À cause de la périodicité de la propagation de la fissure, il est impossible d'appliquer la méthode énergétique i.e. de calculer le taux de restitution d'énergie en fonction de l'avancement de la fissure. On peut néanmoins se focaliser sur la propagation au sein d'un cordon. On prend l'exemple suivant :  $A_f = 1/4$  avec  $w_0 = 640 \mu\text{m}$  et  $L_{sub} = 2560 \mu\text{m}$ . À chaque étape de dégradation du cordon, on calcule le taux de restitution d'énergie associé et on obtient l'évolution de celui-ci en fonction de l'avancée de la fissure  $d/w_0$  où  $d$  est la longueur de cordon dégradée (cf. Figure IV-41). La figure montre bien qu'il est difficile de suivre la fissure à chaque instant et que le taux de restitution d'énergie apparaît croissant. On peut supposer qu'il existe un régime stable au début de l'endommagement mais des données numériques supplémentaires sont nécessaires.



*Figure IV-41 : Évolution du taux d'énergie normalisé lors de la dégradation d'un cordon.*

#### *IV. 2. D. Discussion*

Deux modèles numériques ont été élaborés pour représenter au plus près de la réalité les deux essais mécaniques : la flexion 4-points et l'insertion de lame. Seule la configuration où les lignes de polymère sont orthogonales à la direction de propagation de la fissure a été étudiée car elle est la plus intéressante au niveau de la compréhension du comportement de la fissure à l'échelle locale. De plus, une modélisation en deux dimensions suffit.

Les deux modèles ont été vérifiés dans le cas d'une interface continue. Une comparaison entre les taux de restitution d'énergie obtenus par approche énergétique à partir des calculs numériques et les modèles analytiques a montré qu'il y a une bonne concordance pour le test de flexion 4-points. Cependant, pour le test de clivage au coin, les deux modèles analytiques sont en décalage (surestimation pour le modèle de Cognard, sous-estimation pour Kanninen) par rapport aux résultats numériques.

Dans un second temps, ces modèles ont servis à étudier le comportement de l'interface discontinue. Plusieurs paramètres ont été variés : la taille des cordons et l'aire de contact ; ce qui revient à étudier aussi l'influence de l'espacement des motifs.

Le test de flexion 4-points possède une robustesse telle que la réponse d'une interface structurée d'énergie d'adhérence effective  $G_{\text{eff}}$  est très proche de celle d'une interface continue d'énergie d'adhérence  $G$ . Cette propriété n'a été vérifiée que dans les cas où le paramètre d'aire de contact  $A_f$  est supérieur à  $1/4$  (petit espacement). La propagation de la fissure est alors instable, dès qu'une partie du cordon est endommagée, la totalité de celui-ci se dégrade. En revanche, pour  $A_f < 1/4$  (espacement important), il faut simuler très précisément la propagation de la fissure au sein d'un cordon pour pouvoir évaluer le taux de restitution d'énergie à chaque avancée de la fissure. En effet, il existe une zone au début du cordon où la propagation de la fissure se fait de façon stable. Pour l'instant, les simulations montrent que l'évolution de celle-ci se fait en marche d'escalier, des points supplémentaires sont nécessaires. Expérimentalement, cela signifie qu'une instrumentation pointue est nécessaire pour l'étude de cette interface structurée lorsque  $A_f < 1/4$ .

Pour le test d'insertion de lame, dans le cas où les motifs sont peu espacés et la propagation instable, l'utilisation des modèles classiques avec la correction de l'aire de contact permet de retrouver les mêmes valeurs d'énergies d'adhérence effective que celles obtenues lors de l'étude de l'interface continue. Cependant, la périodicité de la propagation de fissure est très forte et interdit l'utilisation de l'approche énergétique (i.e. le calcul du taux de restitution d'énergie en fonction de l'avancée de la fissure). On peut néanmoins se focaliser sur la propagation au sein d'un cordon. À chaque étape de dégradation du cordon, on calcule le taux de restitution d'énergie associé et on obtient l'évolution de celui-ci en fonction de l'avancée de la fissure  $d/w_0$  où  $d$  est la longueur de cordon. Il est difficile de suivre la fissure à chaque instant mais on peut dire que le taux de restitution d'énergie est croissant. On peut supposer qu'il existe un régime stable au début de l'endommagement mais des données numériques supplémentaires sont nécessaires.

La robustesse de l'essai de flexion 4-points est assurée par l'invariance du moment dans le substrat. Le chargement est peu sensible au comportement de l'interface et de plus, les conditions aux limites ne changent pas. Pour l'essai d'insertion de lame au contraire, les conditions aux limites du système dépendent de l'état de dégradation du cordon. L'endommagement du motif induit un affaiblissement des conditions aux limites i.e. une diminution globale de la rigidité du système. Ainsi, les conditions de chargement sont très sensibles au comportement local de l'interface.

### IV. 3. Influence de la plasticité

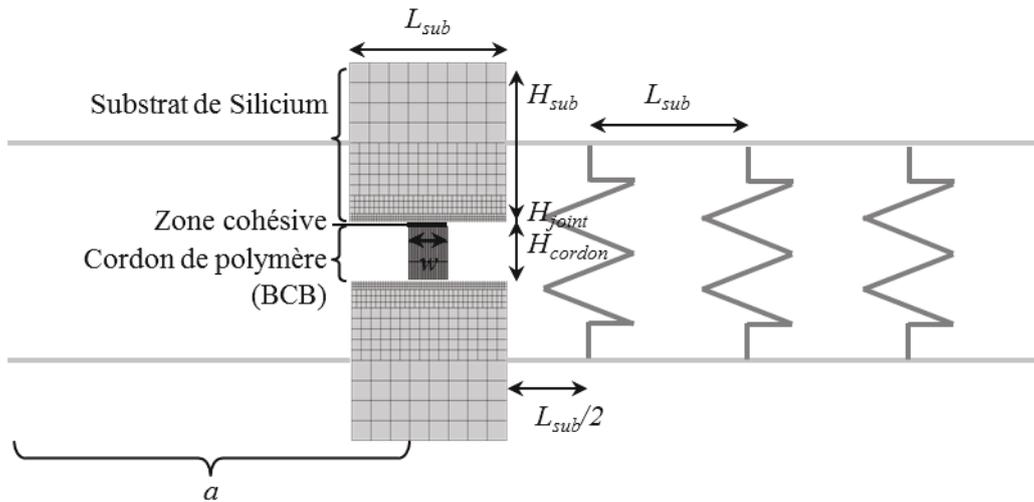
On souhaite déterminer l'influence d'une éventuelle déformation plastique du cordon de polymère sur l'évolution de la fissuration interfaciale et sur l'estimation de la résistance globale de l'interface. Pour cette étude, on modélise uniquement l'essai s'insertion de lame.

#### *IV. 3. A. Modélisation de l'essai en présence de plasticité dans le polymère*

Dans cette étude, on s'intéresse à l'amorçage et à la propagation de la fissure au passage d'un unique cordon, de manière à avoir une modélisation allégée de l'échantillon.

On formule l'hypothèse que les cordons de polymère situés derrière le front de fissure sont totalement dégradés. À l'inverse, on suppose que les cordons de polymère situés devant ne sont pas endommagés par la sollicitation. On aboutit ainsi à un modèle simplifié (cf. Figure IV-42).

Une seule cellule unitaire est décrite complètement par un modèle 2D en déformations planes. De part et d'autre de la cellule unitaire, les substrats sont décrits par des poutres. Les cordons intègres de polymère sont alors modélisés par des ressorts reliant les deux poutres. Cette description du modèle permet de minimiser le nombre d'éléments et ainsi de limiter la durée des calculs numériques.



*Figure IV-42 : Modélisation de l'échantillon pour l'étude numérique de la plasticité.*

Une fois de plus, toutes les dimensions et propriétés des matériaux sont paramétrées dans le code python.  $L_{sub}$  est la largeur de la cellule unitaire,  $w$  est la largeur des cordons,  $H_{sub}$  et  $H_{cordon}$  renvoient respectivement à l'épaisseur du substrat et du cordon. La profondeur de la structure est  $b = 9$  mm. Un paramètre supplémentaire apparaît dans cette simulation : la longueur de fissure  $a$ . Elle correspond à la distance entre le front de fissure et la lame.

Le silicium a toujours un comportement mécanique purement élastique (cf. Tableau IV-5) mais le polymère est décrit comme un matériau élasto-plastique quasi-parfait (cf. Figure IV-43-a) de limite élastique  $\sigma_y$ . À l'interface polymère/silicium supérieure, on introduit une couche d'éléments cohésifs. Le comportement de ces éléments obéit à la même loi cohésive de type Needleman linéarisée que celle utilisée pour l'étude élastique (cf. Figure IV-43-b). La raideur  $k$  des ressorts représentant les cordons non endommagés est estimée à 900 N/mm comme suit :

$$k = E_{BCB} \frac{A_{cordon}}{H_{cordon}} = E_{BCB} \frac{w * b}{H_{cordon}} = 900 \text{ N/mm} \quad (\text{IV-52})$$

Tableau IV-5 : Propriétés des matériaux

Matériau	Module de Young (GPa)	Coefficient de Poisson
Silicium	185	0,28
Polymère (BCB)	3	0,34

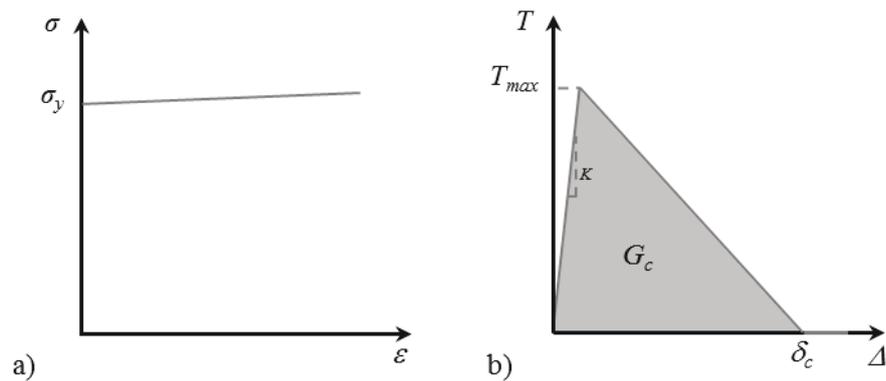
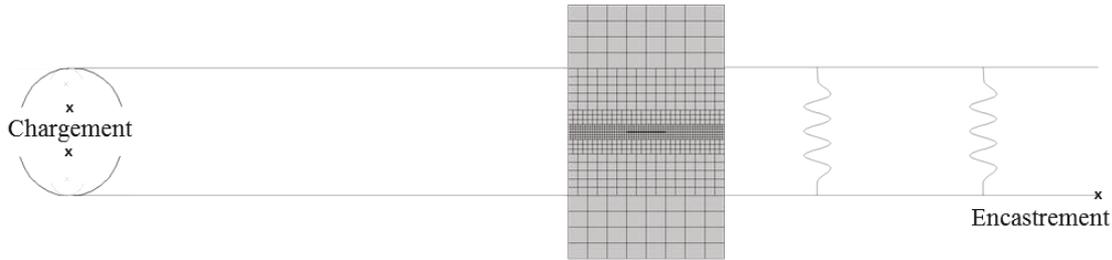


Figure IV-43 : Lois de comportement : a) Élasto-plasticité du polymère ; b) Zone cohésive.

Les conditions de chargement appliquées pour ce modèle sont similaires à celles mises en place pour le modèle purement élastique (cf. Figure IV-44). Les deux cylindres rigides qui représentent les deux extrémités de la lame de rasoir sont paramétrés afin de simuler l'insertion de la lame et sa translation. On utilise un point d'encastrement afin d'éviter les mouvements de corps rigide de l'échantillon.

La partie délicate réside dans une bonne prise en compte du couplage cinématique entre les éléments de poutre et les éléments 2D, représentant tous le même objet (le substrat de silicium). Dans la modélisation des poutres, la ligne droite représente la fibre neutre de la poutre. On la fait coïncider avec la ligne médiane du bloc 2D représentant le substrat Si. Ensuite, on fait en sorte que les nœuds au bord de la section 2D du substrat restent alignés et conservent une direction normale à la fibre neutre. Ceci correspond aux hypothèses de Bernoulli en théorie des poutres. Ainsi, lorsque la poutre tourne d'un angle  $\theta$ , la section latérale du bloc 2D tourne du même angle  $\theta$ . Dans ABAQUS, ces couplages sont appliqués en utilisant les Multipoint Constraints (MPC) à insérer directement dans le fichier source (.inp). Il s'agit en fait d'une série d'équations liant les degrés de liberté.

Cela conduit à l'élimination de certains d'entre eux considérés comme « esclaves » au profit d'autres degrés de liberté « maîtres ».



*Figure IV-44 : Étude de la plasticité : conditions aux limites et de chargement pour la simulation de l'essai d'insertion de lame.*

### IV. 3. B. Résultats

#### IV. 3. B. 1. Déclenchement de la plasticité

Pour cette étude, une seule géométrie a été retenue. Le but étant de regarder l'influence des propriétés mécaniques. La largeur de la cellule unitaire est  $L_{sub} = 640 \mu\text{m}$  et la largeur du motif est  $w = 160 \mu\text{m}$  (choisie plus grande que la longueur de la « process zone »,  $\Delta_{pz} = 120 \mu\text{m}$ ). Le paramètre d'aire de contact  $A_f$  est donc égal à 1/4.

On fait varier deux paramètres : la limite en traction  $T_{max}$ , qui régit la dégradation des éléments cohésifs et la limite élastique  $\sigma_y$  qui régit le déclenchement de la plasticité. On choisit de faire varier  $T_{max}$  et  $\sigma_y$  autour de 30MPa (ordres de grandeur raisonnables étant donné les matériaux utilisés).

Afin d'étudier la compétition entre ces deux paramètres, on compare la déformation plastique équivalente maximale, obtenue pour différentes valeurs du rapport  $T_{max} / \sigma_y$ . On rappelle que la déformation plastique équivalente est définie de la manière suivante :

$$\varepsilon_{eq}^p = \int \sqrt{\frac{2}{3} \dot{\varepsilon}_{ij}^p \dot{\varepsilon}_{ij}^p} dt \quad \text{avec } i, j \in [x, y, z] \quad (\text{IV-53})$$

où  $\dot{\varepsilon}^p$  est le taux de déformation plastique

Cette grandeur scalaire indique l'intensité de la déformation plastique en chaque point du matériau. Une valeur de 2 de  $\varepsilon_{eq}^p$  correspond à une déformation plastique de 200% de l'élément.

Deux séries de résultats sont présentées sur la Figure IV-45. Pour la première série, la limite élastique  $\sigma_y$  est fixée à 30 MPa et la limite en traction  $T_{max}$  varie de façon à obtenir des valeurs de  $T_{max}/\sigma_y$  comprises entre 0 et 3. Pour la deuxième série, le procédé inverse est employé.  $T_{max}$  est égal à 30 MPa tandis que  $\sigma_y$  varie de façon à balayer les mêmes valeurs du rapport  $T_{max}/\sigma_y$ .

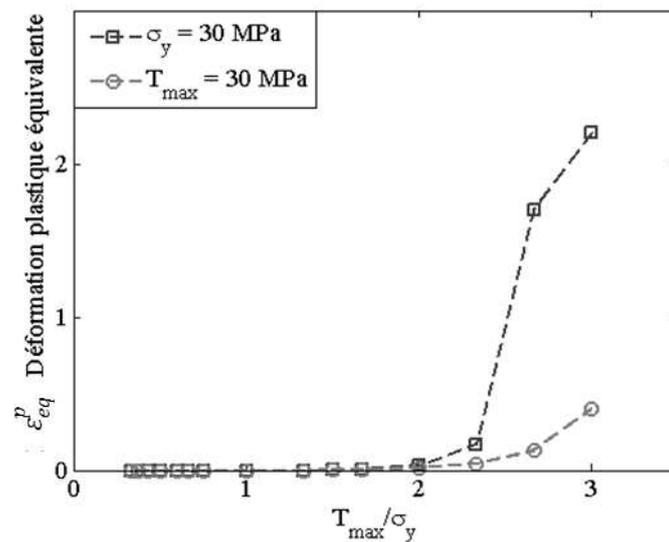


Figure IV-45 : Étude du déclenchement de la plasticité et compétition entre les paramètres  $T_{max}$  et  $\sigma_y$ .

Il apparaît clair qu'un rapport  $T_{max}/\sigma_y$  supérieur à 2 est la condition d'apparition de la plasticité au sein du cordon. Ce résultat est en accord avec des résultats présents dans la littérature [TVE09] concernant l'étude d'une interface Cu-Cu structurée de façon analogue. Du point de vue pratique, les données du fabricant fournissent une valeur de limite élastique pour le BCB de 87 MPa. Cela correspond à un rapport 1/3. Il est alors très improbable que des phénomènes de plasticité apparaissent au cours des essais mécaniques. Le renforcement de l'interface selon les échantillons est donc uniquement dû à des effets de géométrie (réamorçage).

De façon plus générale, il est intéressant de regarder la répartition de cette plasticité au sein du cordon. Sur la Figure IV-46, on s'intéresse au rapport  $T_{max}/\sigma_y = 2$  et sur la Figure IV-47, au rapport  $T_{max}/\sigma_y = 3$  pour  $T_{max} = 30\text{MPa}$  et  $\sigma_y = 30\text{MPa}$ . Dans chacun des cas, les résultats en termes de plasticité équivalente  $\varepsilon_{eq}^P$  et de critère de dégradation  $SDEG$  sont présentés.

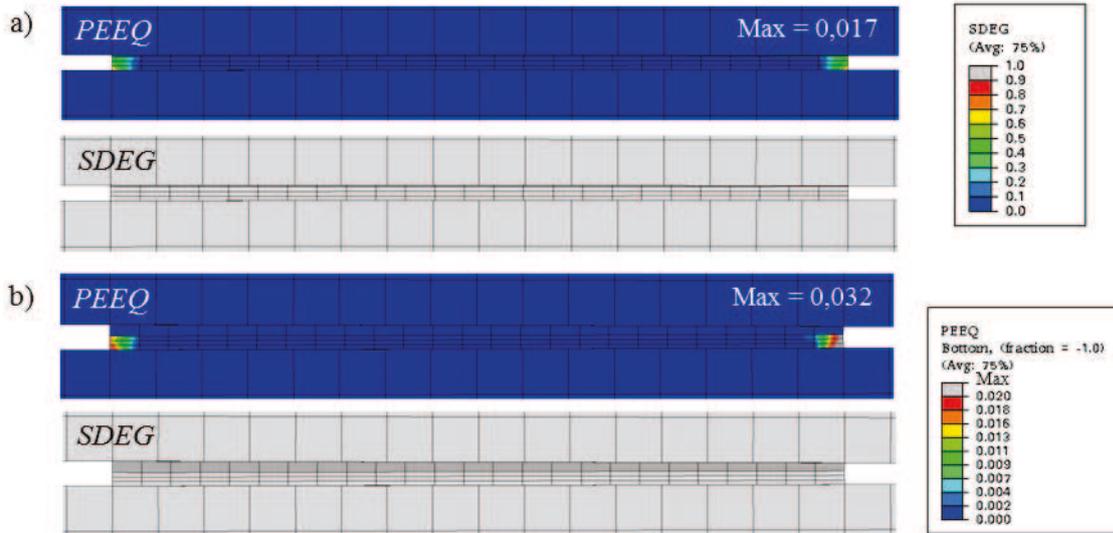


Figure IV-46 :  $T_{max}/\sigma_y = 2$  : a)  $T_{max} = 30\text{ MPa}$  ; b)  $\sigma_y = 30\text{ MPa}$ .

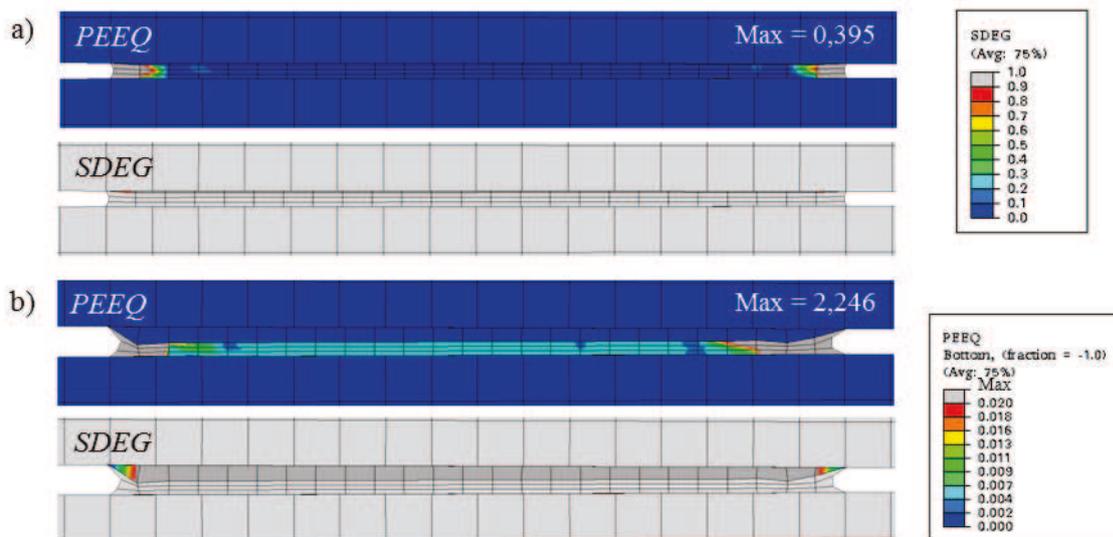


Figure IV-47 :  $T_{max}/\sigma_y = 3$  : a)  $T_{max} = 30\text{ MPa}$  ; b)  $\sigma_y = 30\text{ MPa}$ .

En première remarque, on note que la plasticité se déclenche aux bords des cordons, non seulement du côté d'où vient la sollicitation, mais aussi du côté opposé. De plus, les déformations plastiques enregistrées sont du même ordre de grandeur de chaque côté. Les effets de concentration de contraintes près des bords du cordon jouent donc un rôle significatif. Pour toutes les simulations, la présence de la plasticité n'empêche pas la dégradation de l'interface. Pour le cas le plus critique,  $T_{max} / \sigma_y = 3$  et  $\sigma_y = 30$  MPa, les éléments extérieurs qui sont situés au-dessus de la zone fortement plastifiée ont un taux de dégradation inférieur à 0,9 mais ce n'est qu'un artefact dû à la simulation.

#### IV. 3. B. 2. Influence de la plasticité sur l'énergie d'adhérence

Même si, compte-tenu des matériaux de la structure, il semble peu probable que des déformations plastiques soient présentes, on souhaite déterminer dans le cas général l'impact de la plasticité sur l'énergie d'adhérence calculée. Pour cela, on vérifie l'éventuelle contribution de la plasticité sur l'énergie d'adhérence caractérisée en s'intéressant aux énergies dépensées pour l'endommagement  $U_{dam}$  et en plasticité  $U_{pl}$ . On compare la contribution énergétique de chacune d'entre elles à leur somme (cf. Figure IV-48).

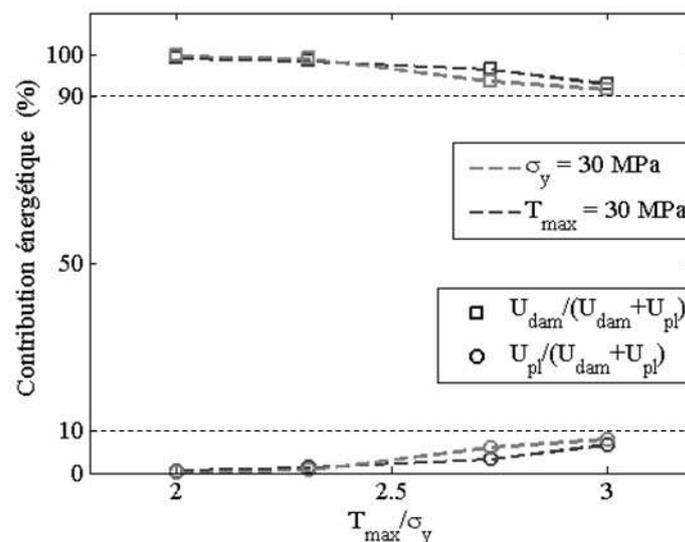


Figure IV-48 : Contributions relatives de l'endommagement et de la plasticité à l'énergie du système.

On peut voir qu'au plus fort de la dissipation plastique ( $T_{max}/\sigma_y = 3$ ), la contribution énergétique de celle-ci atteint 10%. Dans les cas où la plasticité est présente, il faut donc prendre garde à cette contribution qui s'ajoute à l'énergie de rupture calculée.

## IV. 4. Conclusion

La modélisation analytique de l'essai d'insertion de lame a permis de confirmer le lien entre la propagation de la fissure et la position de l'appui, et notamment l'importance d'une bonne précision pour la détermination d'un taux de restitution d'énergie pertinent. De plus, un régime de propagation instable a été découvert et mis en avant. Dans ce cas, le moindre endommagement du motif provoque sa dégradation totale. Ce régime instable peut être éliminé en augmentant la distance inter-cordons.

Afin de compléter ce travail basé sur l'étude du système à l'équilibre, des calculs numériques ont été effectués afin d'étudier cette fois la propagation de la fissure. Pour cela, l'interface a été modélisée grâce à un modèle de zone cohésive. Les deux essais mécaniques ont été représentés : le test de flexion 4-points et l'insertion de lame. La présence d'une propagation instable a aussi été démontrée. De la même façon que pour le modèle analytique, modifié, l'augmentation de la distance inter-cordons permet d'obtenir une propagation stable de la fissure sur une certaine partie du motif.

Lorsque la propagation est instable, les modèles analytiques classiques permettent de déterminer une énergie d'adhérence effective, mais en prenant un compte la correction de l'aire de contact.

Lorsque la propagation est stable, il faut étudier l'évolution de la longueur de fissure lors de la dégradation d'un seul cordon. À chaque étape, et avec un nombre de données numériques suffisant, il est possible de calculer le taux de restitution d'énergie associé et d'obtenir l'évolution de celui-ci en fonction de l'avancée de la fissure  $d/w_0$  (où  $d$  est la longueur de cordon). Cette étude a été menée dans le cas de la simulation de l'essai d'insertion de lame. Pour l'essai de flexion 4-points, il est difficile de suivre la fissure à chaque instant mais avec un nombre de données numériques suffisant, cela doit aussi être possible.

Expérimentalement, cela signifie qu'une instrumentation pointue est nécessaire pour l'étude de cette interface structurée afin de déterminer avec une très grande précision la position du front de fissure à chaque instant.

Enfin, une étude plastique a été effectuée pour l'essai d'insertion de lame. Cela dans le but de déterminer l'influence d'une éventuelle déformation plastique du cordon de polymère sur l'évolution de la fissuration interfaciale et sur l'estimation de la résistance globale de l'interface. Un rapport  $T_{max} / \sigma_y$  supérieur à 2 est la condition d'apparition de la plasticité au

sein du cordon ( $T_{max}$  est la limite en traction de l'interface ;  $\sigma_y$  est la limite élastique du polymère). La plasticité se déclenche aux bords des cordons, non seulement du côté d'où vient la sollicitation, mais aussi du côté opposé. Les effets de concentration de contraintes près des bords du cordon jouent donc un rôle significatif. Pour toutes les simulations, la présence de la plasticité n'empêche pas la dégradation de l'interface. Cette étude a aussi montré qu'au plus fort de la dissipation plastique ( $T_{max}/\sigma_y = 3$ ), la contribution énergétique de celle-ci atteint 10%. Dans les cas où la plasticité est présente, il faut donc prendre garde à cette contribution qui s'ajoute à l'énergie de rupture calculée.

## CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES

---



## CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES

---

**L**e point de départ de cette thèse est le procédé d'encapsulation par transfert de films. Présenté au chapitre I, ce procédé implique une couche structurée de polymère BCB (benzocyclobutène) qui assure la liaison entre un capot de nickel et un substrat de silicium. Cette couche a la particularité d'être structurée : elle est constituée de motifs discontinus. Pour que ce procédé soit un succès, l'empilement formé doit résister à une sollicitation mécanique prévue pour libérer le capot de son moule. Le projet de cette thèse est de caractériser mécaniquement la résistance de cet empilement et plus particulièrement les interfaces structurées nickel/polymère et polymère/silicium. Le but de cette étude est de valider le procédé technologique de manière quantitative en apportant un savoir plus fondamental sur le comportement mécanique de l'interface structurée : l'amorçage et la propagation d'une fissure.

La mécanique de la rupture (chapitre II) permet de mieux comprendre les phénomènes d'amorçage et de propagation de la fissure, au sein d'un matériau, ou à l'interface continue entre deux matériaux. Deux approches existent : l'approche globale (énergétique) et l'approche locale (modèles de zones cohésives). Lorsqu'une fissure se propage de façon stable, il est possible de caractériser la résistance à l'aide d'un critère de propagation de fissure : la propagation peut avoir lieu lorsque le taux de restitution d'énergie  $G$  atteint une valeur critique  $G_c$  (J/m<sup>2</sup>). La question se pose alors de savoir si cette approche est applicable dans le cadre d'interfaces discontinues. Une étude bibliographique a permis de mettre à jour plusieurs travaux allant dans ce sens et mettant en avant l'effet renforçant ou affaiblissant de

paramètres tels que l'aire de contact, l'épaisseur des motifs et leur orientation par rapport à la direction de propagation de la fissure. Les mécanismes impliqués sont variables, ils peuvent être dus aux matériaux, à la géométrie ou à un effet d'échelle.

Deux essais mécaniques ont été sélectionnés pour la caractérisation expérimentale (chapitre III) car ils permettent de mesurer une énergie d'adhérence basée sur la propagation stable d'une fissure, notamment dans le cas de collages. Ces essais sont l'essai de flexion 4-points et l'insertion de lame (ou clivage au coin). Dans le cas de l'essai de flexion 4-points, l'énergie d'adhérence est directement reliée à la valeur de plateau de force atteint lorsque la propagation est stationnaire. Dans le cas du clivage au coin, l'énergie d'adhérence est reliée à la longueur de fissure définie comme la distance entre la lame et le front de fissure. Pour s'adapter à ces essais, des échantillons spécifiques ont dû être élaborés : les motifs de polymère sont constitués d'un réseau de lignes parallèles ou orthogonales à la direction de propagation de la fissure. Deux empilements ont été testés : Si/BCB/Si pour la caractérisation de l'interface BCB/Si et Si/Ni/BCB/Si pour la caractérisation de l'interface Ni/BCB. D'autre part, l'influence sur l'énergie d'adhérence globale de différents paramètres a été étudiée : les conditions de collage (sous vide,  $10^{-4}$  mbar, ou sous flux de diazote), la taille des cordons de polymère (100  $\mu\text{m}$  ou 200  $\mu\text{m}$ ) et l'orientation de ceux-ci par rapport à la direction de propagation de la fissure.

Les valeurs d'énergie d'adhérence caractérisées sont comprises entre 5 et 20 J/m<sup>2</sup>. Ces valeurs sont en accord avec des travaux antérieurs mais présentent une grande variabilité (25%). Dans le procédé de transfert optimum, la libération de la structure doit se faire à l'interface la plus faible i.e. entre le capot et la couche de film anti-adhésive. L'énergie d'adhérence de cette interface est contrôlée pour être la plus faible possible, bien en deçà de celles mesurées ici pour le joint BCB. Le procédé technologique est donc validé même si une étude statistique sur la tenue des cordons de polymère est souhaitable.

D'autre part, l'étude expérimentale a montré que le flux de N<sub>2</sub> lors de l'étape de collage renforce l'interface Si/BCB mais n'a pas d'influence sur les interfaces Si/Ni et Ni/BCB. Une étude des effets du gaz neutre sur les différentes interfaces pourrait permettre d'expliquer cette différence de comportement. De façon plus générale, un travail d'optimisation de l'adhérence de la couche de nickel sur le silicium et le BCB permettrait de renforcer l'empilement global puisque l'on a vu que pour les échantillons Si/Ni/BCB/Si, la fissure se propage soit à l'interface continue Si/Ni, soit de façon mixte de chaque côté du polymère.

L'étude des résultats expérimentaux a aussi soulevé des questions plus fondamentales concernant l'influence des paramètres de structuration sur l'énergie d'adhérence apparente. L'étude expérimentale a mis en avant le rôle primordial que joue l'orientation des cordons pour la résistance de l'interface. L'énergie d'adhérence mesurée est en effet renforcée lorsque les cordons de polymère sont orientés orthogonalement à la direction de propagation de la fissure à cause d'un phénomène de réamorçage. De plus, l'impact de la largeur des cordons sur l'énergie d'adhérence globale a montré un résultat inattendu : celle-ci ne semble pas proportionnelle à l'aire de contact, en particulier pour l'orientation orthogonale. C'est du moins ce que montre l'exploitation des données expérimentales par les modèles analytiques. Ces derniers ayant été élaborés pour l'étude d'interfaces continues, se pose la question de la pertinence de leur utilisation pour une interface structurée de façon périodique comme la nôtre.

Ainsi, l'étude expérimentale a permis de démontrer l'efficacité du procédé technologique mais elle a aussi soulevé des questions plus fondamentales concernant le comportement des interfaces structurées :

- Dans quelle mesure les modèles analytiques mis au point pour la caractérisation d'interfaces continues sont-ils transposables à l'exploitation des mêmes essais mécaniques mais pour une interface structurée ?
- La propagation de la fissure est-elle ou peut-elle être considérée comme stable ?
- Si ce n'est pas le cas, la mise au point de nouveaux modèles analytiques mieux adaptés est-elle possible ?
- Enfin, est-il possible de mieux appréhender le comportement local de la fissure à l'aide d'outils de simulation numérique ?

Pour essayer de répondre à ces interrogations, des travaux de modélisation analytique et numérique (méthode des éléments finis) ont été effectués et les résultats ont été présentés au chapitre IV. Ces travaux se sont focalisés sur la configuration orthogonale des cordons. Un modèle analytique spécialement modifié pour prendre en compte les effets de structuration a été proposé. On a ainsi pu montrer que la propagation de la fissure à une interface structurée peut être instable à chaque instant de la propagation, ou bien stable jusqu'à ce qu'une portion critique du cordon soit désolidarisée du substrat. La distance inter-cordons est un paramètre critique pour cette stabilité. Le calcul numérique par la méthode des éléments finis a confirmé ces résultats. Ces derniers ont été exposés pour les deux méthodes de sollicitation : la flexion 4-points et l'insertion de lame.

Lorsque la propagation est instable, l'utilisation des modèles analytiques élaborés pour l'étude des interfaces continues est possible en appliquant une correction d'aire de contact. Lorsque la propagation est stable, on a vu, notamment pour la simulation de l'insertion de lame, qu'il est nécessaire de se focaliser sur la propagation au sein d'un seul cordon : le taux de restitution d'énergie est calculé pour différents états de dégradation du cordon. Cette configuration stable requière des informations locales de l'état de déformation, au moins au niveau du cordon en train de se dégrader.

Afin de coupler ces calculs numériques à des données expérimentales, une instrumentation fine serait nécessaire pour l'étude de cette interface structurée afin de déterminer avec une très grande précision la position du front de fissure à chaque instant. Une façon de remédier à cette difficulté serait de passer par l'exploitation des profils de déformation au voisinage du front de fissure, ou l'utilisation d'outils de corrélation d'images. Un suivi du champ de déplacement permettrait de déterminer précisément la position du front de fissure et ce, pour les deux essais mécaniques.

Ainsi, ce travail de thèse a permis de faire le point sur les limites d'utilisation des modèles analytiques classiques dans le cas d'interfaces structurées, pour les deux essais mécaniques mis en œuvre dans cette étude mais cela s'applique sûrement à tous les cas où des interfaces structurées sont présentes. Une transposition de ce travail en trois dimensions devrait aussi permettre l'étude de la configuration de lignes parallèles à la direction de propagation ainsi que l'étude d'autres structures telles que des plots ou des carrés.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---



- [ABA11] Abaqus Analysis User's Manual, Simulia, www.simulia.com, 2011
- [AGO87] d'Agostino R., Cramarossa F., Illuzi F. (1987) Mechanisms of deposition and etching of thin films of plasma-polymerized fluorinated monomers in radiofrequency discharges fed with C<sub>2</sub>F<sub>6</sub>/H<sub>2</sub> and C<sub>2</sub>F<sub>6</sub>/O<sub>2</sub> mixtures. *J. Appl. Phys.* 61:2754-2762.
- [AGO90] d'Agostino R., Favia P., Fracassi F. (1990) The effect of power on the plasma-assisted deposition of fluorinated monomers. *J. Polym. Sci. A.* 28:3387-3402.
- [ANT98] Anton D. (1998) Surface-fluorinated coatings. *Adv. Mater.* 10:1197-1205.
- [BAR62] Barenblatt, G. I. (1962) The mathematical theory of equilibrium cracks in brittle fracture. *Adv. Appl. Mech.* 7:55-129.
- [BAR97] Bartek M., Foerster J.A., Wolffenbuttel R.F. (1997) Vacuum sealing of microcavities using metal evaporation. *Sensors and Actuators* 61:364-368.
- [BER04] Bertholet Y., Iker F., Raskin J.P. (2004) Steady-state measurement of wafer bonding cracking resistance. *Sensors and Actuators A*, 110:157-163.
- [BER07] Bertholet Y., Olbrechts B., Lejeune B., Raskin J-P., Pardoën T. (2007) Molecular bonding aided by dissipative inter-layers, *Acta Materialia* 55(2):473-479.
- [BRA09] Braccini M. Adhérence aux interfaces : couplage physico-chimie / mécanique. Mémoire d'HDR. Laboratoire SIMaP, Université de Grenoble (2009).
- [BRA10] Brault S., Étude du procédé de transfert de films. Applications : encapsulation sur tranche et élaboration de micro-dispositifs. PhD Thesis. Université Paris-Sud (2010).
- [BUD12] Budzik M.K., Jumel J., Shanahan M.E.R (2012) Antagonist adhesion effects due to variable substrate surface. *Soft Matter* 8:8321-8326.
- [CHA05] Chateaufneuf A., Comprendre les éléments finis : principes, formulations et exercices corrigés, 1<sup>ère</sup> édition, Ellipses, (2005). ISBN 2-7298-2488-X.

- [CHA89] Charalambides P. G., Lund J., Evans A. G. (1989) A test specimen for determining the fracture resistance of biomaterial interfaces. *J. of Applied Physics* 56:77-82.
- [COG00] Cognard J. Science et technologie du collage. Presses polytechniques et universitaires romandes, Lausanne, pp. 64 (2000). ISBN 2-88074-410-5.
- [COG86] Cognard J. (1986) The mechanics of the wedge test. *J. of Adhesion* 20:1-13.
- [COH96] Cohen et al. (1996) Wafer to Wafer transfer of Microstructures for Vacuum Packaging. Solid-State Sensor and Actuator Workshop. pp.32-35.
- [DAL09] Dalmas D., Barthel E., Vandembroucq D. (2009) Crack front pinning by design in planar heterogeneous interfaces. *J. Mech. Phys. Solids* 57:446-457.
- [DAL10] Dalmas D., Barthel E., Vandembroucq D. (2010) Direct observation and analysis of crack front morphology during crack pinning by heterogeneous interface. EPJ Web of Conferences 6:42012. DOI : 10.1051/epjconf/20100642012.
- [DUG60] Dugdale, D. S. (1960) Yielding of steel sheets containing slits. *J. Mech. Phys. Solids* 8:100-108.
- [DUN69] Dundurs J. (1969) Edge-bonded dissimilar orthogonal elastic wedges. *J. Appl. Mech.* 36:650-652.
- [ERS93] Ersen A., Schnitzer I., Yablonovitch E., Gmitter T. (1993) Direct bonding of GaAs films on silicon circuits by epitaxial liftoff. *Solid-state electronics*. 36(12):1731-1739.
- [GAO04] Gao Y.F., Bower A.F. (2004) A simple technique for avoiding convergence problems in finite elements simulations of crack nucleation and growth on cohesive interfaces. *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.* 12:453-463.
- [GAO86] Gao H., Rice J.R. (1986) Shear stress intensity factors for a planar crack with slightly curved front. *J. Appl. Mech.* 53:774-778.
- [GAO89] Gao H., Rice J.R. (1989) First-order perturbation analysis of crack trapping by arrays of obstacles. *J. Appl. Mech.* 56:828-836.
- [GRI20] Griffith A.A. (1920) The phenomenon of rupture and flows in solids, *Philosophical Transactions of the Royal Society, London*, A221:163-198.
- [GUC84] Guckel H., Burns D.W. (1984) Planar Processed Polysilicon Sealed Cavities for Pressure Transducer Arrays. 223-225.

- [HOF98] Hofinger I., Oechsner M., Bahr H-A. (1998) Modified four-point bending specimen for determining the interface fracture energy for thin, brittle layers. *Int. J. of Fracture* 92:213-220.
- [HUT92] Hutchinson J.W., Suo Z. (1992) Mixed-mode cracking in layered materials. *Advanced in Applied Mechanics* 29:63-187.
- [IKE90] Ikeda et al. (1990) Silicon Pressure Sensor Integrates Resonant Strain Gauge On Diaphragm. *Sensors and Actuators* 21:146-150.
- [IM00] Im J.H., Shaffer E.O., Stokich T.Jr, Strandjord A., Hetzner J., Curohy J. Karas C. (2000) On the mechanical reliability of photo BCB-based thin film dielectric polymer for electronic packaging applications. *J. Elect. Packag.* 122:28-33.
- [IRW60] Irwin G.R. (1960) Fracture mode transition for a crack traversing a plate, *J. of Basics Engineering* 82:417-423.
- [JAS98] Jaszewski R.W., Schiff H., Schnyder B., Schneuwly A. (1998) The deposition of anti-adhesive ultra-thin teflon-like films and their interaction with polymers during hot embossing. *Applied Surface Science* 143:301-308.
- [KAN73] Kanninen M.F. (1973) An augmented double cantilever beam model for studying crack propagation and arrest. *Int. J. of Fracture* 9:83-92.
- [KEL07] Keller S., Haefliger D., Boisen A. (2007) Optimized plasma-deposited fluorocarbon coating for dry release and passivation of thin SU-8. *J. Vac. Sci. Technol. B.* 25(6):1903-1908.
- [KIM06] Kim J., Lee C.C. (2006) Fluxless wafer bonding with Sn-rich Sn–Au dual-layer structure. *Materials Science and Engineering* 417:143-148.
- [LEB95] Lebovitz et al. (1995) Permeable Polysilicon Etch-Access Windows for Microshell Fabrication. *Transducers.* 224-227.
- [LEE00a] Lee C., Huang W.F., Shie J.S. (2000) Wafer bonding by low-temperature soldering. *Sensors and Actuators* 85:330-334.
- [LEE00b] Lee T.M.H., Lee D.H.Y., Liaw C.Y.N., Lao A.I.K., Hsing I.M. (2000) Detailed characterization of anodic bonding process between glass and thin film coated substrates. *Sensors and Actuators* 86:103-107.
- [LEM09] Lemaitre J., Chaboche J.L., Benallal A., Desmorat R. *Mécanique des matériaux solides*. 3ème Edition Dunot, Paris. 475-477 (2009) ISBN 978-2-10-051623-0.

- [LI04] Li S., Wang J., Thouless (2004) M. D. The effect of shear on delamination in layered materials. *J. of the Mechanics and physics of Solids* 52(1):193-214.
- [LIT03] Litteken C.S., Dauskardt R.H. (2003) Adhesion of polymer thin-films and patterned lines. *Int. J. of Fracture* 119-120:475-485.
- [LIU00] Liu Y.M., Chuang T.H. (2000) Interfacial reactions between liquid indium and Au-deposited substrates. *Journal of Electronic materials* 29(4):405-410.
- [LIU04] Liu D.L., Lu T.M., Wang G.C. (2004) Size effect and strain rate sensitivity in benzocyclobutene film. *Appl. Phy. Letters* 85(15):3053-3055.
- [MAS88] Maszara W.P., Goetz G., Caviglia A. (1988) Bonding of silicon wafers for silicon-on-insulator. *J. of Applied Physics* 64(10):4943-4950.
- [MAU00] Maugis D. Contact, Adhesion and Rupture of elastic solids, 1<sup>ère</sup> édition, Springer, (2000), pp.359-365. ISBN 3540661131.
- [MCM08] Mc Mahon J.J. Damascene patterned metal/adhesive wafer bonding for three-dimensional Integration. PhD USA. (2008).
- [OBE04] Oberhammer J., Niklaus F., Stemme G. (2004) Sealing of adhesive bonded devices on wafer level. *Sensors and Actuators* 110:407-412.
- [OMA09] O'Mahony C., Hill M., Olszexski Z., Blake A. (2009) Wafer-level thin-film encapsulation for MEMS. *Microelectronic Engineering* 86(4-6):1311-1313.
- [PAN04] Pan C.T. (2004) Selective low temperature microcap packaging technique through flip-chip and wafer-level alignment. *J. Micromech. Microeng.* 14:522.
- [PEN93] Penado. F.E. (1993) A closed form solution for the energy release rate of the double cantilever beam specimen with an adhesive layer. *J. of Composite Materials* 27:383-407.
- [PLO99] Plossl A., Krauter G. (1999) Wafer direct bonding : tailoring adhesion between brittle materials. *Materials Science and Engineering.* 25:1988-1998.
- [POL05] Polyakov A., Bartek M., Burghartz J.N. (2005) Area-selective adhesive bonding using photosensitive BCB for WL CSP applications. *J. of Electronical Packaging* 127:7-11.
- [POU11] Poulard C., Restagno F., Weil R., Leger L. (2011) Mechanical testing of adhesion through micro-patterning of elastic surfaces. *Soft Matter* 7:2543-2551.

- [RIC85] Rice J.R. (1985) First-order perturbation in elastic fields due to variation in location of a planar crack front. *J. Appl. Mech.* 52:571-579.
- [SCH11] Schelcher G., Fabbri F., Lefeuvre E., Brault S., Coste P., Dufour-Gergam E., Parrain F. (2011) Modeling and characterization of micropirani vacuum gauges manufactured by a low-temperature film transfer process. *J. of Microelectromechanical Systems* 20(5):1184-1194.
- [SCH12] Schelcher G., Le transfert de films : vers une intégration hétérogène des micro et nanosystèmes. PhD Thesis. Université Paris Sud (2012).
- [SEI90] Seidel H., Csepregi L., Heuberger A. (1990) Anisotropic Etching of Crystalline Silicon in Alkaline Solutions. *J. Electrochem. Soc.* 137(11):3612-3626.
- [SHP06] Shpyrko O. G., Sreitel R., Balagurusamy V. S. K., Grogoriev A. Y. (2006) Surface Crystallization in a Liquid AuSi Alloy. *Science*. 313(7)
- [SMI98] Smith B.K., Sniegowski J.J., Lavigne G., Brown C. (1998) Thin Teflon-like films for eliminating adhesion in released polysilicon microstructures. *Sensors and Actuators A*. 70:159-163.
- [SNO98] Snodgrass J.M., Hitchkiss G., Dauskardt R.H. (1998) Adhesion and subcritical debonding of polymer interfaces for microelectronic packaging. *Mat. Res. Soc. Symp.* 515.
- [STR10] Strepenne F. Adhesion of thin films on steel and separation of the energy contributions. Thèse de Doctorat. École polytechnique de Louvain, Université Catholique de Louvain (2010).
- [SUO90] Suo Z. (1990) Singularities, interfaces and cracks in dissimilar anisotropic media. *Proc. R. Soc. Lond. A* 427:331-358.
- [TAD08a] Tadepalli R., Turner K.T. (2008) A chevron specimen for the measurement of mixed-mode interface toughness of wafer bonds. *Eng. Fracture Mechanics* 75:1310-1319.
- [TAD08b] Tadepalli R., Turner K.T., Thompson C.V. (2008) Effects of patterning on the interface toughness of wafer-level Cu-Cu bonds. *Acta Materialia* 56:438-447.
- [TAK04] Taklo M.M.V., Storas P., Schjolberg-Henriksen K., Hasting H. K., Jacobsen H. (2004) Strong, high-yield and low-temperature thermocompression silicon wafer-level bonding with gold. *J. Micromech. Microeng.* 14:884-890.
- [TAO03] Tao Y., Malshe A.P., Brown W.D. (2003) Selective bonding and encapsulation for wafer-level vacuum packaging of MEMS and related micro systems. *Microelectronics Reliability* 44:251-258.

[TEC06a] Paquetion H., Ruste, J. Techniques de l'ingénieur, Microscopie électronique à balayage – Principe et fonctionnement. Ref. 42387210-p865. Retrieved from <http://www.techniques-ingenieur.fr/res/pdf/encyclopedia/42387210-p865.pdf>, on September 13th, **2012**.

[TEC06b] Ruste, J. Techniques de l'ingénieur, Microscopie électronique à balayage – Images, applications et développement. Ref. 42387210-p866. Retrieved from <http://www.techniques-ingenieur.fr/res/pdf/encyclopedia/42387210-p866.pdf>, on September 13th, **2012**.

[TEC09] Paquetion H., Ruste, J. Techniques de l'ingénieur, Microanalyse X par sonde électronique – Principe et instrumentation. Ref. 42387210-p866. Retrieved from <http://www.techniques-ingenieur.fr/res/pdf/encyclopedia/42387210-p885.pdf>, on September 13th, **2012**.

[TIM40] Timoshenko S., Strength of Materials, Part I. Elementary Theory and Problems, 2nd Edition, D. Van Nostrand Company Inc., **1940**, pp:134-150.

[TSA02] Tsau C.H., Spearing S.M., Schmidt M.A. (2002) Fabrication of wafer-level thermocompression bonds. *J. of Microelectrical Systems* 11(6):641-647.

[TSA04] Tsau C.H., Spearing S.M., Schmidt M.A. (2004) Characterization of wafer-level thermocompression bonds. *J. of Microelectromechanical Systems* 13(6):963-971.

[TSU01] Tsuchiya T., Kageyama Y., Funabashi H., Sakata J. (2001) Polysilicon vibrating gyroscope vacuum-encapsulated in an on-chip micro chamber. *Sensors and Actuators* 90:49.

[TVE09] Tvergaard V., Hutchinson J.W. (2009) Analyses of crack growth along interface of patterned wafer-level Cu-Cu bonds. *Int. J. of Solids and Structures* 46:3433-3440.

[WAN97] Wang L., Li H., He J., He X., Li W., Wang Y., Li H. (1997) Structure analysis of teflon-like thin films synthesized by ion beam sputtering deposition. *Materials Letters* 33:77-78.

[WEI03] Wei J., Xie H., Nai M.L., Wong C.K., Lee L.C. (2003) Low temperature wafer anodic bonding. *Journal of Micromechanics and Microengineering* 13:217-222.

[WEL08] Welch III W. C., Najafi K. Gold-Indium transient liquid phase (TLP) wafer bonding for MEMS vacuum packaging, pp.806-809. MEMS 2008 (IEEE), Tucson, AZ, USA. January 13-17, **2008**.

[XIA12] XIAMEN HENGHAO INDUSTRIAL CO., LTD. Retrieved from <http://www.andhao.com/en/products.aspx?id=84> on July 26th, **2012**.

# ANNEXES

---



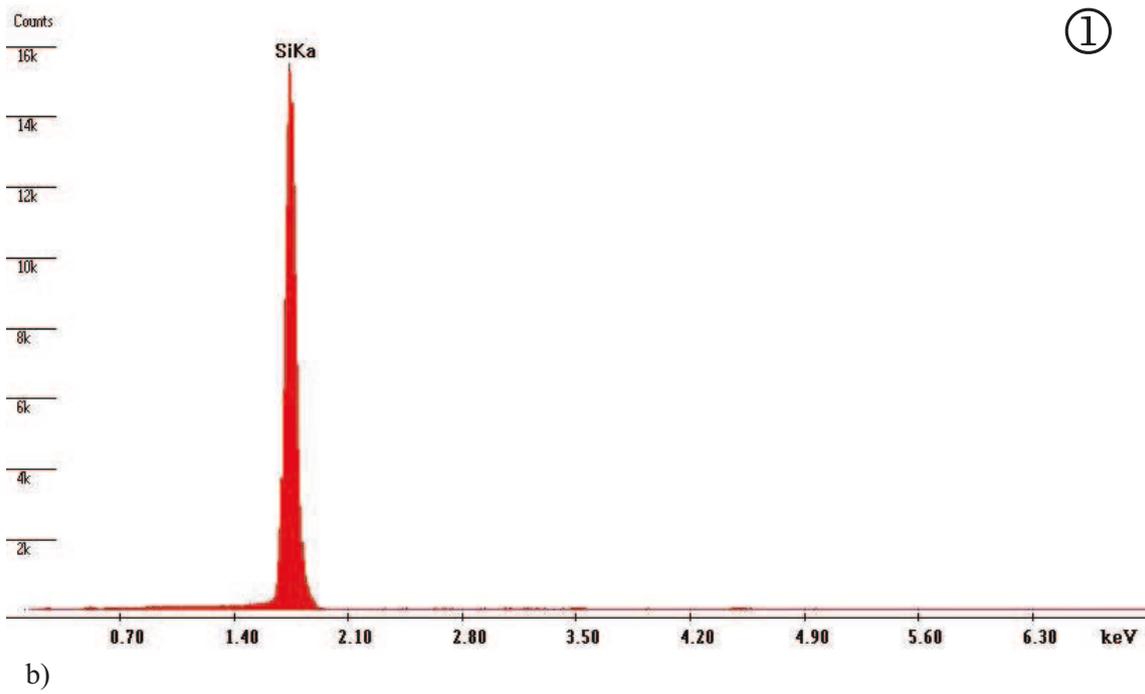
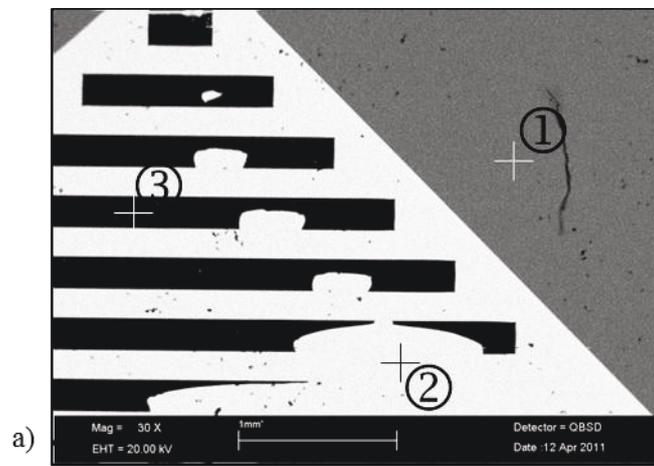
## **ANNEXE A : FRACTOGRAPHIE DES ÉCHANTILLONS SI/Ni/BCB/Si PAR ANALYSE EDX**

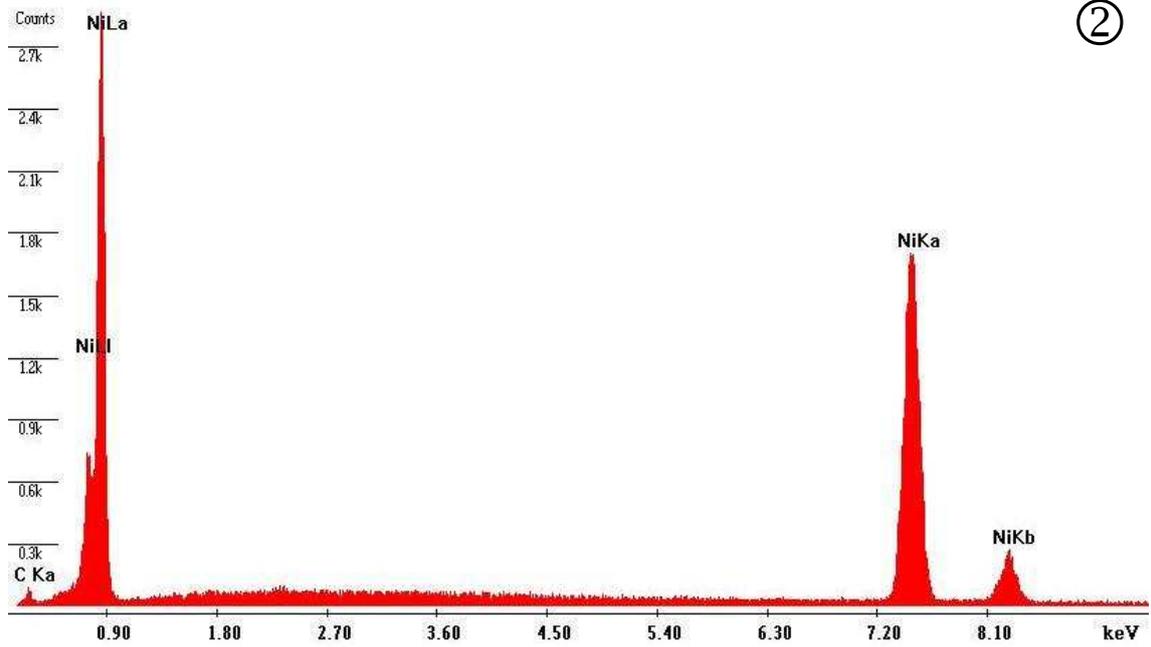
---

Pour ces échantillons, l'étude du faciès de rupture a pour but de déterminer si la fissure se propage dans le BCB ou à l'une des interfaces (BCB/Si ou BCB/Ni). Les observations ont été faites par microscopie électronique à balayage (MEB).

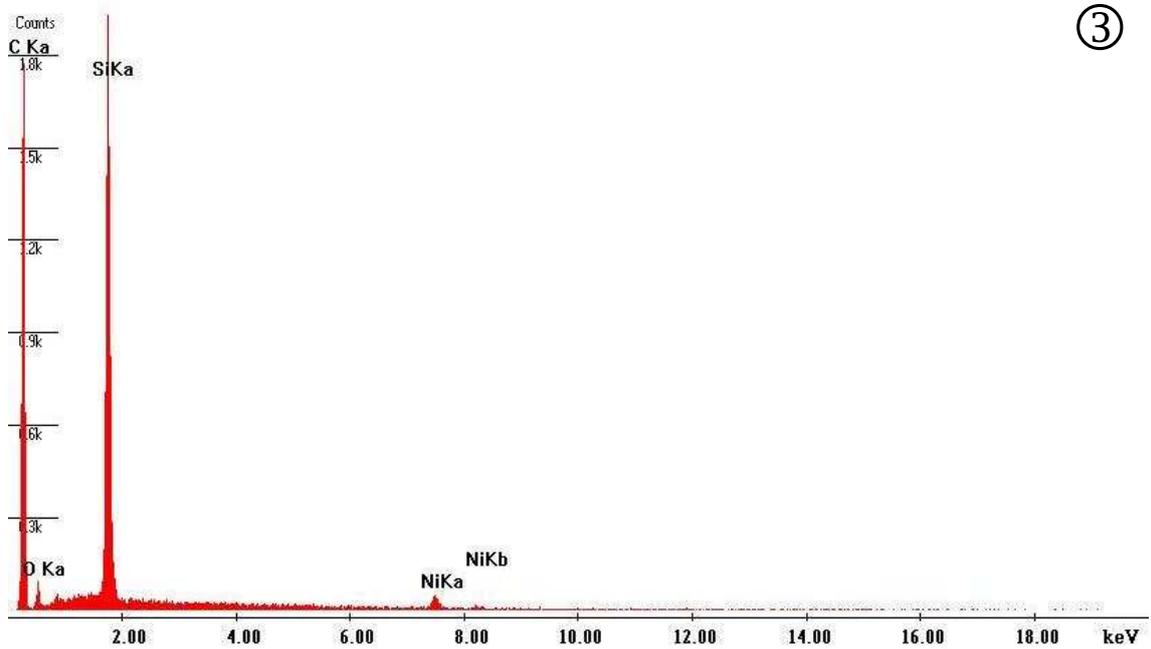
Les observations effectuées au Microscope électronique à balayage (MEB) en électrons secondaires et électrons rétrodiffusés EBSD (Back-Scatter Electron Detector) ont été complétées par des analyses EDX (Energy Dispersive X-ray) en raison de la multiplicité des couches impliquées [TEC06a-TEC06b-TEC09].

Les images en électrons rétrodiffusés font apparaître un contraste dû à une différence de composition des couches. Le coefficient de rétrodiffusion des électrons augmente avec le numéro atomique  $Z$  de l'élément étudié. Cela signifie que plus  $Z$  est important, plus la zone concernée apparaît claire. L'identification des couches de silicium ( $Z=14$ ), nickel ( $Z=28$ ) et polymère (carbone  $Z=6$  et oxygène  $Z=8$ ) est déjà bien visible sur ces images, comme le montre le cliché de la Figure III-25-a. Cette identification visuelle a été confirmée par des analyses EDX (cf. Figure III-25-b-c-d). Du plus clair au foncé, on trouve toujours nickel, silicium et enfin polymère. Il faut faire attention lors du dépouillement des résultats à cause de la petite taille des motifs. En effet, cela signifie que la zone caractérisée dépasse. Cela explique que l'on trouve signaux du silicium et du nickel lorsque le pointé vise la ligne de BCB (cf. Figure III-25-d).





c)



d)

Figure 1 : a) Cliché MEB (EBSD) d'un échantillon Si/Ni/BCB/Si : du contraste le plus foncé au plus clair on identifie par analyse EDX le polymère (d), le silicium (b) et le nickel (c).



**ANNEXE B : FORMULATION ANALYTIQUE DU MODÈLE  
POUTRE/RESSORTS AVEC CINQ CORDONS**

---



```

[> restart:
[> with(plots):
[> with(linalg):
[> #convention: F1,F2,F3 forces exercees par ressort sur poutre
[> #-----portion 3-----
[> -----

[> L:=L1+L2+L3+L4+L5;
[> LL1:=L-L1;
[> LL2:=LL1-L2;
[> LL3:=LL2-L3;
[> LL4:=LL3-L4;
[>

[> L1:=a;
[> L2:=1;
[> L3:=1;
[> L4:=1;
[> L5:=1;

[> #-----portion 1-----
[> ode1 := diff(v1(x),x$2) = (F*(L-x))/(E1*Iz);
[> ics1 := v1(LL1) = -F1*H/(b*E2bar*c), (D(v1))(LL1) = (-12*H*MM1)*
[> (1/(E2bar*b^3*c));
[> s1 := dsolve([ode1, ics1], v1(x));
[> assign(s1); v1 := unapply(simplify(v1(x)), x);
[> #-----

[> #-----portion 2-----
[> ode2 := diff(v2(x),x$2) = (F*(L-x)+F1*(LL1-x)+MM1)/(E1*Iz);
[> ics2 := v2(LL2) = -F2*H/(b0*E2bar*c), (D(v2))(LL2) = (-12*H*MM2)
[> *(1/(E2bar*b0^3*c));
[> s2 := dsolve([ode2, ics2], v2(x));
[> assign(s2); v2 := unapply(simplify(v2(x)), x);
[> #-----

[> #-----portion 3-----
[> ode3 := diff(v3(x),x$2) = (F*(L-x)+F1*(LL1-x)+MM1+F2*(LL2-x)+
[> MM2)/(E1*Iz);

```

```

> ics3 := v3(LL3) = -F3*H/(b0*E2bar*c), (D(v3))(LL3) = (-12*H*MM3)
  *(1/(E2bar*b0^3*c));
> s3 := dsolve([ode3, ics3], v3(x));
> assign(s3); v3 := unapply(simplify(v3(x)), x);
> #-----

```

```

> #-----portion 4-----
> ode4 := diff(v4(x), x$2) = (F*(L-x)+F1*(LL1-x)+MM1+F2*(LL2-x)+
  MM2+F3*(LL3-x)+MM3)/(E1*Iz);
> ics4 := v4(LL4) = -F4*H/(b0*E2bar*c), (D(v4))(LL4) = (-12*H*MM4)
  *(1/(E2bar*b0^3*c));
> s4 := dsolve([ode4, ics4], v4(x));
> assign(s4); v4 := unapply(simplify(v4(x)), x);
> #-----

```

```

> #-----portion 5-----
> ode5 := diff(v5(x), x$2) = (F*(L-x)+F1*(LL1-x)+MM1+F2*(LL2-x)+
  MM2+F3*(LL3-x)+MM3+F4*(LL4-x)+MM4)/(E1*Iz);
> ics5 := v5(LL5) = -F5*H/(b0*E2bar*c), (D(v5))(LL5) = (-12*H*MM5)
  *(1/(E2bar*b0^3*c));
> s5 := dsolve([ode5, ics5], v5(x));
> assign(s5); v5 := unapply(simplify(v5(x)), x);
> #-----

```

```

> #-----continuite de la deformee-----

```

```

> eq1 := simplify(v1(LL1)) = simplify(v2(LL1)):
> eq2 := (D(v1))(LL1) = (D(v2))(LL1);
> eq3 := simplify(v2(LL2)) = simplify(v3(LL2)):
> eq4 := (D(v2))(LL2) = (D(v3))(LL2);
> eq5 := simplify(v3(LL3)) = simplify(v4(LL3)):
> eq6 := (D(v3))(LL3) = (D(v4))(LL3);
> eq7 := simplify(v4(LL4)) = simplify(v5(LL4)):
> eq8 := (D(v4))(LL4) = (D(v5))(LL4);
> eq9 := F1+F2+F3+F4+F5+F=0;
> eq10 := MM1+MM2+MM3+MM4+MM5+F*L+F1*LL1+F2*LL2+F3*LL3+F4*LL4=0;
> sf := solve({eq1, eq2, eq3, eq4, eq5, eq6, eq7, eq8, eq9, eq10},
  [F1, F2, F3, F4, F5, MM1, MM2, MM3, MM4, MM5]):
> assign(sf);

```

```
[> #-----écriture des paramètres-----
```

```
[> #-----on pose d la longueur de la fissure-----
```

```
[> sdep := solve({v1(L) = V}, [F]):
```

```
[> assign(sdep):
```

```
[> M1 := unapply(E1*Iz*(diff(v1(x),x$2)), x):
```

```
[> M2 := unapply(E1*Iz*(diff(v2(x),x$2)), x):
```

```
[> M3 := unapply(E1*Iz*(diff(v3(x),x$2)), x):
```

```
[> M4 := unapply(E1*Iz*(diff(v4(x),x$2)), x):
```

```
[> M5 := unapply(E1*Iz*(diff(v5(x),x$2)), x):
```

```
[> theta1 := unapply(simplify(diff(v1(x),x)), x):
```

```
[> theta2 := unapply(simplify(diff(v2(x),x)), x):
```

```
[> theta3 := unapply(simplify(diff(v3(x),x)), x):
```

```
[> theta4 := unapply(simplify(diff(v4(x),x)), x):
```

```
[> theta5 := unapply(simplify(diff(v5(x),x)), x):
```

```
[> Eel1 := ((1/2)*(int(((M1(x))^2/(E1*Iz)), x = LL1 .. L))+ (1/2)*  
(int(((M2(x))^2/(E1*Iz)), x = LL2 .. LL1))+ (1/2)*(int(((M3(x))  
^2/(E1*Iz)), x = LL3 .. LL2))+ (1/2)*(int(((M4(x))^2/(E1*Iz)), x  
= LL4 .. LL3))+ (1/2)*(int(((M5(x))^2/(E1*Iz)), x = 0 .. LL4))  
):
```

```
[> Eel2 := (- (1/2)*MM1*theta1(LL1) - (1/2)*v1(LL1)*F1 - (1/2)*MM2*  
theta2(LL2) - (1/2)*v2(LL2)*F2 - (1/2)*MM3*theta3(LL3) - (1/2)*v3  
(LL3)*F3 - (1/2)*MM4*theta1(LL4) - (1/2)*v1(LL4)*F4 - (1/2)*MM5*  
theta5(0) - (1/2)*v5(0)*F5 ):
```

```
[> Gbcb := ((diff(Eel1+Eel2, b)));
```

```
[> E2bar := 3000/(1-.34^2);
```

```
[> E1 := 185000;
```

```
[> a := 8;
```

```
[> c := 9;
```

```
[> H := 0.3e-2;
```

```
[> V := 0.5e-1;
```

```
[> h := .525;
```

```
[> Iz := (1/12)*c*h^3;  
[> l := 1.5;  
[> b0 := .16;  
[> Gc:=0.04;  
[> b:=b0-d;  
  
[> implicitplot(Gbcb=Gc,d=0..0.16,a=0..20);  
  
[> plot(Gbcb,d=0..0.16);
```



## RÉSUMÉ

---

En microélectronique, certains dispositifs (MEMS) nécessitent une couche de protection appelée encapsulation pour assurer un fonctionnement optimal. Ce procédé met en jeu une couche structurée de polymère BCB (benzocyclobutène). Celle-ci est en contact avec un substrat de silicium d'un côté et une couche de nickel de l'autre. Une compréhension du comportement de ces interfaces est primordiale. L'objectif de cette thèse est la caractérisation de l'énergie d'adhérence des interfaces discontinues Ni/BCB et BCB/Si. Deux essais mécaniques (test de flexion 4-points et insertion de lame) ont été mis en œuvre. Les modèles analytiques mis au point dans le cas d'une interface continue ont servi à l'exploitation de ces essais mais ont aussi montré leur limite. La structuration de l'interface induit des effets géométriques et des effets d'échelle qui ne sont pas bien pris en compte par les modèles classiques. Pour pallier à cette difficulté, un modèle analytique modifié est proposé pour le test d'insertion de lame, ainsi que des calculs de simulation numérique. Ils mettent en avant l'influence des paramètres de la structuration : taille des motifs, espacement.

Mots-clés : interface structurée, adhérence, énergie de rupture

## ABSTRACT

---

In microelectronics, some devices (MEMS) need to be encapsulated by a protective layer for optimal performances. This technique involves a patterned layer made of BCB polymer (benzocyclobutene). This layer is between a nickel film and a silicon substrate. A good understanding of those two interfaces is of first importance. The aim of this thesis is the mechanical characterization of the fracture energy of the Ni/BCB and BCB/Si patterned interfaces. Two mechanical tests (the 4-points bending test and the wedge test) have been selected in that purpose. Analytical models are well established to analyze those tests but for continuous interfaces. With patterned ones, those models are limited and do not take into account all the size effects and the geometrical effects induced by the patterning. A modified analytical model is proposed for the wedge test in order to overcome these limitations. Numerical studies are also carried out to complement the study. Patterning effects such as the size of the patterns and the space between them are enhanced.

Key words: patterned interface, adhesion, fracture energy