HAL open science

Auto-assemblage assisté par capillarité et collage direct

Sebastien Mermoz

▶ To cite this version:

Sebastien Mermoz. Auto-assemblage assisté par capillarité et collage direct. Génie des procédés. Université Grenoble Alpes, 2015. Français. NNT : 2015GREAI114 . tel-01290184

HAL Id: tel-01290184

https://theses.hal.science/tel-01290184v1

Submitted on 17 Mar 2016

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.

UNIVERSITÉ GRENOBLE ALPES

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ GRENOBLE ALPES

Spécialité : **Ingénierie Matériaux Mécanique Energétique Environnement Procédés Production**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

Sebastien MERMOZ

Thèse dirigée par **Christian FRETIGNY** et
codirigée par **Léa Di CIOCCIO**

préparée au sein du **Laboratoire Substrat Avancés CEA Léti Grenoble** dans **l'École Doctorale I-MEP²**

« Auto-assemblage assisté par capillarité et collage direct »

Thèse soutenue publiquement le **03 Juin 2015**,
devant le jury composé de :

M. Rafael ESTEVEZ
Professeur des Universités, UJF Grenoble, président
M. Yves OUSTEN
Professeur des Universités, IMS Bordeaux, rapporteur
M. Thierry ONDARCUHU
Directeur de Recherches CNRS, CEMES Toulouse, rapporteur
M. Frédéric LEBON
Professeur des Universités, LMA, CNRS Marseille, examinateur
M. Christian FRETIGNY
Directeur de Recherches CNRS, ESPCI Paris Tech, directeur de thèse
Mme Léa DI CIOCCIO
Directeur de Recherches, CEA-Léti Grenoble, encadrant

Paradoxalement, ce sont les dernières lignes que j'ai écrit dans le cadre de ce manuscrit et ce seront les premières que vous lirez.

Avant toute chose j'aimerai remercier mes encadrants de thèse, ***Léa Di Cioccio***, ***Loïc Sanchez*** *(CEA –Leti) et* ***Emilie Deloffre*** *(ST Microelectronics) pour leur implication et le soutien qu'ils m'ont apportés toute au long de ces trois années de thèse. Faire aboutir ce projet n'a pas toujours était facile car nombreuses ont été les difficultés rencontrées durant ces trois années de thèse, qu'elles soient techniques, scientifiques ou encore logistiques. J'ai cependant pu compter sur leurs conseils avisés et leur qualité d'écoute pour m'aider tout au long de ce projet. A tous les trois un grand merci. Je suis très heureux d'avoir pu travailler avec vous mais également d'avoir appris à vos côtés, que ce soit scientifiquement parlant bien évidemment mais également humainement. J'ai pu approfondir mes connaissances scientifiques auprès de vous et je vous remercie du temps que vous avez pu me consacrer.*

J'aimerai également remercier ***Jean Berthier*** *sans qui la partie simulation de cette thèse ne serait sans doute pas la même. Grâce à sa collaboration de nouveaux et nombreux modèles ont pu être établis. J'ai pu à son contact m'initier à la modélisation numérique et aux effets de capillarité ainsi qu'à l'utilisation du logiciel Surface Evolver. Je tiens également à remercier* ***Kenneth Brakke****, concepteur de surface Evolver, de nous avoir fournis son appui lors de la mise au point des modèles.*

Je souhaite également remercier ***Christian Fretigny****, mon directeur de thèse, qui a su apporter un éclairage scientifique à cette thèse. Ses opinions et sa culture scientifique m'ont permis d'explorer de nouvelles voies de développement et de me confronter à une nouvelle approche de la physique des surfaces.*

Je tiens aussi à remercier ***les membres de mon jury*** *pour l'intérêt qu'ils ont accordés à mes travaux mais également pour leur sympathie lors de ma soutenance.*

Ce travail ne s'est bien évidemment pas fait seul, un grand merci à tous ceux avec qui j'ai pu collaborer durant ces 3 ans que ce soit en salle blanche ou encore lors des phases de conception. Un grand merci donc à l'ensemble du labo ***SURFF*** *et & aux équipes de la plateforme technologique (Christelle, Véronique, Thomas, Christophe, Laurent, Brigitte, Viorel, Daniel, Jean-Marc, Floch', Claire, Marc, gégé). J'aimerai également remercier mes collègues de mon laboratoire de rattachement, le* ***DCOS*** *(Thomas, Aurélie, Emmanuel, Julie, Lamine, Barbara, Jean-Sébastien). Un grand merci également aux autres thésards avec qui j'ai bu collaborer que ce soit en salle blanche ou autour d'une bière (Yann, Sebou, Jude, Paul, Flo Toby, Alisée, Alex,Oliv', Elo et tant d'autres).*

J'aimerai bien évidemment remercier mes ***proches et ma famille****, et en particulier mes parents qui m'ont toujours soutenu et poussé à aller de l'avant ! Merci pour tout. Une pensée particulière pour mon grand-père. J'aimerais également remercier* ***Shirin (et sa famille)*** *pour son soutien et sa patience durant cette longue période de rédaction. Tu as toujours su trouver les mots justes et me comprendre alors tout simplement merci d'être là...*

Enfin j'aimerai remercier ***mes potes des toujours*** *(quasiment 20 ans) qui ont su m'aider à décompresser quand il le fallait mais également à me booster ! (Alex, Elo(s), Stef, glo, Camille Ro, goef, Guillaume, Sandra, Violaine,…). Je vous l'avais dit que ça allait bien ce passer !*

Enfin et pour finir, J'ai également pu réaliser un de mes rêves d'enfant grâce à cette thèse : aller au Japon ! J'ai eu la chance de faire ma première conférence scientifique là-bas (3D-IC) et c'est vraiment un voyage qui restera gravé dans ma mémoire (Léa, j'attends toujours les vidéos du karaoké ☺).

Tables des matières

REMERCIEMENTS **3**
TABLE DES MATIERES **5**
INTRODUCTION **12**

Chapitre I : Contexte de l'étude 15

1) Evolution de la microélectronique : d'un circuit 2D à la 3D 17

1-1 La loi de Moore : limitations et divergences 17
1-1-1 La loi de Moore et ses limitations 17
1-1-2 La diversification des composantes 20
1-1-2.a *La branche «More Moore » (MM)* 20
1-1-2.b *La branche «More than Moore » (MtM)* 21

1-2 L'intégration 3D comme solution 22
1-2-1 Fondamentaux de l'intégration 3D 22
1-2-2 Amélioration des performances des circuits intégrés 22
1-2-3 Diminution des couts de production 23
1-2-4 Intégration 3D 24
1-2-4.a *Les différents types d'interconnexions* 26
- Les interconnexions type « micro-bump » 26
- Les interconnexions type « piliers de cuivre » 27
- Les interconnexions par « collage direct » 29

1-2-4.b *Le collage direct SiO_2-SiO_2* 30
- Les critères morphologiques 31
- Les critères de propretés 32
- Les mécanismes de collage 33

1-2-5 Deux types d'intégrations standardisées 35
1-2-5.a Plaque à plaque 35
1-2-5.b Puces à plaques 36
1-2-5.c Rendement d'intégration 36

2) Technologies d'assemblages et positionnement de l'auto-assemblage au sein de cette problématique. 38

2-1 Définition et présentation des différentes méthodes d'assemblages 38
2-1-1 La méthode historique- le Pick&Place 38
2-1-2 Les machines de Pick&Place (P&P) 38

2-2 Une solution : l'auto-assemblage, une brique finale mais nécessaire 42
2-2-1 Les différentes formes de l'auto-assemblage 42
2-2-1.a *Auto-assemblage via la reconnaissance de forme* 42
2-2-1.b *Auto-assemblage par fonctionnalisation ADN* 44
2-2-1.c *Auto-assemblage via les forces électrostatiques* 45
2-2-1.d *Auto-assemblage via les forces magnétiques* 48

2-2-2 Principe de l'auto-assemblage assisté par capillarité 50
2-2-2.a *Explication du principe physique- forces capillaires* 52
2-2-2.b *Principe de confinement d'un fluide* 54
2-2-2.c *Les procédés d'assemblages capillaires existants* 54

3) Récapitulatifs et conclusion..... 85

Chapitre II: Méthodes de caractérisation.....63

1) Contrôle du procédé de fabrication et caractérisations de nos structures . 12

1-1 Observation de nos structures par Microscopie Electronique à Balayage (MEB).....65
1-2 Imagerie de zones de contraste par Spectroscopie à Dispersion d'Énergie (SDE).....66
1-3 Mesures de la microrugosité de surface par Microscopie à Force Atomique (AFM)....67
1-4 Mesures de hauteur de marche par profilomètre à pointe 68
1-5 Mesures d'épaisseurs de couches de surface par ellipsométrie.....68
1-6 Evaluation de l'état de surface par mesure d'angle de contact.....70
1-7 Caractérisations des capacités de confinement par VMC.....71

2) Caractérisations des structures suite à l'étape d'auto-assemblage 72

2-1 Mesures de l'alignement des structures par Imagerie infrarouge en transmission 72
2-2 Observations des défauts de collage par microscopie acoustique à balayage (SAM) ..72

3) Caractérisations électrique de l'interface de collage 74

3-1 Extraction de la résistivité du cuivre.....74
3-2 Méthodologie d'extraction de la résistance à l'interface de collage 74

Chapitre III: Théorie et modélisation.....81

1) Principes physiques de base – Energie et Tension de surface 84

1-1 Principes thermodynamiques appliqués à une goutte 84
1-1-1 Tension et énergie de surface 84

1-2 Les méthodes de confinements – obtention de surfaces hydrophobes.....85
1-2-1 Topologie et contraste de mouillabilité 85

1-2-1.a *Les forces capillaires* 85
1-2-1.b *Confinement par topologie* 87
1-2-1.c *Confinement par contraste de mouillabilité* 89
1-2-2 Les états de Cassie/ Wenzel 90
1-2-2.a *Le modèle de Wenzel* 90
1-2-2.b *Le modèle de Cassie* 91
1-2-2.c *Bilan* 91

2) Mise en place des simulations 93

2-1 Surface Evolver 93
2-1-1 Principe de minimisation de l'énergie des interfaces 94
2-1-2 Extension aux problèmes de capillarité 95

2-2 Hypothèses de simulation 95

2-3 Les modes de déplacements 97
2-3-1 Translation horizontale (shift) 98
2-3-2 Translation verticale (lift) 100
2-3-4 Rotation d'axe vertical (twist) 101
2-3-5 Rotation d'axe horizontal (tilt/roll) 102
2-3-6 Les modes couplés 104

2-4 Simulation du débordement 105

2-5 Modèle avec prise en compte de l'étalement et accroche de la goutte 106
2-5-1 Implémentation du modèle numérique 106
2-5-2 Analyse de la variation d'énergie du système 107
2-5-3 Analyse du comportement « dynamique » de la puce 107
2-5-4 Simulations des défauts de mouillabilité 109
2-5-5 Comparaison entre simulation et observation expérimentale d'un processus d'auto-alignement 110

2-6 Bilan des simulations 111

3) Généralisation de l'étude à des formes de puces variables 111

3-1 Généralisation du principe d'alignement à différents polygones pour la translation 111
3-1-1 Implémentation du modèle analytique 111
3-1-2 Cas des polygones réguliers convexes 114
3-1-3 Cas des polygones réguliers non convexes 116
3-1-4 Calcul des forces de rappel pour les forts désalignements en fonction de la direction de translation 117

3-2 Comparaison avec les simulations Surface Evolver 118
3-2-1 Energie et forces de rappel en fonction de la forme 119

3-2-2 Impact de la direction de translation 120
3-2-3 Application sur des structures avec cavités 121

3-3- Généralisation du principe d'alignement à différents polygones pour la translation verticale 124

3-4- Généralisation du principe d'alignement à différents polygones pour la rotation 124

4) Récapitulatifs et conclusion 125

Glossaire 129

Chapitre IV: Etudes expérimentales et réalisation d'assemblages pour la microélectronique.....131

1) Création de structures dédiées à l'auto-assemblage – puces Si-SiO_2..... 135

1-1 Auto-assemblage et prérequis sur les étapes technologiques 135
1-1-1 Définition des objectifs et des contraintes 135
1-1-1.a *Compatibilité avec l'environnement salle blanche* 135
1-1-1.b *Valeur d'alignement – objectif 1 µm* 135
1-1-1.c *Hybridation par collage direct* 136
1-1-2 Principe d'alignement sur des structures silicium..... 137
1-1-2.a *Alignement via les traits de découpe* 137
1-1-2.b *Alignement par l'intermédiaire d'un plot* 138
1-1-2.c *Le fluide comme vecteur d'alignement*..... 138

1-2 Réalisation de structures utilisant la topologie comme méthode de confinement 140
1-2 -1 Définition du type de structures 140
1-2-2 Réalisation de plots permettant le confinement de la goutte..... 141
1-2-2.a *Les paramètres à considérer- dimensionnement* 141
1-2-2.b *Les différents types de gravure (humide/sèche)* 143
▪ La gravure sèche plasma de type RIE 143
▪ La gravure profonde sèche plasma de type DRIE 144
▪ La gravure humide par chimie en milieu aqueux..... 145
1-2-2.c *Sélection de la méthode de gravure* 146
1-2-2.d *La réalisation des structures*..... 147

1-3 Préparation et auto-assemblage des structures..... 149
1-3-1 Préparation pour le collage direct..... 149
1-3-1.a *Le stripping de la résine*..... 149
1-3-1.b *Activation de surface – surface hydrophile* 150
1-3-2 L'auto-assemblage des structures 152

1-3-2.a *Le banc d'assemblage* 152
1-3-2.b *Déroulement d'un auto-assemblage* 153
1-3-2.c *Le recuit de consolidation du collage* 156

1-4 Résultats et interprétation pour les structures avec topologie seule 156
1-4-1 Alignement et rendement 157
1-4-1.a *Impact du traitement de surface* 157
▪ Comportement des puces dites hydrophiles 158
▪ Comportement des puces dites hydrophobes 158
1-4-1.b *Impact du volume de la goutte* 160
▪ Comportement des puces dites hydrophiles 160
▪ Comportement des puces dites hydrophobes 160
1-4-1.c *Impact de la présence de contour de plot* 161
1-4-1.d *Impact de la méthode de dépose – cinétique du fluide* 162
▪ La méthode de dépose standard 163
▪ La méthode de dépose par mise en contact (DMC) 164
1-4-1.e *Impact de la hauteur du plot* 166
1-4-2 Qualité de collage 167
1-4-2.a *Qualité de collage des puces hydrophiles* 168
1-4-2.b *Qualité de collage des puces hydrophobes* 168
1-4-3 Conclusion sur l'auto-assemblage de structures avec topologie seule 170

2) Création de structures mixtes pour l'auto-assemblage 173

1-5 Réalisation de structures utilisant la topologie et le contraste chimique comme méthodes de confinements – structures mixtes 173
1-5-1 Présentation des méthodes d'intégrations possibles 175
1-5-1.a *Le traitement plasma localisé* 175
1-5-1.b *La double photolithographie* 177
1-5-1.c *L'utilisation d'un dépôt hydrophobe résistant* 178
1-5-2 Etudes des matériaux/couches hydrophobes 178
1-5-2.a *Les contraintes dues à l'utilisation du collage direct* 178
1-5-2.b *La structuration de surface* 178
1-5-2.c *Les dépôts hydrophobes* 179
1-5-3 Etude du polymère hydrophobe C_4F_8 182
1-5-3.a *Angle de goutte et préparation de surface* 184
1-5-3.b *Comportement morphologique du polymère* 184
1-5-4 Réalisation de structures mixtes 184
1-5-4.a *Intégration du dépôt hydrophobe dans le procédé* 184
1-5-4.b *Adaptation de l'étape de découpe* 186
1-5-4.c *Dépôt pleine plaque – impact de la rugosité de la surface* 188
1-5-4.d *Les étapes de préparation au collage* 190
1-5-4.e *Le stripping de la résine – lift off* 194
1-5-4.f *Observations MEB et EDX* 195
1-5-5 Etude de la capacité de confinement des structures 197
1-5-5.a *Valeur de confinement maximale* 197
1-5-5.b *Confinement en fonction des étapes de préparation* 199

1-6 Résultats et interprétations pour les structures mixtes 201
1-6-1 Alignement et rendement 201
1-6-1.a *Rendement d'alignement en fonction de la hauteur du plot* 201
1-6-1.b *Causes de défaillance de l'alignement* 202
1-6-2 Qualité de collage 202
1-6-2.a *Qualité de collage des structures mixtes* 202
1-6-2.b *Impact de la présence d'eau à l'interface des puces* 204

1-7 Récapitulatif et tableau comparatif en fonction du type de structures 207

3) Récapitulatifs et conclusion 209

Chapitre V: Etudes expérimentales sur puces Cu-SiO$_2$……211

1) Création de structures dédiées à l'auto-assemblage – puces Cu-SiO$_2$ 213

1-1 Présentation des puces utilisées – puces FICO 213
1-1-1 Présentation des puces FICO 213
1-1-1.a *La fabrication des puces FICO* 213
1-1-1.b *Les différentes structures de test électriques* 214

1-2 Intégration du niveau nécessaire à l'auto-assemblage sur les puces FICO 216
1-2-1 Création du plot d'auto-assemblage 216
1-2-1.a *Gravure de surface mixte Cu-SiO$_2$* 217
1-2-1.b *Gravure humide du cuivre* 218
1-2-1.c *Gravure sèche de l'oxyde de silicium* 219
1-2-1.d *Gravure sèche du silicium* 220
1-2-1.e *Le retrait de la résine* 220
1-2-2 Utilisation du confinement plan pour la plaque support 221
1-2-2.a *La problématique du confinement plan* 221
1-2-2.b *Les différents assemblages réalisés* 223
1-2-3 Le collage du cuivre et le collage de surface mixtesCu-SiO$_2$ 224
1-2-3.a *Les mécanismes du collage direct Cu-Cu* 224
1-2-3.b *Les mécanismes du collage direct Cu-SiO$_2$* 226
1-2-4 Etude des préparations de surfaces pour le collage du cuivre 228
1-2-4.a *Les préparations de surfaces pour le collage du cuivre* 228
1-2-4.b *L'impact de la préparation de surface sur le polymère hydrophobe* 229

2) Résultats et interprétations pour l'auto-assemblage de puces FICO 231

2-1- Alignement et rendement 231
2-1-1 Rendement d'alignement avec des structures FICO 231

2-1-2 Causes de défaillance de l'alignement 234
2-2 Qualité de collage 235
2-2-1 Qualité de collage – Observation IR 235
2-2-2 Qualité de collage – Observation acoustique 235
2-2-3 Qualité de collage – Observations FIB-SEM 236
2-3 Caractérisation électrique 237
2-3-1 Mesure de résistance de contact 238

3) Récapitulatifs et conclusion 243

Conclusion générale du manuscrit et perspective de recherches 247

Annexes 250

Introduction

Depuis le début des années 1970 et le développement du premier microprocesseur par Intel, le domaine de la microélectronique n'a cessé d'évoluer que ce soit en terme d'architecture de composant ou en terme de matériaux utilisés. La réduction des dimensions critiques des composants (notamment la longueur de grille des transistors) est aujourd'hui confrontée à plusieurs limites physiques (effets quantiques, thermiques) qui semblent difficilement maitrisables. Le développement des transistors des prochains nœuds technologiques (14, 10 et 7 nm) s'annonce comme extrêmement coûteux et complexe.

Ces limitations incitent donc les industriels à envisager de nouvelles alternatives. On observe ainsi depuis une dizaine d'année l'émergence d'une nouvelle voie de développement : l'intégration tridimensionnelle des composants. Là où de manière usuelle, les dimensions des composants étaient réduites dans le plan XY, la dimension verticale (axe Z) va maintenant être considérée. Outre le fait de permettre l'empilement vertical de composants hétérogènes (CMOS, capteur, mémoires,…), l'intégration 3D permet de réduire considérablement les délais d'interconnexions entre les composants. De plus, le coût de développement et de production de ces composants 3D s'avère bien moindre que celui des nouvelles architectures de transistors.

Cependant l'intégration 3D soulève elle aussi de nouvelles questions en termes d'intégration. Les composants étant de plus en plus complexes, la quantité d'interconnexions nécessaires à leur empilement ne cesse de croitre. Cette augmentation de la densité d'interconnexion a pour impact de rendre caduque les méthodes d'empilements et d'assemblages utilisées jusqu'à présent. Parmi les méthodes utilisées dans le milieu industriel le Pick&Place peut être désigné comme étant le grand standard actuel.

Le Pick&Place est une méthode d'assemblage mécanique dans laquelle, chaque puce est positionnée individuellement et mécaniquement par un bras robotique sur le substrat. En analysant les performances de ces outils, on constate qu'il devient de plus en plus complexe de concilier cadence et précision d'assemblage. La précision d'alignement entre la puce et le substrat tend à devenir un paramètre des plus critiques compte tenu des fortes densités d'interconnexion nécessaires aux composants actuels (on parle de millions d'interconnexions par cm^2). Les outils actuellement présents sur le marché autorisent une valeur d'alignement comprise entre 0,5 et 2 µm pour les plus performants. Cependant cette haute précision d'alignement s'obtient systématiquement au détriment de la cadence d'assemblage. Ces outils ne permettent donc pas d'envisager une application industrielle à grande échelle. A titre d'exemple, les outils les plus précis présentent au mieux une cadence d'assemblage de l'ordre de 60 puces par heure ce qui n'est, d'un point de vue industriel, pas viable. A l'inverse, en relâchant la contrainte sur la précision d'alignement, il existe à l'heure d'aujourd'hui des outils capables d'assembler 100 000 puces par heure avec une précision de 40 µm.

L'objectif de ce travail de thèse est donc de développer une méthode d'assemblage de puce à plaque permettant de bénéficier à la fois d'une précision d'alignement élevée et d'une cadence d'assemblage viable d'un point de vue industriel. La valeur d'alignement ciblée dans le cadre de cette étude est de 1 µm et la cadence d'assemblage de 100 000 puces par heure.

Au vue de la problématique adressée, il s'avère nécessaire de reconsidérer la technique d'assemblage dans son ensemble afin de s'affranchir des limites mécaniques et physiques rencontrées.

Ce travail de thèse consiste donc à développer une méthode d'auto-assemblage de puce sur un substrat. Le terme « auto » renvoie au caractère spontané et automatisé du processus d'assemblage. L'alignement et l'assemblage de la puce doivent donc s'effectuer de manière autonome (sans intervention extérieure). Comme nous le verrons dans le premier chapitre de ce manuscrit, cette automatisation du procédé d'assemblage peut être présente sous différentes formes :

- Autonome : le procédé en lui-même est suffisant pour assembler les structures entre elles.
- Assistée : le procédé va venir en complément d'une méthode d'assemblage existante.

La méthode d'assemblage que nous allons développer dans le cadre de cette thèse appartient à la deuxième catégorie. L'objectif est de développer un procédé venant assister l'outil de Pick&place afin de palier ses limites en termes de précision d'alignement et de cadence. Pour cela nous allons nous appuyer sur deux phénomènes physiques autonomes et distincts :

- Les effets de capillarité vont nous servir de force motrice de l'alignement.
- Le collage direct (i.e. collage moléculaire) permettra d'hybrider les puces sur le substrat.

A ces fins, nous allons nous baser sur des travaux existants (thèse F.Grossi). Dans le cadre de ces travaux, il a été démontré qu'il était possible d'utiliser les effets capillaires comme forces motrices de l'alignement d'une puce sur un substrat. Pour cela une goutte d'eau est placée à l'interface entre la puce et le substrat. Par l'intermédiaire de la tension de surface du film de liquide, un réalignement de la puce est alors possible. Bien que la faisabilité du procédé ait été démontrée, il reste difficile de contrôler précisément l'alignement. Le procédé établi dans ces travaux ne permettant pas un contrôle suffisant (en termes de répétabilité et de valeur d'alignement) pour répondre aux besoins industriels, nous allons donc voir dans quelles mesures nous allons pouvoir l'améliorer et le rendre compatible avec une utilisation à grande échelle.

La mise en place de ce nouveau procédé repose donc sur l'utilisation de deux domaines connexes que sont la microélectronique et la microfluidique.

Dans le premier chapitre, nous présenterons le contexte ainsi que les objectifs de cette étude. Nous illustrerons ensuite les diverses méthodes d'auto-assemblage existantes dans le domaine de la microélectronique ainsi que l'état de maturité de chaque procédé. Puis, nous nous focaliserons sur l'auto-assemblage par capillarité en lui-même. Enfin, nous présenterons dans un dernier temps le procédé de collage direct et préciserons les notions nécessaires à son application dans le cadre de cette étude.

Le deuxième chapitre nous permettra d'introduire les outils de caractérisations utilisés dans cette étude. Dans un premier temps, nous détaillerons les techniques de caractérisations permettant de contrôler le processus de fabrication de nos structures. Puis, dans un second temps, nous présenterons les moyens employés pour caractériser et valider la qualité de l'assemblage.

Le chapitre III tentera d'apporter un éclairage sur les mécanismes physiques sur lesquels repose l'effet d'auto-alignement. Un outil permettant la modélisation de l'alignement sera mis en place par l'intermédiaire de simulations numériques. Ces simulations permettront d'une part, de mettre en avant les paramètres critiques pour l'auto-alignement, et d'autre part, d'apporter une meilleure compréhension du phénomène. Une généralisation de ce modèle à des puces de « n » cotés sera finalement présentée.

Nous arriverons ainsi aux chapitres IV et V dans lesquels seront présentés le procédé de fabrication de nos structures ainsi que le mode opératoire permettant la réalisation des tests d'auto-assemblages.

Le chapitre IV présentera les développements réalisés avec des puces oxyde. Cette première phase d'étude nous permettra de mettre en avant les paramètres critiques et de valider les simulations. Différents designs de structures seront évalués en termes de précision d'alignement et de qualité de collage. Ces essais permettront par la suite d'extraire un design optimal pour l'auto-assemblage et de valider, ou non, la viabilité de ce procédé.

Dans le chapitre V, il s'agit d'aller plus loin dans l'étude puisque nous allons transférer le procédé développé précédemment à des puces fonctionnelles. Les puces FICO, initialement prévues pour la caractérisation électrique des assemblages plaque à plaque, nous permettront de valider la création d'un contact électrique entre les puces et le substrat dans le cas d'un auto-assemblage par capillarité.

Chapitre I : Contexte de l'étude

Dans ce premier chapitre, nous allons commencer par présenter le contexte ainsi que la problématique de l'étude. L'objectif ici est de donner une vision globale du domaine de la microélectronique et de cerner quels sont les enjeux de la problématique abordée toute au long de ce manuscrit.

La première partie a pour but de fournir une vue d'ensemble des méthodes d'interconnexions existantes dans l'état de l'art (micro-bump, pilier de cuivre). Elle permettra par la même occasion d'introduire la notion de collage direct sur laquelle repose le procédé développé dans ce manuscrit.

Les différents types d'intégrations (plaque-à-plaque ou puces-à-plaque) ainsi que les différentes techniques d'interconnexions seront détaillés afin de mettre en évidence les points forts et les faiblesses de chaque configuration.

Dans un deuxième temps, nous nous focaliserons sur les méthodes d'assemblages existantes, et plus particulièrement sur la méthode dite du « Pick&Place ». L'objectif dans cette partie sera de mettre en évidence les limitations de cette technique, autant d'un point de vue scientifique que d'un point de vue industriel.

Ce constat nous permettra dans un dernier temps d'introduire les procédés d'auto-assemblage et de présenter les différentes déclinaisons de ces techniques. Pour finir, nous présenterons l'état de l'art de l'auto-assemblage par capillarité.

1) Evolution de la microélectronique : d'un circuit 2D à la 3D 17

1-1 La loi de Moore : limitations et divergences 17

1-1-1 La loi de Moore et ses limitations 17

1-1-2 La diversification des composantes 20

1-1-2.a *La branche «More Moore » (MM)*..... 20

1-1-2.b *La branche «More than Moore » (MtM)* 21

1-2 L'intégration 3D comme solution 22

1-2-1 Fondamentaux de l'intégration 3D 22

1-2-2 Amélioration des performances des circuits intégrés..... .. 22

1-2-3 Diminution des couts de production..... .. 23

1-2-4 Intégration 3D 24

1-2-4.a *Les différents types d'interconnexions* 26

- Les interconnexions type « micro-bump » 26
- Les interconnexions type « piliers de cuivre » 27
- Les interconnexions par « collage direct » 29

1-2-4.b *Le collage direct SiO_2-SiO_2* 30

- Les critères morphologiques 31
- Les critères de propretés..... 32
- Les mécanismes de collage 33

1-2-5 Deux types d'intégrations standardisées 35

1-2-5.a Plaque à plaque 35

1-2-5.b Puces à plaques 36

1-2-5.c Rendement d'intégration 36

2) Technologies d'assemblages et positionnement de l'auto-assemblage au sein de cette problématique. 38

2-1 Définition et présentation des différentes méthodes d'assemblages 38

2-1-1 La méthode historique- le Pick&Place..... 38

2-1-2 Les machines de Pick&Place (P&P) 38

2-2 Une solution : l'auto-assemblage, une brique finale mais nécessaire 42

2-2-1 Les différentes formes de l'auto-assemblage 42

2-2-1.a *Auto-assemblage via la reconnaissance de forme* 42

2-2-1.b *Auto-assemblage par fonctionnalisation ADN*..... 44

2-2-1.c *Auto-assemblage via les forces électrostatiques*..... 45

2-2-1.d *Auto-assemblage via les forces magnétiques* 48

2-2-2 Principe de l'auto-assemblage assisté par capillarité 50

2-2-2.a *Explication du principe physique- forces capillaires* 52

2-2-2.b *Principe de confinement d'un fluide*..... 54

2-2-2.c *Les procédés d'assemblages capillaires existants* 54

3) Récapitulatifs et conclusion..... 85

1) Evolution de la microélectronique : d'un circuit 2D à la 3D.

1-1 La loi de Moore : limitations et divergences

1-1-1 La loi de Moore et ses limitations

La microélectronique a vu le jour avec la découverte de l'effet transistor par Shockley, Bardeen et Brattain dans les années 50 [Bardeen 1984], [Shockley 1951]. Le passage d'un courant au travers d'une jonction NP polarisée en direct et d'une jonction PN polarisée en inverse, très proche l'une de l'autre, peut être modulé par la tension appliquée aux bornes de la jonction polarisée en inverse. Il est alors possible d'obtenir un effet « d'interrupteur » commutable par un signal électrique. C'est cette alternative aux tubes cathodiques utilisés jusqu'alors qui engage le développement de l'électronique solide. Depuis le début des années 70, cette industrie ne cesse de croître et d'évoluer, ce qui a permis des avancées technologiques majeures. Avec l'évolution et la maitrise des procédés de fabrication, la taille des composants électroniques ne cesse de diminuer, tout en conservant une évolution en vitesse et performances des composants en adéquation avec les prévisions de Moore. En effet, en 1965, Gordon Moore énonça une loi empirique (portant son nom : loi de Moore) qui prédit que le nombre de composants intégrés dans une puce électronique est multiplié par un facteur deux tous les ans [Moore1965]. Cette loi a été réactualisée par Moore lui-même dix ans plus tard, en indiquant que le nombre de transistors dans un microprocesseur doublerait tous les deux ans [Moore1975]. Un exemple est donné par Intel (figure 1.01), montre la bonne adéquation entre les prévisions de Moore et le nombre de transistors présents dans ses microprocesseurs.

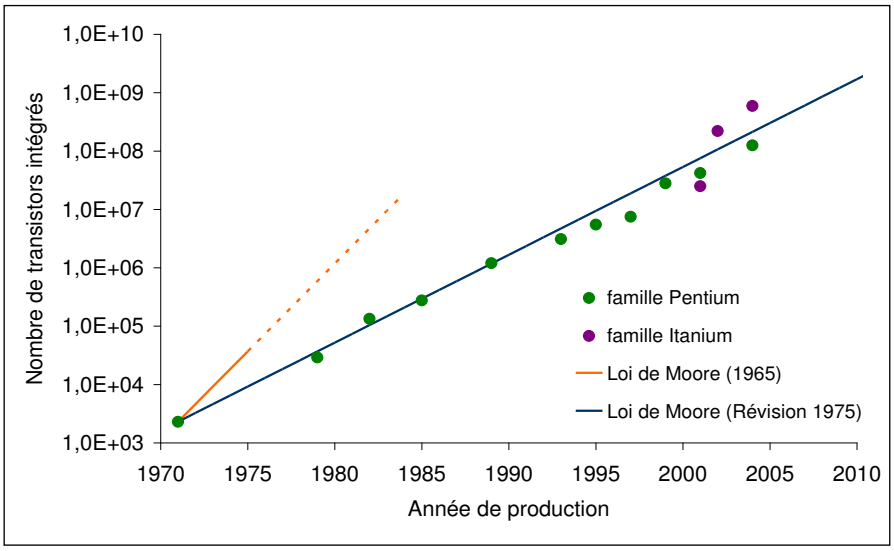


Figure 1.01 : Comparaison de l'évolution du nombre de transistors intégrés dans les microprocesseurs de la marque Intel depuis 1971 avec la Loi de Moore. [Intel]

La loi de Moore, étroitement liée aux dimensions des transistors intégrés, s'accompagne d'une miniaturisation générale des composants. Chaque année, l'ITRS (International Technology Roadmap for Semiconductors), en partenariat avec des industriels, des instituts de recherche et des universités, définit une feuille de route de l'évolution des dimensions et des fonctionnalisées des composants. Initialement, ces prévisions étaient essentiellement basées sur le dimensionnement des transistors (taille de grille, taille de la jonction,…) mais depuis quelques années d'autres critères rentrent en compte, notamment grâce à la diversification des composants. La feuille de route de l'ITRS fournit pour 2012, des objectifs en termes de niveau d'intégration mais également en termes

de coûts de fabrication, de rapidité, de puissance, de compacité et de fonctionnalité comme présenté dans le tableau de la figure (1.02).

Domaine	Exemples
Niveau d'intégration	Composant / puces, Loi de Moore
Coût de fabrication	Coût par fonction, coût par unité
Rapidité	Fréquence de commutation des transistors
Puissance	Gestion de l'énergie, électronique nomade
Compacité	Taille et poids des composants
Fonctionnalité	Mémoire non volatile, capteur

Figure 1.02 : Les différents critères fournit par l'ITRS 2012. [ITRS]

Comme le définit la feuille de route de l'ITRS, le niveau d'intégration et de compacité des composants ne cesse de croitre. On observe par conséquence une augmentation du délai d'interconnexion moyen, comme le présente les figures (1.03) et (1.04). La figure (1.03) présente le délai d'interconnexion pour différentes générations de composants (intégration et matériaux différents). Bien que la dimension critique du transistor (la taille de la grille) ne cesse de réduire, on remarque un accroissement du délai d'interconnexion dû à la complexité des circuits qui est de plus en plus grande.

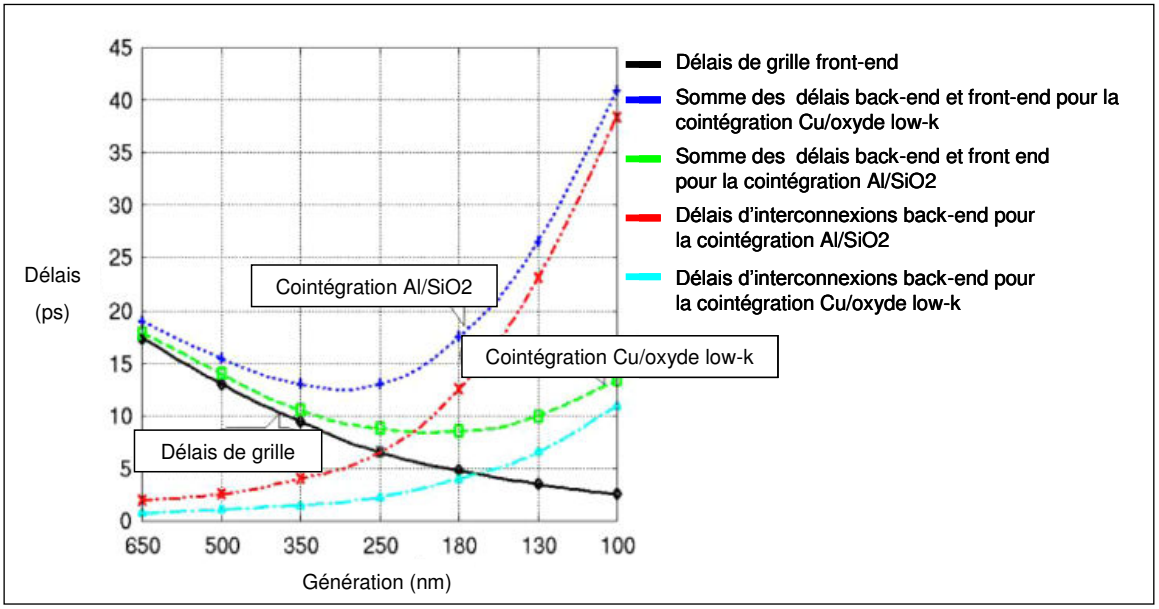


Figure 1.03 : Augmentation du temps d'interconnexion en fonction du degré et du type d'intégration [Bohr1995]

Une autre représentation (figure 1.04) consiste à comparer le délai d'interconnexion de la grille (signal permettant la commutation de l'état du transistor, et par définition le plus rapide) à celui de l'interconnexion la plus longue (typiquement le signal provenant de l'interface entre le composant et le milieu extérieur, par exemple un capteur). Le degré de complexité des technologies les plus récentes (nœud 14 nm à l'heure actuelle) est tel que le signal provenant de l'extérieur du composant met beaucoup plus de temps (plus d'un facteur 10) pour être traité par le transistor.

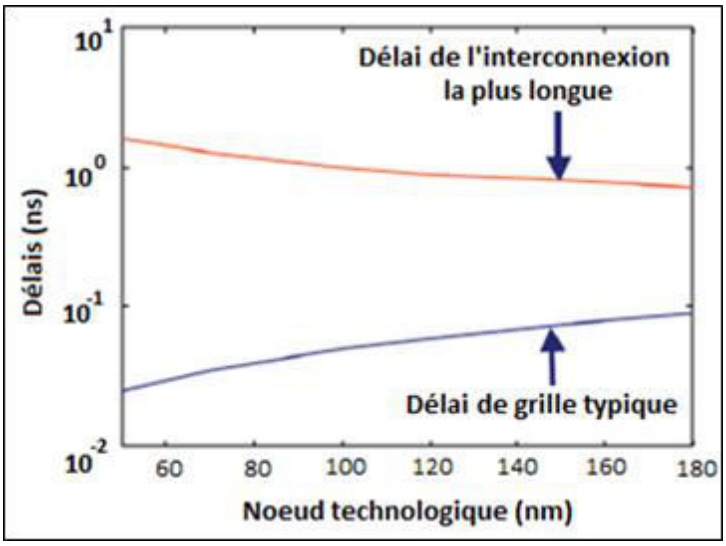


Figure 1.04 : Comparaison entre le délai de grille et celui de l'interconnexion la plus longue en fonction en fonction du degré d'intégration.

L'accroissement du degré de complexité des composants engendre également une augmentation du coût de production. La figure (1.05) présente la répartition des coûts de production en fonction du nœud technologique développé.

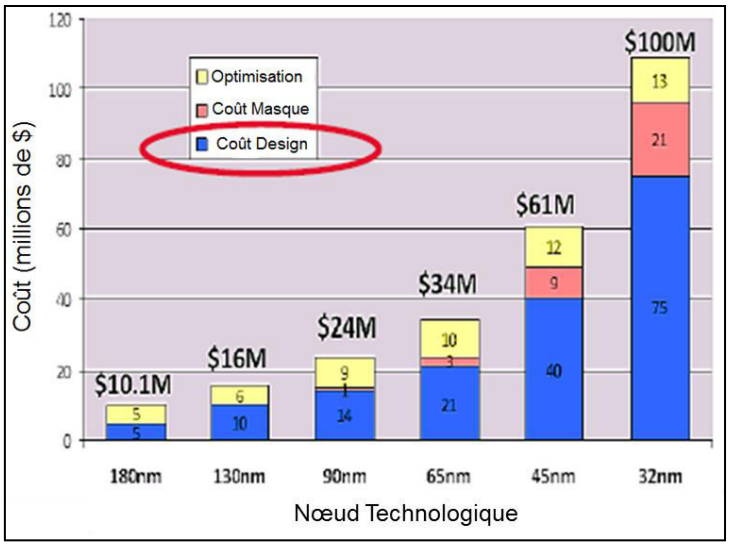


Figure 1.05 : Répartition des coûts de production en fonction du nœud technologique développé. On note que le coût de design représente plus de 70% du coût global. [Subramanian 2013].

On remarque que le développement d'un composant (design, R&D,) est le point le plus critique en termes de coût (quasiment 70% du coût global de production). L'augmentation de la complexité se traduit aussi bien par la réduction des dimensions, notamment au niveau de la grille du transistor, que par l'utilisation de matériaux novateurs présentant des propriétés physiques spécifiques. On peut par exemple citer l'intégration de matériaux dit « low-K » qui présente une très faible permittivité électrique ou encore les nouveaux designs des transistors dit « tri-gate » ou « FD-SOI ».

On voit donc certaines limites scientifiques et économiques se dessiner. Afin de passer outre ces limitations, on note depuis une petite dizaine d'années l'apparition de voies de développements distinctes.

1-1-2 La diversification des composantes

Comme nous l'avons évoqué dans la section *1-1-1*, l'évolution des composants électroniques peut être prédite depuis le début des années 1970, par l'intermédiaire de la loi de Moore. On observe cependant depuis une dizaine d'années une dissociation de cette loi suivant deux composantes distinctes. D'une part la loi « *More Moore* » (MM) qui est la poursuite de la loi de Moore telle que l'on a pu la considérer durant les 35 dernières années (minimisation des fonctions et des composants à proprement parler), et d'autre part, l'approche « *More than Moore* » (MtM) basée sur l'intégration de fonctions et matériaux hétérogènes dans le but d'adresser des domaines spécifiques. La figure (1.06) présente une schématisation de cette divergence.

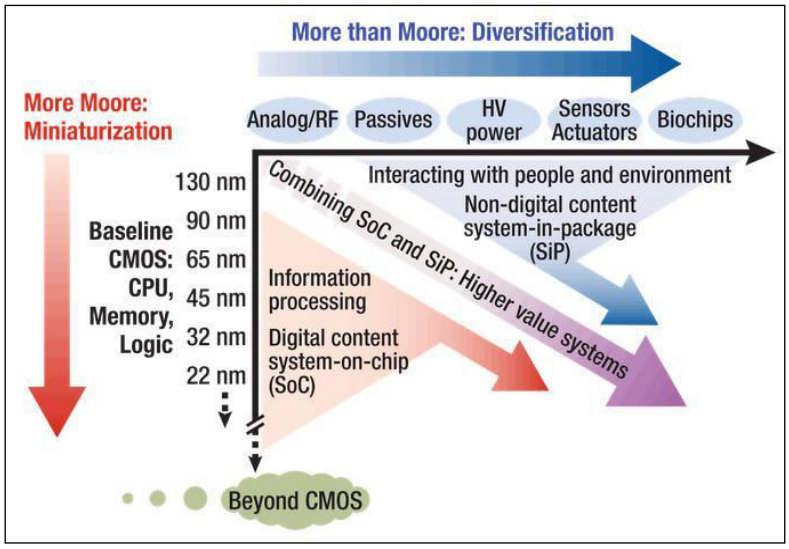


Figure 1.06 : Les diversifications de la loi de Moore – More Moore et More than Moore [ITRS2010]

a) La branche « More Moore » (MM)

Cette voie de développement s'inscrit directement dans la continuité de la loi de Moore standard. Cette approche est le plus souvent présentée comme une approche de «scaling » c'est-à-dire de réduction des dimensions avec comme objectif de continuer à réduire les dimensions des transistors CMOS. Une multitude d'études sont en cours afin d'adresser des tailles de transistors inférieures à 10 nm. On peut également citer le développement de nouvelles géométries de transistors comme par exemple le transistor « tri-gates » développé par Intel mais également l'utilisation de nouveaux matériaux de type III-V. La voie « More Moore » peut être vue comme le développement « brut » des capacités de calculs et de stockage, qui constituent le cœur même du composant.

Outre la réduction des dimensions, cette voie de développement s'accompagne de la mise en commun sur une seule et même puce de composants présentant des fonctions différentes. C'est ce que l'on nomme l'architecture « SoC » pour System-on-Chip. Cette architecture regroupe sur une même puce les composants actifs et passifs, ce qui permet une consommation en énergie moindre, une intégration plus dense et de donc de meilleures performances ainsi qu'une fiabilité accrue. Ce type architecture est présentée sur la figure (1.07).

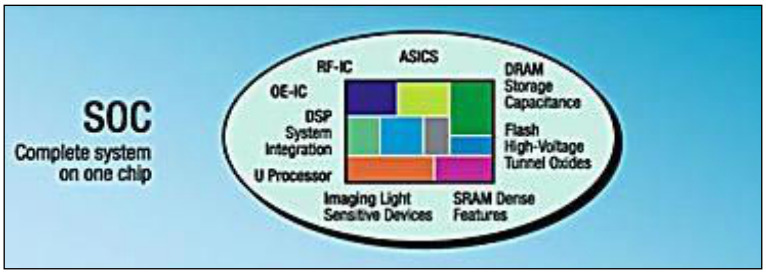


Figure 1.07 : Illustration du l'intégration 2D type SoC (System-on-Chip). La puce est constituée de composants présentant des fonctions différentes (stockage, unité de calcul, radiofréquence).

Cette architecture a néanmoins l'inconvénient de poser des problèmes de conception notamment en termes de place nécessaire au routage des informations entre les différentes parties de la puce. De plus le développement conjoint et simultané de plusieurs fonctions au sein d'une même puce nécessite un procédé de fabrication beaucoup plus complexe et coûteux que si chaque fonction avait été réalisée indépendamment des autres.

b) La branche « More Than Moore » (MtM)

L'autre voie de développement nommée « More than Moore » repose sur l'intégration de composants hétérogènes aussi bien en termes de fonctionnalités, de matériaux que de formes afin d'adresser des applications ou des domaines spécifiques. Contrairement à l'intégration de type « More Moore » où l'objectif est d'insérer plusieurs composants au sein d'une même puce, l'intégration « More than Moore » a pour objectif de regrouper plusieurs puces présentant des fonctions différentes (figure 1.08). Ce type d'architecture est appelé SiP pour « System in Package » en anglais.

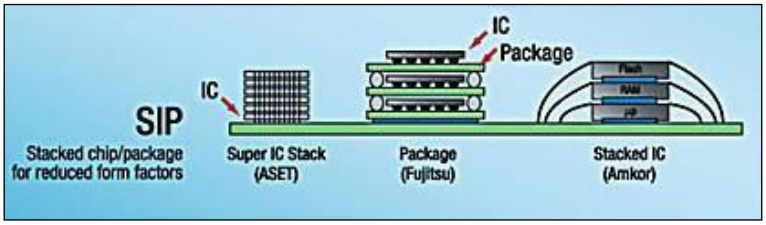


Figure 1.08 : Illustrations de l'intégration type SiP (System-in-Package).

Comme nous l'avons vu précédemment (section *1-1-2* a), si la voie « More Moore » peut être vue comme un développement brut du « cœur » du composant (capacité de stockage, puissance de calcul,..), la voie « More than Moore » correspondrait au développement de la partie externe du composant (interconnexion). Cette partie externe regroupe aussi bien la partie gestion de l'énergie que la partie communication avec l'extérieur (capteur, actionneur, imageur…). Cette coexistence entre les deux approches est schématisée par la figure (1.09).

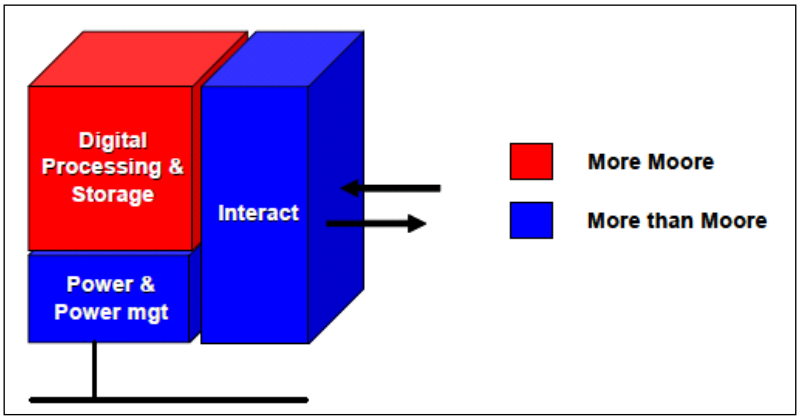


Figure 1.09: Coexistence entre l'approche « More Moore » et l'approche « More than Moore ». L'approche « More than Moore » est concentrée sur le développement de la partie gestion de l'énergie (« Power & Power Management ») et de la partie interactions extérieures (« Interact »).

L'approche « More than Moore » a donc pour point clé le développement de l'interaction entre plusieurs puces distinctes et possédant des fonctions propres. Les points clés de cette architecture sont donc les méthodes permettant d'interconnecter les différentes puces entre elles mais également la façon dont les interactions entre ces puces vont être gérées. Ce type d'architecture est très utilisé dans le domaine des MEMS (MicroElectroMechanical System) ou encore dans le domaine des biopuces.

1-2 L'intégration 3D comme solution

Comme nous venons de le voir dans la section précédente *1-1-2*, la divergence de la loi de Moore en deux composantes distinctes génère de nouvelles problématiques et de nouveaux besoins autant d'un point de vue design des composants que du point de vue des méthodes d'interconnexions inter-puces. Nous allons dans cette étude nous focaliser sur cette seconde problématique.

1-2 1 Fondamentaux de l'intégration 3D

L'idée de base de l'intégration tridimensionnelle est de venir empiler verticalement des composants, présentant des natures différentes, les uns sur les autres. Par différence de nature, on entend une différence en termes de fonction (par exemple un capteur d'images empilé sur un convertisseur numérique- analogique), de matériaux (par exemple une couche de silicium sur une couche de polymère) ou encore de forme (par exemple empiler des puces de dimensions différentes). Comme nous allons le voir dans la section suivante, ces nouvelles possibilités d'intégration permettent non seulement l'amélioration des performances des composants mais également une réduction des coûts de fabrication.

1-2-2 Amélioration des performances des circuits intégrés

La figure (1.03) présentée en introduction, montre une nette augmentation du délai d'interconnexion en fonction du degré d'intégration des composants. En effet, le niveau de complexité devenant de plus en plus élevé, on observe une augmentation du temps nécessaire aux informations pour transiter au sein ou entre les circuits. L'idée est donc de réduire le plus possible la distance entre les différentes parties (unité de stockage, unité de calcul, capteurs) d'un même circuit intégré. Le simple fait de venir empiler les circuits les uns sur les autres réduit cette distance

d'interconnexion (figure 1.10). Il est possible, en raisonnant à partir de simple facteurs géométriques, d'évaluer le gain obtenu grâce à l'empilement vertical des différentes couches.

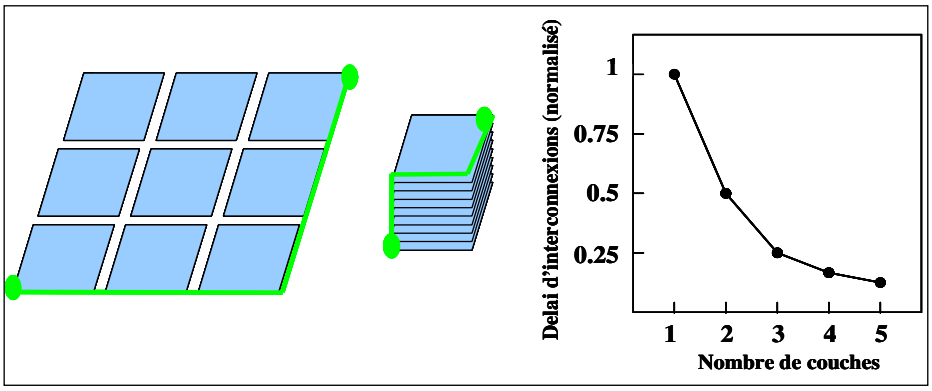


Figure. 1.10: Comparaison qualitative des longueurs d'interconnexions entre un dispositif intégré sur un plan (une couche) et un empilement 3D (plusieurs couches).

La courbe de droite de la figure (1.10) montre la réduction obtenue au niveau du délai d'interconnexion en fonction du nombre de couches de circuits empilées. On voit ainsi qu'un simple report (deux couches) permet de réduire de moitié le délai d'interconnexion.

1-2-3 Diminution des coûts de production

Un autre point intéressant est la comparaison du coût de fabrication des circuits 3D avec celui des SoC équivalents. La figure (1.11) présente la différence de coût de fabrication entre un circuit 3D (3D-IC) et un circuit type SoC (2D), pour un niveau d'intégration donné (nœud 45 nm). On constate que plus la surface du circuit considérée est grande, plus il favorable d'opter pour une intégration de type 3D.

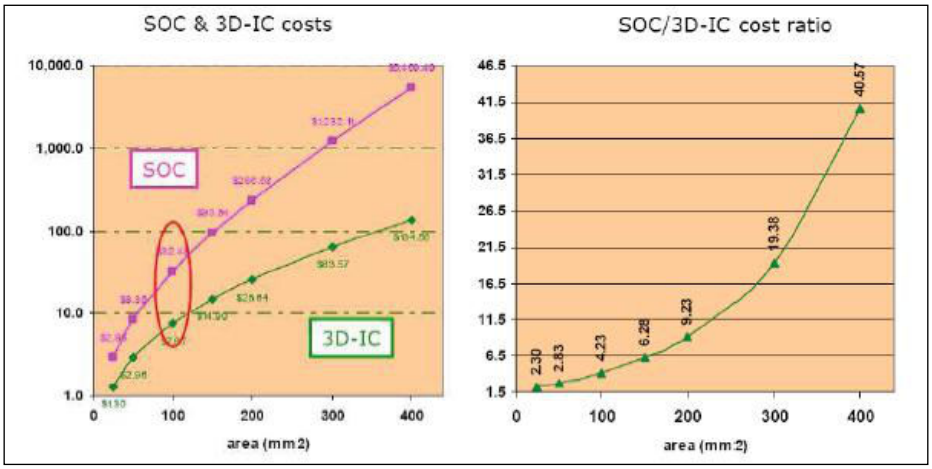


Figure 1.11: Comparaison des coûts (en $) relatifs à la fabrication d'un SoC 45 nm et son équivalent 3D 45 nm en fonction de la surface du circuit considéré. Le graphique de gauche présente le ratio entre les coûts de fabrication des deux circuits. [Ferrant 2008]

Cette différence de coût peut s'expliquer par la diminution des contraintes de fabrication pour les circuits 3D. En effet, chaque partie du circuit 3D étant réalisée de manière indépendante, de nombreuses contraintes de compatibilité entre les différentes étapes technologiques peuvent être levées. On peut par exemple citer les étapes de recuit haute température (500 à 800°C) qui sont

souvent problématiques pour la diffusion des matériaux, particulièrement pour les structures type CMOS.

L'architecture 3D présente donc des coûts de fabrication plus faibles que ceux engendrés par le passage aux nœuds technologiques futurs (22 nm et inférieurs). Il reste cependant important de ne pas négliger le coût relatif à la création de ces interconnexions verticales.

1-2-4 L'intégration 3D

Nous allons dans cette partie nous intéresser de plus près aux technologies d'interconnexions présentes dans le domaine de la microélectronique. Comme nous venons de le voir l'empilement vertical des circuits électroniques requiert la création d'interconnexions verticales entre les différentes puces afin de permettre le passage d'un signal électrique et donc le transit de l'information. Plusieurs critères doivent être considérés lorsque l'on détaille une interconnexion. Le premier critère est l'aspect dimensionnement. Les deux dimensions clés sont la dimension latérale intrinsèque de l'interconnexion et l'espacement minimal entre deux interconnexions voisines, on parle de ce dernier cas de « pitch » d'interconnexion. Une autre façon d'appréhender l'aspect dimensionnel des interconnexions consiste à raisonner en termes de densité surfacique d'interconnexion. Lorsque la quantité d'interconnexion est grande pour une surface donnée, on parle alors de forte densité d'interconnexion (typiquement supérieure à 10^6 interconnexions par cm²).

Le deuxième critère repose lui sur le comportement électrique de l'interconnexion. Il est en effet nécessaire que les interconnexions entre deux puces soient le moins résistives possibles d'un point de vue électrique. Enfin le troisième critère concerne la fiabilité (mécanique et électrique) de l'interconnexion.

Comme nous le verrons dans la suite de cette étude, plusieurs types d'interconnexions ont été développés afin d'interconnecter les différents circuits. On remarque sur la figure (1.12) ci-après plusieurs « architectures » d'interconnexions suivant le type d'intégration des circuits et la position des interconnexions dans l'empilement (inter-puces ou entre la puce et le substrat).

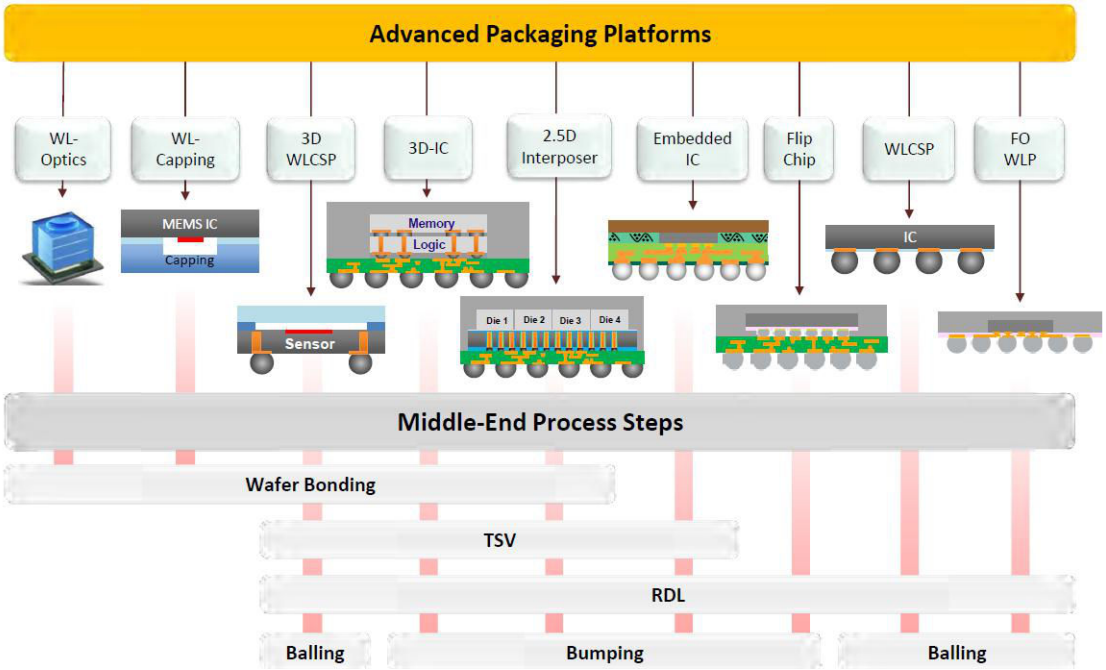


Figure 1.12: Les différentes familles d'interconnexions [Yole 2013].

Il est important de distinguer les différentes architectures d'interconnexion. Il est possible de les diviser en trois grandes familles suivant leurs compacités et leurs niveaux d'intégration. La première famille est l'architecture dite « Package-on-Package » dans laquelle ce sont les boitiers des circuits qui sont interconnectés (figure 1.13). Chaque puce est encapsulée dans un boitier en résine et ce sont ces boitiers que l'on vient empiler et interconnecter verticalement grâce à des interconnexions de type balling (billes d'alliage).

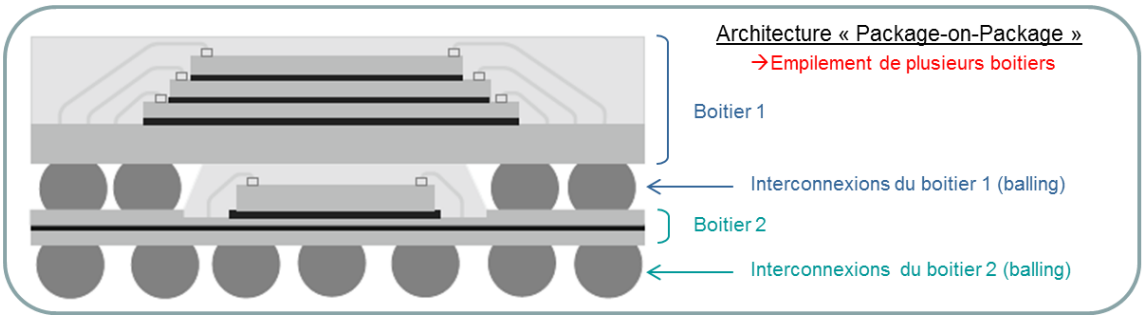


Figure 1.13 : Illustration de l'architecture « Package-on-Package »

Le deuxième type d'architecture est nommé « 3D Packaging » et consiste à venir empiler et interconnecter plusieurs puces au sein d'un même boitier en résine comme le présente la figure (1.14). Cette architecture présente donc un degré d'intégration plus élevé de par le gain en compacité (un seul boitier) et la réduction de délais d'interconnexion. Les puces sont raccordées au support du boitier par l'intermédiaire d'interconnexions de type « wire bonding » (interconnexions filaires le plus souvent réalisées à partir de fils d'or). Les puces ne sont donc par directement interconnectées entre elles.

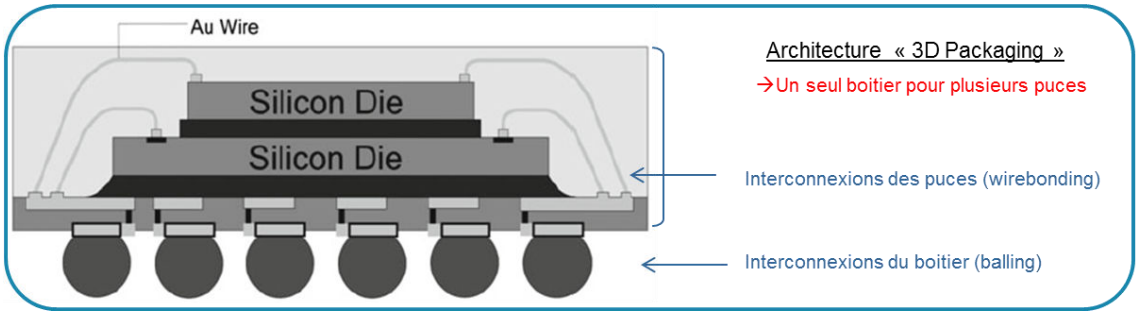


Figure 1.14 : Illustration de l'architecture « 3D Packaging »

Enfin le dernier type d'architecture est celui dit de l'architecture 3D à l'échelle du substrat (3D @ WL en anglais pour « 3D at wafer level »). Dans ce type d'intégration les différents niveaux de circuits sont directement interconnectés entre eux ce qui favorise grandement la compacité de l'assemblage mais également réduit considérablement le délai d'interconnexion entre les différents niveaux de circuit (figure 1.15).

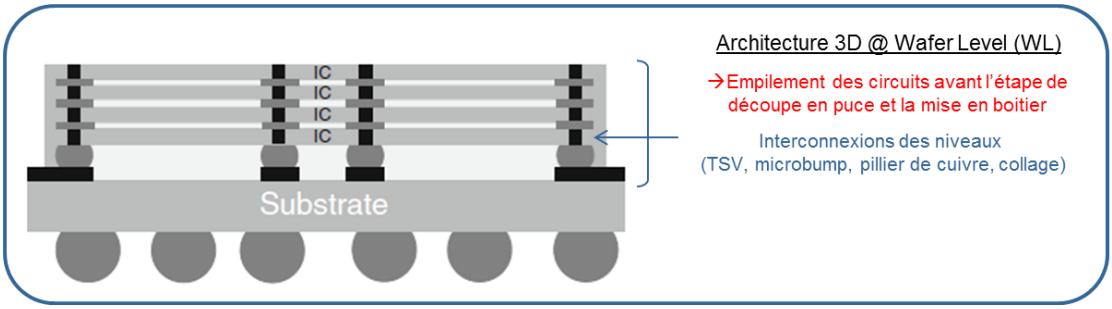


Figure 1.15 : Illustration de l'architecture « 3D WL »

Le type d'interconnexion inter- circuits, utilisés dans le cadre de cette architecture, se caractérise par des dimensions plus faibles et une densité d'interconnexion beaucoup plus élevée. La quantité d'informations à échanger (bande-passante) entre les différents circuits ne cessant d'augmenter, on observe un besoin croissant en nombre d'interconnexions disponibles pour transférer de l'information sans pour autant avoir la possibilité d'augmenter la dimension des circuits. L'objectif est par conséquences d'accroitre la densité d'interconnexion. Cette nécessitée impose de faire évoluer les méthodes d'interconnexion entre le circuit support et la/les puces reportées.

a) Les différents types d'interconnexions

Nous allons dans cette partie nous intéresser uniquement aux interconnexions dites « inter-puces», qui sont à différentier des connexions utilisées dans le domaine du packaging (architecture « package-on-package » et « 3D packaging »). Le type d'interconnexion utilisé dans ces architectures regroupe le « balling » (également nommé BGA pour Ball Grid Array en anglais) où l'interconnexion entre la puce et son boitier est réalisée grâce à des billes d'alliage, typiquement un mélange d'étain (Sb) - plomb (Pb) et le « wire-bonding » où l'interconnexion est réalisée grâce à des fils d'or comme le présente la figure (1.16).

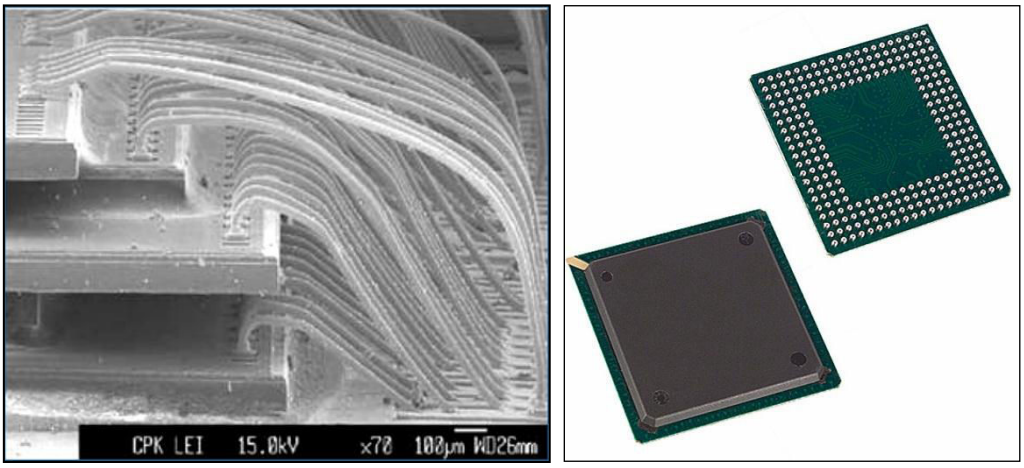


Figure 1.16 : Illustration des connexions de type « packaging ». A gauche, interconnexions de type wire-bonding [Hueners 2013] et à droite, interconnexions de type BGA [Global Electronics].

Parmi les interconnexions inter-puces on peut citer plusieurs technologies comme les micro-bumps, les piliers de cuivre, ou encore le collage direct. Nous allons revenir point par point sur chacune de ces technologies et en exposer les avantages et inconvénients, ainsi que les spécificités.

- Les interconnexions type « micro-bump » :

La technologie « micro-bump » est le pendant du « balling » (utilisé pour la connexion entre la puce et son boitier) pour la réalisation de connexions inter-puces. Il s'agit là encore d'utiliser des billes d'alliage afin de réaliser les interconnexions entre les différents niveaux de circuit comme le présente la figure (1.17).

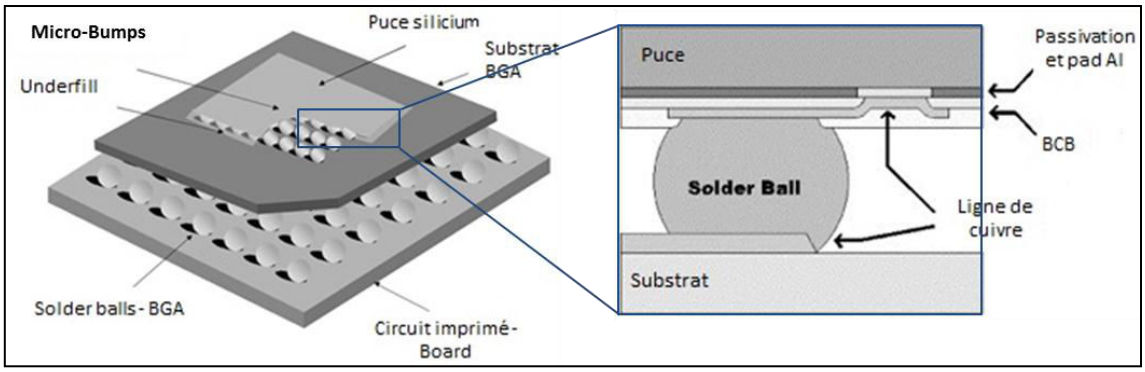


Figure 1.17 : Illustration des interconnexions types « micro-bumps ». A gauche, un empilement dans lequel on retrouve des interconnexions de type BGA (entre le substrat et le circuit imprimé) et des interconnexions de type micro-bumps (entre la puce et le substrat). A droite une vue en coupe d'une interconnexion type « micro-bumps ». [Frear 1999]

La technologie « micro-bump » se différentie du « balling » par la dimension des billes d'alliage misent en jeu. Les billes utilisées en « balling » ont typiquement des dimensions comprises entre 0,7 et 1 mm alors que celles utilisées pour les interconnexions types « micro-bumps » sont généralement de l'ordre de quelques dizaines, voire centaines, de micromètres. La figure (1.18) présente une vue en coupe réalisée par microscope électronique à balayage (MEB) d'une interconnexion de type « micro-bump » de 30 µm de diamètre. Lors de l'étape d'assemblage, la bille d'alliage fond partiellement grâce à un recuit assurant ainsi la tenue mécanique et le contact électrique entre les deux niveaux interconnectés.

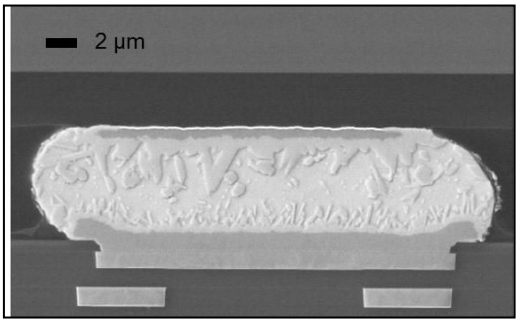


Figure 1.18 : Vue en coupe au microscope électronique à balayage d'une interconnexion de type « micro-bump ». [Gruber 2008]

Ce type d'interconnexion est le plus largement répandu dans le domaine des connexions inter-puces puisqu'il s'agit de la méthode historiquement développée avec les premières applications de report de puce. A l'heure actuelle, les plus petites interconnexions de ce type sont de l'ordre de 30 µm pour un espacement de 60 µm. Ce type d'interconnexion tend à devenir caduc, notamment à cause de la dimension intrinsèque des billes d'alliages. En réduisant le pitch d'interconnexion, pour une dimension de bille fixée, la probabilité de créer des courts-circuits entre deux interconnexions voisines augmente fortement. Ces deux aspects expliquent en partie pourquoi ce type d'interconnexion est progressivement remplacé par des interconnexions de type piliers de cuivre.

- Les interconnexions type « piliers de cuivre » :

Les interconnexions de type piliers de cuivre (Copper pillar ou Copper post suivant les appellations en anglais) découlent donc directement de la technologie « micro-bump ». Afin de s'affranchir de la dimension des billes utilisées dans les interconnexions micro-bump, ces dernières sont remplacées par des piliers de cuivre (figure 1.19), dont les dimensions sont beaucoup plus réduites, notamment

en largeur. Ce type d'interconnexion permet d'atteindre des dimensions et des pitchs beaucoup plus agressifs, typiquement compris entre 15 et 30 µm.

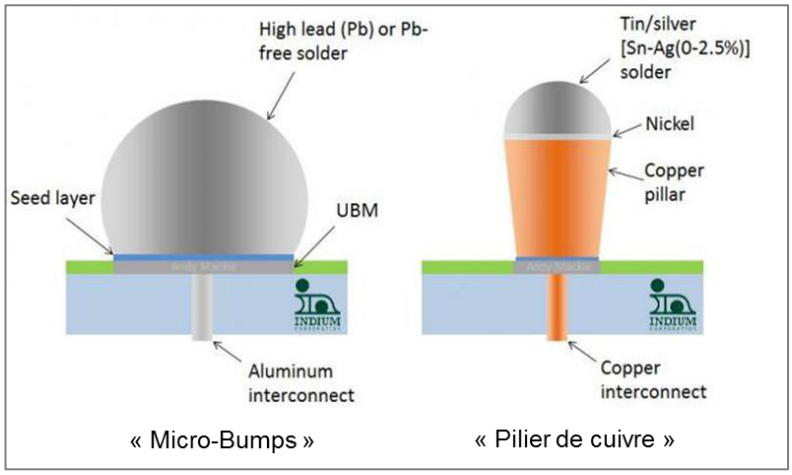


Figure 1.19 : Schéma comparatif- (vue en coupe) des interconnexions de type « micro-bump » et « piliers de cuivre » [Mackie 2013].

La bille d'alliage est remplacée par le pilier de cuivre qui constitue le corps de l'interconnexion mais également par la couche d'alliage intermétallique placée à son sommet (figure 1.20). Cet alliage est généralement un mélange d'étain (Sn) et d'argent (Ag). On retrouve également des alliages composé d'indium (In) et de nickel (Ni) dans des proportions moindres.

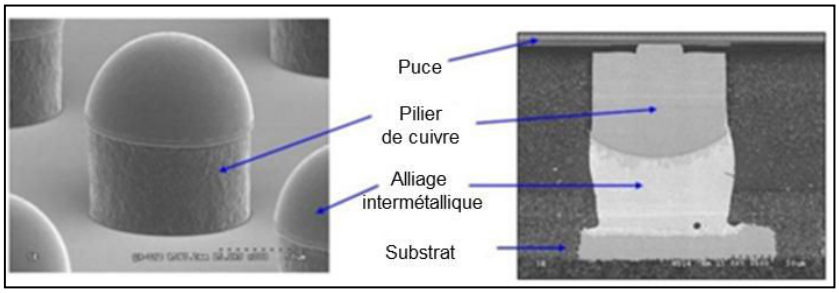


Figure 1.20 : Vue au microscope électronique à balayage (MEB). A gauche, un pilier de cuivre et l'hémisphère d'alliage métallique en son sommet avant l'étape d'interconnexion. A droite, une vue en coupe de l'interconnexion sur laquelle on distingue le pilier de cuivre ainsi que l'alliage intermétallique». [Onishi 2011].

Il existe également des variantes au niveau du procédé, notamment concernant la métallurgie et de la méthode d'hybridation utilisées. Les interconnexions type « piliers de cuivre » sont séparées suivant trois configurations distinctes. La première, et la plus classique, consiste à utiliser un pilier de cuivre présentant un hémisphère d'alliage en son sommet (voir tableau 1.21 – [1]). Dans cette configuration, l'hybridation est réalisée grâce à un recuit thermique permettant le fluage de l'hémisphère d'alliage (Cu + SnAg). Compte tenu de la taille de l'hémisphère d'alliage, la taille de pitch accessible dans cette configuration est typiquement comprise entre 60 et 140 µm.

La deuxième variante (voir tableau 1.21 – [2]) consiste non plus à utiliser un hémisphère d'alliage mais une simple couche d'alliage (nommée « capping » en anglais). Les dimensions réduites de cette couche permettent d'atteindre des pitchs plus petits, typiquement compris entre 20 et 80 µm. Il est important de noter que dans cette configuration, l'hybridation est réalisée par thermocompression. Cette méthode d'hybridation repose sur l'application d'une pression mécanique sur les circuits pendant l'étape de recuit thermique.

Enfin la dernière variante (voir tableau 1.21 – [3]), que nous développerons davantage dans la suite de ce manuscrit consiste à hybrider les deux lignes de cuivre entre elles sans présence d'une couche intermédiaire d'alliage. On parle alors de collages Cu-Cu réalisés de manière direct (sans appuis mécanique) ou via la thermocompression (avec appuis mécanique). Dans ces configurations, le pitch atteignable (< 30 µm) est uniquement corrélé aux dimensions des lignes de cuivre et non plus à celle de la couche d'alliage métallique.

Les techniques permettant la réalisation des interconnexions de type piliers de cuivre sont classées suivant trois catégories présentées dans le tableau (1.21) :

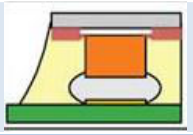
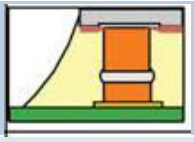
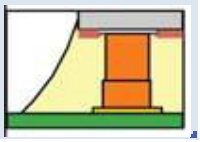
N°	Techniques	Méthode d'hybridation	Alliage	Pitch	Représentation
1	Pilier de cuivre + hémisphère d'alliage avec recuit et fluage	Recuit thermique et fluage de l'alliage	Cu + SnAg	140~60 µm	
2	Pilier de cuivre + couche d'alliage avec thermocompression	Recuit thermique et appuis	Cu + SnAg	80 ~20 µm	
3	Collage Cu-Cu	Recuit thermique avec ou sans appuis	Cu	< 30 µm	

Figure 1.21 : Tableau récapitulatif des méthodes d'hybridation utilisées avec les interconnexions de type « pilier de cuivre ».

Comme nous allons le voir dans la suite de ce manuscrit, le collage direct, bien plus que d'être une simple déclinaison de la technologie pilier de cuivre, est un champ de développements technologiques extrêmement prometteur.

- Les interconnexions par « collage direct » :

Le collage direct repose sur la mise en contact direct de deux surfaces, sans utilisation d'une couche intermédiaire de type intermétallique ou autre (colle époxy, polymère). Le principe de fonctionnement du collage direct sera détaillé par la suite dans la section *1-2-4* b. Nous retiendrons juste pour le moment qu'il est possible de réaliser des interconnexions de cuivre grâce à cette technique en « collant » directement les lignes de cuivre du circuit A sur les lignes de cuivre du circuit B comme le présente les vues en coupes ci-dessous réalisées grâce à un microscope électronique à balayage (figure 1.22).

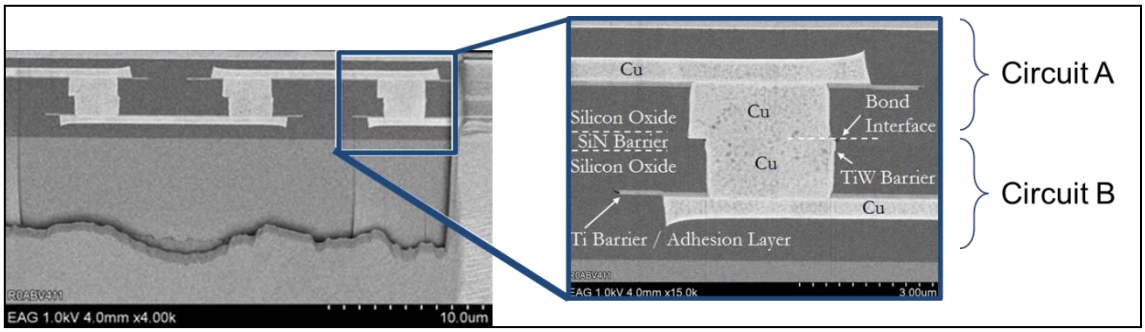


Figure 1.22 : Images réalisées grâce à un microscope électronique à balayage (MEB) d'interconnexions de cuivre hybridées par collage direct. Les lignes de cuivres du circuit A sont collées directement sur les lignes de cuivre du circuit B [Leitz 2013].

Grâce au collage direct le pitch d'interconnexion atteignable est typiquement de l'ordre de 2 à 7 µm.

➢ ***Bilan de l'état de l'art:***

➢ Il existe de nombreuses technologies permettant d'interconnecter deux circuits entre eux. On observe depuis une vingtaine d'année une augmentation de la densité d'interconnexion nécessaire. Afin de permettre cette augmentation, les technologies d'interconnexion n'ont cessé d'évoluer avec pour objectif la réduction du pitch d'interconnexion. Cette course vers la haute densité d'interconnexion a donnée naissance à de nouveaux types d'interconnexions tels que les « *micro-bumps* » ou les « *piliers de cuivre* ». La dernière innovation en date reste la réalisation d'interconnexions entre les circuits par l'intermédiaire du collage *direct Cu-Cu*.

➢ La figure (1.23) présente une vue générale du pitch d'interconnexion atteignable en fonction des différentes technologies développées. Outre l'aspect dimensionnel, ces nouvelles technologies d'interconnexions ont également initié l'utilisation de nouveaux procédés d'hybridation, comme par exemple la thermocompression ou encore le collage direct.

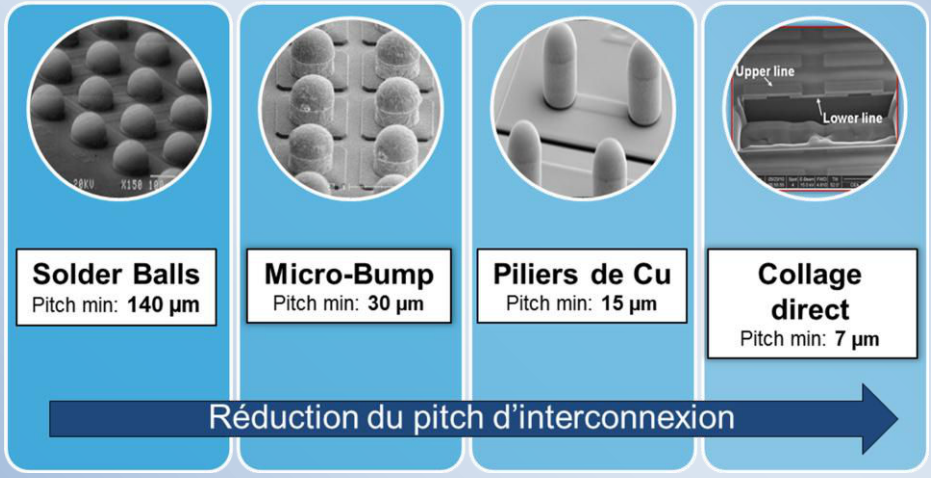


Figure 1.23 : Les différentes technologies d'interconnexions 3D en fonction du pitch

➢ Il n'est pas rare de voir ces différentes technologies se côtoyer au sein d'un même empilement de circuit. En effet, chaque technologie d'interconnexion présente ses avantages et ses inconvénients que ce soit en terme de dimensionnel ou de rendement électrique.

b) Le collage direct SiO_2-SiO_2

Nous allons dans cette partie nous focaliser sur le procédé de collage direct puisqu'il s'agit de la méthode d'hybridation que nous désirons mettre en œuvre dans ce manuscrit. Nous allons dans un premier temps limiter l'application du collage direct au collage de surfaces planes d'oxyde de silicium. Dans un deuxième temps, nous appliquerons ce procédé de collage à des surfaces composées de lignes de cuivre et d'oxyde de silicium (Cf. chapitre V).

Le collage direct est basé sur la mise en contact deux surfaces permettant la création d'une adhésion à l'interface de ces deux surfaces via des liaisons faibles (forces de Van Der Waals ou liaisons hydrogènes par exemple) [Lasky 1985]. Ces forces d'attraction qui existent au niveau de l'interface créent l'adhésion et sont susceptibles d'être transformées en liaisons covalentes lors de l'application d'un recuit thermique. L'intérêt ici est de réaliser l'hybridation des deux surfaces sans

qu'aucun apport de matière de type colle, matériau intermédiaire (type polymère) ne soit nécessaires, d'où l'appellation « collage direct ». De plus ce collage peut se réaliser à pression atmosphérique et sous air ambiant.

Si les surfaces sont suffisamment lisses et propres, leur mise en contact est créée à partir de leur point de contact initial. Une adhésion instantanée et spontanée se propage sous la forme d'une onde jusqu'à l'extrémité opposée du substrat (figure 1.24). La séparation des plaques nécessite alors une certaine énergie, appelée énergie de collage ou adhérence.

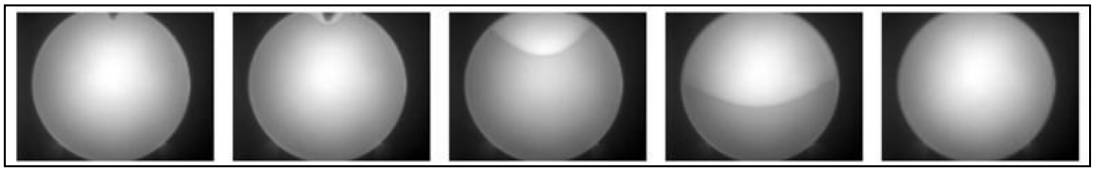


Figure 1.24: De gauche à droite, visualisation par caméra Infra-Rouge de la propagation de l'onde de collage dans le cas d'un collage SiO_2/SiO_2 (substrats Si 200 mm). L'onde est initiée sur le bord supérieur des plaques superposées et se propage en quelques secondes jusqu'à l'autre extrémité du substrat 200 mm.

Le paragraphe suivant se limite au cas de collages hydrophiles Si/SiO_2 et SiO_2/SiO_2. Juste après la mise en contact, l'énergie de collage est faible : typiquement entre 0,16 et 0,20 J/m² [Malleville 1998] [Tong 1999]. Les liaisons majoritairement mises en jeu sont de type Van Der Waals, liaisons hydrogène, et forces de capillarité. Ce sont toutes des liaisons faibles. Le collage est dans ce cas réversible, c'est-à-dire que les surfaces peuvent être séparées par une action mécanique (insertion de lame par exemple). Pour augmenter l'énergie de collage, i.e. renforcer les liaisons entre les surfaces, un traitement thermique (appelé recuit) peut être appliqué sur les structures collées. Les liaisons de faibles énergies sont alors remplacées par des liaisons fortes, type liaison covalente : le collage devient irréversible. L'énergie de collage augmente progressivement jusqu'à 1,2 – 1,5 J/m² (à 150°C) puis connait un palier jusqu'à 800-900°C où l'énergie atteint brusquement 2,5 J/m² [Tong 1999].

Il existe deux types de collages directs nommés collages hydrophobes et collages hydrophiles. Le terme hydrophile ou hydrophobe caractérise l'affinité des surfaces pour l'eau avant leur mise en contact. Une surface dite hydrophile (respectivement hydrophobe) est mouillée (respectivement n'est pas mouillée) par l'eau. Nous ne décrirons ici que le collage direct hydrophile.

Le collage direct hydrophile implique des substrats de silicium recouverts d'un film d'oxyde de silicium (SiO_2), natif ou déposé. Des terminaisons Si-OH en surface de cet oxyde entraînent le piégeage d'un film d'eau au moment du collage. L'interface de collage renferme alors des molécules d'eau qui créent des liaisons hydrogènes entre elles, ce qui permet l'adhésion des substrats. Cependant, la simple mise en contact de deux matériaux est loin d'être suffisante pour créer ce type de liaisons entre les surfaces. Le matériau et sa surface doivent répondre à des critères de morphologie et de propreté qui seront détaillées dans la section suivante.

- Les critères morphologiques

Les trois critères morphologiques à respecter pour réaliser un collage direct concernent la planéité du matériau et ce à trois échelles résumées dans la figure (1.25):

- à l'échelle macroscopique : la flèche (ou « bow » en anglais)
- à l'échelle mésoscopique : la planéité
- à l'échelle microscopique : la rugosité

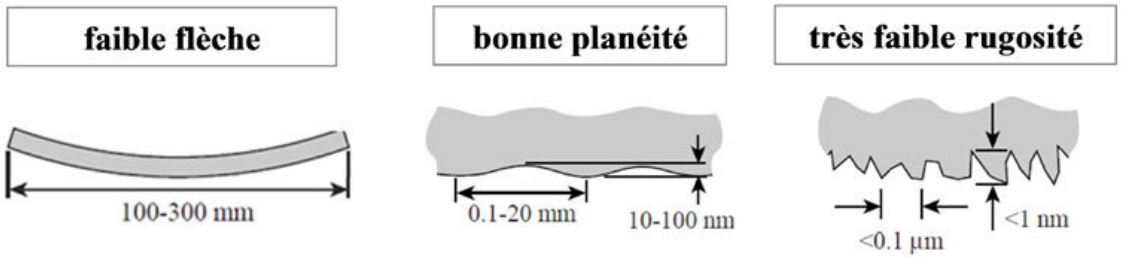


Figure 1.25: Critères morphologiques auxquels doit répondre un matériau pour permettre un collage de bonne qualité : a) la flèche de la plaque, b) la planéité, et c) la microrugosité en surface

Le premier critère morphologique indispensable à la réalisation du collage direct est la flèche (ou le « bow » en anglais) qui caractérise la déformation du matériau à l'échelle de la plaque. En effet, lors du collage, un équilibre s'établit entre l'énergie élastique qu'il faut fournir aux deux substrats pour les déformer et établir un contact sur toute leur surface, et l'énergie fournie par les forces de collage. Lorsque la flèche des plaques est trop importante, cet équilibre n'est pas réalisé et les plaques se décollent [Turner 2002]. Il a été montré expérimentalement que, pour des substrats de silicium de 200 mm de diamètre et d'épaisseur 725 µm, une flèche inférieure à 50 µm n'est pas un obstacle au collage. La flèche se mesure par des techniques de profilométrie décrites dans le chapitre II.

Le deuxième critère indispensable est la planéité qui caractérise les ondulations de surface. La non planéité est le plus souvent induite par les procédés de polissage. La planéité se mesure elle aussi par des techniques de profilométrie. Cependant, il n'existe pas à ce jour de critère défini comme limite pour la bonne mise en œuvre du collage. Des défauts de planéité entraînent généralement des défauts de collage au centre ou aux bords des plaques.

Le dernier critère morphologique concerne la microrugosité de surface. Il s'agit du critère le plus exigeant pour le collage. La microrugosité est mesurée par la Microscopie à Force Atomique (détaillée dans le chapitre II) et s'exprime par sa valeur quadratique moyenne (« Root Mean Square » (RMS) en anglais) en nanomètres. Il a été montré dans la littérature que, dans le cas de deux surfaces d'oxyde de silicium hydrophile, le collage ne peut avoir lieu pour des rugosités supérieures à 0.65 nm RMS [Abe 1990] [Moriceau 2003].

- Les critères de propreté

Nous avons vu que le collage se traduit par la nécessité de mettre en contact très proche des surfaces pour la création de liaisons faibles. Les surfaces à coller doivent être exemptes de tout « obstacle» à leur rapprochement. Bien que les collages soient réalisés en salle blanche, des particules peuvent se déposer sur la surface des plaques en plus de celles laissées par les précédentes étapes (notamment les résidus de polissage). Lors du collage, ces particules sont piégées à l'interface. Si leur taille est suffisamment grande, elles peuvent générer un défaut de collage (zone où les deux surfaces ne seront pas collées) (figure 1.26). Il a été montré qu'une particule de 1 µm de hauteur donne lieu à un défaut de 5 mm pour des collages impliquant des substrats de 525 µm d'épaisseur [Tong'99].

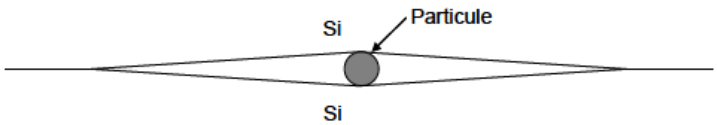


Figure 1.26: Particule piégée à l'interface de collage, provoquant la formation d'un défaut de collage.

La contamination organique comprend tous les composés organiques volatils, appartenant le plus souvent à la famille des hydrocarbures (-CHx). Ils peuvent provenir par exemple du relargage des polymères utilisés pour fabriquer les boîtes de rangement des plaques, du revêtement des murs de la salle blanche ou de résidus de polissage. Lors des recuits de consolidation, ces contaminants se décomposent en sous-produits gazeux et entraînent la formation de bulles à l'interface de collage [Mitani'92].

- Les mécanismes de collages

Les mécanismes du collage hydrophile d'oxyde de silicium ont fait l'objet de nombreuses révisions et sont aujourd'hui encore au centre de nombreuses discussions. Nous pouvons distinguer deux approches mises en avant pour expliquer le collage hydrophile : une approche « chimique » qui prend en compte l'hydrophilie des surfaces (proposée par Stengl et revue par Tong et Gösele [Stengl 1989] [Tong 1999]) et une approche « mécanique » qui étend l'approche chimique vers un mécanisme de surfaces réelles [Johnson 1971]. Le modèle de Stengl décrit la fermeture de l'interface par la création de liaisons covalentes de type siloxanes (figure 1.27). Au cours du recuit, la création de ces liaisons a pour conséquence de diminuer les largeurs d'interface. Ce modèle a été revu par Tong et Gösele avec un nouveau calcul de ces largeurs d'interface (la largeur maximale d'interaction étant de l'ordre de 1,2 nm) (figure 1.28).

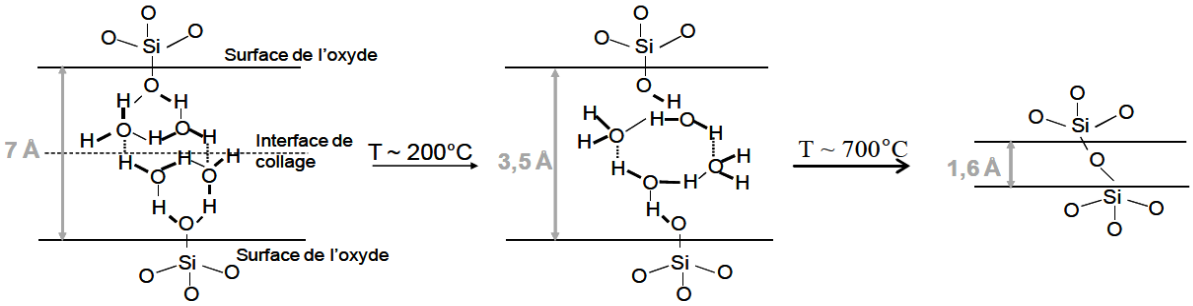


Figure 1.27: Modèle de Stengl décrivant la fermeture de l'interface d'un collage hydrophile en fonction de la température de recuit par la création de liaisons siloxanes diminuant les largeurs d'interface [Stengl'89].

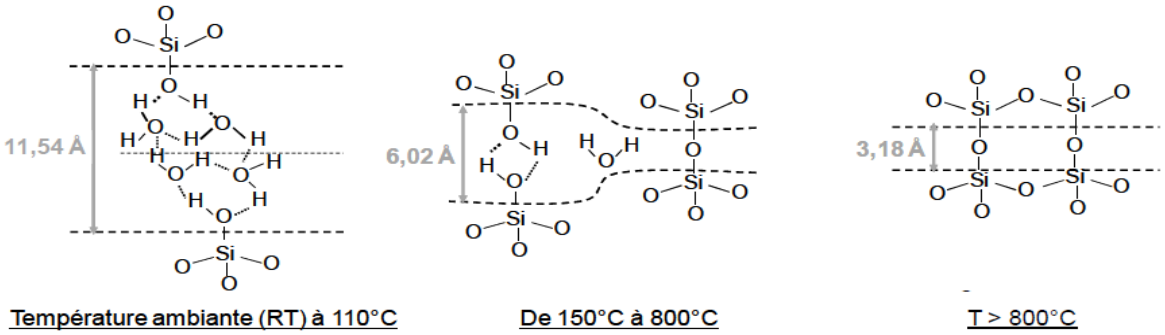


Figure 1.28: Modèle de Stengl précisé par Tong et Gösele) qui propose un nouveau calcul de la largeur d'interface [Tong'99].

Les mécanismes proposés par Stengl ont été améliorés par des études menées dans le cadre d'une collaboration entre le CEA-LETI et le CEA-Inac. Des mesures de l'interface de collage à l'échelle nanométrique ont pu être réalisées grâce au développement d'une technique de réflectivité X [Rieutord 2001]. A l'aide de cette technique de caractérisation, Rieutord et al. proposent un modèle de contact par aspérités avec une largeur d'interface constante [Rieutord 2006] en parallèle des

travaux de Gui et al. qui offrait une description purement mécanique de l'interface de collage [Gui 1999]. L'approche « mécanique » de fermeture de l'interface apparaît donc privilégiée. Aujourd'hui, il semble admis que les évolutions chimiques et physiques de l'interface de collage sont intimement liées. En effet, l'évolution physique de l'interface de collage, i.e. sa fermeture, est assurée par l'énergie résultant de la formation de liaisons chimiques. Par ailleurs, des liaisons covalentes entre les deux surfaces ne peuvent se former que si les espèces chimiques de chaque côté sont suffisamment proches pour être capable d'interagir. La morphologie des surfaces à l'échelle atomique est donc un paramètre clé pour comprendre l'évolution de l'interface de collage.

Parmi les approches permettant de modéliser ce phénomène, le modèle de Johnson, Kendall et Robert [Johnson 1971] (figure 1.29) est certainement le plus utilisé. Ce modèle décrit un contact d'aspérités adhérentes dès le début du collage. Dans ce cas, la fermeture de l'interface de collage se produit par élargissement des points de contacts (déjà adhésifs) et non par rapprochement des surfaces. Le modèle de Derjaguin, Muller et Toporov (DMT) [Derjaguin 1975] présente également une alternative au modèle de JKR permettant de rendre compte de l'élargissement des points de contact.

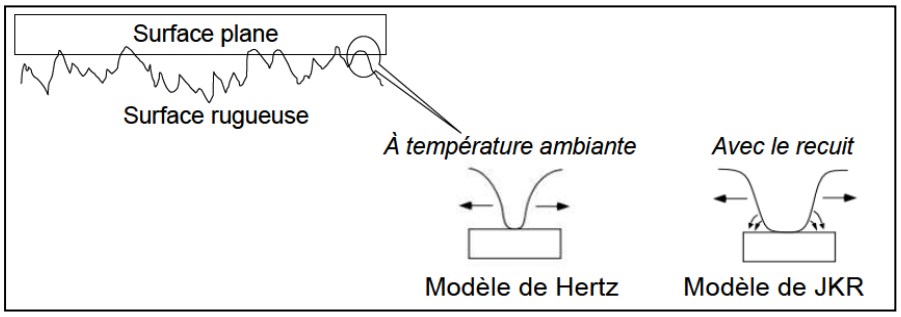


Figure 1.29: Utilisation de modèle mécanique pour la compréhension du mécanisme de collage. Le modèle d'Hertz (contact non adhésif) décrivant la mise en contact des surfaces sans recuit. Et le modèle JKR (contact adhésif) qui décrit l'évolution des points de contact avec la température de recuit.

Plus récemment, Ventosa et al. ont proposé des mécanismes de collage en se basant sur le modèle de contact par aspérités et en tenant compte de la rugosité de surface [Ventosa 2008]. Ils ont montré qu'à basse température (T < 400°C), deux étapes ont été mises en évidence. Pour des températures de recuit inférieures à 150°C, l'interface se referme par élargissement des points de contact du à la formation de liaisons covalentes Si-O-Si modélisé ici par le modèle JKR. Ce procédé n'aboutit pas en revanche à la fermeture complète de l'interface de collage. En effet, l'eau (adsorbée sur la surface des substrats et produite par la réaction de condensation) diffuse difficilement hors de l'interface, ce qui ralentit la fermeture.

De plus, la condensation des silanols (Si-OH) est susceptible de se produire au sein d'une même surface. Au-dessus de 150°C, l'eau peut désormais diffuser hors de l'interface de collage à travers l'oxyde natif pour oxyder le substrat silicium. La réaction d'oxydation entraîne la production d'hydrogène. Le rôle de l'eau piégée à l'interface de collage est donc prépondérant. Enfin, au-delà de 900°C, température pour laquelle la diffusion de matière est possible, l'interface de collage se ferme entièrement laissant place à une fine couche homogène. La diffusion de l'hydrogène dans le silicium à très haute température favorise également la fermeture de l'interface.

Bilan sur le collage direct:

- Le collage est le seul procédé d'hybridation ne nécessitant *pas d'ajout de couche intermédiaire*. La mise en œuvre du procédé de collage direct repose avant tout sur les *critères morphologiques* (flèche, planéité, rugosité) et les *critères de propreté* (absence de particule ou de contamination organique) des surfaces utilisées.
- Plusieurs révisions du modèle de *fermeture de l'interface* ont permis une bonne compréhension du mécanisme de collage.
- Un *recuit à 200°C pendant 2 heures* est nécessaire afin de permettre l'évolution des liaisons chimiques présentes à l'interface et de *hybrider définitivement* les deux surfaces.

1-2-5 Deux types d'intégrations standardisées :

Maintenant que nous avons détaillé quels étaient les différentes familles d'interconnexions, nous allons dans cette partie nous intéresser aux deux grands types d'intégration existant dans le domaine de la microélectronique. Il est important de dissocier le type d'intégration des circuits, du type d'interconnexions utilisées. Il existe deux types d'intégration, l'intégration dite « plaque-à-plaque » dans laquelle le report des circuits est effectué à l'échelle du substrat, et l'intégration dite « puce-à-plaque » dans la quelle seules des puces sont reportées sur le substrat support (figure 1.30).

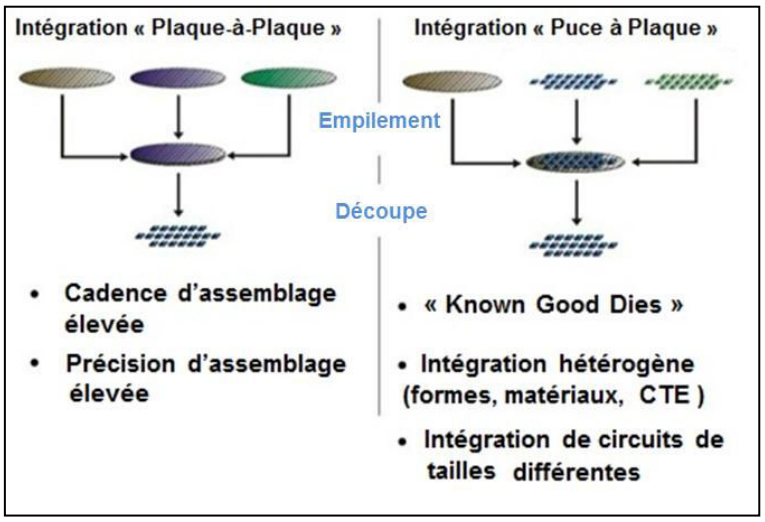


Figure 1.30: Les deux types d'intégrations possibles (plaque à plaque et puce à plaque).

Comme nous allons le voir chaque intégration présente des avantages et des inconvénients spécifiques, liés principalement à la problématique du positionnement des circuits.

a) Intégration plaque à plaque

L'intégration plaque à plaque permet de reporter directement l'ensemble des circuits présents à la surface du substrat sur l'ensemble des circuits présents sur le substrat support. Il est donc possible de reporter plusieurs centaines, voire milliers, circuits lors de la réalisation d'un seul report (dépendant de la dimension unitaire du circuit et de la taille du substrat). On a donc par conséquence une cadence d'assemblage très élevée. L'autre avantage de ce type d'intégration provient de la précision d'alignement obtenue entre les deux substrats. En effet, plus la précision alignement

recherchée entre les circuits est élevée, plus le temps nécessaire à l'étape d'alignement est grand. En réalisant une seule étape d'alignement pour l'ensemble des circuits présent sur le substrat reporté, on divise le temps nécessaire à l'alignement par le nombre de circuits par substrat assemblé. Il est donc possible d'atteindre des précisions d'alignement élevées (de l'ordre de la centaine de nanomètres) car le temps nécessaire à l'étape d'alignement n'est pas un critère limitant pour l'étape d'assemblage.

b) Intégration puce à plaque

L'autre type d'intégration consiste à reporter individuellement chaque circuit issus du substrat B sur le substrat support A, on nomme cette approche l'intégration puce à plaque. L'attrait majeur de cette intégration provient de la possibilité de reporter sur un substrat support, des circuits de natures différentes en termes de fonctions, de matériaux, de tailles ou de formes. Ce type d'intégration est particulièrement utilisée dans le domaine des MEMS où chaque circuit présente des caractéristiques spécifiques. Par opposition avec l'intégration plaque à plaque, le temps nécessaire à l'étape d'alignement joue ici un rôle prépondérant car l'étape d'alignement doit être réalisée pour chaque circuit. Les précisions d'alignement obtenues sont donc généralement plus faibles qu'avec une intégration de type plaque à plaque.

c) Rendement d'intégration

Si l'on raisonne maintenant en termes de rendement d'assemblage, c'est-à-dire le pourcentage d'empilements fonctionnels après l'étape de report, on observe une forte différence entre ces deux types d'intégrations. Si l'on considère le report de deux niveaux de circuits, C1 et C2, sur un substrat support S1, il est possible de calculer le rendement total obtenu après l'étape d'assemblage. Si l'on suppose que le rendement de fabrication de chaque niveau est de 80% (c'est-à-dire que 80% des circuits sont fonctionnels à l'issue du procédé de fabrication) et que le rendement de l'étape d'assemblage est de 95% (95% des assemblages respectent les critères d'alignement, de résistance électrique ou de défectivité), on peut alors calculer le rendement total d'assemblage en multipliant ces rendements partiels entre eux.

Dans le cas d'une intégration plaque à plaque, on a donc un rendement total de 46% comme le présente la figure (1.31).

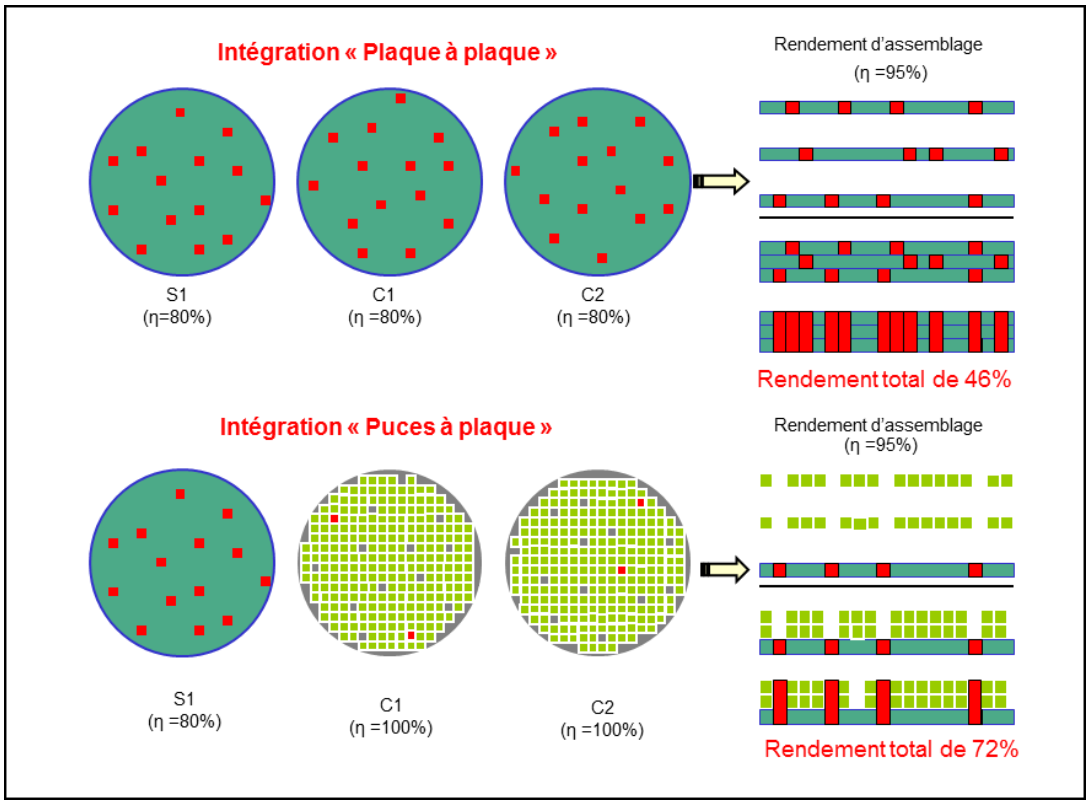


Figure 1.31: Le rendement d'assemblage total en fonction du type d'approche utilisée (plaque à plaque ou puce à plaque).

Dans le cas d'une intégration puce à plaque, seuls les circuits fonctionnels des niveaux C1 et C2 sont reportés sur le substrat S1, c'est ce principe que l'on nomme le « Known Good Dies ». De plus seuls les sites fonctionnels du substrat S1 sont peuplés. On obtient alors un rendement total de 72 %.

Conclusion:

➢ L'approche puce à plaque présente donc un intérêt majeur en termes de *rendement économique* et d'innovation technologique. Bien que cette approche permette une augmentation significative du rendement d'assemblage et la possibilité d'une *intégration hétérogène*, il reste de nombreux points bloquants afin de *la rendre viable industriellement*. En effet, le gain obtenu en termes de rendement d'assemblage se répercute directement sur *le temps nécessaire pour intégrer* les circuits qui devient *de plus en plus élevé*.

2) Technologies d'assemblages et positionnement de l'auto-assemblage au sein de cette problématique.

La section précédente a permis de mettre en évidence les nombreux avantages de l'intégration puce à plaque notamment en termes de rendement économique et en termes de possibilités d'intégration. Nous avons également pu voir que ce type d'intégration reste toutefois tributaire de l'étape d'assemblage. Nous allons donc dans cette partie nous intéresser aux technologies d'assemblage de puce sur substrat et voir comment se positionne l'auto-assemblage au sein de cette problématique.

2-1- Définition et présentation des différentes méthodes d'assemblages

2-1-1 La méthode historique- le Pick&Place

Le report de circuit s'effectue aujourd'hui grâce à des machines de « Pick&Place », notée P&P dans la suite de ce manuscrit. Le but de ces machines est de venir saisir mécaniquement une puce (un circuit) et de la positionner suivant des coordonnés X/Y à l'endroit désiré sur la surface du substrat support. Une fois la puce positionnée et alignée par rapport au substrat, elle peut alors être connectée par l'intermédiaire d'une des technologies d'interconnexion présentées dans la section *1-2-4* a. Une illustration du fonctionnement d'une machine de Pick&Place est donnée par la figure (1.32).

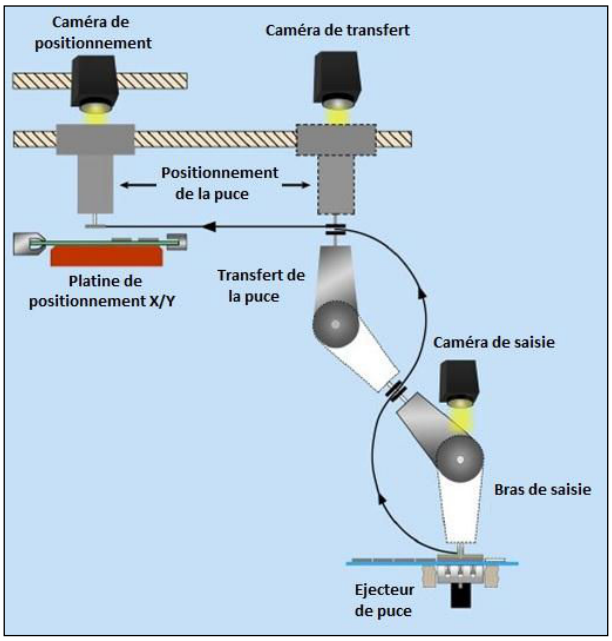


Figure 1.32: Schéma représentant le processus de placement d'une puce sur un support par l'intermédiaire d'une machine de Pick&Place.

2-1-2 Les machines de Pick&Place (P&P)

Les machines de P&P sont caractérisées par deux paramètres distincts : la *cadence d'assemblage*, (c'est-à-dire le nombre de puces pouvant être reportées sur le substrat par heure), *et la précision de positionnement* (c'est-à-dire la précision d'alignement entre la puce et le substrat). Ces deux critères sont intimement liés : plus la précision d'alignement recherchée sera grande (typiquement quelques micromètres) et plus la cadence d'assemblage sera faible du fait de la difficulté à positionner

correctement la puce. Par opposition une cadence d'assemblage élevée induira nécessairement une perte au niveau de la précision d'alignement. Il est donc nécessaire de trouver un compromis entre cadence d'assemblage et précision d'alignement. Or comme nous l'avons vu dans la section *1-2-4*, la densité d'interconnexion ne cesse de croître, induisant une réduction des dimensions des interconnexions et exige donc un positionnement de plus en plus précis et donc de plus en plus long des puces lors de l'étape d'assemblage. L'alignement entre la puce et le substrat est géré mécaniquement grâce à des caméras permettant d'aligner des mires présentes sur les circuits (puce et substrat). L'alignement s'effectue de manière séquentielle (une puce à la fois) grâce au positionnement de la platine mobile. Il est nécessaire de prendre en compte de nombreux paramètres lors de la phase d'alignement (température, offset de position de la platine,…) afin d'appliquer des corrections permettant de limiter les effets de dérive dus à l'équipement et à l'environnement extérieur.

Si l'on regarde les machines de P&P disponibles à l'heure actuelle sur le marché, on remarque que ces outils ont beaucoup de mal à concilier une haute cadence d'assemblage (> à 10000 puces par heure) et une précision d'alignement élevée (< à 1 µm). Le tableau (1.33) ci-dessous récapitule les données des principaux fabricants de machines de P&P.

Fabricant	Modèle	Précision (±µm @ 3 sig)	Cadence d'alignement (pph)	Taille Max. / Min puce (mm)	Réf:
TDK	MA-2N	70,00	13500	7*7/11*11	[TDK 2013]
JUKI	KE 3020-R	50,00	20000	3*2	[JUK 2011a]
JUKI	Ke3010	50,00	23500	N.C.	[JUK 2011b]
YAMAHA	YS24	50,00	72000	N.C	[YAM 2011a]
Essemtec	Hydra 3D	45,00	12000	dépôt sur substrat flexible	[ESS 2012]
ASM	SiPlace X4iS	41,00	102000	N.C.	
ASSEMBLEON	IflexT4	40,00	51000	Flexible 0,4*0,4/17,5*17,5	[ASS 2013]
ASM	AD830	38,00	18000	5*5/0.15*0.15	[ASM12]
ASSEMBLEON	AX-501	35,00	121000	0,4*0,4/45*45	[ASS 2012]
JUKI	KE 1080	30,00	16300	50*150/1*0.5	[JUK 2011]
YAMAHA	i-cube II	30,00	7200	300*150/30*30	[YAM 2011]
ASM	AD838R	25,00	18000	10*10/0.15*0.15	[ASM 2011]
ASM	SiPlace X3S	22,00	65000	N.C.	
Esec	2100 xP	20,00	21500	N.C	[ESC 2011a]
Esec	2100 sD	15,00	N.C.	N.C	[ESC 2011b]
PANASONIC	MD P200	15,00	6400	6*6/0.25*0.25	[PAN 2012]
Hitachi	SiP Bonder	15,00	11250	0,8*0,8/25*25	
Kulicke	iStack	12,00	Step Pick /Place	25*25/1*1	[KUL 2011]
DATACON	Evo2200	10,00	7000	N.C.	[DAT 2011]
DATACON	2200 evo plus	7,00	7000	0,17*0,17/50*50	[DAT 2012]
PALOMAR	3800 Die	5,00	2600	N.C.	[PAL 2012a]
PALOMAR	3800 UFDB	3,50	2700	N.C.	[PAL 2012b]
AMICRA	NOVA	3,00	1200	N.C	[AMI 2011]
Hesse	FlipJet FJ520	3,00	60	N.C.	
Toray Eng	FC2000	2,00	2000	3*3/20*20	[TOR 2011]
PALOMAR	6500 die	1,50	NC	N.C	[PAL 2011]
SET	FC300	0,50	60	0.2*0.2/100*100	[SET 2011]
Finetech	femto	0,50	N.C.	80*80	[FIN 2011a]
Finetech	Lamdba	0,50	N.C.	15*15	[FIN 2011b]

Figure 1.33: Tableau comparatif des caractéristiques des machines de P&P commercialisées.

Si l'on trace la distribution des outils de P&P actuels en fonction de la cadence d'assemblage et de la précision d'alignement (figure 1.34), on note qu'une précision d'alignement inférieure à 10 µm ne peut être atteinte avec une cadence d'assemblage supérieure à 7000 puces par heure. De manière analogue, si la précision d'alignement ciblée est inférieure au micromètre, la cadence d'assemblage chute alors à 60 puces par heure [SET 2011].

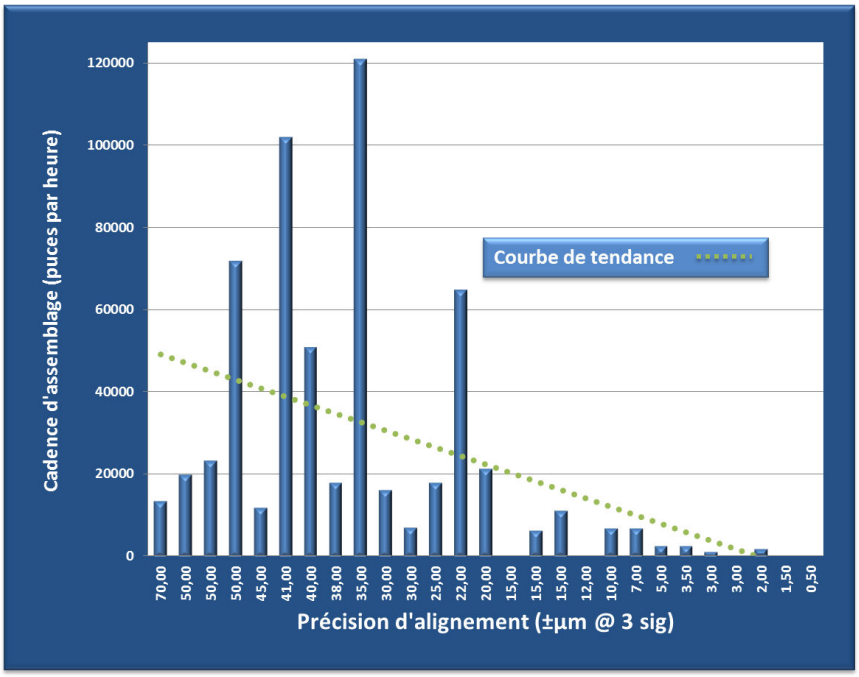


Figure 1.34: Représentation de la distribution des machines de P&P actuellement commercialisées. On remarque la difficulté qu'ont ces outils à concilier haute cadence d'assemblage et haute précision d'alignement.

Une étude sortie en Juillet 2013 dans la revue « Chip Scale Review » [Chip Scale review 2013], a répertoriée les dimensions et l'espacement entre les interconnexions publiées dans la littérature scientifique au cours des années 2011/2012.

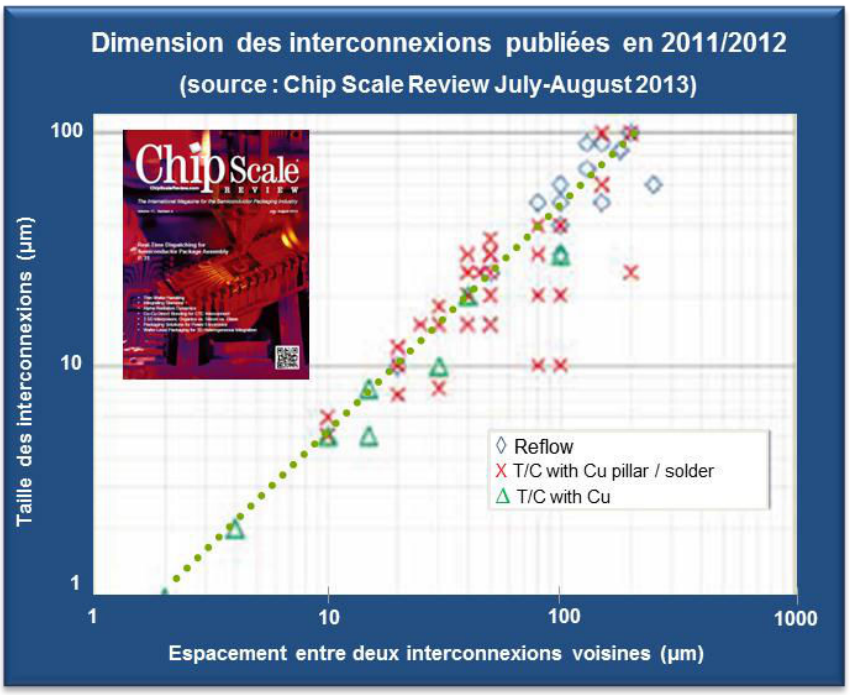


Figure. 1.35: Représentation de la distribution des dimensions d'interconnexions publiées dans la littérature scientifique au cours des années 2011/2012. [Chip Scale review, 2013]

La figure (1.35) est extraite de cette étude est montre la convergence des différentes technologies d'interconnexions (pilier de cuivre, micro-bump, collage direct) vers des densités d'interconnexions

extrêmement agressives. On trouve dans la littérature des exemples de puces présentant des interconnexions de quelques micromètres, pour des espacements entre interconnexions du même ordre de grandeur. Il y a donc un réel besoin de solutions technologiques permettant l'assemblage de puces sur substrat, avec une cadence rapide et avec une précision d'alignement de l'ordre du micromètre. Bien que ces études soit basées sur des projets de recherche et de développement (recherches amonts, prototypage), il apparait nécessaire, dans une optique d'industrialisation future, d'apporter des solutions spécifiquement dédiées aux étapes de report de puce sur substrat.

Conclusion:

- Les densités d'interconnexions utilisées dans les travaux amont (RD, prototypage) *convergent* vers *les très hautes densités* et ce, *quel que soit le type d'interconnexion* mis en œuvre (bump, pilier de Cu, thermocompression).
- Il apparait donc nécessaire pour les outils de P&P de trouver un *compromis entre cadence d'assemblage et précision d'alignement*.
- Les outils de P&P sont *limités en termes d'alignement* du fait des systèmes mécaniques qui les composent. Il devient *difficile de compenser les effets parasites* et *les dérives* de ces équipements au cours du procédé d'assemblage.

2-2 Une solution : l'auto-assemblage, une brique finale mais nécessaire

L'objectif est donc de développer une technique d'assemblage autonome permettant d'aligner des puces sur un substrat avec une précision d'alignement de l'ordre du micromètre, tout en s'affranchissant des limites de cadence d'assemblage. Par le terme autonome, on entend ici l'aspect automatique, ou encore spontané de la phase d'alignement. En effet, le procédé d'alignement purement mécanique utilisé par les outils de Pick&Place semble avoir atteint une limite technique - le temps nécessaire à l'alignement- difficile à dépasser. De par la précision micrométrique visée, le positionnement de la puce par un bras mécanique nécessite forcément des étapes de correction et de compensation des dérives de l'équipement et/ou de l'environnement. Le temps nécessaire pour effectuer ces étapes demeurant difficilement compressible, il est nécessaire de repenser le procédé d'assemblage dans son ensemble afin de s'affranchir de ces étapes de correction. De plus lorsque la dimension des objets manipulés est inférieure à 300 µm, les effets de frottements et d'adhésion deviennent prédominants, et perturbent alors la mise en place de l'objet. Pour cela, nous allons nous intéresser à un champ de recherche spécifique qui est celui de l'auto-assemblage.

Si l'on considère le terme « auto-assemblage » au sens strict de sa définition, l'auto-assemblage désigne les procédés par lesquels un système désorganisé de composants élémentaires s'assemble et s'organise de façon spontanée et autonome. Dans le cadre de notre étude nous allons plutôt considérer l'auto-assemblage comme un phénomène permettant à une structure de s'agencer automatiquement suivant une certaine configuration (position, forme) par rapport à son milieu extérieur. Le principe d'auto-assemblage est utilisé à différentes échelles (du nanomètre au centimètre), que ce soit de manière spontanée via l'organisation naturelle (agencement atomique, appairage des brins d'ADN) ou de manière établie et contrôlée (polymères). La figure (1.36) présente différentes structures pour lesquelles l'effet d'auto-assemblage est mis en œuvre.

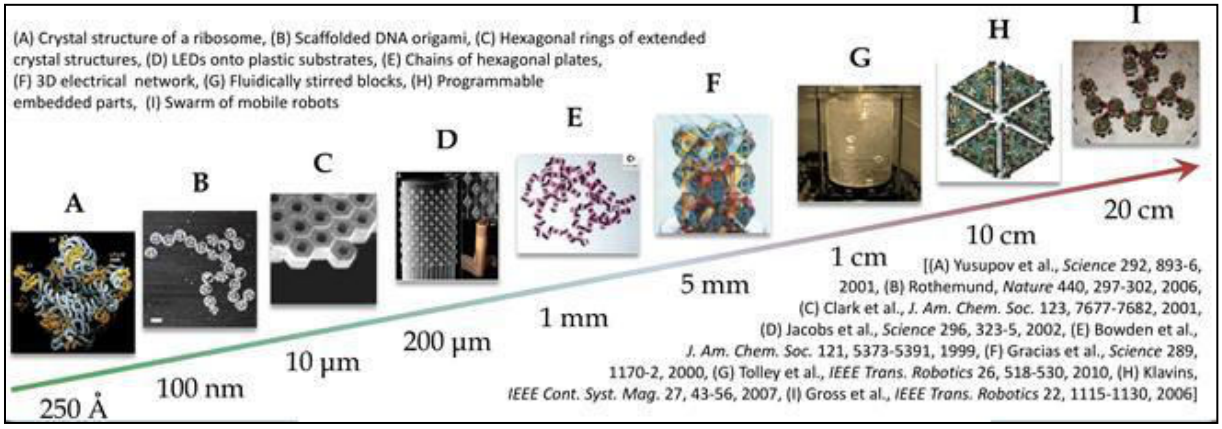


Figure 1.36 : Le phénomène d'auto-assemblage est présent à différentes échelles.

L'effet d'auto-assemblage est généralement obtenu soit par l'intermédiaire d'une force extérieure ou d'un stimulus présent dans l'environnement du système (l'objet assemblé), soit par un procédé purement stochastique. De plus, les effets d'auto-assemblages s'effectuent généralement de manière parallèle (plusieurs assemblages sont réalisés simultanément). Comme nous allons le voir dans la section *2-2-1* suivante, le phénomène d'auto-assemblage est présent dans divers domaines (biologie, chimie, électronique) et est basé sur des mécanismes variés qui dépendent d'une part du dimensionnel de l'objet à assembler mais également du milieu mis en jeu.

2-2-1 Les différentes formes de l'auto-assemblage

Il est difficile d'être exhaustif lorsque l'on parle d'auto-assemblage tant ce phénomène est présent à des échelles variées (de l'échelle moléculaire à l'échelle macroscopique). Le meilleur exemple d'auto-assemblage que l'on peut donner n'est autre que le corps humain lui-même. En effet, il est possible de voir le corps humain comme un ensemble global constitué d'éléments fondamentaux - les cellules constituant notre corps - agencées de manière prédéfinit et répétable. On a donc bien un effet d'assemblage et d'organisation spontanée d'éléments initialement désordonnés. Bien que cet exemple soit le plus marquant, nous allons maintenant nous cantonner spécifiquement à l'application de l'auto-assemblage au domaine de la microélectronique. Il est néanmoins important de noter que certaines méthodes d'auto-assemblages reposent sur l'utilisation de matériaux non-standards dans l'industrie de la microélectronique à l'heure d'aujourd'hui.

a) Auto-assemblage via la reconnaissance de forme

L'une des formes les plus simples d'auto-assemblage repose sur l'utilisation de la reconnaissance de forme. Cette approche, bien que basique en apparence, s'inspire de phénomènes que l'on observe en biologie lors de l'appairage de molécules ou de cellules présentant des propriétés physiques identiques – dans ce cas précis, la forme des molécules et des cellules. Ce phénomène est usuellement nommé un procédé de type « clé & serrure » et se déroule nécessairement dans un milieu fluide permettant le transport des éléments à assembler. L'idée est donc de transposer directement ce phénomène au domaine de la microélectronique. Pour cela, les éléments à assembler et les sites récepteurs de ces éléments (substrat) sont fabriqués avec des géométries complémentaires afin de favoriser la sélectivité et la localisation des éléments au bon endroit.

Si l'on considère un procédé type se déroulant au sein d'un milieu liquide, les éléments à assembler sont aléatoirement distribués sur le support receveur et une force externe (typiquement une

agitation mécanique) est utilisée pour les déplacer jusqu'à ce que chaque élément tombe par gravité dans le site présentant une forme complémentaire à la sienne. Une fois l'élément positionné dans le bon site, il est alors retenus par l'intermédiaire de forces de type capillaires ou de Van der Walls suivant le procédé utilisé. Une fois tous les éléments positionnés, le substrat est extrait du milieu fluide et les interconnexions électriques des chaque éléments sont alors réalisées. La première implémentation de ce type de procédé fut réalisée en 1994 par Yeh et Smith [Yeh 1994] afin d'intégrer des structures d'arséniure de gallium (GaAS) sur un substrat de silicium. Cette technique fut reprise ultérieurement afin d'intégrer des microstructures de silicium [Verma 1995], ou des diodes laser [Tu 1995].

L'un des exemples les plus récents et les représentatifs de cette approche est certainement le travail accompli par l'équipe de Ehsan Saeedi [Saeedi 2007]. Ces chercheurs ont démontrés comment utiliser et coupler les forces capillaires, les forces gravitationnelles et l'agitation mécanique (figure 1.37). Ils ont développés un procédé couplant deux milieux fluides : l'éthylène glycol ($C_2H_6O_2$) et un alliage étain-plomb (SnPb) à la reconnaissance de forme et l'agitation mécanique. Ils ont montrés qu'il était possible d'aligner différents types de composants avec un rendement supérieur à 97%.

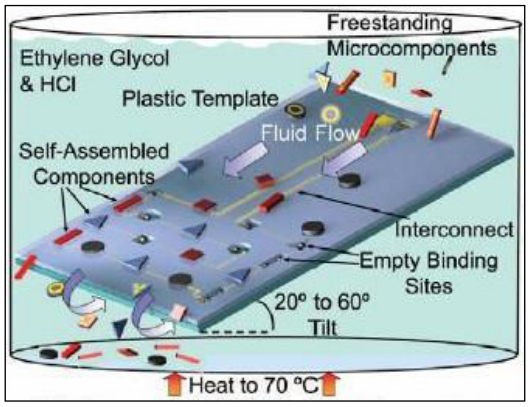


Figure 1.37 : Illustration du phénomène d'auto-assemblage par reconnaissance de formes développé par Ehsan Saeedi [Saeedi 2007].

L'éthylène glycol est alors utilisé comme vecteur de déplacement – c'est ce milieu qui va permettre le déplacement des composants- et l'alliage étain plomb permet de fixer et de connecter directement chaque composant au substrat support. Grâce aux différences de formes il est alors possible d'adresser des sites spécifiques pour chaque composant. Cette méthode propose l'avantage de paralléliser le placement des composants mais nécessite cependant des composants dont la taille est inférieure à 100 µm afin qu'ils puissent être déplacés via l'agitation mécanique. De plus, la précision d'alignement n'a pas été évaluée dans le cadre de ces travaux.

Bilan de cette méthode :

- La méthode d'auto-assemblage par reconnaissance de forme nécessite l'utilisation d'un *milieu liquide* permettant le transport des composants à assembler. La mise en mouvement (aléatoire) des composants *requiert la présence d'une force externe mécanique*.
- Le procédé peut s'effectuer de manière *parallèle* (plusieurs composants en même temps) et pour des composants de *forme différente*.
- La taille des composants doit être *inférieure à 100 µm*.

b) Auto-assemblage par fonctionnalisation ADN- reconnaissance chimique

Un autre principe d'auto-assemblage consiste à utiliser non plus la reconnaissance de formes mais la reconnaissance chimique comme critère d'assemblage. C'est typiquement le cas lorsque deux demi-brins d'ADN (Acide désoxyribonucléique) s'apparient de manière sélective afin de ne forment plus qu'un seul brin. En utilisant le caractère chimique (attraction ou répulsion entre les différentes bases ADN) comme critère d'assemblage, il est possible de réaliser des assemblages de plusieurs centaines de brins d'ADN permettant ainsi de générer des objets plus complexe de taille moléculaire (10 nm à plusieurs centaines de micromètres).

La structure standard de l'ADN est une double-hélice droite, composée de deux brins complémentaires. Chaque brin d'ADN est constitué d'un enchaînement de nucléotides, eux-mêmes composés de bases azotées, d'oses (désoxyribose) et de groupes phosphate. On trouve quatre nucléotides différents dans l'ADN, notés A, G, C et T, du nom des bases correspondantes. Ces nucléotides se regroupent par paires spécifiques. En se basant sur ce principe, plusieurs projets de recherche ont vu le jour. Parmi les plus avancés, on peut citer les études menées par le laboratoire Parabon NanoLabs [Parabon 2014] dans le domaine des traitements thérapeutiques. Le programme de recherche nommé « Essemblix » repose sur l'utilisation de brin d'ADN comme vecteurs permettant de délivrer des agents thérapeutiques de manière extrêmement localisée et sélective. En sélectionnant avec précision ces brins d'ADN servant de vecteur, il est possible de cibler spécifiquement un type de cellules malades. En greffant au préalable une molécule thérapeutique sur ces brins « vecteurs », il est alors possible de cibler directement le ou les agents pathogènes à éliminer et délivrer ainsi localement le traitement (figure 1.38).

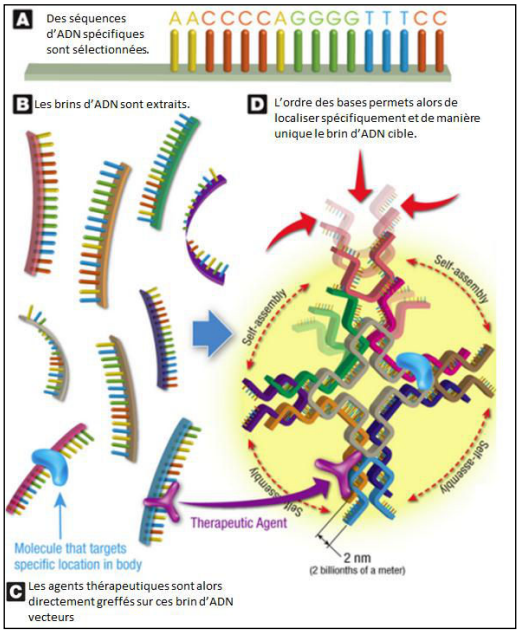


Figure 1.38 : Représentation du système d'assemblage ADN [Parabon essemblix].

Afin de démontrer les performances et la fiabilité de ce procédé, des essais ont été réalisés sur des substrats de silicium. L'objectif de ces essais était de démontrer qu'il était possible à partir de demi-brin d'ADN (isolés et sélectionnés suivant leur séquence de nucléotide), de réaliser des assemblages de plusieurs brins d'ADN suivant un schéma prédéfini et de former ainsi des structures moléculaires complexes. L'image (1.39) réalisée par microscope à force atomique (AFM en anglais pour Atomic force Microscope) présente les structures obtenues suite au procédé d'assemblage. Un motif initial à

put être établi grâce à l'assemblage de plusieurs séquence de nucléotides puis ensuite répété de manière périodique afin de former une matrice plus complexe.

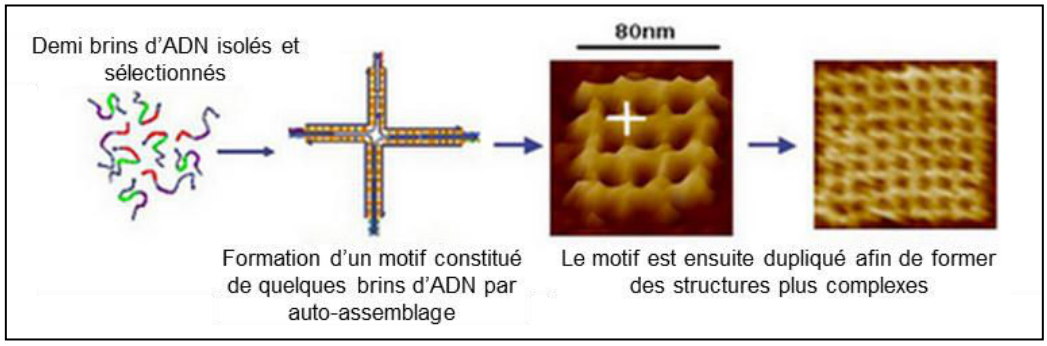


Figure 1.39 : Représentation du système d'auto-assemblage ADN permettant la réalisation de structures moléculaires complexes. [Parabon essemblix]

L'utilisation des nucléotides d'ADN comme élément fondamental et unitaire permet donc la mise en place d'un procédé d'auto-assemblage utilisant le caractère chimique comme critère de positionnement et d'assemblage. La précision d'assemblage est bien évidemment de l'ordre de un à deux nanomètres puisque l'assemblage repose sur la mise en commun des bases chimiques constituant chaque nucléotide. Cependant ce type d'assemblage ne peut s'effectuer pour l'heure qu'à partir de brin d'ADN, ce qui ne parait pas directement transposable au domaine de la microélectronique. Il est également envisagé de fonctionnaliser des éléments à assembler avec des brins d'ADN présentant un certain type de séquences nucléotides et d'utiliser alors l'ADN comme « détrompeur » chimique.

Bilan de cette méthode :

- La méthode d'auto-assemblage par reconnaissance chimique est comme nous le verrons dans les sections suivantes (c, d et 2-2-2) souvent *couplée avec une autre méthode d'assemblage*. Sa fonction première est de servir de *détrompeur chimique* afin de fournir un *critère discriminant* aux différents composants à assembler.
- Cette méthode, bien qu'encore peu développée, permet d'obtenir des *alignements de l'ordre du nanomètre*.

c) Auto-assemblage via les forces électrostatiques

Nous allons maintenant nous intéresser à l'utilisation des forces électrostatiques comme forces permettant l'auto-assemblage. L'induction d'un mouvement à une molécule par l'intermédiaire d'un champ électrique fut initialement observée dans le cadre d'études médicales sur le positionnement de cellules biologiques [Kaler 1998]. Ce phénomène est nommé électrophorèse et s'exerce par l'intermédiaire d'une force résultante de la polarisation électrique des microparticules sous l'influence d'un champ électrique uniforme. Ce type d'assemblage s'effectue par l'intermédiaire de l'application d'un champ électrique sur des structures chargées (positivement ou négativement), voir polarisées. C'est donc l'interaction entre le champ électrique généré et les structures qui permettra la mise en mouvement de ces dernières. Afin de s'affranchir des phénomènes de frottements ce type d'assemblage nécessite l'utilisation d'un milieu liquide (volumique ou plan) dans lequel sont placées les structures à assembler.

La première mise en application de ce type d'assemblage a été réalisée par Edman [Edmann 2000] afin d'assembler des LED d'InGaAs (Indium Gallium Arsenic) d'une vingtaine de micromètres sur des substrats de silicium présentant un niveau d'électrode métalliques. Ces études ont démontré la faisabilité d'un auto-alignement à l'échelle micrométrique. Une version améliorée de ce procédé a également été utilisée pour l'assemblage de matrice de LED à base d'arséniure de gallium (GaAs) par O'Riordan en 2004 [O'Riordan 2004]. Son procédé différait de celui d'Edman car il permettait d'adresser une localisation précise pour chaque structure via l'utilisation d'une matrice d'électrodes programmable (figure 1.40). Pour chacun des procédés précédents, une étape d'évaporation du film de liquide est nécessaire afin de permettre la réalisation d'interconnexions électriques entre les structures et le substrat.

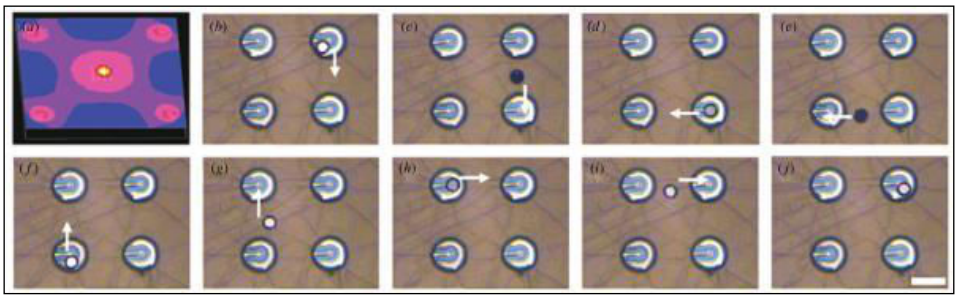


Figure 1.40 : (a) Simulation de la distribution du champ électrique au travers de la matrice d'électrodes (b)–(j) Placement et transport d'une LED de 50 µm sur la matrice d'électrode [O'Riordan 2004].

De manière antérieure, les travaux d'Esener [Esener 1998] ont démontrés la possibilité de coupler cette méthode d'assemblage avec l'utilisation de la fonctionnalisation ADN. L'utilisation de brins d'ADN fournit un caractère discriminant à chaque structure permettant ainsi de s'assurer de la localisation de chaque assemblage sans avoir recours à une matrice d'électrodes programmables.

Une autre voie de développement repose sur l'utilisation de la diélèctrophorèse (DEP). Cette méthode, par opposition avec la précédente, repose non plus sur l'utilisation d'un champ électrique uniforme et statique mais sur l'utilisation d'un champ électrique non uniforme et dynamique. De plus là où l'électrophorèse n'affecte que les éléments chargés positivement ou négativement, la diélèctrophorèse permet également d'agir sur les éléments neutres. Lorsqu'un élément est composé de matériaux possédant des conductivités électriques (γ) et des constantes diélectriques (Ɛ) différentes par rapport au milieu externe, des charges s'accumulent localement à sa surface et font alors apparaitre l'objet comme un dipôle électrique. Le déplacement des éléments est alors dû à l'application d'un champ électrique non uniforme. L'un des exemples de réalisation basé sur cette méthode que l'on peut citer est l'étude menée par Hughes en 2000 sur la manipulation d'objets sub-micrométriques grâce à l'application d'un champ électrique rotatif haute fréquence [Hughes 2000].

De manière similaire aux travaux de Esener [Esener 1998], la méthode d'assemblage par diélèctrophorèse a elle aussi été couplée avec la technique de fonctionnalisation chimique, notamment dans les travaux de Lee [Lee 2005] sur l'auto-assemblage de transistors MOSFET (pour Metal Oxide Semiconductor Field Effect Transistor en anglais) d'une quinzaine de micromètres. Dans ce cas le substrat support présentait là encore une matrice d'électrodes mais fonctionnalisée à l'aide d'une monocouche atomique de thiol (groupement sulfhydrile). Les structures à assembler présentant une couche d'or (Au) déposée au préalable, chaque structure se greffe de manière sélective sur les surfaces fonctionnalisées avec des thiols (figure 1.41).

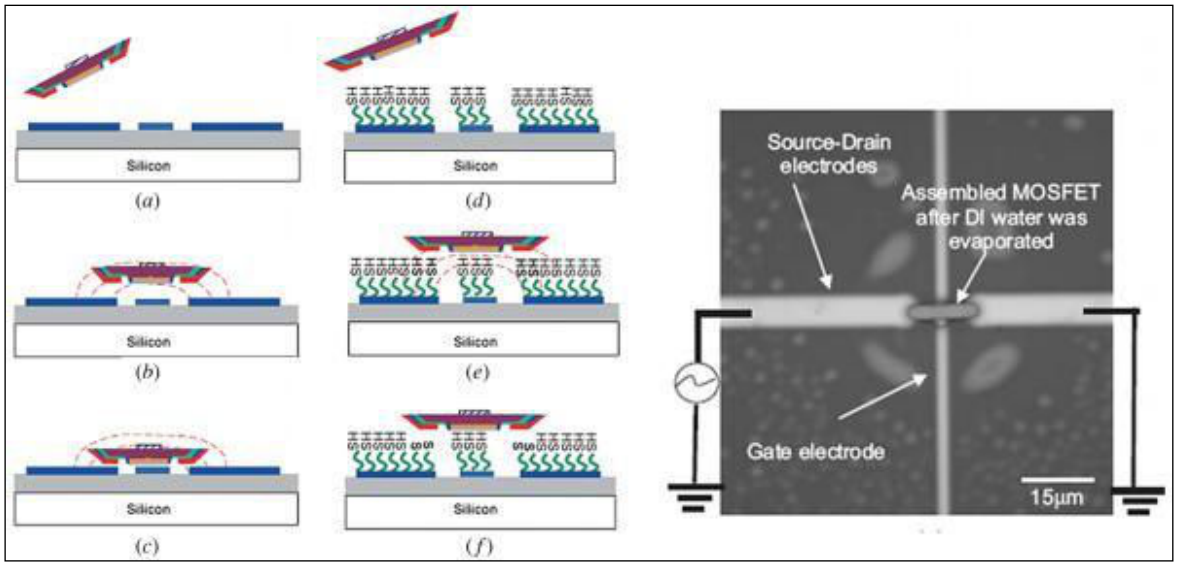


Figure 1.41: (a)–(c) Schéma d'un assemblage par diélèctrophorèse réalisée en milieu liquide. (d)–(f) Schéma d'un assemblage par diélèctrophorèse et fonctionnalisation chimique réalisé en milieu liquide. A droite, l'image est réalisée par microscope électronique à balayage (MEB) et montre des transistors assemblés sur la matrice d'électrode [Lee 2005].

Dans une autre configuration expérimentale, les travaux de Böhringer font également office de référence. Böhringer a en effet démontré la possibilité d'utiliser un couplage entre des vibrations mécaniques et un champ électrostatique pour positionner et assembler des composants de quelques millimètres sur un substrat [Bohringer 1998]. En utilisant un effet capacitif généré par le substrat, il est possible de créer un champ électrostatique.

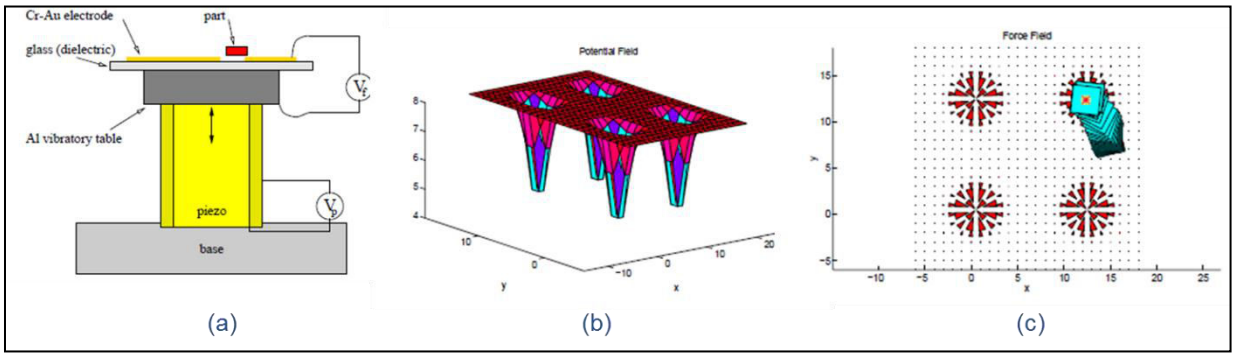


Figure 1.42: (a) Schéma du montage expérimental utilisé par Bohringer (b) Modélisation du champ électrostatique généré par les électrodes du substrat support. (c) Modélisation du déplacement d'un composant de forme carré soumis au champ électrostatique (vecteur de force). Le composant effectue une translation et une rotation afin d'arriver dans un état minimisant son énergie potentielle [Bohringer 1998].

La mise en mouvement des composants est alors créée par l'interaction des composants avec ce champ électrostatique. La mise en vibration du substrat par l'intermédiaire d'ultrasons permet alors de limiter les phénomènes de friction et d'adhésion entre les composants et le substrat (figure 1.42). Aucune valeur concernant la précision d'alignement obtenue n'a été mentionnée dans le cadre de cette étude.

D'une manière analogue, Dalin et son équipe [Dalin 2009] ont également cherché à coupler l'assemblage par force électrostatique avec d'autres méthodes. Leur idée consiste non plus à utiliser des ultrasons mais un film de liquide afin de réduire les frottements à l'interface composant –

substrat (figure 1.43). En appliquant une différence de potentiel électrique entre la matrice de composant et le substrat, le déplacement de la matrice devient possible.

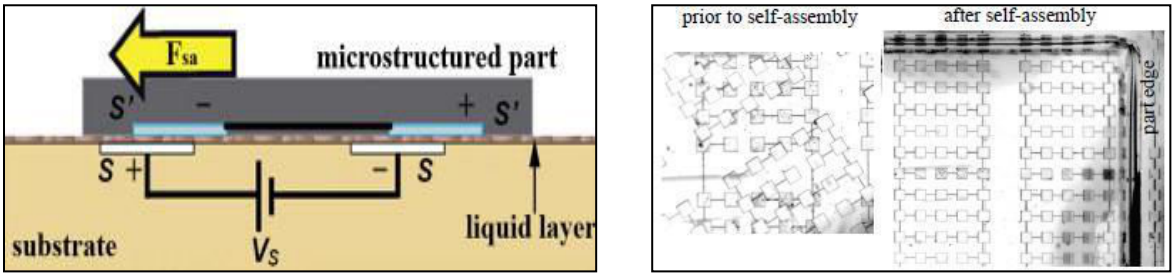


Figure 1.43 : Schéma présentant une vue en coupe (a) et une vue d'ensemble des matrices utilisées pour créer une force de rappel électrostatique, [Dalin 2009]

Des alignements d'une vingtaine de micromètres de précision entre la matrice de composant et le substrat support ont été observés grâce à cette méthode. Une fois la matrice alignée, le film d'eau s'évapore et les étapes de reprise de contacts électriques peuvent alors avoir lieu. Cependant, cette méthode ne semble pas permettre l'alignement de composants dont les dimensions sont supérieures à 200 x 200 µm².

Bilan de cette méthode :

- La méthode d'auto-assemblage via des forces électrostatiques ou électrodynamiques nécessite l'utilisation de *composants de faibles dimensions* (< 200 µm).
- Il est également impératif de limiter les effets d'adhérence et de friction par l'intermédiaire de *l'utilisation d'un milieu liquide* ou par la *mise en vibration* du substrat. Cette méthode d'assemblage reste applicable pour des composants *individuels* [Esener 1998] ou sous forme de *matrices* [Dalin 2009].
- On retrouve *peu de données* sur les valeurs d'alignement, ce champ d'étude semble donc se concentrer davantage sur *la manipulation sans contact* d'objets micrométriques plutôt que sur la recherche d'un *phénomène d'auto-alignement*.

d) Auto-assemblage via les forces magnétiques

Nous allons maintenant nous intéresser à l'auto-assemblage réalisé par l'intermédiaire de forces magnétiques. Les forces magnétiques présentent de nombreux avantages grâce à leur grande portée d'interaction mais également par leur insensibilité par rapport au milieu extérieur, notamment d'un point de vue chimique. Ces forces peuvent être attractives ou répulsives suivant la polarisation magnétique appliquée, et peuvent être modulées en fonction des matériaux et de la géométrie des objets considérés. Tous ces avantages font des forces magnétiques de très bonnes candidates pour la mise au point de procédés d'auto-assemblages.

Le premier test expérimental pouvant être affilié au domaine de l'auto-assemblage a été réalisé dans le cadre d'un brevet US déposé par Yando et datant de 1969 [Yando 1969]. En utilisant une matrice d'aimants magnétiques déposé sous forme de feuillets en surface d'un substrat, Yando est son équipe ont pu contrôler la répartition spatiale de particules sphériques présentant un dépôt magnétique (film de fer d'une dizaine de micromètres d'épaisseur) à leurs surfaces. Les interactions magnétiques servaient donc à positionner les particules aux endroits désirés. La mise en mouvement

des particules s'effectue par l'intermédiaire d'une table vibrante permettant de limiter les effets de frottement et d'adhérence des particules.

Le premier vrai procédé d'auto-assemblage, au sens ou le procédé permet le positionnement d'un composant électronique, fut développé par Fonstad en 2002 [Fonstad 2002]. Ce procédé, nommée MASA pour Magnetically Assisted Statistical Assembly en anglais, avait pour objectif de permettre l'auto-assemblage d'hétéro-structures III-V sur un substrat présentant des circuits électroniques. Son approche novatrice consiste à mélanger la reconnaissance de forme avec l'utilisation d'un champ électromagnétique à court portée dont l'objectif est de générer une force attractive piégeant ainsi le composant dans les ouvertures préalablement gravées à la surface du substrat (figure 1.44).

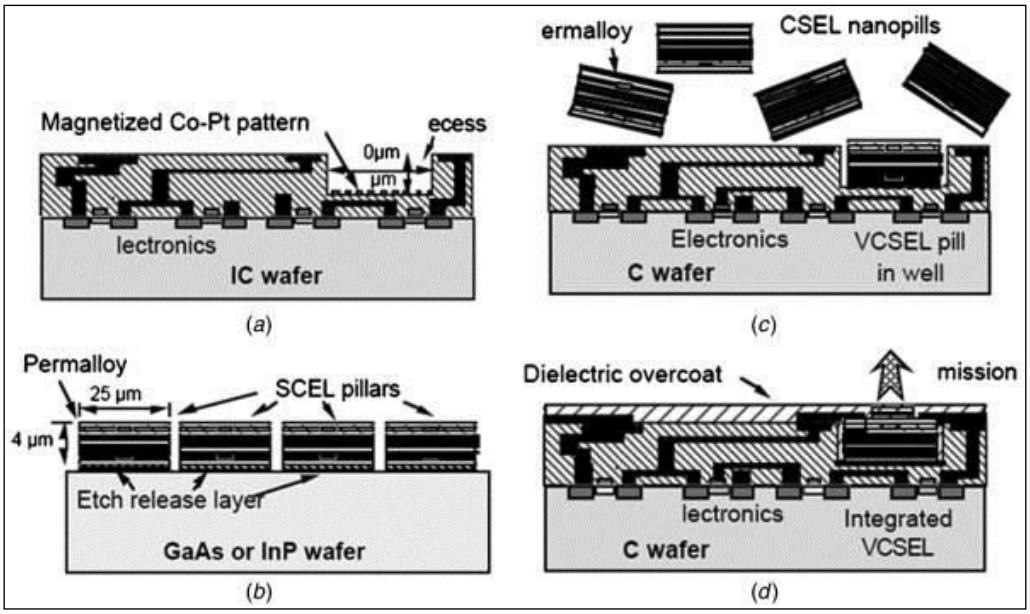


Figure 1.44 : Le procédé MASA: (a) substrat support présentant des renfoncements; (b) hétéro-structure III-V réalisées sur un substrat de type GaAS ou InP ; (c) Assemblage stochastique des hétéro-structures recouvertes d'un film magnétique; (d) Finalisation du procédé d'assemblage avec l'encapsulation des hétéro-structures. [Fonstad 2002]

Le procédé consiste à utiliser un milieu fluide comme vecteur permettant le déplacement des hétéro-structures, de manière analogue au procédé développé par Saeedi [Saeedi 2007] pour l'auto-assemblage par reconnaissance de forme (voir section *2-2-1* a). Les hétéro-structures se déposent alors par gravitée et de manière non-discriminante dans les ouvertures réalisées en surface du substrat. Afin de rendre les hétéro-structures sensibles aux forces magnétiques un film de cobalt – platine (CoPt) est préalablement déposé à leur surface. Un champ magnétique courte portée est alors appliqué sur le substrat et génère une force attractive sur les hétéro-structures afin de les empêchent de ressortir des ouvertures crées sur le substrat et servant de sites récepteurs. Lorsque tous les sites récepteurs comblés avec une hétéro-structures, le substrat est alors extrait du milieu fluide, puis une couche de polymère est alors déposée en surface du substrat afin de seller les hétéro-structures sur le substrat et de planariser la surface de ce dernier. Plusieurs étapes de photolithographies et de gravures plasma permettent ensuite de réaliser la reprise de contacts électriques.

Cette technique de piégeage par champ magnétique a également été déclinée par Ramadan [Ramadan 2007] dans une variante dite « sèche ». En effet le milieu fluide limitant les effets de frottements est alors remplacé par la mise en vibration du substrat support. Le substrat présente là aussi des ouvertures gravées à sa surface, permettant d'accueillir les structures à assembler. Cette

technique se différentie d'une part par le changement de milieux, et d'autre part, par l'utilisation d'une matrice d'aimants de type NdFeB (Néodyme - fer – bore) superposée au substrat de manière à encadrer chaque site récepteur (figure 1.45).

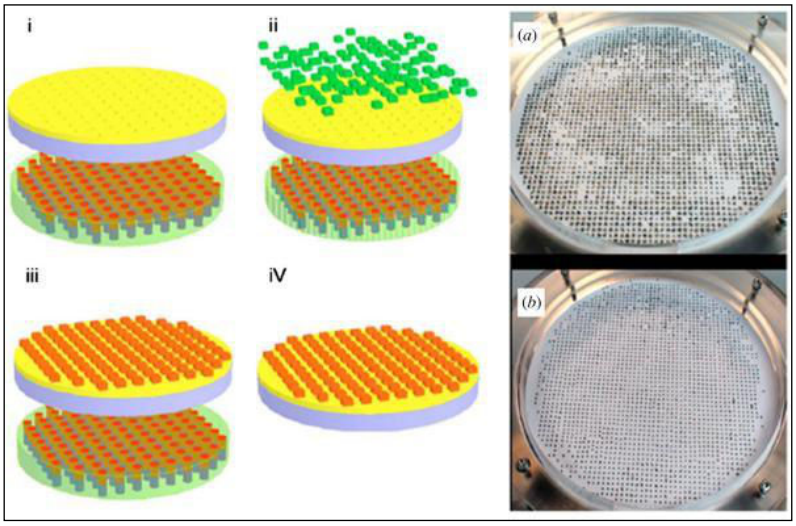


Figure 1.45 : Déroulement du procédé d'assemblage par champ magnétique en voie sèche (I- IV). (a) Assemblage de structures de 1mm² sur un substrat 300mm après 2 min et (b) après 5 min de mise en vibration. [Ramadan 2007]

Chaque structure à assembler est préalablement recouverte d'un film mince de CoNiP (Cobalt-Nikel-Phosphore) présentant une grande coercivité (sensibilité aux champs magnétiques). La mise en vibration du substrat permet alors le déplacement aléatoire des structures jusqu'à ce qu'elles soient captées par le champ magnétique. La fréquence de vibration du substrat ainsi que l'épaisseur des structures jouent un rôle critique dans le procédé de mise en mouvement. Un assemblage de 2500 structures en 5 min avec un rendement d'assemblage de 97% a été démontré grâce à cette technique. L'alignement est quant à lui corrélé au positionnement lié à la reconnaissance de forme entre les structures et le substrat, et aucune valeur d'alignement n'a été donnée dans le cadre de ces travaux. Une fois les structures en place, une étape de reprise de contact par « wire-bonding » est réalisée.

Bilan de cette méthode :

- La méthode d'auto-assemblage via des forces magnétique repose sur *l'utilisation de forces à longue portée d'interaction*, pouvant être *attractives* ou *répulsives*. Afin d'être sensibles au champ magnétique, les composants doivent être *recouvert d'une couche de cobalt* (Co) ou de *platine* (pt).
- Là encore, il est impératif de limiter les effets d'adhérence et de friction par l'intermédiaire de *l'utilisation d'un milieu liquide* ou par la *mise en vibration* du substrat.

2-2-2 Principe de l'auto-assemblage assisté par capillarité

Dans cette partie, nous allons nous focaliser sur la méthode d'auto-assemblage assistée par capillarité. Lorsque l'on se rapproche de l'échelle micrométrique, les forces capillaires prennent le pas sur les forces inertielles et la gravité (Cf. chapitre III, section *1-2-1*). C'est en se basant sur ce

raisonnement dimensionnel que l'idée d'utiliser les effets de capillarité comme vecteur d'alignement est apparue.

On distingue les différents types de procédés suivant l'environnement utilisé pour l'assemblage. L'assemblage par immersion en *milieu fluide* s'effectue par immersion complète du substrat receveur. Le milieu fluide permettait alors le transport des structures à assembler jusqu'aux sites receveurs puis leurs alignements.

Par opposition, lors de la réalisation d'assemblages dits *à l'air*, les structures doivent être préalablement positionnées mécaniquement à proximité de leur site récepteur pour pouvoir être assemblées. La capillarité sert uniquement à aligner les structures.

Dans le premier cas de figure, celui des assemblages réalisés par immersion, l'objectif est de transporter la structure à assembler jusqu'aux sites receveurs présents sur le substrat. Pour cela, le substrat est immergé dans un milieu fluide, généralement de l'eau déionisée, mais l'utilisation de tout autre fluide de viscosité équivalente peut être envisagé. L'utilisation d'un tel milieu induit bien évidemment que le placement des structures s'effectue par un processus complétement aléatoire : Il est impossible de déterminer à l'avance quelle structure sera positionnée sur quel site receveur. Il est possible d'assembler différents types de structures lors du même processus. Pour cela, il est nécessaire de fournir un caractère discriminant à chaque type de structure. Cette distinction est réalisable soit par l'intermédiaire de la reconnaissance de forme (carrée, circulaire, symétrique ou non,…), soit par l'utilisation de propriétés chimiques différentes (caractère hydrophile ou hydrophobe, fonctionnalisation par groupement chimiques,..).

En se basant sur ce type de mécanisme, Srinivasan [Srinivasan 2001] a proposé un procédé permettant l'assemblage de composants de dimensions micrométriques (allant de 150x150x15 μm^3 à 400x400x50 μm^3). Ce procédé repose sur le couplage de l'assemblage par capillarité et de l'assemblage par reconnaissance de forme. Le substrat support présente une matrice de zones hydrophobes réalisées grâce au dépôt d'une couche monoatomique de type SAMs (Self-Assembled Monolayer en anglais). Le substrat support est ensuite immergé dans un milieu liquide, composé d'eau et d'un film d'adhésif hydrophobe présent en surface (figure 1.46).

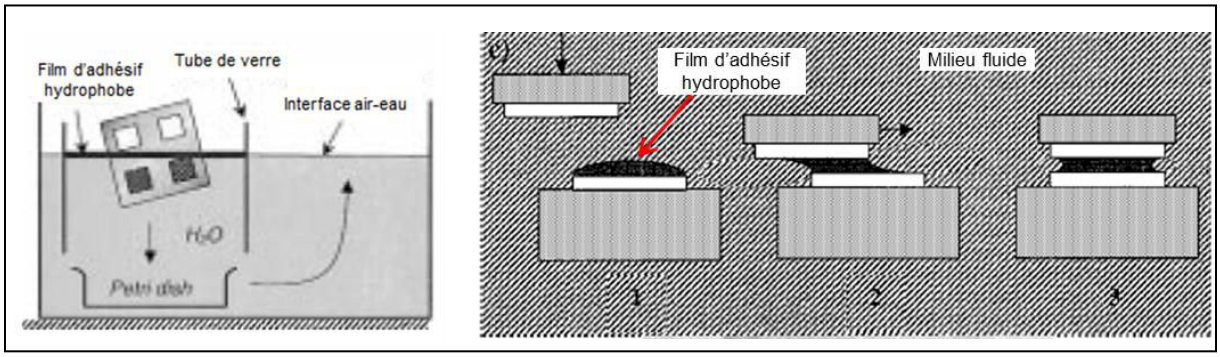


Figure 1.46 : A gauche, schéma du dispositif expérimental utilisé par Srinivasan pour déposer la couche d'adhésif hydrophobe sur les sites récepteurs. A droite, procédé d'assemblage par capillarité en milieu fluide [Srinivasan 2001].

Lors de l'insertion du substrat dans ce liquide, le film adhésif recouvre seulement les zones hydrophobes du substrat. Les composants, également hydrophobes, sont ensuite introduits dans le milieu fluide par l'intermédiaire d'une pipette. Lorsque les composants entrent en contact avec la couche d'adhésif présente sur le substrat, les effets d'assemblage par reconnaissance de forme et d'auto-alignement apparaissent. La minimisation de l'énergie de surface du film d'adhésif permet alors d'obtenir l'effet d'auto-alignement (cf. section suivante 2-2-2 a).

Une fois les composants alignés sur le substrat, ce dernier est extrait du milieu fluide. La couche d'adhésif peut alors être polymérisée grâce à l'apport de chaleur (recuit thermique). Cette polymérisation aura pour effet de fixer définitivement les composants sur le substrat.

Un alignement d'une précision de 0.2 µm entre les composants et le substrat est obtenu grâce à ce procédé. Le rendement d'assemblage, c'est-à-dire le pourcentage de composants correctement alignés par rapport au nombre total de sites récepteurs, est de l'ordre de 100% pour des composants présentant des formes à symétries de rotation (carré, hexagone,…). Dans le cas de composant de forme asymétrique (croissant de lune, virgule,..) le rendement d'assemblage est seulement de 30%.

Cette méthode d'assemblage a également été déclinée pour l'assemblage de micro-miroirs [Srinivasan 2002], de diodes électroluminescentes [Xiong 2003] et de bobines à induction [Scott 2004]. Cette méthode capillaire par immersion est en fait dans d'autres techniques d'auto-assemblage. Comme nous l'avons vu dans les sections précédentes, l'utilisation d'un milieu fluide comme vecteur de déplacement des composants est quasiment systématique. On ne peut donc pas à proprement parler d'assemblage par capillarité. C'est pourquoi nous allons nous pencher sur le deuxième type d'assemblage capillaire évoqué dans l'introduction : les assemblages capillaires réalisés à l'air.

Ce type d'assemblage se distingue par l'absence de milieu fluide permettant le déplacement à longue distances des structures à assembler (comme c'est par exemple le cas dans le procédé d'assemblage par reconnaissance de forme de Saeedi [Saeedi 2007]). Dans les assemblages réalisés à l'air, les structures doivent êtres pré-positionnées sur un film de liquide et ce sont les effets capillaires qui vont permettre l'alignement. Il n'y a donc plus de notion de transport, mais uniquement une notion d'alignement par rapport au substrat support. De plus, là où la méthode par immersion s'effectue par un procédé aléatoire, la méthode réalisée à l'air s'effectue de manière prédictive : on sait quelle structure est placée sur quel site récepteur. Afin d'alléger l'écriture dans la suite de ce manuscrit, le terme d'assemblage par capillarité ne réfèrera dorénavant plus qu'aux assemblages capillaires réalisés à l'air.

Cette méthode d'assemblage étant le point central de ce manuscrit, nous allons détailler succinctement les principes physiques régissant ce phénomène.

a) Explication du principe physique – Forces capillaires

Nous allons présenter dans cette partie les principes physiques sur lesquels s'appuie la méthode d'assemblage par capillarité. Nous ne ferons, dans un premier temps, qu'introduire ces principes afin de permettre la compréhension de cette technique. Ces principes physiques seront, dans un deuxième temps, développés dans la partie modélisation du chapitre III.

L'assemblage par capillarité est basé sur l'utilisation des forces capillaires comme forces permettant le positionnement et l'hybridation d'une structure sur un substrat support. Les forces capillaires découlent du principe de minimisation de surface inhérent à un milieu fluide et s'exercent par l'intermédiaire de la tension de surface dans le cas d'un liquide. Dans une phase condensée (liquide ou solide), les molécules sont soumises à des interactions cohésives avec leurs voisines. Créer une interface revient donc à perdre une partie de cette énergie de cohésion. On définit par tension de surface, l'énergie par unité de surface qu'il faut apporter au système pour produire une interface.

D'un point de vue macroscopique le liquide va avoir tendance à minimiser sa surface libre pour diminuer son énergie. La couche superficielle va donc s'enfoncer en comprimant le liquide qui réagit

pour stabiliser la surface libre de l'interface. Cette couche de surface a donc, entre autres propriétés, une tension de surface et une densité légèrement supérieure. L'auto-assemblage par capillarité exploite donc cette tendance qu'a un fluide à minimiser la surface de son interface avec le milieu extérieur. Cette évolution spontanée vers un état d'équilibre et d'énergie minimale est définie comme étant le principe de minimisation de surface. Ce principe sera abordé de manière plus approfondie dans le chapitre III.

C'est en se basant sur ce principe de minimisation d'interface que l'auto-assemblage par capillarité prend tout son sens. Prenons le cas d'un film de liquide présentant une grande tension de surface (typiquement l'eau dont la tension de surface est de 72 $mN.m^{-1}$ à 20°C), placé entre deux surfaces hydrophiles (angle de contact <90°), planes et de dimensions finies comme le présente la figure (1.47) ci-dessous.

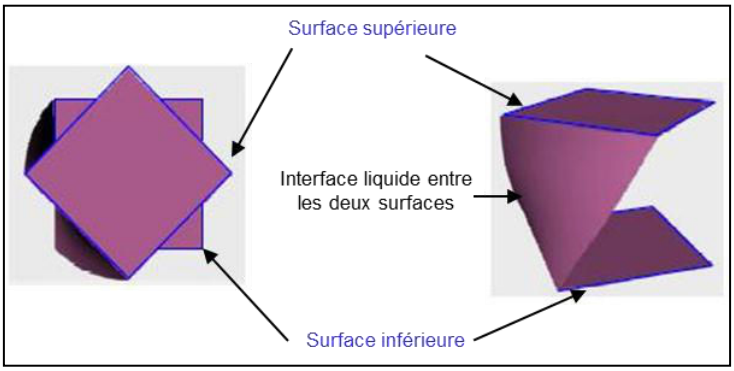


Figure 1.47 : Illustration de la surface de l'interface du film de liquide présent entre deux surfaces planes hydrophiles.

Si l'on considère que les deux surfaces sont hydrophiles, alors le film va s'étaler sur l'intégralité des deux surfaces jusqu'à atteindre et s'arrêter sur les bords de chaque surface. Cette interface aura donc tendance à minimiser son énergie pour se placer dans un état d'énergie le plus bas et le plus stable possible. Cette minimisation d'aire va se réaliser par l'intermédiaire d'un déplacement de la surface supérieure, que l'on considère comme libre d'un point de vue mécanique. C'est cet effet de déplacement spontané réalisé par l'intermédiaire des forces capillaires que l'on nomme l'auto-alignement, qui correspond à la première étape du procédé d'auto-assemblage (figure 1.48).

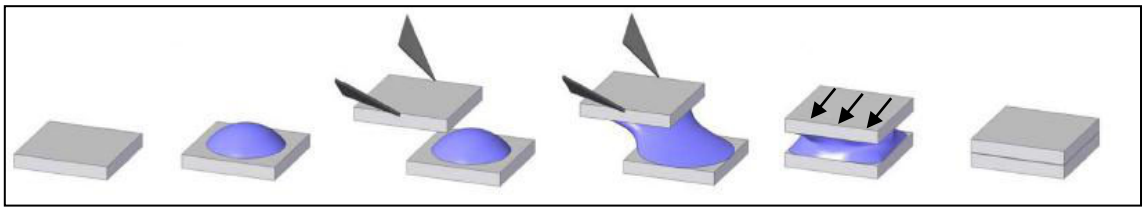


Figure1.48: Illustrations d'un auto-alignement assisté par capillarité de deux structures carrées.

Les mécanismes et les principes théoriques permettant le déplacement de l'interface liquide ainsi que la minimisation de l'aire de l'interface seront développés dans le chapitre III de ce manuscrit.

Lorsque l'on applique ce principe d'auto-alignement à des structures de types puces microélectroniques, le positionnement des structures s'effectue en deux étapes distinctes. Premièrement, la structure est grossièrement positionnée à proximité de la zone présentant le film de liquide par l'intermédiaire d'une machine de positionnement mécanique (par exemple un outil de pick&place comme nous l'avons vu dans la section *2-1-2*. L'objectif est de s'assurer de la mise en contact de la structure avec le film de liquide présent sur le site d'assemblage. Dans un deuxième

temps, une fois la structure en contact avec le film de liquide, l'effet d'auto-alignement peut avoir lieu et permet l'obtention d'un alignement spontané et précis. Il est bien évident que le contrôle du positionnement spatial de ce film d'eau joue un rôle crucial sur la qualité d'alignement. Plus son positionnement sera précis, plus l'alignement résultant entre les structures sera bon. Nous allons donc nous intéresser de plus près aux méthodes permettant le positionnement et le confinement d'un film de liquide sur un substrat.

b) Principe de confinement d'un fluide

Comme nous l'avons évoqué dans le paragraphe précédent, le confinement sert à localiser le fluide de manière très précise car c'est de cette précision que découlera l'alignement entre les deux objets que l'on assemble. Il est donc important que cette zone de confinement présente des discontinuités franches et abruptes. On trouve deux manières de confiner un fluide spatialement. La première consiste à utiliser un contraste de mouillabilité entre deux zones voisines présentant des états de surfaces différents. La deuxième consiste à utiliser une variation de topologie (marche, creux), on parle alors de discontinuité physique. Ces deux méthodes seront présentées dans le chapitre III.

Maintenant que les bases de compréhension du procédé d'assemblage par capillarité ont été posées, nous allons présenter les principaux procédés d'assemblage par capillarité existants.

c) Les procédés d'assemblages capillaires existants

L'une des premières mises en application de ce principe d'assemblage fut réalisée par Fang en 2006 [Fang 2006]. Fang et ses collaborateurs ont en effet démontrés la possibilité de réaliser un assemblage de capteurs piézo-électriques pour une application de micro-pompe microfluidique. Ce procédé repose sur l'utilisation d'une matrice de zones de contraste hydrophiles-hydrophobes. Les zones hydrophiles servent alors de site receveur pour des capteurs piézo-électriques. Un film d'adhésif liquide est étalé sur le substrat de manière sélective : seules les zones hydrophiles sont recouvertes d'adhésif. Les zones hydrophobes quant à elles ne permettent pas l'adhésion du film. Une fois les capteurs piézo-électriques grossièrement positionnés sur les sites recouverts d'adhésif, ils sont alors auto-alignés grâce à la minimisation de l'énergie de surface du film. Une fois positionnés, une pression mécanique est appliquée à l'ensemble du substrat afin d'emboiter définitivement les capteurs dans leurs support. Aucune valeur d'alignement n'a été fournie dans le cadre de ces travaux.

Une autre alternative mêlant alignement par capillarité et reconnaissance de forme a été développée par Fang et Böhringer en 2006 [Fang 2006]. Ce procédé est composé de deux étapes (figure 1.49) : des puces de 790 µm² sont positionnées verticalement dans des cavités présentes en surface du substrat (étape a).

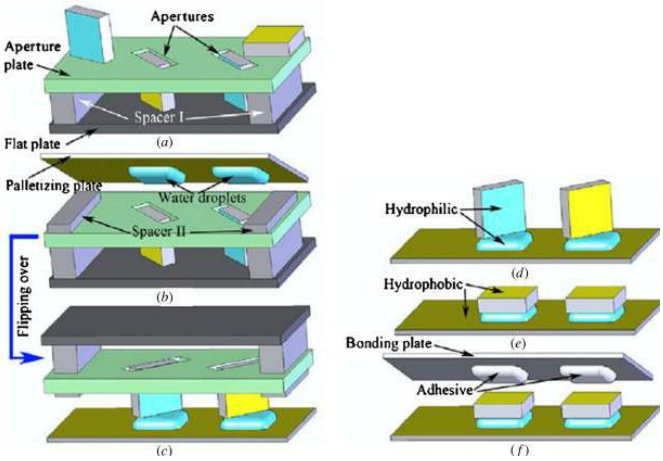


Figure 1.49: Représentation schématique du procédé d'assemblage développé par Fang et al.: (a) les puces tombent verticalement dans les cavités; (b-c) Le substrat est retourné et positionné sur le substrat présentant les sites receveurs – film d'eau; (d) Les puces tombent sur les sites receveurs; (e) Les puces s'orientent spontanément et s'alignent; (f) La face arrière des puces est alors collée sur un troisième substrat.

Ces puces ont la particularité d'avoir une face hydrophile et une face hydrophobe. Les puces sont ensuite transférées sur un second substrat sur lequel une matrice de site récepteur est définie grâce à un contraste hydrophile-hydrophobe (étapes b-c-d). Chaque site étant couvert d'un film liquide, lorsque le substrat avec les cavités est retiré, les puces tombent alors à plat sur le substrat mais de manière sélective : leur face hydrophile possédant plus d'affinité avec le liquide, c'est systématiquement cette dernière qui tombera en contact avec le film de liquide (étape e). La dernière étape consiste alors à reporter et coller la face arrière des puces alignées sur un troisième substrat. Ce procédé permet d'assembler 1000 puces en approximativement deux minutes avec un taux de défaut de 1%. Cependant aucune valeur d'alignement n'est mentionnée dans ces travaux.

L'un des groupes de recherche les plus actifs dans le domaine de l'auto-assemblage par capillarité est celui de l'université de Tohoku. Ce groupe de recherche mené par Fukushima, a établi début 2011 un procédé permettant l'auto-assemblage de structures avec des cavités [Fukushima 2011]. L'auto-assemblage de ces structures repose sur l'utilisation de l'alignement par capillarité mais également sur l'hybridation par collage direct. Cette méthode de scellement est basée sur la création d'un contact intime entre deux surfaces planes.

Dans les publications de 2007 [Fukushima 2007], 2009 [Fukushima 2009] et 2010 [Fukushima 2010], Fukushima et son équipe présentent un procédé d'auto-assemblage basé sur l'utilisation de puces de silicium. Ce procédé est développé grâce à l'utilisation d'un confinement par topologie. Les sites receveurs du substrat sont réalisés grâce à la gravure profonde de plots de silicium d'une profondeur de 5 µm. Ces plots d'une surface de 3 mm² permettront le confinement par topologie du film de liquide utilisé lors de l'étape d'auto-alignement. Afin de permettre la réalisation du collage direct une fois les puces alignées, une couche d'oxyde de silicium (SiO_2) de 50 nm d'épaisseur est présente à la surface des plots.

Les puces à assembler sont réalisées de manière similaire. Une gravure profonde d'une centaine de micromètres est réalisée sur un substrat. Ce substrat est ensuite aminci en face arrière jusqu'à ce que les puces se désolidarisent du support (figure 1.50).

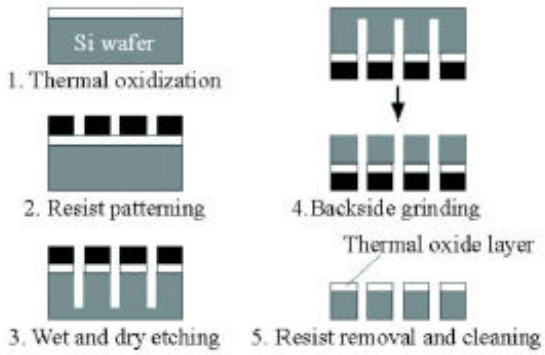


Figure 1.50: Procédé de fabrication des puces de silicium utilisées dans le procédé de Fukushima [Fukushima 2010].

Un film d'eau est alors placé à la surface de chaque plot du substrat support, puis les puces sont pré-positionnées à l'aide d'une machine de Pick&place. Une fois les puces relâchées, elles s'auto-alignent par capillarité (1.51).

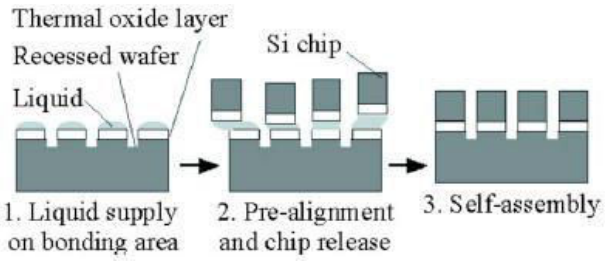


Figure 1.51: Procédé d'auto-assemblage par capillarité de Fukushima [Fukushima 2010].

Une fois le film de liquide évaporé, les deux surfaces sont alors en contact et le collage direct peut avoir lieu. La précision d'alignement obtenu est alors d'environ 1 µm.

Remarque : *Le procédé de Fukushima présente de fortes corrélations avec le procédé d'auto-assemblage que nous développerons dans le cadre de ce manuscrit. Cependant, bien que les mécanismes d'assemblages soient proches, les méthodes de confinement du film de liquide sont différentes (Cf. Chapitre IV).*

Bilan de cette méthode :

- La méthode d'auto-assemblage par capillarité repose sur *l'utilisation du principe de minimisation d'énergie de surface* comme source motrice de l'alignement.
- Cette méthode permet l'utilisation de *méthode d'hybridations différentes* (couche d'adhésif, collage direct).
- On retrouve également la possibilité de réaliser ce procédé de manière *parallèle* (assemblage de plusieurs structures simultanément).
- Il n'y a *pas en théorie de limite de taille* pour les composants utilisés dans l'assemblage.

3) Récapitulatifs et conclusion

- ✓ Nous avons vu dans la section *1-2*, les améliorations et les perspectives de développement apportées par l'intégration 3D. Que ce soit en termes de *coût de réalisation* ou encore en termes de *performances*, l'intégration 3D constitue une *rupture technologique* nette par rapport aux développements passés (réduction des dimensions planaires des composants). La mise en œuvre de cette intégration nécessite cependant une évolution rapide et constante des méthodes d'interconnexion. Plusieurs générations d'interconnexion ont donc vu le jour tel que les micro-bumps, les piliers de cuivre ou encore le collage direct avec pour objectif commun d'atteindre les très hautes densités d'interconnexion (section *1-2-4 a&b*).

- ✓ Parallèlement au développement de ces nouvelles interconnexions, deux voies d'intégrations se dessinent aujourd'hui : le report *plaque à plaque* et le report de *puces à plaque*. Cette deuxième voie d'intégration ouvre de nouvelles perspectives en termes de rendement économique (grâce au principe du « Known Good Dies ») mais également et surtout en termes d'intégration hétérogène. Ainsi, nous allons nous focaliser sur le report de puces à plaque.

- ✓ Grâce à la section *2-1*, nous avons pu mettre en évidence les *nouvelles problématiques* amenées par cette évolution vers la *très haute densité d'interconnexion*. Les outils actuels utilisés pour le report de puces à plaque approchent de *leurs limites de capacité*. Il est difficile d'obtenir un *alignement micrométrique* (nécessaire à la haute densité d'interconnexion) sans *sacrifier en contrepartie la cadence d'assemblage*. Il apparait donc nécessaire de *repenser* la méthode d'assemblage.

- ✓ L'utilisation de l'auto-assemblage semble apporter un début de réponse à ces nouvelles problématiques. Comme nous l'avons développé dans la section *2-2*, cette méthode permet d'adresser *des besoins différents* allant de la manipulation de micro-objet (*2-2* b) à l'auto-alignement (*2-2* a, c & d) voir même jusqu'à l'auto-assemblage complet (auto-alignement et hybridation avec le collage direct (*2-2-2*).

- ✓ L'auto-assemblage assisté par capillarité et collage direct apparait donc comme la *seule méthode transposable* au domaine de la microélectronique et *industrialisable*. Nous allons donc voir dans les chapitres suivant, dans quelles mesures cette méthode est *applicable* au report de puces électroniques. Une *étude des mécanismes capillaires* et la mise en place de *simulation numériques* seront présenté dans le chapitre III. Ces simulations serviront alors de support aux *nombreuses expérimentations* menées dans les chapitres IV et V.

Références:

[Abe 1990] T. Abe, J.H. Matlock, "Wafer bonding technique for silicon on insulator technology", *Solid State technology 33*, no. 11, pp. 39-40 (1990).

[Bardeen 1984] J. Bardeen and W.H. Brattain, "The transistor, A semiconductor Triode*", Physical Review Letters, 74*, pp230-231, (1948).

[Bohr 1995] M. T. Bohr, "Interconnect scaling-The real limiter to high performance ULSI", *IEDM Tech Dig*., p241, (1995).

[Bohringer 1998] Bohringer K-F, Goldberg K, Cohn M, Howe R, Pisano A., "Parallel microassembly with electrostatic force fields*"; IEEE Int. Conf. on Robotics & Automation*; Leuven, Belgium. (1998).

[Chip Scale review 2013] *chip scale review* vol.17,N°4, july-august (2013).

[Dalin 2009] Johan Dalin, "Self-Assembly of Micro-Parts using Electrostatic Forces and Surface Tension", (2009).

[Derjaguin 1975] B. V. Derjaguin and V. M. Muller and Y. P. Toporov, "Effect of contact deformations on the adhesion of particles", J. Colloid Interface Sci. 53 ,314—325, (1975).

[Edman 2000] Edman CF, Swint RB, Gurtner C, Formosa RE, Roh SD, Lee KE, Swanson PD, Ackley DE, Coleman JJ, Heller MJ. "Electric field directed assembly of an InGaAs LED on silicon circuitry". *IEEE Photonics Technol*. *Lett*.; 12:1198–200. (2000).

[Esener 1998] Esener SC, Hartmann D, Heller MJ, Cable JM. "DNA assisted micro-assembly: a heterogeneous integration technology for optoelectronics". In: Hussain A, editor. *Critical Review of Optical Science and Technology.* San Jose, CA: Photonics West: (1998).

[Fang 2006] Fang J, Böhringer KF. "Parallel micro component-to-substrate assembly with controlled poses and high surface coverage". *J. Micromech. Microeng*.;16:721–30.(2006).

[Ferrant 2008] R. Ferrant, "3D-IC integration costs and benefits, Design For 3D", *Workshop, Minatec Crossroads* (2008).

[Fonstad 2002] Fonstad CJ. "Magnetically-assisted statistical assembly—a new heterogeneous integration technique". *MIT Technical Report*. (2002).

[Frear 1999] Darrel R. Frear, "Materials Issues in Area-Array Microelectronic Packaging", *JOM*, (1999).

[Gruber 2008] Peter A. Gruber, B. Hochlowski, "3D packaging Micro-Bumping ", IBM T.J. *Watson Research Center*, (2008).

[Gui 1999] C. Gui, M. Elwenpoek, J.G.E. Gardeniers, "Effect of surface roughness on direct wafer bonding", *Journal of Applied Physics* ***85*****,** p. 7448 (1999).

[Hertz 1881] H. Hertz, *Journal Reine Angew. Math*. Vol. 92 (1881).

[Hueners 2013] *Janine Hueners, "*Multi-Chip Modules & Stacked Die Assemblies*", (2013).*

[Global electronics] Global electronics website : *http://www.globalelectronics.com.br*

[Hughes 2000] Hughes MP. "Electric-field-mediated assembly of silicon islands coated with charged molecules".*Nanotechnology.*,11:124–32. (2000).

[ITRS] ITRS website : *http://www.itrs.net*

[Intel] http://download.intel.com/pressroom/kits/events/moores_law_40th/MLTimeline.pdf

[JKR 1971] Johnson KL, Kendall K, Roberts AD. *Proc R Soc A*, 324:301 (1971).

[Kaler 1998] Kaler KVIS, Tai AKC. "Dynamic (active feedback controlled) dielectrophoretic levitation of Canola protoplasts"; *IEEE Ann. Int. Conf. Engineering in Medicine and Biology Society*; (1998).
[Lasky 1985] J.B. Lasky, "Wafer bonding for silicon-on-insulator technologies", *Applied Physics Letters 48* (1985).

[Lee 2005] Lee SW, Bashir R. "Dielectrophoresis and chemically mediated directed self-assembly of micrometer-scale three-terminal metal oxide semiconductor field-effect transistors". *Adv. Mater*;17:2671–7, (2005)

[Leitz 2013] Christopher Leitz, "Wafer to Wafer Technology", *S3S Conference*, (2013).

[Mackie 2013] Andy Mackie, "Reflow of Copper Pillar Microbumps", *Indium Corporation Blogs June 10*, (2013).

[Maleville 1998] C. Maleville, T. Barge, S. Auberton-Hervé, B. Aspar, « Detailed characterization of unibond structure buried oxide », *IEEE International SOI Conferences,* pp. 35-36 (1998).

[Moriceau 2003] H. Moriceau, O. Rayssac, B. Aspar, B. Ghyselen, "The bonding energy control : an original way to debondable substrates", *Seminconductor Wafer Bonding VII : Science, Technology and Applications, ECS Transactions*, PV 2003-19, pp. 49-56, (2003).

[Mitani1992] K. Mitani, U. Gösele, "Formation of interface bubbles in bonded silicon wafers: a thermodynamic model", *Applied Physics A 54*, pp. 543-552, (1992).

[Onishi 2011]. T. Onishi, « Electronics packaging leaders gathered under cherry blossoms at ICEP", *International Conference on Electronics Packaging*, (2011).

[O'Riordan 2004] O'Riordan A, Delaney P, Redmond G. "Field configured assembly: programmed manipulation and self-assembly at the mesoscale". *Nano Lett*.;4:761–5. (2004)

[Parabon 2014] http://www.parabon-nanolabs.com/nanolabs/

[Ramadan 2007] Ramadan Q, Uk YS, Vaidyanathan K. "Large scale microcomponents assembly using an external magnetic array". *Appl. Phys. Lett*.;90:172502–1.(2007)

[Rieutord 2001] F. Rieutord, J. Eymery, F. Fournel, D. Buttard, R. Oeser, O. Plantevin, H. Moriceau, B. Aspar, "High-energy X-ray reflectivity of buried interfaces created by wafer bonding", *Physical Review B 63*, p. 125408, (2001).

[Rieutord 2006] Rieutord F, Moriceau H, Beneyton R, Capello L, Morales C, Charvet AM. *ECS Trans.,* 3:205 (2006).

[Scott 2004] Scott KL, Hirano T, Yang H, Singh H, Howe RT, Niknejad AM. "High-performance inductors using capillary based fluidic self-assembly". *J. Microelectromech*. Syst.;13:300–9.(2004).

[Shockley 1951] W.Shockley, M. Sparks and G.K. Teal, "P-N Junction Transistors", *Physical Review 83*(1), pp.151-164, (1951).

[Srinivasan 2001] Srinivasan U, Liepmann D, Howe RT., "Microstructure to substrate self-assembly using capillary forces". J. *Microelectromech. Syst*.;10:17–24.(2001)

[Srinivasan 2002] Srinivasan U, Helmbrecht MA, Rembe C, Muller RS, Howe RT. "Fluidic self-assembly of micromirrors onto microactuators using capillary forces". *IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron*.;8:4–11.(2002).

[Stengl 1989] R. Stegl, T. Tan, U. Gösele, "A model for the silicon wafer bonding process", *Japanese Journal of Applied Physics 10*, Vol. 28, pp. 1735-1741 (1989).

[Subramanian 2013]. R. Subramanian, "More Morre : Does it mean mixed-signal integration or dis-integration ", *Berkley Design Automation*, (2013).

[Tong 1999] Q. Y. Tong, U. Gösele, "Semiconductor wafer bonding: science and technology", Wiley (1999).

[Tu 1995] Tu JK, Talghader JJ, Hadley MA, Smith JS. « Fluidic self-assembly of InGaAs vertical cavity surface emitting lasers onto silicon". *IEEE Electron*. Lett. ;31:1448–9.(1995).

[Turner 2002] K. T. Turner et S. M. Spearing, « Modeling of direct wafer bonding: Effect of wafer bow and etch patterns », *Journal of Applied Physics 92*, n° 12, p. 7658-7666, (2002).

[Ventosa 2008] C. Ventosa, F. Rieutord, L. Libralesso, F. Fournel, H. Moriceau, "Hydrophilic low-temperature direct wafer bonding", *J Appl Phys 104*, 104:123524 (2008).

[Verma 1995] Verma AK, Hadley MA, Yeh H-JJ, Smith JS. "Fluidic self-assembly of silicon microstructures"; *Electronic Components and Technology Conf*; Las Vegas, NV, USA. (1995).

[Yando 1969] Yando S. "Method and apparatus for fabricating an array of discrete elements I." *US Patent* :3439416. (1969).

[Xiong 2003] Xiong X, Hanein Y, Fang J, Wang Y, Wang W, Schwartz DT, Böhringer KF. "Controlled multibatch self-assembly of microdevices". *J. Microelectromech. Syst*.;12:117–27.(2003).

[Yeh 1994] Yeh HJ, Smith JS. "Fluidic self-assembly for the integration of GaAs light-emitting diodes on Si substrates". *IEEE Photonics Technol. Lett.* 6:706–8. (1994).

[Yole 2013] Yole website : http://www.yole.fr

Références Machine P&P (page internet du fournisseur – produit)

[AMI 2011] *http://www.amicra.com*

[ASM 2011] *http://www.asmpacific.com*

[ASM 2012] *http://www.asmpacific.com/asmpt/products_diebond_ad830.htm*

[ASS 2013] *http://www.assembleon.com/productgroup/pg_1/product_10/iFlex/overview*

[DAT 2011*] http://www.datacon.at*

[DAT 2012] *http://www.besi.com/products-technology/product-details/product/datacon-2200-evo/show*

[ESC 2011a,b] *http://www.esec.com/ecomaXL*

[ESS 2012] *http://www.essemtec.com/product.aspx/3D-Assembler*

[FIN 2011a,b] *http://www.finetechusa.com*

[JUK 2011a,b] *http://www.jas-smt.com*

[KUL 2011] *http://www.kns.com*

[KUL 2009] *iStack « High performance die bonder », 2009.*

[PAL 2011a,b] *http://www.palomartechnologies.com*

[PAN 2011] *http://www.panasonicfa.com*

[SET 2011] *http://www.set-sas.fr*

[TDK 2013] *http://www.global.tdk.com*

[TOR 2011] *http://www.toray-eng.com/semicon/bonder*

[YAM 2011] *http://www.yamaha-motor.co.jp/global/industrial/smt/placer/i-cube2d*

Chapitre II: Méthodes de caractérisation

Nous allons dans ce chapitre présenter les outils et les moyens de caractérisation utilisés dans le cadre de cette étude. Nous verrons dans un premier temps les techniques permettant de contrôler et de caractériser le procédé de fabrication de nos structures.

Dans une deuxième partie nous présenterons les méthodes de caractérisation utilisées pour évaluer le procédé d'auto-assemblage aussi bien en termes d'alignement qu'en termes de qualité de collage. Le principe de la microscopie acoustique sera exposé afin de permette une meilleur compréhension des analyses acoustiques inclussent dans cette étude.

Enfin, nous verrons dans un dernier temps quels sont les moyens qui ont permis de caractériser la résistivité électrique de l'interface de collage.

1) Contrôle du procédé de fabrication et caractérisations de nos structures . 65

1-1 Observation de nos structures par Microscopie Electronique à Balayage (MEB).....65
1-2 Imagerie de zones de contraste par Spectroscopie à Dispersion d'Énergie (SDE).....66
1-3 Mesures de la microrugosité de surface par Microscopie à Force Atomique (AFM)....67
1-4 Mesures de hauteur de marche par profilomètre à pointe 68
1-5 Mesures d'épaisseurs de couches de surface par ellipsométrie.....68
1-6 Evaluation de l'état de surface par mesure d'angle de contact.....70
1-7 Caractérisations des capacités de confinement par VMC.....71

2) Caractérisations des structures suite à l'étape d'auto-assemblage 72

2-1 Mesures de l'alignement des structures par Imagerie infrarouge en transmission 72
2-2 Observations des défauts de collage par microscopie acoustique à balayage (SAM) ..72

3) Caractérisations électrique de l'interface de collage 74

3-1 Extraction de la résistivité du cuivre.....74
3-2 Méthodologie d'extraction de la résistance à l'interface de collage 74

Tableau récapitulatif 76

1) Contrôle du procédé de fabrication et caractérisations de nos structures

1-1 Observation de nos structures par microscopie électronique à balayage (MEB)

Le principe du Microscope Électronique à Balayage (MEB) est basé sur l'interaction d'un faisceau d'électrons avec la surface de l'échantillon à analyser. Les électrons sont produits à l'aide d'un filament de tungstène, puis focalisés sur l'échantillon par des bobines magnétiques (figure 2.01-a). Lorsque le faisceau pénètre dans l'échantillon, il diffuse plus ou moins profondément selon la nature des éléments (numéro atomique) qui le composent, et la tension d'accélération du faisceau (énergie du faisceau). Le volume d'interaction est appelé « poire de diffusion » (figure 2.01-b). Ces différents phénomènes d'interactions entre le faisceau et la surface génèrent plusieurs rayonnements spécifiques qui peuvent être analysés par des détecteurs qui leur sont propres. La tension appliquée au filament est entre 2 et 30 kV pour les analyses en électrons secondaires, et de 30 kV pour les analyses en électrons rétrodiffusés.

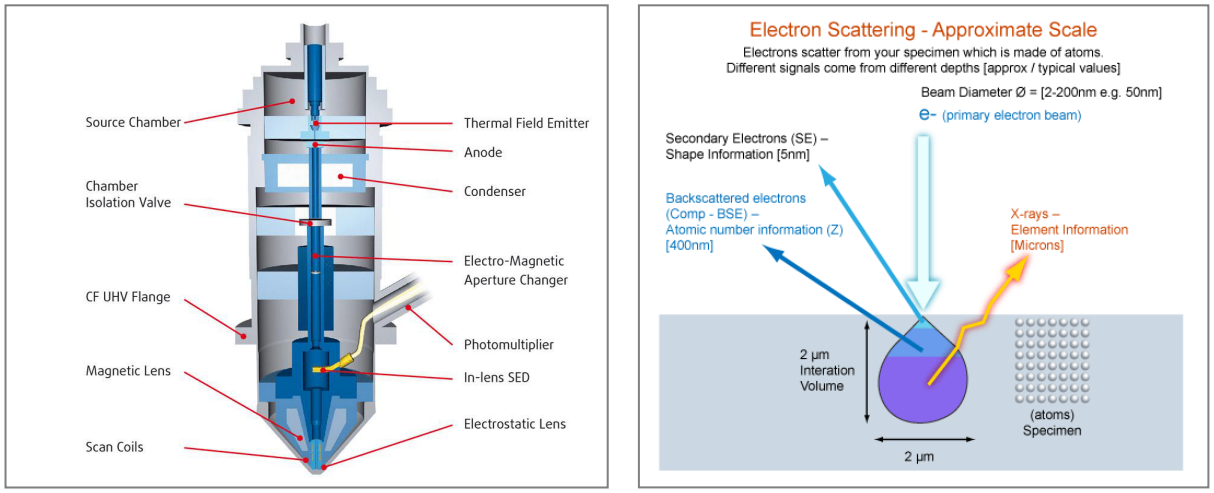


Figure 2.01: (a) Schéma représentant la colonne d'un microscope électronique à balayage, (b) Poire de diffusion, représentative du type d'informations collectées

Plusieurs types de rayonnements peuvent être analysés afin de fournir davantage d'informations concernant la nature de l'échantillon :

- *Électrons secondaires*

Les électrons secondaires sont créés par le passage d'un électron incident près d'un atome. Ce dernier peut transmettre une partie de son énergie à un électron peu lié à la bande de conduction provoquant ainsi une ionisation par éjection de ce dernier électron, appelé électron secondaire. Ils possèdent généralement une faible énergie (< 50 eV). De par cette faible énergie, ces électrons sont émis par les couches superficielles proches de la surface. Ces électrons permettent donc d'obtenir des renseignements sur la topographie de l'échantillon. Ces électrons sont détectés à l'aide d'un photomultiplicateur.

- *Électrons rétrodiffusés*

Les électrons rétrodiffusés sont des électrons résultant de l'interaction élastique des électrons du faisceau primaire avec les noyaux des atomes de l'échantillon. Ils sont représentatifs du numéro atomique des atomes constituant l'échantillon. Leur analyse renseigne ainsi sur la nature des éléments présents dans l'échantillon. Ils sont détectés par des détecteurs à semi-conducteurs.

➢ *Rayons X*

Lorsqu'un électron d'une couche interne est éjecté, un électron d'une couche plus externe vient combler la lacune. La différence d'énergie entre les deux couches va provoquer l'émission d'un photon X.

Dans le cadre de notre étude, le MEB que nous avons utilisé est un JSM-7100F©. Ce microscope à balayage possède une limite de résolution de 1,2 nm à 30 KeV. Grâce à cet outil, nous avons d'une part, pu contrôler la fabrication de nos structures (validation de la profondeur de gravure des plots d'assemblage ou encore inspection de l'état de surface des flancs suite à l'étape de gravure) et d'autre part réaliser diverses analyses chimiques (notamment pour inspecter l'état de l'interface hydrophile-hydrophobe).

➢ *La microscopie électronique à balayage est un excellent moyen de contrôle et d'analyse lors de la fabrication de structures microélectroniques.*

1-2 Imagerie de zones de contraste par Spectroscopie à Dispersion d'Énergie (SDE)

La microscopie électronique peut être associée à la Spectroscopie à Dispersion d'Énergie (SDE) des rayons X qui fournit des informations sur la composition chimique de l'objet observé. Lorsqu'un faisceau d'électrons interagit avec l'échantillon à analyser, des électrons des niveaux de cœur sont éjectés. La désexcitation de l'atome ainsi ionisé se fait par une transition d'un électron d'un niveau externe vers la lacune. L'énergie disponible est libérée par l'émission soit d'un photon X, soit d'un électron Auger. Les photons X sont caractéristiques de la transition et donc de l'élément concerné (figure 2.02).

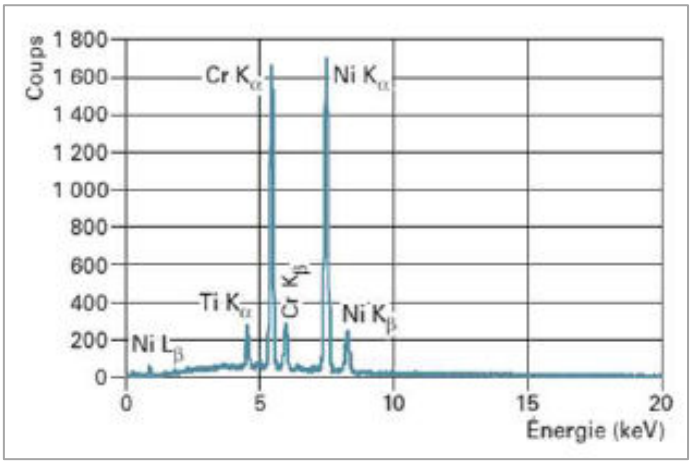


Figure 2.02: Spectre SDE enregistré à partir d'une lame mince d'un alliage présentant les caractéristiques des éléments Cr, Ti et Ni [Delaye 2013].

Ce type d'analyse permet également la réalisation de cartographie chimique en superposant l'analyse chimique à l'observation MEB. Ces cartographies sont très utiles pour localiser des zones présentant un traitement chimique différent (cf section *1-5-3* du chapitre IV).

➢ *L'imagerie par spectroscopie à Dispersion d'Energie (SDE) nous renseigne sur la nature chimique des couches utilisées ainsi que sur leur répartition spatiale (visualisation de la démarcation entre zones hydrophiles et zones hydrophobes).*

1-3 Mesures de la microrugosité de surface par microscopie à force atomique (AFM)

La microrugosité est un paramètre essentiel lors de la mise en contact de surfaces. Elle s'avère même déterminante pour le collage puisqu'il existe une rugosité limite au-delà de laquelle le collage n'a pas lieu. En effet, dans le cas des collages Si/SiO_2 et SiO_2/SiO_2, il a été montré que la rugosité maximale acceptable pour l'onde de collage était de 0.5 nm RMS pour des scans de 1x1µm² [Tong'99] puis réévaluée à 0,65 nm plus tard [Moriceau'03]. Cette limite offre un très bon ordre de grandeur ainsi qu'un excellent indicateur pour l'amélioration des procédés de préparation de surface, notamment pour le polissage mécano-chimique (CMP) dont l'objectif est de lisser les surfaces aux échelles macro- et micrométriques. De plus, nous verrons dans la suite de ce manuscrit, que la rugosité de surface gouverne également l'adhésion des couches de polymères utilisées dans la fabrication des structures dédiées à l'auto-assemblage.

La technique la plus adaptée pour la mesure de la microrugosité de surface est la microscopie à force atomique (AFM). Elle est basée sur l'interaction entre une pointe et la surface de l'échantillon (figure 2.03).

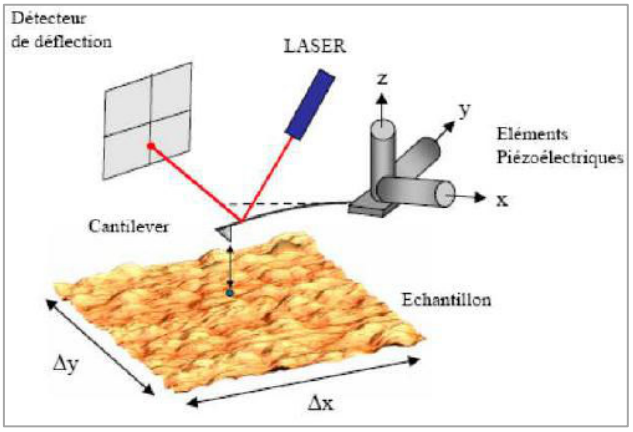


Figure 2.03: Schéma de principe du microscope à force atomique : le laser détecte la modification de la fréquence de résonance du piézoélectrique suite à l'interaction avec la surface.

La pointe est mise en résonance à une amplitude constante et oscille ainsi au-dessus de la surface en la touchant légèrement. L'interaction avec la surface provoque une modification de cette amplitude de résonance. Un asservissement déplace la pointe en z pour maintenir cette amplitude constante. La technique, nommé « tapping » est ainsi sensible à des variations de hauteurs (en z) de quelques dixièmes de nanomètres, et ce pour des scans de plusieurs µm².

Deux paramètres pertinents pour les applications collage sont regardés [2.01] :

- La racine carrée de la moyenne des écarts des hauteurs par rapport au plan moyen appelée « Root Mean Square » (RMS) :

$$RMS = \sqrt{\frac{\sum_1^N (z_j)^2}{N}} \qquad [2.01]$$

Avec Z_j : la hauteur des aspérités (nm)
N : le nombre d'aspérités

- La valeur maximale entre le point le plus bas et le point le plus haut par rapport au plan moyen, appelée « Peak to Valley » (PV).

➢ *La microscopie à force atomique est une technique de choix pour la mesure de la rugosité de surface. Les paramètres caractéristiques de la surface que nous allons regarder tout au long de cette étude sont la rugosité RMS et le PV (en nm).*

1-4 Mesures de hauteur de marche par profilomètre à pointe

Dans le cas où la topologie (rugosité ou microrugosité) que l'on souhaite évaluer est supérieure à 500 nm, il est conseillé d'effectuer les mesures grâce à un profilomètre à pointe. En effet lorsque la topologie est élevée, le risque de détériorer la pointe de l'AFM est élevé.

Le profilomètre à pointe est basé sur le contact physique entre une pointe en diamant et la surface à mesurer. Un capteur solidaire de la pointe en mesure la position verticale Z lorsqu'on la déplace horizontalement (axe X) sur la surface, ce qui permet ainsi d'établir le profil Z=f(X) de la surface comme le présente la figure (2.04) ci-dessous.

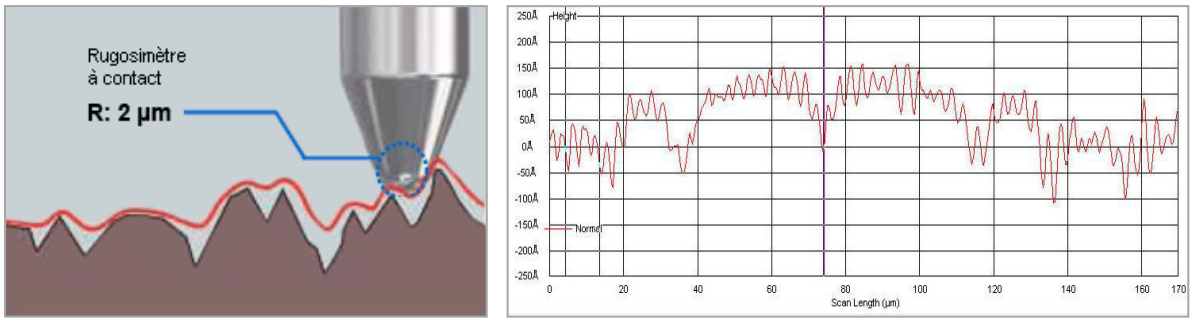


Figure 2.04: (a) Schéma représentant la pointe du profilomètre, (b) Exemple de mesures obtenues grâce au profilomètre.

Il est également possible de réaliser des balayages en 3 dimensions. Ces scans présentent l'avantage de fournir une image complète de la surface mesurée. Le profilomètre que nous avons utilisé est un KLA-Tencor P16™. La précision de mesure fournie est de ± 50 Å suivant le dimensionnel de la pointe utilisée. Dans notre cas la pointe présentée un diamètre de 2 µm.

➢ *Dans le cadre de notre projet, le profilomètre nous a permis de réaliser des mesures de profondeur de gravure (pour les plots) de manière rapide et simple. Ces mesures ont pu être validées par des observations MEB.*

1-5 Mesures d'épaisseurs de couches de surface par ellipsométrie

L'ellipsométrie est une technique optique d'analyse de surface basée sur la mesure d'un changement d'état de polarisation de la lumière lors de sa réflexion sur la surface d'un matériau. Les informations généralement obtenues sont l'indice de réfraction et l'épaisseur des matériaux lorsqu'ils sont déposés en couche mince sur un substrat dont les indices sont connus. Dans le cadre de notre étude, l'ellipsométrie a été utilisée pour contrôler l'épaisseur des couches de polymère en particulier suite aux traitements de surface. Le principe de cette technique est d'envoyer une onde

de polarisation connue sur un échantillon et de détecter l'état elliptique de l'onde réfléchie sur celui-ci (figure 2.05).

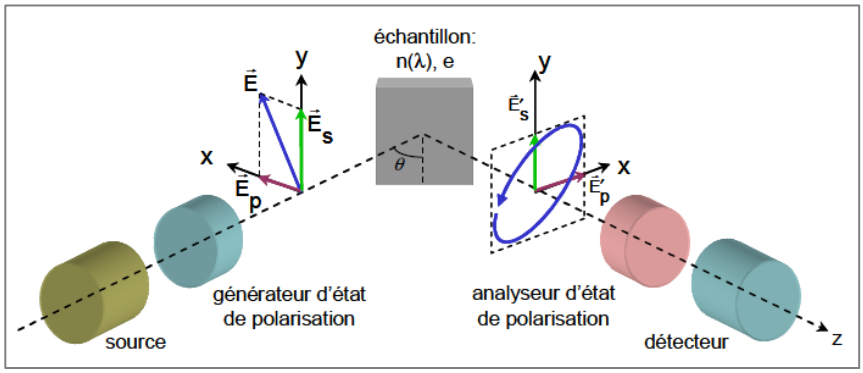


Figure 2.05: Principe de la mesure par ellipsométrie : une onde de polarisation connue est envoyée sur la surface d'un échantillon. Après réflexion, la polarisation de l'onde décrit une ellipse.

La lumière peut être considérée comme une onde électromagnétique dont le vecteur de polarisation peut être projeté selon deux dimensions : l'une perpendiculaire au plan d'incidence (notée s) et l'autre parallèle à ce plan (notée p). Après réflexion, les composantes p et s sont atténuées de façons différentes. Dans le cas d'une polarisation incidente rectiligne, l'état de polarisation devient elliptique. Ceci conduit à définir les coefficients de réflexion suivants [2.02] :

$$r_p = \frac{E_p^r}{E_p^i} \quad \text{et} \quad r_s = \frac{E_s^r}{E_s^i} \qquad [2.02]$$

Avec r_p : Coefficient de réflexion de la composante p
r_s : Coefficient de réflexion de la composante s
E_p^i et E_s^i : Projections du champ électrique de l'onde incidente
E_p^r et E_s^r : Projections du champ électrique de l'onde réfléchie

Le changement de polarisation de la lumière après réflexion se quantifie alors à l'aide du rapport de ces deux coefficients [2.03]:

$$\rho(\theta, \lambda) = \frac{r_p}{r_s} = tan\Psi . e^{i\Delta} \qquad [2.03]$$

Les angles Δ et Ψ sont respectivement le rapport des amplitudes et le déphasage entre les composantes p et s qui dépendent de la longueur d'onde λ de la lumière incidente. Ce sont ces grandeurs qui sont obtenues lors d'une mesure par ellipsométrie. Pour déterminer les épaisseurs des couches en surface, il faut connaître les indices optiques attendus des couches. Le logiciel d'acquisition génère alors les valeurs théoriques de Δ et Ψ. Ces valeurs sont comparées aux valeurs expérimentales. Une correction itérative du modèle permet d'accéder aux valeurs d'épaisseur. L'équipement utilisé est le M2000® produit par la société J. A. WOOLAM Co™.

➢ *L'épaisseur de plusieurs couches (oxyde, polymère) peut être mesurée avant et après traitement hydrophile afin de valider l'impact de ce dernier sur l'épaisseur de la couche.*

1-6 Evaluation de l'état de surface par mesure d'angle de contact

Dans le cadre du développement du collage direct des surfaces d'oxyde de silicium, il a été montré qu'à température ambiante, l'adhésion entre les deux surfaces est créée par l'intermédiaire de l'eau piégée à l'interface de collage via des liaisons hydrogène (issues des liaisons –OH présentes à la surface) [Tong'99]. L'aptitude d'une surface à adsorber ces molécules d'eau détermine ainsi le comportement du collage à température ambiante, il est donc nécessaire de pouvoir l'évaluer. La mesure de cette aptitude, ou hydrophilie, se fait par la méthode de la mesure d'angle de goutte ou angle de contact. Une goutte d'eau de quelques µl est déposée grâce à une seringue sur une surface supposée idéalement plane et homogène chimiquement. L'angle que fait la tangente à la goutte au point triple solide-liquide-gaz et la surface solide est mesuré automatiquement à l'aide d'une caméra CCD (figure 2.06). Cet angle est appelé angle de contact (θ). Le dispositif expérimental est un équipement semi-automatique Digidrop® commercialisé par la société GBXTM.

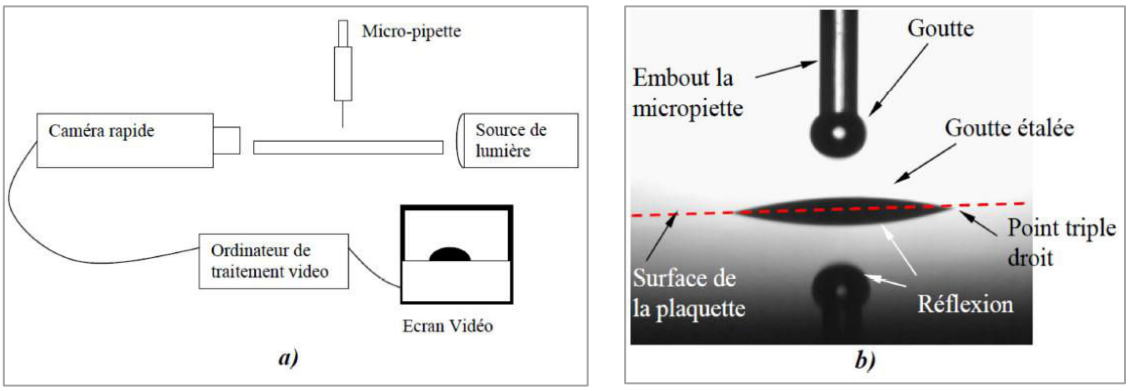


Figure 2.06: (a) Schéma de principe de la mesure de l'angle de goutte. (b) Exemple d'une goutte déposée sur une surface de silicium.

Plus la surface solide a d'affinités avec le liquide, plus la goutte va s'étaler et l'angle de contact sera faible. Moins il y a d'affinités entre le solide et le liquide plus la goutte restera sphérique et l'angle de contact sera élevé (figures 2.07 et 2.08).

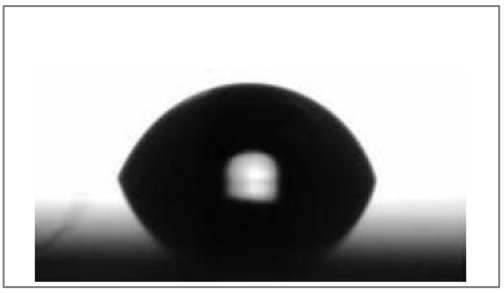


Figure 2.07: Exemple d'une goutte d'eau déposée sur une surface hydrophobe.

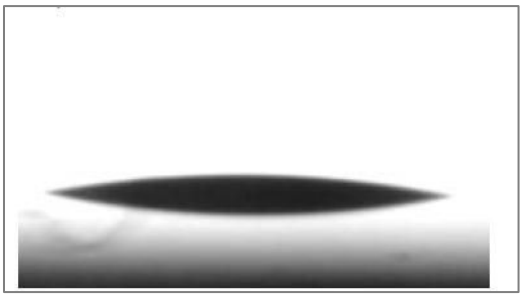


Figure 2.08: Exemple d'une goutte d'eau déposée sur une surface hydrophile

➢ *Le caractère hydrophile traduit une densité de liaisons de surface, aptes à former des liaisons entre les surfaces ultérieurement. Il est évalué par mesure d'angle de goutte.*

1-7 Caractérisations des capacités de confinement par VMC

Une fois les structures dédiées à l'auto-assemblage créées, il s'est avéré nécessaire d'évaluer leurs capacités de confinement. En effet, comme discuté dans la suite de ce manuscrit, la qualité de l'alignement obtenu est directement liée à la capacité de la structure à confiner un fluide à la surface du plot d'assemblage (cf. section 1-5-5 du chapitre IV). Afin de d'évaluer les capacités de confinement de nos structures, nous avons dû développer une méthode de caractérisation semi-qualitative spécifique. Cette méthode repose sur l'utilisation du dispositif permettant la mesure d'angle de contact.

L'idée ici est de venir mesurer la quantité maximale d'eau que peut confiner une structure. Une goutte initiale de 2 µl est positionnée au centre du plot puis l'on rajoute par incrémentation 2 µl à la goutte initiale et ainsi de suite (figure 2.09). Il est ainsi possible de quantifier le volume d'eau critique avant débordement du plot. On obtient donc une « valeur » représentative du confinement de chaque structure. Cette méthode a été nommée VMC pour Volume Maximal Confiné.

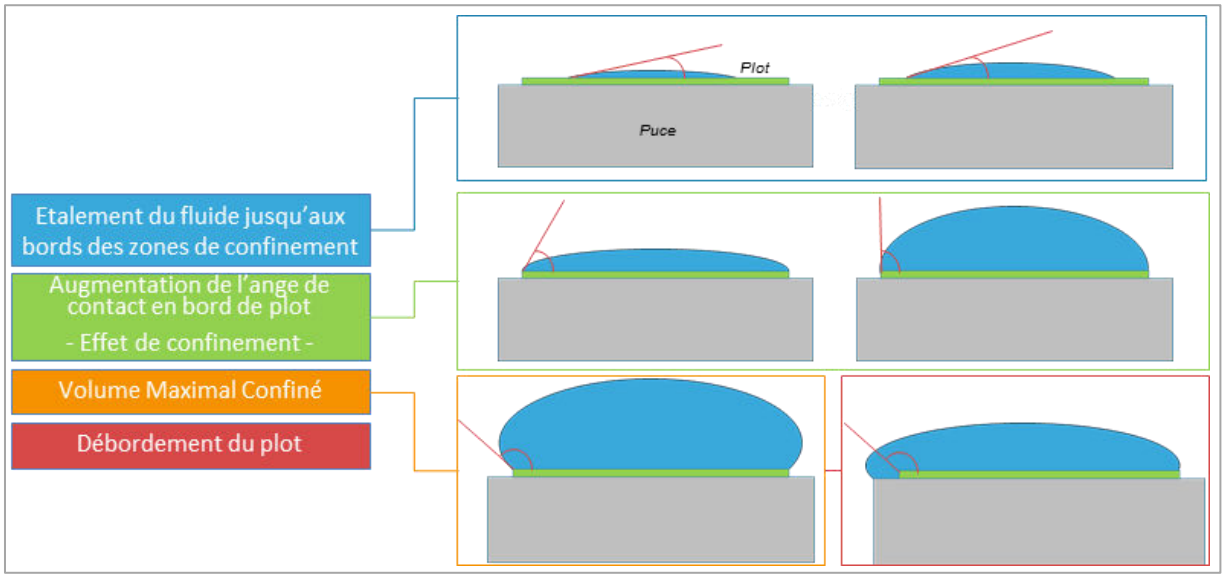


Figure 2.09: Schéma de principe de la mesure du Volume Maximal Confiné. Le volume de la goutte est progressivement incrémenté jusqu'à atteindre la valeur limite de confinement.

Cette méthode permet de comparer les structures entre elles. L'objectif étant d'évaluer l'impact du design de la structure sur ces capacités de confinement (Cf. section 1-5-5 du chapitre IV). Cette méthode présente cependant le désavantage d'être sensible au milieu extérieur, en particulier dans le cas de volume de goutte élevé (> 400 µl). Une faible vibration de la table de test peut perturber l'accroche de la goutte sur le bord des zones de confinement, engendrant ainsi un débordement inopportun.

➢ *La méthode du Volume Maximal Confiné (VMC) nous a fourni une méthodologie pour comparer les capacités de confinement des différentes architectures de nos structures.*

2) Caractérisations des structures suite à l'étape d'auto-assemblage

2-1 Mesures de l'alignement des structures par Imagerie infrarouge en transmission

Une fois les structures assemblées, il est nécessaire de mesurer l'alignement obtenu. Cette mesure s'effectue par l'intermédiaire des marques d'alignements placées au niveau de l'interface de collage. Leur visualisation directe par microscopie optique étant impossible, la mesure s'effectue donc grâce à un microscope infrarouge. Le silicium et l'oxyde de silicium étant transparents à l'infrarouge (matériaux transparents dans la gamme des longueurs d'onde allant de 1 à 5 µm), il est possible grâce à un effet de contraste d'observer les structures d'alignement se trouvant à l'interface de collage. Cette méthode d'observation permet mesurer des valeurs d'alignements jusqu'à 200 nm. En deçà le silicium absorbe trop l'infrarouge pour permettre une mesure précise.

Le rayonnement Infra-Rouge (IR) est également utilisé pour visualiser les défauts présents à l'interface de collage. En effet, les défauts sont visibles par infrarouges avec une résolution verticale de 0.5 µm.

> ➢ *La microscopie infrarouge permet une mesure rapide de l'alignement entre les structures. Elle permet également de visualiser les défauts les plus gros (notamment présents en bord de puce).*

2-2 Observations des défauts de collage par microscopie acoustique à balayage (SAM)

Afin d'imager de manière plus précise l'état de l'interface de collage, les défauts peuvent être imagés par microscopie acoustique (Scanning Acoustic Microscopie, SAM). La détection de défaut repose sur la variation d'impédance acoustique de l'interface de collage.

Cette technique d'imagerie est basée sur la propagation d'une onde sonore à travers des matériaux. L'impédance acoustique est une propriété intrinsèque du matériau traversé et se définit comme :

$$Z = \rho . \upsilon \qquad [2.04]$$

Avec Z : Impédance acoustique ($g.m^{-2}.s^{-1}$)
ρ : Masse volumique du matériau ($g.m^{-3}$)
ν : Vitesse de propagation de l'onde dans le matériau ($m.s^{-1}$).

Les défauts de collage peuvent contenir de l'eau, de l'air ou du vide et constituent donc une forte rupture d'impédance acoustique due au changement de milieu. Lorsque l'onde acoustique émise par le transducteur rencontre cette discontinuité elle n'est plus transmise mais réfléchie ce qui génère un écho. Le logiciel analyse ensuite cet écho pour permettre la visualisation du défaut. Dans le cas d'un collage symétrique différents échos sont observés (figure 2.10). Ils correspondent à la réflexion de l'onde sur la plaque supérieure, à sa réflexion sur le défaut de collage et à la réflexion sur la face arrière de la plaque inférieure. L'expérimentateur sélectionne l'écho correspondant à une lame d'air sur le chanfrein des plaques. Ceci permet de n'imager que les défauts de l'interface de collage. En balayant ainsi l'échantillon, une cartographie des défauts du collage est obtenue.

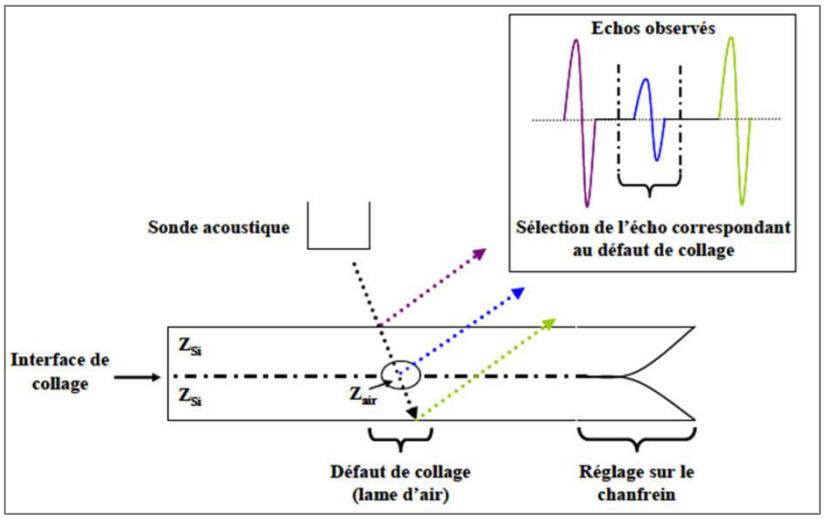


Figure 2.10: Principe de la microscopie acoustique dans le cas de l'observation d'un défaut de collage sur un collage symétrique Si/Si.

Pour une meilleure propagation de l'onde acoustique les échantillons sont immergés dans l'eau pendant la mesure. L'effet de cette mise à l'eau n'est pas neutre et peut influencer les propriétés du collage.

Deux équipements ont été utilisés lors de l'étude : le D9000® commercialisé par la société SonoscanTM et le SAM450® commercialisé par la société TeplaTM. La résolution est de 15 nm verticalement et 30 µm horizontalement (pour une sonde de fréquence 50 MHz) pour le D9000. Pour le SAM450, la résolution verticale est très dépendante de la différence d'impédance acoustique des couches observées. Plus cette différence est importante, plus la mesure est précise.

Ainsi, la résolution sur une lame d'air est de quelques nanomètres. En revanche, elle ne sera d'une dizaine de micromètres pour deux couches d'impédances proches. Le constructeur donne une résolution latérale de 10 µm. Cependant, expérimentalement nous n'avons pu à ce jour que valider une résolution de 50 µm environ (pour une sonde de fréquence 230 MHz). Les zones collées apparaissent en noir et les zones non collées en blanc (figure 2.12). Le cercle visible sur les bords du collage correspond au chanfrein des plaques. Dans cette zone les plaques sont simplement en vis-à-vis et ne sont donc pas collées.

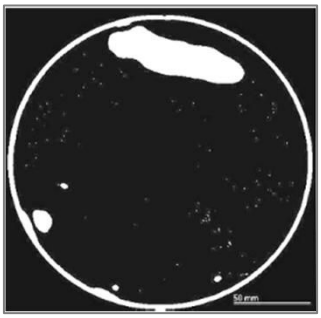


Figure 2.12: Exemple d'observation obtenu par microscopie acoustique d'un collage de deux plaques de silicium 200 mm avec dépôts de cuivre (SAM450). Les zones non collées apparaissent en blanc.

➢ *Lorsque que les matériaux à observer ne sont pas transparents aux IR, la microscopie acoustique à balayage, basée sur la détection des variations d'impédance acoustique, est utilisée pour visualiser les défauts présents à l'interface de collage.*

3) Caractérisations électrique de l'interface de collage

Les études précédentes sur le collage direct métallique cuivre-cuivre ont montré, suivant les températures de recuits, une modification de l'interface de collage [Gueguen 2010]. En effet, après collage on retrouve une couche d'oxyde de cuivre au niveau de cette interface, ce qui a pour effet de la rendre résistive. Une évolution de l'interface avec les recuits thermiques est observée, caractérisée par une démixtion de cet oxyde avec apparition de nodules. Ces derniers diminuent en taille et en nombre avec l'élévation de la température de recuit. Ces différents états au niveau de l'interface de collage vont avoir un impact direct sur la résistance de contact des structures collées. Il est donc important d'étudier l'évolution de la résistance à l'interface en fonction des températures de recuit.

3-1 Extraction de la résistivité du cuivre

En amont de l'étude sur la qualité de l'interface de collage, il est important d'extraire la résistivité du cuivre utilisé, et ce, sur chaque plaque testée. Cette information nous renseigne sur la qualité du cuivre et est prise comme référence pour toute estimation théorique des valeurs des résistances mesurées sur chacune des structures de test. L'extraction de la résistivité du cuivre se fait à l'aide des structures non collées (décrites au paragraphe 2-3 du chapitre IV). Il s'agit d'une mesure Kelvin de la résistance d'une ligne de métal. Connaissant les dimensions de la ligne et en s'appuyant sur la valeur de la résistance mesurée, la résistivité du cuivre est déduite à l'aide de l'équation suivante :

$$\rho = R.\frac{S}{L} \qquad [2.05]$$

Avec ρ : Résistivité intrinsèque du cuivre (Ω.µm)
L : La longueur de la ligne de cuivre (µm)
S : La section de la ligne de cuivre (µm²)

Cette estimation suppose que les dimensions exactes des lignes sont connues. Il est donc important de noter que les variations d'épaisseur des lignes dues à la gravure et au polissage mécano-chimique ne sont pas prises en compte.

3-2 Méthodologie d'extraction de la résistance à l'interface de collage

Le principe de mesure de la résistance de contact des structures collées est simple. Cette mesure s'effectue par l'intermédiaire d'une mesure 4 pointes. Dans cette configuration la résistance des lignes d'amenée de courant n'est pas prise en compte dans la mesure. Seule la résistance de la structure active est évaluée. La structure utilisée est représentée par une ligne de métal avec des reprises de contact Kelvin (deux amenées de courant et deux prises de tension) permettant une mesure 4 points de la résistance, comme illustré sur la figure (2.13) ci-dessous :

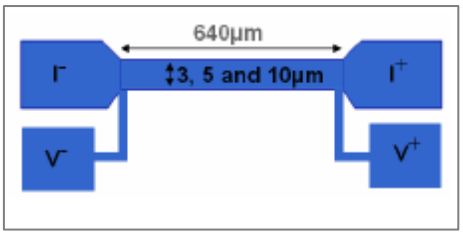


Figure 2.13 : Schéma d'une structure NIST représentée par une ligne de métal avec reprise de contact Kelvin

Connaissant la valeur de la résistivité, il est alors possible d'évaluer théoriquement la valeur de résistance des structures. Une comparaison entre la valeur de résistance théorique (calculé grâce à la résistivité du cuivre et aux paramètres géométriques de la ligne) et la valeur de résistance mesurée est alors possible. La différence entre ces deux valeurs correspond à l'impact de l'interface de collage (autrement dit la résistance de contact). Plus l'interface est de mauvaise qualité, plus elle est résistive et engendre donc une grande différence entre ces deux valeurs.

Cette différence peut être également due à plusieurs autres paramètres, tels que le désalignement des structures lors du collage (les surfaces collées seront plus petites que celles définies lors du dessin des structures, ce qui va augmenter la résistance mesurée) ou encore une variation dans le procédé de fabrication (une inhomogénéité d'épaisseur de ligne, de qualité de cuivre entre bord en centre…).

➢ *Les mesures Kelvin réalisées sur les structures présentes de part et d'autre de l'interface de collage permettent de mesurer précisément la résistance de l'interface de collage, tout en s'affranchissant des effets parasites (comme par exemple la résistance des lignes d'accès).*

Technique	Échelle étudiée	Informations obtenues	Limites / Contraintes	Résolution
MEB (Microscope Electronique à Balayage)	❑ Nanométrique ❑ Champ d'observation de quelques micromètres	❑ Morphologie	❑ Pas d'informations structurales	❑ Imagerie: 10 à 15 nm
SDE (Spectroscopie à Dispersion d'Energie)	❑ Nanométrique ❑ Champ d'observation de quelques micromètres	❑ Cartographie chimique ❑ Mesure relative de la composition chimique	❑ Taille de scan limitée	❑ Imagerie: 10 à 15 nm ❑ Carbone non détectable
AFM (Microscope à Force Atomique)	❑ Nanométrique (surface) ❑ Scans de 1 à 20 µm²	❑ Topologie de surface ❑ Rugosité	❑ Pas de sensibilité chimique ❑ Limité aux topologies < 500 nm	❑ Dépend du type de matériau mesuré
Profilomètre mécanique	❑ Champ d'observation de quelques centaines de micromètres	❑ Morphologie ❑ Topologie de surface	❑ Pas de sensibilité chimique	❑ Latérale : 500 nm ❑ Verticale: 10 nm
Ellipsométrie	❑ Quelques millimètres	❑ Mesure quantitative d'épaisseur	❑ Profondeur d'analyse faible pour les couche métallique ~ 500 nm	❑ 1 nm
Angle de goutte	❑ Macroscopique	❑ Hydrophilie (mouillabilité)	❑ Mesure de surface uniquement	❑ 1°
VMC (Volume Maximal Confiné)	❑ Macroscopique	❑ Capacité de confinement	❑ Sensible à l'environnement extérieur (pour des volumes de goutte > à 400 µl).	❑ 2 µl pour des gouttes dont le volume est inferieur à 400 µl

Technique	Échelle étudiée	Informations obtenues	Limites / Contraintes	Résolution
Observation Infrarouge	❑ Macroscopique à quelques centaines de micromètres	❑ Observation de l'interface de collage ❑ Mesure d'alignement	❑ Transparence des matériaux à l'IR	❑ Imagerie : 5 µm
Mesure Acoustique	❑ Macroscopique	❑ Observation et localisation des défauts de collage	❑ Pas de détection des défaut sous la limite de résolution ❑ Immersion des collages dans l'eau	❑ *Sonoscan* : Latérale : 30 µm Verticale : 15 nm ❑ *SAM 450*: Latérale : 10 µm Verticale: 5 à 10 nm
Mesure 4 pointes	❑ Caractérisation électrique	❑ Résistivité de l'interface de collage	❑ Nécessite l'utilisation de plots déportés	❑ Dépend du module de test utilisé

Références:

[Delaye 2013] Cours INSTN – *Microscopie Electronique en Transmission,* (2013).

[Gueguen 2010] P. Guéguen, C. Ventosa, L. Di Cioccio, H. Moriceau, F. Grossi, M. Rivoire, P. Leduc, L. Clavelier, "Physics of direct bonding: applications to 3D heterogeneous or monolithic integration", *Microelectronic Engineering 87*, pp. 477-484 (2010).

[Moriceau 2003] H. Moriceau, O. Rayssac, B. Aspar, B. Ghyselen, "The bonding energy control: an original way to debondable substrates", *Proceedings of the Electrochemical Society 19*, pp. 49-56 (2003).

[Tong 1999] Q.Y. Tong, U. Gösele, "Semiconductor wafer bonding: science and technology", Wiley (1999).

Chapitre III: Théorie et modélisation

Dans ce chapitre, nous allons aborder les aspects théoriques relatifs au phénomène d'auto-alignement. En partant des principes fondamentaux de la physique, nous allons analyser dans quelle mesure il est possible de modéliser le mécanisme d'auto-alignement puis d'en déduire les forces et couples de rappel mises en jeu.

Les forces capillaires et la tension de surface étant les éléments clés dans le phénomène de réalignement, il est essentiel de comprendre comment le film de liquide interagit avec la surface. L'objectif étant à termes de développer un modèle permettant de prédire le comportement la puce lors de la phase d'alignement.

De nombreux paramètres sont à prendre en compte pour décrire complétement le comportement d'un système goutte-surface, et tous ne pourront pas être intégrés à la modélisation. Il est donc nécessaire dans un premier temps de comprendre les différents mécanismes mis en jeu et de mettre en évidence les paramètres prédominants.

1) Principes physiques de base – Energie et Tension de surface 84

1-1 Principes thermodynamiques appliqués à une goutte 84

1-1-1 Tension et énergie de surface 84

1-2 Les méthodes de confinements – obtention de surfaces hydrophobes 85

1-2-1 Topologie et contraste de mouillabilité 85

1-2-1.a *Les forces capillaires* 85

1-2-1.b *Confinement par topologie* 87

1-2-1.c *Confinement par contraste de mouillabilité* 89

1-2-2 Les états de Cassie/ Wenzel 90

1-2-2.a *Le modèle de Wenzel* 90

1-2-2.b *Le modèle de Cassie* 91

1-2-2.c *Bilan* 91

2) Mise en place des simulations 93

2-1 Surface Evolver 93

2-1-1 Principe de minimisation de l'énergie des interfaces 94

2-1-2 Extension aux problèmes de capillarité 95

2-2 Hypothèses de simulation 95

2-3 Les modes de déplacements 97

2-3-1 Translation horizontale (shift) 98

2-3-2 Translation verticale (lift) 100

2-3-4 Rotation d'axe vertical (twist) 101

2-3-5 Rotation d'axe horizontal (tilt/roll) 102

2-3-6 Les modes couplés 104

2-4 Simulation du débordement.....105

2-5 Modèle avec prise en compte de l'étalement et accroche de la goutte 106

2-5-1 Implémentation du modèle numérique 106

2-5-2 Analyse de la variation d'énergie du système 107

2-5-3 Analyse du comportement « dynamique » de la puce 107

2-5-4 Simulations des défauts de mouillabilité 109

2-5-5 Comparaison entre simulation et observation expérimentale d'un processus d'auto-alignement 110

2-6 Bilan des simulations 111

3) Généralisation de l'étude à des formes de puces variables..... 111

3-1 Généralisation du principe d'alignement à différents polygones pour la translation 111

3-1-1 Implémentation du modèle analytique 111

3-1-2 Cas des polygones réguliers convexes 114
3-1-3 Cas des polygones réguliers non convexes 116
3-1-4 Calcul des forces de rappel pour les forts désalignements en fonction de la direction de translation 117

3-2 Comparaison avec les simulations Surface Evolver 118
3-2-1 Energie et forces de rappel en fonction de la forme 119
3-2-2 Impact de la direction de translation 120
3-2-3 Application sur des structures avec cavités 121

3-3- Généralisation du principe d'alignement à différents polygones pour la translation verticale 124

3-4- Généralisation du principe d'alignement à différents polygones pour la rotation 124

4) Récapitulatifs et conclusion 125

Glossaire 129

1) Principes physiques de base – Energie et Tension de surface

Le premier mécanisme de base à comprendre est celui basé sur la notion de tension de surface. Cette notion découle directement des travaux menés par Gibbs [Gibbs 1961] et repris par Rowlinson [Rowlinson 1982] et De Gennes [De Gennes 1985].

1-1 Principes physiques appliqués à une goutte

1-1-1 Tension et énergie de surface

La tension de surface, également nommée tension superficielle ou encore énergie de surface, est à l'origine de nombreux phénomènes capillaires omniprésents à l'échelle millimétrique. On peut à titre d'exemple citer la coalescence des gouttes ou encore l'imprégnation des matériaux poreux. Les molécules d'une phase condensée (solide ou liquide) sont en effet soumises à des forces cohésives avec leurs voisines. Créer une interface revient donc à perdre une partie de cette énergie de cohésion. Cette énergie à payer correspond à l'énergie de surface notée E_s. Cette énergie est alors proportionnelle à l'aire de l'interface A et à un coefficient γ dénommé tension de surface [3.01] :

$$\boxed{E_s = \gamma . A} \qquad [3.01]$$

La tension de surface correspond à une énergie par unité de surface et s'exprime en J.m^{-2}

Si l'on considère un goutte sur une surface plane, on se retrouve alors avec la présence de trois phases distinctes (liquide, air, solide) comme le présente la figure (3.01). Trois tensions de surface, liées aux différentes interfaces entre les phases, peuvent être considérées : γ_{SL} (solide-liquide), γ_{LG} (liquide-gaz) et γ_{SG} (solide-gaz). Le point reliant les trois phases entre-elles est nommé la ligne triple ou encore la ligne de contact. L'angle que forme la goutte avec la surface est quant à lui nommé angle de contact.

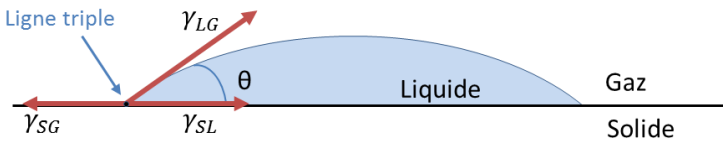


Figure 3.01 : Représentation des tensions de surfaces des différentes interfaces pour une goutte à l'équilibre.

L'équation de Young [Young 1805] fournie une relation entre l'angle de contact de la goutte à l'équilibre (θ_{eq}) et la tension de surface de chaque interface [3.02] :

$$\boxed{\gamma_{SG} = \gamma_{SL} + \gamma_{LG} \cos \theta_{eq}} \qquad [3.02]$$

L'équation de Young peut dans ce cas-là être interprétée comme un équilibre mécanique de la ligne triple. La tension de surface est alors équivalente à une force par unité de longueur agissant sur la ligne triple et s'exprime alors en N.m.

Il existe d'autres façons d'interpréter la loi de Young et le phénomène de tension de surface. D'un point de vue thermodynamique, la tension de surface peut être vue comme la somme des forces moléculaires et peut être défini comme l'énergie de Gibbs (G) par unité de surface d'une interface séparant 2 phases [Toshev 2006] ; Si l'on se place du point de vue de la mécanique, la tension de surface peut être vue comme la résultante des forces normales par unité de longueur le long de

l'interface. Ces forces prennent leur source dans le stresse anisotrope au voisinage de l'interface [Kirkwood 1949].

1-2 Les méthodes de confinements – Obtention de surfaces hydrophobes

Nous allons maintenant regarder comment les spécificités des surfaces (rugosité, topologie, affinité chimique de la surface avec l'eau,…) impactent le comportement de la goutte et comment considérer ces interactions dans un modèle analytique.

Comme le phénomène de force capillaire que nous souhaitons modéliser repose en grande partie sur des mécanismes de confinement, il est essentiel de comprendre comment se comporte une goutte en présence d'une discontinuité de surface. Par le terme « discontinuité », on entend un changement de propriétés (physiques ou chimiques) extrêmement localisé dans l'espace et s'effectuant de manière quasi-instantanée dans l'espace. Il existe deux types de discontinuités que l'on différentie par leur nature (physique ou chimique).

1-2-1 Topologie et contraste de mouillabilité

Le premier type de discontinuité est assimilé à une *variation physique* de la surface, c'est ce que l'on nomme dans la suite une discontinuité créée par « topologie ». Dans le cas le plus courant il peut s'agir d'une marche, d'un rebord, d'un trou ou d'une variation abrupte de la planéité de la surface [Leger 1992], [Ondarçuhu 2005], [Mastrangeli 2010]. Les mécanismes mis en jeu lorsque la goutte arrive à proximité de ce type de discontinuité seront explicités par la suite (*1-2-1a*).

Le deuxième type de discontinuité est assimilé à une *variation chimique* de la surface, c'est ce que l'on nommera dans la suite une discontinuité par « contraste de mouillabilité ». Il s'agit d'une modification de l'affinité de la surface avec l'eau. L'affinité de la surface avec l'eau est caractérisée par l'angle que forme la goutte avec la surface, on nomme cet angle l'angle de contact (figure 3.02).

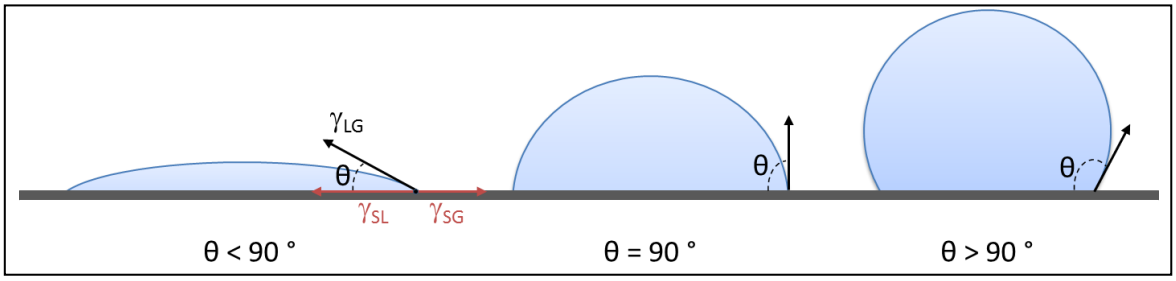


Figure. 3.02 : Schéma représentant l'angle de contact d'une goutte sur une surface homogène et lisse pour différentes valeurs d'angle de contact.

Lorsque la goutte présente un angle de contact inférieur à 90°, la surface est dite hydrophile. Par opposition lorsque l'angle de contact est supérieur à 90°, la surface est dite hydrophobe. La notion de contraste de mouillabilité découle de la juxtaposition de zones présentant des affinités différentes avec l'eau.

a) Les forces capillaires

Il est nécessaire dans un premier temps de comprendre quelles sont les forces misent en jeu lors de l'interaction entre une goutte et une surface. A l'échelle de la goutte, la force prédominante est la force capillaire exercée sur la ligne triple (ligne reliant les trois phases : liquide-solide-gazeux). Cette

force s'exerçant suivant la normale extérieure à la ligne triple, Il est possible d'exprimer la force résultante en intégrant l'ensemble des forces par unité de longueur de la ligne triple, on parle alors de force linéique. La force capillaire linéique exercée sur une ligne triple s'exprime via la relation de Young :

$$\boxed{\vec{f} = \gamma \cos\theta \, \vec{n}} \qquad [3.03]$$

Où $\vec{n}$ est la normale à la ligne triple et $\gamma_{LG} = \gamma$. Cette force linéique est orientée suivant la normale extérieure, comme le montre la figure (3.03) ci-dessous.

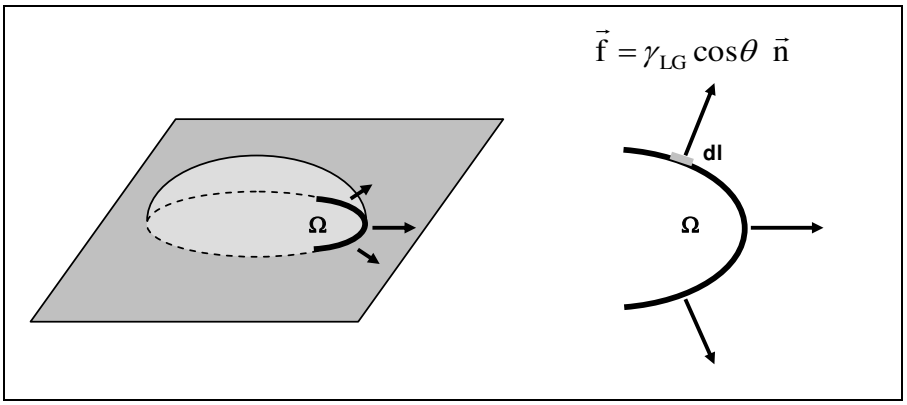


Figure 3.03 : Vue schématique d'une ligne triple et de la force linéique capillaire.

La force capillaire totale dans une direction donnée est donc l'intégrale des projections de la force capillaire linéique. Pour une ligne triple Ω schématisée sur la figue (3.03), la force capillaire totale est donc :

$$\boxed{\vec{F} = \int_{\Omega} \vec{f} \, dl = \int_{\Omega} \gamma \cos\theta \, \vec{n} \, dl} \qquad [3.04]$$

La résultante dans une direction donnée, par exemple la direction *x*, est donc donnée par la projection suivant le vecteur $\vec{i}$ (d'axe x) de [3.04] et s'écrit :

$$\boxed{F_x = \left(\int_{\Omega} \vec{f} \; dl \right) . \vec{i} = \int_{\Omega} \vec{f} . \vec{i} \; dl = \int_{\Omega} \gamma \cos\theta \, \vec{n} . \vec{i} \; dl} \qquad [3.05]$$

La figure (3.04) présente la projection des forces linéique dans une direction pour un segment de la ligne triple.

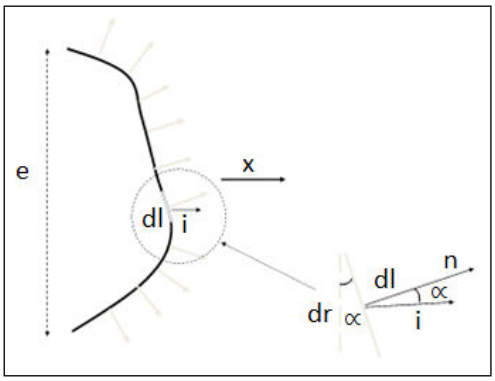


Figure 3.04 : Schéma des forces capillaires linéiques sur la ligne triple.

L'équation [3.05] se simplifie en considérant la projection de la normale locale sur la direction *x* :

$$\boxed{F_x = \int_{\Omega} \gamma \cos\theta \, \vec{n}.\vec{i} \; dl = \gamma \cos\theta \int_{\Omega} \vec{n}.\vec{i} \; dl = \gamma \cos\theta \int_{\Omega} \cos\alpha \; dl = \gamma \cos\theta \int_{0}^{e} dl'} \qquad [3.06]$$

Et on obtient le résultat suivant :

$$\boxed{F_x = e\,\gamma \cos\theta} \qquad [3.07]$$

Cette dernière équation montre que la résultante de la force sur une ligne triple dans une direction donnée ne dépend pas de la forme de la ligne triple, mais uniquement de la distance entre les deux extrémités de la ligne suivant la normale à la direction de projection [Berthier 2012].

b) Confinement par topologie

Considérons maintenant l'étalement d'une goutte sur une surface lisse et chimiquement homogène. A l'état d'équilibre, l'interface liquide, formée du contour et de la surface de la goutte, forme un cercle parfait sur la surface. Supposons maintenant la présence d'une discontinuité physique au sein de la surface. Cette discontinuité a pour effet de modifier localement la forme de la ligne triple, et par conséquence la forme de l'interface liquide. Le confinement par topologie est basé sur l'utilisation de cette déformation de la ligne triple pour localiser et maintenir spatialement la goutte à un endroit prédéfini.

Le confinement par topologie est basé sur le phénomène de canthotaxis [Ondarçuhu 1995]; [Langbein 2002]; [Berthier 2010], et les forces mises en jeu sont localisées au niveau de la ligne triple (figure 3.05). La rupture abrupte de la surface, liée à la présence d'une marche, engendre un changement de milieu. Lorsque la ligne triple arrive au niveau de la marche, elle passe d'un milieu solide (la surface) à un milieu gazeux (l'air).

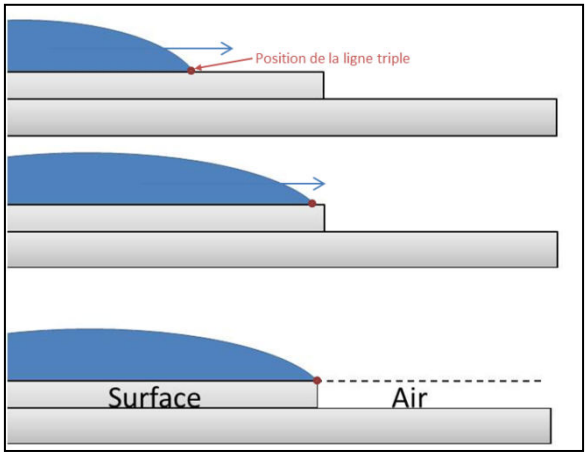


Figure 3.05 : Schéma illustrant la différence de milieu vue par la goutte en présence d'une discontinuité par topologie. Le point rouge note l'avancement de la ligne triple lors de l'étalement ou du déplacement de l'interface fluide.

Il est possible via la relation de Young [3.02] d'extraire une condition d'ancrage de la ligne triple sur la discontinuité. Lorsque l'on considère une interface fluide en déplacement qui s'appuie sur une ligne triple, l'angle de contact est défini par deux angles respectivement nommé angle d'avancée (θ_A)

et angle de retrait (θ_R), suivant que la ligne triple avance ou au contraire recule. Dans le cas de notre étude, seul les phénomènes d'étalement nous intéressent, la ligne triple ne peut pas reculer. Afin de simplifier—sans affecter le raisonnement—nous allons considérer que l'angle d'avancée (θ_A) est égal à un angle statique noté θ.

Quand la ligne triple atteint l'arête, elle s'immobilise temporairement ou définitivement, on parle alors d'ancrage de la ligne triple (figure 3.06).L'interface reste ancrée sur l'arête aussi longtemps que l'angle de contact ne dépasse pas la valeur $\alpha+\theta$, où α est l'angle des deux plans de part et d'autre de l'arête.

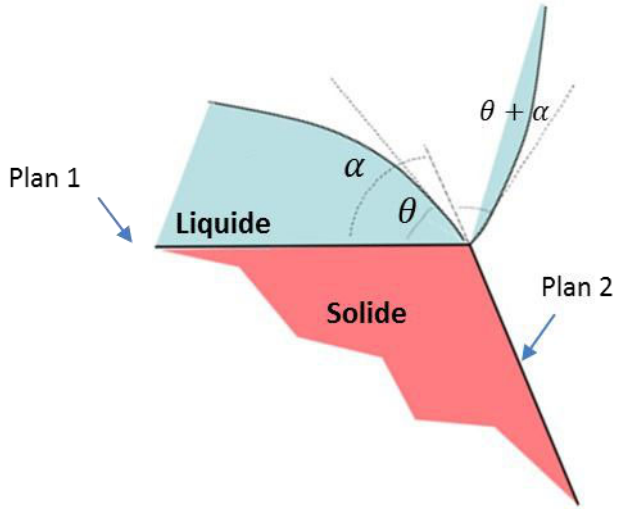


Figure 3.06 : Ancrage d'un liquide sur une discontinuité: l'interface reste ancrée tant que l'angle de contact ϕ est dans l'intervalle définie par l'angle de Young θ et la valeur $\theta+\alpha$. Au-delà de cette valeur, l'interface se déplace sur le solide au-delà de l'angle et le liquide continue sa progression.

La condition pour avoir ancrage est donc :

$$\boxed{\theta \leq \phi \leq \alpha + \theta} \qquad [3.08]$$

Où ϕ est l'angle entre l'interface et la surface plane. Si les deux plans de part et d'autre de l'arête, ont une chimie de surface différente, et si les angles de contact de Young sont notés θ_1 and θ_2, la condition d'ancrage devient :

$$\boxed{\theta_1 \leq \phi \leq \alpha + \theta_2} \qquad [3.09]$$

Les intervalles définis dans les inégalités [3.08] ou [3.09] réfèrent au phénomène de canthotaxis. Un raisonnement simple basé sur l'équation de Young permet d'expliquer le phénomène de canthotaxis.

Considérons l'interface présentant un angle ϕ. Si l'ancrage est rompu, l'interface se décale de l'arête (figure 3.07). La résultante des forces capillaires sur le plan où se situe la ligne triple est alors :

$$\boxed{F_x = \gamma_{SG} - \gamma_{SL} - \gamma_{LG} \cos\phi} \qquad [3.10]$$

En faisant appel à la loi d'Young, la résultante F_x est alors :

$$\boxed{F_x = \gamma_{LG} (\cos\theta - \cos\phi)} \qquad [3.11]$$

Quand $\phi > \theta$, la résultante F_x est dirigée vers l'arête, et la ligne triple rejoint l'arête. Inversement, quand $\phi < \theta$, la résultante F_x est dirigée dans la direction opposée à l'arête et l'ancrage est perdu : la ligne triple quitte le voisinage de l'arête.

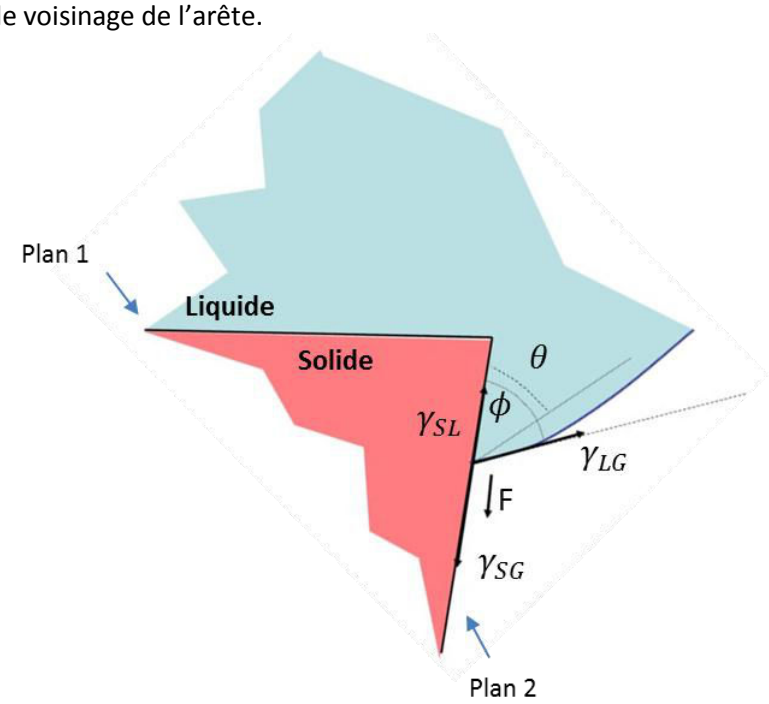


Figure 3.07 : Schéma des forces agissant sur l'interface quand celle-ci est légèrement décalée de l'arête. Pour $\phi > \theta$, la résultante Fx est dirigée dans la direction opposée à l'arête, et l'ancrage est perdu. Le fluide mouille au-delà de la discontinuité.

Conclusion:

- Il est donc possible d'extraire des conditions, [3.08] et [3.09], représentant le phénomène d'ancrage dû à la présence d'une topologie. L'objectif étant d'obtenir le confinement de la goutte, il apparait essentiel que l'angle entre la surface et le flanc de la marche *(α)* soit le plus grand possible. Une solution alternative consisterait à modifier localement l'angle de contact du flanc de la marche (θ_2) dans l'équation [3.09].

- Il est important de rappeler que ces conditions sont données pour l'ancrage d'une goutte seule non contrainte. Dans l'application que nous visons, l'interface libre devra supporter la présence et le poids de la puce supérieure, ce qui aura pour effet de déformer le ménisque de la goutte.

c) Confinement par contraste de mouillabilité

Regardons maintenant le phénomène de confinement obtenu en utilisant une surface présentant des zones hétérogènes en termes de chimie de surface (i.e. des zones hydrophiles juxtaposées avec des zones hydrophobes).

Une façon simple d'extraire une condition de confinement consiste à réutiliser la condition [3.09] obtenu dans la partie précédente et à considérer que l'angle α (angle entre les deux plans) est égal à 0 (figure 3.08). On obtient alors la condition suivante pour avoir un ancrage :

$$\boxed{\theta_1 \leq \phi \leq \theta_2} \qquad [3.12]$$

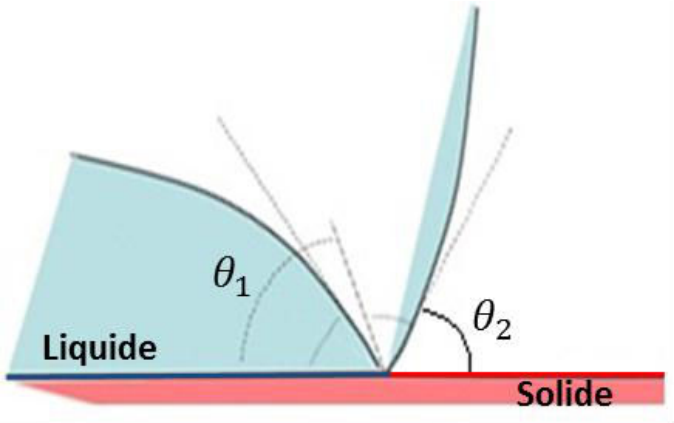


Figure 3.08: Ancrage d'un liquide sur une discontinuité chimique: la ligne triple reste ancrée tant que l'angle de contact est dans l'intervalle défini par l'angle de Young θ_1 et l'angle de Young θ_2. Au-delà de cette valeur, l'interface fluide se déplace sur le solide au-delà de la zone de contraste et le liquide continue sa progression. Il est évident que cette condition d'ancrage n'est vrai que si $\theta_1 < \theta_2$.

1-2-2 Les états de Cassie / Wenzel

Comme nous venons de le voir, les conditions d'ancrage sont fortement corrélées à la différence d'angle de contact entre les zones où l'on souhaite conserver la goutte et les zones où l'on souhaite « interdire » sa présence. Il est donc important de chercher à obtenir entre ces deux zones un contraste de mouillabilité avec l'eau le plus grand possible.

De nombreuses études ont été menées sur l'obtention de surfaces présentant des caractères super-hydrophobe ou super-hydrophile [Zhang 2012], [Kulkarni 2007]. La création de surfaces super-hydrophobes, s'appuie sur le phénomène de structuration de surface. L'angle de contact étant modifié par la rugosité de la surface, l'application d'une texture (contrôlée ou amorphe) tend généralement à rendre une surface intrinsèquement hydrophobe encore plus hydrophobe. Deux modèles rendent compte de cette augmentation de l'angle de contact : le modèle de Cassie et le modèle de Wenzel.

a) Le modèle de Wenzel

Dans le modèle de Wenzel [Wenzel 1936], on suppose que la goutte va épouser la rugosité de la surface (figure 3.09). Or lorsque l'on génère de la rugosité, on augmente par ce biais l'aire de contact liquide-solide de la surface. On distingue alors la surface apparente du solide de la surface réelle, et on nomme « R » le rapport entre ces deux surfaces [3.13].

$$\boxed{R = \frac{S_{\text{Réelle}}}{S_{\text{Apparente}}} > 1} \qquad [3.13]$$

Du point de vue des énergies de surface, cela revient à considérer que les énergies des interfaces solide-vapeur et solide-liquide sont $R\gamma_{SG}$ et $R\gamma_{SL}$ et non plus γ_{SG} et γ_{SL} comme c'est le cas pour la surface intrinsèque. En s'appuyant sur ce raisonnement, nous pouvons dire :

$$\boxed{\cos\theta^* = R\cos\theta} \qquad [3.14]$$

Avec θ*, l'angle de contact apparent, θ l'angle de contact réel et R le rapport entre la surface réelle et la surface apparente.

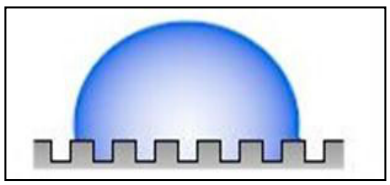


Figure 3.09 : Illustration de l'état de Wenzel- L'interface liquide-solide de la goutte suit la rugosité de surface.

Bien que ce modèle rend bien compte de l'augmentation de l'angle de contact (θ*> θ) pour θ>90°, son application demeure problématique dans certains cas. Suivant le type de surface mise en jeu, dans le cas d'une surface présentant une très forte rugosité par exemple, ce modèle prévoit la possibilité d'induire des transitions vers des états super hydrophobes, voir des phénomènes de démouillage complet de la surface (θ*>180°).

b) Le modèle de Cassie

Un deuxième modèle a été établit en 1944 par Cassie [Cassie 1944]. Ce modèle suppose que le fluide n'épouse pas totalement la rugosité de la surface, mais qu'il repose sur le sommet des aspérités de surface (figure 3.10). On peut alors calculer la fraction de la surface en contact avec le fluide, notée ϕ_S. On suppose que le reste de la surface du fluide est en contact avec l'air (θ_{air} = 180°). En pondérant chaque fraction de la surface avec l'angle de contact qui lui correspond, on obtient la relation suivante :

$$\boxed{\theta^* = \phi_S \cos\theta - (1-\phi_S)} \qquad [3.15]$$

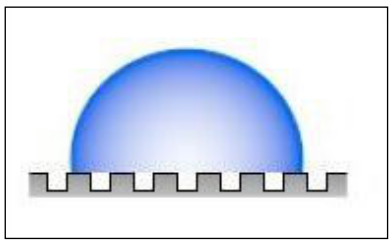


Figure 3.10 : Illustration de l'état de Cassie- L'interface liquide-solide de la goutte ne suit pas la rugosité de surface.

Cette relation est différente de celle de Wenzel car si l'augmentation de l'angle de contact apparent est bien observé (θ* > θ), on voit que la valeur ultime θ* = 180° ne peut être atteinte, à cause de la fraction solide supportant la goutte.

c) Bilan

Ces deux modèles correspondent à deux états différents que l'on image nettement lorsque l'on trace la correspondance entre la valeur de l'ange apparent en fonction de l'angle réel pour les deux modèles (figure 3.11). Il existe une zone dans laquelle l'état de Cassie est métastable (trait en pointillé) [Quéré 2005].

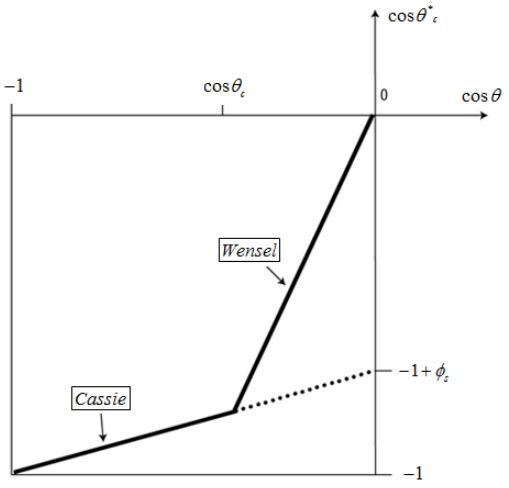


Figure 3.11 : Somme des états super-hydrophobes suivant le modèle de Cassie et le modèle de Wenzel [Quéré2005].

Comme nous allons le voir dans le chapitre IV, les surfaces que nous allons utiliser dans les expérimentations présentent un angle de contact très faibles (<5°) et une surface la plus lisse possible (rugosité RMS < 0.5 nm). Nous avons donc un rapport entre la surface réelle et la surface apparente (R) très proche de 1, ce qui induit de se placer dans un état de Wenzel.

Il n'est pas nécessaire d'aller plus loin dans les développements théoriques car notre objectif ici était de comprendre sur quels mécanismes repose l'effet d'auto-alignement (mécanismes d'accroche). Les études sur le comportement micro-fluide couvrant un large spectre de phénomènes présent à des échelles multiples (allant du nanomètre à l'échelle macroscopique), il est difficile d'être exhaustif.

Il serait intéressant de pousser l'étude à la compréhension et à la prise en compte des phénomènes spécifiquement liés au déplacement de la ligne triple à l'échelle atomique, comme par exemple les effets de films précurseurs [Snoeijer 2008], [De Gennes 1985], [Deegan 1997], [Snoeijer & Eggers 2010]. L'angle de contact macroscopique est en effet déterminé par des mécanismes présents à l'échelle atomique (figure 3.12).

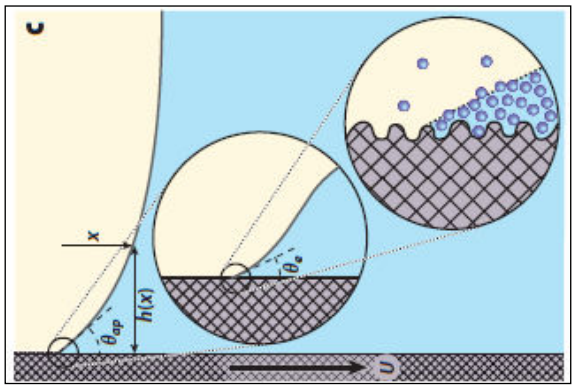


Figure 3.12 : Profile de l'interface fluide h(x) lors du déplacement de la ligne triple sur un substrat plan. L'interface à proximité de la ligne de contact étant incurvée, l'angle de contact apparent à l'échelle macroscopique ϑ_{ap} est beaucoup plus élevé que l'angle de contact réel ϑ_e propre à l'échelle nanométrique. Entre ces deux échelles, le comportement du fluide est régi par les effets de viscosité et de tension de surface. [Bonn 2009]

Une autre approche permettant la compréhension des phénomènes à l'échelle atomique est la théorie cinétique moléculaire (MKT en anglais pour « Molecular Kinetics Theory »). Ce domaine de recherche cible la modélisation du comportement fluidique à partir des molécules constituant le dit fluide. Le déplacement de la ligne triple est alors considéré comme un processus activé thermiquement (par les fluctuations thermiques).On peut notamment citer les travaux de Black sur ce sujet [Blake 2006], [Blake & De Coninck 2011].

2) Mise en place des simulations

Dans cette partie nous allons aborder la mise en place des simulations de l'auto-assemblage. L'outil permettant la réalisation de ces simulations étant déjà identifié dans le cadre de travaux précédents (Thèse F. Grossi), nous allons voir comment il est possible de compléter les études menées au préalable et dans quelle mesure il est possible d'implémenter de nouveaux phénomènes afin de se rapprocher encore d'avantage de la réalité.

2-1 Surface Evolver

Le logiciel utilisé pour réaliser ces simulations est Surface Evolver [Brakke 1992]. Ce logiciel a été conçu et développé par Kenneth Brakke au département de Mathématiques de l'Université de Susquehana en Pennsylvanie, aux Etats-Unis. Il est disponible en « freeware » sur Internet. Initialement, Ken Brakke a développé ce logiciel à des fins mathématiques pour appuyer la théorie des surfaces minimales. Dans les problèmes de capillarité, au sens ou Gibbs l'entend, nous sommes dans cette configuration de surface minimale au sens large. Mais son intérêt est plus large que ce cadre initial, en effet la théorie des surface minimales s'applique aussi dans le domaine de la microfluidique.

Ces dernières années, de nombreuses utilisations de ce logiciel dans le domaine de la microfluidique ont été publiées. Actuellement Surface Evolver est même utilisé pour prédire les écoulements spontanés [Berthier 2013]. Une problématique de ce logiciel est qu'il n'est pas « commercialisé » et, même s'il existe un manuel en ligne, les méthodes utilisées par ce code ne sont pas totalement dévoilées. Son utilisation est donc complexe et nécessite une approche par essais et erreurs. La majeure partie des modélisations et simulations présentent dans ce chapitre ont été réalisées grâce à la contribution de Jean Berthier et du développeur de Surface Evolver, Ken Brakke.

D'une manière générale, le programme numérique Surface Evolver calcule l'état d'équilibre d'une surface, en prenant en compte la minimisation de l'énergie tout en respectant un certain nombre de contraintes géométriques (figure 3.13). Pour qu'une force puisse être prise en compte il faut qu'elle soit le gradient d'une énergie : les forces gravitationnelles qui peuvent s'exprimer par le gradient de l'énergie potentielle, peuvent être prises en compte, mais pas les phénomènes dynamiques pour lesquels les forces sont visqueuses et inertielles.

Dans la partie suivante, nous donnons un résumé de l'approche relative à l'utilisation d'Evolver pour minimiser l'énergie des interfaces.

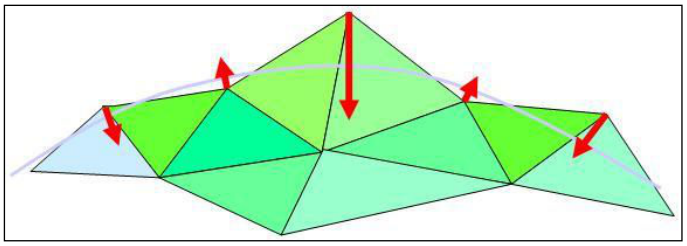


Figure 3.13 : Illustration du principe de fonctionnement de Surface Evolver. L'objectif est de minimiser la surface de l'interface sous l'influence des contraintes extérieures. Les différents triangles correspondent au maillage de l'interface liquide-gaz réalisée par le logiciel. Chaque maille est successivement modifiée (flèches rouges) afin que l'interface soit dans une position énergétiquement favorable (i.e. que la surface soit minimale).

2-1-1 Principe de minimisation de l'énergie des interfaces

Nous avons vu dans *1-1* qu'une goutte de liquide ou une interface liquide adopte la forme qui minimise son énergie interfaciale. D'un point de vue plus formel, soit $E_{SG,0}$ l'énergie de surface d'une paroi solide en contact avec de l'air :

$$\boxed{E_{SG,0} = \gamma_{SG} \; A_{SG,0}} \qquad [3.16]$$

Où *A* désigne l'aire interfaciale. Supposons maintenant qu'une goutte de liquide soit déposée sur la surface solide. L'énergie libre est alors :

$$\boxed{E = E_{LG} + E_{SG} + E_{SL}} \qquad [3.17]$$

Ou encore

$$\boxed{E = \gamma_{LG} A_{LG} + \gamma_{SG} A_{SG} + \gamma_{SL} A_{SL}} \qquad [3.18]$$

Comme tout changement de l'aire A_{SL} se fait au dépend de l'aire A_{SG} :

$$\boxed{E = \gamma_{LG} A_{LG} + \iint_{A_{SL}} (\gamma_{SL} - \gamma_{SG}) dA + \gamma_{SG} \; A_{SG,0}} \qquad [3.19]$$

Le dernier terme de [3.19] étant constant, minimiser l'énergie de surface revient à minimiser :

$$\boxed{E = \gamma_{LG} A_{LG} + \iint_{A_{SL}} (\gamma_{SL} - \gamma_{SG}) dA} \qquad [3.20]$$

En introduisant la loi d'Young, le problème est donc de minimiser:

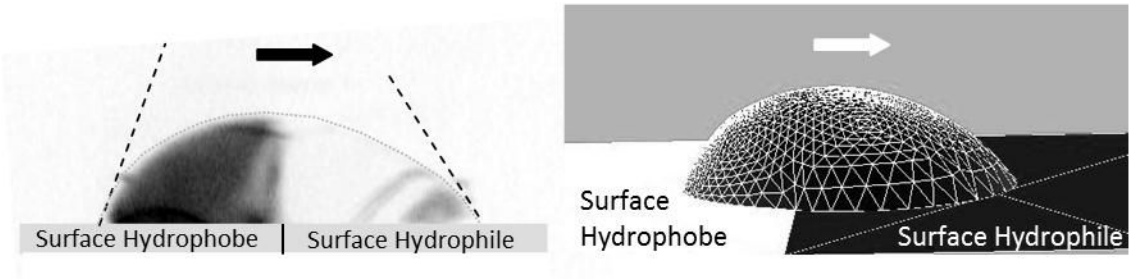
$$\boxed{E = \gamma_{LG} A_{LG} - \gamma_{LG} \iint_{A_{SL}} \cos\theta \, dA} \qquad [3.21]$$

Le membre de droite de [3.21] contient deux termes : le premier est l'énergie de l'aire interfaciale liquide-gaz, le second est un terme qui n'apparaît que le long de la ligne triple (il ne varie pas à l'intérieur de A_{SL}), et que l'on peut donc qualifier de contrainte [Treise 2005].

2-1-2 Extension aux problèmes de capillarité

En toute rigueur, le logiciel Evolver cherche l'état d'équilibre d'une surface, moyennant un certain nombre de contraintes. Cependant, en utilisant le logiciel Surface Evolver pour décrire le comportement de fluides immiscibles dans les microsystèmes, dans certaines conditions, une similitude apparaît avec l'écoulement réel. Il est clair qu'une simulation ne se basant que sur des intégrales de frontières ne peut prendre en compte les forces visqueuses et inertielles. La similitude observée n'est donc pas rigoureuse (puisqu'il s'agit d'une suite d'états quasi-statiques), mais, employé à bon escient, le parallèle peut se révéler instructif.

A titre d'exemple la figure (3.14) montre le mouvement d'une goutte par électro-mouillage observé expérimentalement et « simulée » avec Surface Evolver. Une des raisons de cette similitude—non rigoureuse—est la prépondérance des forces capillaires sur les forces visqueuses et inertielles.



(a) *(b)*

Figure 3.14 : (a) Gouttelette se déplaçant vers la droite par effet d'électro-mouillage (b) Simulation numérique avec Surface Evolver.[Berthier 2007]

Une interface libre prend une forme qui minimise sa surface libre. La courbure de l'interface est donc la plus petite possible (le rayon de courbure est le plus grand possible). Cet effet est lié à la loi de Laplace qui traduit ce minimum d'énergie en termes de pression. Au contact avec un autre milieu, la loi d'Young (ou la relation de Neumann) impose une contrainte locale. La forme et la position d'une interface sont donc la résultante d'une condition de minimum d'énergie qui respecte les contraintes d'Young le long de la ligne triple.

2-2 Hypothèses de simulation

Le système que nous souhaitons modélise est composé d'une puce servant de support de référence (qui peut également être assimilé à un substrat le cas échant), d'un film de liquide (également nommé interface fluide), typiquement de l'eau, et d'une puce supérieure (figure 3.15).

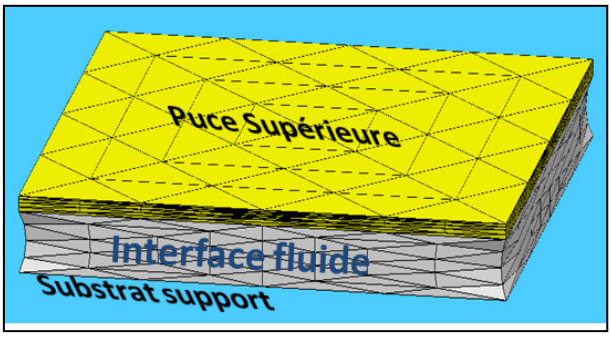


Figure 3.15 : Schéma du système simulé grâce à Surface Evolver. (Le dessin n'est pas à l'échelle)

Afin de réaliser les simulations, plusieurs hypothèses simplificatrices ont été faites.

- Suppression des effets dynamiques :

Comme nous venons de le voir, Surface Evolver ne rend pas compte des effets dynamiques (ces effets sont basés sur des forces de type visqueuses ou inertielles). Cette première simplification peut sembler inopportune mais il a été montré dans les travaux précédents [Grossi 2010], que le temps caractéristique lié aux phénomènes capillaires, était bien inférieur à celui des phénomènes inertiels (visqueux ou capillaire) et des phénomènes d'évaporation.

$$\tau_{\text{capillaire}} << \tau_{\text{inertiel,capillaire}} << \tau_{\text{inertiel,visqueux}} << \tau_{\text{evap}} \qquad [3.22]$$

Le temps de Tomotika—encore appelé temps capillaire—est par définition le temps nécessaire à une interface liquide pour retrouver son état d'équilibre après une déformation en agissant contre les forces de viscosité. Ce temps caractéristique est donné par le rapport :

$$\tau_{\text{capillaire}} = \frac{\eta \mathrm{R}}{\gamma} \qquad [3.23]$$

Où η désigne la viscosité du fluide, R est une dimension caractéristique de l'interface (dans notre cas la distance verticale h entre les plaques), et γ la tension de surface.

En prenant en considération la viscosité de l'eau η =10^{-3} Pa.s, un espacement vertical h =20 µm et une tension de surface eau-air de γ=72.10-3 N/m, nous obtenons $\tau_{\text{capillaire}} < 10^{-6}$ secondes. A cette échelle de temps, une interface déformée retrouve sa position d'équilibre instantanément.

Un temps inertiel peut être défini, soit en le basant sur le rapport entre l'inertie et la viscosité, soit sur le rapport entre l'inertie et la capillarité. Dans le premier cas, nous obtenons :

$$\tau_{\text{inertiel,visqueux}} = \sqrt{\rho \mathrm{L}^2 \mathrm{h} / \eta \mathrm{U}} \qquad [3.24]$$

où h est l'épaisseur de liquide, L la dimension de la puce, ρ la masse volumique de la puce et U la vitesse approximative de la puce pendant son mouvement. U est obtenu expérimentalement, sa valeur est de l'ordre de U ~0.1 mm/s, et nous avons les valeurs suivantes pour h et L : h=20 µm, L=5 mm. Dans le second cas :

$$\tau_{\text{inertiel,capilaire}} = \sqrt{\rho \mathrm{L}^2 \mathrm{h} / \gamma} \qquad [3.25]$$

Ces deux temps inertiels donnés par [3.24] et [3.25] sont de l'ordre de 7 et 0.01 secondes.

Finalement, un temps d'évaporation est défini en considérant la diffusion de la vapeur. L'équation de transfert de masse est la suivante :

$$\frac{\mathrm{d\,m}}{\mathrm{d\,t}} = \mathrm{D} \frac{\partial \mathrm{c}}{\partial \mathrm{n}} 4 \mathrm{h L}$$

[3.26]

où D est le coefficient de diffusion, c la concentration en vapeur, n le vecteur unitaire normal et m la masse de liquide: $m = \rho_w h L^2$, où ρ_w est la densité du liquide. Une approximation du gradient de concentration de la vapeur est $\frac{\partial c}{\partial n} \approx \frac{c_{sat}}{L}$, où **C**sat est la concentration à saturation (concentration à l'interface). On peut montrer que :

$$\boxed{\tau_{evap} \approx \frac{L^2}{4D} \frac{\rho_w}{c_{sat}}} \qquad [3.27]$$

Les tables pour la vapeur d'eau indiquent les valeurs approchées: D = 21.10-6 m/s² et Csat = 1.2 kg/m³. Le temps d'évaporation est alors $\tau_{evap} \approx 250$ secondes. Cette valeur est en accord avec les expériences qui montrent une évaporation complète en 4 à 5 minutes. Par conséquence, nous retrouvons l'inégalité [3.28]:

$$\boxed{\tau_{capillaire} << \tau_{inertiel,capillaire} << \tau_{inertiel,visqueux} << \tau_{evap}} \qquad [3.28]$$

Bien que lors des simulations, le réalignement entre les puces s'effectue de manière dynamique d'un point de vue visuel, il ne s'agit là que d'un comportement quasi-statique. L'impression d'évolution au cours du temps est fournie par les itérations successives du logiciel.

- Hypothèse d'ancrage parfait :

Nous avons vu dans les parties *1-2-1*b et *1-2-1*c que les phénomènes d'ancrage (sur une topologie ou à l'interface d'une zone de contraste) sont régis par des conditions sur l'angle de la goutte. Dans Evolver, le positionnement du fluide est défini par des contraintes imposées, et n'autorise pas la mise en place de conditions de débordement. L'ancrage du fluide sur ces zones est donc considéré comme parfait. Dans ce cas, l'angle de contact n'intervient plus, et l'énergie de surface solide-liquide est constante. Dans la configuration que nous allons simuler, c'est-à-dire un film d'eau confiné entre deux plans horizontaux solides et finis (la puce supérieure et le substrat support), les énergies à minimiser sont alors l'énergie potentielle de la puce E_P, et l'énergie d'interface entre l'eau et l'air E_S. Les paramètres du problème sont donc les coordonnées du centre de gravité de la puce, les angles de la puce, le poids de la puce et la tension de surface eau-air. Nous utilisons Evolver pour trouver les positions d'équilibre qui minimisent l'énergie *E* qui est la somme des énergies potentielle et de surface $E = E_P + E_S$.

2-3 Les modes de déplacements

Quatre modes de déplacement peuvent être identifiés et simulés (figure 3.16). La translation verticale de la puce, est nommée « lift », le « twist » correspondant à une rotation de la puce dans le plan horizontal, le "shift" qui est une translation horizontale de la puce, et le "tilt" ou "roll" qui sont respectivement une rotation d'axe horizontal x ou y.

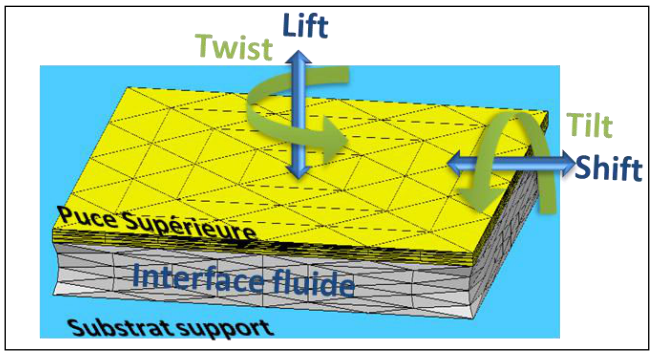


Figure 3.16 : Schéma représentant et nommant les différents types de déplacement possibles de la puce supérieure.

Dans la suite des simulations, les simulations des forces de rappel sont présentées en valeurs absolues. La figure (3.17) montre une représentation complète, avec la prise en compte de la translation dans les deux sens (positif et négatif) de l'axe x. Cette simulation a été réalisée avec des puces de 1 cm², pour un désalignement initial de 2 mm suivant l'axe des x.

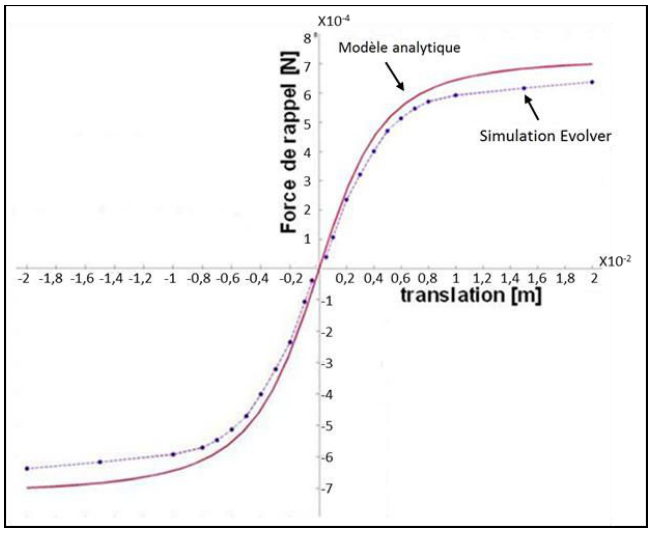
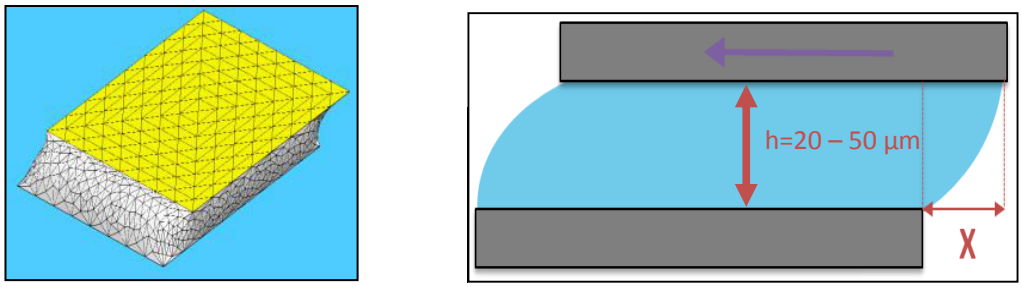


Figure 3.17 : Représentation totale de la courbe forces de rappel –translation donnée a titre d'exemple. On distingue deux courbes : la simulation obtenue grâce à Surface Evolver (point reliés par une ligne) et le modèle analytique (ligne continue). De manière usuelle, et afin d'alléger les représentations, seule la partie positive (valeur absolue) sera représentée dans la suite de cette étude.

Les études préalablement menées par Jean Berthier [Berthier 2010b] sur les quatre modes de déplacements fondamentaux sont présentés de manière synthétique comme une base de travail sur laquelle s'appuie la suite de cette étude.

2-3-1 Translation horizontale (Shift):

Le premier mode de déplacement étudié est la translation horizontale de la puce supérieure (figure 3.18 (b)). L'aire interfaciale de la goutte est d'autant plus grande que la puce est décalée de sa position d'équilibre (position alignée). Les forces de rappel auront tendance à ramener la puce dans cette position afin de minimiser l'énergie de l'interface liquide-gaz.



(a) (b)

Figure. 3.18 : (a) Représentation du système puce + goutte lors de la simulation du réalignement (b) Schéma du mode simulé (échelle non respectée).

Un modèle analytique (figure 3.19) a été mis en place pour modéliser ce type de déplacement. Ce modèle est basé sur l'hypothèse que les interfaces fluides sont supposées planes. En notant, h comme la hauteur du film d'eau (avec γ la tension de surface), L la longueur du côté de la puce, et x le déplacement de la puce supérieure.

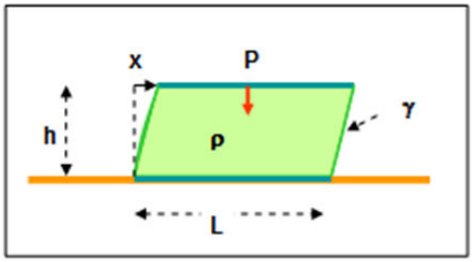


Figure. 3.19 : Représentation des notations prises pour la mise en place du modèle analytique.

L'énergie de l'interface liquide-gaz est alors fournis par :

$$E \approx 2\gamma h L\left(1+\sqrt{1+\left(\frac{x}{h}\right)^2}\right) \qquad [3.29]$$

La force de rappel est obtenu en dérivant l'énergie [3.29] par rapport à x. On obtient ainsi :

$$F_x \approx -2\gamma L\frac{1}{\sqrt{1+\left(\frac{h}{x}\right)^2}} \qquad [3.30]$$

La figure (3.20) présente la comparaison entre les simulations réalisées sous Evolver et les résultats fournis par le modèle analytique. Pour des translations très petites, c'est-à-dire (x/h << 1), nous avons : $F_x \approx -2\gamma L x/h$. La force de rappel est linéaire en fonction de la translation. Pour de grandes translations, c'est-à-dire (x/h>>1), nous obtenons $F_x \approx -2\gamma L$. La force de rappel est constante.

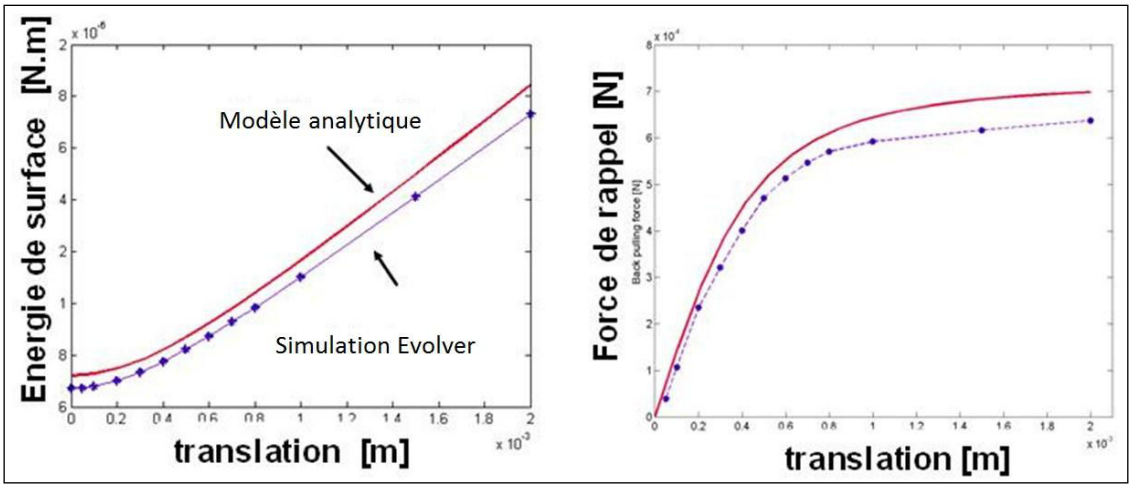
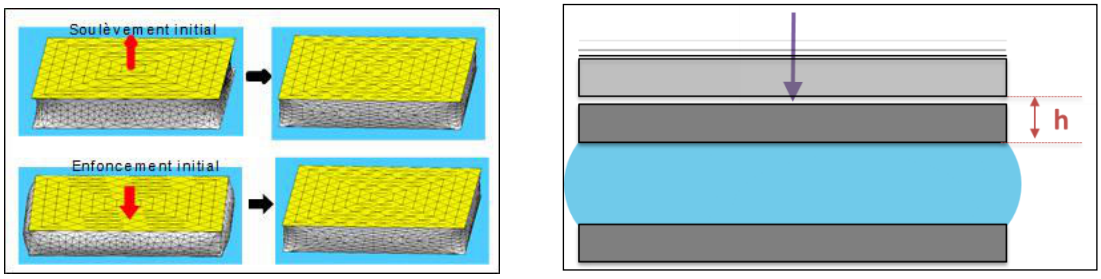


Figure. 3.20 : Simulations de l'énergie de surface et de la force de rappel en fonction de la translation horizontale appliquée à la puce. Comparaison entre le modèle analytique et la simulation (Surface Evolver).

Une remarque importante est que la force de rappel est plus grande lorsque l'espacement vertical *h* est faible, comme le montre l'expression [3.30].

2-3-2 Translation verticale (Lift):

Le deuxième mode étudié est la translation verticale (figure 3.21), phénomène critique pour notre étude comme nous le verrons dans le chapitre IV (section *1-6-1*) avec l'impact du lâché de la puce supérieure.



(a) (b)

Figure. 3.21 : (a) Représentation du système puce + goutte lors de la simulation du réalignement. La puce retrouve sa position d'équilibre après un déplacement vertical. En haut: après un déplacement initial vers le haut; en bas : après un déplacement initial vers la bas (b) Schéma du mode simulé (échelle non respectée).

Le modèle analytique ne sera pas développé ici, mais peut être retrouvé dans la thèse de jean Berthier [Berthier 2012]. La figure (3.22) ci-après présente les résultats obtenus grâce aux simulations et au modèle analytique établi.

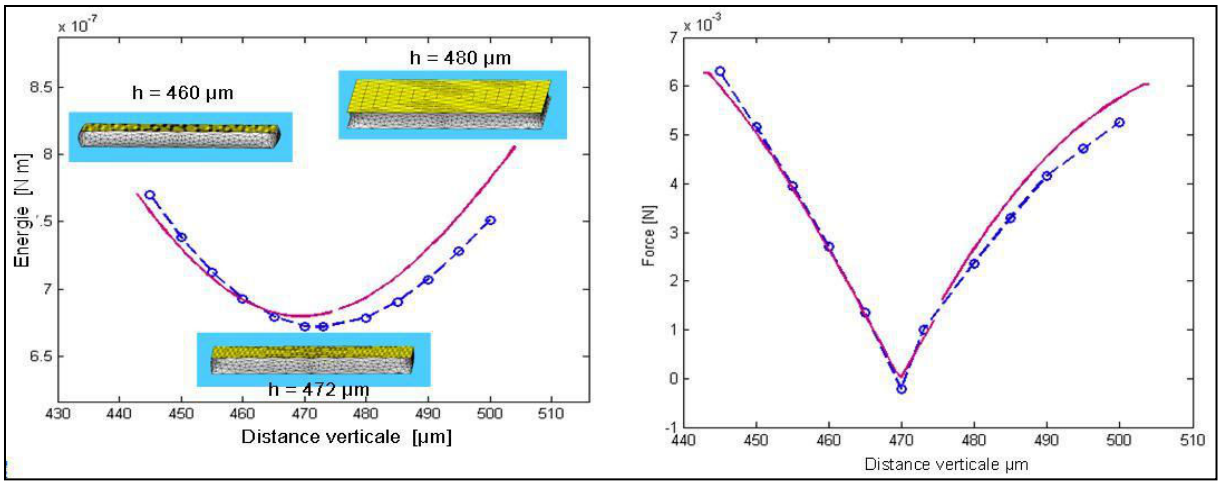


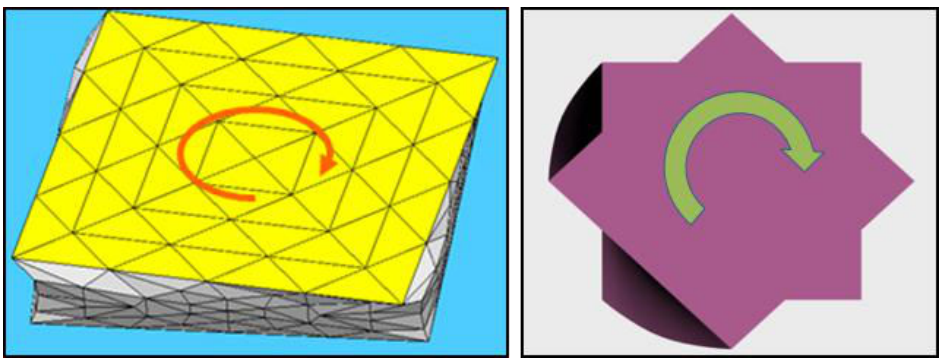
Figure 3.22 : Simulations de l'énergie de surface et de la force de rappel en fonction de la translation verticale appliquée à la puce. Comparaison entre le modèle analytique et la simulation (Surface Evolver).

La position verticale de la puce est déterminée par l'équilibre entre le poids de celle-ci et les forces d'énergie de surface. Il n'y a donc qu'une seule position stable. L'espacement d'équilibre dépend du volume de liquide et du poids de la puce.

L'échelle des simulations n'est pas directement transposable à la réalité, puisque comme nous le verrons dans le chapitre IV (section *1-4-1*) que le film d'eau que nous utilisons pour l'auto-assemblage est d'une épaisseur comprise entre 5 et 35 µm (en fonction du volume de la goutte et de la surface du plot). Une hauteur de film d'eau plus grande permet cependant de mieux rendre compte de l'effet de position d'équilibre dans le cadre des simulations.

2-3-3 Rotation d'axe vertical (Twist):

Le troisième mode étudié est la rotation d'axe verticale d'axe z. On constate qu'une telle rotation augmente l'énergie interfaciale du liquide (figure 3.23). Un modèle analytique valable pour de petits twists a également été développé grâce à la collaboration de Jean Berthier et peut être trouvé en annexe I.



(a) (b)

Figure. 3.23 : (a) Représentation du système puce + goutte lors de la simulation du réalignement. (b) Schéma du mode simulé (échelle non respectée).

Il est important de noter que la hauteur h du film d'eau impacte de manière significative la forme de l'interface liquide. Par conséquence, les simulations ont été réalisées avec des hauteurs

différentes de film d'eau (h = 100, 200 et 500 µm). Le couple lors du réalignement peut être défini de la manière suivante :

$$T = -\frac{\partial(\gamma S)}{\partial \theta} \qquad [3.31]$$

Avec S la surface de l'interface liquide-solide, γ la tension de surface du fluide et θ l'angle de rotation. Comme le montre la figure (3.24), l'énergie de surface est plus grande pour des grandes valeurs de h, mais sa dérivée en fonction de l'angle de rotation (le couple) est plus grande pour des valeurs de h faibles, c'est-à-dire que la variation de l'aire interfaciale est plus grande pour des petits espacements verticaux. Par conséquent le couple de rappel est plus grand pour de petits volumes de liquide.

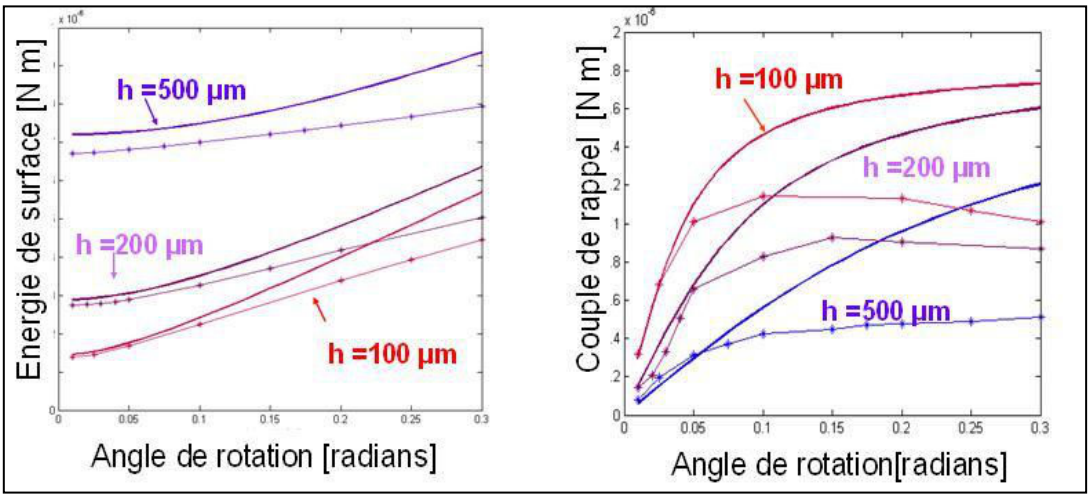
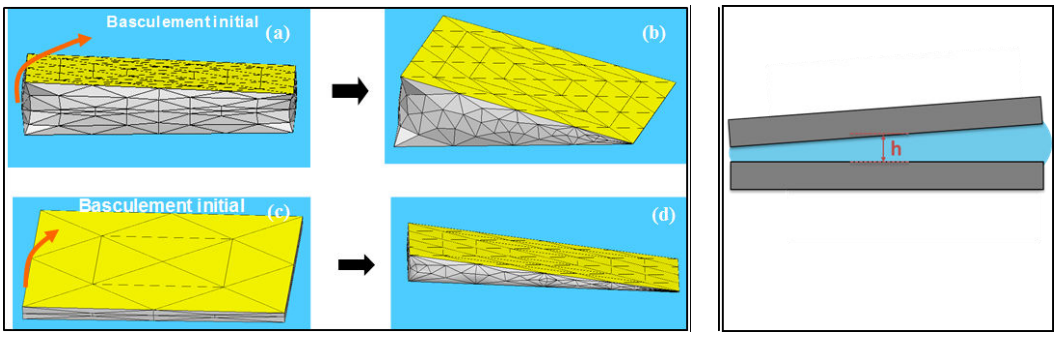


Figure.3.24 : Simulations de l'énergie de surface et du couple de rappel en fonction de la rotation d'axe verticale appliquée à la puce et de la hauteur du film d'eau (h). Comparaison entre le modèle analytique (lignes continues) et la simulation (points reliés par des lignes).

2-3-4 Rotation d'axe horizontal (Tilt/Roll):

Le dernier mode étudié correspond à la rotation d'axe X ou Y, respectivement nommé « Tilt » et « Roll ». La puce étant carrée, le tilt et le roll joue exactement le même rôle. Ce mode est le plus complexe, car le changement de l'aire interfaciale est difficile à prédire (figure 3.25). Là encore un modèle analytique a pu être mis en place dans le cadre des travaux de Jean Berthier [Berthier 2012] mais ne sera pas détaillé ici.



(a) (b)

Figure. 3.25: (a) Représentation du système puce + goutte lors de la simulation du réalignement. (b) Schéma du mode simulé (échelle non respectée).

Ce mode présente la particularité d'être instable, comme le montre la figure (3.26) ci-dessous, l'énergie interfaciale varie lentement et montre un comportement instable (pas de position d'équilibre).

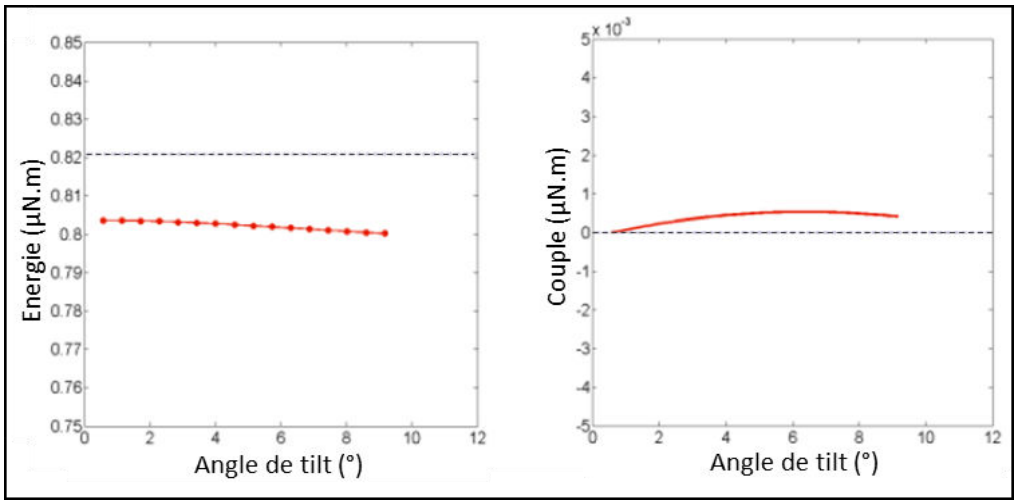


Figure.3.26 : Simulations de l'énergie de surface et le couple de rappel en fonction de la rotation d'axe horizontale appliquée à la puce. Comparaison entre le modèle analytique (en pointillé noir) et la simulation(en rouge).

Au premier ordre l'effet de tilt est stable car le couple de rappel est très proche de 0. Mais suivant certains paramètres (volume de la goutte particulièrement) alors on a : $\frac{dE}{d\alpha} \leq 0$

On obtient alors un basculement de la puce avec un couple faible mais non négligeable. Cet effet d'instabilité est particulièrement observable lors des essais expérimentaux présentés dans le chapitre IV. Lors du lâché, la puce « s'appuie » sur la goutte et se désaxe complétement par rapport au site de la zone de confinement présent sur le substrat support (figure 3.27).

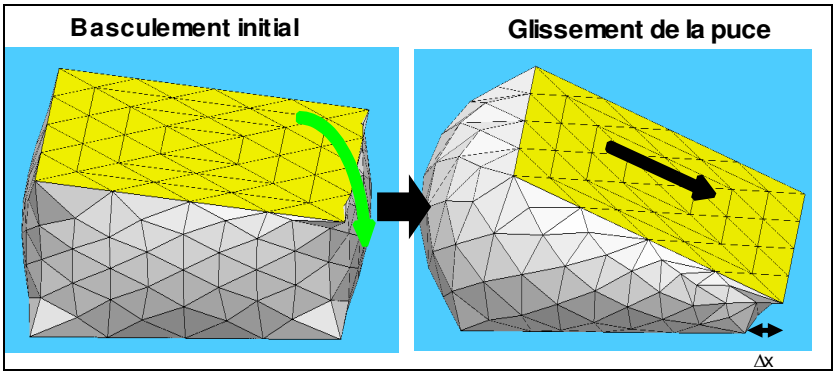


Figure 3.27 : La puce glisse après un tilt dans le cas d'un grand volume de liquide (et un poids suffisant de la puce).

2-3-5 Les modes couplés

Le comportement en réponse à un mode de désalignement mixte a également été simulé. En couplant un désalignement en translation à un désalignement en rotation, ou deux désalignements en rotation entre eux, il est possible d'observer de nouveaux comportements durant la phase de réalignement (figure 3.28). Il est cependant impossible d'extraire la force et/ou le couple exercés sur la puce lors de ce type de réalignements. Il est en effet impossible de dissocier la variation d'énergie due au mouvement de translation de celui de l'énergie liée au mouvement de rotation de la puce.

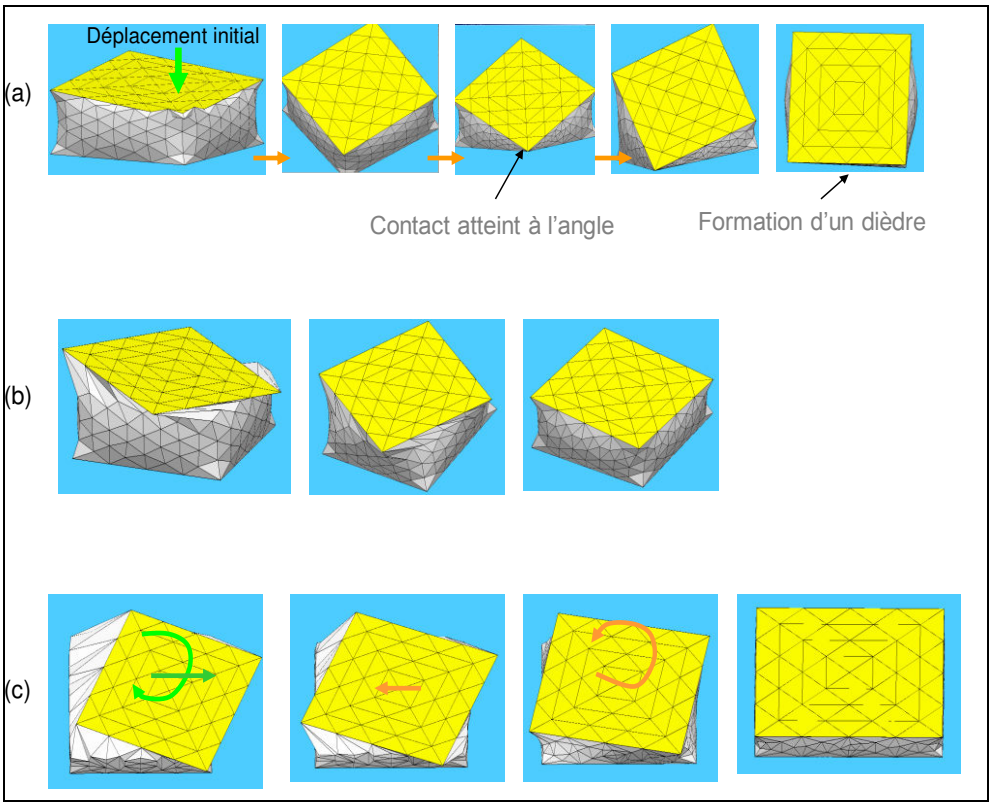


Figure 3.28 : Modélisation des modes couplés: (a):couplage entre tilts (suivant x et y); (b) couplage entre tilt et rotation; (c)couplage entre translation et rotation. Le couplage avec un tilt induit nécessairement un mode instable ; les autres modes sont automatiquement corrigés par les forces capillaires.

On note que le couplage entre deux modes tilts (suivant x et y) peut mener à la formation d'un contact « solide » entre la puce et le substrat support. Lors de ce contact, les forces de friction entre les deux solides prennent le pas sur les forces capillaires, ce qui aboutit à empêcher la poursuite de l'alignement. Comme nous le verrons dans le chapitre IV, ce phénomène, ainsi que les conséquences qu'il engendre ont été observés expérimentalement.

Ce que l'on remarque dans un deuxième temps grâce à la simulation de mode couplés, c'est l'aspect séquentiel de l'alignement. Lorsque le désalignement initial est basé sur une rotation couplée à une translation, le réalignement de la puce s'effectue en deux phases distinctes. Le désalignement en translation est corrigé dans un premier temps puis c'est ensuite le tour du désalignement en rotation d'être corrigé. Ce point sera développé dans la section 2-5-3.

2-4 Simulation du débordement

Comme il a été mentionné dans la partie 2-2, il est impossible d'implémenter les conditions réelles de débordement (i.e. décrochement du point d'ancrage) de par la nature même du logiciel utilisé. Il est cependant possible d'illustrer ce type de phénomène [Berthier 2013]. En utilisant une puce supérieure d'un poids très élevé (facteur 20 par rapport au poids standard), il est possible d'observer un « gonflement » de l'interface fluide à l'endroit où il y a le plus d'effort exercé sur les zones assurant le confinement. L'angle de contact en bord de zone de confinement augment jusqu'à dépasser la valeur critique théorique d'ancrage. La figure (3.29) montre un exemple de débordement observé expérimentalement (observation infrarouge) et les observations résultantes des simulations.

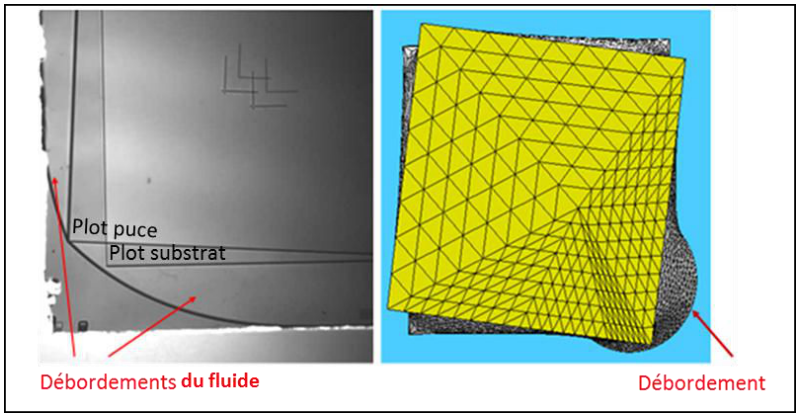


Figure 3.29 : Comparaison entre les observations expérimentales (Image infrarouge), à gauche, et les simulations, à droite, lors d'un débordement du fluide. On remarque dans les deux cas qu'un débordement du fluide induit l'arrêt de l'alignement

En quantifiant la valeur de l'angle de l'interface fluide en bord de plot, c'est-à-dire là où les conditions de débordement s'appliquent, il serait possible d'évaluer quand le débordement à lieu. Le gonflement de l'interface devenant supérieur à l'angle critique, il induirait alors le débordement. La figure (3.30) illustre le phénomène de gonflement de l'interface fluide le long des zones de confinement dans le cas d'un confinement par contraste de mouillabilité (à gauche) et d'un contraste par topologie (à droite).

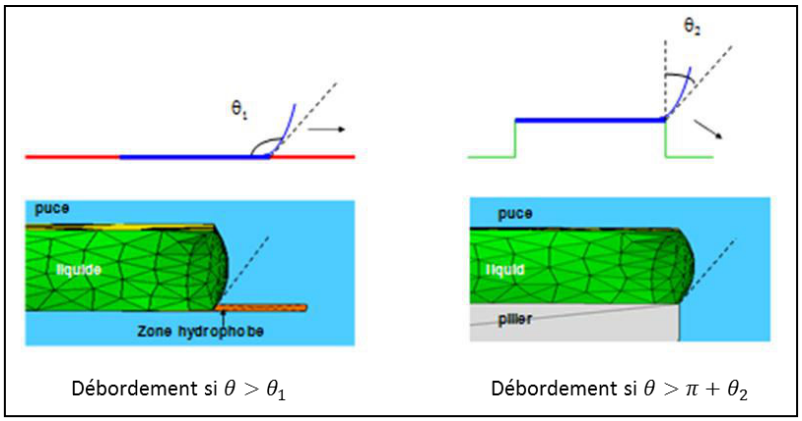


Figure 3.30 : Phénomène de gonflement de l'interface le long des zones de confinement pour les deux types de confinement simulés (à gauche par contraste de mouillabilité et à droite par confinement par topologie.

L'angle de gonflement maximum que fait l'interface liquide le long de ces zones est difficile à déterminer à partir des simulations car ce que nous observons correspond à des itérations successives et non à une évolution temporelle. On remarque cependant qu'à l'ordre un, le paramètre

ayant le plus d'influence sur ce phénomène de gonflement est le poids de la puce supérieure. Si l'on augmente le poids de la puce, l'angle en bord de plot va devenir de plus en plus convexe jusqu'à excédé la limite prédite par le canthotaxis (figure 3.31). Le poids peut être statique (poids intrinsèque de la puce) ou dynamique (impulsion lors du lâché).

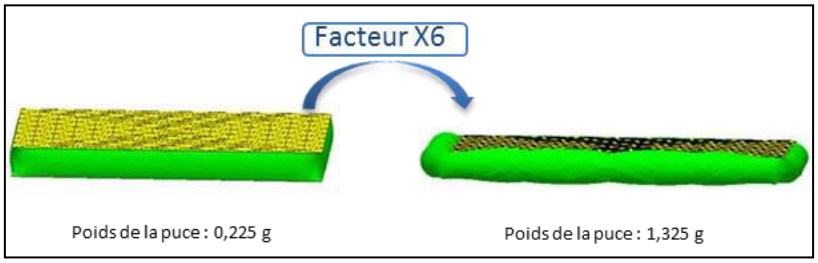


Figure 3.31 : Phénomène de gonflement de l'interface en fonction du poids de la puce supérieure.

Bien que les effets dynamiques (inertie, frottements) ne soient pas pris en compte, cette approche demeure néanmoins valable dans le sens où elle permet d'illustrer les zones où le confinement est susceptible d'être le plus éprouvé. Nous verrons par la suite que les angles des zones de confinement centralisent une grande partie des forces lors du réalignement. Les conditions expérimentales menant au débordement seront développées et analysées dans le chapitre IV. Il apparait cependant que le poids de la puce ou encore la manière dont la puce supérieure est lâchée conditionnent grandement le débordement ou non du fluide.

2-5 Modèle avec prise en compte de l'étalement et de l'accroche de la goutte

Suite aux premières simulations effectuées (section 2-3), il apparait nécessaire d'étoffer le modèle utilisé afin de prendre en compte le phénomène d'étalement du fluide. Le modèle précédemment utilisé n'était basé que sur la minimisation de la surface de l'interface liquide-gaz sous l'influence de plusieurs contraintes externes (taille et poids de la puce, position initiale de la puce supérieure, angle de contact de la zone hydrophile,…). Le postulat de départ de ces précédentes simulations était que l'eau était déjà étalée sur l'intégralité de la surface « autorisée », c'est-à-dire la zone hydrophile ou le sommet du plot.

Dans cette partie, nous allons nous intéresser à un autre modèle, permettant la prise en compte des phénomènes d'étalement de la goutte. A l'état initial, l'eau n'est donc plus parfaitement étalée sur l'ensemble de la surface mais uniquement sur une zone spécifique.

2-5-1 Implémentation du modèle numérique

La prise en compte de l'étape d'étalement de la goutte complexifie la description du système que l'on souhaite simuler. En effet, il ne s'agit plus de simuler la minimisation d'une interface liquide-gaz dont les contours sont fixes (ligne triple ancrée à l'état initial), mais au contraire considérer cette interface comme un nouvel objet propre et présentant des contours mobiles. Il s'agit donc d'un problème à trois corps : le substrat support, la puce supérieure et la goutte de fluide. L'élément central de la simulation d'un système à trois corps tel que celui-ci repose sur le calcul des coordonnées dans le centre de masse du substrat support. En recalculant à chaque itération les coordonnées de la puce mobile et son positionnement dans l'espace, on obtient alors des conditions aux limites mobiles puisque un changement de référentiel est opéré à chaque itération. Ce modèle 3-corps est décrit en annexe II.

2-5-2 *Analyse de la variation d'énergie du système*

L'objectif de ce modèle était d'obtenir un comportement se rapprochant davantage du phénomène réel grâce à la prise en compte de l'étalement dans le processus de réalignement. Plusieurs observations comportementales ont pu être validées grâce à ce modèle mais aucune valeur physique n'a pu être extraite (force ou couple de rappel).

Suites aux simulations, les données obtenues sont l'énergie de l'interface fluide (énergie surfacique) en fonction du déplacement (ou rotation) de la puce. Dans le cas de ce modèle, la variation d'énergie est non seulement due à l'alignement de la puce mais également à l'étalement de l'interface fluide [3.32]. Il est impossible de dissocier ces deux sources de variations car nous avons seulement accès à la variation d'énergie totale du système.

$$\boxed{\Delta E_{Totale} = \Delta E_{Etalement} + \Delta E_{Alignement}} \qquad [3.32]$$

Les deux contributions ne pouvant être dissociées l'une de l'autre, il est impossible de remonter jusqu'à l'obtention d'une force ou d'un couple de rappel. En traçant le déplacement de la puce (pour un mode simple, ici la translation horizontale) et la variation d'énergie du système en fonction du nombre d'itération, il est possible d'obtenir les courbes de la figure (3.32).

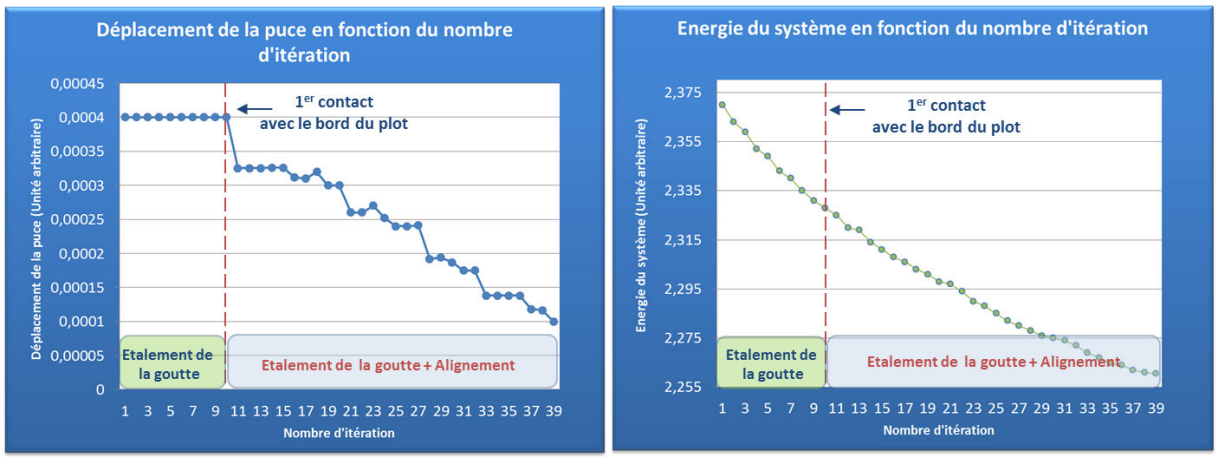


Figure 3.32 : Comparaison entre la variation d'énergie du système et la variation d'énergie due au déplacement de la puce supérieure.

On remarque tout d'abord que durant les dix premières itérations de la simulation, la puce supérieure ne se déplace pas. Cette zone, en vert, « étalement de la goutte », sur la figure (3.33), correspond au nombre d'itérations nécessaires pour que l'interface fluide s'étale et atteigne le bord des zones de confinement. Dès que l'interface atteint le bord du plot ou l'interface hydrophile-hydrophobe, alors le mouvement de la puce supérieure est initié. On remarque également que la variation d'énergie totale du système s'effectue de manière progressive et sans rupture de pente. La variation de position de la puce n'entraine pas une variation d'énergie suffisante pour qu'elle soit remarquable comparée à celle due à l'étalement de l'interface fluide.

2-5-3 *Analyse du comportement « dynamique » de la puce*

Comme nous l'avons dit précédemment, ce modèle permet néanmoins une analyse du comportement « dynamique » de la puce. Lors de l'étalement de l'eau, la puce n'est pas mise en mouvement tant que l'interface fluide n'a pas atteint au moins un des bords de la zone de confinement. L'étalement de l'interface fluide s'effectue par l'intermédiaire des forces capillaires et

du poids de la puce. Durant cette phase, la puce ne se déplace pas excepté verticalement sous l'action du poids et de l'étalement de l'interface fluide.

Une fois que la ligne triple a atteint l'un des bords des zones de confinement, les forces de rappel entrent en action et la puce commence à retourner vers sa position d'équilibre, c'est-à-dire la position dans laquelle l'énergie de surface est minimale. Cette position correspond à la position où la puce est parfaitement alignée avec le substrat support. La figure (3.33) schématise les forces de rappel suivant l'emplacement de l'ancrage. On définit l'ancrage partiel, comme une situation transitoire dans laquelle le film de liquide présent à l'interface puce-substrat support n'est ancré que d'un côté. Dans la figure (3.34) ci-après, deux cas sont représentés. A gauche (a), le film de liquide est ancré sur l'arête du côté de la puce mais pas du côté du substrat support, on est donc en présence d'un ancrage partiel du film de liquide. Dans le cas de la figure de droite (b), la situation est inversée, le film est ancré sur l'arête du côté du substrat support mais du côté de la puce.

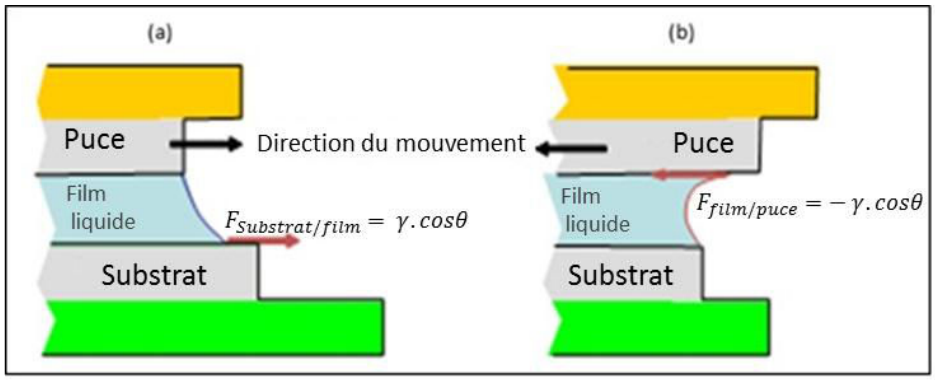


Figure 3.33 : Les deux situations d'ancrage partiel : à gauche, ancrage sur la partie du haut (puce) ; à droite, ancrage sur la partie du bas (substrat support).

Cet état n'est que transitoire durant la phase d'alignement mais il permet d'expliquer la mise en mouvement de la puce (puisque le support est considéré comme fixe). Comme nous l'avions mentionné dans la partie 2-3-6, lors de l'analyse des modes couplés, le réalignement de la puce s'effectue de manière séquentielle. La translation est corrigée dans un premier temps, car la ligne triple lors de son étalement atteint en premier les bords de la puce en leur milieu. Vient ensuite le moment ou l'eau s'étale dans les angles, ce qui permet dans un deuxième temps la correction de la rotation. Les différentes étapes du réalignement sont schématisées sur la figure (3.34).

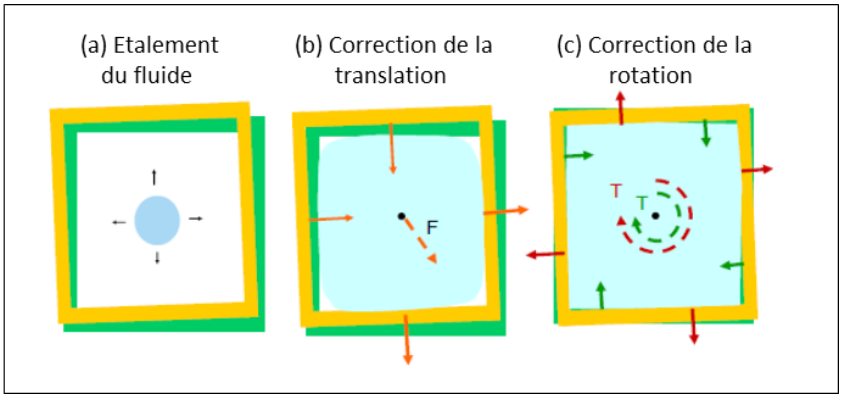


Figure 3.34 : Représentation schématique de l'étalement: la puce est représentée par son cadre, pour faciliter la visualisation. (a) La goutte initialement déposée commence son étalement; (b) le liquide atteint les premiers bords (soit sur la puce soit sur la zone de confinement du support), et cela induit une correction de la translation initiale; (c) après correction de la translation, un couple de rappel réaligne la puce.

On peut expliquer ce phénomène par la nécessité que l'intégralité de la surface soit mouillée (angles compris) pour que l'interface de la goutte atteigne son minimum d'énergie (c'est-à-dire que la surface de l'interface liquide-gaz soit la plus petite possible). Il est ainsi possible de modéliser les différentes positions de la puce au cours de sa rotation angulaire comme des puits de « potentiel », comme dans les travaux de Cheng Lin [LIN 2007].

2-5-4 Simulations des défauts de mouillabilité

En s'appuyant sur ce modèle, des simulations des défauts de mouillabilités ont été réalisées. En générant des zones non mouillées par le liquide (zones hydrophobes) sur la surface de la puce, il est possible de simuler le décalage résiduel induit par ce type de défaut. Il a été montré par simulation que la symétrie ou l'asymétrie (symétrie par rapport au centre géométrique de la puce) du défaut joue un rôle prépondérant sur le décalage résiduel. Si le défaut est symétrique alors le décalage est uniquement constitué d'une translation résiduelle. La somme des composantes des forces de rappel ne passe pas par le « centre géométrique» de la puce ce qui explique qu'il n'y est pas de rotation résiduelle. Dans le cas où le défaut de mouillabilité est asymétrique, la somme des forces de rappel ne coupe pas le « centre » de la puce ce qui donne lieu à une rotation résiduelle comme présenté sur les figures suivantes (figure 3.35 et 3.36).

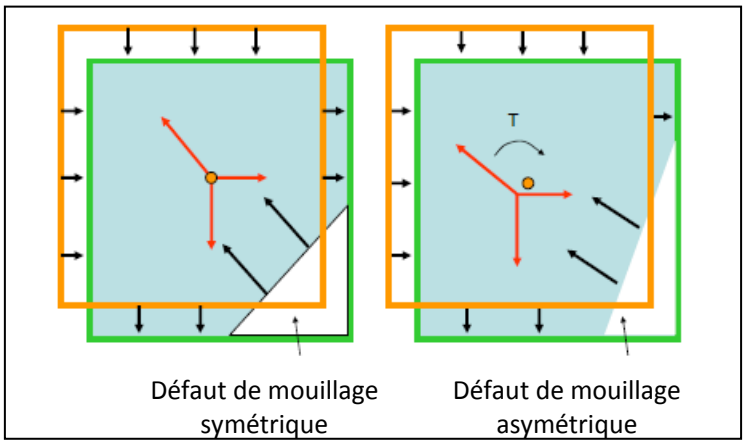


Figure 3.35 : Les deux types de défauts de mouillabilités considérés pour réaliser les simulations. La surface bleue correspond à la zone mouillée par le film et le zone blanche l'absence de mouillage due au défaut. Les flèches noires correspondent au sens des forces de rappel et les flèches rouges symbolisent la somme des composantes des forces de rappel.

Ce type de défaut a été visualisé lors des expérimentations, comme nous le verrons dans la chapitre IV. Si le procédé de préparation au collage n'est pas suffisamment efficace, des zones moins hydrophiles apparaissent au sein de la surface de contact et peuvent perturber le bon déroulement de l'alignement.

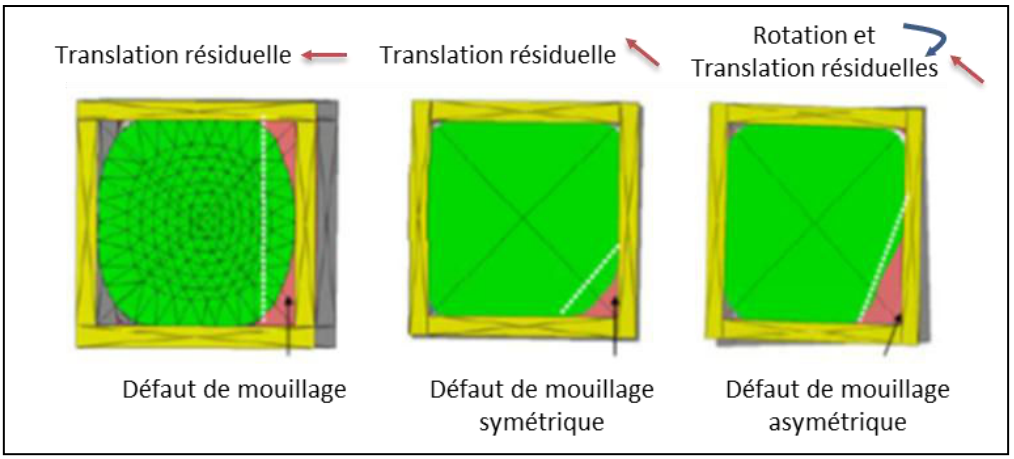


Figure 3.36: Simulations du réalignement de la puce en présence de défaut de mouillabilité (symétrique et asymétrique). Lors des simulations, les zones de défaut présentent un angle de contact extrêmement élevé.

Les simulations montrent également la fiabilité et la robustesse du modèle établi. Le comportement de la puce lors des simulations correspond parfaitement au modèle théorique discuté précédemment (section *2-5-3*).

2-5-5 Comparaison entre simulation et observation expérimentale d'un processus d'auto-alignement

Dans cette partie nous allons comparer les simulations réalisées à partir du modèle prenant en compte l'étalement de la goutte avec les observations expérimentales réalisées grâce à une caméra infrarouge haute vitesse (300 images par seconde).

L'utilisation d'un modèle prenant en compte l'étalement de la ligne triple a permis de se rapprocher au plus près d'un comportement « réaliste » lors de l'auto-alignement. Il a été mis en évidence que le réalignement se déroule en plusieurs étapes distinctes (figure 3.37) comme nous l'avons mentionné dans la section *2-5-3*.

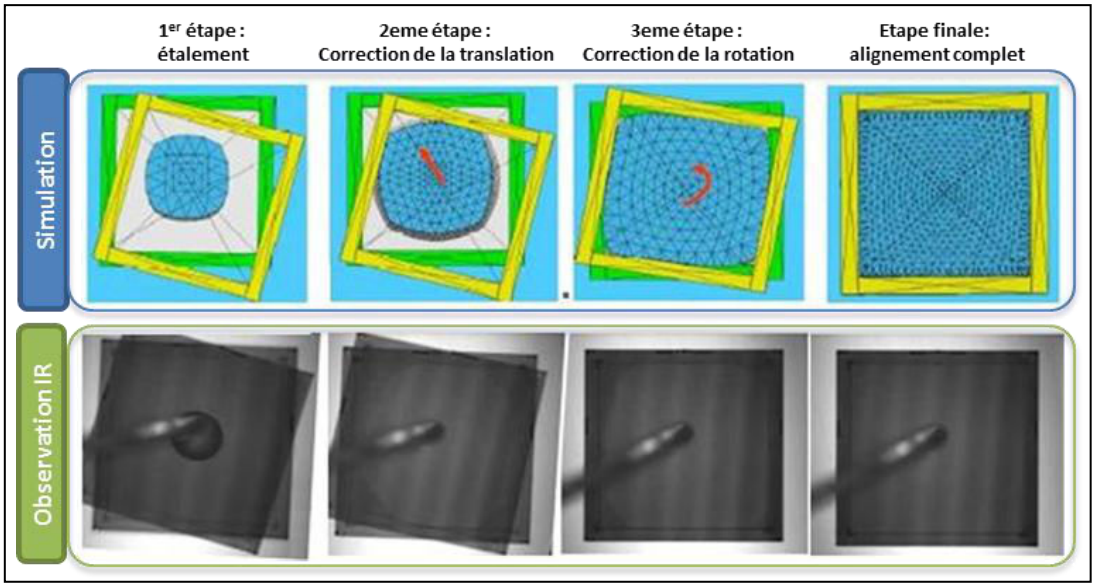


Figure 3.37 : Comparaison pas à pas entre les observations expérimentales (images infrarouges) et les simulations réalisées avec le modèle prenant en compte l'étalement du fluide.

On observe une très bonne correspondance entre la simulation réalisée grâce à Surface Evolver et les observations expérimentales.

2-6 Bilan des simulations

Plusieurs points ont pu être validés grâce aux simulations réalisées avec Surface Evolver. Premièrement, le comportement de la puce a été simulé pour plusieurs types de désalignement initiaux et les forces et couples de rappel ont pu être quantifiés. La simulation de mode de réalignements couplés (mélange de désalignements initiaux de type translation et rotation) a également permis la compréhension de scénarios plus complexes avec notamment la création d'un contact solide lors du couplage de deux modes tilts. Par ailleurs, l'analyse du phénomène de gonflement de l'interface fluide aux bords des zones de confinement a montré qu'à l'ordre un, le poids de la puce jouait un rôle prépondérant. Un modèle prenant en compte l'étalement de l'interface fluide a été mis en place et autorise une modélisation plus réaliste de l'auto-alignement. Ce modèle montre une très bonne correspondance avec les observations expérimentales et a permis de valider l'aspect séquentiel du réalignement (correction de la translation puis de la rotation). Enfin ce modèle permet la simulation de défauts de mouillabilité au sein des surfaces, chose qui était impossible jusqu'à présent.

Les limites intrinsèques du logiciel Surface Evolver semblent atteintes. La prise en compte des effets dynamiques de type inertiels ou visqueux nécessite le transfert des simulations sur un logiciel multi physique et multi-échelles du type de Comsol [Comsol] ou encore Flow3D [FLOW3D].

3) Généralisation de l'étude à des formes de puces variables

Dans cette partie nous allons présenter comment il est possible de généraliser les simulations réalisées précédemment (étude sur le désalignement en translation) pour des puces présentant des formes variées. L'objectif étant de mettre en place dans un premier temps un modèle analytique permettant de prédire le comportement du système lors de l'étape de réalignement quel que soit la forme de la puce. Ce modèle analytique sera ensuite comparé avec les simulations réalisées via Surface Evolver.

3-1 Généralisation du principe de d'alignement à différents polygones - cas de la translation (Shift)

3-1-1 Implémentation du modèle analytique

Afin de mettre en place un nouveau modèle analytique, il est nécessaire de repenser complètement la façon d'aborder le problème. Prenons le cas d'une puce de forme polygonale, dont le contour est composé de plusieurs segments de longueur s_i et d'orientation θ_i par rapport à une normale (dans notre cas l'horizontale). Chaque segment peut être défini par le couple de donnée (s_i, θ_i) comme présenté dans les figures (3.38) et (3.39) ci-après.

Considérons maintenant l'auto-assemblage de deux puces, de formes polygonales similaires. Si l'on note h la hauteur de l'interface fluide entre les puces, dans l'état d'équilibre l'aire de l'interface fluide correspondant à chaque segment est alors donnée par [3.33].

$$\boxed{A_i = s_i h} \qquad [3.33]$$

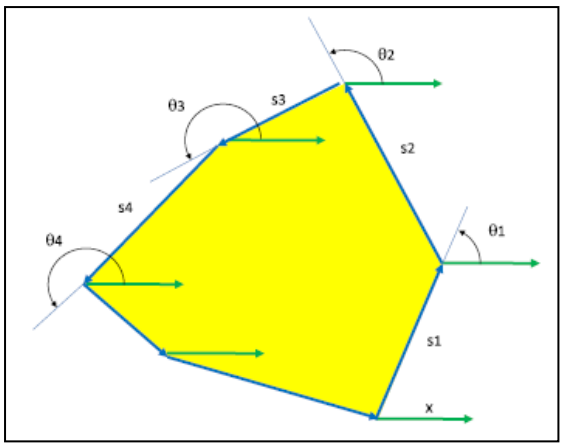


Figure 3.38: Visualisation des notations pour une puce à géométrie quelconque.

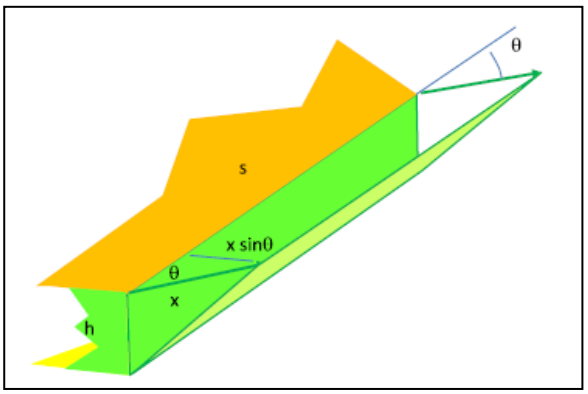


Figure 3.39 : Visualisation des notations pour une puce à géométrie quelconque lors d'une translation.

Lorsque la puce supérieure est translatée dans la direction x (figure 3.39), il est alors possible de calculer la projection de chaque segment dans la direction x [3.34].

$$\boxed{A_i = s_i \sqrt{h^2 + x^2 \sin^2 \theta_i}} \qquad [3.34]$$

L'énergie de surface de chaque segment est alors fournie par l'expression [3.35] :

$$\boxed{E_i = \gamma . s_i \sqrt{h^2 + x^2 \sin^2 \theta_i}} \qquad [3.35]$$

La force de rappel d'un segment est alors donnée par l'expression [3.36] :

$$\boxed{F_i = -\frac{\partial E_i}{\partial x} = -\gamma . s_i \, x \sin^2 \theta_i \frac{1}{\sqrt{h^2 + x^2 \sin^2 \theta_i}}} \qquad [3.36)$$

Si l'on fait l'approximation que l'énergie de surface totale est la somme de l'énergie de surface de chaque segment, on obtient alors l'expression [3.37] :

$$\boxed{F = \sum_{i=1,n} F_i == -\gamma x \sum_{i=1,n} .s_i \sin^2 \theta_i \frac{1}{\sqrt{h^2 + x^2 \sin^2 \theta_i}}} \qquad [3.37]$$

Remarque :

On remarque que si l'on applique [3.37] au cas d'une puce carrée (de côté s et en prenant donc $\theta = 0°$ et $\theta = 180°$), pour se placer dans des conditions similaires à celles utilisées dans la section *2-3-1*, on obtient :

$$\boxed{E_{puce} = \gamma . s \sqrt{h^2 + x^2}} \qquad [3.38]$$

On retrouve bien la valeur de l'énergie de l'interface liquide-gaz dans le cas d'une translation simple d'axe x.

Deux points sont remarquables à partir de l'expression [3.37] :

- Lorsque x est petit en comparaison avec h. On voit que l'expression peut se réduire à l'expression [3.39] ci-dessous:

$$\boxed{F = -\gamma.\frac{x}{h}\sum_i s_i \sin^2\theta_i} \qquad [3.39]$$

  Pour des faibles valeurs de x, c'est-à-dire pour de faibles désalignements, la force de rappel est une <u>fonction linéaire</u> de x.

- Pour de grandes valeurs de x (i.e x est grand en comparaison avec h), l'expression [3.37] se transforme alors en [3.40] :

$$\boxed{F = -\mathrm{sign}(x)\gamma.\sum_i s_i \left|\sin^2\theta_i\right|} \qquad [3.40]$$

  Pour des désalignements importants, la force de rappel peut être considérée comme <u>constante</u>. Ces deux types de comportements aux extremums sont similaires à ceux que nous avons obtenus dans la partie *<u>2-3-1</u>*.

Si on considère maintenant des polygones avec des bords de même longueur alors il vient $s_i = s$ et l'on peut faire intervenir le périmètre du polygone p (pour un polygone avec n côtés de longueur s, alors $p = ns$), on obtient là encore deux cas de figure:

- Pour des faibles désalignements ($x << h$), l'expression [3.39] peut s'écrire :

$$\boxed{F = -\gamma.\frac{x}{h}\frac{p}{2}} \qquad [3.41]$$

  On note que la force de rappel est indépendante de la direction de translation (indépendance par rapport à θ) mais également indépendante de la forme du polygone.

- Pour de forts désalignements ($x >> h$), l'expression [3.40] s'écrit alors :

$$\boxed{F = -\mathrm{sign}(x)\gamma.s\sum_i \left|\sin^2\theta_i\right|} \qquad [3.42]$$

  On obtient ainsi une valeur asymptotique de la force de rappel, pour les valeurs de x élevées.

- *Récapitulatif:*
  - *Pour les faibles désalignements (x<<h) :*
    - La force de rappel est une fonction linéaire de x.
    - La force de rappel est indépendante de la direction de translation.
    - La force de rappel est indépendante de la forme du polygone.
  - *Pour les forts désalignements (x>>h) :*
    - La force de rappel est une constante.
    - La force de rappel est dépendante de la direction de translation.
    - La force de rappel est dépendante de la forme du polygone.

3-1-2 Cas des polygones réguliers convexes

Dans le cas de polygones réguliers, le $\sin(\theta_i)$ décrivant chaque segments peut être développé à partir de vecteurs unitaires $\vec{K} = (\cos\alpha; \sin\alpha)$ et exprimé en coordonnés polaires (Annexe III). On obtient ainsi :

$$\sin\theta_i = \frac{1}{2n\sin\frac{\pi}{n}}\left\{\left[\cos(2(i+1)\frac{\pi}{n}) - \cos(2i\frac{\pi}{n})\right]\sin\alpha + \left[\sin(2(i+1)\frac{\pi}{n}) - \sin(2i\frac{\pi}{n})\right]\cos\alpha\right\} \quad [3.43]$$

Avec α défini comme la direction de translation.

On obtient ainsi l'expression de la force de rappel, pour des forts désalignements [3.40], dans le cas particulier des polygones réguliers convexes [3.44].

$$F = -\frac{\gamma s}{2n\sin\frac{\pi}{n}}\sum_{i=1,n}\left|\left\{\left[\cos(2(i+1)\frac{\pi}{n}) - \cos(2i\frac{\pi}{n})\right]\sin\alpha - \left[\sin(2(i+1)\frac{\pi}{n}) - \sin(2i\frac{\pi}{n})\right]\cos\alpha\right\}\right| \quad [3.44]$$

Il est possible à partir de cette expression de définir un nombre adimensionnel, que nous nommerons le « Shift Number », noté Sf [Berthier 2011]. Ce nombre permet de quantifier la force de rappel en fonction de la forme de la puce et de la direction de la translation (valeur et orientation), lors d'une translation horizontale.

Le « Shift Number » est défini à partir de l'expression [3.44] et s'exprime par :

$$Sf = \left|\frac{F}{\gamma.p}\right| = \frac{1}{2n\sin\frac{\pi}{n}}\sum_{i=1,n}\left|\left\{\left[\cos(2(i+1)\frac{\pi}{n}) - \cos(2i\frac{\pi}{n})\right]\sin\alpha - \left[\sin(2(i+1)\frac{\pi}{n}) - \sin(2i\frac{\pi}{n})\right]\cos\alpha\right\}\right| \quad [3.45]$$

Avec : F : Force de rappel [N]
γ : Tension de surface [N.m^{-1}]
P : Périmètre du polygone [m]
n : Nombre de côtés du polygone
i : Numéro du côté du polygone

Le Shift Number ne dépend que du nombre de côtés du polygone (n), de la direction de translation (α). Il s'agit en réalité d'une valeur représentant le comportement isotrope d'une puce. Si Sf est invariant avec α , alors les forces de rappels sont isotropes.

Le Shift Number de différentes formes convexes est représenté dans la figure (3.40).

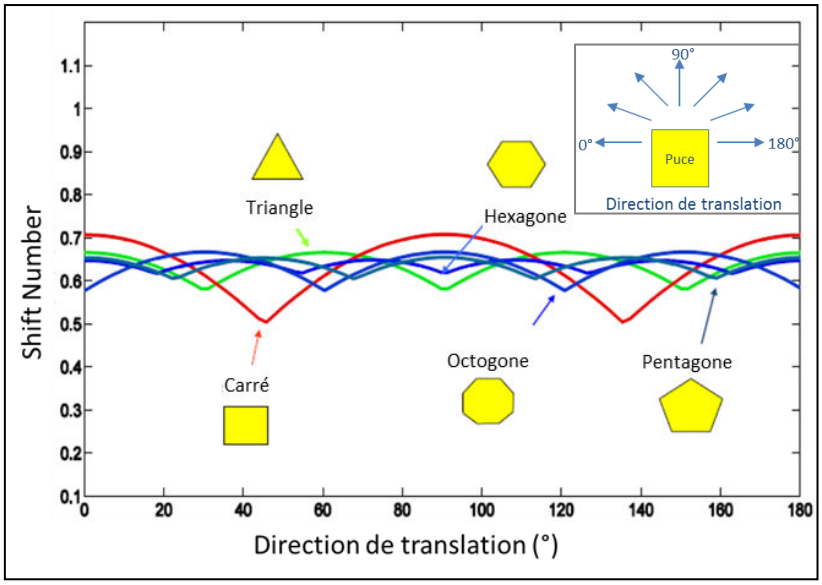


Figure 3.40 : Shift Number en fonction de la direction de translation pour des puces de formes régulières convexes. Insère : Référentiel des directions de translation.

Les valeurs de Sf sont comprises entre 0.5 et 0.7 quel que soit la forme de la puce. La forme carrée présente le comportement le moins isotrope avec des variations de la force de rappel de l'ordre de 30 % en fonction de la direction de translation, elle est donc la forme la plus propice à fournir une bonne définition de la position d'alignement parfaite.

➢ *Récapitulatif:*

Les forces de rappel sont sensiblement similaires quel que soit la forme du polygone convexe et la direction de translation considérées. Le shift Number est compris entre 0.5 et 0.7.

La théorie prédit l'égalité des forces de rappel pour de faible désalignement [3.41]. Dans le cas des désalignements plus importants, on note que les forces de rappel sont similaires quel que soit la forme ou la direction de translation considérée (variation de 30 % au maximum pour une puce carrée).

➢ *Pour les faibles désalignements (x<<h) :*

- Les forces de rappel sont identiques et égales quel que soit la forme et la direction de translation.

➢ *Pour les forts désalignements (x>>h) :*

- Les forces de rappel sont similaires (peu de variation de Sf suivant la forme de la puce et la direction de translation)

3-1-3 Cas des polygones réguliers non-convexes

Considérons maintenant le cas des polygones non convexes. Là encore la distinction entre les faibles et les forts désalignements est nécessaire.

Pour les faibles désalignements, c'est-à-dire ceux pour lesquels $\frac{x}{h} < \frac{1}{2}$, là encore la force de rappel peut être définie à partir de l'expression [3.41] :

$$\boxed{F = -\gamma . \frac{x}{h} \frac{p}{2}} \qquad [3.46]$$

Dans le cas de désalignement plus important, lorsque $\frac{x}{h} > \frac{1}{2}$, il est nécessaire de recalculer l'expression [3.43] dans le cas des polygones non-convexes. On peut définir deux cercles au sein d'un polygone non-convexe. Un cercle représente le rayon externe et l'autre le rayon interne aux « branches » du polygone, et sont respectivement notés r_e le rayon externe et r_i le rayon interne.

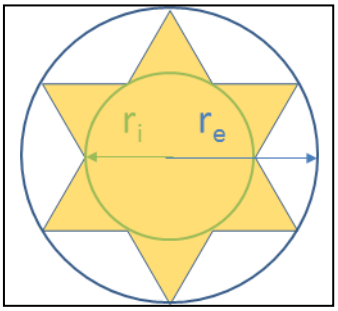


Figure. 3.41 : Rayon interne (r_i) et externe (r_e) au sein d'un polygone non-convexe

En exprimant ces rayons comme fonction linéaire de la longueur de chaque segment (s), il est alors possible d'exprimer le $\sin(\theta_i)$ comme suit :

$$\boxed{F = -\frac{\gamma}{2\sin\frac{\pi}{n}} \sum_i \left| \left[r_e \cos(2(i+1)\frac{\pi}{n}) - r_i \cos(2i\frac{\pi}{n}) \right] \sin\alpha + \left[r_e \sin(2(i+1)\frac{\pi}{n}) - r_i \sin(2i\frac{\pi}{n}) \right] \cos\alpha \right|} \qquad [3.47]$$

Le Shift Number de trois polygones non-convexes (pentagramme, hexagramme et octogramme) ont été tracés pour les différentes directions de translation, comme le présente la figure (3.42).

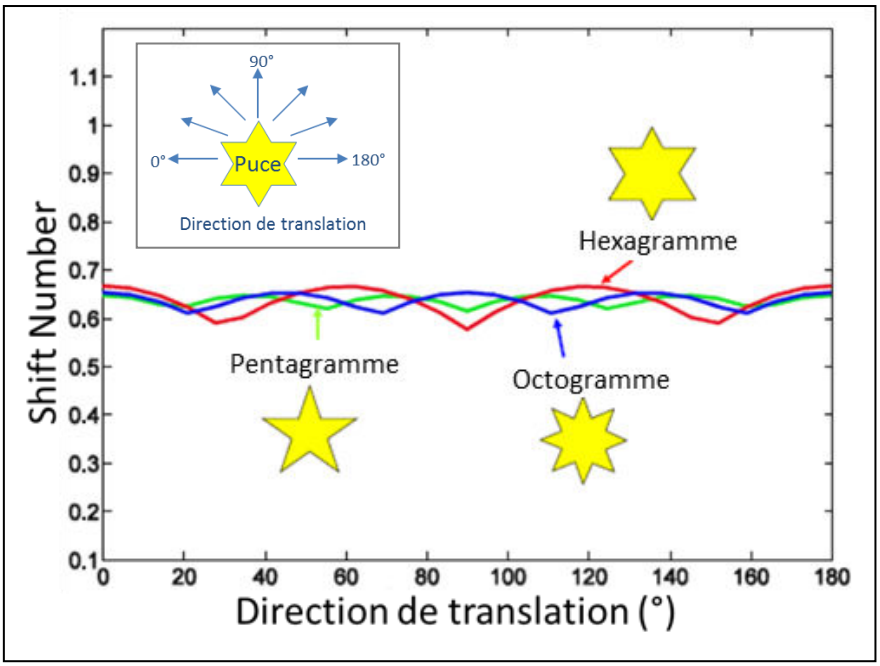


Figure. 3.42 : Shift Number en fonction de la direction de translation pour des puces de formes régulières non-convexes. Insère : Référentiel des directions de translation.

3-1-4 Calcul des forces de rappel pour les forts désalignements en fonction de la direction de translation

Il est également possible de calculer la force de rappel lors d'un fort désalignement pour chaque forme (convexe ou non) en fonction de la direction de translation. Pour cela, nous avons pris pour la puce un périmètre de 4 cm et un fluide présentant une tension de surface similaire à celle de l'eau. Les forces de rappel sont comprises entre 1,5 et 2 mN comme le présente la figure (3.43).

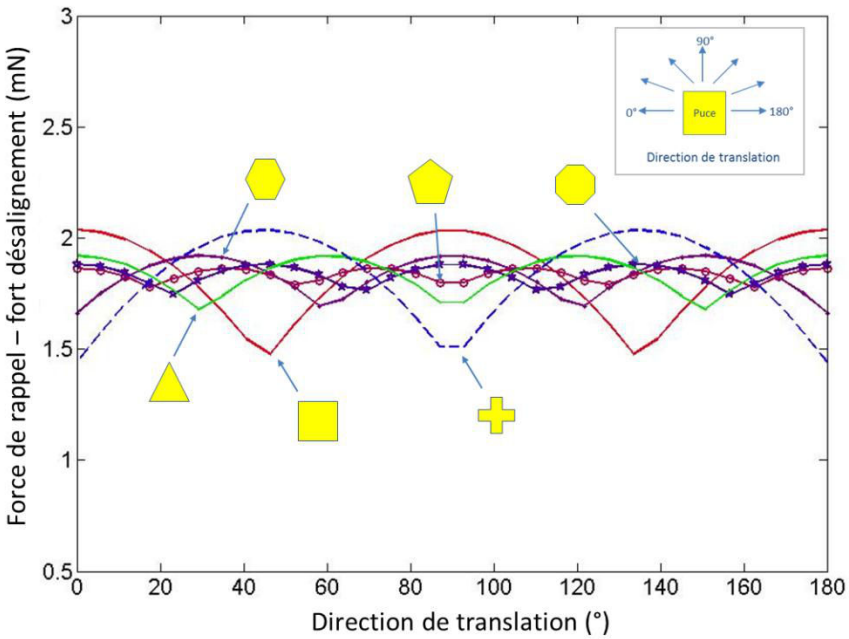


Figure. 3.43: Force de rappel pour des désalignements forts, pour les différents polygones (convexe ou non) en fonction de l'angle de translation.

➢ *Récapitulatif:*

Les mêmes conclusions s'appliquent dans le cas des polygones non-convexes que dans celui des polygones convexes. La méthode permettant la mise en place du modèle analytique demeure cependante différente (expression des rayons interne et externe du polygone comme fonction linéaire de la longueur de chaque segment).

Les valeurs de Sf varient entre 0.55 et 0.65 suivant la direction de translation considérée et les forces de rappel varient entre 1.5 et 2 mN.

3-2 Comparaison avec les simulations numériques de Surface Evolver

Afin de valider le modèle analytique mis en place, des simulations sur Surface Evolver ont également été réalisées. Dans l'approche théorique, les interfaces fluides sont considérées comme droites, or ce n'est pas à proprement parler le cas dans la réalité. Afin de vérifier si cette hypothèse influence les résultats du modèle analytique, chaque géométrie de puce a été simulée comme le présente la figure (3.44).

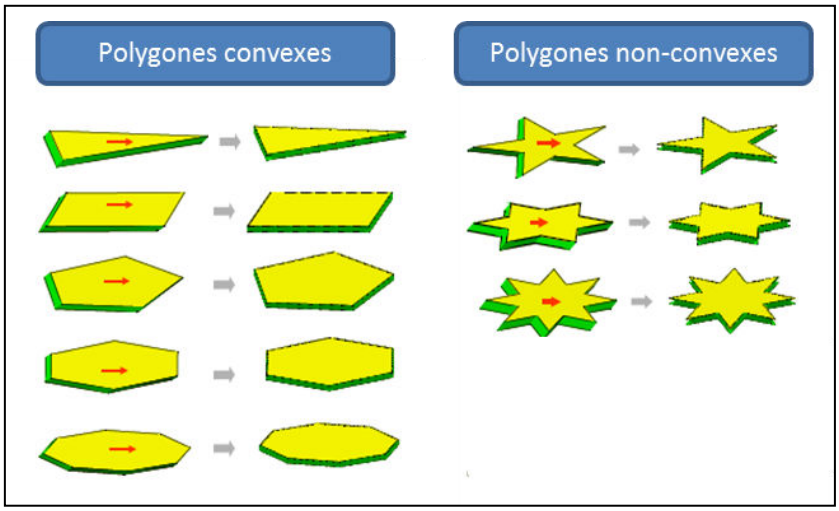


Figure 3.44 : Les différentes géométries de puces simulées. A gauche les polygones convexes et à droite les polygones non-convexes. Le film de liquide est représenté en vert et les puces en jaunes. La flèche rouge correspond à la direction de désalignement initiale.

Le périmètre utilisé dans les simulations est de 4 cm, ce qui correspond en tous points aux puces que nous allons utiliser dans les chapitres IV et V. Le volume de la goutte est défini par $V = Ah$, avec A la surface de la puce et h la hauteur du film d'eau entre les deux puces. Dans le cadre de ces simulations, nous avons pris h = 400 µm. En réalité, comme nous le verrons dans le chapitre IV, la hauteur du film d'eau est plutôt de l'ordre de 15 µm. Cette différence d'échelle n'est cependant pas critique pour le calcul des forces de rappel qui seront en quelques sortes sous évaluées. Une hauteur de film de liquide plus faible induit que l'interface libre (liquide –gaz) sera davantage déformée et donc que les forces de rappel s'en trouveront plus élevées.

3-2-1 Energie et forces de rappel en fonction de la forme

La figure (3.45) présente la comparaison entre les forces de rappel obtenues avec le modèle analytique (ligne continues) et les simulations établies sur Surface Evolver (pointillé) pour les différentes géométries de puce. On remarque une très bonne concordance entre la théorie et les simulations bien que dans le cadre du modèle analytique la courbure de l'interface ne soit pas prise en compte.

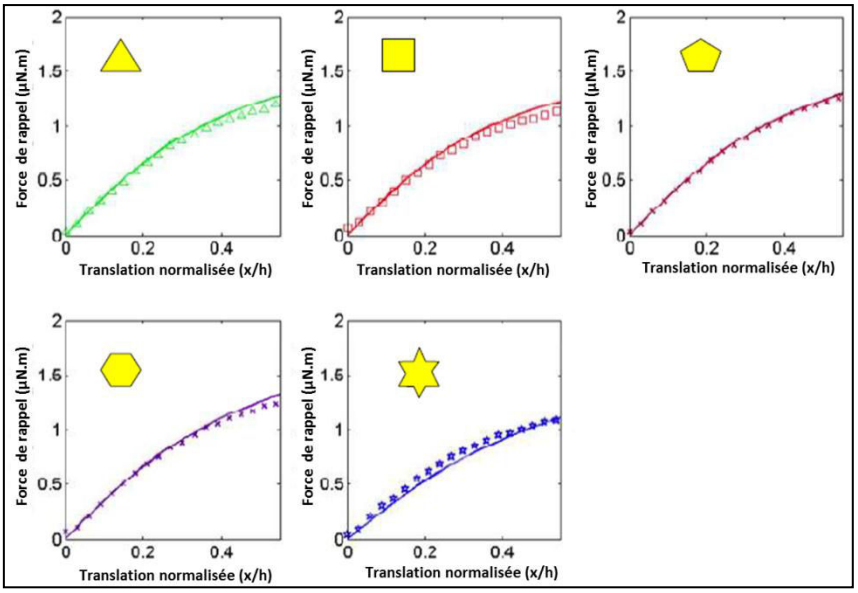


Figure 3.45: Comparaison entre les forces de rappel obtenues avec le modèle analytique (ligne continues) et les simulations établies sur Surface Evolver (pointillé) pour les différentes géométries de puce.

L'énergie de surface (figure 3.46) et la force de rappel (figure 3.47) ont été simulées pour différentes formes de puce pour des translations allant de 0 à 0,6 mm.

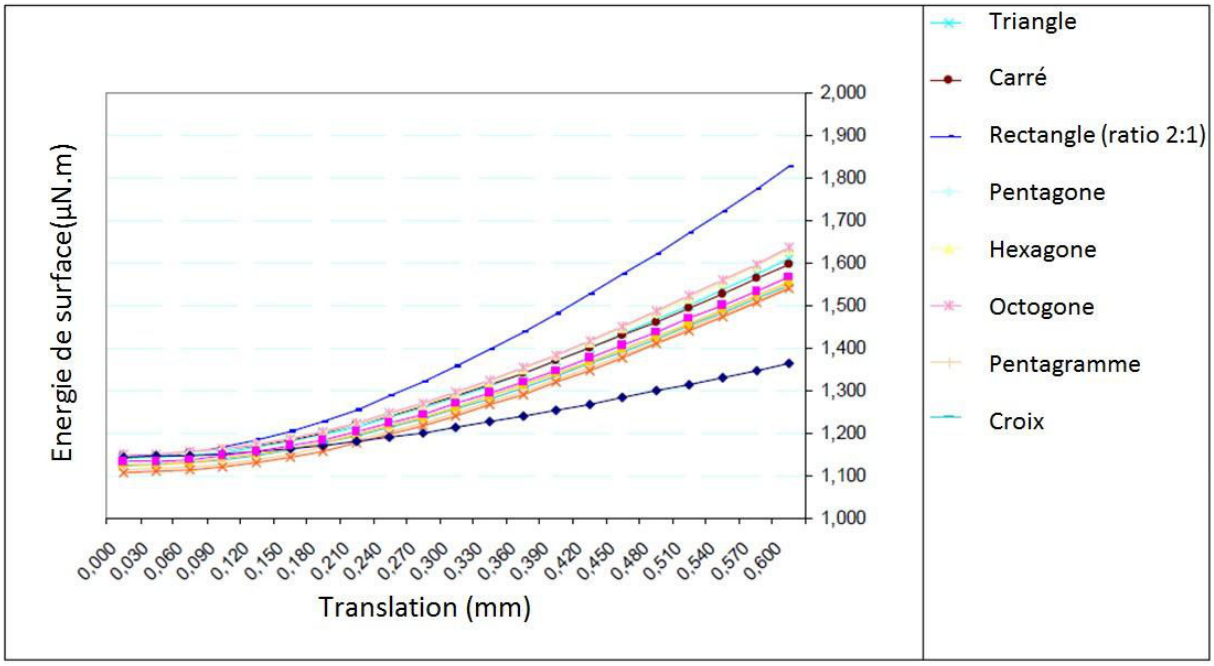


Figure 3.46 : Energie de surface pour différentes formes de puces lors d'une translation d'axe x (α=0 °).

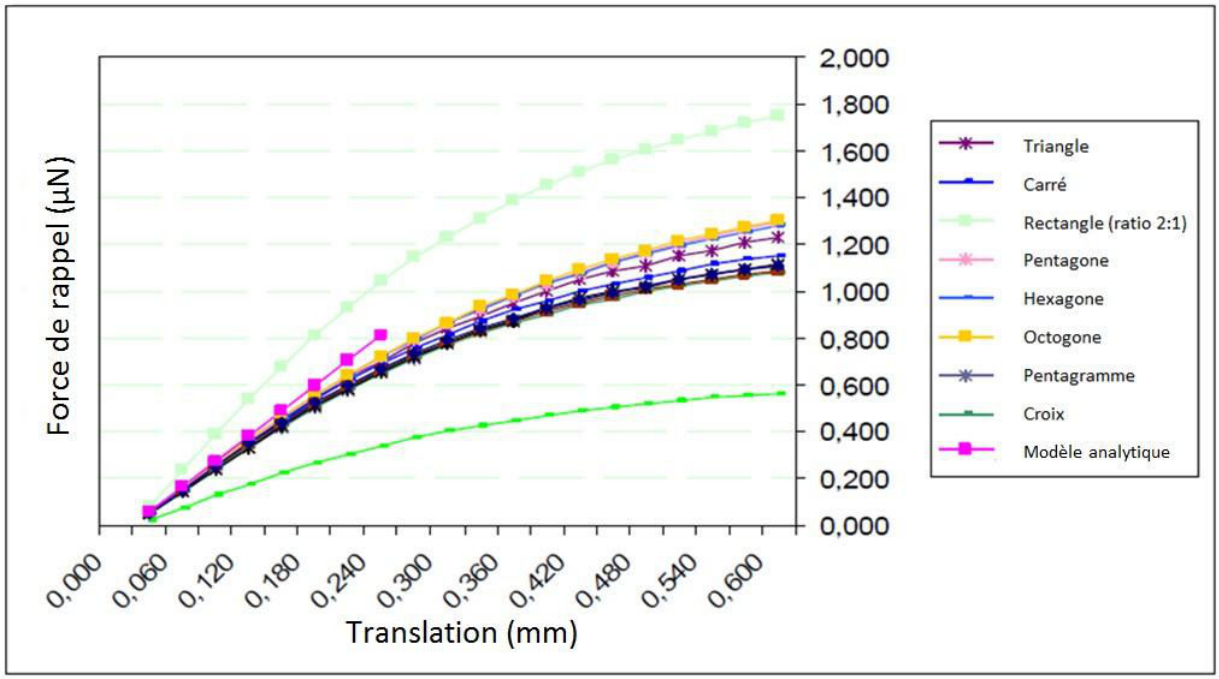


Figure 3.47 : Force de rappel pour différentes formes de puces lors d'une translation d'axe x (α=0 °).

On remarque à partir des deux figures précédentes que toutes les formes isotropes présentent des énergies de surface sensiblement similaires. Par opposition, un rectangle présentant un ratio de 2 :1 (longueur = 2 x largeur) à une force de rappel très différente du fait de l'anisotropie de sa forme.

Le modèle analytique mis en place (en rose) rend bien compte de la force de rappel pour des faibles désalignements (inférieur à 0.24mm).

3-2-2 Impact de la direction de translation

Nous allons maintenant simuler l'impact de la direction de translation sur la force de rappel. Dans les sections *3-1-2* et *3-1-3*, le modèle analytique avait prédit pour les polygones (convexe ou non) une indépendance de la force de rappel vis-à-vis de la forme du polygone ou de la direction de translation, et ce pour des faibles désalignements ($\frac{x}{h} < \frac{1}{2}$).

Dans le cas de désalignements plus importants ($\frac{x}{h} > 1$), le modèle avait prédit une dépendance modérée à la forme du polygone et à la direction de translation. La figure (3.48) présente les résultats obtenus grâce aux simulations. Ces résultats ont été établit pour différentes directions de translations (α = 0, 30, 45, 60, 90, 135 et 180 °) pour une puce carré de 1 cm de côté. On retrouve bien les deux comportements prédit par le modèle analytique :

- Pour $\frac{x}{h} < \frac{1}{2}$ la force de rappel est équivalente quelle que soit la direction de translation.
- Pour $\frac{x}{h} > 1$ la force de rappel montre une variation de 20% en fonction de la direction de translation.

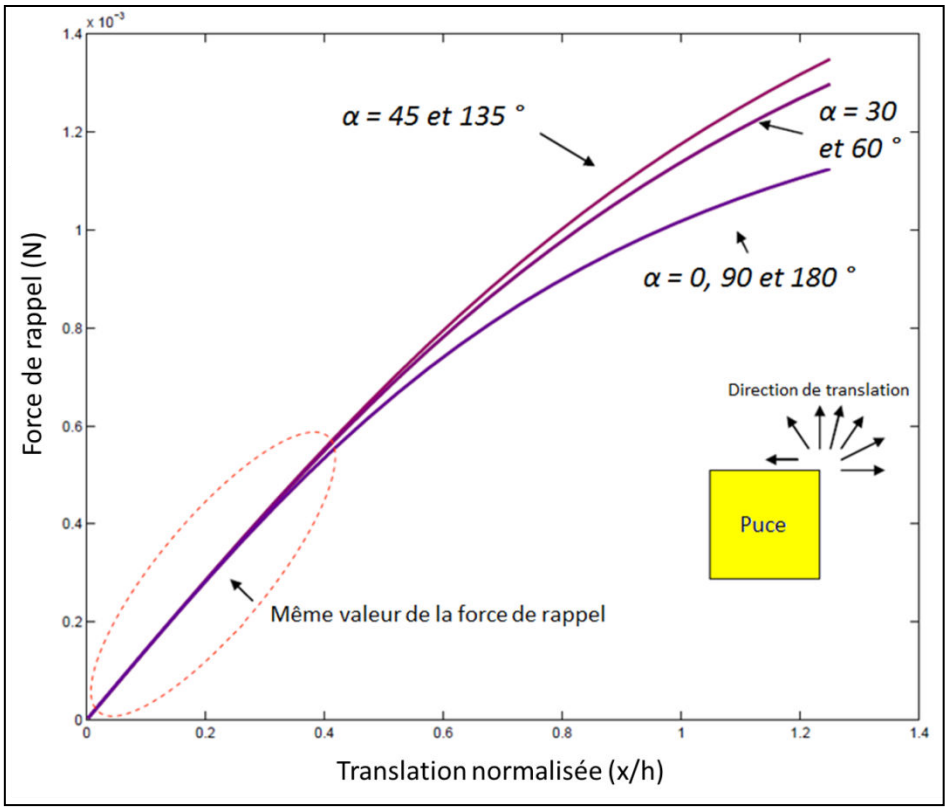


Figure 3.48 : Force de rappel en fonction de l'amplitude et de la direction de la translation.

3-2-3 Application à des microsystèmes avec cavités

Nous allons dans cette partie nous intéresser à la modélisation de structures utilisées dans le domaine de la microélectronique, et plus particulièrement aux MEMS. Ce type de microsystèmes est utilisé pour la micro fluidique et la gestion des écoulements à l'échelle micrométrique [Fukushima 2011]. Le microsystème que nous avons choisi de modéliser est de forme carré et présent en son centre une cavité carrée. Des via, ouverture de part et d'autre de la structure sont également présent (figure 3.49). Ces via sont dans notre cas d'une largeur égale à 1/10 de la largeur du microsystème.

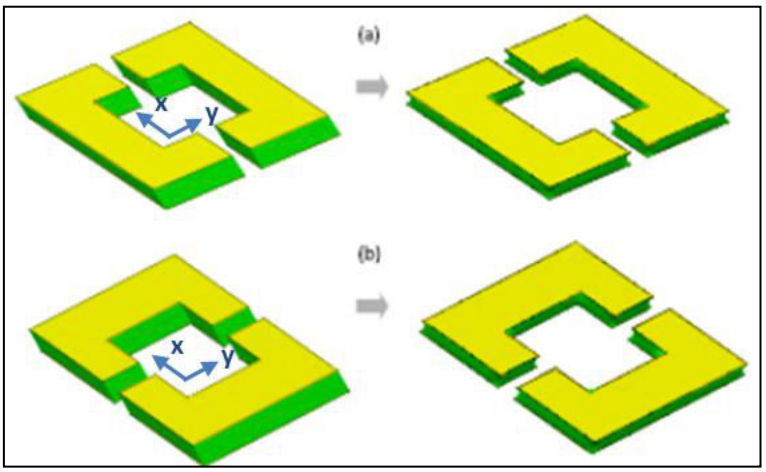


Figure 3.49 : Les différentes géométries de puces simulées. A haut, le microsystème présente une cavité et des vias (ouvertures placées de part et d'autres, orienté suivant l'axe X. En bas, microsystème identique sauf que les vias sont orientées suivant l'axe Y.

La figure (3.50) montre les forces de rappel pour une translation de la puce suivant l'axe x, et pour les différentes géométries considérées. La force de rappel d'une puce carrée sans cavité est présentée en bleu foncé. Les structures présentant des cavités et des vias sont symbolisées par des triangles rouges pour les vias orientés suivant l'axe Y et par des carrés rouges pour les vias orientés suivant l'axe X. L'anisotropie engendrée par la présence des vias est clairement visible.

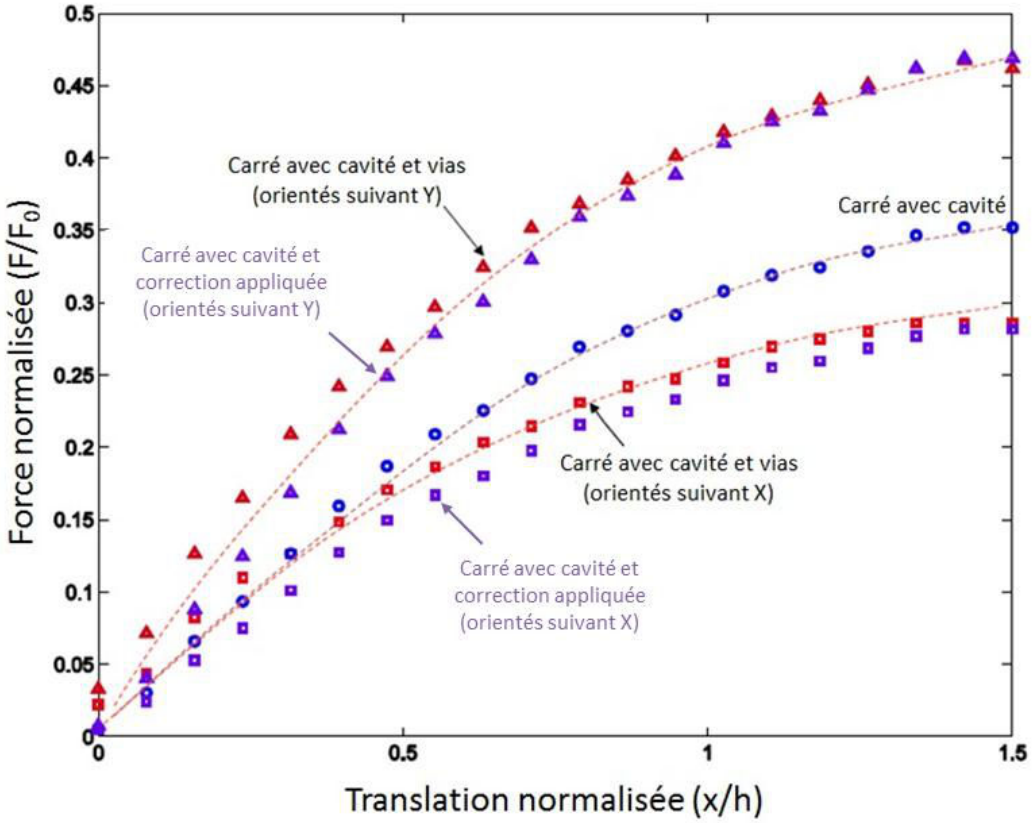


Figure 3.50 : Force de rappel pour les différentes structures simulées, lors d'une translation d'axe x.

Les deux courbes supplémentaires nommées « correction » correspondent à la valeur de la force de rappel d'une puce carrée (avec cavité) pondérée par un facteur calculé analytiquement et prenant en compte la présence des via. Les contributions des interfaces, manquantes (dans le cas où les via sont orientés suivant l'axe de la translation) ou supplémentaires (dans le cas où les via sont orientés perpendiculairement à l'axe de translation) peuvent être calculées.

Si l'on note S_{ext} la longueur du côté externe de la puce, S_{int} la longueur du côté interne de la puce et W l'espace laissé ouvert par la présence des via, on peut alors écrire les deux corrections à appliquer (figure 3.51).

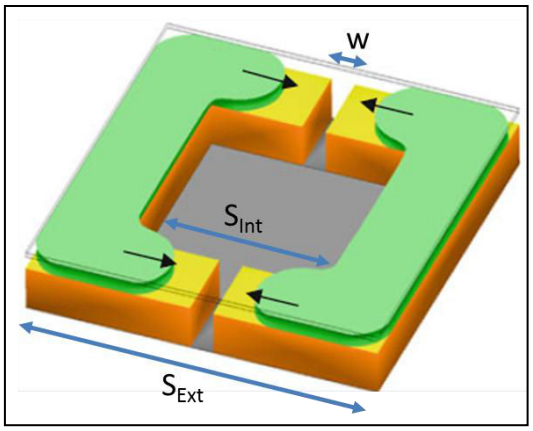


Figure 3.51 : Visualisation des paramètres géométriques permettant le calcul des corrections.

Dans le cas où les vias sont orientés dans l'axe de la translation (figure 3.50a), on peut écrire :

$$\frac{F_{Microsystème}}{F_{Carré}} = \frac{2.S_{ext} - 4w}{2.S_{ext}} = 1 - 2\frac{w}{S_{ext}} \qquad [3.48]$$

Dans le cas où les vias sont orientés perpendiculairement à l'axe de translation (figure 3.53b), il est alors possible d'écrire :

$$\frac{F_{Microsystème}}{F_{Carré}} = \frac{2.S_{ext} + 2.S_{int} + 2(S_{ext} - S_{int})}{2.S_{ext} + 2S_{int}} = \frac{2S_{ext}}{S_{ext} + S_{int}} \qquad [3.49]$$

En prenant S_{ext} = 10 mm, $S_{int} = \frac{1}{2}S_{ext}$ et W = 1 mm, on obtient alors les deux facteurs de correction. Dans le cas où les vias sont orientés suivant l'axe de translation, on calcule :

$$\frac{F_{Microsystème}}{F_{Carré}} = \frac{4}{5} \qquad [3.50]$$

Dans le cas où les vias sont orientés perpendiculairement à l'axe de translation, on obtient :

$$\frac{F_{Microsystème}}{F_{Carré}} = \frac{4}{3} \qquad [3.51]$$

En appliquant ces deux facteurs de corrections à la force de rappel d'une puce carrée avec cavité, nous obtenons les courbes en violet de la figure (3.50). Le calcul des deux facteurs de correction semble en bonne corrélation avec les forces simulées.

3-3 Généralisation du principe d'alignement à des formes polygonales pour la translation verticale (lift) :

L'objectif est de modéliser le phénomène d'alignement lors d'une translation verticale pour des formes polygonales variées. Dans ce cas de figure, la forme de la puce n'impacte pas les forces de rappel lors d'une translation d'axe z. On considère que la seule déformation appliquée aux interfaces fluides correspond à une courbure verticale locale dans l'axe vertical. Peu importe la forme de la puce, les forces de rappel ne sont pas impactées.

3-4 Généralisation du principe d'alignement à différents polygones pour la rotation (twist) :

La mise en place d'un modèle simulant l'alignement de puce quelconques pour les modes de rotation (twist et tilt) se révèle beaucoup plus complexe à mettre en place. En effet, pour ce type de mode, il est nécessaire d'utiliser des matrices de rotation pour permettre le calcul de déformation de l'interface (liée à l'expression (3.45) dans le cas de la translation). Les calculs sont donc beaucoup plus lourds et complexes à mettre en place. Cette modélisation est compliquée et toujours en cours de développement mais ne sera pas exposée dans ce manuscrit.

4) Récapitulatif et conclusion

✓ Nous avons dans ce chapitre abordé plusieurs phénomènes spécifiques à l'auto-assemblage, allant des modes de déplacement lors de l'alignement jusqu'aux effets de débordement de l'interface fluide. Ces campagnes de simulations ont permis de quantifier les forces et couples de rappel en fonction de la géométrie des puces et des paramètres expérimentaux (poids de la puce notamment).

✓ Plusieurs points ont pu être mis en évidence. L'analyse des modes de déplacements (singuliers ou couplés) a permis de montrer l'aspect séquentiel de l'alignement mais également la nécessité d'un bon parallélisme entre la puce et le support (section *2-3*). Le tilt (rotation horizontale) est le mode le plus problématique du fait de son instabilité pour des volumes de gouttes important.

✓ Les études menées sur le débordement (section *2-4*) ont mis en évidence l'impact du poids de la puce sur la génération d'un bourrelet de l'interface fluide en bord de zone de confinement et ce, pour les deux types de confinement (contraste de mouillabilité et topologie).

✓ La mise en place d'un nouveau modèle prenant en compte l'étalement du fluide lors des simulations a quant à lui autorisé l'étude de phénomènes jusqu'à lors non-étudiés comme par exemple l'impact des défauts de mouillabilité sur le désalignement final (section *2-5*). Les résultats obtenus avec ce modèle mettent en évidence l'excellente corrélation entre les observations expérimentales infrarouge et les simulations.

✓ Enfin, un modèle analytique a été mis en place et propose un outil prédictif permettant le calcul des forces de rappel (dans le cas d'une translation pure) pour des géométries complexes de puces (polygones convexes ou non) et des directions de translation variables. Ce modèle a notamment été appliqué pour le calcul des forces de rappel de microsystèmes présentés dans la littérature.

Références:

[Bailey 1967] A. Bailey, S. Kay, " *A direct measurement of the influence of vapour, of liquid and of oriented monolayers on the interfacial energy of mica* ",*Proc. R. Soc. Lond*. A vol. 301, (1967).

[Berthier 2007]: J. Berthier, P. Dubois, P. Clementz, P. Claustre, C. Peponnet, Y. Ouillet, " *Actuation potentials and capillary forces in electrowetting based microsystems* ", *Sensors and Actuators A : Physical*, Volume 134, Issue 2, 15 March, Pages 471–479, (2007).

[Berthier 2010] J. Berthier, P. Silberzan, "*Microfluidics for biotechnology"*, 2nd Ed. Artechhouse, (2010).

[Berthier 2010b]. J. Berthier, K. Brakke, F. Grossi, L. Sanchez, L. Dicioccio. "*Silicon Die Self-alignment on a Wafer: Stable and Unstable Modes*", *Sensors & Transducers Journal*, Vol. 115, pp. 135-150. (2010).

[Berthier 2011] J.Berthier, S.Mermoz, K. Brakke, L. Sanchez, C. Frétigny, L. Dicioccio, "*Self-alignment of Silicon Chips on Wafers: a Numerical Investigation of the Effect of Spreading and Wetting", Sensors & Transducers Journal*, Vol. 13, pp. 44-52, (2011).

[Berthier 2012] J. Berthier, "*Les forces capillaires : une solution d'avenir pour les microsystèmes"* , (2012).

[Berthier 2013] J.Berthier, K.Brakke, E.Berthier, "A general condition for spontaneous capillary flow in uniform cross-section microchannels" , *Microfluidics and Nanofluidics*, (2013).

[Blake 2006] Blake TD. " The physics of moving wetting lines". *J. Colloid Interface Sci*. 299:1–13. (2006).

[Blake & De Coninck 2011] Blake TD, De Coninck J. " Dynamics of wetting and Kramers' theory". *Eur. Phys. J. Spec. Top*. 197:249–64. (2011).

[Bonn 2009] Bonn D, Eggers J, Indekeu J, Meunier J, Rolley E. " Wetting and spreading". *Rev. Mod. Phys.* 81:739–805, (2009).

[Brakke 1992] : Kenneth Brakke "*Surface Evolver, Experimental Mathematics* », (2012).

[Cassie 1944] Cassie, A. B. D.; Baxter, *S. Trans. Faraday Soc*., 40, 546, (1944).

[Comsol]Comsol website : *www.comsol.com/*

[De Gennes 1985] P.G. De Gennes, "Wetting : statics and dynamics", *Rev Mod Phys,* vol57, n°3, part I, (1985).

[De Gennes 2002] De Gennes PG, Brochart-Wyart F, Quéré D, "*Gouttes, Bulles, Perles et Ondes* " , eds. 2002.

[Deegan 1997] Deegan RD, Bakajin O, Dupont TF, Huber G, Nagel SR, Witten TA. "Capillary flow as the cause of ring stains from dried liquid drops ". *Nature* 389:827–29, 1997.

[FLOW3D]Flow3D website: *http://www.flow3d.com*

[Gibbs 1961] J. W. Gibbs, « *The Scientific Papers* », Volume 1 Thermodynamics, 1961.

[Grossi 2010] F. Grossi, « Thèse: Techniques innovantes d'auto-assemblage, d'auto-alignement et de connectique de puces sur substrat basées sur le collage direct », 2010.

[Jaycock 1977] M.J. Jaycock, G.D. Parfill, « *Chemistery of interfaces »*, chapter 5, 1983.

[Kulkarni 2007] Kulkarni, « *Tuning the hydrophobic properties of silica particles by surface silanization using mixed self-assembled monolayers* », 2007.

[Langbein 2002] D. Langbein, « *Capillary Surfaces Shape - Stability – Dynamics, in Particular Under Weightlessness* », Springer 2002.

[Leger 1992] L. Leger, J F. Joanny, « *Liquid spreading* », Rep. Prog. Phys. 55 431, 1992

[LIN 2007] C. Lin, « *Uni-direction Orienting and Size Effect Automatic Alignment Using Capillary Based in Fluidic Self-Assembly Process* », Innovative Computing, Information and Control, p.441, 2007.

[Mastrangeli 2010] M. Mastrangeli, « *Challenges for Capillary Self-Assembly of Microsystems* », 2010.

[Ondarçuhu 1995] T. Ondarçuhu, « *Mouillage de surfaces mixtes* », Bulletin de la S.F.P. (102) décembre 1995

[Ondarçuhu 2005] T. Ondarçuhu, A. Piednoir, « *Pinning of a contact line on nanometric steps during the dewetting of a terraced substrate* », Nano Lett. Sept 2005.

[Quéré 2005] D. Quéré , « *Les surfaces super-hydrophobes* », 2005.

[Ramé & Garoff 1996] Ramé E, Garoff S. « *Microscopic and macroscopic dynamic interface shapes and the interpretation of dynamic contact angles* ». J. Colloid Interface Sci. 177:234–44, 1996.

[Rowlinson & Widom 1982] Rowlinson JS, Widom B. 1982. « *Molecular Theory of Capillarity* ». Oxford, Clarendon, 1982.

[Snoeijer 2008] Snoeijer JH, Andreotti B, « *A microscopic view on contact angle selection* ». Phys. Fluids 20:057101, 2008.

[Snoeijer & Eggers 2010] Snoeijer JH, Eggers J. « *Asymptotics of the dewetting rim* ». Phys. Rev. E 82:056314. 2010.

[Tanner 1979] L. H. Tanner. « *The spreading of silicone oil drops on horizontal surfaces* ». J. Phys. D, 12:1473, 1979.

[Toshev 2006] Toshev, B. V., « *Gibbs' thermodynamics of wetting* », International Journal of Mechanical Engineering Education; Jul. 2006, Vol. 34 Issue 3, p256, 2006.

[Treise 2005] I. Treise, N. Fortner, B. Shapiro and A. Hightower, « *Efficient energy based modeling and experimental validation of liquid filling in planar micro-fluidic components and networks* », Lab Chip, 5, 285–297, 2005.

[Wenzel 1936] Wenzel, R. N. Ind. Eng. Chem. 1936, 28, 988

[Young 1805] T. Young. « *An essay on the cohesion of fluids* ». Phys. Rev. Lett., 95:65, 1805.

[Zhang 2012] L. Zhang, N. Zhao, J. Xu, « *Fabrication and application of superhydrophilic surfaces: a review* », Journal of Adhesion Science and Technology 2012.

Glossaire :

P : *Pression [N.m^{-2}]*

V : *Volume [m^3]*

A : *Surface, aire [m²]*

r : *Rayon de l'interface de contact liquide-solide [m]*

h : *Hauteur du film de liquide [m]*

θ : *Angle de contact / Angle de raccordement [°]*

θ^* : *Angle de contact apparent [°]*

α : *Angle entre deux plans [°]*

ϕ : *Angle de contact / Angle de raccordement dans le cas du canthotaxis [°]*

R : *Rapport entre la surface réelle et la surface apparente*

ϕ_s : *Fraction surfacique*

E : *Energie de surface [N.m]*

τ : *Temps caractéristique* [s]

η : *Viscosité [Pa.s]*

U : *Vitesse [m.s^{-1}]*

L : *Longueur caractéristique [m]*

D : *Coefficient de diffusion [m.s^{-2}]*

c : *Concentration chimique [Kg.m^3]*

F : *Force [N]*

s : *Segment d'un polygone[m]*

Sf : *Shift Number*

R_e : *Rayon externe [m]*

R_i : Ra*yon interne [m]*

Chapitre IV: Etudes expérimentales et réalisation d'assemblages pour la microélectronique

Dans ce chapitre nous allons nous focaliser sur la mise au point de structures dédiées à l'auto-assemblage. A l'augure des simulations numériques et des modélisations réalisées dans le chapitre III, le choix de la forme des puces s'est orienté naturellement vers la forme carrée notamment en regard des forces de rappels élevées que présente cette géométrie de structure. Les premiers essais d'auto-assemblage réalisés dans la thèse de François Grossi [Grossi 2010] ont mis en évidence la nécessité de réaliser un plot d'assemblage. A la suite de ces travaux, plusieurs problématiques, en particulier le design du plot d'assemblage, avaient été soulevées.

Dans le cadre de ce chapitre, nous allons voir quels sont les paramètres qui conditionnent l'obtention de l'effet d'auto-assemblage et dans quelle mesure cet effet peut être contrôlable et répétable. Une étude complète du design du plot d'assemblage (couplée à des simulations) est nécessaire afin d'évaluer quels sont les paramètres régissant l'effet d'auto-alignement. Ces essais permettront également de vérifier la validité du modèle numérique établi au chapitre précédent et de venir l'enrichir. Une fois ces paramètres identifiés, nous allons donc pouvoir définir une structure « optimale » pour l'auto-assemblage et trouver les solutions techniques permettant la réalisation d'une telle structure.

Aux vus des simulations plusieurs paramètres semblent jouer un rôle majeur tel que l'état de surface du plot ou encore son dimensionnement. Dans la section *2-2* du chapitre III, l'impact de la hauteur de plot n'a pas pu être évalué compte tenu des limites du logiciel. Une étude complète de ce

paramètre est présentée dans le cadre de ce chapitre. Une fois les premiers essais effectués, une analyse des résultats (en termes d'alignement et de qualité de collage) permettra de mettre en évidence l'impact de chaque paramètre sur le processus d'auto-assemblage.

Une fois le design « optimal » définit, nous allons présenter les différentes options d'intégration envisagées et les évaluer, que ce soit en termes de faisabilité technique ou en termes de types de matériaux existants. Il est en effet primordial que ces matériaux restent compatibles avec l'environnement salle blanche et avec notre application. Afin de permettre l'utilisation de certains matériaux (polymère hydrophobe), une nouvelle méthode de préparation au collage direct a été établie et est présentée dans la section *1-5-4* d de ce chapitre.

Afin d'évaluer les performances de cette nouvelle intégration, une méthode de caractérisation permettant de mesurer les capacités de confinement des structures a été mise en place (VMC = volume Maximal Confiné) et est détaillée dans ce chapitre. Cette méthode permet, entre autre, de comparer quantitativement les capacités de confinement des différents designs de structures.

Pour finir, les résultats obtenus avec ce nouveau design de structures sont présentés et discutés dans la dernière section de ce chapitre.

1) Création de structures dédiées à l'auto-assemblage – puces Si-SiO_2..... 135

1-1 Auto-assemblage et prérequis sur les étapes technologiques 135
1-1-1 Définition des objectifs et des contraintes 135
1-1-1.a *Compatibilité avec l'environnement salle blanche* 135
1-1-1.b *Valeur d'alignement – objectif 1 µm* 135
1-1-1.c *Hybridation par collage direct* 136
1-1-2 Principe d'alignement sur des structures silicium..... 137
1-1-2.a *Alignement via les traits de découpe* 137
1-1-2.b *Alignement par l'intermédiaire d'un plot* 138
1-1-2.c *Le fluide comme vecteur d'alignement*..... 138

1-2 Réalisation de structures utilisant la topologie comme méthode de confinement 140
1-2 -1 Définition du type de structures 140
1-2-2 Réalisation de plots permettant le confinement de la goutte..... 141
1-2-2.a *Les paramètres à considérer- dimensionnement* 141
1-2-2.b *Les différents types de gravure (humide/sèche)* 143
▪ La gravure sèche plasma de type RIE 143
▪ La gravure profonde sèche plasma de type DRIE 144
▪ La gravure humide par chimie en milieu aqueux..... 145
1-2-2.c *Sélection de la méthode de gravure* 146
1-2-2.d *La réalisation des structures*..... 147

1-3 Préparation et auto-assemblage des structures..... 149
1-3-1 Préparation pour le collage direct..... 149
1-3-1.a *Le stripping de la résine*..... 149
1-3-1.b *Activation de surface – surface hydrophile* 150
1-3-2 L'auto-assemblage des structures 152
1-3-2.a *Le banc d'assemblage*..... 152
1-3-2.b *Déroulement d'un auto-assemblage* 153
1-3-2.c *Le recuit de consolidation du collage*..... 156

1-4 Résultats et interprétation pour les structures avec topologie seule..... 156
1-4-1 Alignement et rendement..... 157
1-4-1.a *Impact du traitement de surface*..... 157
▪ Comportement des puces dites hydrophiles 158
▪ Comportement des puces dites hydrophobes 158
1-4-1.b *Impact du volume de la goutte* 160
▪ Comportement des puces dites hydrophiles 160
▪ Comportement des puces dites hydrophobes 160
1-4-1.c *Impact de la présence de contour de plot*..... 161
1-4-1.d *Impact de la méthode de dépose – cinétique du fluide*..... 162
▪ La méthode de dépose standard 163
▪ La méthode de dépose par mise en contact (DMC) 164
1-4-1.e *Impact de la hauteur du plot*..... 166
1-4-2 Qualité de collage..... 167
1-4-2.a *Qualité de collage des puces hydrophiles*..... 168
1-4-2.b *Qualité de collage des puces hydrophobes* 168

1-4-3 Conclusion sur l'auto-assemblage de structures avec topologie seule 170

2) Création de structures mixtes pour l'auto-assemblage 173

1-5 Réalisation de structures utilisant la topologie et le contraste chimique comme méthodes de confinements – structures mixtes 173

1-5-1 Présentation des méthodes d'intégrations possibles 175
1-5-1.a *Le traitement plasma localisé*..... 175
1-5-1.b *La double photolithographie* 177
1-5-1.c *L'utilisation d'un dépôt hydrophobe résistant*..... 178

1-5-2 Etudes des matériaux/couches hydrophobes..... 178
1-5-2.a *Les contraintes dues à l'utilisation du collage direct*..... 178
1-5-2.b *La structuration de surface* 178
1-5-2.c *Les dépôts hydrophobes* 179

1-5-3 Etude du polymère hydrophobe C_4F_8..... 182
1-5-3.a *Angle de goutte et préparation de surface* 184
1-5-3.b *Comportement morphologique du polymère*..... 184

1-5-4 Réalisation de structures mixtes 184
1-5-4.a *Intégration du dépôt hydrophobe dans le procédé* 184
1-5-4.b *Adaptation de l'étape de découpe* 186
1-5-4.c *Dépôt pleine plaque – impact de la rugosité de la surface*..... 188
1-5-4.d *Les étapes de préparation au collage*..... 190
1-5-4.e *Le stripping de la résine – lift off* 194
1-5-4.f *Observations MEB et EDX*..... 195

1-5-5 Etude de la capacité de confinement des structures..... 197
1-5-5.a *Valeur de confinement maximale*..... 197
1-5-5.b *Confinement en fonction des étapes de préparation* 199

1-6 Résultats et interprétations pour les structures mixtes 201

1-6-1 Alignement et rendement..... 201
1-6-1.a *Rendement d'alignement en fonction de la hauteur du plot* 201
1-6-1.b *Causes de défaillance de l'alignement* 202

1-6-2 Qualité de collage..... 202
1-6-2.a *Qualité de collage des structures mixtes*..... 202
1-6-2.b *Impact de la présence d'eau à l'interface des puces* 204

1-7 Récapitulatif et tableau comparatif en fonction du type de structures 207

3) Récapitulatifs et conclusion 209

1) Création de structures dédiées à l'auto-assemblage – puces Si-SiO_2

1-1 Auto-assemblage et prérequis sur les étapes technologiques

1-1-1 Définition des objectifs et des contraintes

a) Compatibilité avec l'environnement salle blanche

Tout au long de cette étude, l'intégralité des expérimentations a été réalisée en salle blanche, au sein d'un environnement régulé en contamination particulaire et contrôlé en température (21°) et humidité. Le travail au sein de cet environnement nécessite le respect de règles, notamment au niveau des matériaux et des produits que l'on souhaite utiliser. De plus, la cohabitation entre des technologies Front end (FEOL) et des technologies Back-end (BEOL) et packaging ne tolèrent pas le même niveau de contamination (figure 4.01). Il est donc primordial d'identifier le type de contamination tolérable en fonction des étapes du procédé de fabrication.

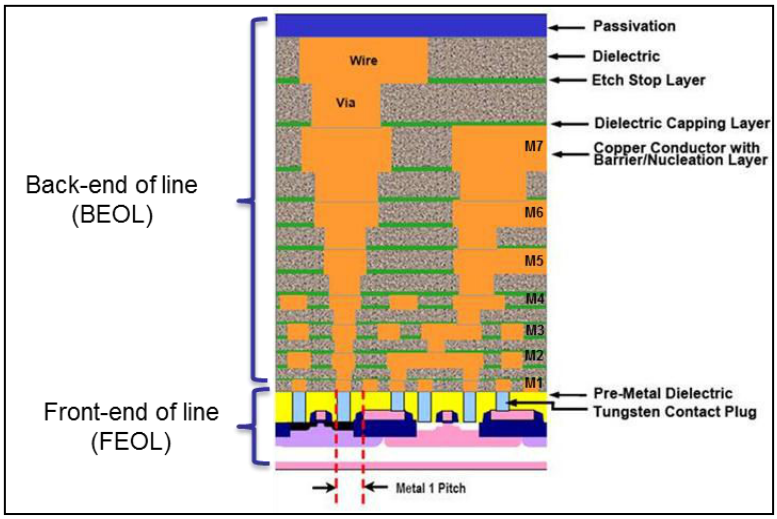


Figure 4.01 : Représentation d'un circuit électrique avec la zone active, dite front-end où se trouve la partie active des composants (transistors) et la zone d'interconnexions dite back-end avec les différents niveaux métalliques (M1, M2, M3,…).

La réalisation des puces dédiés aux études de l'auto-assemblage nécessite l'utilisation d'étapes de type Front-end (photolithographie, gravure, dépôt) et d'étapes de type Back-end (découpe, polissage mécano-chimique). Le cas du collage direct mérite d'être abordé ici car il nécessite l'utilisation de surfaces exemptes de toutes particules ou contaminations organiques. Ce procédé peut donc être assimilé à un procédé font-end. La gestion des niveaux de contaminations est donc un facteur clé dans la mise en place du procédé de collage. Cet aspect gestion de la contamination joue également un rôle important au niveau du choix matériaux utilisables dans notre intégration. En effet l'utilisation de nombreux matériaux est extrêmement réglementée voir interdite (c'est par exemple le cas de l'or).

b) Valeur d'alignement – objectif 1 µm

Comme nous l'avons montré dans le chapitre I, la quantité d'informations transitant verticalement entre la/les puces et le substrat ne cesse d'augmenter. Cette tendance se traduit par un besoin croissant en nombre d'interconnexion disponibles. Par conséquence, le « pitch », c'est-à-dire la

distance moyenne entre deux interconnexions voisines tend à diminuer de plus en plus. Cette évolution peut s'expliquer par le besoin constant d'augmenter la quantité et la vitesse des informations échangées entre les différents dispositifs (carte mère, mémoire, logique, capteur,…). Des densités de l'ordre de 10^6 interconnexions par cm² sont aujourd'hui nécessaires pour répondre aux besoins en performance de ces dispositifs (rapidité de communication, d'échange d'information).

La valeur de 1 µm comme distance séparant deux interconnexions voisines coïncide avec les besoins futurs en termes de densité d'interconnexion (cf. chapitre I section 2-1-2). Elle sera donc notre objectif. Les outils de « Pick&Place » (P&P) actuels, permettent d'atteindre des alignements de l'ordre du micron bien que cela se fasse au détriment d'une cadence d'assemblage très faible comme nous l'avons vu dans le chapitre I section 2-2-1. L'auto-assemblage peut alors être vu comme une technologie permettant de gagner en cadence d'alignement sans dégrader la précision obtenus, comme le présente la figure (4.02).

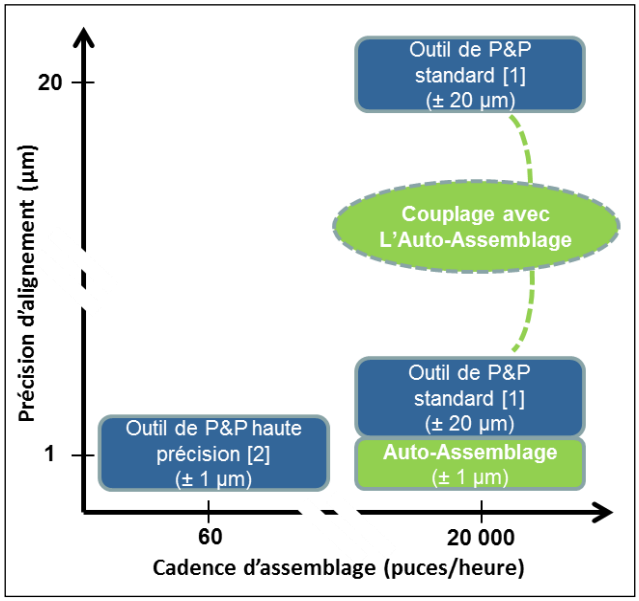


Figure 4.02 : Représentation schématique de l'apport de l'auto-assemblage en termes de précision d'alignement et de cadence d'assemblage. [1] Equipment BESI 2100xP. [2] Equipment SET FC300.

c) Hybridation par collage direct

L'auto-alignement repose sur un phénomène spontané, dans le sens où l'alignement s'effectue sans action extérieure. Il semble donc pertinent d'utiliser une méthode d'hybridation présentant un comportement autonome similaire et le collage direct s'inscrit en adéquation avec cette philosophie. Comme la section 1-2-4 b du chapitre I l'a présenté, l'étape de collage repose uniquement sur la préparation au préalable des surfaces à hybrider (hydrophilie, rugosité, planéité). Ces trois paramètres sont les clés permettant de réaliser une mise en contact intime des surfaces lors de l'assemblage (figure 4.03).

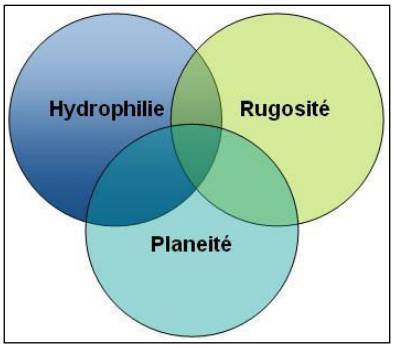


Figure 4.03 : Triptyque nécessaire à l'utilisation du collage direct : une surface très hydrophile (angle de goutte inférieur à 5 °), faiblement rugueuse (rugosité inférieure à 0.6 nm RMS sur 1x1 µm²), et présentant une très bonne planéité (faible courbure de la surface).

Il est important d'utiliser un procédé d'hybridation ne nécessitant pas de déplacer les puces après l'étape d'auto-alignement, sous peine de dégrader ce dernier. Le collage direct ne nécessite pas d'appui mécanique sur les surfaces pour que l'hybridation soit effective, contrairement à d'autres procédés (thermocompression, micro-insert, flip chip,…). Le collage direct se déroule dans un premier temps à température ambiante (20°C) directement après la mise en contact des surfaces. Afin d'obtenir une bonne tenue mécanique l'interface de collage est ensuite renforcée via un recuit de consolidation.

1-1-2 Principes d'alignement sur des structures silicium

Les premiers essais d'auto-assemblage, dont le principe a été présenté au chapitre I section 2-2-2, ont été réalisés dans le cadre de la thèse de François Grossi [Grossi 2010]. Ces travaux portaient sur l'utilisation de carrés de silicium découpés à l'aide d'une scie diamantée. Ces structures ne présentaient pas de système spécifiquement développé pour confiner la goutte de fluide à la surface de la puce.

a) Alignement via les traits de découpe

La première idée développée est celle d'utiliser les bords de découpe des puces comme méthode de confinement. Cela revient à utiliser exclusivement un confinement par topologie. Des puces carrées de 2x2 mm² à 10x10 mm² ont donc été découpées dans un substrat de silicium de 725 µm d'épaisseur (figure 4.04).

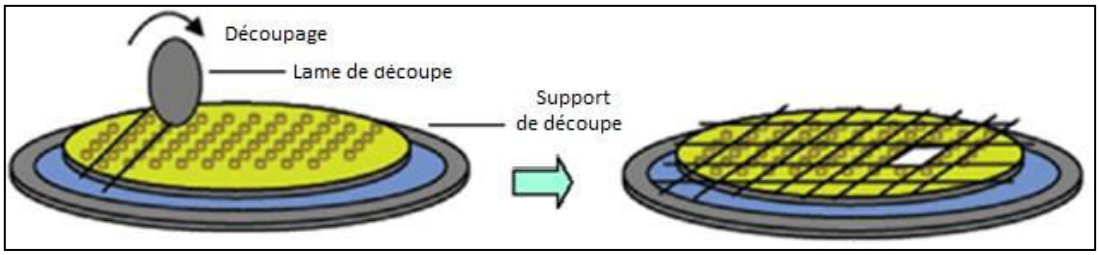


Figure 4.04 : Représentation de l'étape de découpe des puces.

Les études menées avec ce type de structure ont montré que la qualité de l'alignement des puces dépendait de la précision avec laquelle elles étaient découpées. Cette précision varie d'un équipement de découpe à l'autre mais elle est en générale estimée entre 5 et 30 micromètres [Disco 2014]. Avec ce type de structure, il est difficile d'évaluer la qualité de l'alignement, si ce n'est visuellement lorsque la puce est ramenée dans sa position d'équilibre.

Pour améliorer la précision d'alignement, il est impératif de contrôler précisément la taille des structures que l'on auto-assemble. Ce contrôle permet de décorréler l'erreur due à l'alignement de celle dû à la variation de taille des structures (figure 4.05).

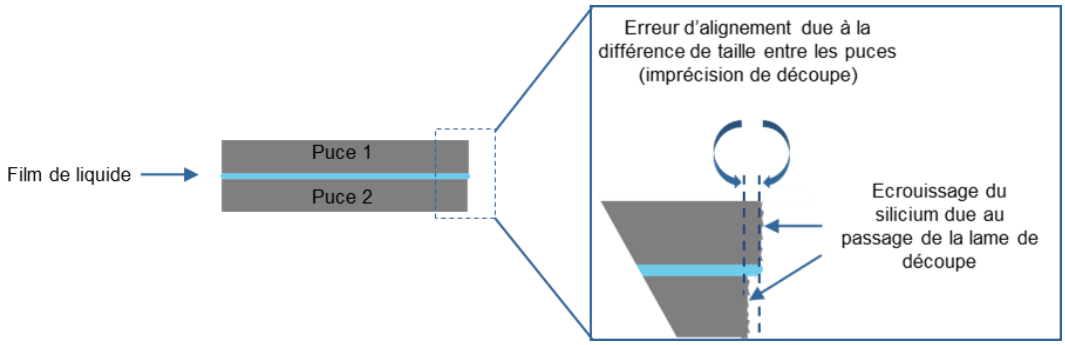


Figure 4.05 : Représentation schématique de l'erreur de positionnement de la lame de découpe.

- ***Récapitulatif des études précédentes:***
  - Ces études ont montrées que l'effet d'auto-alignement entre deux puces pouvait être mis en œuvre, au moins visuellement, grâce au confinement assuré par les traits de découpe.
  - Ce type de confinement ne peut être utilisé que dans le cas d'auto-assemblage de puce à puce.
  - Le positionnement du trait de découpe joue un rôle critique sur le dimensionnement des puces et donc sur l'alignement obtenus.

b) Alignement par l'intermédiaire d'un plot

A la vue des études précédentes, la principale difficulté consiste donc à localiser très précisément les points d'accroche de la goutte de fluide sur les structures à aligner. Deux paramètres sont à considérer : le dimensionnement des objets à auto-aligner et la localisation de la zone de confinement du fluide.

Une alternative à l'utilisation des bords de découpe est de créer artificiellement un bord de puce via la création d'un « plot ». Ce plot sera réalisé grâce à une étape de photolithographie et une étape de gravure. Le dimensionnement du plot et son positionnement par rapport à la surface de la puce seront alors assujetti à la précision de l'équipement de photolithographie. De plus, grâce à la création d'une topologie (plot), on peut élargir l'auto-assemblage de puce à puce à l'auto-assemblage de puce à plaque. L'impact et les améliorations de cette méthode seront présentés dans la suite de ce chapitre.

c) Le fluide comme vecteur d'alignement

Le dernier point à définir est le fluide qui sera utilisé comme vecteur de réalignement de la puce supérieure. Le fluide doit nécessairement présenter une grande tension de surface car, comme nous l'avons vu dans le chapitre III, la force de rappel est directement corrélée à la tension de surface du fluide. L'un des autres paramètres à considérer est l'impact du fluide sur l'étape de collage direct.

Idéalement, la présence du fluide devrait être limitée à l'étape d'auto-alignement et pas à celle de l'hybridation (i.e. du collage). Le tableau (4.06) présente une liste non exhaustive de la plupart des fluides utilisables en salle blanche ainsi que la tension de surface associée et le numéro CAS (numéro d'enregistrement unique auprès de la banque de données de Chemical Abstracts Service).

Liquide	Tension de Surface (mN/m)	Numéro CAS
1,2-dichloroethane	33,3	1300-21-6
1-chloro-butane	23,1	109-69-3
aniline	43,4	62-53-3
anthranilic-acid-ethylester	39,3	87-25-2
benzyl alcohol	38,9	100-51-6
chloroform	27,5	67-66-3
cyclopentanol	32,7	96-41-3
dichloro-methane	28,6	75-09-2
diiodo-methane	50	75-11-6
dimethyl-sulfoxide (DMSO)	42,9	67-67-5
ethanol	22,1	64-17-5
ethylene glycol	47,5	107-21-1
formamide	56,9	75-12-7
fumaric-acid-diethylester	31,4	n.a.
glycerol	62,7	56-81-5
hexadecane	27,6	544-76-3
mercury	484	7439-97-6
n-decane	23,4	124-18-5
n-hexadecane	27,1	544-76-3
n-hexane	18,4	110-54-3
PDMS	14,1	63148-62-9
PiBMA	23,7	n.a.
PMMA	32	9003-42-3
sym-tetrabromo-ethane	49,7	79-27-6
tetrachloro-methane	27	56-23-5
thiodiglycol	53	111-48-8
toluene	28,4	108-88-3
water	72,1	7732-18-5

Tableau 4.06 : Tension de surface et numéros CAS des principaux liquides potentiellement utilisable en salle blanche. (Source : http://www.kruss.de/en/theory/substance-properties/liquids.html).

La majorité des fluides présente une tension de surface comprise entre 20 et 50 mN/m. A cela, deux exceptions sont à noter, comme le montre le tableau (4.06). Le fluide présentant la tension de surface la plus élevée est le mercure (484 mN/m), ce qui en ferait un fluide idéal pour maximiser le phénomène de force de rappel. Cependant, d'une part ce n'est pas exactement un fluide à proprement parler puisqu'il est considéré comme un métal liquide à température et pression ambiante, et d'autre part c'est une substance hautement neurotoxique et reprotoxique sous ses formes organométalliques. De par ces propriétés, le mercure ne peut pas être retenu comme un fluide correspondant aux nécessités de l'auto-assemblage.

L'autre liquide intéressant pour l'application ciblée est l'eau (EDI sous sa forme déionisée). Ce fluide présente une tension de surface de l'ordre de 72.1 mN/m et présente l'intérêt majeur d'être compatible avec le procédé de collage direct. Comme nous l'avons vu dans le premier chapitre (paragraphe *1-2-4* b), le collage direct repose sur la mise en commun de liaisons hydroxyles (liaison –OH) entre deux surfaces préparées morphologiquement. L'ajout d'une interface d'eau déionisée ne semble donc pas à priori préjudiciable pour l'étape de collage, mais nécessite de vérifier comment l'apport d'eau en excès est géré par les interfaces au cours du temps. De par sa tension de surface élevée et sa compatibilité avec le collage direct, et plus généralement avec l'environnement salle blanche, l'eau déionisée est le fluide le plus intéressant dans le cadre de l'auto-assemblage.

1-2 Réalisation de structures utilisant la topologie comme méthode de confinement.

Dans la continuité des études précédentes, et afin de réaliser des structures plus élaborées, il est important de préciser les caractéristiques des structures que nous souhaitons réaliser. La figure (4.07) présente la nomenclature des termes utilisés pour décrire les structures.

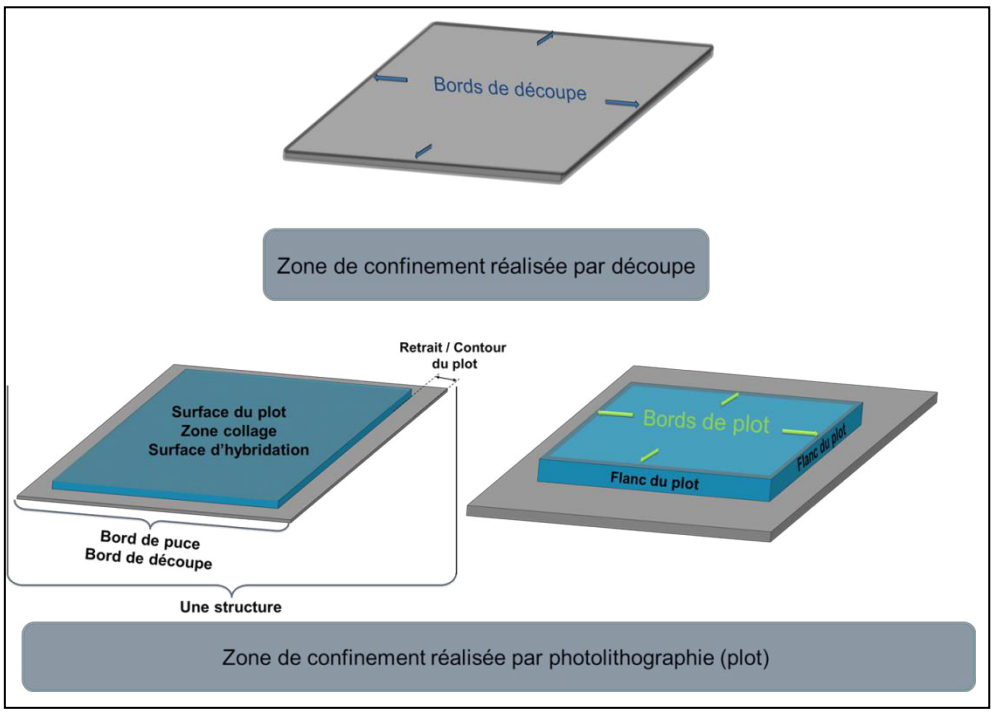


Figure 4.07 : Représentation schématique et nomenclature des termes utilisés pour décrire les structures d'étude. En haut, un carré de silicium découpé grâce à une lame de découpe. En dessous, les structures utilisant un plot défini par photolithographie pour le confinement de la goutte.

En utilisant un outil de photolithographie fonctionnant dans le spectre de l'ultraviolet profond (c'est-à-dire des longueurs d'ondes de 193 nm et de 248 nm), il est possible d'atteindre des précisions de l'ordre de ± 200 nm au niveau du dimensionnement du plot et du positionnement de ce dernier par rapport au substrat (ou à la puce).

1-2 -1 Définition du type de structures

Le but de ces expérimentations est de vérifier la faisabilité de l'auto-assemblage avec des structures présentant des plots. Pour cela deux paramètres seront évalués: la qualité de l'alignement et la qualité de collage. La qualité de l'alignement est évaluée via une observation infrarouge réalisée en transmission au travers des structures empilées (voir chapitre II, paragraphe *2-1*). Les substrats silicium utilisés dans le domaine de la microélectronique ont une épaisseur standardisée de 725 µm. Dans le cadre de l'application qui nous intéresse, il est important que les surfaces de chaque substrat soient polies afin de permettre l'observation en transparence.

La rugosité présente en face arrière des substrats standards (non poli), limite en grande partie le passage du rayonnement infrarouge, ce qui empêche toute observation, et donc mesure d'alignement. Les structures sont donc réalisées sur des substrats silicium dont les deux faces (face avant et face arrière) sont polies via un procédé de polissage mécano-chimique (CMP pour Chemical Mechanical Polishing en anglais), diminuant leurs épaisseurs à 550 µm (figure 4.08).

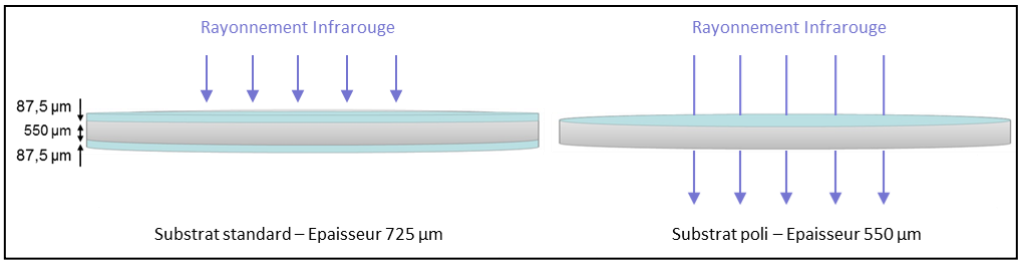


Figure 4.08 : Différences entre substrats standards et substrats polis double face.

Il est également nécessaire que la surface de la plaque présente la plus faible variation d'épaisseur à l'échelle de la plaque. Ce paramètre est plus généralement appelé TTV pour Total Thickness Variation et est représenté sur la figure (4.09). Le TTV est la différence entre le point le plus haut et le point le plus bas de la surface à l'échelle du substrat entier.

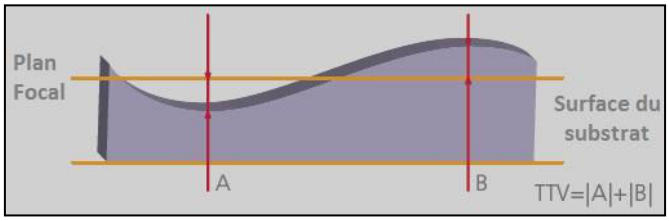


Figure 4.09 : Variation de l'épaisseur du substrat (TTV).

Dans l'optique de réaliser un collage direct, il est nécessaire d'obtenir un contact intime entre les surfaces à hybrider. Il est donc important que les deux surfaces présentent des surfaces les plus lisses et homogènes possible.

1-2-2 Réalisation de plots permettant le confinement de la goutte

a) Les paramètres à considérer - dimensionnement

Cette partie présente comment le dimensionnement des structures a été réalisé. Les structures de tests doivent avant tout être représentatives des structures utilisées lors de l'application finale du procédé d'auto-assemblage. Dans les précédentes études [Grossi 2010], plusieurs essais ont été réalisés avec des puces de silicium de 2x2 mm² à 10x10 mm². Afin de compléter et d'affiner ces études, nous avons délibérément choisi de fixer, dans un premier temps, la taille des structures utilisées à 10x10 mm². Cette valeur semble un bon compromis entre la facilité de mise en œuvre (manipulation des puces à la précelle) et les dimensions de structure existantes dans le milieu de la microélectronique. La figure (4.10) présente les paramètres géométriques utilisés.

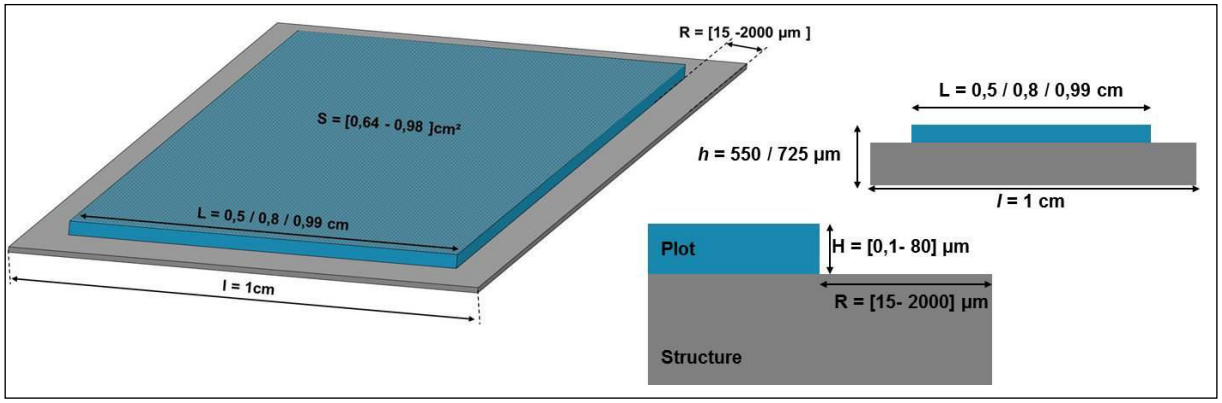


Figure 4.10 : Présentation des paramètres géométriques des structures utilisées.

L'impact de plusieurs paramètres (hauteur et taille latérale du plot, retrait du plot par rapport au bord de puce,…) a été évalué. Le fait de dissocier le bord « physique » de la structure (bord de la puce) du bord d'alignement (bord du plot) permet de relâcher certaines contraintes sur le dimensionnement des structures. Les différents paramètres sont récapitulés dans le tableau (4.11).

Paramètre géométrique	Symbole	Valeur standard [erreur]	Variation du paramètre (% relatif)	Impact sur
Longueur du coté de la puce	*l*	1cm [± 30µm]	-	Poids – Dynamique d'alignement
Longueur du coté du plot	L	0,8 cm [± 100nm]	[0,5 – 0,99] (±30%)	Alignement
Hauteur du plot	H	3µm [± 100 nm]	[0,6 – 80µm] (facteur x10)	Capacités de confinement
Epaisseur du substrat	*h*	550µm	[550µm / 725µm] (±35%)	Poids – Courbure substrat
Retrait du bord de plot	R	2000µm [± 300nm]	[15µm-2000µm]	Capacité de confinement
Surface du plot	S	0,64 cm² [± 10µm²]	[0,25 cm² - 0,98 cm²]	Surface de collage

Tableau 4.11: Dimensionnement des structures destinées à l'auto-assemblage.

Il est par exemple possible d'envisager que le plot d'alignement présente une géométrie différente de celle de la puce. Nous avons mis en évidence dans le paragraphe 3-1 du chapitre III, l'impact de la forme du plot d'alignement sur les forces de rappel. Les simulations ont permis de montrer qu'un dessin carré permet d'obtenir des forces de rappels efficaces et donc un réalignement précis. Les plots d'alignement des structures de test ont donc été dessinés en forme de carré.

Le deuxième paramètre évalué est la taille du plot d'alignement. Trois tailles de plots ont été étudiées pour vérifier l'impact de la taille du plot sur la qualité d'alignement pour des structures de taille fixe. Des structures présentant des plots de 5x5 mm², 8x8 mm² et de 9.9x9.9 mm² ont donc été mises en œuvre (figure 4.12).

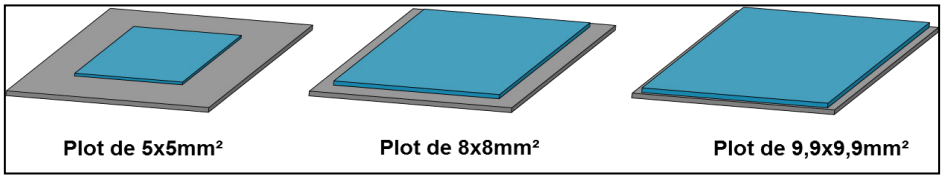


Figure 4.12 : Les différentes tailles de plot (en bleu) envisagées pour des structures de 10x10 mm² de côté.

Un paramètre important est le rapport entre la taille globale de la structure (***l***) et la taille du plot d'alignement (**L**). Ce « retrait » correspond à la distance entre le bord physique de la structure (bord de découpe) et le bord du plot d'alignement qui est gravé. Lors des premiers essais d'alignement effectués sur les bords de découpe, ces deux bords étaient confondus (***l/L =1)***.

Idéalement, ce rapport doit être le plus proche de 1 afin d'avoir la surface de plot la plus grande, car seule la surface du plot est utilisable pour l'hybridation et est donc susceptible de présenter des zones d'interconnexions par la suite. Le retrait de matière effectué pour définir le plot est perdu, mais il est tout à fait envisageable de venir réaliser le retrait du plot dans les chemins de découpe des puces (zones dédiés au passage de la lame de découpe), comme l'illustre la figure (4.13).

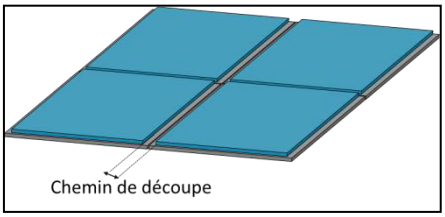


Figure 4.13 : Les chemins de découpe peuvent être utilisés pour graver le plot.

Le dernier paramètre géométrique important est la hauteur du plot d'alignement (H) qui permet de créer une discontinuité physique permettant le confinement du fluide. Il est donc primordial de vérifier quel impact cette hauteur a sur l'alignement des structures et si une hauteur minimale limite peut être définie. Des plots d'une hauteur allant de 1 µm à 80 µm ont été envisagés comme l'illustre la figure (4.14) ci-dessous.

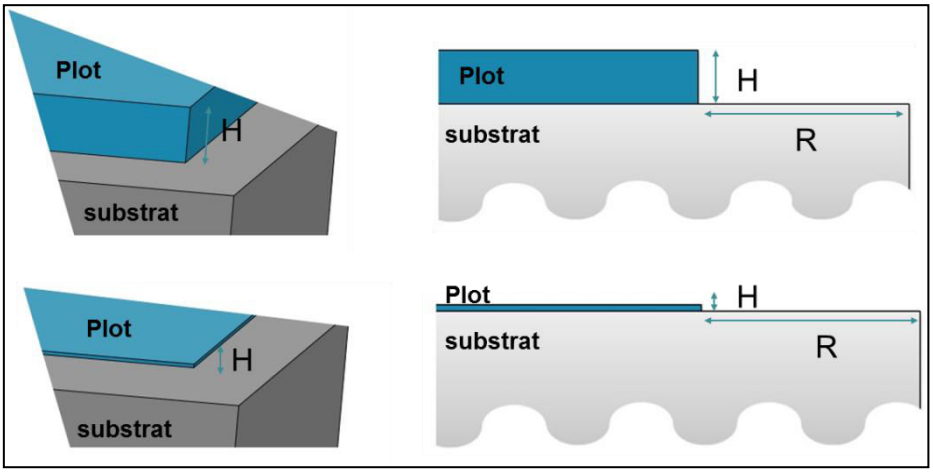


Figure 4.14 : Représentation schématique de la variation de hauteurs de plot (en bleu) envisagées pour des structures de 10x10mm² de côté. La hauteur de plot (H) varie de 1 µm à 80 µm (échelle non respectée).

La notion de hauteur de plot n'a pas pu être abordée lors des simulations comme mentionné dans le chapitre III. L'ancrage du fluide sur les bords de plot étant considéré comme absolu (pas de prise en compte des conditions de débordement), du point de vue du logiciel de simulation, un plot de 1 µm est strictement équivalent à un plot de 80 µm de hauteur.

Afin de créer ces plots, il est nécessaire de regarder de plus près les différentes méthodes permettant la gravure du silicium.

b) Les différents types de gravure (humide / sèche)

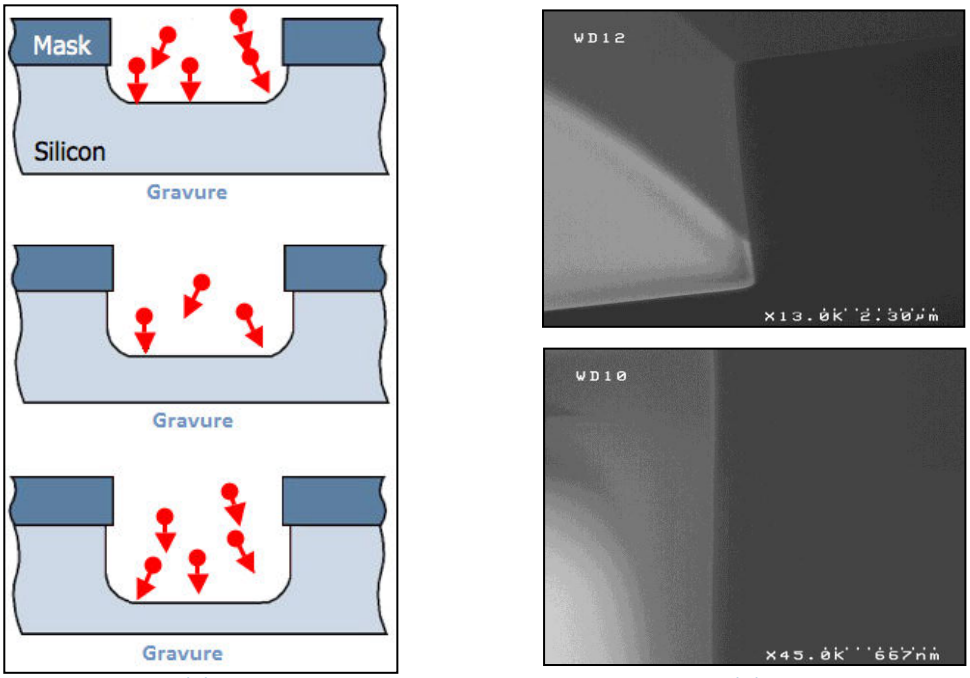
Compte tenu du dimensionnement des structures et de la précision requise pour la localisation et la définition du plot, il est important de sélectionner la méthode de gravure la plus adéquate. On distingue généralement deux grandes familles de gravure. Les gravures dites « sèches » où le retrait de matière est réalisé par l'intermédiaire d'un plasma et les gravures dites « humides » où le retrait de matière s'effectue via une solution liquide de gravure.

- *La gravure sèche plasma de type RIE (Reactive Ion Ecthing)*

La gravure ionique réactive est le type de gravure le plus usuellement utilisé dans la fabrication des composants semi-conducteurs. La gravure est réalisée par l'intermédiaire d'un plasma (gaz de particules chargées et ionisées) généré entre une électrode supérieure et le substrat.

On distingue deux types d'interactions entre le plasma et le substrat à graver. Une interaction de type physique, que l'on assimile le plus souvent à un bombardement ionique de la surface, où les ions vont venir pulvériser la surface et ainsi retirer de la matière. Ce type de réaction est le plus souvent anisotrope et peut être contrôlée via le bias (application d'une tension polarisée entre l'électrode et le substrat). L'autre type d'interaction est chimique, il ne s'agit plus de venir retirer de la matière par pulvérisation mais par réaction chimique du gaz avec le substrat. Ce type d'interactions est considéré comme isotrope. Lors de la gravure ionique réactive, ces deux types

d'interactions contribuent de manière simultanée. Il existe une configuration où le plasma n'est plus généré entre une électrode et le substrat mais entre deux électrodes, c'est ce que l'on nomme les plasmas ICP (pour Inductively Coupled Plasma en anglais). Ces plasmas présentent la particularité d'être générés à une distance plus éloignée du substrat, ce qui permet un meilleur contrôle de l'interaction plasma – substrat, et notamment de privilégier l'interaction chimique. L'un des attraits majeur de la gravure RIE est le très bon contrôle que l'on peut exercer sur la hauteur de gravure et la rugosité des flancs (figure 4.15).



(a) (b)

Figure 4.15 : (a) Représentation schématique du procédé de gravure RIE. La gravure s'effectue au travers d'un masque de résine. (b) Image réalisée au microscope électronique à balayage (MEB) des flancs de gravures après une gravure RIE.

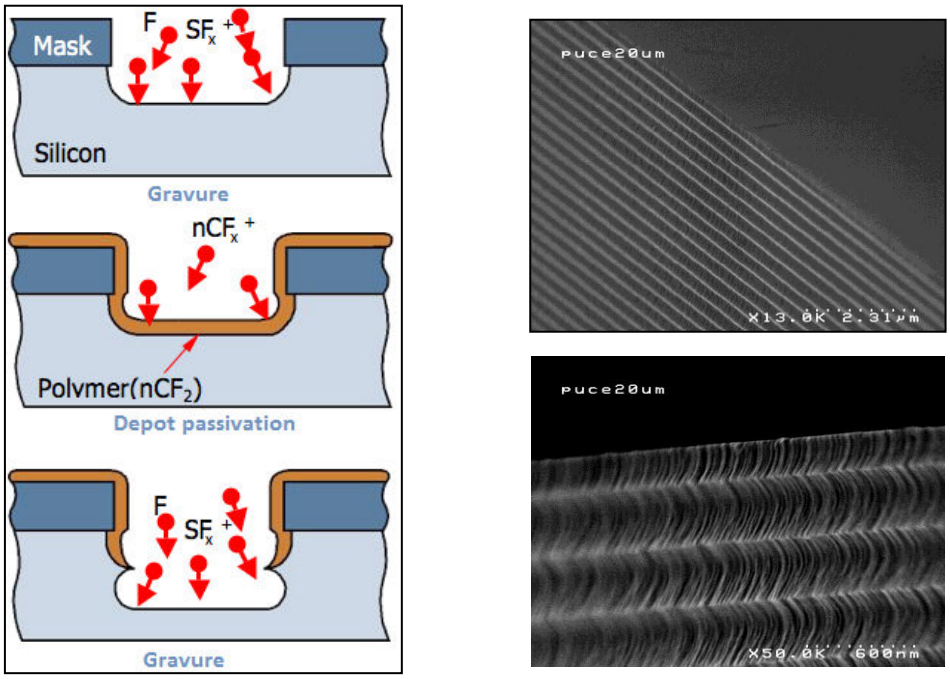
Plusieurs types de gaz peuvent être utilisés en fonction du matériau que l'on souhaite graver. Dans le cadre de notre étude, les matériaux utilisés sont typiquement du silicium (voir du poly-silicium) et de l'oxyde de silicium. Plusieurs variantes de gaz peuvent être utilisées pour graver le silicium, notamment du CF_4 (tétrafluore de carbone) ou du SF_6 (hexafluore de souffre).

La gravure RIE présente néanmoins une limitation au niveau de la profondeur de gravure, ce qui aura donc pour effet de limiter la hauteur des plots potentiellement réalisables. Les gravures RIE peuvent être typiquement de quelques nanomètres et aller jusqu'à un ou deux microns mais avec des temps de gravure élevés (plusieurs heures).

- *Gravure profonde sèche plasma de type DRIE (Deep reactive Ion Ecthing)*

Une alternative à la gravure RIE, consiste à utiliser la gravure profonde, développée par l'équipementier Bosch [Bosch 1996]. C'est un procédé de gravure basé sur l'alternance d'étapes de gravure plasma isotrope (dans le cas du silicium il s'agit d'un gaz SF_6) et d'étapes de passivation (C_4F_8). Ce procédé permet de graver des épaisseurs beaucoup plus grandes (typiquement plusieurs centaines de microns) qu'en gravure RIE standard tout en conservant des temps de procédé relativement court et un profil de gravure vertical.

Ce type de gravure est très présent dans le domaine des MEMS (MicroElectroMechanical Systems en anglais), et de l'intégration 3D (réalisation de la gravure profonde des TSV – Through Silicon Via) car il permet de graver rapidement de grandes profondeurs. L'alternance entre les étapes de passivation et les étapes de gravure permet de passiver les flancs de gravure tout au long du procédé. Des groupes fonctionnels SiOxFy sont produits à partir de CF_4 et d'oxygène gazeux. Ces groupements viennent se condenser sur les flancs de gravure et les protègent, comme le présente le schéma (4.16).



(a) (b)

Figure 4.16 (a) Alternance d'étapes de gravure et d'étapes de passivation constituant le procédé de gravure profonde Bosch. (b) Observations MEB des flancs de gravures après un procédé de gravure profonde. L'alternance des étapes sur visible sur les flancs de gravure.

L'alternance de ces étapes a pour effet de texturer les flancs de gravure. Ce phénomène se nomme le « scalloping », et peut être contrôlé afin d'être minimisé si l'on cherche à obtenir des flancs lisses. Dans le cadre de notre application, ce phénomène résiduel a plutôt tendance à nous aider car le fait de texturer ou de rendre une surface plus rugueuse a pour conséquence d'augmenter l'hydrophobie de cette dernière, comme nous l'avons vu dans le chapitre III, paragraphe *1-2-2*.

- *Gravure humide par chimie en milieu aqueux*

Une autre voie envisageable est l'utilisation de la gravure par voie humide. Ce type de gravure repose sur l'utilisation d'une solution liquide permettant de graver chimiquement et sélectivement différents matériaux. En modifiant les concentrations de l'espèce réactante, il est possible d'étalonner les vitesses de gravure pour un type de matériau. Lors d'une gravure par voie humide, la couche est attaquée de façon équivalente suivant toutes les directions de l'espace. On dit que la gravure est isotrope.

Dans le cadre de l'application qui nous intéresse, il est nécessaire de contrôler avec une grande précision la gravure du plot. La gravure humide étant isotrope, il est difficile de limite les effets de gravure latérale sous le masque de résine, ce qui a pour effet modifier drastiquement la taille latérale du plot, comme présenté dans la figure (4.17).

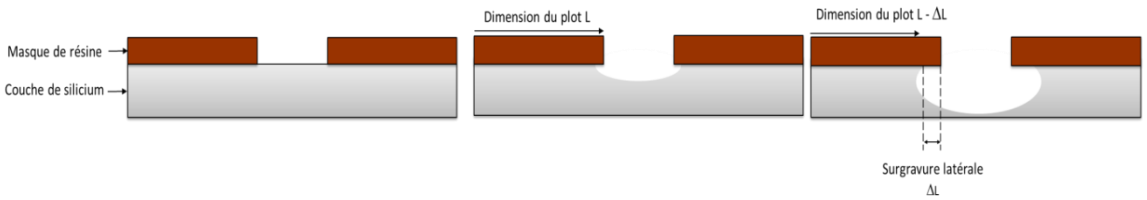


Figure 4.17 : Impact d'une gravure par voie humide sur le dimensionnement des plots. La sur-gravure latérale modifie la dimension latérale des plots, ce qui entraine une erreur résiduelle impactant l'alignement entre les structures.

c) Sélection de la méthode de gravure

Après avoir détaillé les différentes méthodes de gravure, il est nécessaire de sélectionner celle qui est le mieux adaptée à notre application, compte tenu des contraintes de dimensionnement et de fabrication.

La contrainte principale est la hauteur de plot à graver, qui est assimilé à la profondeur de gravure telle qu'on l'entend usuellement. En effet, la faisabilité de plots de 80 micromètres de hauteur élimine d'emblée la gravure RIE limitée à des gravures de quelques micromètres de profondeur. Il reste cependant possible de découpler le type de gravure utilisé en fonction des différentes tailles de plots. La gravure RIE présente les avantages d'un très bon contrôle de la profondeur de gravure et de la rugosité des flancs. La gravure RIE sera utilisée pour la réalisation de plots dont la hauteur est inférieure à 5 µm.

L'utilisation de la gravure humide est problématique compte tenu des dimensions à considérer, notamment par l'effet isotropique qu'elle entraine. Graver 80 micromètres verticalement induit une sur-gravure latérale sous le masque de résine, ce qui comme nous l'avons vu dans le paragraphe précédent mène à une erreur sur le dimensionnement latéral du plot. Les critères de sélections sont résumés dans le tableau (4.18).

Méthode de gravure	Gravure sèche RIE	Gravure sèche DRIE	Gravure humide
Profondeur maximale (limitée à 100 µm)	5 µm	100 µm	100 µm
Temps de cycle	Lent	Rapide	Rapide (Traitement parallèle)
Effet de sur-gravure latérale	Possible	Non	Oui
Verticalité des flancs de gravure	Non	Oui	Oui
Adéquation avec les besoins de l'application	Pour de faibles hauteurs de plot seulement	Oui	Non

Tableau 4.18 : Comparaison entre les différentes méthodes de gravure.

➢ ***Conclusion:***

➢ La gravure profonde (DRIE) réunie quant à elle les caractéristiques souhaitées pour la réalisation de plot dont la hauteur est supérieure à 5 µm. Des profondeurs de l'ordre de la centaine de micromètres peuvent être atteintes sans que cela ne se fasse au détriment d'un temps de gravure élevé.

➢ De plus, l'effet de passivation « progressive » des flancs de gravure limite l'effet de sur-gravure latérale et permet de s'assurer de la verticalité des flancs des plots et du bon dimensionnement latéral des plots. Pour la gravure des plots de dimension supérieure à 5 µm, nous aurons recourt à la gravure DRIE.

d) La réalisation des structures

Les étapes permettant la réalisation des plots sont les suivantes : une oxydation thermique est premièrement effectuée sur ces substrats afin de faire croître un oxyde de silicium de 50 nm d'épaisseur. Cette couche d'oxyde comme nous le verrons par la suite est nécessaire pour la réalisation d'un collage hydrophile entre les structures. Les plots sont ensuite définis via une étape de photolithographie. La résine utilisée permet la gravure du silicium sur une profondeur de 80 µm (figure 4.19). La résine étant progressivement consommée lors de la gravure, il est donc nécessaire d'avoir une résine suffisamment épaisse pour réaliser des gravures profondes. Lors de l'étape de gravure proprement dite, on retire dans un premier temps les 50 nm d'oxyde de silicium via une gravure RIE au tetrafluore (CF_4) de carbone, puis les plots sont ensuite gravés dans le substrat de silicium via une gravure DRIE au SF_6 (hexafluore de souffre).

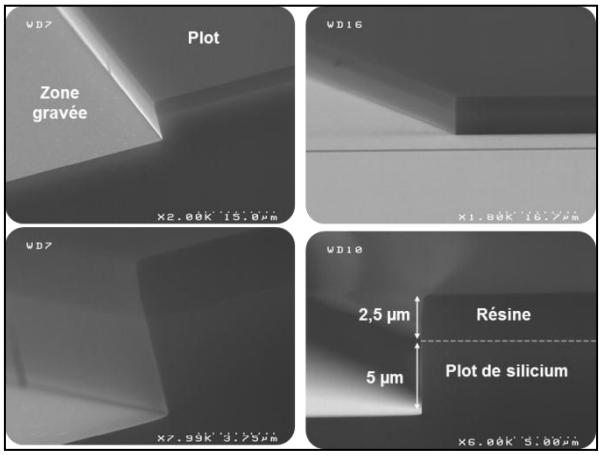


Figure 4.19 : Observation au microscope électronique à balayage (MEB) d'une structure gravée de 5 µm de hauteur. Deux couches sont visibles, la résine de 2,5 µm d'épaisseur et le silicium gravé de 5 µm. La couche de 50 nm d'oxyde de silicium est située à l'interface de ces deux couches mais non visible sur ces clichés.

Suite à l'étape de gravure, le substrat est découpé à l'aide d'une scie diamantée afin de permettre la libération individuelle de chaque puce. Il est préférable de conserver la résine présente à la surface des plots lors de cette étape. En effet, l'étape de découpe est une étape où la contamination particulaire est très présente du fait de la projection de résidus de silicium générés lors du passage de la lame de découpe. La résine permet de protéger la surface des puces de cette contamination et ainsi préserver au maximum l'intégrité des surfaces qui seront hybridées par collage direct par la suite.

Les étapes de fabrication permettant de réaliser de telles structures sont résumées par l'enchainement ci-dessous (figure 4.20).

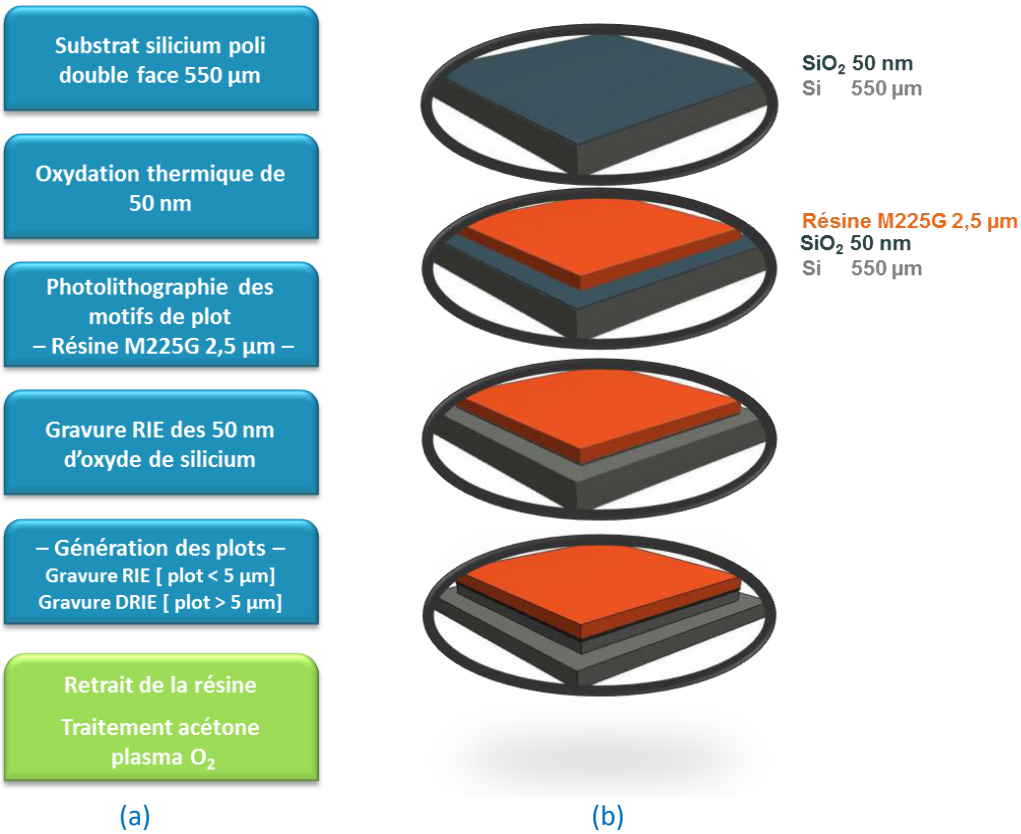


Figure 4.20 :(a) L'enchaînement des étapes du procédé de réalisation des structures destinées à l'auto-assemblage. (b) Représentation schématique des différentes étapes de réalisations.

1-3 Préparation des structures et mise en place des tests d'auto-assemblage

Une fois les structures réalisées et découpées, il est maintenant nécessaire de les préparer à l'étape d'auto-assemblage.

1-3-1 Préparation pour le collage direct

Comme évoqué dans le chapitre I, paragraphe *1-2-4* b, l'hybridation des structures est réalisée par collage direct. Il est donc nécessaire de préparer les surfaces destinées à être collées.

a) Le stripping de la résine

Suite à l'étape de découpe, la surface des plots est encore recouverte par la résine utilisée lors de l'étape de photolithographie. La première étape consiste à retirer cette couche de résine afin de mettre à jour les surfaces à coller. Les méthodes usuelles utilisées pour retirer cette couche sont basées sur l'utilisation de plasmas ICP (pour Inductively Coupled Plasma en anglais) ou sur plusieurs chimies liquides type CARO (Acide sulfurique et Peroxyde d'hydrogène) enchaîné avec un traitement SC1 (acronyme de « standard clean » en anglais) et basé sur un mélange d'hydroxyde d'ammonium (NH_4OH), de peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) et d'eau déionisée. Il est également possible d'utiliser du HF (Acide fluorhydrique) dilué à 1% avec de l'eau déionisée.

Il s'avère nécessaire de préserver au maximum l'intégrité de la surface d'oxyde de silicium présente sous la résine. Un traitement par plasma oxygène ICP aurait l'avantage de retirer efficacement la résine et de rendre la surface hydrophile (condition nécessaire pour le collage direct hydrophile) mais viendrait en contrepartie altérer la rugosité de la surface via l'effet de bombardement ionique du plasma, rendant la surface incompatible avec le collage direct. Les chimies auraient quant à elles tendance à rendre la surface des plots hydrophobes (notamment le traitement à l'acide fluorhydrique). Le retrait de la résine s'effectue donc par un traitement à l'acétone couplé à un traitement ultrasonique. Les puces sont immergées dans un bain d'acétone dont l'objectif est de venir dissoudre chimiquement la résine présente sur le plot. Une excitation mécanique est associée à cette action chimique via l'utilisation d'un bac à ultrasons, ce qui permet d'obtenir des surfaces relativement hydrophiles (angle de contact de 55°) et sans aucun résidu de résine. Bien que la surface du plot puisse être considérée comme hydrophile avec un angle de contact de 55°, elle ne remplit clairement pas les critères d'hydrophile pour être compatible avec le collage direct (angle de contact < 5°).

Des essais de prétraitements hydrophiles ont été envisagés avant l'étape de dépôt de la résine. L'objectif étant de récupérer une surface la plus hydrophile possible suite au retrait de la résine et et ce sans intervention d'un traitement d'activation supplémentaire (figure 4.21).

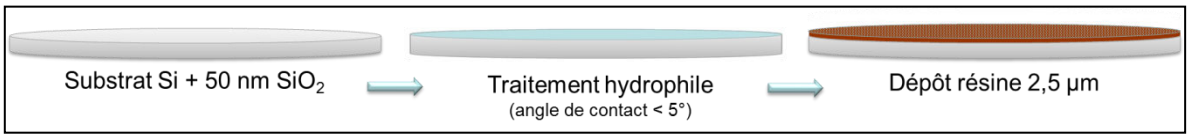


Figure 4.21 : L'enchainement des étapes de prétraitement du substrat avant l'étape de couchage de la résine.

Malheureusement, l'état de surface obtenu lors du retrait de la résine ne diffère pas entre les substrats avec et sans prétraitement (50° pour des substrats prétraités contre 50-55° pour des substrats non-traités). On ne retrouve pas un état de surface tel qu'il devrait être suite à un traitement hydrophile. Cela peut être expliqué par le dépôt lors de l'étape de photolithographie d'une couche de 2 nm de promoteur d'adhérence (figure 4.22), nommé HMDS (Hexaméthyldisilazane

- $(CH_3)_3Si\text{-}NH\text{-}Si(CH_3)_3$). Cette couche permet une meilleure adhésion de la résine sur le substrat et présente la caractéristique d'avoir un angle de contact de 70°. Elle sera donc considérée comme hydrophobe dans le cadre de notre application.

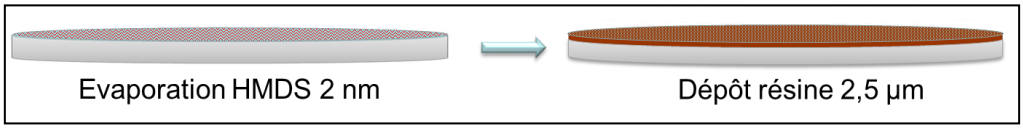


Figure 4.22: Décomposition de l'étape de dépôt de la résine sur substrat avant l'étape de photolithographie.

Le dépôt de cette couche par évaporation entraine une modification de l'état de surface et gomme le prétraitement hydrophile qui a été appliqué. Des essais de dépôt de résine sans promoteur d'adhérence (sans HMDS) ont été réalisés mais l'absence de cette couche empêche alors une bonne définition des motifs de résine.

En regardant de plus près le rôle de la couche d'HMDS, on voit que son rôle consiste à minimiser la présence d'eau sur la surface, car l'eau empêche l'adhésion de la résine. Des recuits thermiques sont également réalisés (110 °C pendant 30 min) lors du dépôt de la résine pour éliminer toutes traces résiduelles d'eau à la surface des substrats. Cette couche d'HMDS est donc indispensable pour assurer la bonne définition des motifs, mais altère le prétraitement hydrophile des substrats. Ne pouvant retirer cette couche du procédé de photolithographie, il est donc nécessaire de vérifier s'il est possible de la rendre hydrophile ou de la retirer une fois les étapes de photolithographie et de gravure réalisées.

b) L'activation de surface – Collage hydrophile

Une fois la résine retirée du plot, le traitement d'activation de surface a pour objectif d'une part de retirer la couche d'HMDS encore présente en surface et d'autre part de rendre les surfaces des plots extrêmement hydrophiles (angle de contact < 5°). Cette dernière condition est obligatoire pour permettre la réalisation du collage direct hydrophile.

Plusieurs méthodes d'activation existent de manière indépendante mais la plupart peuvent être combinées et enchainées. Les méthodes standards pour la réalisation d'un collage direct hydrophile repose sur l'utilisation d'un plasma oxygène, nommé plasma d'activation. L'objectif de ce plasma faiblement énergétique est de venir dissocier les composants carbonés présents à la surface du substrat (résidus de résine, trace de solvant, …) mais également de libérer des liaisons chimiques en surface. Ces liaisons libres également nommées liaisons pendantes (puisqu'elles présentent une terminaison libre), sont au cœur du mécanisme de collage. C'est la mise en commun de ces liaisons chimiques libres qui va permettre la réalisation du collage direct. Suite à l'étape de plasma d'activation, une étape de brossage mécanique est nécessaire afin de retirer du substrat les composés dissociés. Cette étape de brossage sert également à retirer la contamination particulaire. Ces étapes d'activation peuvent être réalisées de manière collective sur des puces à l'aide d'un substrat support, nommé holder.

Un traitement UV-ozone peut également remplacer le plasma d'activation. Le principe demeure le même et seuls les premiers nanomètres de la surface sont traités. Le rayonnement ultraviolet, d'une longueur d'onde comprise entre 100 et 400 nm, va permettre de dissocier les composés organiques présents à la surface du substrat. L'application de ce rayonnement s'effectue dans une enceinte fermée et saturée en ozone (O_3). Une fois les composés organiques dissociés, ils vont alors se recombiner avec l'ozone présent en excès dans l'enceinte. Cette recombinaison va alors permettre à une partie des composés d'être transformé en composés volatiles qui seront ensuite évacués.

Le reste des composés organiques encore présent en surface seront éliminés lors de l'étape de brossage mécanique.

La figure (4.23) ci-dessous présente l'enchainement des étapes nécessaire à la préparation au collage direct.

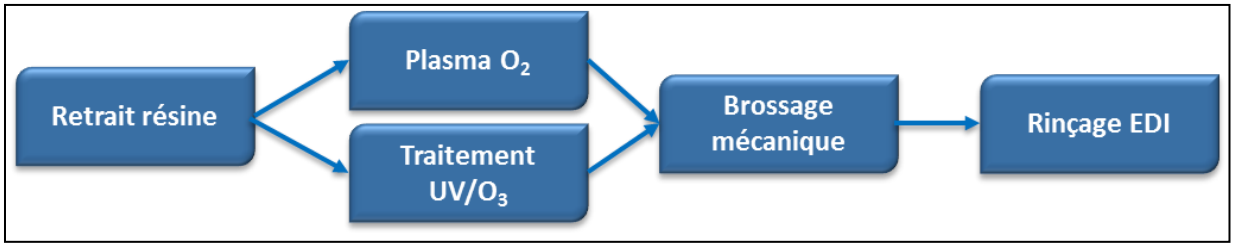


Figure 4.23 : Présentation des étapes d'activation de surface.

Afin de valider la méthode d'activation de surface, des essais préliminaires ont été effectués sur des substrats de silicium présentant une couche de 50 nm d'oxyde de silicium en surface et un dépôt d'HMDS de 2nm réalisé par évaporation. Initialement, on mesure un angle de contact de 65 ° sur la surface présentant la couche d'HMDS. Au fur et à mesure du traitement UV/O_3, on observe que l'angle de contact en surface ne cesse de diminuer. Après 15 secondes de traitement, l'angle de contact est de 40 °. Afin d'obtenir un état de surface compatible avec le collage direct hydrophile (angle de contact < 5°), le temps de traitement optimum est de 40 secondes comme le présente la figure (4.24).

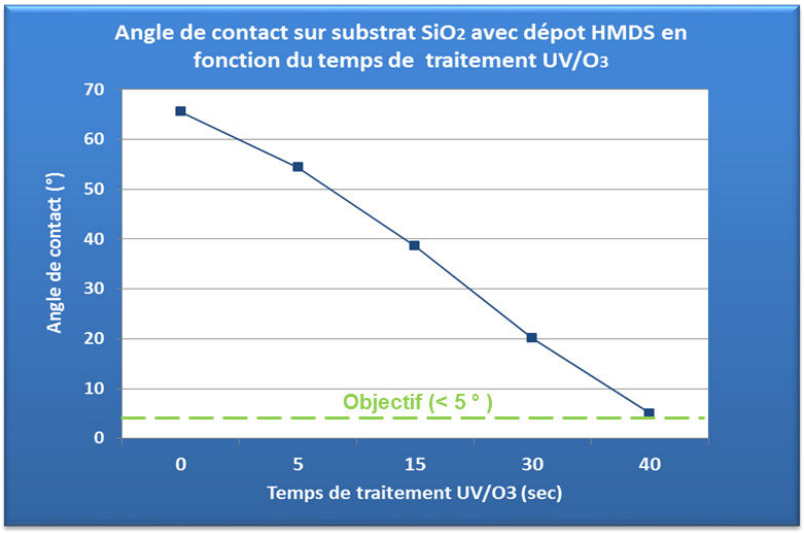


Figure 4.24: Etude du retrait de la couche d'HMDS sur un substrat silicium présentant une couche de SiO_2 de 50 nm.

Les essais sur des puces ont ensuite été réalisés avec l'intégralité du procédé de préparation à l'auto-assemblage (retrait résine et activation de surface par l'intermédiaire d'un traitement UV/O_3 de 40 secondes). Grâce à ce procédé, on mesure un angle de contact inférieur à 5° avant collage. Il est important de préciser que le caractère hydrophile des surfaces n'est pas durable dans le temps. Il faut compter au maximum 2 heures entre l'activation de la surface et l'hybridation pour éviter que l'hydrophilie de la surface se dégrade.

1-3-2 L'auto-assemblage des structures

a) Le banc d'assemblage

Une fois la préparation de surface achevée, les tests d'auto-assemblages peuvent avoir lieu. Plusieurs éléments sont nécessaires pour permettre le bon déroulement des tests. Le banc utilisé pour l'auto-assemblage est composé de différents éléments :

- *Un outil de positionnement des puces :*

Un outil permet de venir prendre les puces via un système de succion, et de les positionner au-dessus des sites récepteurs du substrat. Ce système d'aspiration est couplé à un système de positionnement via une platine de microscope mobile en X et Y servant de support au substrat. Il permet de venir positionner les puces avec un contrôle plus précis et plus reproductible que le positionnement effectué manuellement via une précelle. D'autre part, il évite également toute manipulation des puces une fois celle-ci au-dessus du substrat receveur, évitant ainsi de générer de la contamination particulaire supplémentaire. La tête aspirante étant fixée sur un bras réglable en hauteur on obtient ainsi les trois axes de translation nécessaire au positionnement précis des puces.

- *Un outil d'observation adapté à la dynamique de notre étude :*

Une caméra infrarouge haute vitesse permet d'acquérir un enregistrement du réalignement des puces. Il s'agit à proprement parler d'images infrarouges prises avec une cadence de l'ordre de 300 images par seconde. Il est donc possible d'évaluer la dynamique de l'alignement. L'observation infrarouge permet de voir l'étalement de la goutte à l'interface entre la puce et le substrat par transparence à travers le silicium. L'étape de réalignement étant typiquement de l'ordre de 10 à 100 images suivant le type de structures et le désalignement initial, on peut estimer que la durée de cette étape est de l'ordre de 0,03 à 0,3 seconde.

Ci-dessous une représentation 3D du banc d'auto-assemblage. Les différents éléments sont repérés et nommés sur la figure (4.25).

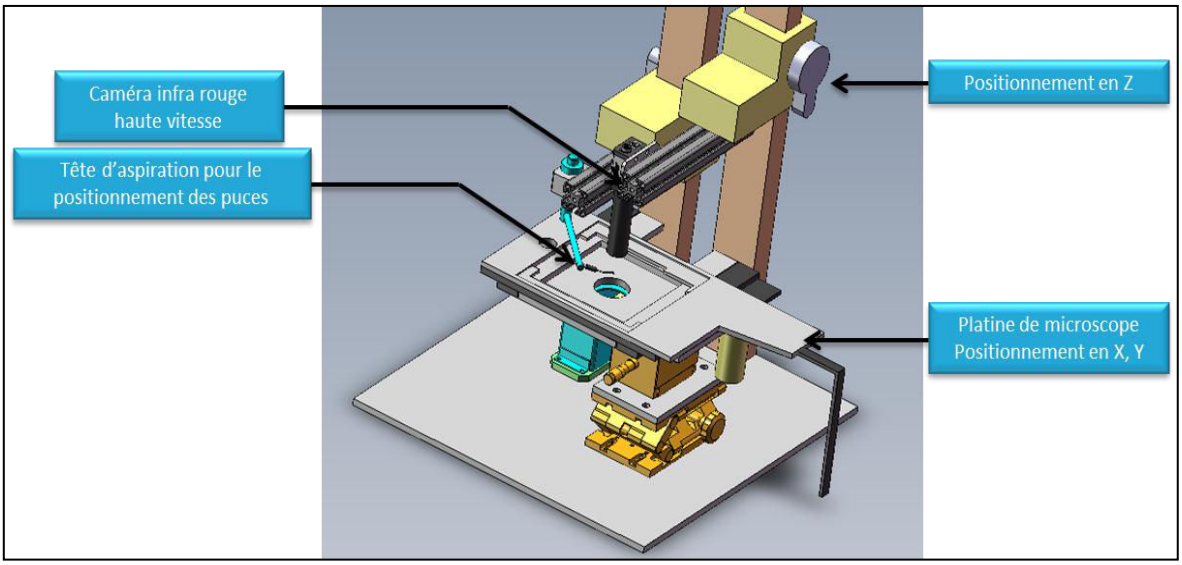


Figure 4.25 : Représentation 3D du banc utilisé pour l'auto-assemblage.

b) Déroulement d'un auto-assemblage

Suite à la préparation des structures (découpe, retrait de la résine, activation de la surface pour générer des surfaces hydrophiles), les structures sont assemblées grâce à un mode opératoire spécifique. L'objectif est d'analyser l'impact du design de la structure et de pouvoir effectuer des comparaisons entre les structures.

- *Mode opératoire :*

Deux types d'assemblage peuvent être réalisés ; l'assemblage de puces à plaque ou l'assemblage de puces à puces ; mais le mode opératoire demeure identique pour chaque configuration. Les puces supérieures sont tout d'abord saisies en face arrière via l'outil de succion et pré-positionnées de manière grossière au-dessus du site receveur. Une fois le désalignement initial de la puce supérieure par rapport au site receveur réglé visuellement, la puce supérieure est alors translatée dans le plan XY afin de permettre le dépôt de la goutte d'eau déionisée sur la surface du site receveur.

Le dépôt de la goutte est réalisé à l'aide d'une micro pipette permettant de déposer des volumes de goutte allant de 0,1 à 2,7 µl. La goutte est placée préférentiellement au centre de la surface du plot. La puce supérieure est alors remise en position avec une précision de plusieurs centaines de micromètres et l'espacement est ensuite ajusté jusqu'à laisser environs 1 à 1,5 mm entre la puce supérieure et le site receveur, puis la puce est lâchée et le procédé d'auto-alignement peut avoir lieu, comme présenté sur la figure (4.28).

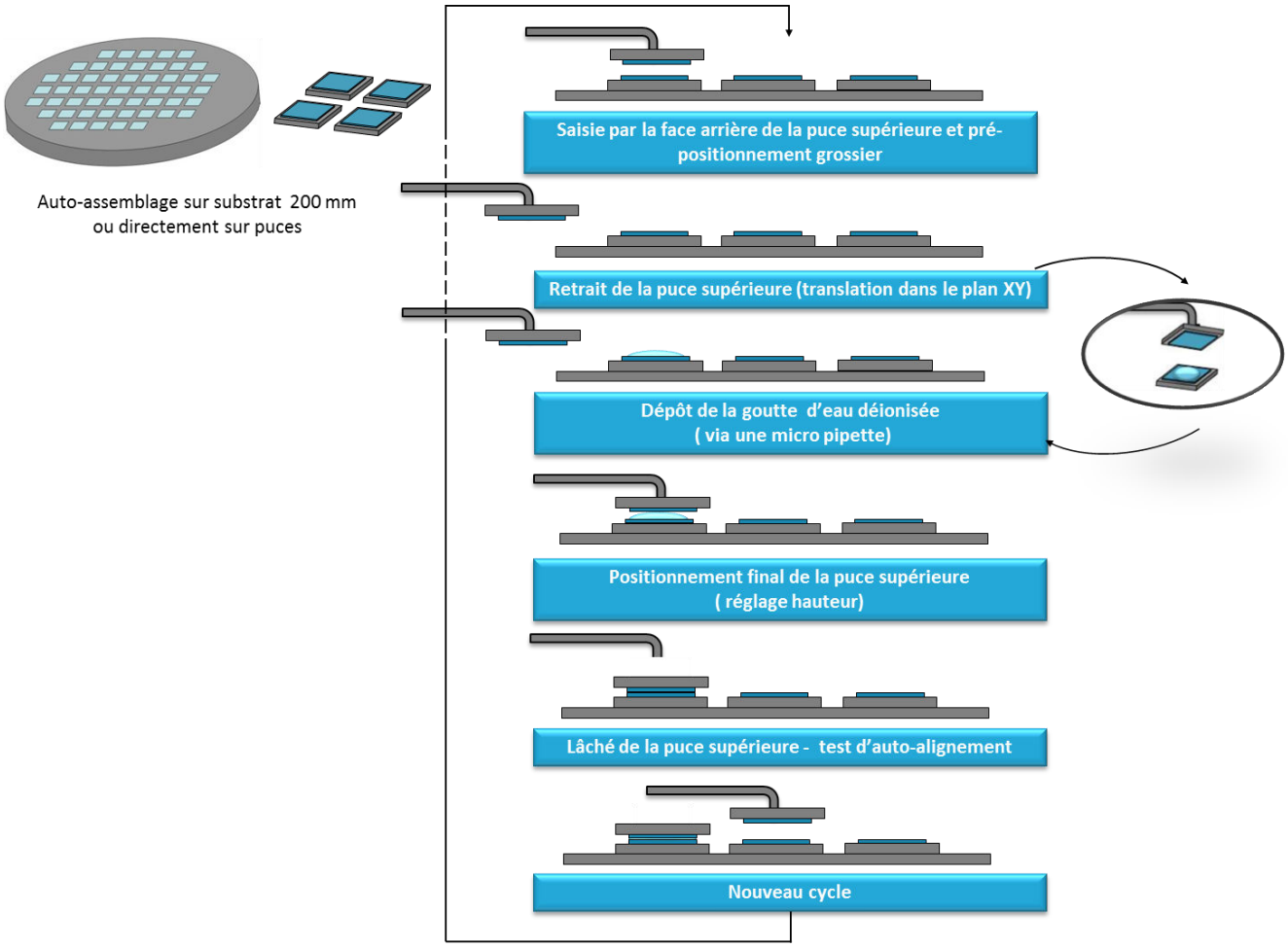


Figure 4.28: Mode opératoire utilisé pour la réalisation des essais d'auto-assemblage. Deux configurations d'assemblages sont possibles – puces à plaque ou puces à puces.

➢ *Désalignement initial :*

Le désalignement initial est fixé, comme le présente les figures (4.29) et (4.30), afin de permettre une comparaison entre les différentes structures et de s'assurer d'une certaine reproductibilité.

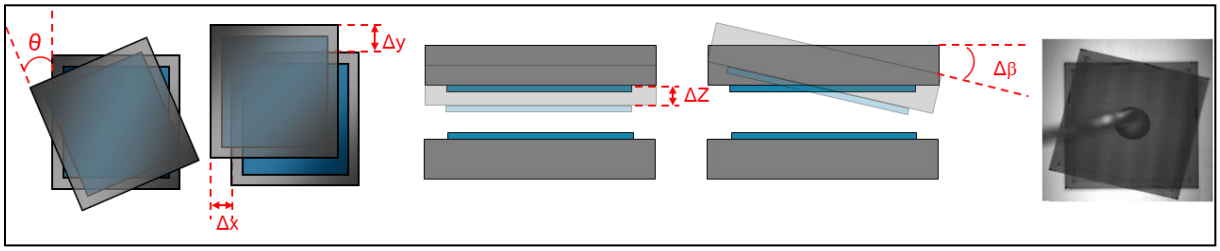


Figure 4.29 : Désalignement initial. (a) Désalignement en rotation dans le plan (b), Désalignement en translation dans le plan X, Y, (c) Désalignement en translation d'axe Z, (d) Désalignement en rotation d'axe Z, noté NC dans le tableau car non estimable, (e) Image infrarouge d'une puce dans la position initiale de lâché standard.

On note dans le tableau (4.30) que le désalignement provenant d'une rotation verticale ne peut être contrôlée de manière précise. L'outil de positionnement des puces ne permet pas de s'assurer de l'horizontalité de la puce supérieure si ce n'est visuellement.

Type de désalignement	Gamme	Valeur standard	Précision
Translation dans le plan ΔX-ΔY	*[100 – 1000] µm*	300 µm	± 100 µm
Rotation dans le plan Δθ	[5 – 45] °	15 °	± 5 °
Translation verticale d'axe Δz	[0,5 – 4] mm	1 mm	± 0,25 mm
Rotation verticale d'axe Δβ	*NC*	NC	NC

Figure 4.30 : Valeurs du désalignement initial et précision sur le positionnement avant le lâché. La rotation verticale d'axe Δβ est difficile à mesurée, elle n'est donc pas évaluée (NC).

La figure (4.31) présente plus en détails le rôle de la goutte lors du procédé d'auto-assemblage. Le réalignement de la puce supérieure (figure c) s'opère via le principe de minimisation de l'énergie de surface du film de liquide présent à l'interface entre la puce et le site receveur (cf. Chapitre III section *1-2-1*). Une fois l'étape d'auto-alignement réalisée, il reste un film d'eau d'environ 10 à 15 µm d'épaisseur (figure d). Ce film va progressivement disparaître grâce à l'évaporation naturelle, jusqu'à permettre la mise en contact des deux surfaces puis leur hybridation (figure e).

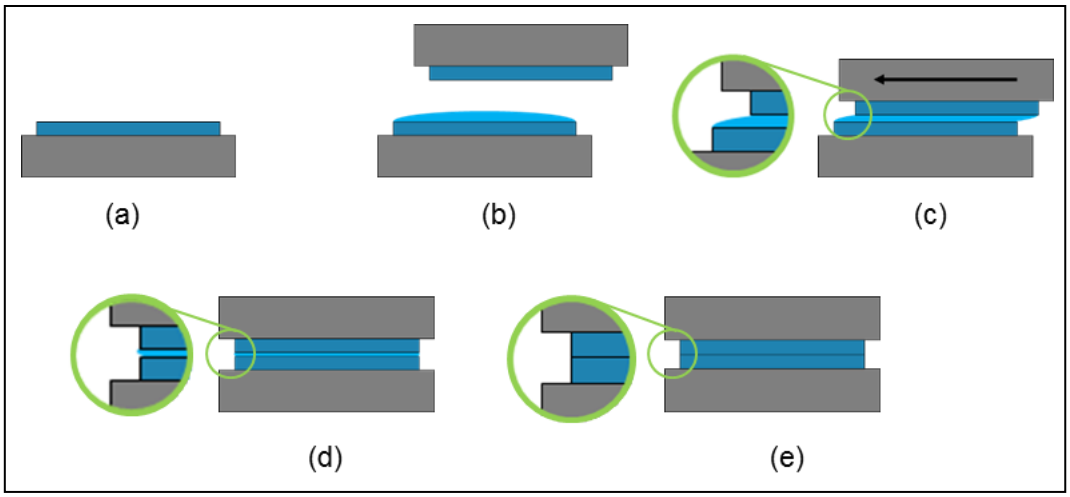


Figure 4.31 : Les différentes étapes de l'auto-alignement et de la phase d'hybridation. (a) Structure inférieure avant assemblage. (b) Dépôt de la goutte et pré-positionnement de la structures supérieure. (c) Etape d'auto-alignement via les forces de rappels. (d) Alignement des puces – présence d'un film d'eau résiduel. (e) Evaporation du film d'eau et collage direct des surfaces.

Il s'agit d'expérimentations menées manuellement (le pré-positionnement n'est pas automatisé) mais il est possible de coupler le procédé d'auto-assemblage à une machine de Pick&Place. Le procédé d'assemblage pourrait alors se dérouler de manière automatisée comme le présente la figure (4.32), et ainsi permettre une industrialisation du procédé.

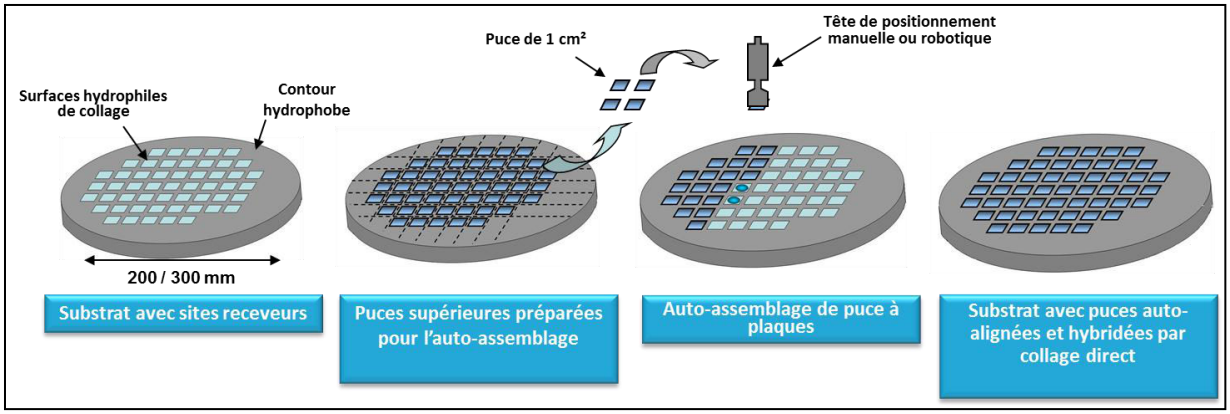


Figure 4.32 : Les différentes étapes de l'auto-assemblage tel que l'on peut l'imaginer dans sa version industrielle.

On peut également envisager d'auto-assembler simultanément plusieurs puces sur la plaque. On peut par exemple imaginer un support sur lequel toutes les puces seraient très grossièrement alignées et maintenues par aspiration. Lorsque ce support serait retourné et positionné grossièrement au-dessus du substrat receveur, toutes les puces seraient lâchées de manière simultanée. L'auto-alignement de toutes les puces se ferait donc en parallèle. Il serait donc dans l'absolu possible de réaliser l'auto-assemblage de toutes les puces en une seule étape.

c) Le recuit de consolidation du collage

Suite à l'auto-assemblage, une étape de consolidation du collage est nécessaire afin de stabiliser l'interface de collage entre les puces. Comme il a été mentionné dans le paragraphe *1-1-1*c, l'apport d'énergie thermique permet de transformer les liaisons chimiques présentes à l'interface comme présenté dans la graphique (4.33).

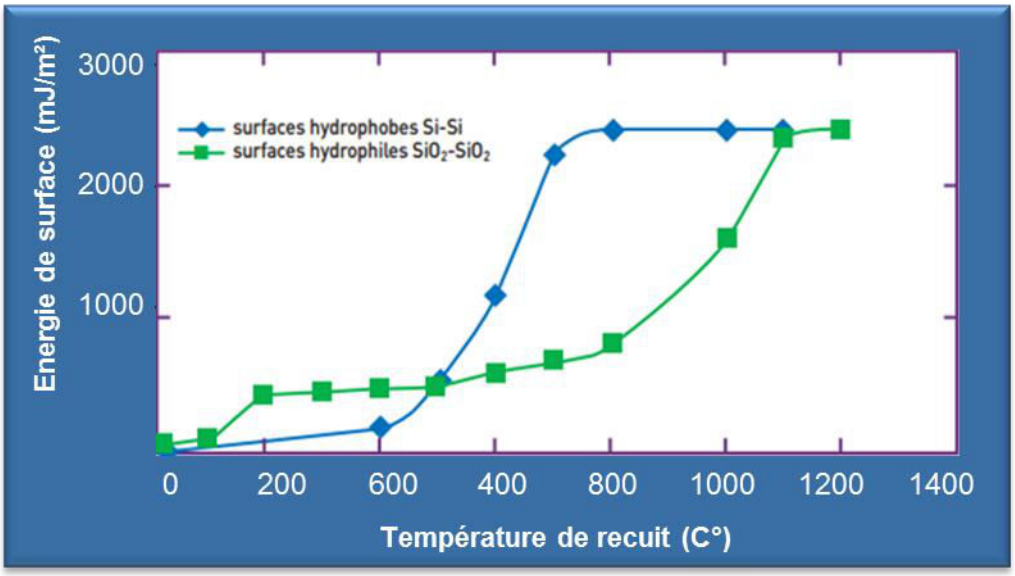


Figure 4.33 : Energie de collage en fonction de la température de recuit et du type de collage (SiO_2-SiO_2 ou Si-Si)

Un recuit de 200°C pendant 2h est appliqué aux structures suite à l'étape d'auto-assemblage. Bien que la tenue mécanique du collage soit effective dès le collage à température ambiante, il est nécessaire d'effectuer ce recuit pour sceller définitivement l'interface.

1-4 Résultats et interprétation pour les structures avec topologie seule

Deux types de structures ont été évalués dans un premier temps afin de vérifier la faisabilité de l'auto-assemblage avec des structures silicium:

- Des puces avec des plots de 80 µm préparées avec un traitement hydrophile.
- Des puces avec des plots de 80 µm préparées avec un traitement hydrophobe.

Les tests préliminaires sont réalisés avec une goutte dont le volume est compris entre 0,9 et 1 µl. Ce volume de 1 µl est fixé arbitrairement afin d'obtenir un film d'eau de 10 à 15 µm de hauteur une fois l'alignement effectué. Les plots ont une surface de 8x8 mm² pour une puce de 10x10 mm².

Pour des plots de 8x8 mm² de surface et une goutte de 1 µl, on obtient une hauteur de film d'eau de 15,6 µm. Comme nous l'avons vu dans le chapitre III, cette hauteur est appropriée pour limiter les contacts solides entre les deux puces, tout en permettant une évaporation rapide du film (quantité d'eau moindre).

Les essais sont réalisés suivant le mode opératoire décrit dans le paragraphe *1-3-2* b).

1-4-1 Alignement et rendement

Si dans un premier temps, on regardera l'alignement visuellement, l'objectif est de quantifier l'alignement à l'aide d'une mesure par infrarouge réalisée sur des verniers gravés à la surface des puces, comme le montre la figure (4.35).

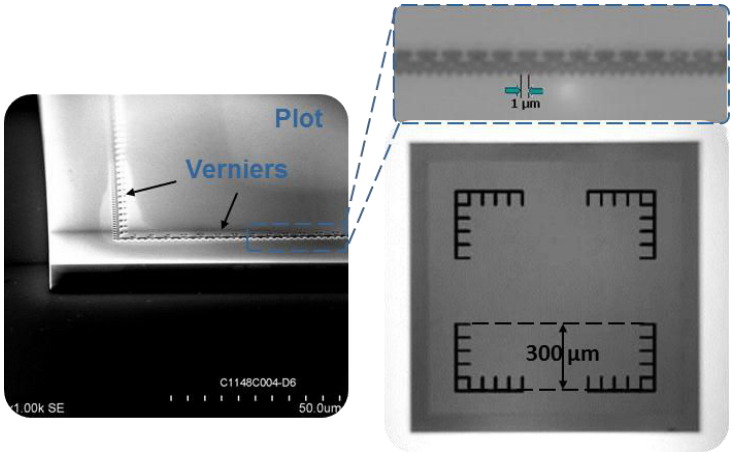


Figure 4.35 : Observation IR des verniers présents sur les puces et permettant la mesure de l'alignement avec une précision de l'ordre du micromètre. A gauche : observation au microscope électronique à balayage des verniers présents en surface des puces. A droite : Observation infrarouge des verniers. (Remarque les verniers ne sont pas à l'échelle sur l'image en bas à droite).

En superposant le vernier de la puce supérieure et celui de la puce inférieure, il est possible de mesurer le désalignement en translation mais également en rotation via un calcul de coordonnées.

Ces verniers ont une profondeur de 200 nm et sont gravés au travers des 50 nm d'oxyde de silicium et de 150 nm de silicium. Il est important de préciser que les verniers ne semblent pas perturber l'étalement de la goutte lors de l'auto-alignement, ce qui pourrait s'avérer critique pour la réalisation de l'alignement. Une vingtaine d'essais sont réalisés avec chaque configuration afin de s'assurer de la répétabilité du comportement lors de l'auto-assemblage. Les cinq premiers essais sont effectués avec un désalignement initial standard (300 µm en translation et 15 ° en rotation). Si ces essais sont concluants, le désalignement initial est progressivement augmenté, jusqu'à atteindre la limite de désalignement (½ longueur du plot en translation et 45 ° en rotation).

a) Impact du traitement de surface

Le premier paramètre évalué est l'impact du traitement de surface appliqué aux structures. Deux cas de figures sont ici considérés :

- Les structures complétement hydrophiles présentent une surface d'oxyde de silicium sur laquelle un traitement UV/O_3 a été réalisé. L'angle de contact en surface du plot est donc de l'ordre de 5°.

- Les structures complétement hydrophobes ont été réalisées via un traitement au HF 1%. Ce traitement à la propriété de supprimer la couche de 50nm d'oxyde de silicium présente en surface du plot mais également de rendre le silicium « hydrophobe ». L'angle de contact obtenu sur la surface après traitement HF est de l'ordre de 65°, ce que nous considérons comme hydrophobe.

➢ *Comportement des puces dites hydrophiles :*

Lors des essais réalisés avec des structures hydrophiles, 80% des puces s'alignent visuellement sur le site récepteur. Pour les 20% restantes, un contact solide semble se créer et empêcher le réalignement de la puce. Lorsque l'analyse de l'alignement est poussée plus loin (i.e. lors de mesures au microscope infrarouge en transmission), on note que l'alignement obtenu est de l'ordre de 15 à 30 µm en translation sans direction privilégiée pour les structures qui se sont alignées visuellement. Le désalignement en rotation est quant à lui bien récupéré pour l'intégralité des puces. Sur 20 essais, une seule puce s'est alignée avec une précision de l'ordre du micromètre. Cela reste cependant non reproductible. La figure (4.36), présente le type d'observations obtenues en cas d'échec ou de réussite de l'alignement.

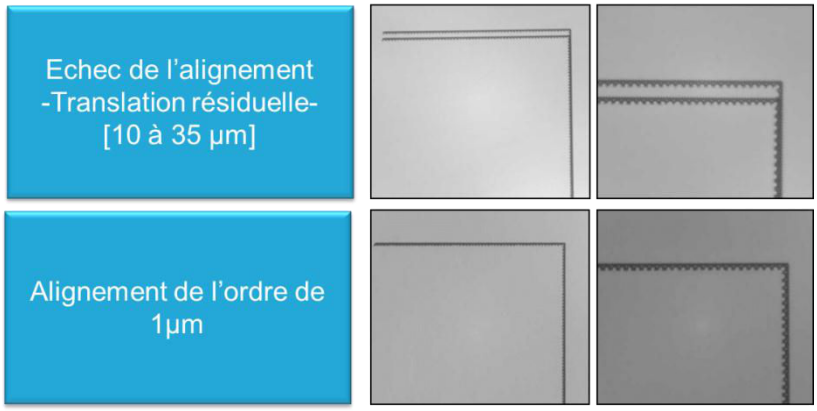


Figure 4.36 : Observations infrarouge des verniers présents sur les puces hydrophiles, réalisées avec des grossissements différents.

Interprétations des résultats :

Le dimensionnement des plots étant réalisé avec une précision de l'ordre de 200 nm, il est très étonnant, et décevant, d'obtenir un alignement final compris entre 15 et 30 µm. Cependant, lors de l'alignement, il semble que l'eau présente sur le plot déborde jusqu'à atteindre les bords de découpe des puces. La goutte d'eau est de ce fait confinée par les bords de découpe qui sont eux définis avec une précision allant de 5 à 30 µm, cela explique la précision d'alignement obtenu. Le confinement du fluide sur le plot n'est pas suffisamment efficace pour empêcher le débordement et obtenir ainsi une précision d'alignement de l'ordre de 1 µm.

➢ *Comportement des puces dites hydrophobes:*

Dans le cas des puces hydrophobes, la totalité des puces s'alignent visuellement sur leur site récepteur. Lors de l'analyse réalisée par microscopie infrarouge en transmission, 90% des puces présentent un alignement de l'ordre du micromètre. Les 10 % restantes présentent un alignement ne dépassant pas 5 µm. Le confinement du plot semble donc suffisant pour permettre l'obtention d'un alignement micrométrique.

Interprétations des résultats :

Le caractère de la surface joue un rôle primordial dans l'efficacité du confinement de la goutte. Le fluide a plus de difficulté à déborder du plot lorsque la surface présente un caractère hydrophobe. Le réalignement semble également s'opérer plus lentement que dans le cas des puces hydrophiles.

➢ ***Récapitulatif des essais d'auto-alignement:***

Le graphique (4.37) présente les résultats obtenus, en prenant comme critère l'obtention d'un alignement micrométrique. Seul l'aspect auto-alignement est pris en compte, la partie hybridation sera présentée dans une partie ultérieure (*1-4-2)*.

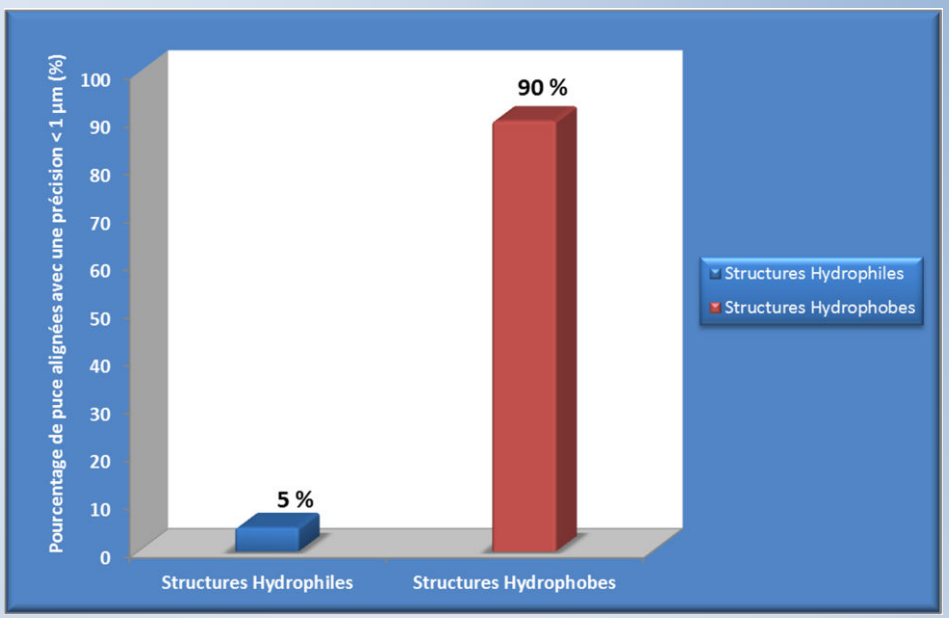
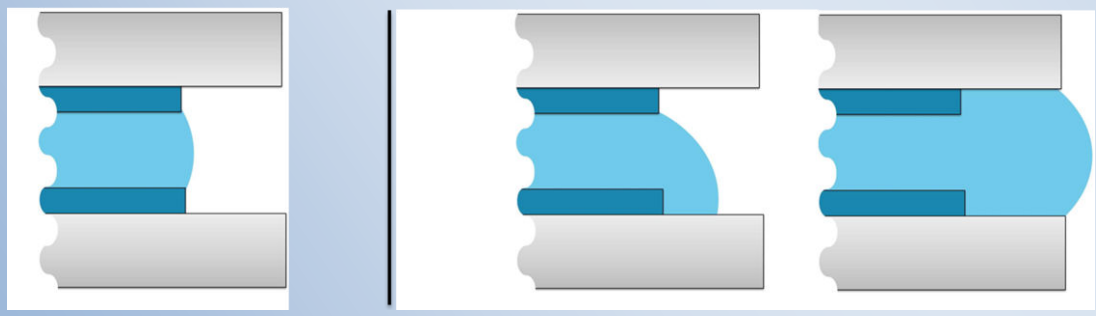


Figure 4.37 : Pourcentage de puce avec un alignement inférieur à 1 µm en fonction du type de surface utilisé.

Le caractère de la surface (hydrophile/hydrophobe) joue un rôle déterminant dans la capacité des structures à confiner la goutte sur le plot, et ce pour une géométrie de structure donnée. D'autre part, l'alignement micrométrique est conditionné par la capacité du plot à confiner la goutte. Si l'eau déborde du plot, comme c'est le cas pour les puces hydrophiles, alors la précision d'alignement obtenu est conditionnée par la précision de découpe, comme le présente la figure (4.38) ci-dessous.



(a) (b)

Figure 4.38 : Phénomène d'alignement sur les bords de découpe. (a) Cas des structures hydrophobe : le confinement de la goutte est assuré par le plot, ce qui permet d'obtenir une précision d'alignement micrométrique. (b) Cas des structures hydrophiles : le confinement du plot n'est pas suffisant, la goutte déborde, et l'alignement s'effectue par l'intermédiaire des bords de découpe. La précision d'alignement est conditionnée par la précision de découpe (15 à 35 µm).

b) Impact du volume de la goutte

Le confinement de la goutte à la surface du plot est donc un critère primordial pour obtenir un auto-alignement micrométrique. Il est donc pertinent d'évaluer l'impact du volume de la goutte sur le phénomène de débordement observé. Cette étude a été réalisée avec des puces présentant des plots de 80 µm de hauteur dont les surfaces sont hydrophiles ou hydrophobes et pour des volumes de goutte variant de 0,5 µl à 2 µl. Pour analyser le comportement des puces, il est nécessaire de dissocier alignement visuel et alignement micrométrique.

➢ *Comportement des puces dites hydrophiles :*

- Alignement visuel

Pour des volumes de goutte compris entre 0,5 et 0,7 µl, très peu de réalignements sont observés (<10%). La faible quantité d'eau induit la création d'un contact entre la puce supérieure et le substrat, menant à l'échec de l'alignement. Pour des volumes de goutte plus importants (entre 0,8 et 2 µl), le taux d'alignement visuel augmente progressivement jusqu'à atteindre 75%. Ce phénomène s'explique par le débordement de la goutte, qui au lieu de rester confinée sur le plot, déborde et s'accroche sur les bords de découpe de la puce. Le réalignement s'effectue alors par l'intermédiaire des bords de découpe et non plus par l'intermédiaire du plot. La précision d'alignement obtenue s'en ressent alors directement (>10 µm). Le volume de la goutte impacte donc la capacité des puces à se réaligner visuellement.

- Alignement micrométrique

Pour les faibles volumes d'eau [0,5-0,7 µl], la principale difficulté repose là encore sur la création d'un contact entre la puce supérieure et le substrat. Dans le cas où la création de ce contact est évitée, le taux d'alignements micrométriques obtenus est très faible (<5%). Pour des forts volumes d'eau [0,8-2 µl], aucun alignement micrométrique n'a été obtenu du fait du débordement de l'eau.

➢ *Comportement des puces dites hydrophobes :*

Le comportement des puces hydrophobes montre également l'impact de la création d'un contact entre la puce et le substrat. En deçà de 0,7 µl, le pourcentage d'alignement (visuel et micrométrique) diminue drastiquement. De par la nature hydrophobe de la surface, la goutte initialement positionnée au centre du plot n'occupe qu'une petite partie du plot (là où les gouttes présentes sur les plots hydrophiles s'étalent sur une plus grande partie de la surface du plot avant même le lâché de la puce supérieure). Il est en conséquence plus facile pour les deux surfaces de se contacter si la puce supérieure n'est pas parfaitement parallèle substrat.

On note que pour des volumes d'eau compris entre 0,8 et 2 µl, l'alignement visuel est souvent synonyme d'alignement micrométrique (obtenus dans au moins 70% des cas).

➢ ***Récapitulatif des essais d'auto-alignement:***

➢ Les deux graphiques (4.39) et (4.40) présentent les résultats obtenus en faisant varier le volume de la goutte d'eau. Le volume de goutte doit donc nécessairement être ajusté en prenant en compte l'état de surface (hydrophile ou hydrophobe). On note deux comportements distincts en fonction du type d'état de surface.

- Pour un confinement efficace, comme sur les puces hydrophobes, le volume d'eau n'est pas critique dans la mesure où l'excédent d'eau ne semble pas induire de problème pour la phase d'auto-alignement avec des volumes de goutte allant de 0,8 à 2 µl. Pour des volumes plus faibles, l'apparition d'un contact solide vient souvent mettre l'alignement en échec.

- Par opposition, un confinement moins efficace, comme sur les puces hydrophiles, tolère moins de variation au niveau du volume de la goutte (dans l'objectif de garder la goutte confinée sur le plot). Un excédent d'eau mène alors directement au débordement et à l'alignement sur les bords de découpe ou pire à l'échec de l'alignement.

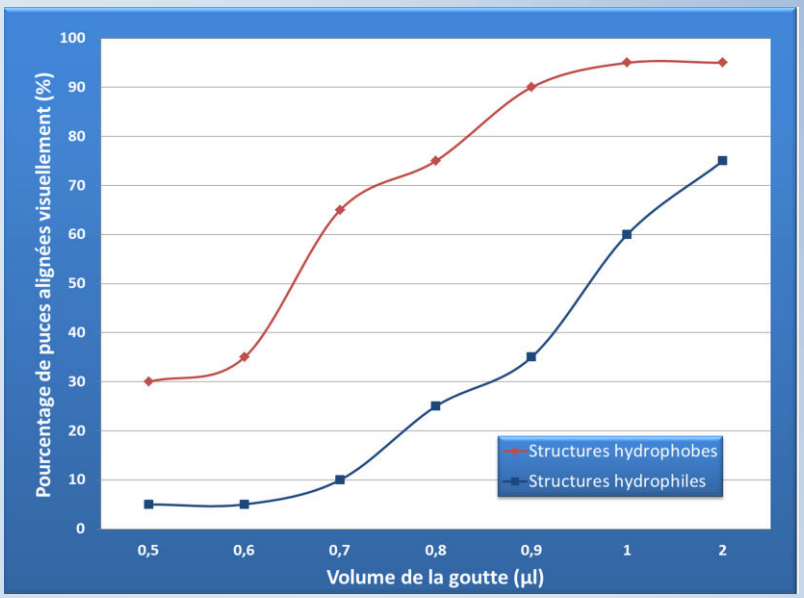


Figure 4.39 : Graphique présentant le pourcentage de puce alignées visuellement en fonction du volume de la goutte.

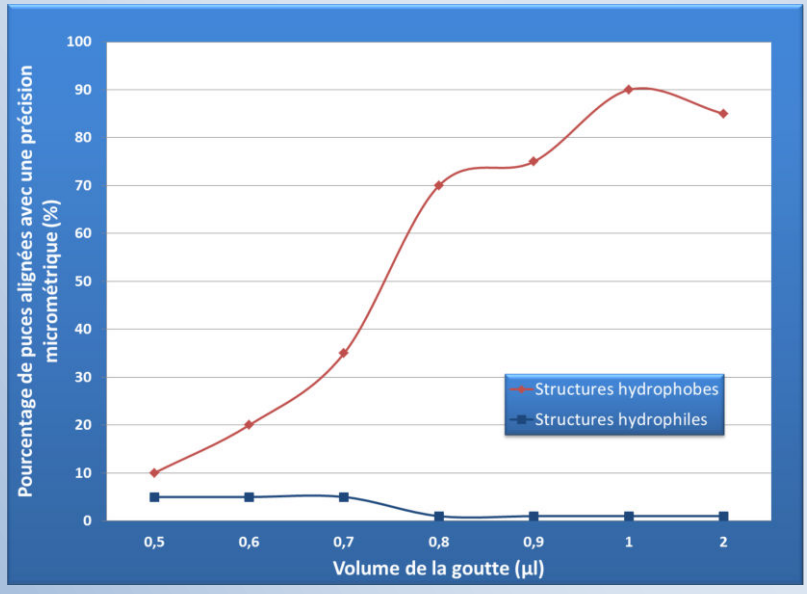


Figure 4.40 : Pourcentage de puces avec un alignement micrométrique en fonction du volume de la goutte.

- Un dernier point à considérer est le temps d'évaporation du film d'eau, une fois l'alignement effectué. Plus le volume est important, plus le temps d'évaporation est important et impose donc un temps plus long avant de pouvoir déplacer le substrat.

c) Impact de la présence de contour de plot

Lors de ces tests, une autre hypothèse concernant l'importance des contours de plot a pu être infirmée. La présence d'une surface à proximité du plot aurait pu impacter le confinement de la goutte, en particulier pour les structures hydrophiles. Ce contour de plot hydrophile aurait pu « attirer » l'eau présente sur le plot et favoriser le débordement de l'eau. Afin de vérifier cette hypothèse, nous avons réalisé des structures dont les contours sont les plus petits possible. Les découpes ont été réalisées le plus proche du plot possible (15 µm), tout en prenant précaution à préserver l'intégrité du plot (figure 4.41).

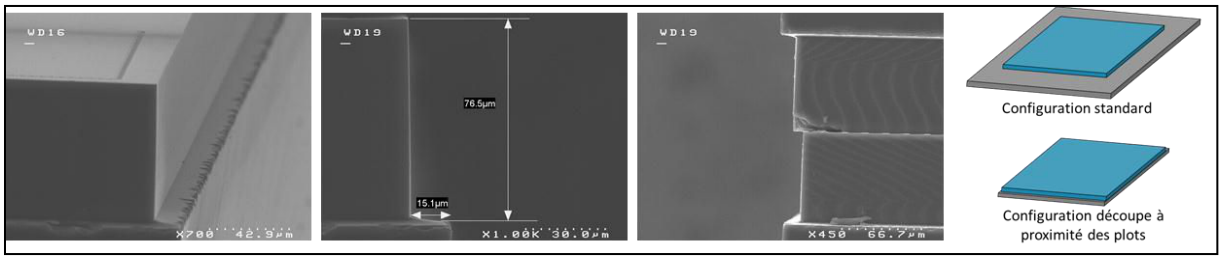


Figure 4.41 : Observations au microscope électronique à balayage (SEM) des structures dont les contours ont été découpés à proximité des plots. Cette configuration permet également l'observation des plots une fois l'auto-alignement réalisé (3ème image en partant de la droite). On voit que l'alignement obtenu est de l'ordre de 10 µm.

Aucune amélioration significative concernant la qualité de l'alignement n'a été observée. La présence des contours de plot n'influence donc pas la capacité de confinement du plot.

d) Impact de la méthode de dépose – cinétique du fluide

En observant de plus près les auto-alignements réalisés dans le cadre des essais précédents, on se rend compte que le temps nécessaire au réalignement de la puce supérieure est plus long lorsque l'état de surface mis en jeu est hydrophobe. En effet, la vitesse d'étalement d'une goutte sur un substrat dépend de l'état de surface de ce dernier. Plus la surface présente une affinité chimique élevée avec l'eau (i.e. plus l'hydrophilie de la surface est élevée et donc l'angle de contact de la surface faible), et plus la goutte s'étale.

Le comportement cinétique de l'étalement de la goutte est conditionné par plusieurs paramètres : l'état de surface au premier ordre mais également la méthode de dépose de la puce supérieure. En effet lorsque la puce est lâchée au-dessus de la goutte, l'énergie cinétique qu'elle acquière au cours du lâché est ensuite transmise de manière plus ou moins direct à la goutte. En modifiant la méthode de dépose de la puce supérieure il est possible de réduire la cinétique d'étalement de la goutte et de limiter la vitesse avec laquelle la goutte atteint le bord du plot.

En jouant sur la mise en contact de la surface de la puce supérieure avec le ménisque de la goutte présente sur la surface du site receveur, il est possible de diminuer cet effet cinétique. Une nouvelle méthode de dépose des puces a donc été évaluée. Cette méthode est nommée la DMC pour « dépôt par mise en contact », et les deux configurations de dépôt sont présentées sur ci-dessous.

➢ *La méthode de dépose standard :*

Le schéma ci-dessous (figure 4.42) présente la méthode standard de dépôt. La puce supérieure est lâchée quelques millimètres (entre 1 et 5 mm), au-dessus du ménisque de la goutte.

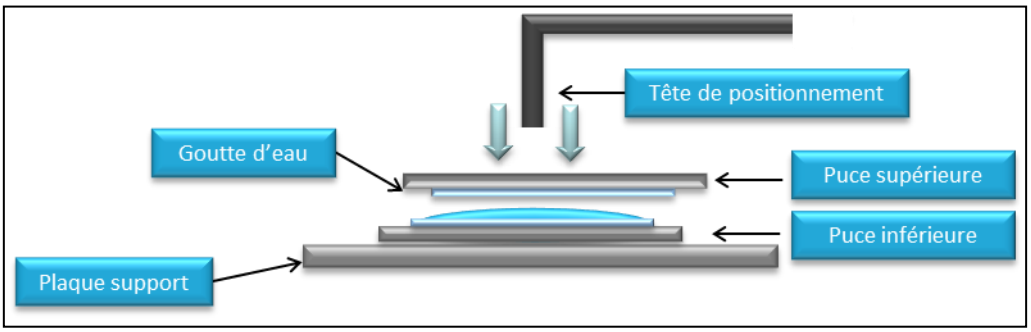


Figure 4.42 : Configuration standard de lâché de la puce supérieure.

Les clichés ci-dessous ont été réalisés grâce à la caméra infrarouge haute vitesse lors de l'assemblage de structures hydrophiles présentant des plots de 80 µm de hauteur. L'auto-alignement se décompose en plusieurs étapes comme présenté sur la figure (4.43) ci-dessous. Initialement la goutte est placée au centre du site receveur. Lorsque la puce est lâchée et que la surface du plot contacte le ménisque de la goutte, l'eau s'étale spontanément jusqu'à atteindre les bords de plots. Tant que l'eau n'a pas atteint les bords de plot, le réalignement n'est pas initié (étape 2). La surface étant très hydrophile, l'eau se propage sans direction préférentielle, jusqu'à atteindre le bord du plot. La ligne triple de la goutte atteint les bords latéraux du plot dans un premier temps, le mouvement de réalignement est alors amorcé (figure 3). Progressivement l'eau longe les bords du plot (si le confinement est efficace), jusqu'à atteindre les angles des plots. Cette dernière étape assure un réalignement complet de la puce supérieure (étape 4-5-6). L'intégralité de ces étapes se déroule dans un laps de temps inférieur à la demi-seconde.

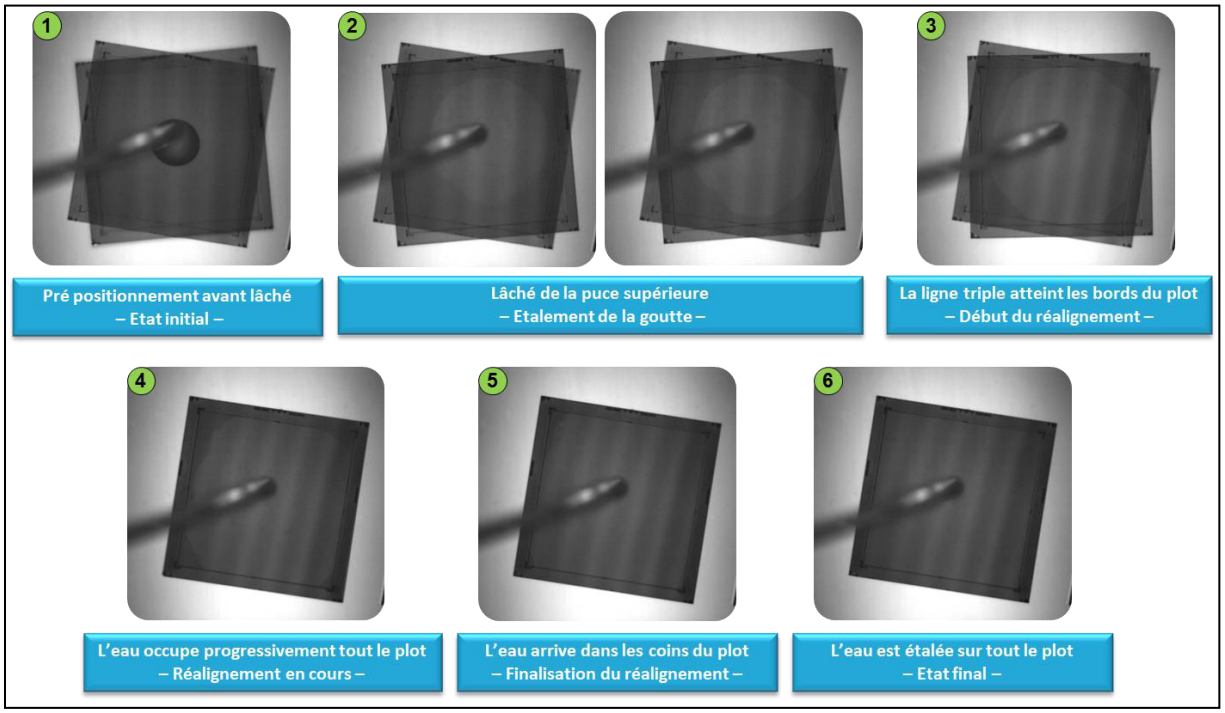


Figure 4.43 : Observations infrarouges d'un auto-assemblage réalisé avec la méthode de dépose standard. La puce est lâchée au-dessus de la goutte.

➢ *La méthode de dépose par mise en contact (DMC) :*

Dans la configuration de dépose par mise en contact (DMC), ce n'est plus la puce supérieure qui vient par l'intermédiaire du lâché contacter la surface de la goutte, mais les puces (ou le substrat) présentant les sites receveurs qui sont progressivement translatés verticalement vers le haut (figure 4.44).

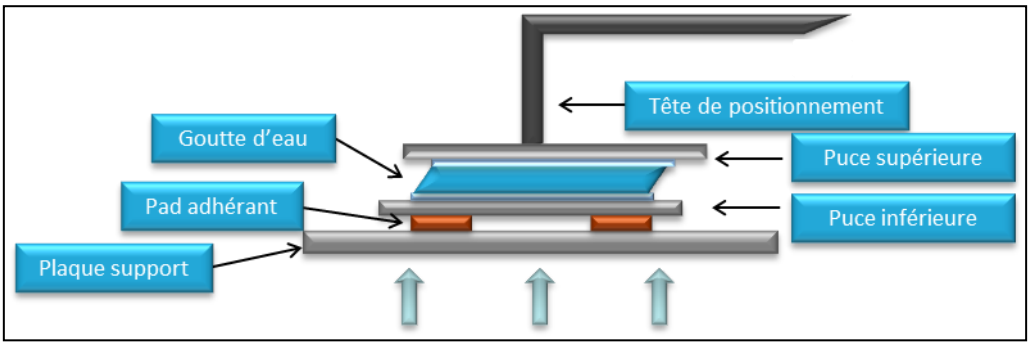


Figure 4.44 : Configuration de dépose par mise en contact (DMC).

Avec ce mode de dépose, la puce supérieure est toujours maintenue par l'intermédiaire de l'outil de positionnement (étape 1). On remarque sur les clichés infrarouges (figure 4.45) que le ménisque est concentré majoritairement d'un côté du plot. Cet effet provient toujours de la non-planéité de la puce supérieure par rapport au site receveur. Le site receveur est alors progressivement monté (étape 2). Une fois le ménisque partiellement étalé et stabilisé sur le plot supérieur, la puce supérieure est lâchée (étape 3-4). Le fait de « contrôler » l'étalement du ménisque permet de limiter la cinétique de l'étalement et limite ainsi les effets de débordement. Une fois l'eau étalée sur l'intégralité du plot l'auto-alignement est finalisé (étape 6).

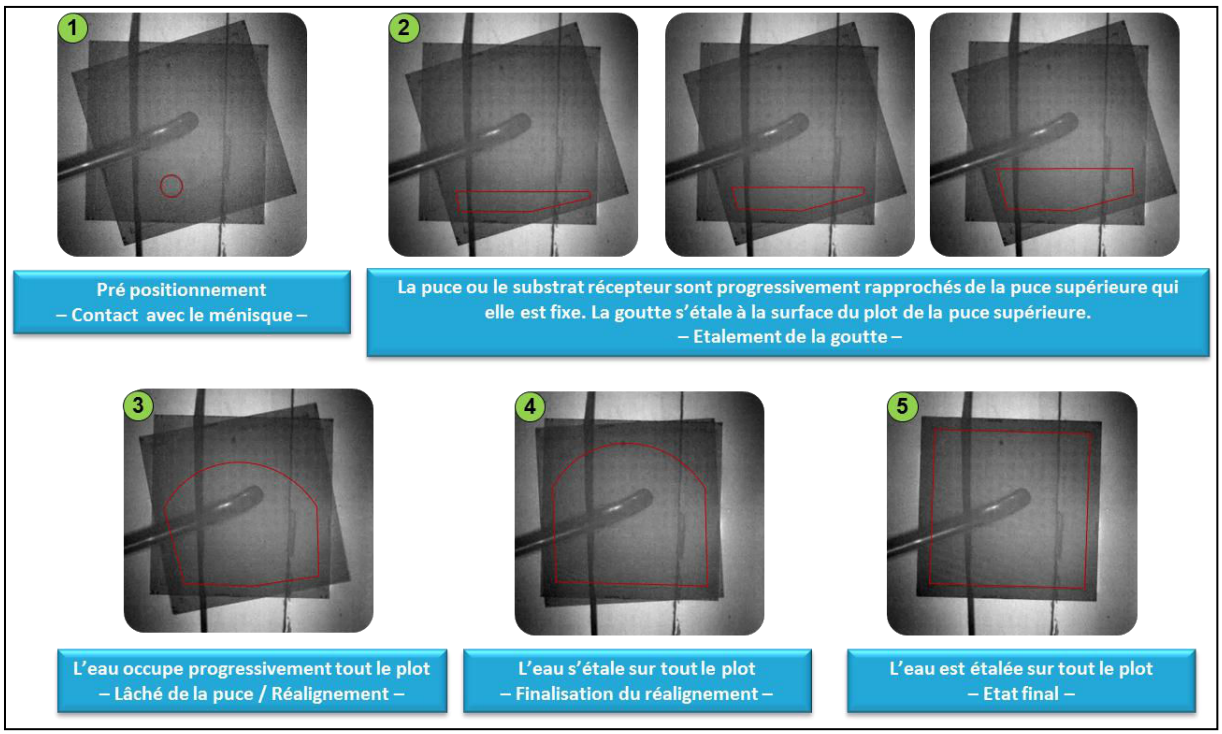


Figure 4.45 : Observations infrarouges d'un auto-assemblage réalisé avec la méthode de dépose DMC. La puce est supérieure est mise en contact avec le ménisque de la goutte avant d'être lâchée.

Les essais ont été réalisés avec des structures présentant des plots de 80 µm de hauteur et avec un volume de goutte de 0,7 µl pour les structures hydrophiles. On observe une nette amélioration sur le taux d'alignement micrométrique des structures hydrophiles lorsque la méthode de dépose par mise en contact est utilisée. Un gain d'un facteur 12 est obtenu grâce à la limitation de la cinétique d'étalement comme présenté sur la figure (4.46) ci-dessous.

Le confinement des structures hydrophobes étant jugé comme suffisant, ces expérimentations n'ont pas été réalisées avec ce type de structures. A titre de comparaison, seul le meilleur taux d'alignement (volume de goutte de 1 µl) obtenu avec des structures hydrophobes a été reporté sur le graphique (4.46).

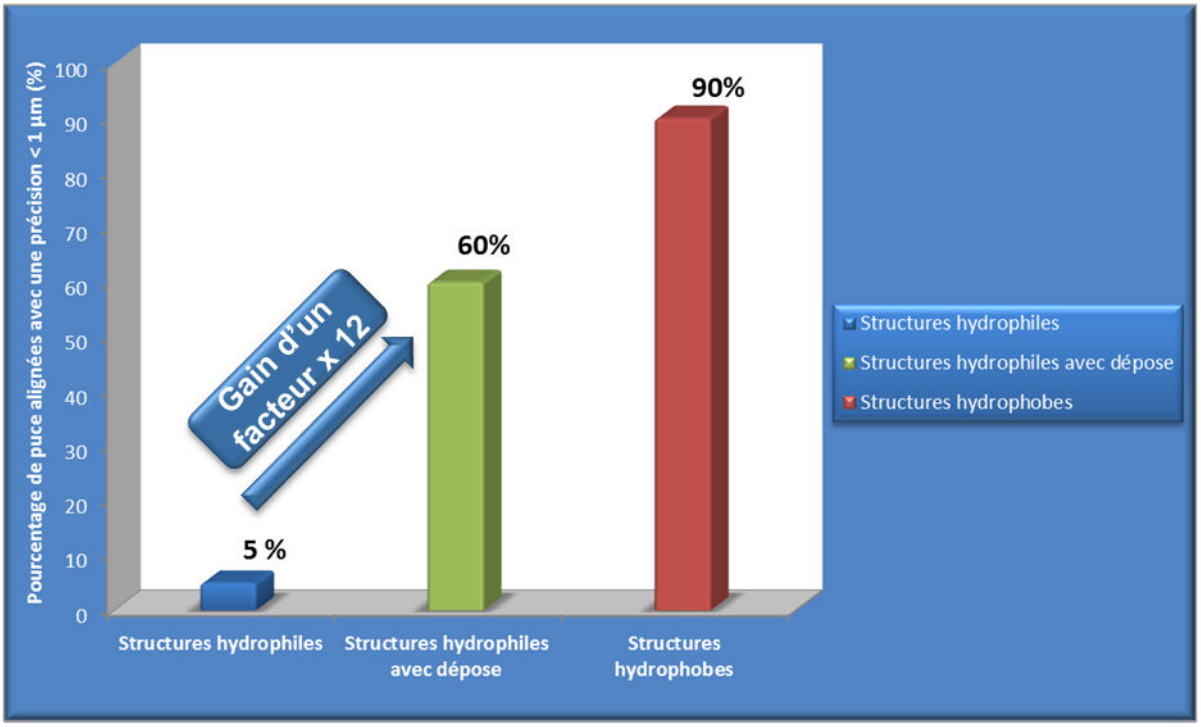


Figure 4.46 : Pourcentage de puce avec un alignement inférieur à 1 µm en fonction du type de confinement et de la méthode de dépose. On remarque un gain d'un facteur 12 obtenu grâce à la dépose par contact.

- ***Récapitulatif des essais d'auto-alignement:***

  - Seuls 60% des essais réalisés avec des structures hydrophiles ont permis l'obtention d'un alignement micrométrique. Ce n'est pas suffisant pour assurer un procédé d'assemblage robuste et il est donc nécessaire de mener des développements plus poussés.

  - Un point reste problématique : le procédé de mise en contact demande plus de temps pour réaliser un assemblage que lorsque l'on utilise la méthode de lâché standard. Le positionnement de la puce est plus délicat et le temps nécessaire au ménisque d'eau pour s'étaler partiellement sur le plot avant le lâché de la puce en font un procédé plus coûteux en temps.

  - De plus dans le cadre de l'utilisation de structures hydrophiles, la goutte d'eau a spontanément tendance à s'étaler au maximum sur la surface, ce qui a pour conséquence de former un ménisque d'eau d'épaisseur très faible et il est donc nécessaire d'approcher la puce supérieure de manière parfaitement parallèle au site receveur, si l'on veut éviter la création d'un contact solide entre les deux structures.

e) Impact de la hauteur du plot

Le dernier paramètre à évaluer est l'impact de la hauteur du plot sur la qualité du confinement. Jusqu'à présent seul des plots de 80 µm de haut ont été évalués. L'objectif est de trouver la hauteur minimale de plot permettant un confinement optimal de la goutte. Plusieurs hauteurs ont été évaluées, de 80 µm de haut pour les plots les plus grands à 1 µm pour les plots les plus petits. L'intégralité de ces plots a été réalisée via un procédé de gravure profonde du silicium (DRIE).

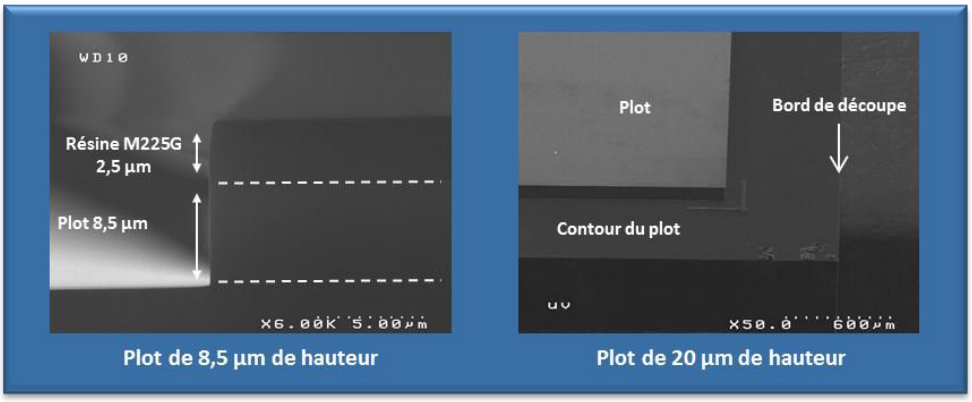


Figure 4.47 : Observation au microscope électronique à balayage de puces présentant des plots de 8,5 µm et de 20 µm.

Le volume de la goutte a été choisi de manière optimale pour chaque type de traitement de surface (0,7 µl pour les surfaces hydrophiles, 1 µl pour les structures hydrophobes). Les deux méthodes de dépose ont été expérimentées. Les résultats de ces essais sont résumés par la figure (4.48) ci-après.

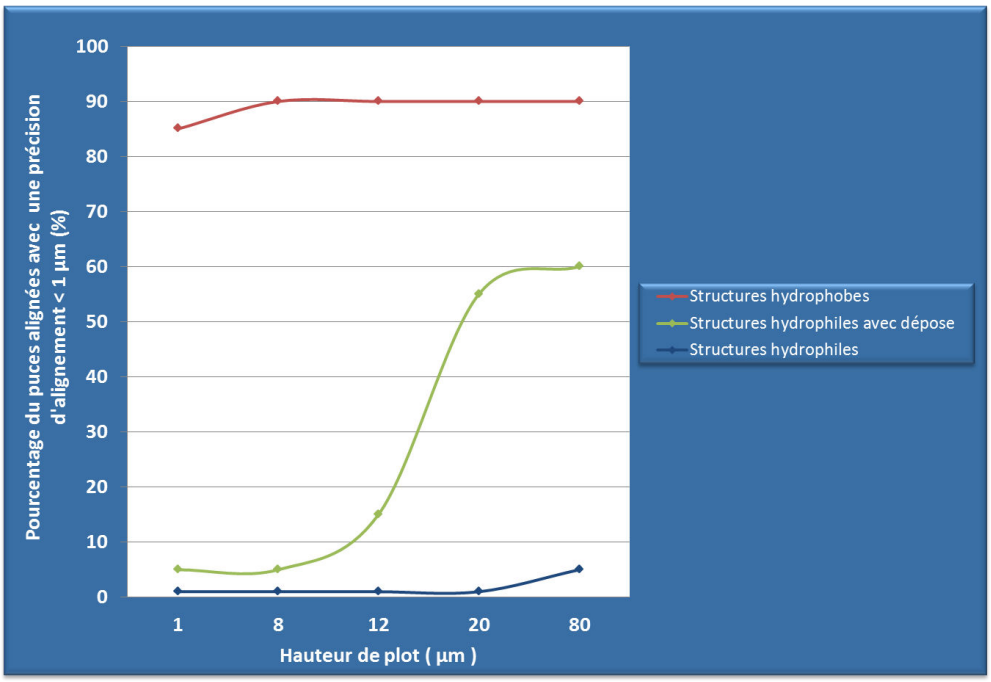


Figure 4.48 : Pourcentage de puces avec un alignement micrométrique en fonction de la hauteur de plot, du type de confinement et de la méthode de dépôt utilisé.

- ***Récapitulatif des essais d'auto-alignement:***

  - On note un comportement similaire en fonction du type de confinement utilisé. La variation de hauteur de plot sur des structures hydrophobes n'impacte que très peu le rendement d'alignement micrométrique obtenu. En effet, seules les structures hydrophobes présentant des hauteurs de plot égal à 1 µm semblent impactées et ce, dans une très faible proportion (5%). Il est cependant plus difficile d'émettre une hypothèse pour les structures hydrophiles étant donné le faible rendement d'alignement déjà obtenu pour des structures avec des plots de 80 µm de hauteur.

  - Lorsque l'on utilise la méthode de dépose par mise en contact dans le cas des puces hydrophiles, en dessous d'une hauteur de plot de 20 µm, on note une forte diminution du taux d'alignement micrométrique. Il existe donc une hauteur limite à partir de laquelle le confinement par topologie (facteur géométrique seul) ne suffit plus à assurer le confinement de la goutte.

  - Les structures hydrophobes présentent des capacités de confinement élevées pour des hauteurs de plot allant jusqu'à un micromètre, alors que des structures hydrophiles ne semblent pas capables d'assurer un confinement efficace, même avec des plots de l'ordre de 80 µm de hauteur.

1-4-2 Qualité de collage

Le deuxième critère considéré pour définir la qualité d'un auto-assemblage (étape d'auto-alignement et étape de scellement) est la qualité de l'hybridation. La qualité du collage direct de l'interface est évaluée par l'intermédiaire d'une observation de l'interface par infrarouge dans un premier temps (figure 4.49). Cette analyse permet de déceler les particules piégées à la surface avant l'étape de collage ainsi que les zones de la surface potentiellement non collées.

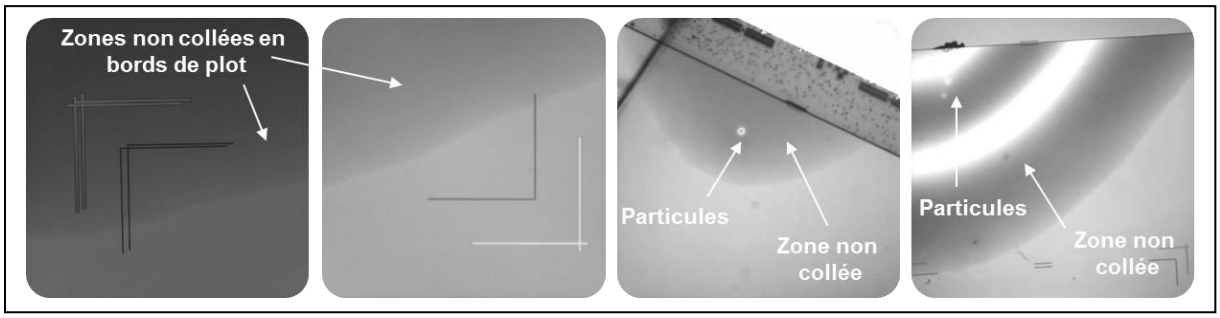


Figure 4.49 : Observations au microscope infrarouge en transmission de l'interface de collage. Ces puces présentent les modes de défectivités les plus fréquemment observés. Les zones non collées sont principalement localisées sur le bord des plots.

Une fois le recuit de consolidation du collage effectué, la qualité de collage est alors évaluée par l'intermédiaire d'une observation acoustique (Cf. chapitre II section 2-2….). La qualité de collage est considérée comme bonne pour une interface exempte de défaut particulaire et une hybridation d'au moins 90% de la surface de contact.

a) Qualité de collage des puces hydrophiles

La préparation standard utilisée dans le cadre de l'hybridation puce à plaque a été effectuée sur nos structures. On remarque que la majorité des structures hydrophiles sont désalignées lors de la caractérisation de leur interface de collage. Ces puces ayant reçu un prétraitement hydrophile, basé sur une activation de surface réalisée via un traitement UV/O_3, présentent une très bonne qualité de collage. Le taux de collage sans défauts observés est de 85 %, on en conclut donc que la qualité d'hybridation entre deux surfaces hydrophiles est par conséquence très bonne. Les observations acoustiques ci-dessous (figure 4.50) présentent des structures dont la qualité de collage est considérée comme très bonne.

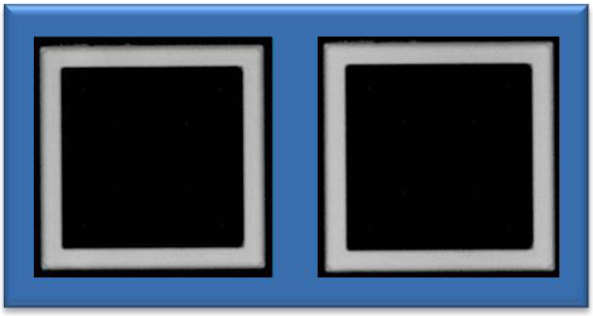


Figure 4.50 : Observation acoustique de l'interface de collage de puces hydrophiles auto-assemblées.

b) Qualité de collage des puces hydrophobes

Les puces hydrophobes présentent des résultats très différents et ce pour plusieurs raisons. D'une part il ne s'agit pas du même type surface mise en jeu (hydrophobe), mais surtout il s'agit de surfaces de silicium et non d'oxyde de silicium comme c'est le cas pour les structures hydrophiles. Par conséquence, le type de liaisons chimiques mises en jeu change (Si-H dans le cas de surfaces hydrophobes et Si-OH dans le cas de surfaces hydrophiles). On observe que la qualité de collage des structures hydrophobes est relativement mauvaise compte tenu de l'état de surface (figure 4.51). Une surface hydrophobe a tendance à être beaucoup plus sensible à la contamination particulaire environnante du fait de la différence de liaisons. On observe donc que seuls 5% des structures hydrophobes auto-assemblées ont une qualité de collage suffisamment bonne pour nos critères.

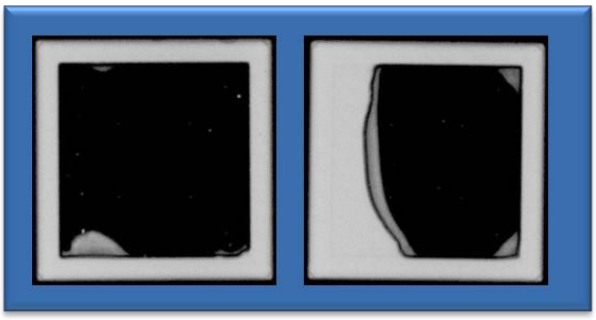


Figure 4.51 : Observation acoustique de l'interface de collage de puces hydrophobes auto-assemblées.

De plus, le recuit de consolidation du collage est impossible à réaliser car les puces n'ont presque aucune tenue mécanique lorsque la goutte d'eau s'est évaporée et que les surfaces ont été mises en contact.

➢ ***Récapitulatif de la qualité de collage des essais d'auto-alignement:***

La figure (4.52) récapitule les résultats obtenus en tenant compte de la qualité de collage uniquement. Le collage direct de puce à plaque représente une difficulté supplémentaire par rapport au collage direct de deux substrats entre eux. En effet, la gestion de la contamination particulaire n'est pas la même du fait des étapes de découpe nécessaire à la libération individuelle des puces. Le collage hydrophobe est donc à proscrire pour ce type d'application. Il demeure cependant la problématique de l'alignement des structures hydrophiles à solutionner si l'on se résout à utiliser ce type d'hybridation.

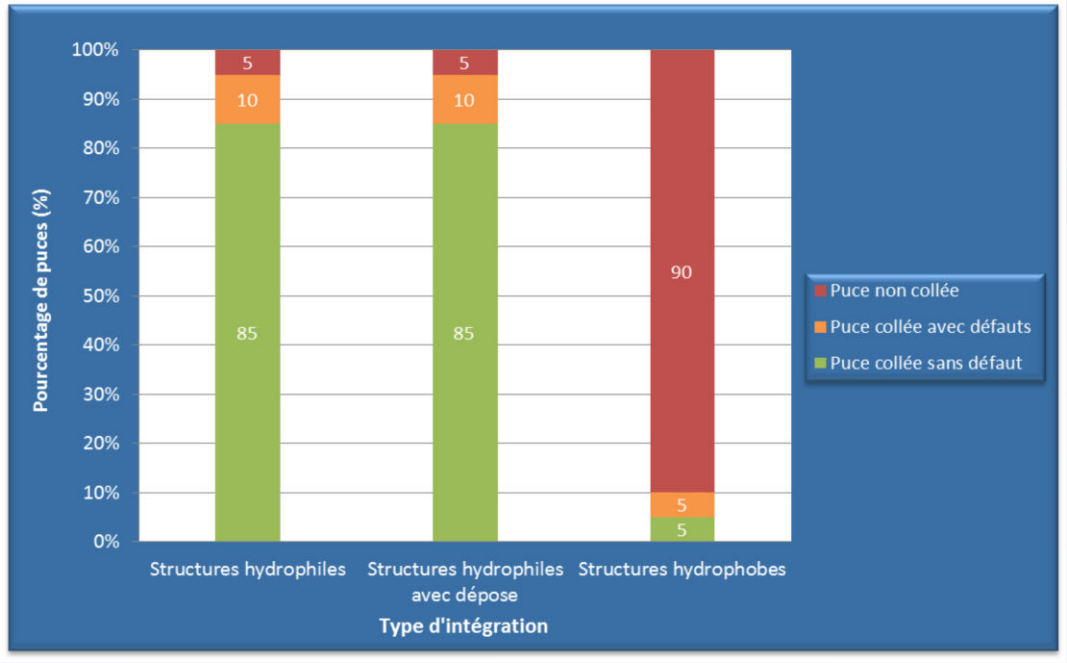


Figure 4.52 : Graphique présentant le pourcentage de puces collées sans défauts en fonction du type de confinement et de la méthode de dépose.

1-4-3 Conclusion sur l'auto-assemblage de structures avec topologie seule

Suite aux expérimentations menées avec des structures présentant un système de confinement de la goutte basé uniquement sur la création d'une discontinuité physique, plusieurs résultats ont été obtenus et sont récapitulés dans les infographies suivantes (figure 4.53):

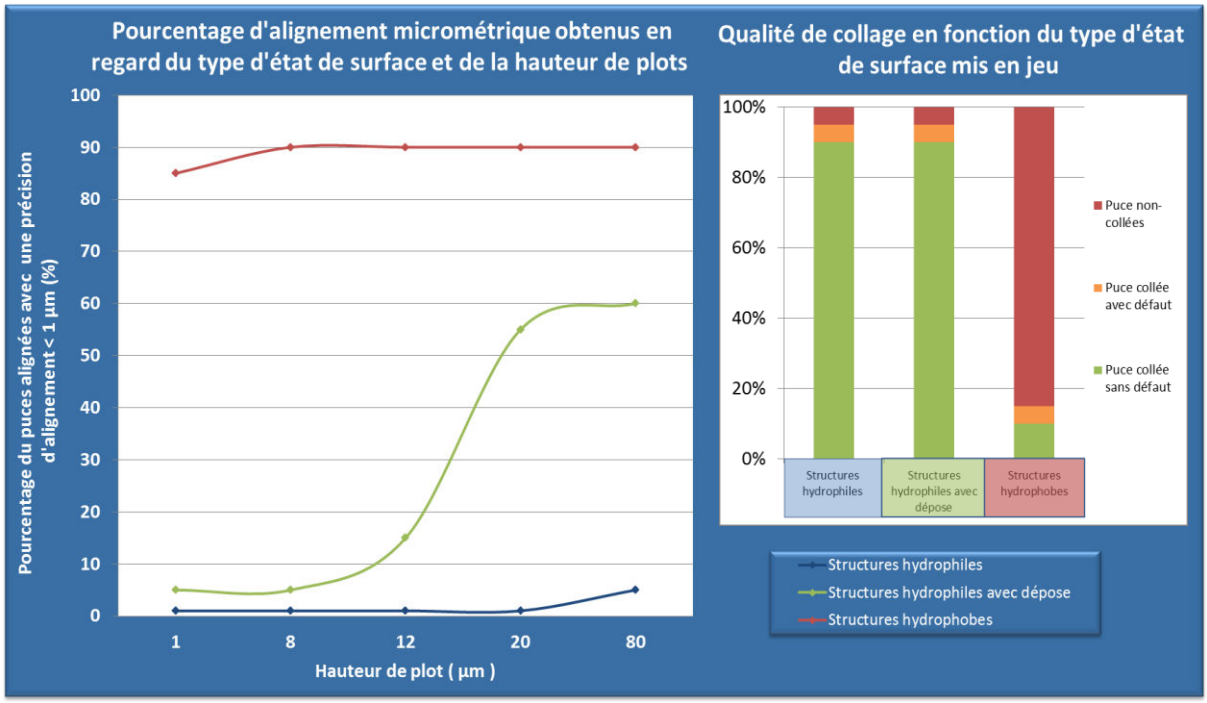


Figure 4.53 : Graphique récapitulatif des essais réalisés avec des structures présentant un système de confinement de la goutte basé uniquement sur la création d'une discontinuité physique.

Nous avons dans cette première partie défini le dimensionnel de nos structures (section *1-2-2* a) afin de se placer dans le cas le plus réaliste. Des puces de 10x10 mm² ont donc été fabriquées suivant le procédé développé dans la partie *1-2-2* d. En nous basant sur les procédés d'activation de surface utilisés pour le collage plaque à plaque, nous avons développé un procédé de préparation au collage spécifique à l'auto-assemblage de puces (section *1-3-1*). Une procédure de test a ensuite été mise en place afin de s'affranchir au maximum des effets parasites dus au caractère manuel des essais (section *1-3-2* a).

L'impact de plusieurs paramètres a pu être évalué en termes de qualité d'alignement et de qualité de collage. Le rôle déterminant du traitement de surface sur les capacités de confinement de nos structures a pu être mis en évidence (section *1-4-1* a). Deux comportements antagonistes ont été observés entre les structures hydrophiles et les structures hydrophobes :

- Comme nous l'avons montré dans la partie *1-4-1* b, pour un confinement efficace, comme sur les puces hydrophobes, le volume d'eau n'est pas critique.

- Pour un confinement moins efficace, comme sur les puces hydrophiles, le volume de la goutte doit être maitrisé. Un excédent d'eau mène alors directement au débordement et à l'alignement sur les bords de découpe ou pire à l'échec de l'alignement.

L'impact de la cinétique de dépose a également été démontré dans la section (1-4-1 d) et une méthode permettant de s'affranchir des effets cinétiques dus au lâché de la puce a été mise au point (dépose par contact). Une hauteur limite de plot de 20 µm a été fixée comme étant la limite à partir

de laquelle l'effet de confinement par topologie n'est plus suffisant pour assurer le confinement, dans le cas des structures hydrophiles. Cette hauteur est réduite à 1 µm dans le cas des structures hydrophobes.

Les conclusions du premier set d'essais sont résumées dans le tableau (4.54), présenté ci-après.

	Structures Hydrophiles	Structures Hydrophobes
Qualité de confinement & d'alignement	**Capacités de confinement intrinsèques**	
	❑ Capacité de confinement faibles de manière intrinsèques ❑ -10 % d'alignement avec une précision < 1 µm. ❑ Dans les autres cas alignement sur les bords de découpe.	❑ Capacité de confinement élevée de manière intrinsèque. ❑ + 90 % d'alignement avec une précision < 1 µm.
	Impact du volume de la goutte	
	❑ Contrôle critique du volume de la goutte du fait des faibles capacité de confinement. ❑ Taux de débordement accrus en cas d'un volume en excès.	❑ Peu de variation observées pour des volumes de goutte allant de 1 à 2 µl. ❑ Stabilité du procédé par rapport au volume de la goutte.
	Impact de la méthode de dépose	
	❑ Possibilité de limiter la cinétique d'étalement de la goutte grâce au procédé de dépose par mise en contact ❑ Augmentation artificiel du confinement (gain d'un facteur 12 sur le rendement d'alignement micrométrique).	❑ L'utilisation de la dépose par mise en contact n'apport aucune amélioration significative par rapport à la méthode standard.
	Impact de la hauteur des plots	
	❑ Impact de la hauteur des plots sur la capacité de confinement lors de l'utilisation de la dépose par mise en contact (hauteur limite supposée de 20 µm). ❑ Difficilement quantifiable avec la méthode de dépose standard (variation non significative)	❑ Faible impact de la hauteur des plots sur la qualité de confinement pour des hauteur supérieur à 1 µm (5% de variation).
Qualité d'hybridation	**Impact de l'état de surface**	
	❑ Qualité de collage de l'interface SiO_2- SiO_2 très bonne. ❑ Hybridation à température ambiante (20°C). ❑ Utilisation des procédés de préparation au collage connus. ❑ Faible défectivité.	❑ Qualité de collage de l'interface Si-Si médiocre. ❑ Hybridation à température ambiante impossible. ❑ Utilisation de procédés de préparation au collage complexes. ❑ Forte défectivité.

Tableau 4.54 : Récapitulatif des résultats obtenus dans le cadre des essais effectués avec des structures présentant une méthode de confinement basée sur l'utilisation de la topologie seule (discontinuité physique).

2) Création de structures « mixtes » pour l'auto-assemblage

A partir des résultats de l'étude précédente, il ressort nécessaire de trouver un compromis entre les avantages des deux types de structures utilisées précédemment. La structure idéale (figure 4.55) présenterait des capacités de confinement similaires à celle des structures hydrophobes et une surface possédant les mêmes caractéristiques pour le collage direct que celles des structures hydrophiles.

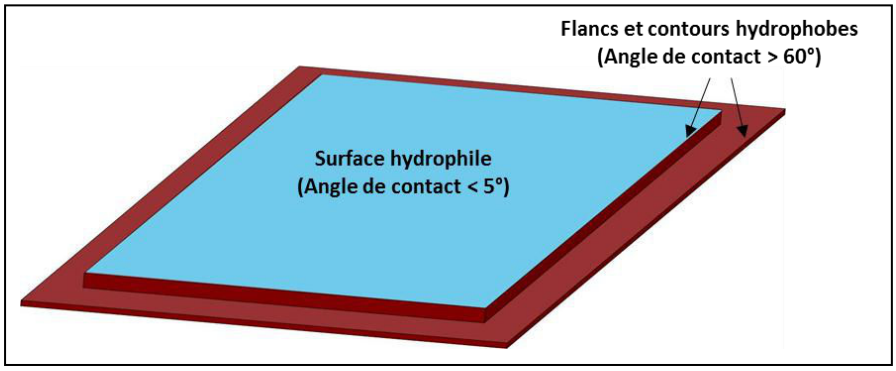


Figure 4.55 : Représentation schématique du « design » d'une structure idéale pour l'auto-alignement.

Pour cela il est nécessaire de coupler les deux méthodes de confinements pour assurer le maintien de la goutte sur la surface du plot. Comme nous venons de le voir, dans le cas de structures hydrophiles, le confinement par topologie ne semble pas suffisant pour garantir cette condition.

Une alternative possible serait d'intégrer un contraste chimique entre la surface et les flancs des plots. Le contraste chimique est basé sur la différence d'affinité avec l'eau (hydrophile / hydrophobe) de deux zones voisines. Dans notre cas la surface du plot doit présenter un caractère hydrophile alors que les flancs ainsi que le contour des plots doivent être hydrophobe.

Deux démarches peuvent alors être envisagées afin de solutionner cette problématique :

- Soit la réalisation d'un traitement hydrophile global de la structure dans un premier temps puis la localisation du traitement hydrophobe sur les flancs et les contours de plots.

- Soit la réalisation d'un traitement hydrophobe global de la structure dans un premier temps puis la localisation du traitement hydrophile à la surface du plot.

1-5 Réalisation de structures utilisant la topologie et le contraste chimique comme méthode de confinement – structures mixtes

La problématique majeure de cette approche est basée sur la génération de deux états de surfaces extrêmes opposés (très hydrophile pour la surface, très hydrophobe pour les flancs et le contour du plot) de manière juxtaposée. Il est impératif que les procédés ne se dégradent pas mutuellement.

L'intégration de ce type de traitement dans un procédé complet étant très complexe, nous allons regarder la faisabilité de ces deux approches de plus près. La figure (4.56) synthétise les réflexions concernant les possibilités d''intégration d'un contraste chimique.

Traitement hydrophile global (N_1) puis traitement hydrophobe localisé (N_2)	Traitement hydrophobe (N_1) global puis traitement hydrophile localisé (N_2)
Ordre préférentiel	
❑ Non | Nécessité de conservation du traitement hydrophile au cours du procédé de fabrication	❑ Oui | Les zones hydrophiles sont générées juste avant l'étape d'hybridation des structures.
Type de traitements connus	
❑ Traitement en phase vapeur : ✓ BOE (HF dilué) ✓ Silanisation ❑ Traitement en phase liquide : ✓HF 1 % ✓ Structuration de surface (TMAH/ KOH)	❑ Traitement par rayonnement: ✓ plasma O_2 ✓ UV/O_3 ❑ Traitement en phase liquide : ✓Brossage mécanique après CMP ✓ Traitement SC1
Résistance de la couche initiale (N_1)	
❑ Pas de résistance connue car les traitements hydrophobes reposent en grande partie sur le dépôt d'une couche de matériau.	❑ Faible résistance des zones hydrophobes aux traitements hydrophiles ultérieures. ❑ Possibilité d'adaptation des traitements hydrophiles.
Méthode de localisation du traitement (N_2)	
❑ Nécessite de protéger localement les zones hydrophiles avec une couche de protection (résine).	❑ Protection locale des futures zones hydrophiles ❑ Utilisation d'une couche N_1 insensible aux traitement N_2.
Facilité d'intégration	
❑ Complexe (exemple d'enchainement d'étapes): ➢Protection des zones hydrophiles avec une couche ➢Traitement hydrophobe (dépôt pleine plaque) ➢Retrait couche de protection	❑ Complexe (exemple d'enchainement d'étapes): ➢Protection préalable des futures zones hydrophiles ➢Dépôt couche hydrophobe ➢Retrait couche de protection ➢Réactivation des zones hydrophiles
Technique la plus probable	
❑ BOE	❑ Dépôt matériaux hydrophobes avec couche de protection ❑ Double photolithographie

Figure 4.56 : Récapitulatif des différents types d'intégrations considérés, avec les principaux points clés de chaque type d'intégration.

1-5-1 Présentation des méthodes d'intégration possibles

L'approche que nous avons retenue consiste à générer les zones hydrophiles après les zones hydrophobes. De cette manière, les zones hydrophiles sont créées juste avant l'étape d'assemblage. Cela permet de s'assurer d'un état de surface optimal, et d'obtenir ainsi une bonne qualité de collage. De plus, l'activation de surface étant considérée comme efficace pendant une durée d'environ deux heures après le traitement, effectuer le traitement hydrophile préalablement au traitement hydrophobe est difficilement réalisable. De plus la couche de protection (résine, polymère,..) utilisée pour protéger les zones hydrophiles du traitement hydrophobe laisserait invariablement des traces de contamination sur les surfaces lors de son retrait et occasionnerait donc des défauts de collage.

Plusieurs variantes d'intégration ont été imaginées, trois sont présentées dans la suite car ce sont les trois techniques potentiellement utilisables à partir des connaissances actuelles.

a) Le traitement plasma localisé

Dans le cas où le traitement hydrophobe est appliqué préalablement à l'ensemble de la structure, il est impératif de localiser le traitement hydrophile sur la surface du plot exclusivement. L'idée de localiser l'action du traitement hydrophile sur le plot semble assez naturelle mais sa mise en application nécessite le recours à des techniques nouvelles. Une méthode pourrait consiste à utiliser un plasma dont l'action serait concentrée sur la surface du plot. Des essais ont été menés en ce sens dans les travaux de F. Grossi [Grossi 2010], avec la mise en place d'un pochoir de silicium (figure 4.57). Ce pochoir a été réalisé via une plaque de silicium dans laquelle l'empreinte des plots a été dessinée grâce à l'utilisation d'un laser permettant l'amorphisation du silicium. Le silicium amorphe est ensuite gravé grâce à un bain chimique de KOH (Hydroxyde de potassium).

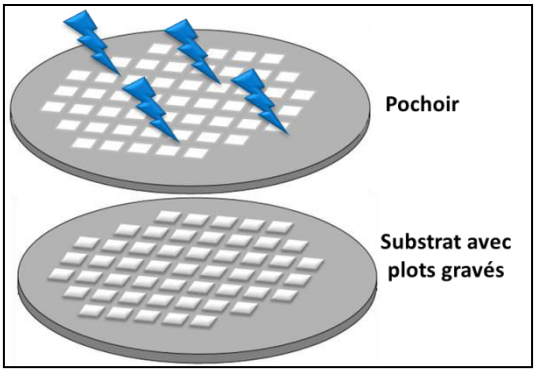


Figure 4.57 : Utilisation d'un pochoir afin d'activer de manière sélective certaines zones du substrat. Cet effet de pochoir permet de rendre hydrophile uniquement les zones souhaitées, dans notre cas le sommet des plots.

Un plasma d'activation a par la suite été réalisé au travers de ce pochoir afin d'activer uniquement la surface des plots tout en essayant de préserver les zones voisines non traitées (figure 4.58). Cependant, le problème de localisation demeure, car le positionnement entre le pochoir et le substrat n'est pas optimal. Par conséquence, la définition de l'interface entre la zone hydrophile et la zone non traitée est de l'ordre de 15 µm, ce qui n'est pas suffisant pour les gammes d'alignement recherchées (1 µm).

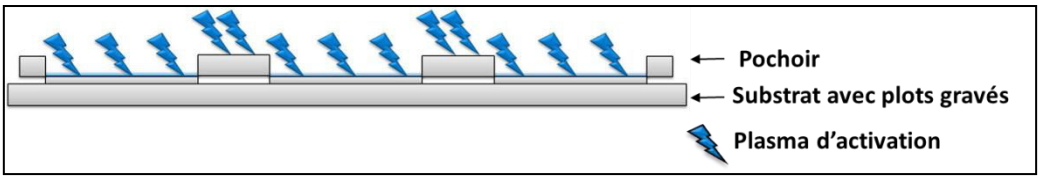


Figure 4.58 : Représentation schématique de l'action du plasma au travers le pochoir.

Dans le même type d'idée, un équipement permettant la localisation du traitement plasma plus aboutie a été développée par l'équipementier Suss Microtech [Suss 2011]. Le concept de base reste similaire puisqu'il repose sur la modulation du plasma par l'intermédiaire d'une couche de diélectrique afin de localiser la zone de traitement (figure 4.59).

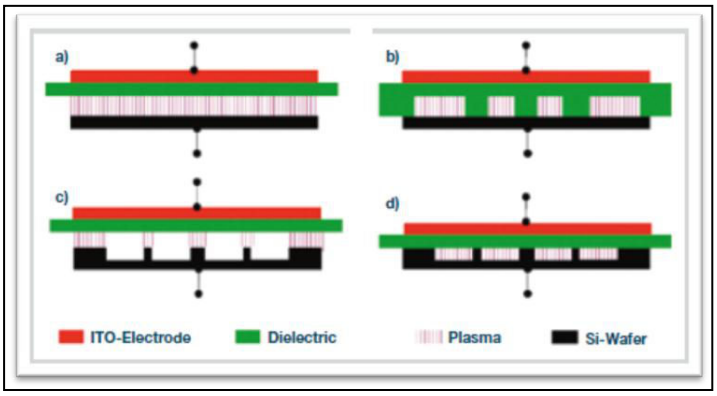


Figure 4.59 : Illustration du procédé de plasma localisé développé par SUSS Microtech [Suss 2011].

Le principe de fonctionnement de ce plasma est basé sur la loi de Paschen [Pashchen 1889]. Cette loi empirique indique que l'apparition d'un arc électrique dans un gaz, à un certain champ électrique de claquage (*V*), est une fonction généralement non linéaire du produit de la pression *p* du gaz par la distance *d* entre les électrodes (équation 4.60).

$$V_{Claquage} = \frac{B.d.p}{C + \ln(d.p)}$$

$$C = \ln\left(\frac{A}{\ln(1 + \frac{1}{\gamma})}\right)$$

Equation 4.60 : Equation de la courbe de Paschen. A et B sont des constantes mesurées expérimentalement. A s'exprime en Torr-1.cm-1 et B en V.Torr-1.cm-1. γ est le second coefficient de Townsend, qui dépend de la nature des électrodes.

En jouant sur l'épaisseur de diélectrique présent sur l'électrode (et donc sur la distance inter-électrode), il est donc possible de moduler la génération du plasma. Par conséquence une électrode présentant des motifs de diélectrique permettra de générer le plasma seulement dans les zones où le diélectrique est absent. Aucun essai n'a pu être réalisé avec cet équipement car il s'agit encore d'un prototype. De plus les spécifications annoncées donnent une précision de localisation du traitement plasma encore trop élevé compte tenu de notre application (environ 5 µm).

b) La double photolithographie

La méthode alternative pourrait etre l'utilisation de deux étapes de photolithographies. Dans cette approche, les zones hydrophobes et les zones hydrophiles sont définies tour à tour grâce à deux étapes de photolithographie, comme présenté sur la figure (4.61). Une première étape de photolithographie permet la définition de zones hydrophobes. Une fois le dépôt hydrophobe réalisé sur ces zones, une deuxième étape de photolithographie complémentaire est effectuée. Le but de cette seconde lithographie est de venir protéger le dépôt hydrophobe par l'intermédiaire d'une couche de résine avant la réalisation d'un traitement hydrophile global. Une fois la couche de résine protectrice retirée, on obtient ainsi des zones hydrophiles conjointes des zones hydrophobes, formant ainsi des motifs répétés, dont l'interface entre les deux états de surface est conditionnée par la précision de positionnement de la photolithographie.

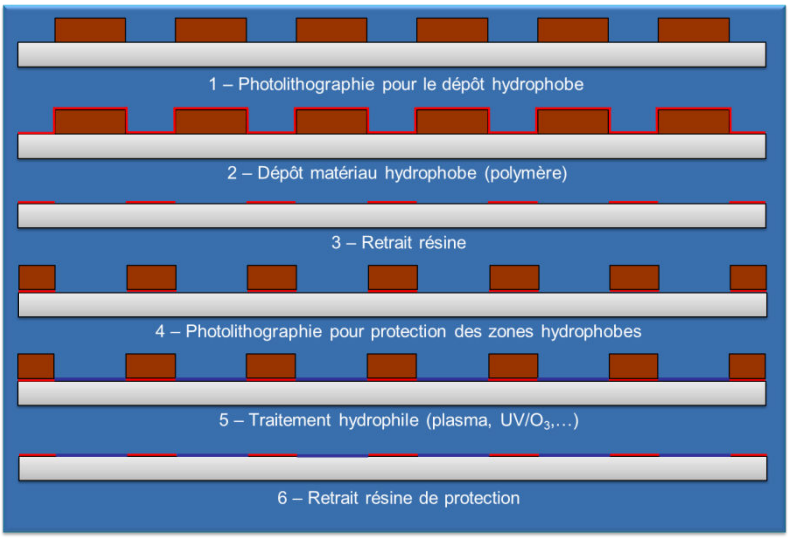


Figure 4.61 : Procédé de double photolithographie permettant la localisation des zones hydrophobes et des zones hydrophiles. Dans cet exemple, un confinement par contraste chimique seul est réalisé.

L'alignement de la seconde lithographie présente la plus grande criticité car il conditionne la discontinuité de l'interface hydrophile/hydrophobe. Ce type d'intégration, présente cependant plusieurs désavantages majeurs :

- Il est nécessaire que la surface du substrat demeure plane afin de permettre la réalisation de la deuxième photolithographie. Or dans le cadre de cette étude, des plots d'une hauteur allant jusqu'à 80 µm sont réalisés suite à la première étape de photolithographie, rendant le positionnement de la deuxième étape de photolithographie caduque.

- Le retrait de la couche de protection déposée sur la partie hydrophobe s'avère complexe à effectuer. Le dépôt hydrophobe étant le plus souvent basé l'utilisation de polymère, il difficile de retirer sélectivement la résine (qui est un polymère également) sans altérer le dépôt hydrophobe.

La combinaison de ces deux problèmes d'intégration ne permet pas d'envisager l'utilisation de ce procédé dans le cadre de notre étude.

c) L'utilisation d'un dépôt hydrophobe résistant

La troisième et dernière variante possible repose sur la mise en place d'un compromis entre l'utilisation d'un matériau hydrophobe résistant aux traitements hydrophiles et l'adaptation des procédés d'activation de surface. L'objectif est de se limiter à une seule étape de photolithographie lors de la définition des zones de contraste chimique, il est donc nécessaire de choisir un matériau hautement hydrophobe et dont l'état hydrophobe demeure malgré le traitement hydrophile qu'il devra subir. Cette intégration présente de nombreux avantages, dont le premier est sa simplicité de mise en œuvre sous réserve de trouver le matériau hydrophobe adéquat et d'adapter correctement les méthodes de préparation de surface. Ce type d'intégration a donc été choisi dans le cadre de cette étude, il sera donc développé de manière plus complète dans les paragraphes suivants.

1-5-2 Etudes des matériaux/couches hydrophobes

Afin de permettre la mise en place de cette intégration sur nos structures, plusieurs études préalables ont été nécessaires. Il a fallu dans un premier temps effectuer une analyse des différentes méthodes permettant de générer des zones / couches hydrophobes.

a) Les contraintes dues à l'utilisation du collage direct

L'encadré suivant résume les différentes contraintes que devra respecter le traitement hydrophobe pour permettre son intégration sur nos structures (figure 4.62).

- **Le traitement hydrophobe sera effectué avant le traitement hydrophile afin d'assurer une hydrophilie de la surface la plus élevée possible. Le traitement hydrophobe devra par conséquence résister aux différentes étapes de préparation au collage (plasmas, UV/O3, brossage mécanique).**
- **L'Angle de contact de la zone hydrophobe devra être supérieur à 80°.**
- **Ce traitement doit être compatible avec l'environnement salle blanche.**
- **Ce traitement doit est applicable sur des flancs verticaux de faibles dimensions.**
- **Ce traitement doit être de faible épaisseur (< 300 nm).**

Figure 4.62 : Récapitulatif des spécifications permettant l'intégration du traitement hydrophobe dans le procédé de fabrication des structures destinées à l'auto-assemblage.

b) La structuration de surface

Une des hypothèses avancées lors de l'observation des premiers auto-alignements sur les bords de découpe repose sur l'aspect rugueux des flancs. Lors de l'étape de découpe des puces, le passage de la lame a pour effet d'augmenter la rugosité du silicium par le biais de l'effet d'écrouissage. Ce phénomène est lié à la modification de l'état de surface à l'échelle micrométrique. Cet effet de variation de l'angle de contact d'une goutte en fonction de la rugosité de la surface correspond à une transition entre deux états de l'interface liquide-solide comme nous l'avons présenté dans le chapitre III section *1-2-2*. Dans la littérature, ces deux états sont respectivement nommés état de Cassie et état de Wenzel. Bien que la transition entre ces états soit encore sujet à discussions, il est cependant admis que la rugosité de la surface impacte l'angle de contact « apparent », comme le montre

l'équation (4.63). L'angle de contact apparent (θ^*) et l'angle de contact réel (θ_r) sont alors reliés par la relation suivante :

$$\boxed{\cos\theta^* = R.\cos\theta_r}$$

Avec R représentant le rapport entre la surface réelle et la surface apparente :

$$\boxed{R = \frac{Surface\ réelle}{Surface\ apparente} \geq 1}$$

Equation 4.63 : Relation entre angle de contact apparent, angle de contact réel et rugosité.

Le traitement hydrophile étant appliqué à l'ensemble de la structure, le flanc des plots présente par conséquence un angle de contact inférieur à 90 °. D'après l'équation (4.63) ci-dessus, on constate que l'augmentation de la rugosité d'une surface hydrophile ne fera que réduire davantage l'angle de contact apparent (la fonction cosinus étant inférieure à 1 pour $\theta_r < 90°$). Il est donc plus probable que l'effet de confinement observé sur les premiers essais (bord de découpe) puisse être attribué à l'échelle macroscopique de la discontinuité physique.

c) Les dépôts hydrophobes

Le recours au dépôt d'une couche hydrophobe est donc une voie d'intégration intéressante, sous réserve de trouver une couche résistante au traitement hydrophile. Dans cette optique, plusieurs matériaux ont été essayés. Deux matériaux répondent à nos caractéristiques, à savoir la couche de passivation initialement utilisée dans les procédés de gravure profonde, que l'on nommera le « polymère Bosch » par la suite, et le « parylène C » semblent particulièrement intéressantes et compatibles avec notre intégration.

- *Le parylène C :*

Le parylène C est un film polymère biocompatible qui se dépose sous vide après évaporation et transformation de son précurseur (figure 4.64). Ses propriétés de conformité et d'uniformité, d'isolation électrique et de barrière chimique en font un matériau intéressant pour notre application.

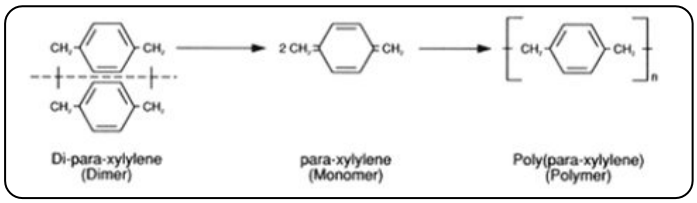


Figure 4.64 : Représentation schématique des transformations chimiques permettant de passer du précurseur au dépôt d'une couche polymère de parylène C.

Le dépôt d'une couche de parylène se décompose en trois parties distinctes (figure 4.65). Premièrement le précurseur est vaporisé à une température de 150°C et une pression de 1 Torr sous forme de dimère. La deuxième étape consiste en une étape de pyrolyse effectuée à une température de 680°C et une pression de 0,5 Torr. Lors de cette étape, le dimère se dissocie en deux monomères de para-xylylène. Enfin, troisième et dernière étape, le dépôt s'effectue à une température de 25°C et une pression de 0,1 Torr. Le dépôt successif de monomères permet de générer une couche de polymère d'une épaisseur variable et contrôlée.

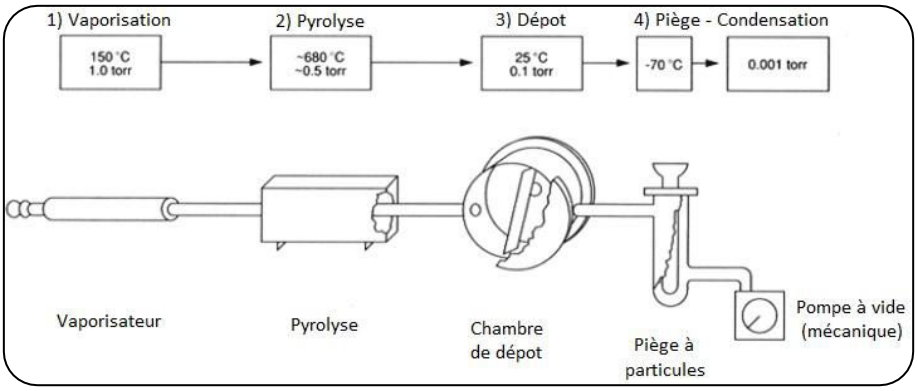


Figure 4.65 : Les différentes étapes du dépôt de parylène C, ainsi que de leurs correspondances en température-pression.

Le parylène C est une variante du parylène N (poly-para-xylene) dans laquelle un atome d'hydrogène aromatique est remplacé par un atome de chlore (figure 4.66). Cela a pour effet de modifier les propriétés du film déposé, lui conférant ainsi une meilleure résistance mécanique, une plus autre résistance aux acides et un meilleur rendement de déposition.

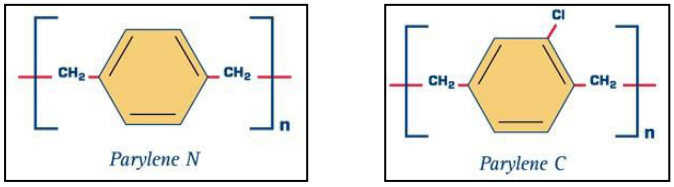


Figure. 4.66 : Illustrations des molécules de parylène N et C. Le Parylène C se différencie par le remplacement d'un des atomes du cycle d''hydrogène aromatique par un atome de chlore.

Afin de calibrer le dépôt de la couche, différents grammages de précurseur ont été essayé afin d'obtenir l'épaisseur finale souhaitée (figure 4.67).

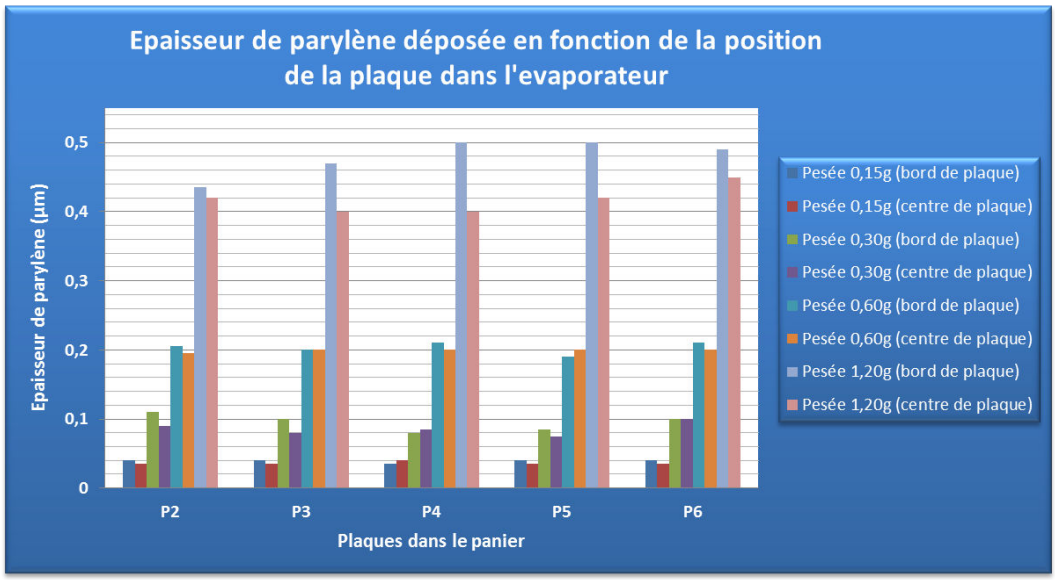


Figure 4.67: Etude de l'épaisseur de parylène déposée en fonction de la quantité de précurseur utilisée initialement et de la position de la plaque dans le panier (Px) placé dans l'évaporateur.

La valeur de 300 nm d'épaisseur étant la valeur cible pour les essais préliminaires, 0,90g de précurseur a donc été utilisé afin de s'assurer une épaisseur de film suffisante quel que soit l'endroit du substrat (homogénéité bords-centre plaque). Les dépôts de parylène ont été réalisés sur des substrats silicium présentant une couche de 50 nm d'oxyde de silicium similaire à celle utilisée sur nos structures. Comme le présente la figure (4.68) ci-dessous, le caractère hydrophobe de la couche ne semble pas être impacté de manière significative par le traitement acétone permettant le retrait de la résine. Cependant, les étapes de préparation au collage modifient grandement l'état de surface de la couche de parylène. La diminution de l'angle de contact après préparation au collage montre une modification des liaisons chimiques (et donc de l'hydrophobicité) des premiers nanomètres en surface.

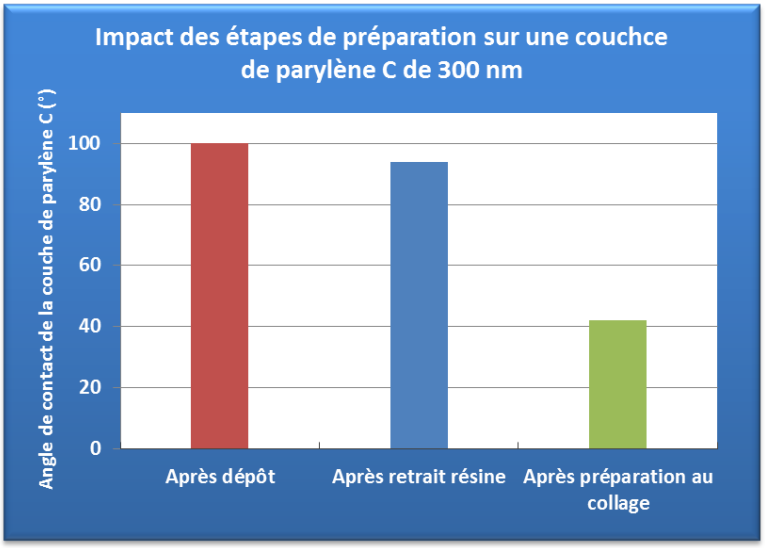


Figure 4.68 : Etude de l'hydrophobicité de la couche de parylène C déposée en fonction des étapes de préparation à l'auto-assemblage.

Cette modification de liaisons chimiques de surface est explicable par l'incorporation d'oxygène dans les premiers nanomètres de la surface lors du traitement UV/O_3 comme le montre l'étude réalisée par K.G. Pruden [Pruden 2003]. De plus, lors des essais réalisés sur des substrats présentant des plots de 3 µm de haut, il semble que le traitement acétone ne permette pas le retrait de la résine. La structuration du film est telle que l'acétone ne parvient pas à atteindre la résine présente sur le plot, et servant à protéger les futures surfaces hydrophiles. L'effet de lift-off (dissolution de la couche de résine sous la couche de parylène) est donc impossible à appliquer.

Conclusion :

- Bien que le parylène C présente les propriétés d'hydrophobicité et de conformité de dépôt nécessaires à son intégration dans notre procédé, plusieurs critères du cahier des charges ne sont pas remplis : *la faible résistance de cette couche aux rayonnements UV* utilisés pour générer les surfaces hydrophiles ainsi que la structuration de la couche en film solide *résistant à l'acétone* ne permettent pas de valider son utilisation.

➢ *Le polymère Bosch (C_4F_8) :*

Le polymère Bosch (similaire au téflon) est utilisé dans le cadre du procédé de gravure profonde développé par l'équipementier Bosch, présentée dans la section 1-2-2 b, de ce chapitre. Ce dépôt est réalisé à partir d'un plasma de C_4F_8 (octafluorocyclobutane) qui, une fois la dissociation des espèces réalisée, permet des déposer des groupements fluoro-carbonés de type CFx / CyFx. Ce polymère a la particularité de présenter un caractère extrêmement hydrophobe (angle de contact d'environ 110°). Compte tenu des nombreuses caractéristiques de ce polymère une étude plus développée est présentée dans la section suivante.

1-5-3 Etude du polymère hydrophobe C_4F_8

Le polymère Bosch est utilisé comme couche de passivation des flancs de gravure lors des procédés de gravure profonde comme le montre le paragraphe *1-2-2* b. Ce polymère présente un caractère extrêmement hydrophobe compte tenu du type de terminaisons chimiques présentes en surface (tableau 4.69).

Groupement Chimique	Angle de contact (°)
CH_2	94
CH_3	111
CF_2	108
CF_3	120

Tableau 4.69 : Angle de contact calculé pour des surfaces planes en fonction du type de groupement chimique mis en jeu. Les angles sont calculés à partir d'un arrangement matriciel pur de groupement chimique [Colin 2011]

Le procédé de polymérisation du plasma C_4F_8 s'effectue par l'intermédiaire de plusieurs mécanismes mettant en jeu différentes interactions. De nombreuses études ont été réalisées sur ce sujet dans la littérature [Craigie 2002]. L'idée ici n'est pas de refaire une analyse de ce procédé mais d'expliciter les différents mécanismes qui mènent à la croissance de cette couche de polymère. Le gaz au sein duquel est généré le plasma est constitué majoritairement d'espèces du type C_XF_Y et CF_X (une fois les espèces dissociées au sein du plasma). Lors de l'initiation du plasma, les espèces issues des précurseurs arrivent à proximité du substrat et viennent s'adsorber (chimisorption) à la surface de l'oxyde de silicium (SiO_2). Lors de cette adsorption, les groupements de type CF_X initient la formation d'un complexe ($SiO_2C_XF_Y$) à la surface de l'oxyde. Lorsqu'un nouveau groupement CF_X vient s'adsorber sur ce complexe, on obtient alors une croissance du film de polymère.

Néanmoins d'autres mécanismes agissent de manière conjointe. Sous l'action de l'interaction des ions radicaux, également présents au sein du plasma, avec les premières couches initiées à la surface, de nombreuses espèces volatiles sont générées comme par exemple le SiF_3 (composant neutre du tétrafluore de silicium) ou le CO_2 (dioxyde de carbone). On observe donc une compétition entre les phénomènes permettant la croissance du film et les phénomènes entrainant la désorption des espèces volatiles. Cette désorption est couramment nommée défluorination dans la littérature car elle entraine une diminution de la concentration de fluor dans la couche déposée. Il est important de préciser que ces mécanismes de désorption ne sont critiques que lors de la croissance des premiers nanomètres de la couche. Au-delà de cette épaisseur, les ions radicaux ont beaucoup plus de difficultés à atteindre le complexe $C_XF_YSiO_2$ qui est uniquement présent à l'interface entre la couche de polymère et la surface d'oxyde.

Les mécanismes entraînant la croissance de la couche de polymère hydrophobe sur une surface de SiO_2 sont résumés dans la figure (4.70) ci-dessous.

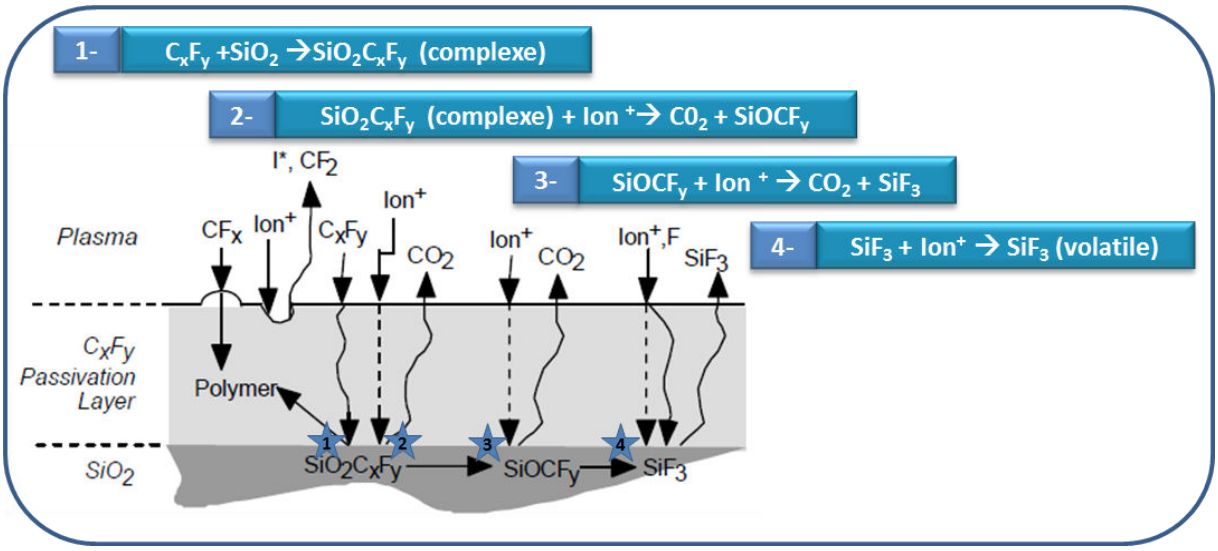


Figure 4.70 : Illustration des différents mécanismes engendrés à l'interface SiO_2 lors de la croissance du film de polymère hydrophobe [Rajaraman 2004].

Le mécanisme de polymérisation (figure 4.71) est légèrement différent lorsqu'il s'agit de réaliser un dépôt sur une surface de silicium comme c'est le cas pour les flancs des plots d'auto-assemblage après leur gravure. Le mécanisme de désorption est alors basé sur la génération de SiF_3. Lors de l'initiation du dépôt, une partie des radicaux fluors (F) arrivent à l'interface avec le silicium et forme successivement du SiF, SiF_2 et SiF_3 (composants neutre du tétrafluore de silicium) jusqu'à l'obtention d'une espèce volatile et la désorption des groupements SiF_3.

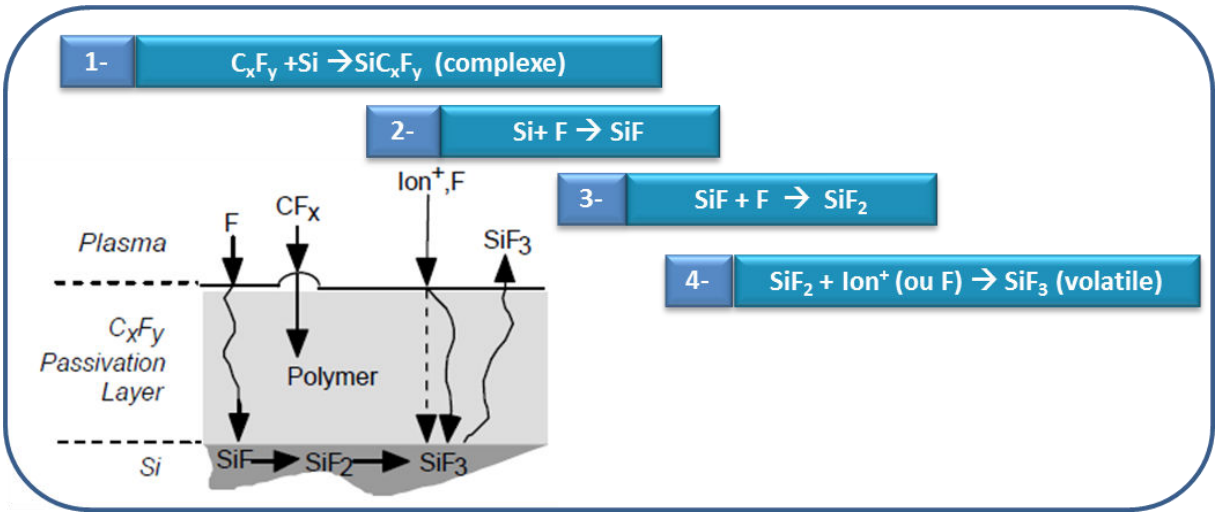


Figure 4.71 : Illustration des différents mécanismes engendrés à l'interface Si lors de la croissance du film de polymère hydrophobe [Rajaraman 2004].

Dans un premier temps les essais ont été réalisés sur des substrats de silicium présentant une couche de 50 nm d'oxyde de silicium en surface.

a) Angle de goutte et préparation de surface

Trois épaisseurs différentes, 30 nm, 200 nm et 1 µm de polymère ont été déposées via un équipement de gravure profonde afin de vérifier dans un premier temps la capacité de cette couche à conserver son caractère hydrophobe tout au long du processus de préparation à l'auto-assemblage. La caractérisation des propriétés d'hydrophobicité de la surface ont été réalisées grâce à des mesures d'angle de contact (4.72).

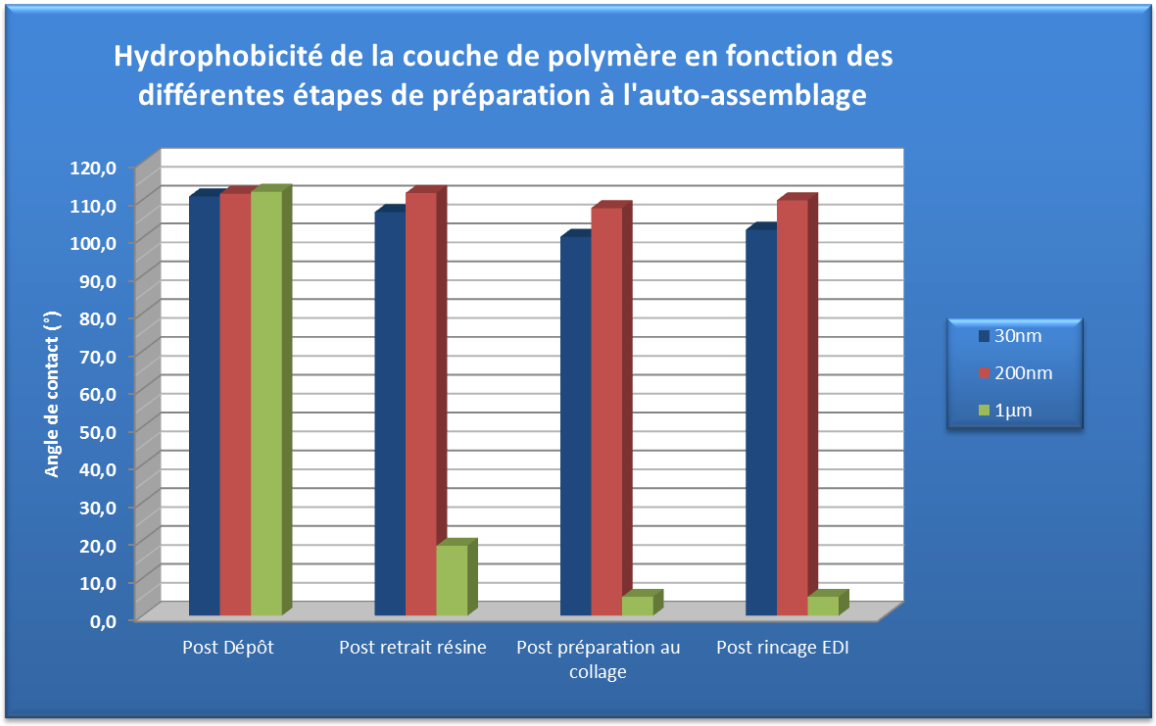
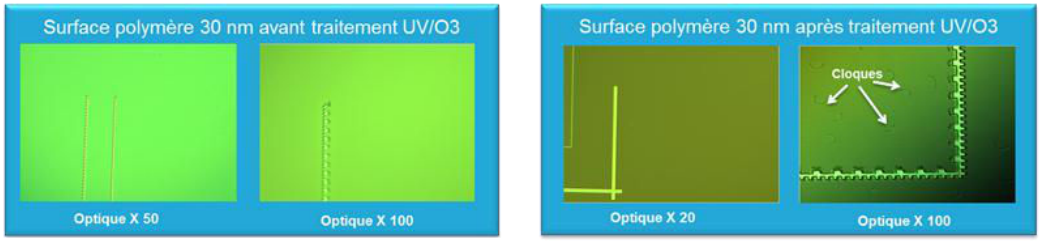


Figure 4.72 : Etude de l'hydrophobicité de la couche de polymère C_4F_8 en fonction de l'épaisseur déposée et des étapes de préparation à l'auto-assemblage.

Les mesures d'angle de contact effectuées au cours du procédé de préparation au collage direct, ont montrées que le polymère conserve son hydrophobicité pour des couches de faibles épaisseurs (< 200 nm). Au-delà de 200 nm, la couche de polymère délamine de la surface lors de l'étape de traitement acétone couplée aux ultrasons (simulation d'une étape de retrait de résine). Il est possible que les couches d'épaisseur supérieure à 200 nm soient plus contraintes lors de l'étape de dépôt. La mise en vibration d'une telle couche, fortement contrainte, mène alors plus facilement à la génération d'arrachements au niveau de l'interface entre la couche de polymère et l'oxyde de silicium.

b) Comportement morphologique du polymère

Peu de changements sont observés au niveau de la surface, si ce n'est l'apparition de cloques d'environ 5 µm de diamètre après l'étape de traitement UV/O_3 comme le présente la figure (4.73) ci-après. Ces cloques ne posent pas de problème pour conserver la propriété d'hydrophobie qui nous intéresse.



(a) (b)

Figure 4.73 : Observations au microscope optique d'une couche de 30 nm de polymère C_4F_8 avant (a) et après (b) traitement UV/O_3 de 45 secondes.

La formation de ces cloques peut être causée par le dégazage de la couche de polymère lorsque cette dernière est soumise à un rayonnement de type ultraviolet. L'interaction de ce rayonnement avec une partie des constituants gazeux (CO, H_2) emprisonnés dans la couche de polymère à l'apparition de ces poches de gaz entrainant ainsi la formation de cloques.

Conclusion :

- La couche issue de la polymérisation du plasma (C_4F_8) conserve son caractère hydrophobe tout au long du procédé de préparation à l'auto-assemblage (retrait résine, traitement hydrophile, rinçage à l'EDI). Grâce à la structuration du film de polymère Bosch une rupture mécanique du film est observée et permets ainsi la mise en pratique de l'effet de lift-off. Cette couche semble mécaniquement moins liée et favorise donc l'accès de l'acétone au plot de résine. Sa dissolution et donc le retrait de la couche de polymère sur le sommet du plot d'assemblage est donc possible.

- Pour les couches d'épaisseur inférieure à 200 nm, l'adhésion entre le polymère et le substrat est suffisante pour assurer un maintien mécanique de la couche hydrophobe sur les flancs des plots. Il est cependant important de vérifier dans quelle mesure cette adhésion peut être maximisée.

1-5-4 Réalisation de structures mixtes

Suite à la validation du dépôt de polymère Bosch, le procédé de fabrication des structures dédiées à l'auto-assemblage a été modifié afin d'intégrer les étapes de traitement hydrophobe du flanc des plots.

a) Intégration du dépôt hydrophobe dans le procédé

Le procédé de fabrication demeure similaire à celui utilisé précédemment excepté lors de l'étape de gravure. Une fois la gravure réalisée et avant de mettre les substrats à l'air, un dépôt de polymère d'une épaisseur de 100 nm est réalisé sur chaque substrat. On obtient ainsi un dépôt hydrophobe sur l'intégralité du substrat. Les différentes étapes de réalisation sont présentées dans la figure (4.74).

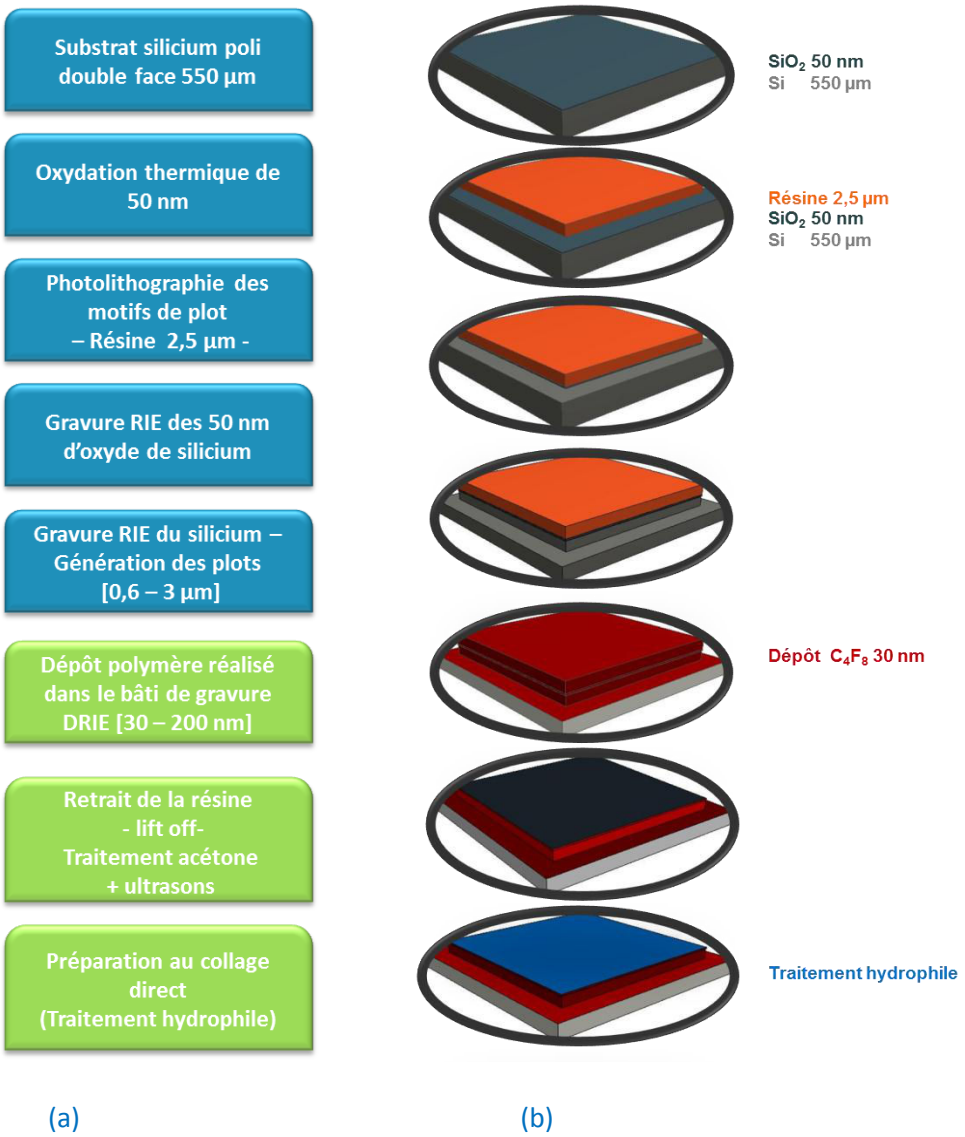


Figure 4.74 : (a) L'enchainement des étapes de réalisation des puces destinées à l'auto-assemblage avec l'incorporation des phases de dépôts hydrophobes et de préparation aux collage direct. (b) Représentation des différentes étapes de réalisation.

Une fois les structures destinées à l'auto-assemblage générées sur le substrat, leur découpe est réalisée.

b) Adaptation de l'étape de découpe

Lors de l'étape de découpe, la résine de l'étape de photolithographie est conservée afin de limiter l'exposition à la contamination particulaire des surfaces servant par la suite au collage direct. Les premiers essais de découpe ont été avec une lame diamantée rotative d'une largeur de 100 µm (figure 4.76).

Figure 4.76 : Les étapes du procédé de découpe par scie diamantée.

Lors ces essais de découpe des arrachements de la couche hydrophobe ont été observés à proximité des chemins de découpe. Le passage de la lame de découpe impacte la couche de polymère mais également la résine de protection présente sur les puces comme présenté dans les figures (4.76) et (4.77).

La tenue mécanique de la couche de polymère n'est pas assez importante pour supporter le passage conjoint de la lame et des jets d'eau haute pression permettant l'évacuation des particules de silicium.

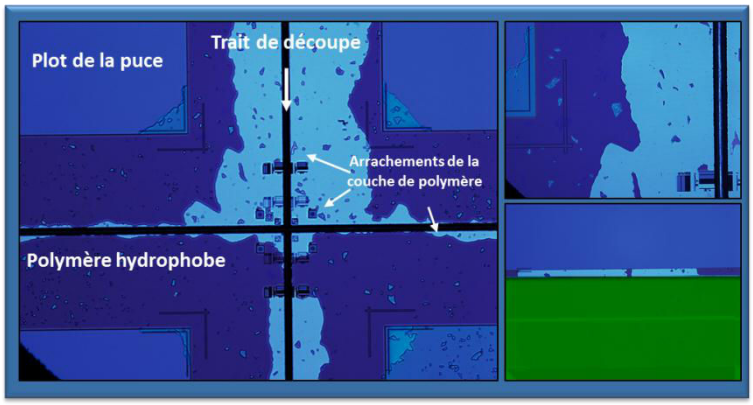


Figure 4.75 : Observations optique à proximité du trait de découpe. Un écaillement de la couche de polymère hydrophobe à proximité des zones de découpe est observé.

Ce point a pu être résolu en utilisant une lame de découpe d'une largeur réduite à 35 µm. La diminution de la largeur de la lame a pour effet de réduire l'échauffement du substrat due au passage de la lame (moins de contraintes appliquées localement) mais surtout de réduire l'effet d'écaillement du silicium (nommée chipping en anglais).

La pression des jets permettant l'extraction des particules a également été réduite afin de limiter l'effet de décollement de la résine de protection induit par le passage de ces derniers. Il est important de noter que ce phénomène était majoritairement présent lors de la deuxième phase de découpe (découpe dans l'axe des Y). Les jets arrivent perpendiculairement aux traits de découpe réalisés dans l'axe X.

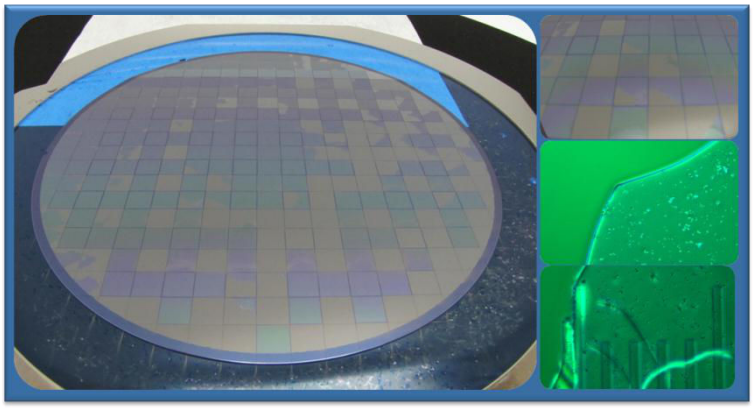


Figure 4.77 : Observations des zones de découpes, et de l'impact du passage de la lame sur la résine de protection. Les zones grises sont les zones ou la résine de protection a été retirée par le passage de la lame de découpe et des jets hautes pression.

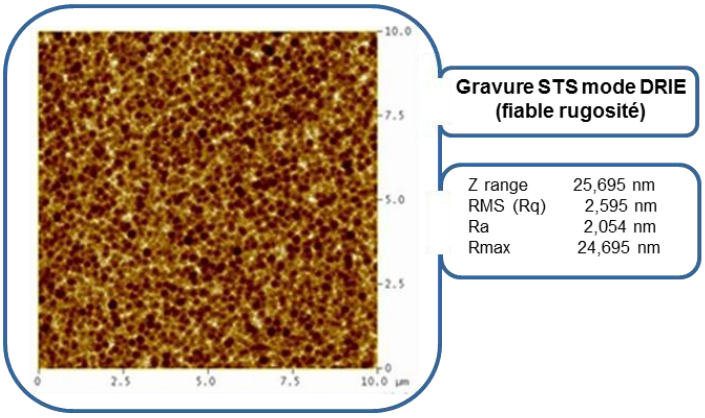
Ces observations incitent donc à s'intéresser de plus près à aux phénomènes régissant l'adhésion de la couche de polymère sur le silicium.

c) Dépôt pleine plaque – impact de la rugosité de la surface

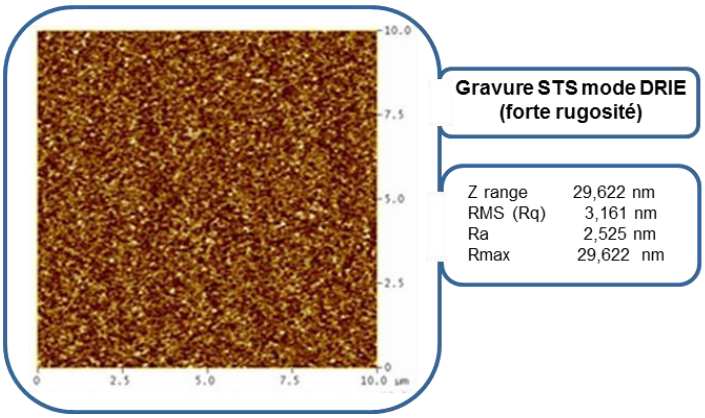
Un aspect à évaluer est l'impact de la rugosité de la surface sur l'adhérence de la couche polymère. Pour cela, différents types de gravures ont été réalisés (DRIE et RIE) sur l'intégralité de plusieurs substrats de silicium afin de simuler la rugosité résiduelle de la surface des flancs de gravure (et donc des flancs des plots).

Les observations AFM réalisées sur les substrats ayant reçu une gravure de type DRIE (alternance entre étapes de gravures et étapes de passivations) sont présentées dans la figure (4.78) ci-dessous. Dans le cadre de ces essais, seules les étapes de gravures au SF_6 ont été réalisées. Les mesures ont été effectuées sur une surface de 10 µm² en plusieurs endroits du substrat afin d'être représentatives de la rugosité réelle du substrat.

Deux variantes de gravures DRIE ont été essayées, l'une avec une vitesse de gravure très rapide (de l'ordre de 1000 nm.min-1) et l'autre avec une vitesse de gravure plus lente (de l'ordre de 500 nm.min-1). Ces variations de vitesse de gravure ont été réalisées grâce à la modification de la puissance du plasma mais également à la modification de la quantité de gaz réactif.



(a)



(b)

Figure 4.78 : Observations AFM des surfaces de silicium après des gravures réalisées au SF_6 avec des vitesses de gravure différentes. (a) Mesures pour une vitesse de gravure de 500 nm.min^{-1}. (b) Mesures pour une vitesse de gravure de 1000 nm.min^{-1}.

Une dernière variante de gravure repose sur l'utilisation d'une gravure RIE avec une vitesse de gravure standard (figure 4.79).

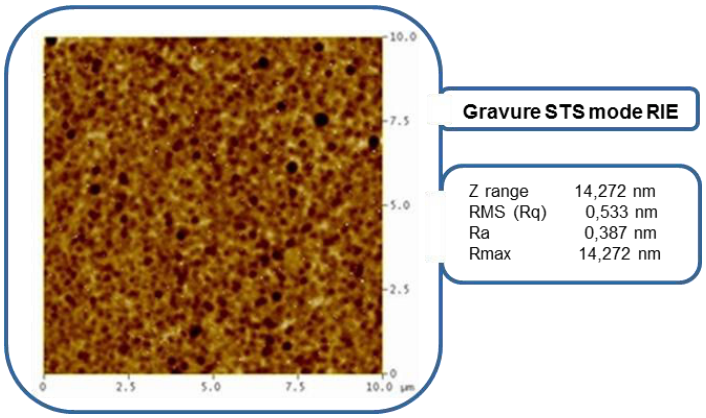


Figure 4.79 : Observations AFM de la surface de silicium après une gravure réalisée au SF_6 avec une vitesse de gravure standard.

On remarque que plus la vitesse de gravure est rapide et plus la rugosité résiduelle est grande. Suite à une gravure DRIE, la rugosité moyenne de la surface est comprise entre 2,5 et 3 nm RMS pour une surface analysée de 1x1 µm², alors qu'elle n'est que de 0,5 nm pour la gravure RIE.

Suite à ces mesures, un dépôt de polymère Bosch de 100 nm a été réalisé sur les trois substrats et la simulation des étapes de préparation à l'auto-assemblage (bain acétone + ultrason et traitement UV/O_3) a eu lieu.

Quel que soit le type de gravure mis en jeu, aucun des dépôts réalisés ne tient le traitement à l'acétone couplé aux ultrasons. On observe une délamination du film et l'apparition de cloques directement après l'entrée du substrat dans le bain d'acétone, comme présenté sur la figure (4.80) ci-dessous. L'adhésion à l'interface silicium-polymère ne semble pas suffisamment forte pour assurer un maintien de la couche de polymère.

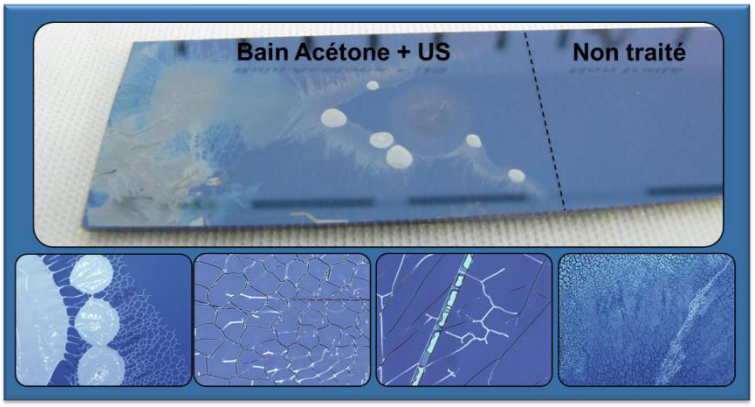


Figure 4.80 : Observations optiques de l'état de la couche de polymère après quelques secondes passée dans le bain d'acétone couplé aux ultrasons. On observe l'apparition de cloques et de fractures au sein de la couche.

Il est important de préciser que le type d'altération de la couche présenté ici est différent de la délamination observée lors des essais préalables avec une couche de polymère de 1 µm d'épaisseur. La mise à l'air des substrats préalablement gravés pour réaliser les mesures AFM a entrainé une oxydation du silicium présent en surface, modifiant ainsi drastiquement l'état de surface sur lequel le dépôt s'effectue et par conséquence le type de liaisons mises en jeu à l'interface silicium-polymère.

Afin de vérifier cette hypothèse, des gravures identiques ont été réalisées sur trois nouveaux substrats de silicium et le dépôt polymère a été effectué à la suite de l'étape de gravure et sans remise à l'air des plaques. Lors du traitement hydrophile, on observe une amélioration de l'adhérence du polymère pour la plaque sur laquelle la gravure RIE a été réalisée. Le polymère semble plus lié mécaniquement à la plaque. Une faible rugosité de surface est donc la clé pour maximiser l'adhérence du polymère.

Conclusion :

- La rugosité de la surface étant plus faible lors de la gravure RIE, le polymère résiste mieux au traitement acétone couplé aux ultrasons. Pour des hauteurs de plots faibles (< 3 µm), il est donc préférable d'utiliser la gravure RIE.

d) Les étapes de préparation au collage

Différentes préparation au collage direct ont également été investigués afin d'obtenir le meilleur compromis entre qualité de collage et la préservation des capacités de confinement des plots. L'objectif étant d'obtenir des surfaces extrêmement hydrophiles en surface des plots et un taux de contamination particulaire minimal sans pour autant dégrader les capacités de confinement.

Plusieurs variantes de préparation ont été essayées. Le tableau (4.81) ci-après présente les enchainements réalisés et les résultats obtenus et évalués en termes de qualité de confinement (alignement) et de qualité de collage (défectivité).

Recette n°		1	2	3	4	5	6	7
Type de découpe								
	Sans résine de protection							
	Avec résine de protection							
Méthode retrait résine								
	Plasma O_2							
	Bain acétone							
	Traitement Ultrason							
Brossage mécanique								
	Manuel							
	Scrubber (holder)							
Traitement hydrophile								
	Plasma O2							
	UV- Ozone							
	SC1							
Etat confinement		0	0	0	5	2	0	4
Etat des surfaces de collages		5	5	0	4,5	5	0	2
Conclusion		**0**	**0**	**0**	**4,75**	**3,5**	**0**	**3**
Commentaires		[1]	[2]	[3]	[4]	[5]	[6]	[7]

Tableau 4.81 : Récapitulatif des différents enchainements testés lors de la préparation des puces pour l'étape d'auto-assemblage.

Voici les conclusions tirées de chaque protocole de test et des observations qui ont pu être effectuées. Chaque recette est commentée et évaluée :

[1] : Dégradation de la future zone de collage due aux projections de particules lors de l'étape de découpe (pas de résine de protection). Le traitement plasma O_2 utilisé retire complétement le polymère hydrophobe préalablement déposé sur les flancs des plots, on retrouve un comportement identique aux structures complétement hydrophiles (très faible rendement d'alignement mais une très bonne qualité de collage).

[2] : La résine protégé la surface de collage contre les particules et est retiré directement par le plasma O_2. Même problématique qu'avec la recette n° [1], le polymère ne résiste pas au plasma O_2.

[3] : Là encore utilisation de la résine de l'étape de lithographie comme couche de protection pour l'étape de découpe. Le retrait de cette couche par bain acétone seul est impossible et ce quel que soit le temps d'immersion de la structure dans le solvant. On note la nécessité d'une action mécanique pour retirer la couche de résine.

[4] : Similaire à la recette n° [3] mais avec un couplage entre bain acétone et utilisation d'ultrasons. La conjugaison entre l'action chimique de l'acétone et de l'action mécanique des ultrasons permet de retirer correctement la couche de résine. Les temps de traitements sont typiquement de l'ordre de 60 à 90s. Un rinçage à l'EDI (eau déionisée) est ensuite effectué pour éliminer le solvant (peut éventuellement être remplacé par un rinçage à l'IPA, puis EDI). Le traitement hydrophile est alors assuré par l'utilisation de l'UV-ozone (temps typiquement compris entre 40 sec et 1 min).

[5] : Similaire à la recette n° [4] mais mise en place d'une étape de brossage manuel (chiffonnage) avant l'étape de traitement UV-ozone (objectif : éliminer les particules de taille conséquente >50 µm). Le brossage dégrade grandement l'état du polymère sur les flancs des plots, et mène à une perte des capacités de confinement.

[6] : Similaire à la recette n° [5] mais le brossage est réalisé par un scrubber (passage des puces sur un support spécifiquement dédié). Lors du procédé de brossage, l'eau diffusée en spray s'insère entre les bords des alvéoles du support et les puces, ce qui a pour effet, du fait de l'hydrophobie des puces en face arrière (présence de polymère) de les faire sortir du support. Il semble donc obligatoire de développer un système permettant le maintien des puces dans le support par aspiration.

[7] Similaire à la recette n° [6], mais utilisation d'un mélange de SC1 (pour « Standard Clean ») et d'EDI en remplacement d'une goutte d'EDI seule pour auto-assembler. Le SC1 est un mélange d'hydroxyde d'ammonium (NH_4OH), de peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) et d'eau déionisée (H_2O). Le ratio de mélange est respectivement de 1:1:5. Lors de l'étape d'évaporation de la goutte, le SC1 cristallise et empêche la réalisation d'un collage direct.

Conclusion :

- La recette n° [4] est celle qui fournit le meilleur compromis aussi bien en termes de qualité de collage que de préservation des qualités de confinement. L'utilisation de la résine photolithographie comme couche de protection permet de limiter la contamination particulaire induite par l'étape de découpe. Le couplage entre le bain acétone et l'utilisation des ultrasons permet de retrier proprement la résine photolithographique ainsi que la couche d'HMDS du plot d'assemblage et de mettre ainsi à jour les surfaces de collage. Cette méthode de retrait est la seule qui ne dégrade pas la couche de polymère hydrophobe présente sur les flancs des plots et le contour de plot.

- L'utilisation d'un traitement UV-ozone d'une durée inférieure à une minute, permet d'obtenir une surface très hydrophile sur le plot tout en conservant des flancs hydrophobes. Comme il a été démontré dans le paragraphe *1-5-3* a, l'application d'un traitement UV-ozone sur une couche de polymère d'une épaisseur inférieure à 200 nm ne modifie que de quelques degrés l'angle de contact de la couche (réduction de l'angle de contact de 110° post dépôt, à 100° en fin de préparation à l'auto-assemblage).

- Un contraste de 90° d'angle de contact est alors obtenu entre la surface du plot (angle de contact inférieur à 10°) et le flanc du plot (angle de contact est de l'ordre de 100°). La figure (4.82) ci-dessous donne une représentation du procédé retenu pour la préparation au collage.

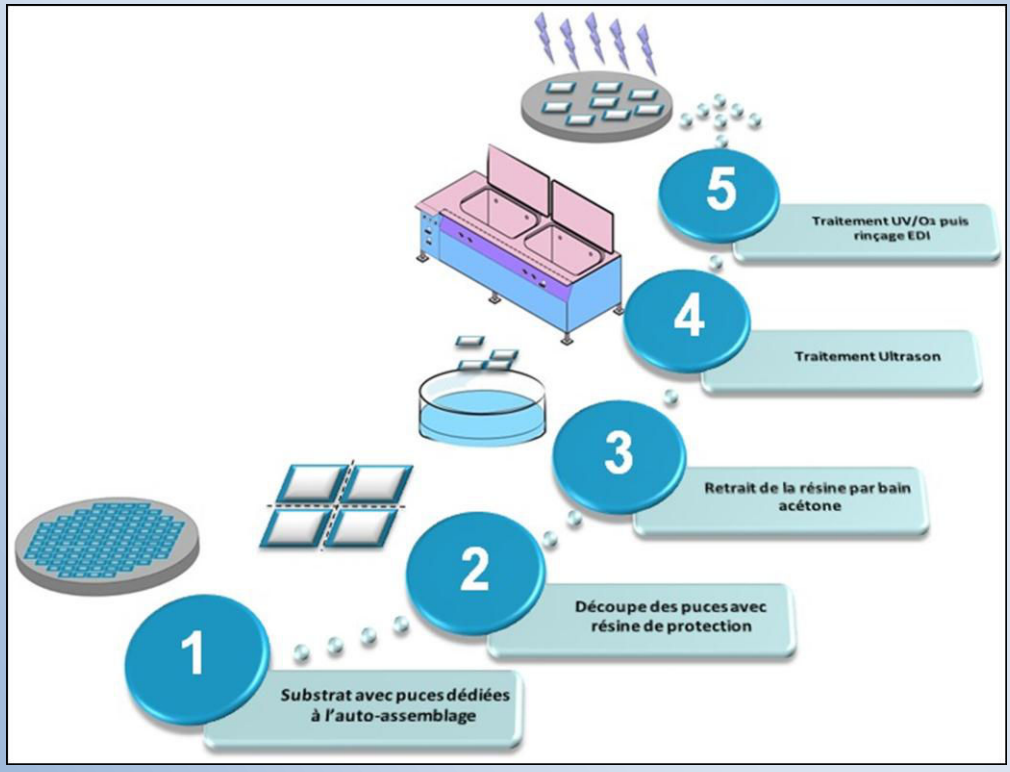


Figure 4.82 : Représentation des différentes étapes de la préparation au collage dans le cadre d'une hybridation de type puce à puce.

- Il est important de rappeler que la plupart des étapes citées précédemment sont réalisées de manière manuelle.

e) Le stripping de la résine – l'effet de lift-off

Le point clé du procédé de création des structures dites « mixtes », c'est-à-dire présentant une surface hydrophile et des flancs hydrophobes, repose sur le contrôle de l'effet de lift-off (retrait de la couche de résine au travers de la couche de polymère). Cet effet est conditionné par plusieurs paramètres tels que l'épaisseur du film de polymère, le temps de traitement ultrasons mais aussi le budget thermique appliqué à la résine (qui modifie son adhésion à la surface du plot). Deux scénarios supposés du déroulement de cet effet de lift-off peuvent être avancés :

Scénario n°1 : Dissolution du plot de résine
1/ Infiltration de l'acétone au travers de la couche de polymère
2/ Dissolution de la résine photolithographique (action chimique)
3/ Fracture de la couche de polymère en bord de plot (action mécanique)
4/ Evacuation du polymère dans le bain d'acétone

Le scénario n°1 repose sur l'infiltration de l'acétone au travers de la couche de polymère. La dissolution de la résine s'effectue donc de manière chimique et interne jusqu'à ce que l'enrobage de polymère cède et que la résine dissoute soit évacuée dans le bain d'acétone.

Scénario n°2 : Arrachement du plot de résine
1/ Dégradation du plot de résine photolithographique par les ultrasons
2/ Fracture de la couche de polymère en bord de plot (action mécanique)
3/ Dissolution de la résine photolithographique (action chimique)
4/ Evacuation du polymère dans le bain d'acétone

Le scénario n°2 s'oriente davantage vers une dégradation mécanique du plot de résine sous l'action des ultrasons. Une fois la couche de polymère craquée, les restes de résines seraient évacués dans le bain d'acétone.

Il est difficile de savoir quel scénario prédomine ou s'il s'agit d'une composition de ces deux phénomènes. La problématique demeure cependant bien établi ; comment assurer une fracture nette de la couche hydrophobe, localisée exactement en bords de plot (cercle rouge sur la figure (4.83) ci-dessous). Suite aux différentes expérimentations menées, des résidus de polymère en bords de plot sont occasionnellement observés.

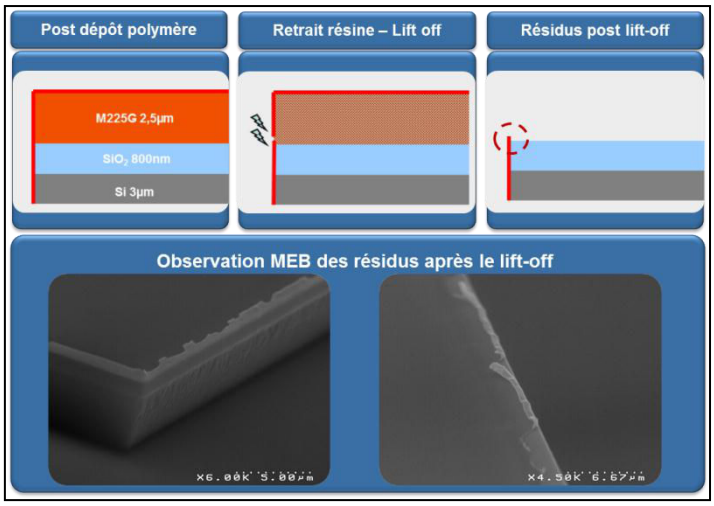


Figure 4.83 : Schéma et images réalisés au microscope électronique à balayage (MEB) présentant l'effet de résidus de polymère en bord de plot lors de l'étape de lift-off.

Ces résidus « modifient » la dimension de la zone hydrophile et sont donc susceptibles de perturber le processus d'alignement ainsi que la qualité du collage. Afin d'éliminer ces résidus présents en bords de plot, le temps du traitement acétone couplé aux ultrasons a été rallongé à 3 min. Un temps de traitement plus long ne modifie quasiment pas l'angle de contact du polymère, puisque l'on passe d'un angle de contact de 104° pour un traitement de 1 min à 101° pour un traitement de 3 min. Cette variation d'angle de contact est comprise dans l'incertitude de mesure de l'équipement utilisé pour les mesures d'angle de contact (±3°). La figure (4.84) ci-dessous présente les résultats obtenus avec un temps de traitement de 3 min. Plus aucuns résidus n'est visible en bord de plot.

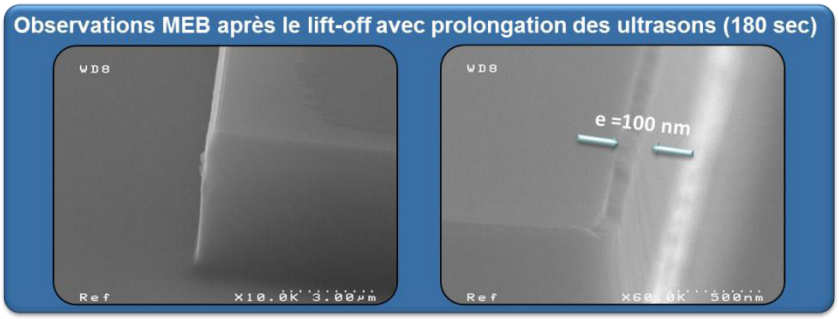


Figure 4.84 : Observations au microscope électronique à balayage (MEB) de l'absence de résidus de polymère lorsque l'action du traitement ultrason est prolongée lors de l'étape de lift-off.

Afin de s'assurer de la bonne localisation du contraste chimique, des analyses plus poussées ont été effectuées telles que des analyses EDX dans le but d'obtenir une image de l'interface hydrophile-hydrophobe.

f) Observations MEB et EDX

Les études EDX (pour « Energy-dispersive X-ray spectroscopy ») permettent d'imager la présence de polymère hydrophobe sur les flancs de gravure. Une fois la zone d'analyse établie, il est possible de localiser chaque espèce chimique au sein de l'observation.

Plusieurs cartographies ont été réalisées pour le fluor (représentatif du polymère hydrophobe), mais également le silicium et l'oxygène incorporé dans l'oxyde de silicium (voir figure 4.85). Le fluor est cartographié en rouge. On note qu'il est effectivement exclusivement localisé sur les flancs de gravure et que la délimitation par rapport au sommet du plot est nette et précise (interface hydrophile-hydrophobe).

L'oxygène est cartographié en jaune et est présent majoritairement à la surface du plot (présence liée à la couche de SiO_2). Enfin le silicium est cartographié en bleu et est présent à la fois sur les flancs (le faisceau d'électron traversant la couche de polymère, on obtient alors l'émission de photon X provenant du silicium des flancs), mais également sur le sommet du plot (SiO_2) Le mélange stœchiométrique de l'oxyde de silicium est cartographié en vert (composition des couleurs du silicium et de l'oxygène).

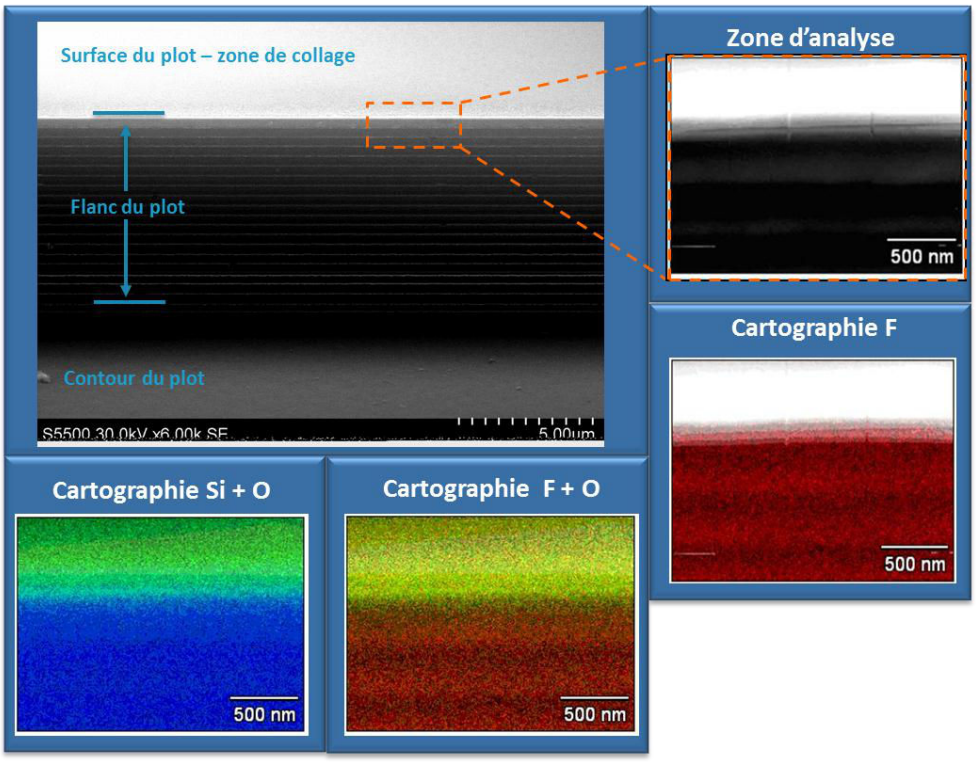


Figure 4.85 : Observations au microscope électronique à balayage (MEB) et cartographie par analyse EDX (Dispersion d'énergie des photons X émis) du bord de plots après la préparation à l'auto-assemblage.

Il est également possible d'utiliser l'analyse EDX comme outil permettant de localiser les possibles défauts - dégradations du polymère lors des étapes de préparation au collage. Dans l'exemple traité ci-dessous, la découpe des puces a été effectuée avec une lame de découpe d'une largeur de 100 µm. Afin de vérifier l'impact de cette découpe, une analyse EDX a été réalisée afin de visualiser dans quelle mesure le flanc du plot avait pu être endommagé.

La figure (4.86) ci-dessous présente les observations MEB aussi qu'une analyse de la composition chimique au travers d'un défaut dans la couche de polymère. On observe ainsi que les défauts présents sur les flancs correspondent à un manque de polymère. Le signal du Fluor décroit à deux reprises, là où le signal du silicium augment.

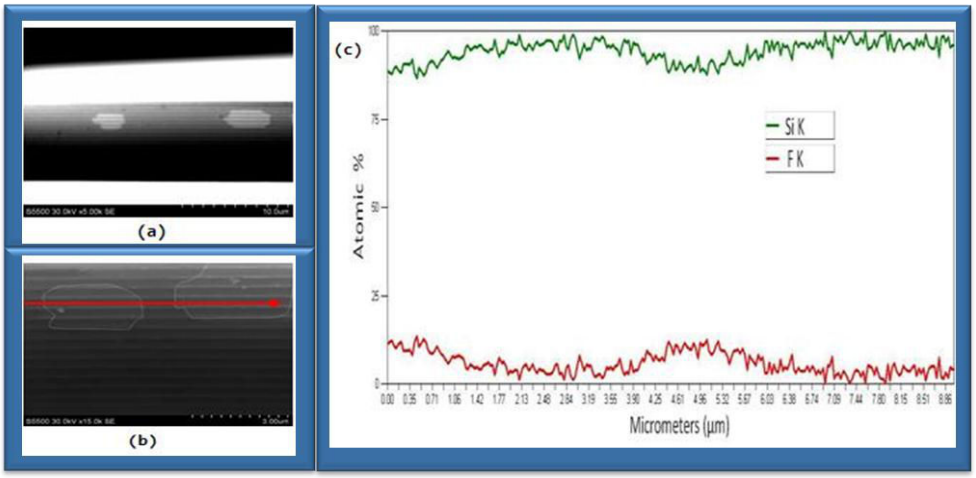


Figure 4.86 : Observation par microscope électronique à balayage (MEB) et analyse EDX d'un défaut de polymère sur les flancs des plots.

Ce type de défaut a été engendré par l'impact d'un aggloméra de silicium projeté lors de l'étape de découpe. La projection de particules de silicium due à la rotation de la lame engendre des zones d'arrachement au sein de la couche de polymère.

Il est également possible de mesurer qualitativement la proportion de fluor présent sur les flancs d'une structure à l'autre en analysant de manière similaire une même zone de chaque structure. On obtient ainsi un rapport entre le nombre de coups reçu pour le silicium et le nombre de coups reçu pour le fluor. Ci-dessous, un spectre présentant les pics d'énergie correspondant aux différentes espèces chimiques présentes (figure 4.87). On note que le pic du silicium prédomine. On note également la présence des pics relatifs à l'oxygène (provenant du SiO_2) et au fluor (provenant du polymère).

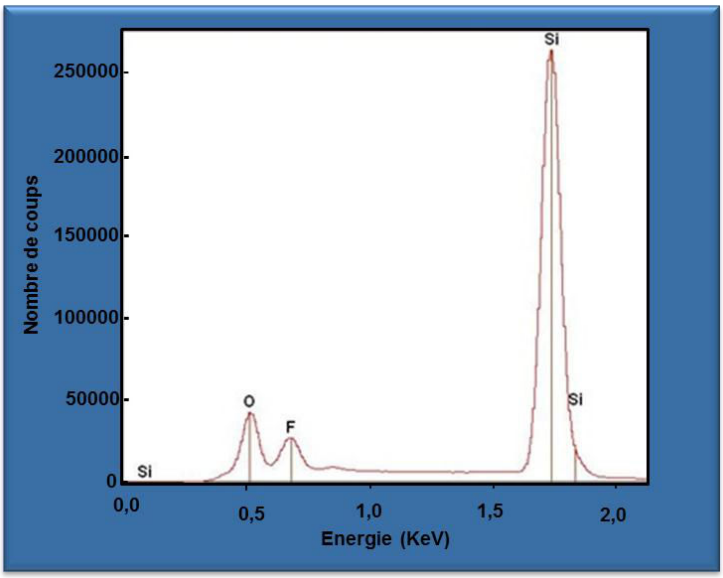


Figure 4.87 : Spectre EDX, visualisation du pic du fluor en nombre de coups.

Ce type de mesures ne peut s'effectuer qu'au cas par cas pour vérifier et valider que le dépôt hydrophobe est intègre suite aux étapes de préparation au collage. Il s'avère donc nécessaire de mettre au point un outil permettant d'évaluer rapidement les capacités de confinement des structures et ce de manière quantitative afin de pouvoir comparer les différentes configurations entre elles (hauteur de plot, méthode de dépose ,…).

1-5 -5 Etude de la capacité de confinement des structures

Une méthodologie propre à l'étude des capacités de confinement a été développée dans le cadre de cette étude. Elle permet d'une part d'évaluer les capacités de confinement des structures mais également de comparer quantitativement les différentes structures testées.

a) Valeur de confinement maximal

Cette méthode de caractérisation a été développée en se basant sur l'utilisation de la mesure de l'angle de contact. L'idée ici est de venir mesurer la quantité maximale d'eau que peut confiner chaque structure. Une goutte initiale de 2 µl est positionnée au centre du plot puis l'on rajoute par incrémentation 2 µl à la goutte initiale et ainsi de suite. Il est ainsi possible de trouver le volume d'eau critique avant débordement du plot. On obtient donc une « valeur » représentative du confinement de chaque structure. Cette méthode a été nommée VMC pour Volume Maximal Confiné.

La figure (4.88), présente des microphotographies réalisées au cours du test. Initialement le plot comporte peu d'eau. Au fur à mesure des incrémentations le volume de la goutte augment jusqu'à venir contacter les bords du plot. C'est à partir de ce moment que l'effet de confinement entre en action. Lors des multiples incrémentations, on note que l'angle que fait la goutte avec le bord du plot ne cesse d'augmenter jusqu'à atteindre une valeur critique, synonyme de débordement.

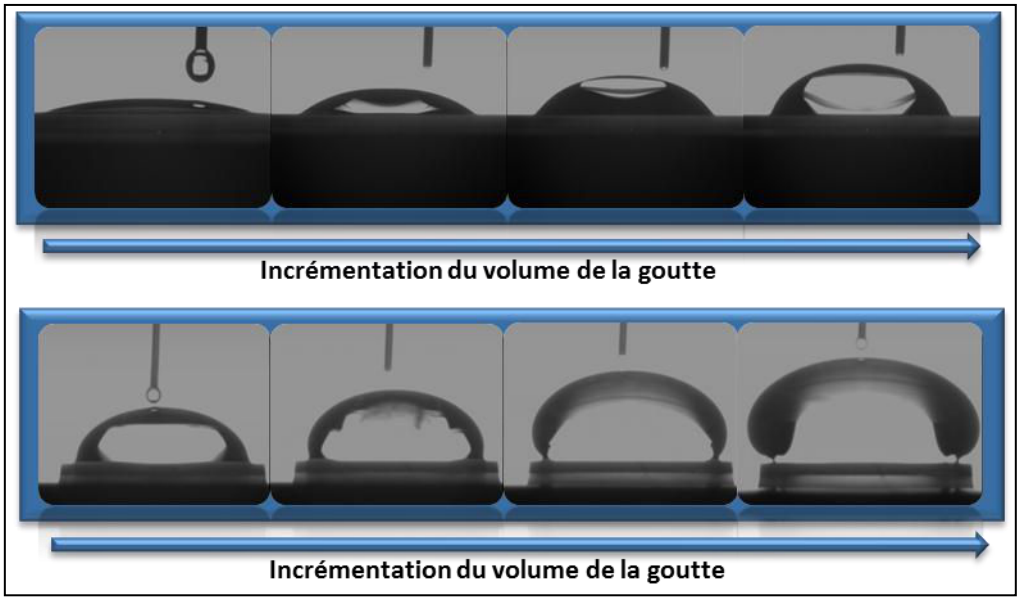


Figure 4.88 : Observations optiques de deux structures lors des tests de VMC (Volume Maximal Confiné). Deux mesures sont présentées : la première (en haut) est réalisée sur une structure planaire (pas de plot-confinement par contraste de mouillabilité seul) et la seconde (en bas) est réalisée sur un plot de 8 µm de hauteur présentant des flancs hydrophobes (topologie + contraste de mouillabilité).

En mesurant l'angle de contact en bord de plot en fonction du volume de la goutte et du type de structure, on observe trois types de comportements :

- Les structures complétement hydrophiles présentent un volume critique très faible comme l'on pouvait le supposer du fait de leurs faibles capacités de confinement. On remarque cependant que la goutte atteints très rapidement les bords de plot (dès la goutte initiale).

- Les structures complétement hydrophobes présentent un volume critique très élevé notamment dû à l'hydrophobicité de leurs flancs. On observe également que l'eau parvient aux bords du plot pour des volumes de gouttes beaucoup plus élevés (~70 µl) ce qui se traduit sur le graphique par une zone de stabilité avant d'atteindre un régime dans lequel l'angle en bord de plot augment de manière quasiment linéaire avec le volume de la goutte.

- Les structures mixtes présentent un comportement différent. La goutte atteint immédiatement les bords des plots de manière similaire aux structures hydrophiles mais l'effet de confinement agit de manière satisfaisante jusqu'à des volumes confinés identiques aux structures hydrophobes.

De plus, avec cette technique de caractérisation, l'impact de l'hydrophobicité des flancs sur les capacités de confinement est évalué de manière décorrélée de l'état de surface présent sur le plot.

La figure (4.89) présente les mesures effectuées pour les différentes structures avec des plots de 80 µm.

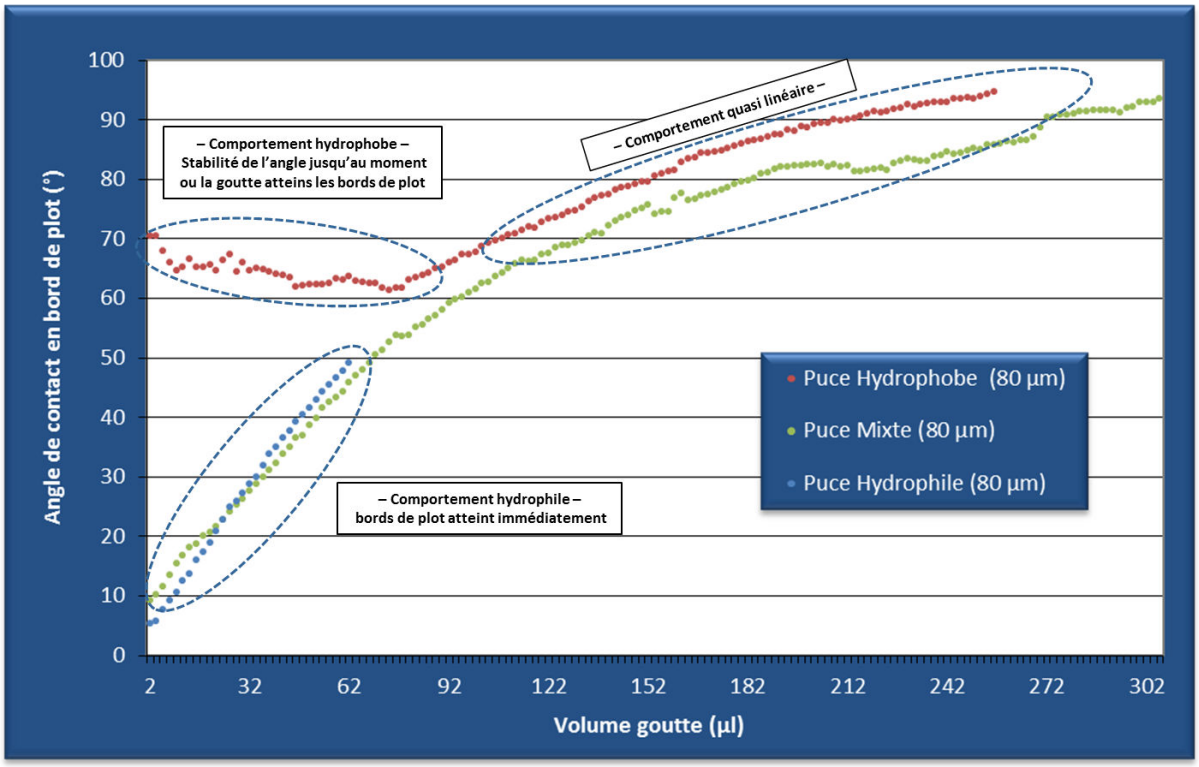


Figure 4.89 : Graphique présentant la mesure de l'angle de contact en bord de plot en fonction du type de structure et du volume de liquide confiné.

Une remarque sur cette méthode de mesure reste cependant à faire. Pour des volumes importants d'eau (>250 µl), la goutte atteint une hauteur de presque 1 cm et est donc largement sujet aux perturbations extérieures tels que les vibrations du support de mesure ou encore les déplacements d'air. Il est donc important de garder cette limite en tête lors de l'analyse des résultats.

b) Confinement en fonction des étapes de préparation

Cette méthode de caractérisation nous a également permis d'évaluer l'impact des étapes de préparation à l'auto-assemblage sur les capacités de confinement des structures. Quatre dimensions de plots ont été évaluées (plan, 1 µm, 8,5 µm et 12 µm) et les mesures (4.90) ont été effectuées après chaque étape de la préparation (retrait résine – rinçage/ séchage - traitement hydrophile).

	Après retrait résine		Après rinçage - séchage		Après traitement UV-Ozone	
	Angle de contact (°)	VMC (µl)	Angle de contact (°)	VMC (µl)	Angle de contact (°)	VMC (µl)
Plan	44,6	200	32	190	<5	185
Plot 1µm	35,6	310	30,7	290	<5	290
Plot 8,5 µm	42,5	360	31,6	340	<5	340
Plot 12 µm	31,6	340	30,9	340	<5	335

Tableau 4.90 : Angle de contact et VMC pour différents types de structure en fonction des étapes de préparation à l'auto-assemblage.

On remarque que chaque configuration (hauteur de plot) présente un confinement distinct, en particulier lorsque l'on compare les structures présentant un confinement mixte (topologie et contraste de mouillabilité) et la structure ne présentant qu'un confinement planaire. La figure (4.91) présente les résultats obtenus sous forme de graphique :

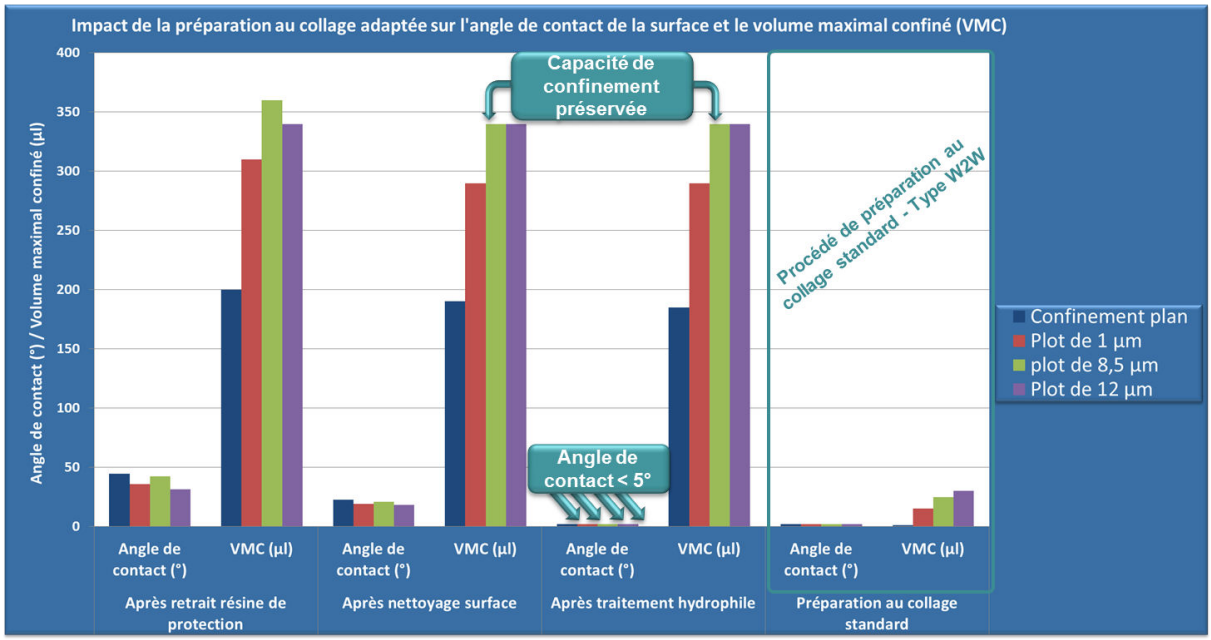


Figure 4.91 : Graphique présentant l'impact de la préparation au collage direct sur l'angle de contact de la surface du plot et le volume maximal confiné (VMC).

On note que les capacités de confinements (relatives à la présence de polymère sur les flancs des plots) demeurent stables tout au long du procédé de préparation à l'auto-assemblage et ce, quel que soit le type de structures misent en jeu.

Conclusion :

- L'angle de contact mesuré en surface du plot tend vers une valeur < 5° suite au traitement hydrophile (UV-Ozone) et les caractéristiques de la surface deviennent alors compatibles avec la réalisation d'une hybridation par collage direct.

- Par opposition, l'utilisation d'une préparation au collage « classique » (plasma O_2 d'activation de surface) entraine un retrait total du polymère sur les flancs et donc une perte des capacités de confinement. Il n'est alors plus possible d'assurer le réalignement des structures par l'intermédiaire de la tension de surface.

- L'objectif d'obtenir une surface compatible avec le collage direct (angle de contact < 5°, rugosité contrôlée, ..) tout en conservant les capacités de confinement des structures est donc atteint.

1-6 Résultats et interprétations pour les structures mixtes

Nous allons dans cette partie présenter les résultats obtenus avec les structures mixtes et les comparer avec les résultats obtenus au préalable (section *1-4-1*).

1-6-1 Alignement et rendement

a) Rendement d'alignement en fonction de la hauteur du plot et en fonction du type de confinement

Les résultats sont présentés pour des puces présentant des plots d'une surface de 8x8 mm² et d'une hauteur allant de 1 µm à 80 µm.

➢ *Interprétations des résultats :*

Le comportement des structures mixtes est très proche de celui des structures hydrophobes, en termes d'alignement micrométrique (figure 4.92). La présence de flancs hydrophobes permet l'obtention d'un confinement efficace de la goutte sur le plot. Des essais ont été réalisés avec des volumes de goutte allant de 0,7 à 2 µl est l'obtention d'alignement micrométrique a toujours été validée. Le confinement étant efficace, le volume d'eau ne joue pas un rôle critique sur le rendement d'alignement comme nous l'avions présenté dans la section *1-4-1* b.

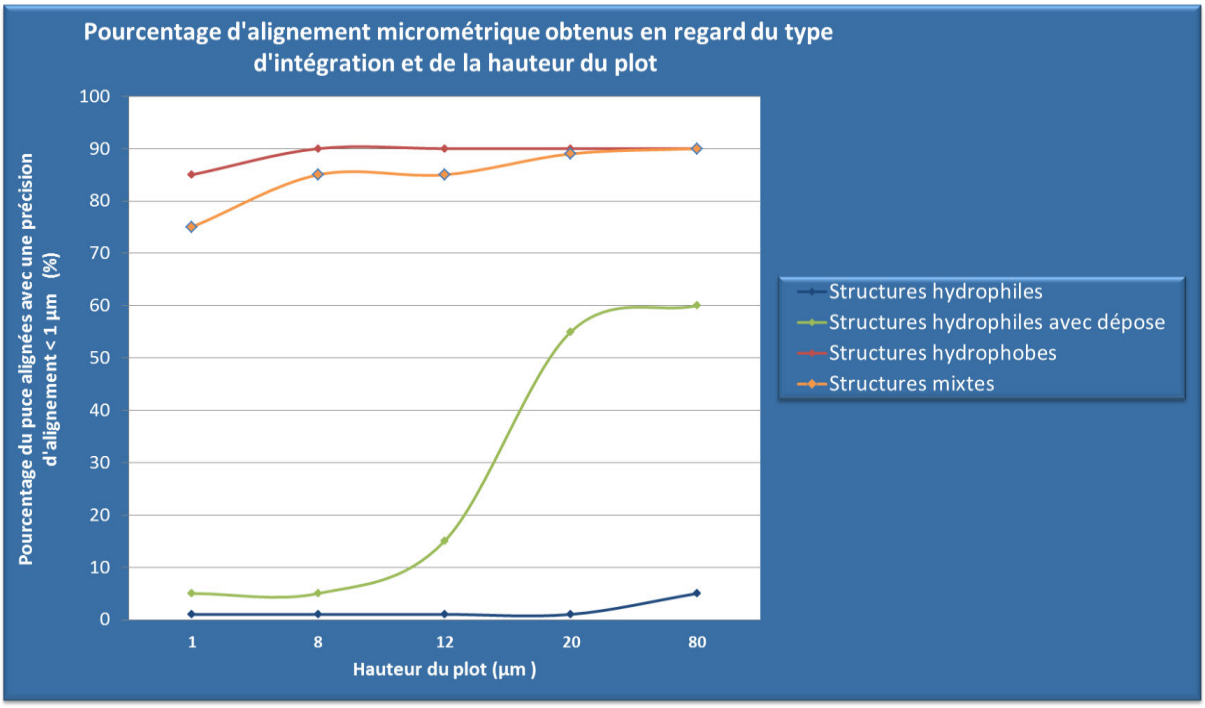


Figure 4.92 : Graphique présentant l'impact du type de confinement sur le rendement d'alignement <1µm en fonction de la hauteur de plot.

Conclusion :

➢ Il a été montré qu'une hauteur de plot supérieure à 3 µm assure un rendement d'alignement micrométrique *supérieur à 80%*. Pour une hauteur de plot de 1 µm, on observe une légère perte de rendement (75%). Cette hauteur de *1 µm est la limite* pour bénéficier de l'effet de confinement par topologie. On retrouve un *comportement analogue* à celui des structures hydrophobes.

- Une hauteur de *3 µm a été définie comme standard* pour la poursuite des expérimentations. Cette valeur est le juste compromis entre un rendement d'alignement micrométrique satisfaisant (>80%) et un procédé de fabrication optimal. Nous avons montré dans la section *1-5-2* c, qu'il était préférable de réaliser la gravure des plots via une gravure RIE (rugosité des flancs plus faible et meilleure tenue mécanique du polymère). Des plots de 3 µm de hauteur sont réalisables par gravure RIE. Au-delà, il est nécessaire d'avoir recours à une gravure de type DRIE.

b) Causes de défaillance de l'alignement

Les causes de défaillance des structures mixtes sont variables: Au premier ordre, l'effet de lâché de la puce qui n'est pas toujours répétable (translation de plusieurs centaines de micromètres supplémentaires, rotation et surtout tilt non contrôlable). On retrouve, là encore, la même problématique de contrôle du lâché de la puce. Au second ordre, la création d'un contact solide-solide avant l'étalement complet de la goutte sur les surface. Ce contact empêche alors l'alignement d'aller jusqu'à son terme. Enfin, au troisième ordre, l'effet de « sliding » (glissement de la puce sur la goutte lors du lâché) que nous avions prédit grâce aux simulations réalisées dans le chapitre III (section *2-3-4*). Cet effet est difficilement contrôlable car il repose sur un mode de déplacement instable.

Par opposition aux premiers essais réalisés avec des structures hydrophiles, les tests effectués avec des structures mixtes montrent une nette diminution du taux de défaillance de l'alignement. Cette robustesse est attribuée aux meilleures capacités de confinement des structures mixtes.

1-6-2 Qualité de collage

Nous allons maintenant nous intéresser à la qualité de collage des structures mixtes. Comme il a été présenté dans la section *1-5-4* b, l'intégration d'une couche hydrophobe a nécessité une modification du procédé de préparation au collage. Nous allons donc pouvoir comparer la qualité de collage des structures mixtes avec celles des structures hydrophiles et des structures hydrophobes.

a) Qualité de collage des structures mixtes

Lors des tests, deux types de préparation aux collages ont été évalués à partir des observations faites dans la section *1-5-4* d avec les préparations n°4 et n°5. Ces deux préparations sont celles qui présentaient les meilleurs résultats en termes de qualité de collage lors des études préliminaires sans pour autant avoir recours à l'utilisation d'un plasma d'activation. Les résultats de ces préparations sont présentés dans la figure (4.93).

La principale différence entre ces deux préparations provient de l'insertion d'une étape de brossage mécanique pour la recette n°5 juste avant l'étape de traitement UV/O_3. Dans les deux cas, une bonne qualité de collage est obtenue. Cependant comme nous l'avions déjà observé dans la section *1-5-4* d, le brossage mécanique réduit considérablement les capacités de confinement des structures. Le polymère hydrophobe des flancs est arraché lors du passage de la brosse. Seule la recette de préparation n°4 a donc été conservée. Les résultats de collage de la figure (4.94) tiennent seulement compte des puces préparées avec cette recette.

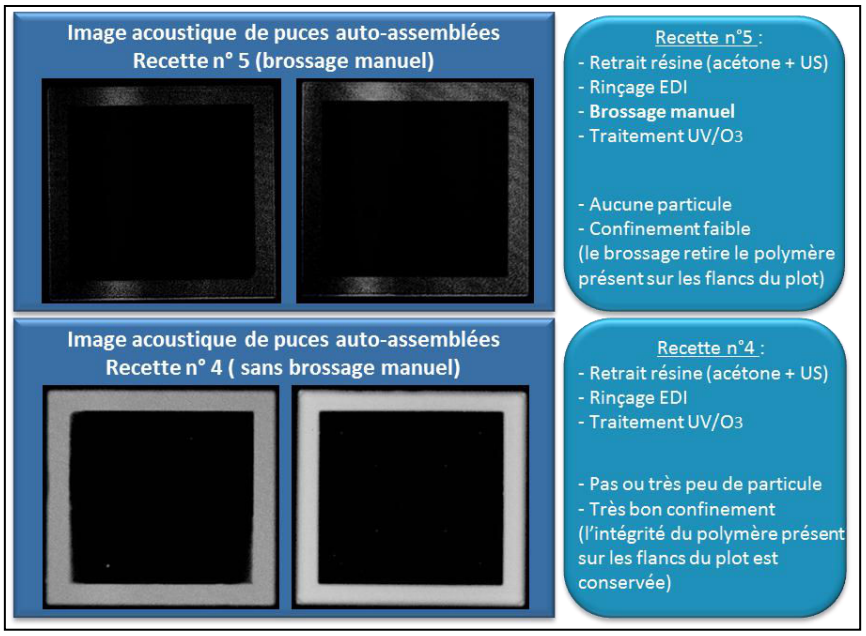


Figure 4.93 : Images acoustiques de l'interface de collage de puces préparées avec et sans brossage manuel.

Conclusion :

- La qualité de collage des structures mixtes est évaluée grâce aux observations réalisées au microscope acoustique. A titre de comparaison, les qualités de collage des structures hydrophiles et hydrophobes des essais précédents sont reportées sur le même graphique (4.94).

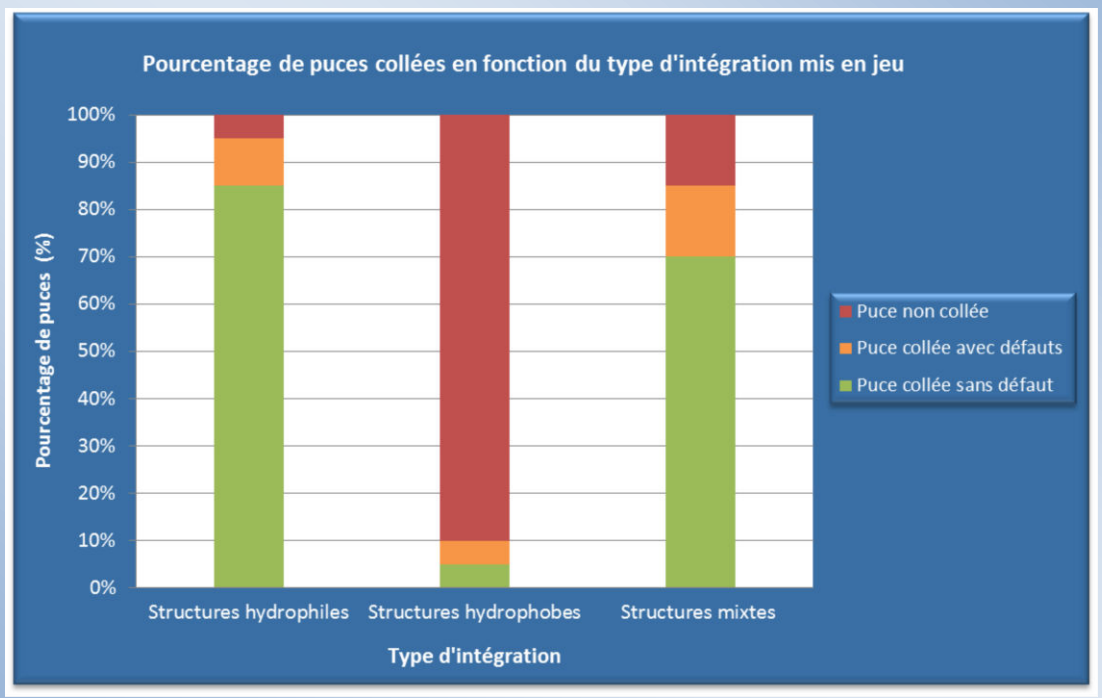


Figure 4.94 : Graphique présentant l'impact du type de confinement sur la qualité de collage des puces.

- Les structures mixtes présentent une qualité de collage moins bonne que les structures complétement hydrophiles. D'un point de vue défectivité, on observe une augmentation de 10 % du nombre de puces non collées et une augmentation de 5% du nombre de puces collées avec des défauts. Concernant cette dernière catégorie, cette augmentation ne semble pas significative compte tenu du caractère manuel du procédé d'assemblage. L'augmentation du nombre de puces non collées est quant à elle attribuée à la modification du procédé de préparation au collage direct. En effet, l'utilisation de l'UV-ozone comme méthode d'activation ne remplace pas complètement un plasma qui sera plus performant en termes d'activation (notamment grâce à l'isotropie du procédé plasma).

b) Impact de la présence d''eau à l'interface des puces

Nous allons dans cette partie nous intéresser à l'impact de la goutte d'eau sur la qualité de collage obtenue. En effet, les puces auto-assemblées présentent un taux de défectivité relativement bas compte tenu du caractère manuel de la préparation de surface. Afin de dissocier l'effet de la préparation et l'effet de la goutte d'eau, trois séries de puces présentant des préparations différentes ont été collées avec et sans goutte d'eau à l'interface entre la puce et le substrat (tableau 4.95).

	Puces auto-assemblage	Puces P&P avec goutte	Puce P&P sans goutte
Type de préparation	Manuelle	Collective (holder)	Collective (holder)
Géométrie de la structure	Plot de confinement + contraste de mouillabilité (polymère)	Planaire (sans plot)	Planaire (sans plot)
Collage avec goutte d'eau	oui	oui	Non
Procédé d'assemblage	Auto-assemblage	Outil de P&P	Outil de P&P

Tableau 4.95 : Les différentes configurations d'assemblage.

Suite à ces essais un taux de défauts très faible a été observé sur les puces assemblées par auto-assemblage. Cependant les puces assemblées par Pick&Place (P&P) et collées en présence d'une goutte d'eau présentent également un taux de défaut inférieur à celui de leurs homologues collés sans goutte d'eau. La goutte d'eau présente à l'interface puce-substrat est donc à l'origine de la faible défectivité observée lors du collage. L'interface liquide permet une meilleure hybridation des surfaces lors du collage. Les forces capillaires s'exerçant entre les deux surfaces permettraient de «rapprocher » les deux surfaces, favorisant ainsi la mise en contact intime. Cette hypothèse reste cependant difficilement vérifiable d'un point de vue expérimental.

La contamination particulaire semble également plus facilement maitrisable sur les structures auto-assemblées que sur les structures assemblées par P&P, qui ont pourtant une préparation au collage effectuée de manière collective. Ce dernier point soulève plusieurs interrogations : la goutte d'eau joue-t-elle un rôle sur la présence de contamination particulaire à l'interface puce-substrat ? La présence du plot impact-elle la qualité de collage ?

Peu de recherches ont été publiées dans la littérature sur ce sujet. Il existe par contre de nombreux papiers scientifiques sur les phénomènes de coalescences des gouttes et en particulier sur l'effet dit de « coffee ring ». Etudié pour la première fois dans la littérature par Deegan [Deegan 1997], cet effet trouve son origine dans la forme atypique laissée par une tâche de café séchée. En effet lors de l'évaporation d'une goutte de café, on observe de manière usuelle un liséré plus foncé sur les contours de la tâche (figure 4.96). Ce liséré provient du transport des particules de café en suspension dans le liquide lors de l'évaporation de la goutte.

Les différents mécanismes de transport de matière tel que l'effet Marangoni [Marangoni 1865] permettant d'expliquer le phénomène de transport de matière le long d'une interface sous l'effet d'un gradient de tension superficielle, ou encore la convection de Rayleigh-Bernard [Rayleigh 1916], rendant compte du phénomène de transport dans un fluide soumis à un gradient de température, ne permettent pas d'expliquer la formation de cette tache circulaire.

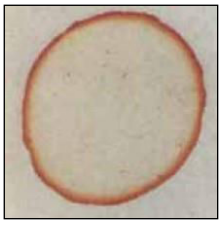


Figure 4.96 : Tâche de café après évaporation [Deegan 1997].

Ce phénomène est en fait lié au mouvement capillaire issu de l'accroche de la ligne triple de la goutte lors de son évaporation. Lorsque la ligne triple d'une goutte est « accrochée » sur la surface, la cinétique d'évaporation de la goutte s'en trouve alors modifiée. Lors de l'évaporation d'une goutte libre au sein d'une surface, on observe une réduction progressive de la taille de la goutte, le centre de la goutte restant fixe, jusqu'à évaporation complète de la goutte. L'évaporation de la goutte s'effectue donc de manière préférentielle par le contour de la goutte.

Lors de l'évaporation d'une goutte dont la ligne triple est accrochée, le liquide va là aussi s'évaporer par les contours de la goutte. Or comme la ligne triple est fixée, le liquide s'évaporant du bord doit être progressivement remplacé par le liquide présent à l'intérieur (centre) de la goutte. De ce mouvement de transfert, naît un déplacement de matière (figure 4.97).

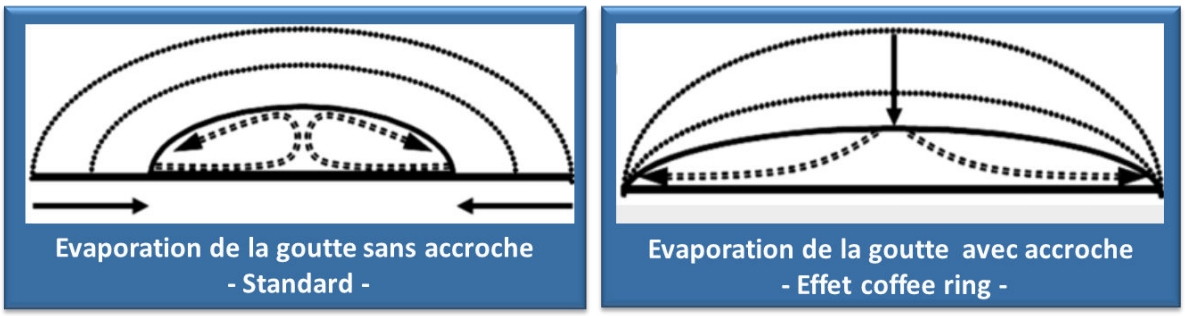


Figure 4.97 : Illustration des deux modes d'évaporation. A gauche, processus d'évaporation lorsque la ligne triple de la goutte est libre. A droite, processus d'évaporation lorsque la ligne triple de la goutte est accrochée - effet coffee ring-.

De manière analogue aux particules de café, les particules présentent sur nos surfaces de collage (puce ou substrat) sont potentiellement soumises au même régime de transport lors de l'évaporation d'un film liquide dont la ligne triple est accrochée (figure 4.98).

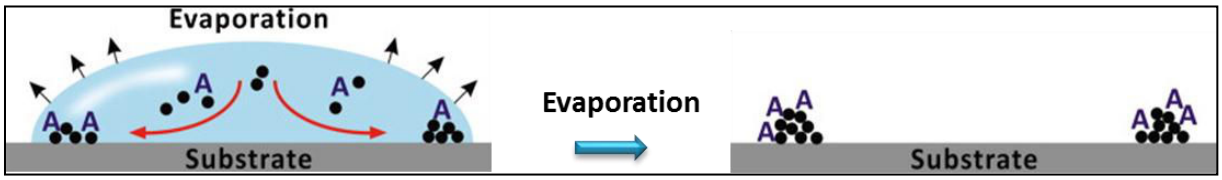


Figure 4.98 : Principe de l'effet coffee ring et du transport de particules lors de l'évaporation d'une goutte dont la ligne triple est fixée. La contamination particulaire (symbolisée par des cercle noir) et la contamination organique (symbolisée par un A) sont transportées sur le pourtour de la ligne triple.

Ce phénomène est transposable à nos structures auto-assemblées. En effet, le film liquide présente à l'interface entre les puces (~d'une épaisseur d'environ 15 µm), pourrait permettre le transport de la contamination particulaire encore présente sur les surfaces de collages après les étapes de préparation. La ligne triple du film étant accrochée sur le bord de plot, il serait alors envisageable de voir apparaitre cet effet de transport particulaire lors de l'étape d'évaporation du film (4.99).

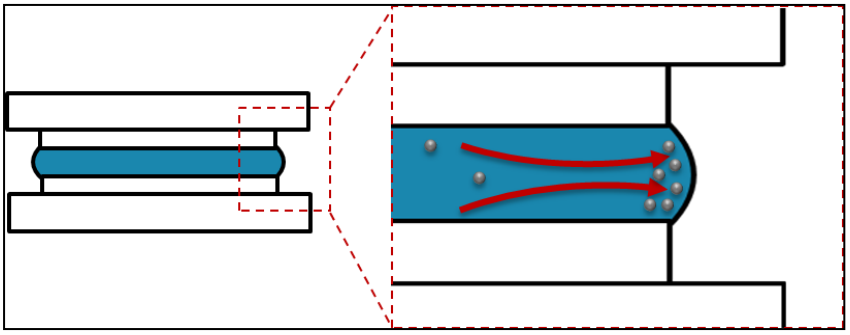


Figure 4.99 : Application de l'effet coffee ring à nos assemblages. Les particules sont repoussées en bords de plot lors de l'étape d'évaporation du film d'eau.

L'absence de plot sur les structures assemblées par P&P pourrait donc potentiellement empêcher cet effet d'avoir lieu. Il pourrait cependant expliquer en partie les bons résultats de collage obtenus avec les structures auto-assemblées (en comparaison des puces préparées avec une méthode d'activation plus complète et assemblées par P&P).

Bien que cet effet de transport particulaire soit au cœur même du procédé d'évaporation, il reste néanmoins très complexe à mettre en évidence dans le cadre de notre application. Des investigations supplémentaires sont nécessaires afin de valider l'occurrence et l'impact de cet effet.

1-7 Récapitulatif et tableau comparatif en fonction du type de structures

Dans cette dernière partie nous allons dresser un bilan des résultats obtenus avec les différentes structures misent en place. Les résultats obtenus en termes d'alignement et de qualité de collage sont présentés de manière synthétique dans la figure (4.100):

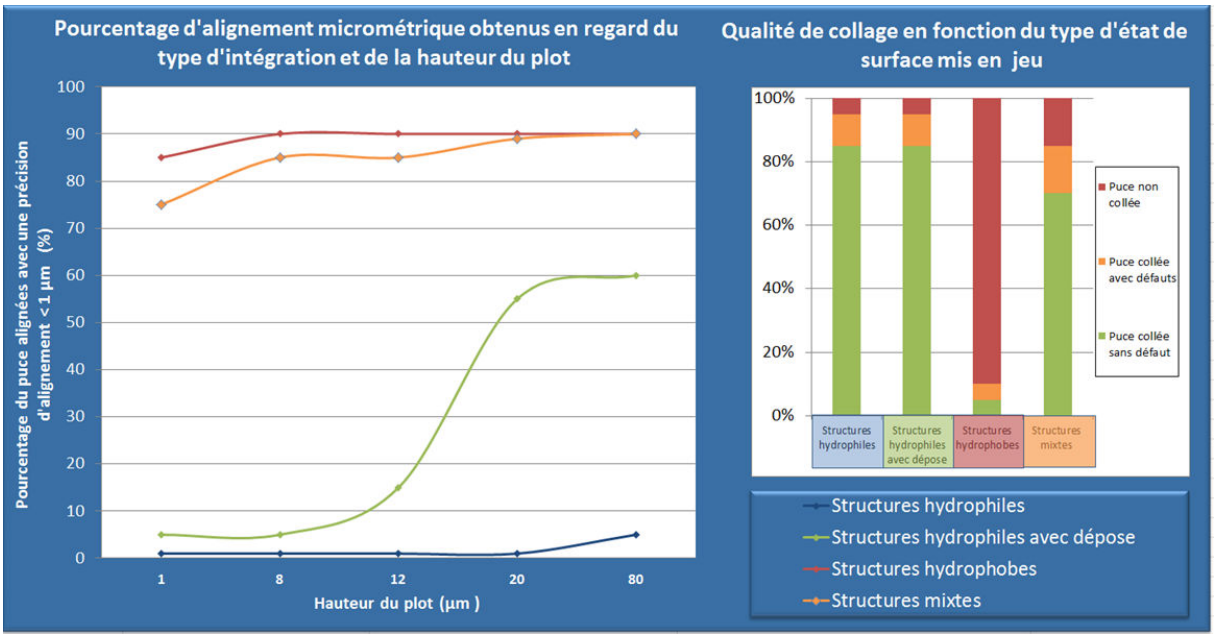


Figure 4.100 : Graphique récapitulatif des essais réalisés avec des structures présentant un système de confinement de la goutte mixte (topologie et contraste chimique)

Suites aux enseignements tirés des premiers essais réalisés avec des structures hydrophiles et hydrophobes (section *1-4-3*), une nouvelle intégration a pu être définit. Nous avons montré que la réussite du procédé d'auto-assemblage reposée sur deux propriétés : *la capacité de confinement de la structure* qui permet le bon déroulement de l'auto-alignement et *l'hydrophilie de la surface de contact* qui assure une bonne qualité de collage.

Une fois ce constat réalisé, plusieurs intégrations ont été envisagées (section *1-5-1*) afin de permettre la réalisation de structures présentant une capacité de confinement élevée (i.e. des flancs hydrophobes) et une hydrophilie de surface de plot compatible avec l'utilisation du collage direct (i.e. un angle de contact <5°). *Le principal challenge consistait donc à obtenir des états de surfaces opposés (très hydrophile et très hydrophobe) sur des surfaces mitoyennes.* Comme nous l'avons vue tout au long de ce chapitre, la localisation de ces différents traitements est extrêmement complexe, compte tenu de la précision recherchée dans le cadre de notre application (< 1 µm). L'utilisation du polymère hydrophobe C_4F_8 nous a permis de lever en partie cette contrainte, du fait de sa *résistance aux traitements hydrophiles* de type UV-O_3 (section *1-5-3* a). Cependant, et afin de s'assurer de l'intégrité du polymère lors de l'étape d'auto-assemblage, une refonte des étapes de préparation au collage a été nécessaire (sections *1-5-4* d à f).

Afin d'évaluer et de quantifier la capacité de confinement des structures une méthode de caractérisation a également été développée (section *1-5-5* a). Bien que cette méthode ne soit encore qu'expérimentale, elle permet néanmoins de *quantifier*, et donc de *comparer*, les capacités de confinement des différentes structures étudiées. Nous avons pu également, grâce à cette méthode, nous assurer de la *conservation de la capacité de confinement* de nos structures tout au long du procédé de préparation au collage (section *1-5-5* b).

Lors des essais réalisés avec des structures mixtes, nous avons obtenus un très bon comportement est terme d'auto-alignement. La présence de flancs hydrophobes assure une capacité de confinement proche de celle des structures hydrophobes. Nous avons donc un taux d'alignement < 1 µm supérieur à 80% pour des structures avec des plots de 3 µm, ce qui reflète une bonne stabilité et répétabilité du procédé d'auto-alignement.

En termes de qualité de collage, la présence d'une surface de plot hydrophile permet d'obtenir un taux de *puces collées sans défauts de 70%*. Ce taux n'est certes pas au même niveau que celui des structures hydrophiles mais demeure correct. Une *optimisation plus fine* des étapes de préparation au collage (notamment de l'étape de brossage mécanique) pourrait permettre de retrouver un taux de 90%.

3) Récapitulatif et conclusion

✓ Dans le cadre de ce chapitre, des réponses ont été apportées grâce à l'analyse et la compréhension des mécanismes de l'auto-assemblage (notamment grâce à l'appui des simulations). Plusieurs paramètres critiques pour l'auto-assemblage, tel que la hauteur de plot ou encore l'état de surface du plot, ont ainsi pu être identifiés.

✓ Cette première partie des expérimentations nous a permis de cibler les paramètres importants et de comprendre dans quelle mesure ils impactaient le processus d'auto-assemblage. A partir des conclusions tirées de ces essais (section *1-4-3*), un design de structure idéale a pu être obtenu. Ce juste compromis entre capacité de confinement et compatibilité avec le collage direct a permis le développement des structures dites « mixtes ».

✓ La mise au point des structures mixtes a demandé beaucoup de travail notamment pour l'incorporation d'un dépôt hydrophobe dans le procédé de fabrication. Nous avons cependant pu mettre en relation les modes de défaillances de l'auto-assemblage avec des problématiques propres au procédé de fabrication (présence de résidus lors de l'étape de retrait de la résine, rugosité des flancs après gravure). L'ensemble de ces études, nous a permis de mettre au point des structures dont le comportement lors de l'auto-assemblage est stable et répétable.

✓ Les objectifs concernant la précision d'alignement et la qualité de collages ont donc été atteint. Une précision d'alignement inférieure au micromètre est obtenue sur 80% des structures, avec des alignements record (des alignements d'une précision de 200 nm ont été observés, mais ne sont malheureusement que peu répétables).

✓ La faisabilité de l'auto-assemblage de structures microélectroniques a ainsi pu être démontrée. Cette première phase de développement réalisée, nous allons maintenant voir comment transférer ce procédé à des puces fonctionnelles présentant des surfaces avec des lignes de cuivre. Le transfert de ce procédé nous permettra de compléter notre étude, notamment en démontrant la possibilité de réaliser des interconnexions électriques avec des puces auto-assemblées.

Références:

[BESI 2014] Equipement BESI 2100xP- (http://www.besi.com/products-technology/product details/product/esec-2100-xp/show/).

[Bosch 1996] F. Laermer, "Method of anisotropically etching silicon", United States Patent 5501893 1996.

[Colin 2011] Colin R. Crick "The Chemistry and CVD of Hydrophobic Surfaces",2011.

[Craigie 2002] Craigie C.D.J, Sheehan, T. ; Johnson, V.N. ; Burkett, S.L. ; Moll, A.J. ; Knowlton, W.B "Polymer thickness effects on Bosch etch profiles", Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures (Volume:20 , Issue: 6), Page(s):2229 – 2232, 2002.

[Deegan 1997]. R. D. Deegan, O. Bakajin, T. F. Dupont, G. Huber, S. R. Nagel, T. A. Witten (1997). "Capillary flow as the cause of ring stains from dried liquid drops". Nature 389 (6653): 827–829. Bibcode:1997Natur.389..827D. doi:10.1038/39827.

[Disco 2014] http://www.disco.co.jp/eg/products/dicer/index.html

[Marangoni 1865] C. Marangoni, « Doctoral dissertation" ,University of Pavia, 1865.

[Pashchen 1889] F. Pashchen published a paper (Wied. Ann., 37, 69), 1889.

[Rajaraman 2004] K. Rajaraman, M. Kushner, "Deposition and composition of polymer films in fluorocarbon plasmas", University of Illinois, 2004.

[Pruden 2003] K. G. Pruden, K. Sinclair, S. Beaudoin, "Characterization of parylene-N and parylene-C photooxidation", Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry Volume 41, Issue 10, pages 1486–1496, 15 May 2003.

[Rayleigh 1916] Rayleigh, "On convection currents in a horizontal layer of fluid, when the higher temperature is on the under side", Phil. Mag., Ser.6, 32: 529 - 546, 1916.

[SET 2014] Equipment SET FC300 - (http://www.set-sas.fr/en/cat422407--FC300.html?Cookie=set).

[Suss 2013] Suss microtec's website (http://www.suss.com/en/products-solutions /technologies /plasma-treatment /select.html).

Chapitre V: *Etudes expérimentales sur puces Cu-SiO_2*

Dans ce chapitre final, nous allons démontrer la faisabilité d'un auto-assemblage (auto-alignement et hybridation par collage direct) pour des puces présentant des surfaces composées d'oxyde de silicium (SiO_2) et de cuivre (Cu). L'objectif est de transférer et d'appliquer le procédé du chapitre IV à des puces possédant des lignes de cuivre.

L'objectif est également d'établir et de caractériser le contact électrique entre les structures assemblées (entre deux puces ou entre une puce et un substrat support).

Du fait de la présence de matériaux de nature différente à la surface de la puce, il est impossible de transférer directement le procédé de création des plots, nécessaire à l'auto-alignement. Il est donc indispensable de réévaluer plusieurs étapes validées pour les structures silicium (gravure du plot, dépôt du polymère, préparation de surface).

1) Création de structures dédiées à l'auto-assemblage – puces Cu-SiO_2 213

1-1 Présentation des puces utilisées – puces FICO 213

1-1-1 Présentation des puces FICO 213

1-1-1.a *La fabrication des puces FICO* 213

1-1-1.b *Les différentes structures de test électriques* 214

1-2 Intégration du niveau nécessaire à l'auto-assemblage sur les puces FICO 216

1-2-1 Création du plot d'auto-assemblage 216

1-2-1.a *Gravure de surface mixte Cu-SiO_2* 217

1-2-1.b *Gravure humide du cuivre* 218

1-2-1.c *Gravure sèche de l'oxyde de silicium* 219

1-2-1.d *Gravure sèche du silicium* 220

1-2-1.e *Le retrait de la résine* 220

1-2-2 Utilisation du confinement plan pour la plaque support 221

1-2-2.a *La problématique du confinement plan* 221

1-2-2.b *Les différents assemblages réalisés* 223

1-2-3 Le collage du cuivre et le collage de surface mixtesCu-SiO_2 224

1-2-3.a *Les mécanismes du collage direct Cu-Cu* 224

1-2-3.b *Les mécanismes du collage direct Cu-SiO_2* 226

1-2-4 Etude des préparations de surfaces pour le collage du cuivre 228

1-2-4.a *Les préparations de surfaces pour le collage du cuivre* 228

1-2-4.b *L'impact de la préparation de surface sur le polymère hydrophobe* 229

2) Résultats et interprétations pour l'auto-assemblage de puces FICO 231

2-1- Alignement et rendement 231

2-1-1 Rendement d'alignement avec des structures FICO 231

2-1-2 Causes de défaillance de l'alignement 234

2-2 Qualité de collage 235

2-2-1 Qualité de collage – Observation IR 235

2-2-2 Qualité de collage – Observation acoustique 235

2-2-3 Qualité de collage – Observations FIB-SEM 236

2-3 Caractérisation électrique 237

2-3-1 Mesure de résistance de contact 238

3) Récapitulatifs et conclusion 243

1) Création de structures dédiées à l'auto-assemblage – puces Cu-SiO_2

1-1 Présentation des puces utilisées – puces FICO

Afin de démontrer la viabilité de la technologie d'auto-assemblage, nous avons choisi de réaliser ce transfert technologique sur des puces utilisées lors d'études précédentes [Taibi 2011]. Ces études concernaient l'hybridation plaque à plaque et puces à plaque dans le cas de dispositifs électriques. Ces puces sont issues du projet FICO (Fiabilité Interconnexion Cuivre Oxyde) dont l'objectif était de démonter la faisabilité d'une hybridation puce à plaque réalisée par collage direct et assemblée grâce à un outil de Pick&place.

1-1-1 Présentation des puces FICO

Nous allons dans cette partie présenter et décrire les structures FICO utilisées pour cette étude.

a) La fabrication des puces FICO

Les puces FICO sont composées d'un seul niveau métallique. Ce niveau est composé de motifs de cuivre de géométries variables encapsulées dans une couche d'oxyde de silicium de 800 nm d'épaisseur. Les épaisseurs des motifs de cuivre sont typiquement comprises entre 300 et 500 nm, pour une largeur variant de 5 à 80 µm.

Ces motifs sont réalisés via le procédé de fabrication nommé « damascène » et présenté dans la figure (5.01). Ce procédé repose sur l'enchainement de plusieurs étapes de fabrication, tel que le dépôt, la photolithographie et la gravure. La figure (5.01) présente le procédé de fabrication permettant de créer les puces FICO. La première étape consiste à déposer une couche de 800 nm d'oxyde de silicium (SiO_2). Cette couche servira à encapsuler les lignes de cuivre et à les isoler électriquement du substrat de silicium. Une étape de photolithographie est ensuite réalisée afin de définir la géométrie des futurs motifs de cuivre. Une fois la résine déposée et insolée, une étape de gravure RIE de 500 nm de l'oxyde de silicium est effectuée (étape 3). Cette étape permet de créer des tranchées qui deviendront, par la suite, les lignes de cuivre.

L'étape suivante consiste à déposer une couche de 20 nm de nitrure de titane (TiN). Cette couche peut aussi être remplacée par une couche composée de nitrure de tantale et de tantale (TaN/Ta). L'objectif de cette couche est de servir de barrière de diffusion entre l'oxyde de silicium et le cuivre. En effet, sans cette couche, le cuivre pourrait diffuser dans l'oxyde de silicium lors des étapes de recuit, ce qui reviendrait à court-circuiter les lignes de cuivre entre-elles.

L'étape suivant consiste à déposer le cuivre. Cette étape se décompose en deux parties. Pour commencer, une couche permettant la croissance du cuivre est déposée. Cette couche, communément appelée « couche d'accroche » (seedlayer en anglais) va servir de couche d'initiation pour la croissance du cuivre par électrochimie qui est l'étape suivante. Ainsi, une couche d'un micromètre de cuivre est déposée sur l'intégralité de la plaque.

Suite au dépôt du cuivre, un recuit de stabilisation est nécessaire pour recristalliser le cuivre afin de diminuer sa résistivité, d'éliminer plusieurs des impuretés générées lors du dépôt électrolytique et renforcer l'adhérence entre le cuivre et sa barrière métallique.

La dernière étape de réalisation des lignes de cuivre à pour objectif de retirer l'excès de cuivre et de barrière métallique à l'aide d'un polissage mécano-chimique (CMP en anglais pour Chemical Mechanical polishing). En effet, après ECD et recuit, la plaque est recouverte de cuivre. Le but de cette étape est de récupérer une surface mixte (cuivre-oxyde) et plane permettant la réalisation du procédé de collage direct (décrit dans le paragraphe suivant). Le polissage se fait en deux étapes : d'abord, la couche de cuivre est polie jusqu'à la barrière de TiN. L'arrêt de cette étape d'amincissement ne se fait pas à l'aide d'un temps paramétré mais à l'aide d'une détection optique du TiN lorsque ce dernier est mis à nu. La deuxième étape de polissage sert à enlever la barrière métallique et à réduire la rugosité de surface.

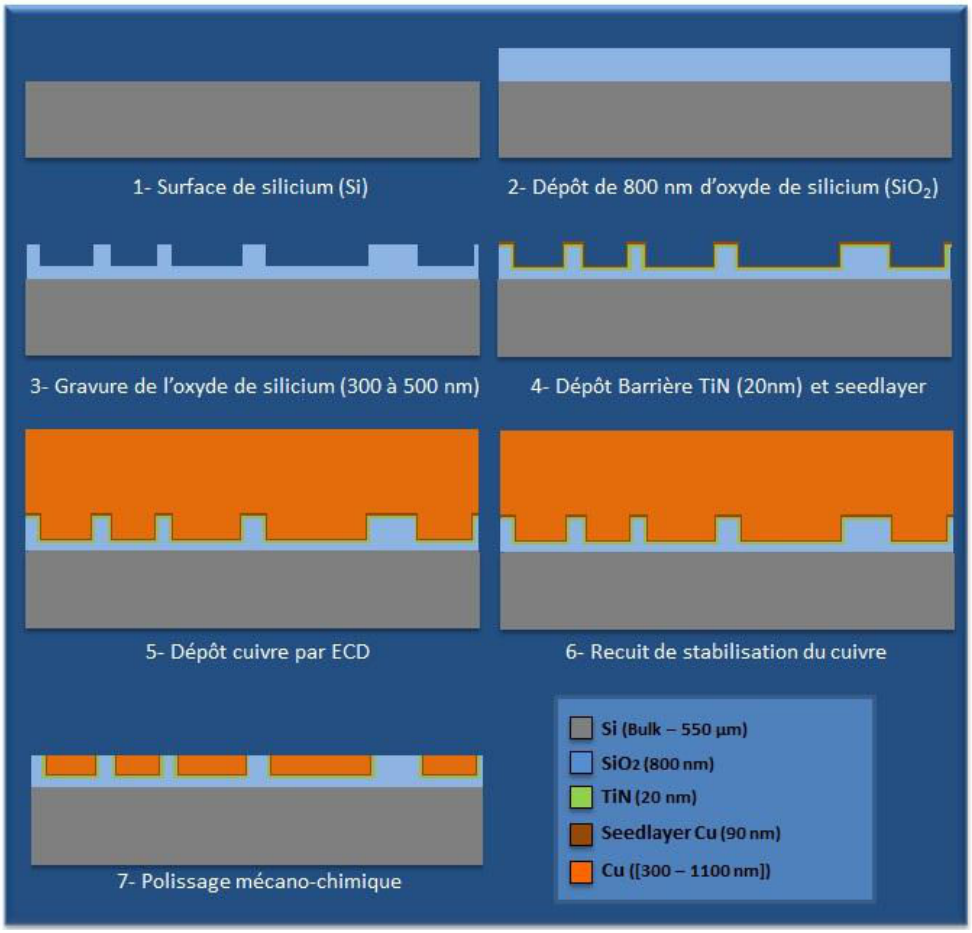


Figure 5.01 : Illustration du procédé de fabrication des structures FICO.

Le ratio au sein de la surface est de 30 % de cuivre et 70 % d'oxyde de silicium. Les puces FICO ont une dimension latérale de 9.9x9.9 mm², ce qui reste relativement proche des dimensions des puces de test du chapitre IV.

b) Les différentes structures de test électriques

Nous allons maintenant nous intéresser aux structures de tests électriques présentes sur ces puces. Les puces FICO étant initialement dessinées pour des études de fiabilité et de caractérisation électriques de l'interface de collage, elles embarquent un nombre important de structures de test électrique. Bien que de nombreuses structures soient présentes sur le masque, nous allons pour nos tests nous concentrer sur une seule. La figure (5.02) présente une vue du masque FICO. Afin de rendre compte du nombre de structures présentes, les deux niveaux de masque (celui de la puce supérieure et celui de la puce inférieure) sont dessinés en superposition.

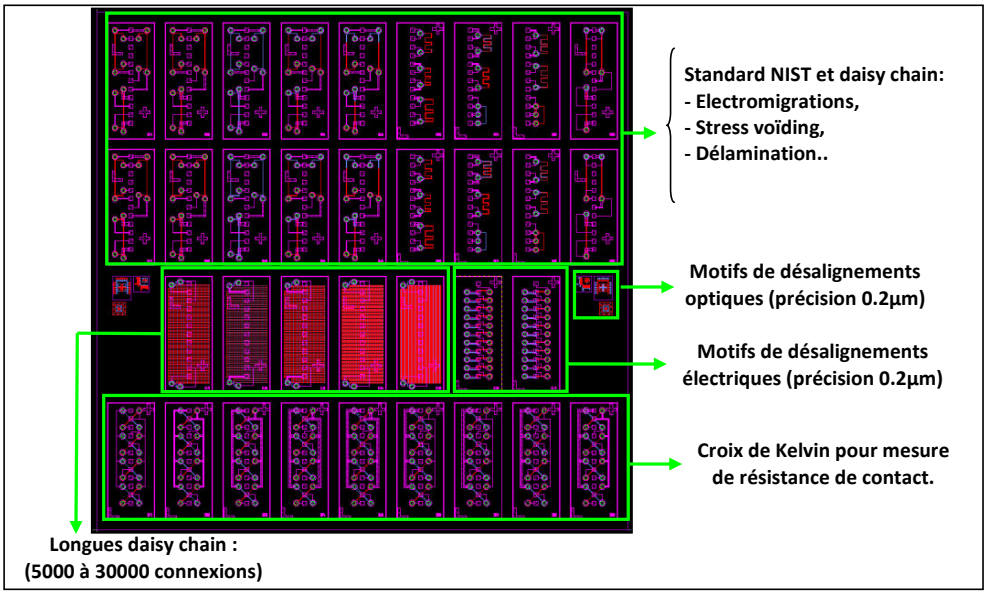


Figure 5.02 : Dessin du masque FICO. Les deux niveaux de masque ont été empilés afin de présenter au mieux les différentes structures de test.

Les motifs de test les plus couramment utilisés pour la caractérisation électrique sont développés sur la base de structure NIST (National Institute of Standards and Technology). Il s'agit d'une structure standardisée par le comité JEDEC (Joint Electron Device Engineering Council) pour effectuer des tests électriques [JESD87]. La structure utilisée est représentée par une ligne de métal avec des reprises de contact Kelvin (deux arrivées de courant et deux prises de tension) permettant une mesure 4 pointes de la résistance, comme illustré sur la figure (5.03) ci-dessous :

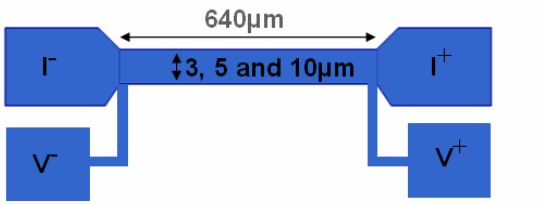


Figure 5.03 : Schéma d'une structure NIST représentée par une ligne de métal avec reprise de contact Kelvin

L'intérêt de cette architecture est d'avoir une grande précision de mesure de la résistance en évitant les résistances d'accès parasites. La structure NIST décrite ci-dessus permet de mesurer la résistance d'une ligne de métal et de la comparer avec celle obtenue après test (ou même suivre la résistance pendant les tests). Tout changement au niveau des propriétés électriques de la ligne entrainera une variation de la résistance mesurée. La stratégie choisie pour évaluer l'impact de l'interface de collage sur les performances électriques des structures collées est de comparer leur comportement avec celui de structures non collées. La figure (5.04) représente un schéma descriptif des structures testées.

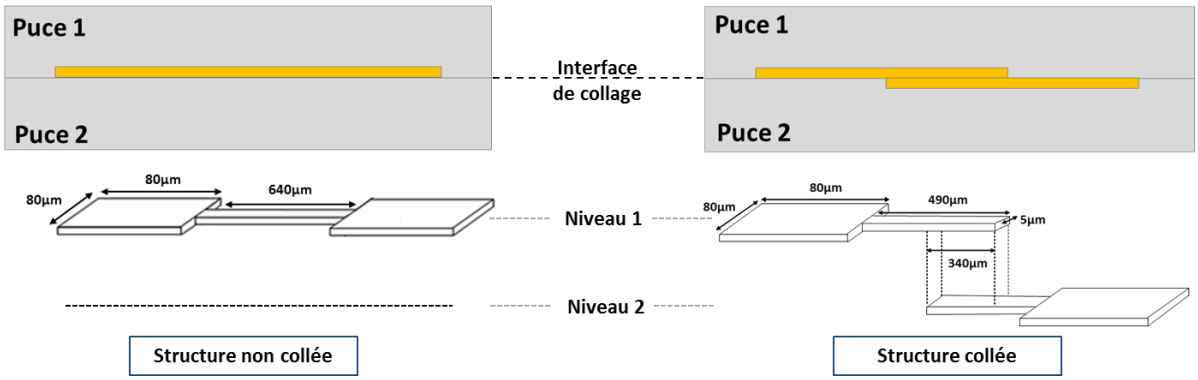


Figure 5.04 : Schéma descriptif de structure dites collées et non collées

Il est important de noter que l'appellation structure « non collée » implique qu'il n y a pas d'interface de collage cuivre-cuivre. La structure est réalisée sur une des puces seulement, puis est collée en vis-à-vis d'oxyde (sur la deuxième puce). Au contraire de la structure dite « collée » où les deux lignes de cuivre (sur chacune des deux puces) sont mises en contact lors du collage. La structure obtenue après collage est donc caractérisée par une section de cuivre double au niveau des lignes de métal collées.

Les structures non collées serviront donc de référence pour extraire les résistivités du cuivre et seront comparées aux structures collées pour évaluer électriquement l'impact de l'interface cuivre-cuivre.

1-2 Intégration du niveau nécessaire à l'auto-assemblage sur les puces FICO

L'intégration d'un niveau permettant de rendre les puces FICO standards compatibles avec l'auto-assemblage (c'est-à-dire la création d'un plot d'assemblage) nécessite de développer une nouvelle méthodologie. En effet, la surface de ces puces étant constituée de différents matériaux (couche mixte de cuivre et d'oxyde de silicium) comme nous l'avons vu dans la section *1-1-1*, nous oblige à changer notre méthode de gravure. Le cuivre étant un matériau dont la gravure par plasma se révèle difficile [Fangyu 2011], nous sommes contraints à avoir recours à la gravure humide présentée dans la section *1-2-1*. De plus, la réalisation de nouveaux masques de photolithographie est également requise.

Les préparations de surface utilisées pour le collage métallique sont elles aussi radicalement différentes comparées aux méthodes utilisées avec de l'oxyde de silicium seul. Il est donc nécessaire de vérifier que ces nouveaux procédés de préparation ne dégradent pas l'effet hydrophobe du polymère présent sur les flancs de plot.

1-2-1 Création du plot d'auto-assemblage

Comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent des plots de différentes dimensions peuvent être utilisés pour réaliser l'auto-assemblage. Pour les puces FICO, les plots peuvent être gravés, soit en utilisant les chemins de découpe pour créer un plot de la même dimension que le champ concepteur de la puce (9.9x9.9 mm² dans le cas des FICO), soit en sacrifiant délibérément une partie de la surface fonctionnelle de la puce (plot de 8x8 mm²). La figure (5.05) ci-dessous présente le dessin de la puce avec les différents motifs de test électrique sur lequel les plots réalisés pour l'auto-assemblage sont représentés en bleu.

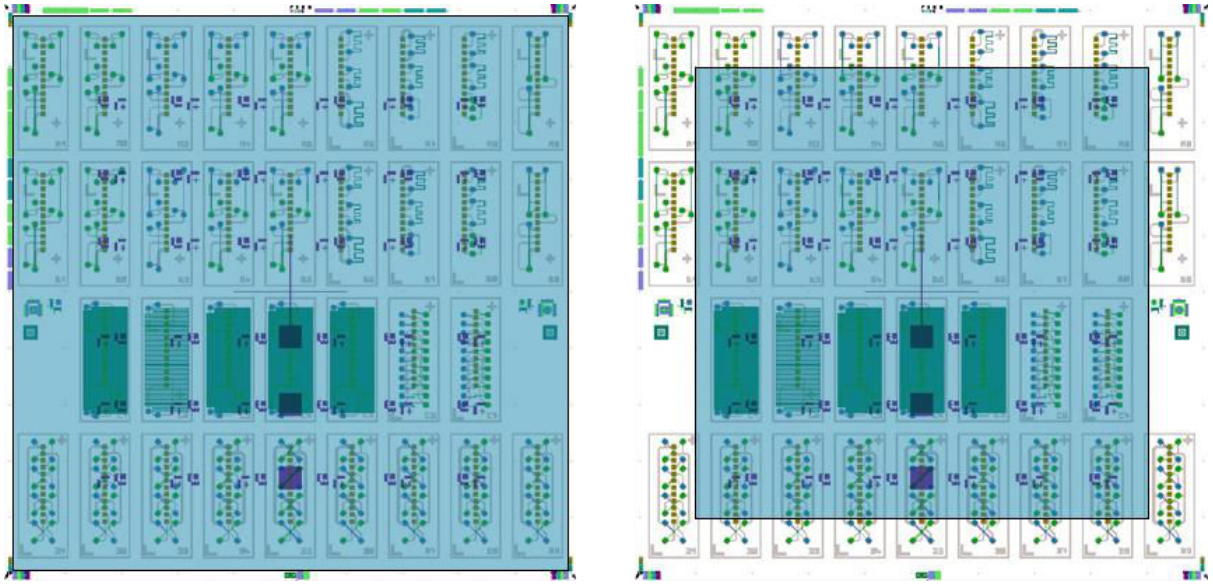


Figure 5.05 : Dimension des plots générés sur le masque FICO. A gauche un plot de 9.9x9.9 mm², à droite un plot de 8x8 mm².

Grace à l'utilisation de plot de 9.9x9.9 mm², l'intégralité de la puce reste fonctionnelle car la gravure des plots s'effectue dans les chemins de découpe. Notons que les chemins de découpe des puces FICO présentent également du cuivre, ce qui nous oblige à redévelopper notre procédé de gravure des plots.

a) Gravure de surface mixte Cu-SiO2

Il est impossible de réaliser la gravure de l'oxyde de silicium et celle du cuivre en une seule étape. Les chimies et les temps de gravure n'étant pas les mêmes. Nous allons donc décomposer la gravure du plot en trois étapes successives. Le cuivre des lignes est donc gravé dans un premier temps grâce à l'utilisation d'une gravure par voie humide. Dans un deuxième temps, l'oxyde de silicium encapsulant les lignes de cuivre est gravé à l'aide d'une gravure sèche de type plasma RIE (CF_4 ou SF_6). Le silicium du substrat est également gravé par la suite grâce à une gravure sèche RIE afin de réaliser les plots. La figure (5.06) présente l'enchainement des étapes de gravure permettant de générer les plots.

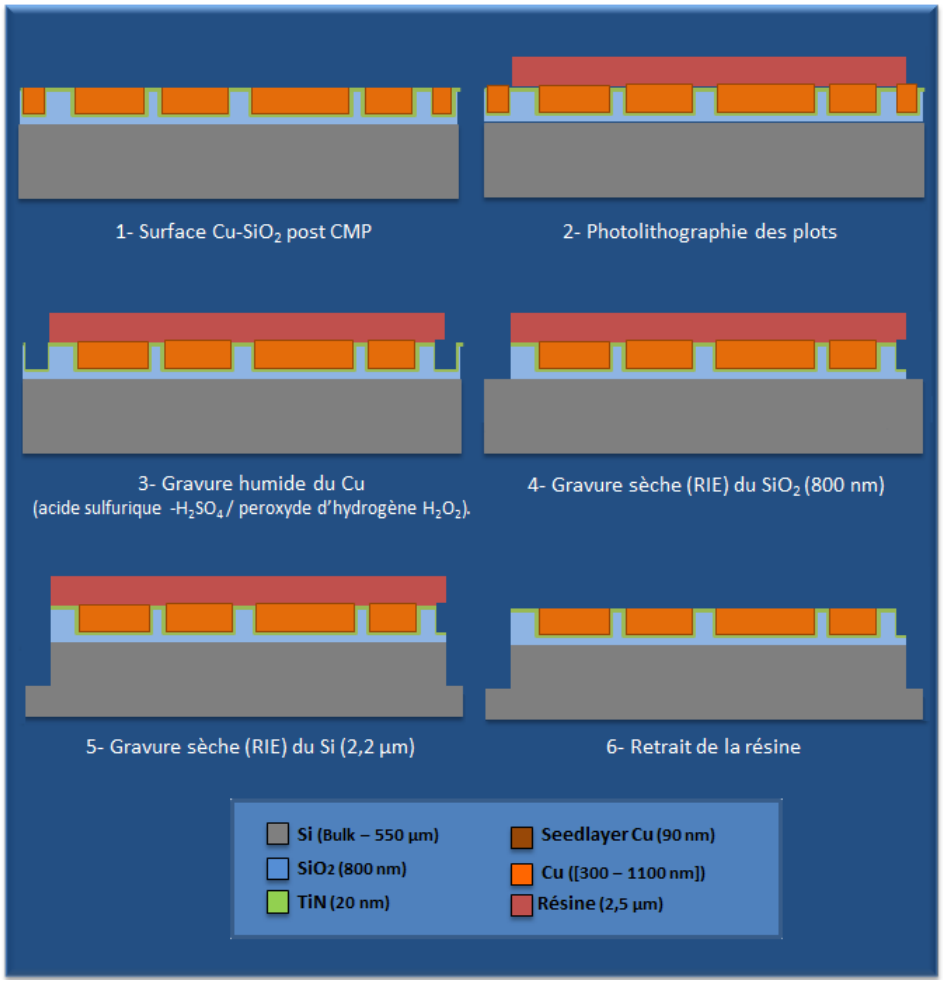


Figure 5.06 : Schéma de l'enchainement des étapes de gravure des plots (échelle non respectée).

b) Gravure humide du cuivre

La gravure des lignes de cuivre s'effectue dans un bain composé d'un mélange d'acide sulfurique (H_2SO_4) et de peroxyde d'hydrogène (H_2O_2). Les substrats peuvent être traités parallèlement (plusieurs substrats en même temps) et le temps de gravure est de 30 s pour des lignes de cuivre de 500 nm d'épaisseur.

Généralement, un prétraitement du substrat est réalisé suite à l'étape de photolithographie afin d'assurer une bonne tenue mécanique de la résine et par la même une bonne révélation (et donc une bonne définition des motifs). Il s'agit d'un recuit d'une demi-heure à 100°C. L'objectif de ce recuit est de permettre une bonne réticulation de la résine. L'adhésion à l'interface résine – substrat s'en trouve renforcée. La révélation de la résine constitue à retirer les parties de la résine ayant été exposées au rayonnement à travers le masque de chrome. Ce retrait s'effectue grâce à un bain chimique. Les parties de la résine non exposées (protégées par le masque) ne sont pas affectées par ce bain.

Un rapide traitement au plasma oxygène permet d'éliminer si besoin les résidus de résine. Le temps de traitement plasma est de l'ordre de 20 à 30 secondes.

Les premiers essais de gravure humide du cuivre ont été réalisés sur des plaques test présentant des motifs de cuivres type « plot » comme le présente la figure (5.07). Ces motifs sont d'épaisseurs comparables à celles des motifs des puces FICO.

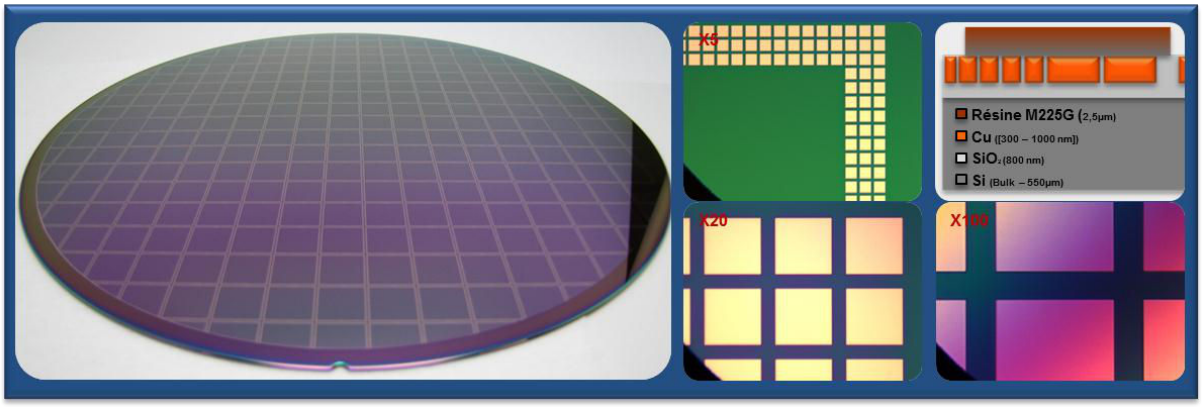


Figure 5.07 : Photographie et observation au microscope optique (grossissement [x5-x100]) d'une plaque test avant gravure humide du cuivre. Chaque plot de cuivre fait 80 µm de côté, pour des épaisseurs variant de 300 nm à 1 µm.

Quatre recettes de prétraitements ont été testées afin d'obtenir le procédé de gravure du cuivre le plus performant (gravure complète du cuivre, pas de résidu de résine, et conservation de l'intégrité de la résine). Les résultats des quatre prétraitements sur l'efficacité de la gravure Cu sont résumés dans le tableau (5.08) ci-dessous.

	Recette n°1	Recette n°2	Recette n°3	Recette n°4
Prétraitement de la résine	-	Flash plasma O_2 20 sec	Recuit 100° 30 min	Flash plasma O_2 20 sec + recuit 100°C 30 min
Qualité de gravure du Cu (Complète / Partielle)	Complète	Complète	Complète	Complète
Présence de résidus de Cu	Non	Non	Non	Oui
Impact sur la résine (réticulation, crack)	Oui	Non	Non	Non
Analyse et commentaires	[1]	[2]	[3]	[4]

Tableau 5.08 : Comparaison de la gravure du Cu en fonction des différents prétraitements de la résine (commentaires et analyse en annexe IV).

La recette fournissant les meilleurs résultats et utilisée dans la suite des expérimentations est donc la recette numéro 2 (pas de résidus de Cu et une bonne qualité de gravure). On remarque également une sur-gravure latérale (< 6 µm) du cuivre en bord de plot mais qui ne pose pas de problème dans notre cas.

c) Gravure sèche de l'oxyde de silicium

Une fois le cuivre retiré, l'étape suivante consiste à graver les 800 nm d'oxyde de silicium servant d'encapsulation aux lignes de cuivre. Cette étape est réalisée via une gravure RIE. Il faut accorder une attention particulière à la rugosité des flancs de gravure (i.e. les futurs flancs du plot). En effet, comme nous l'avons montré dans le chapitre IV section *1-5-4*, la rugosité joue un rôle critique pour l'adhésion de la couche de polymère hydrophobe. Les vitesses de gravure sont donc relativement lentes mais permettent d'obtenir une faible rugosité résiduelle sur les flancs de gravure.

On note également que les 20 nm de la barrière TiN, empêchant la diffusion du cuivre dans l'oxyde de silicium, sont gravés au cours de cette étape.

d) Gravure sèche du silicium

L'étape de gravure RIE suivante permet de graver 2,2 µm du substrat de silicium afin d'obtenir des plots de 3 µm de hauteur (800 nm gravé dans l'oxyde de silicium et 2,2 µm gravé dans le silicium). Cette étape est réalisée via une gravure RIE (Reactive Ion Etching). La figure (5.11) présente les observations optiques des zones de gravure après la réalisation des 3 gravures.

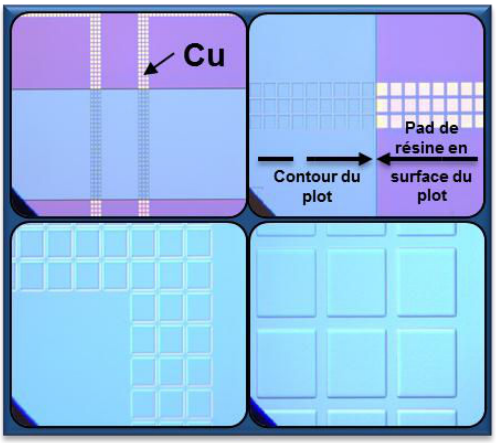


Figure 5.11 : Observations optiques des zones gravées en bleu (après gravure chimique du Cu et gravure RIE du SiO_2 et Si). Les zones protégées par la résine sont intègres (Cu sous la résine (en violet), chaque carré fait 80 µm de coté) et la hauteur du plot est de 3 µm.

C'est également lors de cette étape que le polymère hydrophobe est déposé. Une fois la gravure du silicium réalisée, un plasma C_4F_8 est généré dans la chambre de gravure et permet le dépôt d'une couche hydrophobe dont l'épaisseur varie entre 30 et 200 nm suivant le temps appliqué. Il est primordial d'enchainer la gravure et le dépôt du polymère sans que les substrats soient remis à l'air, afin de permettre une tenue mécanique optimale du polymère sur les flancs de gravure. Une remise à l'air engendrée, d'une part, une oxydation du silicium en surface des flancs et d'autre part, une possible contamination particulaire inutile comme nous l'avions démontré dans le chapitre IV section *1-5-4*.

e) Le retrait de la résine

Le retrait de la résine est ensuite réalisé de manière similaire (bain acétone + ultrason) à celle utilisée pour les structures silicium présentées dans le chapitre IV. La figure (5.12) présente des observations optiques obtenues après cette étape. La surface ne présente pas de résidus de résine pouvant perturber l'étape de collage.

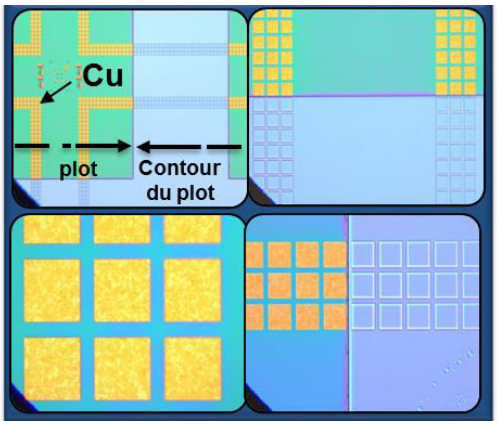


Figure 5.12 : Observations optiques des zones gravées (après gravure RIE et DRIE) et retrait de la résine. La hauteur du plot est de 3 µm.

Nous allons maintenant dresser un bilan des évolutions apportées au procédé de gravure développé dans le chapitre IV.

➢ *La gravure :*

La gravure du plot en trois étapes successives a pu être validée :

- Hauteur de 3 µm obtenu uniquement grâce à des gravures RIE (rugosité des flancs plus faible).
- Aucun résidu de cuivre post gravure humide.
- Une bonne définition du bord de plot (légère sur-gravure lors de la gravure cuivre comme le montre la figure (5.13).

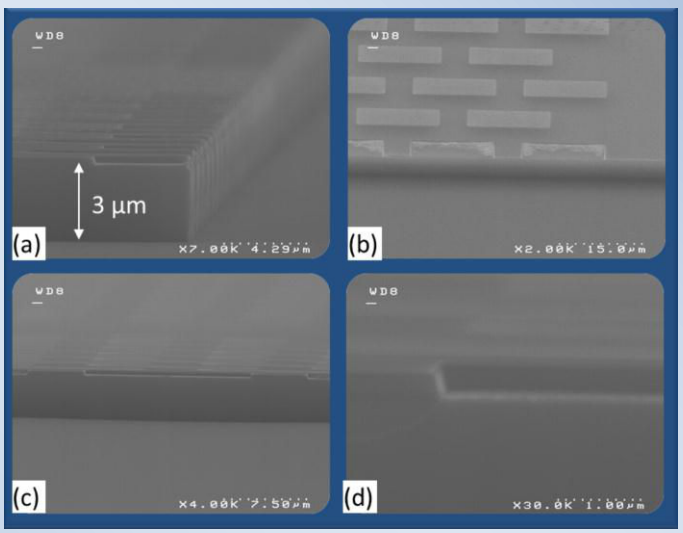


Figure 5.13 : Observations au microscope électronique à balayage (MEB) des plots après les étapes de gravure (dépôt du polymère inclus) et l'étape de retrait de la résine. (a) La hauteur du plot est bien de 3 µm. (b), (c) et (d) Sur-gravure latérale du cuivre lors de l'étape de gravure par voie humide. La solution de gravure s'infiltre latéralement sous la résine.

➢ *Le dépôt du polymère :*

Le dépôt du polymère s'effectue de manière conforme et avec une très bonne tenue mécanique.

➢ *Le retrait de la résine :*

L'étape de retrait de la résine ne pose pas de problème particulier dès lors que le budget thermique perçu lors des différentes gravures n'est pas trop élevé (< 150°C). La méthode de retrait interdit cependant de réaliser des prétraitements de la résine basés sur des recuits thermique.

Maintenant que le procédé permettant la réalisation des plots présents sur les puces est développé, il est nécessaire de s'intéresser au substrat sur lequel les puces seront auto-assemblées.

1-2-2 Utilisation du confinement plan pour la plaque support

a) La problématique du confinement plan

Afin de faciliter l'intégration des structures FICO, il est nécessaire que le substrat utilise seulement un confinement de type plan (pas de plot, juste un contraste chimique). En effet les connexions déportées sur le substrat permettent de réaliser directement les tests électriques de l'interface de

collage (figure 5.14). La réalisation d'un plot de confinement sur le substrat aurait pour effet de détruire ces lignes puisqu'elles seraient gravées en même temps que le plot.

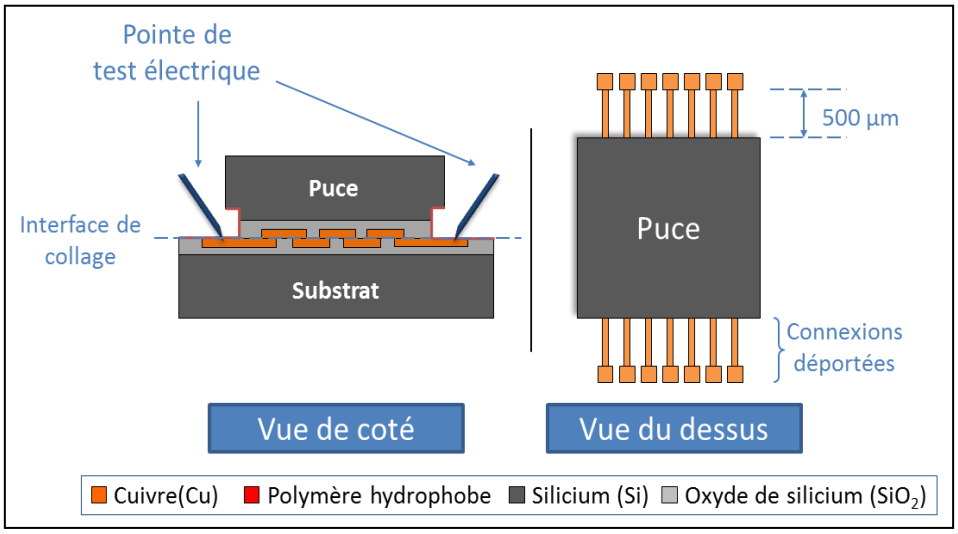


Figure 5.14 : Positionnement des connexions déportées permettant de tester directement la résistance électrique de l'interface de collage (échelle non respectée).

La figure (5.15) montre le procédé utilisé pour mettre en place le confinement type plan. La résine déposée lors de l'étape de photolithographie sert uniquement à la définition des zones où est déposé le polymère hydrophobe. Les épaisseurs de polymères sont typiquement comprises entre 30 et 200 nm.

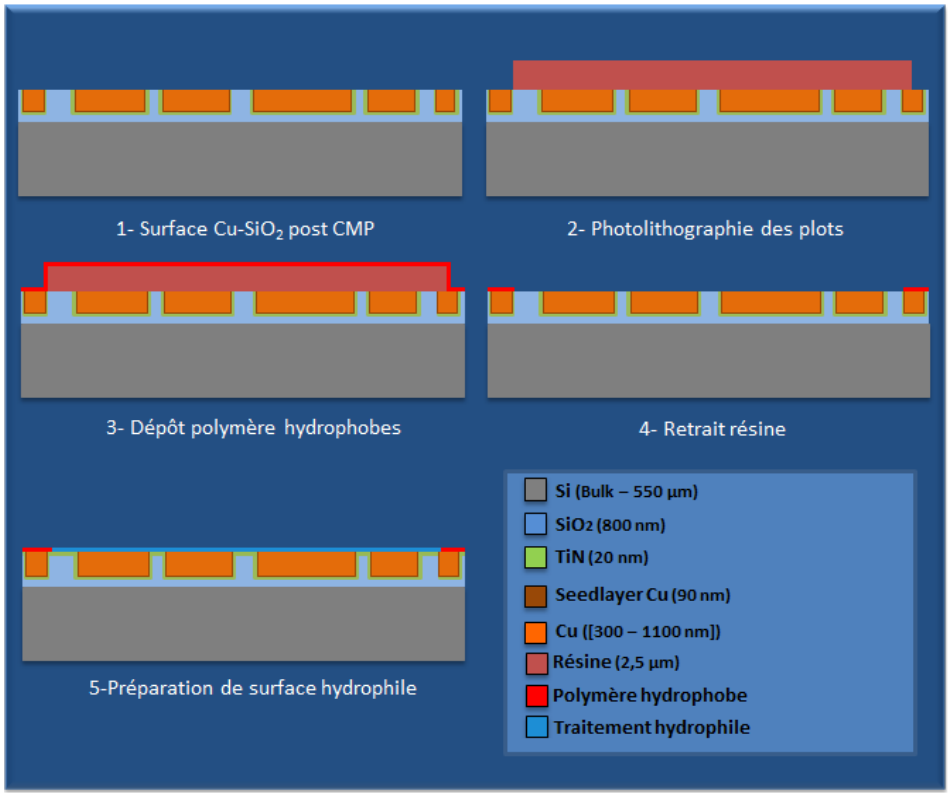


Figure 5.15 : Etapes permettant la réalisation d'un confinement planaire. La définition des zones de contraste est réalisée grâce à la résine de photolithographie.

Grâce à ce procédé on obtient alors des zones de contrastes comme le présente la figure (5.16) ci-dessous. Les zones hydrophobes où le polymère est présent apparaissent bleutées sur les images compte-tenu de l'épaisseur de polymère déposée. On retrouve donc bien une zone centrale présentant les connexions de cuivre qui seront collées et un contour de puce hydrophobe.

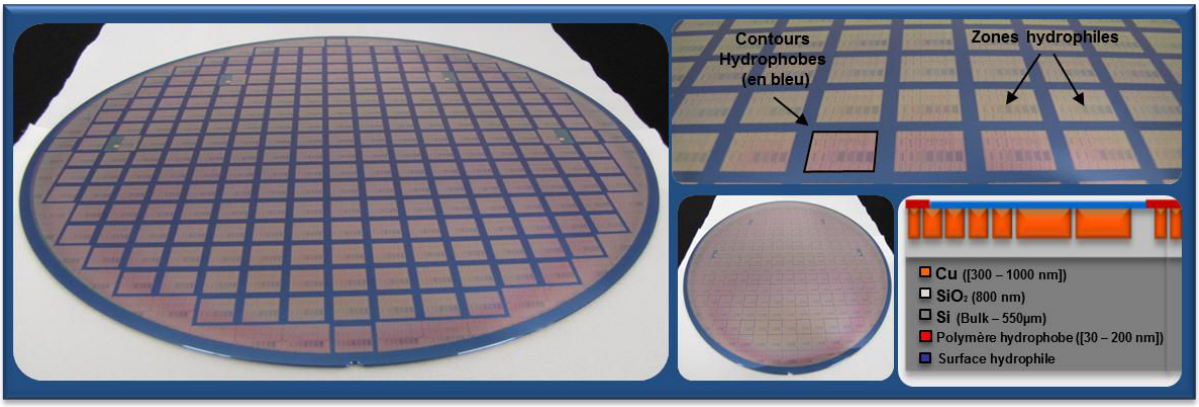


Figure 5.16 : Photos de plaques FICO présentant un confinement plan. A gauche, pour des puces avec des plots de 8x8 mm², à droite pour des puces avec des plots de 9.9x9.9 mm²

La largeur des contours hydrophobes est conditionnée par la dimension de la zone hydrophile. Dans le cas des puces de taille 8x8 mm² la bande hydrophobe est d'une largeur de 2200 µm alors que dans le cas des puces 9.9x9.9 mm², elle n'est que d'une largeur de 300 µm. Ces 300 µm sont largement suffisants pour assurer le confinement de la goutte (figure 5.17).

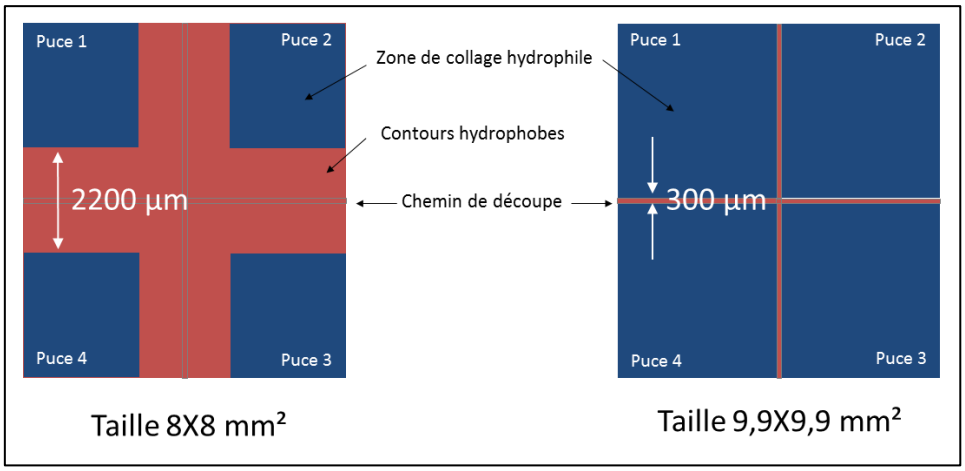


Figure 5.17 : Dimension des zones de contraste en fonction de la taille de puce utilisée.

b) Les différents assemblages réalisés

Plusieurs types d'auto-assemblages ont été réalisés avec des puces FICO. Les assemblages « plot à plot » sont réalisés avec deux puces (ou une puce et un substrat support) présentant chacun un plot d'assemblage de 3 µm (figure 5.18). L'objectif de ce type d'assemblage est de permettre la validation rapide de l'alignement et de la qualité de collage. Cette configuration empêche cependant la possibilité d'effectuer des tests électriques directement. Il est obligatoire de procéder à un « démontage » du silicium de la face arrière de la puce supérieure pour avoir accès aux lignes de cuivre et ainsi permettre la réalisation des tests électriques.

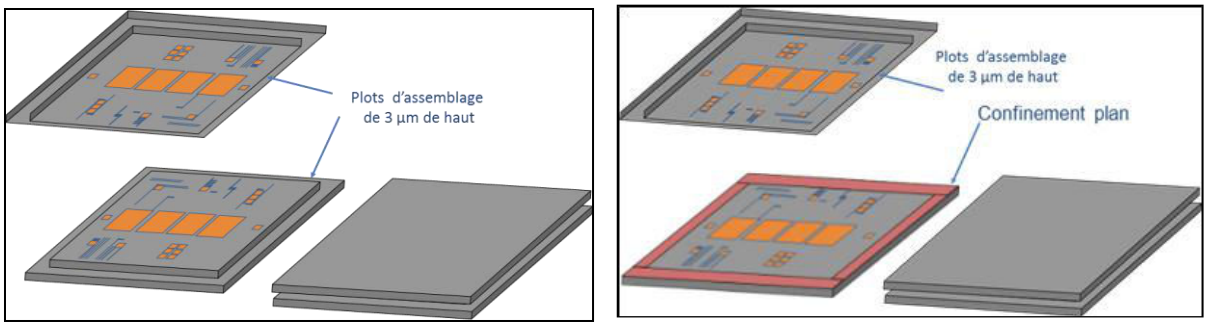


Figure 5.18 : Les différentes configurations d'assemblage. A gauche, un assemblage plot-à-plot (3 µm). A droite, un assemblage plot (3 µm) à plan.

L'autre type d'auto-assemblage est l'assemblage « plot à plan ». Cette configuration se distingue de la précédente par l'absence de plot sur la partie inférieure (puce ou substrat). Le confinement de la goutte est alors assuré uniquement par un contraste chimique comme discuté précédemment (figure 5.18). Ce type d'assemblage permet de valider et caractériser rapidement la résistance électrique de l'interface de collage.

Maintenant que nous avons établi la configuration dans laquelle nous allons réaliser les essais, nous allons nous focaliser sur les préparations de surface et les mécanismes de collage propre au collage du cuivre.

1-2-3 Le collage du cuivre et le collage de surface mixtesCu-SiO_2

Des préparations de surface spécifiques sont nécessaires lors de l'application du collage direct à des surfaces de cuivre, on parle alors de collage métallique. En effet, les mécanismes de collage misent en jeu lors du collage Cu-Cu sont légèrement différents de ceux du collage SiO_2-SiO_2.

a) Les mécanismes du collage direct Cu-Cu

De manière analogue au collage direct du silicium, le collage direct du cuivre, initialement développé pour une application plaque-à-plaque, permet de s'affranchir de tout adhésif à l'interface et d'éviter l'application d'une pression lors du collage. Ce procédé de collage permet également de créer un contact électrique entre les deux substrats. Des études ont été menées sur le procédé de collage direct métallique [Gueguen 2008], et montrent la possibilité de réaliser des collages métalliques à température ambiante puis de renforcer ce collage par des traitements thermiques. Le mécanisme mis en jeu pour sceller l'interface de collage n'a été proposé que récemment, par Gueguen et al. [Gueguen 2010].

Le collage Cu-Cu est réalisé à température ambiante lors de la mise en contact des deux surfaces métalliques. Bien entendu, une préparation de surface a été réalisée au préalable sur les plaques afin de répondre aux spécifications requises pour le collage direct (morphologie et état de surface). La préparation ainsi que l'activation de surface est réalisée par des étapes de polissage mécano-chimique et de nettoyage. Une fois les deux plaques activées, elles sont mises en contact. Une brève pression est ensuite réalisée sur la face arrière de la plaque du dessus afin d'amorcer la propagation de l'onde de collage. Le collage est réalisé à température ambiante, et il a été montré [Gueguen2009] par différentes analyses de réflectivité des rayons X, que le collage était réalisé suivant le modèle de contact de surface rugueuse, comme pour l'oxyde de silicium.

La présence d'une couche d'oxyde de cuivre Cu_2O (oxyde natif recouvrant la surface de cuivre) a été mise en évidence suite aux étapes de de polissage et de nettoyage. Cette couche à pour propriété de rendre la surface hydrophile à l'aide de liaisons Cu-OH en surface. Lors des premiers instants du collage, l'adhésion se fait à l'aide de forces de Van der Waals et de liaisons hydrogènes. La rugosité de surface, inférieure à 0.5nm RMS, permet une adhésion suffisante pour maintenir les plaques collées sans traitement thermique. L'interface de collage à température ambiante est alors formée de deux couches d'oxyde de cuivre collée d'une épaisseur de quelques nanomètres [Gueguen 2009].

Le collage direct est ensuite renforcé par l'effet de la température. En effet, suivant la température de recuit appliquée, des mécanismes de fluage et de diffusion du cuivre se produisent au niveau de l'interface. Les études menées par Gueguen lors de sa thèse ont montré une évolution de l'interface de collage en fonction de la température de recuit [Gueguen2010]. Il est possible d'observer dans la figure (5.19) la disparition, au fur et à mesure de la montée en température, de l'interface de collage (et donc de la couche d'oxyde de cuivre) jusqu'à des températures de 400°C où les joints triples de l'interface prennent une position d'équilibre.

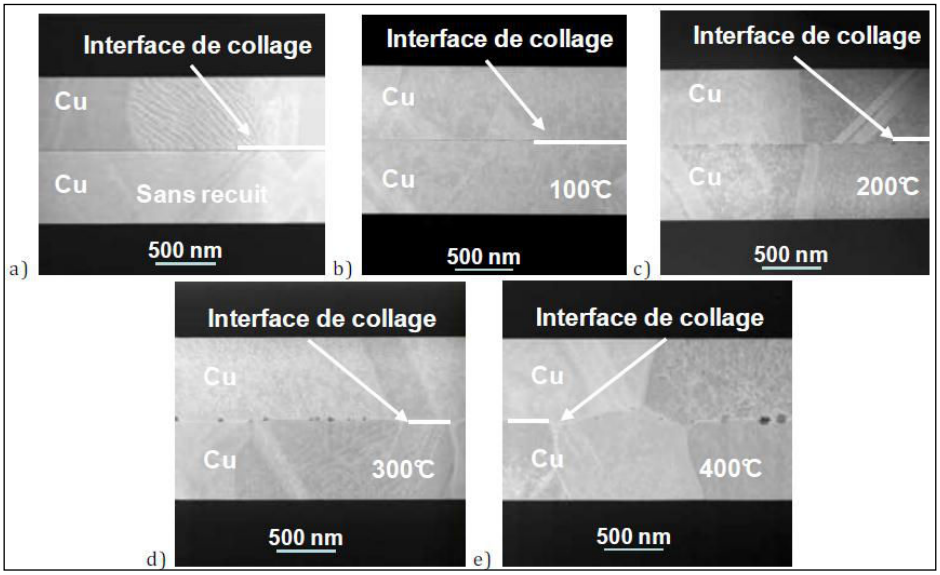


Figure 5.19 : Images STEM à champ sombre des collages Cu-Cu, a) à température ambiante, b) après recuit à 100°C, c) recuit 200°C, d) recuit 300°C, et e) recuit à 400°C [Gueguen 2010]

A partir de températures supérieures à 120°C l'oxyde de cuivre Cu_2O perd sa stabilité thermodynamique et évolue vers l'oxyde CuO. Il en résulte une diffusion de cette couche d'oxyde le long de l'interface sous forme de précipités, ce qui permet, à quelques endroits, un contact direct entre les deux couches de cuivre. Le nombre de ces précipités diminue avec l'augmentation de la température, ce qui donne lieu à une augmentation des zones de contact cuivre-cuivre (sans oxyde à l'interface). Au-dessus de 300°C, la diffusion atomique du cuivre a lieu aux joints de grains rompant ainsi l'interface de collage nette et visible. Il reste toutefois des cavités le long de l'interface d'un diamètre d'environ 20 nm. Ces cavités sont encore remplies d'oxyde ou en ont les parois tapissées si l'oxyde commence à diffuser dans le cuivre. Cette évolution de l'interface est schématisée en figure (5.20).

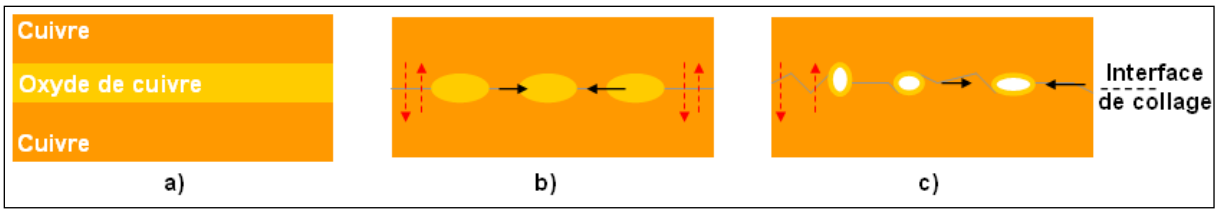


Figure 5.20 : Représentation schématique de l'évolution de l'interface de collage sous l'effet d'un traitement thermique : a) présence d'une couche homogène d'oxyde à température ambiante, b) puis instabilité en température de cet oxyde qui forme des précipités et apparition de zones de contacts Cu-Cu, c) diffusion du cuivre aux joints de grains et apparition de cavités le long de l'interface avec parois intérieure remplies d'oxyde.

Pour finir, lorsque la température atteint 400°C, l'oxyde de cuivre initialement présent à l'interface de collage diffuse complètement dans la couche de cuivre. Cela laisse alors la possibilité de créer des contacts cuivre-cuivre avec une diffusion aux joins de grains à l'interface et permettant aux deux couches collées d'agir comme un seul et même matériau. Le mécanisme décrit précédemment ne s'applique pas seulement au cuivre ; il a également été démontré pour des collages utilisant des couches de tungstène (W) [Di Cioccio 2010]. Les procédés de collage SiO_2/SiO_2 et Cu/Cu sont résumés en *annexe V*.

b) Les mécanismes du collage direct Cu-SiO_2

Maintenant que nous avons vu quels étaient les mécanismes de collage du cuivre, quid des surfaces mixtes Cu-SiO_2 utilisées dans notre application ?

Les deux mécanismes de collage mis en jeu ne se déroulant pas à la même température de recuit, nous allons donc retrouver un comportement mixte entre les deux procédés de collage. Les mécanismes de collage de l'oxyde de silicium et du cuivre ne s'opèrent pas suivant la même cinétique.

Le collage de l'oxyde de silicium démarre à température ambiante (20°C) puis se renforce vers 150°C, avec la transformation des liaisons hydrogène (Si-OH) en liaisons covalentes (Si-O-Si).

Dans le cas du cuivre le procédé de collage s'initie à partir de 100°C, température à partir de laquelle le cuivre rentre en plasticité (figure 5.21). Il est néanmoins nécessaire d'atteindre les 200°C pour obtenir une dilatation suffisante du cuivre et permettre ainsi l'inter-diffusion du cuivre et la création d'un contact électrique viable.

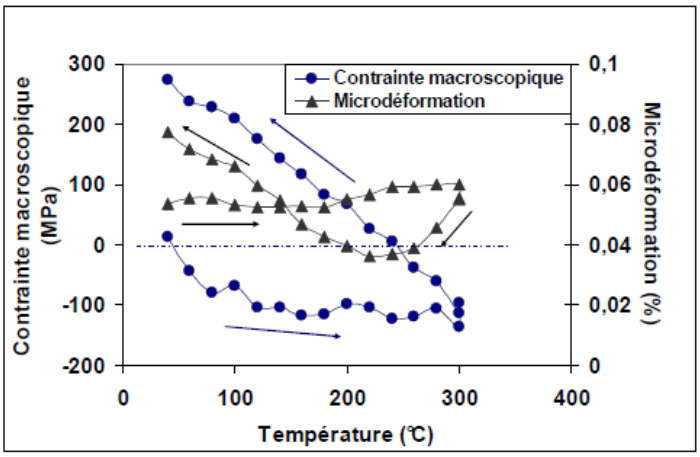


Figure 5.21 : Evolution de la contrainte bi-axiale et de la microdéformation dans le cuivre pendant un cycle thermique.

Nous allons dans un premier temps considérer uniquement la surface d'oxyde de silicium. En effet suite à l'étape de polissage mécano-chimique du cuivre (section 1-1-1), le cuivre de la ligne se trouve légèrement creusé par rapport à la surface d'oxyde de silicium. On nomme cette différence de hauteur le « dishing ». Cette différence de topologie, bien que très faible, trouve son origine dans les solutions chimiques utilisées pour l'étape de polissage mécano-chimique qui ne présentent pas les mêmes vitesses de polissage entre le cuivre et l'oxyde de silicium (figure 5.22). Cette différence de topologie peut être comprise entre 5 et 40 nm suivant le procédé de polissage mécano-chimique utilisé.

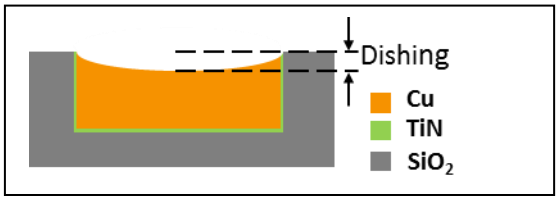


Figure 5.22: Illustration du phénomène de « dishing » entre les motifs de cuivre et la surface d'oxyde de silicium environnante.

Lors de la mise en contact des surfaces à température ambiante, seules les surfaces d'oxyde de silicium se touchent (le cuivre étant en dishing). Le mécanisme de collage est alors similaire à celui présenté dans la section 1-2-4 du chapitre I. A température ambiante, l'adhésion s'effectue par l'intermédiaire des forces de Van Der Waals et des liaisons hydrogène. Lors de la montée en température (150-200°C), les liaisons chimiques présentent à l'interface évoluent jusqu'à former des liaisons covalentes (Si-O-Si). A partir de cette étape le collage de l'oxyde de silicium est renforcé.

Parallèlement, à partir de 100°C, le cuivre rentre dans son état de plasticité. Lorsque la température de recuit devient supérieure à 200°C, le cuivre change de régime mécanique et est suffisamment dilaté pour permettre la création d'un contact entre les deux plots. Les lignes de cuivre étant encapsulées dans de l'oxyde et la longueur de la ligne considérée comme semi-infinie, le cuivre se dilate uniquement dans le sens vertical. Cette dilatation verticale va permettre aux deux lignes de cuivre de rentrer en contact de manière plastique et de fermer ainsi l'interface de collage. La fermeture de l'interface de cuivre se déroule alors par l'intermédiaire des mécanismes analogues aux collages Cu-Cu réalisés avec des surfaces pleines (section 1-2-3).

La figure (5.23) ci-dessous récapitule les différentes étapes du collage de surface mixtes.

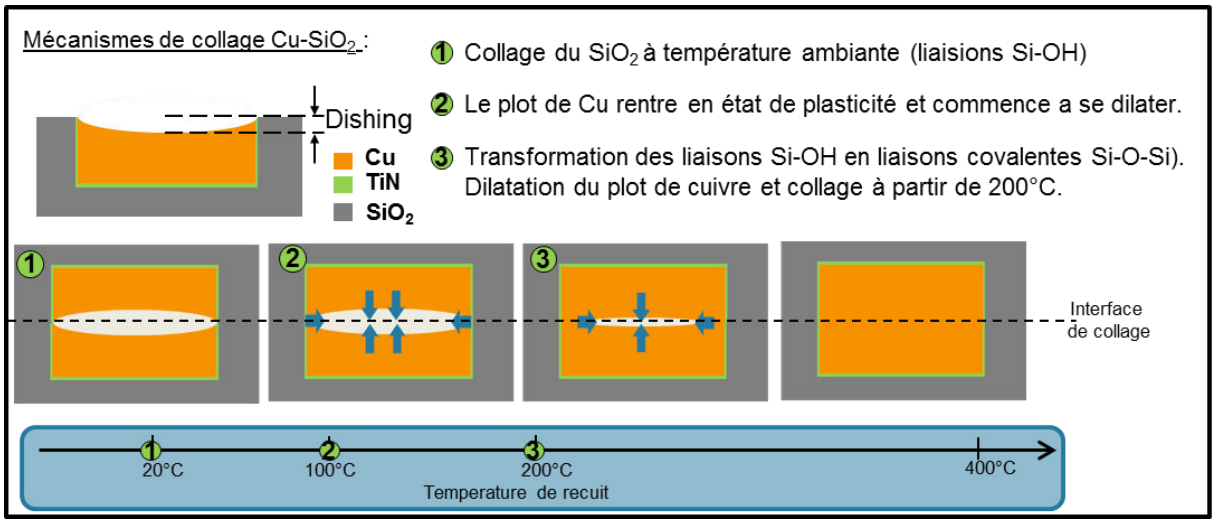


Figure 5.23 : Les mécanismes du collage Cu-SiO2. Les différentes étapes sont présentées en fonction de la température de recuit.

Une remarque importante : Dans le cadre du collage de surface mixte, nous allons chercher à minimiser la valeur de dishing afin de permettre aux lignes de cuivre de contacter plus facilement lors de l'étape de recuit. Le dishing est généré lors de l'étape de polissage mécano-chimique du Cu. Les chimies utilisées pour le polissage ne présentant pas les mêmes vitesses de polissage suivant les matériaux à polir. Si le dishing est trop important, la dilatation du cuivre sous l'effet de la température de recuit (300°C) ne sera pas suffisante pour rattraper la hauteur du dishing. Il devient donc impossible pour les deux lignes de cuivre de rentrer en contact afin de se coller, et donc de créer l'interconnexion électrique entre les deux lignes.

1-2-4 *Etude des préparations de surfaces pour le collage du cuivre*

L'application du collage direct au cuivre nécessite l'utilisation de préparation de surface spécifique. Le cuivre s'oxydant spontanément à l'air libre, une couche de CuO_2 de quelques nanomètres se forme en surface. Cette couche augmente la résistance de contact électrique lors de l'hybridation des lignes de cuivre, il est donc préférable de la retirer avant de procéder au collage métallique.

Différents procédés permettent de retirer cette couche d'oxyde de cuivre. La section suivante présente les méthodes usuellement utilisées.

a) Les préparations de surfaces pour le collage du cuivre

La préparation de surface la plus utilisée est nommée « RPC » pour « Reactive PreClean » en anglais. Ce traitement est un plasma mixte de dihydrogène (H_2) et d'hélium (He). Comme présenté dans les travaux de Baklanov, ce traitement induit une action chimique au niveau de la couche d'oxyde de cuivre [Baklanov 2001]. Les réactions de désoxydation du cuivre sont données par les transformations chimiques de la figure (5.24).

$$Cu_2 + H_2 \rightarrow 2Cu + H_2O$$

$$CuO + H_2 \rightarrow Cu + H_2O$$

Figure 5.24 : Réaction de désoxydation du cuivre utilisée pour préparer les surfaces de Cu au collage.

L'ajout d'hélium permet également une réaction de pulvérisation physique de la couche d'oxyde de cuivre. Les temps de traitements sont compris entre 30s et 120s.

Une préparation alternative consiste à utiliser un plasma d'Argon (Ar). L'action physique des ions argon permet là encore de venir pulvériser les premières couches atomiques précédentes en surface et ainsi de retirer la couche d'oxyde de cuivre. Ce procédé présente néanmoins le désavantage de d'augmenter la rugosité des surfaces d'oxyde de silicium.

L'idéal reste bien évidemment de réaliser le collage métallique directement après l'étape de polissage mécano-chimique car la surface de la puce est alors exempte de contamination organique et la recroissance d'oxyde de cuivre est minime. Il demeure impossible pour nous d'effectuer cet enchainement compte tenu de la nécessite de réaliser un niveau intermédiaire dédié à l'auto-assemblage (génération du plot de confinement).

Nous allons donc voir s'il est possible de réaliser les préparations de surface spécifiques au cuivre sur nos structures sans pour autant dégrader les capacités de confinement du plot.

b) L'impact de la préparation de surface sur le polymère hydrophobe

Les deux types de préparation de surface (RPC et plasma Argon) ont été testés sur des substrats présentant un dépôt de polymère hydrophobe de 100 nm d'épaisseur. L'objectif est de valider dans un premier temps l'impact des deux préparations sur les propriétés hydrophobes du polymère. Pour cela les deux préparations sont appliquées avec des temps différents de 30, 60 et 120s.

Une fois les préparations de surface du cuivre réalisées, les surfaces de polymère sont ensuite soumises au traitement UV-O_3 nécessaire au collage direct des surfaces d'oxyde de silicium. Afin de valider l'enchainement de toutes les étapes de préparation, nous allons enchainer les deux types de traitement sur les substrats présentant les couches de polymères et mesurer l'angle de contact à chaque étape.

La figure (5.25) ci-dessous présente les résultats des mesures d'angle de contact réalisées sur la couche de polymère après les deux types de préparation (cuivre et oxyde de silicium), ainsi que l'épaisseur finale de la couche de polymère mesurée par ellipsométrie. L'objectif visé est de conserver un angle de contact du polymère supérieur à 95° afin d'assurer un contraste de mouillabilité suffisant entre les zones hydrophiles et les zones hydrophobes.

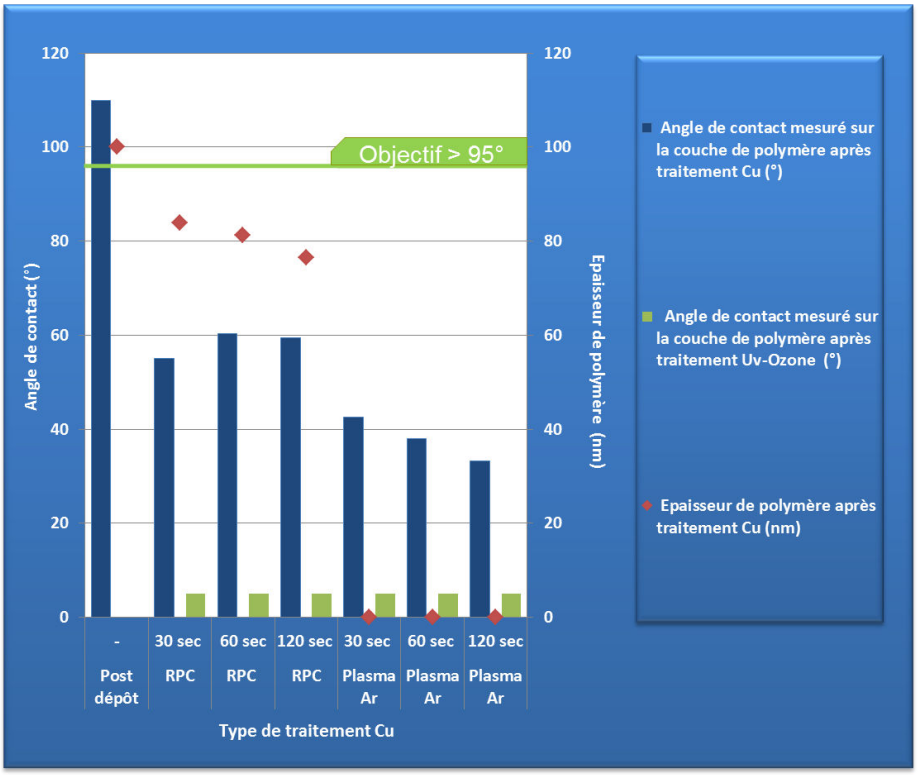


Figure 5.25 : Graphique présentant l'impact des préparations au collage (Cu et SiO_2) sur l'hydrophobicité et l'épaisseur du polymère.

Interprétations des résultats :

Le traitement RPC basé sur un plasma mixte d'hélium /hydrogène, modifie grandement les propriétés physico-chimiques des premiers nanomètres de la surface. On observe une perte du caractère hydrophobe de la surface. L'angle de contact passe de 110° (angle de contact avant traitement) à environs 60° après traitement RPC ; et ce quel que soit la durée du traitement. Si l'on considère que le polymère intégré sur nos structures présente le même comportement, on obtiendrait donc une surface pas assez hydrophobe pour assurer un bon contraste vis-à-vis des zones

hydrophiles. Le bon déroulement de l'auto-alignement nécessite un contraste de mouillabilité supérieur à 90°, comme nous l'avons démontré dans la section *1-5-4* du chapitre IV. De plus si l'on enchaine ensuite le traitement UV-Ozone, nécessaire au collage des zones d'oxyde de silicium, on mesure alors un angle de contact < 5°. Le polymère a donc perdu toutes ses propriétés d'hydrophobie.

Le traitement par plasma Argon présente un comportement très différent. Suite au traitement Ar, on observe un retrait de la couche de polymère. Ce traitement a pour objectif de pulvériser la couche d'oxyde de cuivre (CuO_x) grâce aux ions Ar^+. On peut supposer que le polymère se comporte de manière analogue. Les ions argon viennent donc dégrader progressivement la couche de polymère jusqu'à la retirer complètement. On mesure alors un angle de contact d'environ 40°. Cette valeur provient en réalité du substrat de silicium sur lequel a été déposé le polymère. Lors de la mesure d'épaisseur, on constate bien que la couche de polymère a disparu.

- ***Récapitulatif des essais de préparations de surface:***

- La couche de polymère n'est pas *suffisamment résistante* pour conserver *ses propriétés d'hydrophobie*.

- Deux mécanismes différents ont été observés :
  - Le RPC a pour effet de *rendre hydrophile* les premiers nanomètres de la surface de polymère. L'angle de contact passe de 110° (post dépôt) à 60° après traitement RPC.
  - Le plasma Argon a pour effet de *retirer complètement* la couche de polymère.

- Une alternative possible pourrait être l'utilisation d'un traitement par *voie liquide à base de sulfates (type acide acétique)*. Ces essais n'ont cependant pas pu avoir lieu dans le cadre de ce projet.

- Comme nous le verrons par la suite, la préparation de surface du cuivre n'est pas *forcément obligatoire* compte tenu de notre intégration. En effet, suite à l'étape de polissage mécano-chimique, la zone de collage (surface mixte cuivre – oxyde de silicium) est directement *encapsulée par la résine de lithographie* (étape suivante). La surface sera protégée par cette couche jusqu'à l'étape de stripping de la résine qui précédé l'auto-assemblage. *L'oxydation de la surface* de cuivre sera donc *minime*.

2) Résultats et interprétations pour l'auto-assemblage de puces FICO

Nous allons dans cette partie présenter les résultats obtenus avec les puces FICO. De manière analogue au chapitre IV, les résultats seront présentés en termes d'alignement et de qualité de collage.

2-1 Alignement et rendement

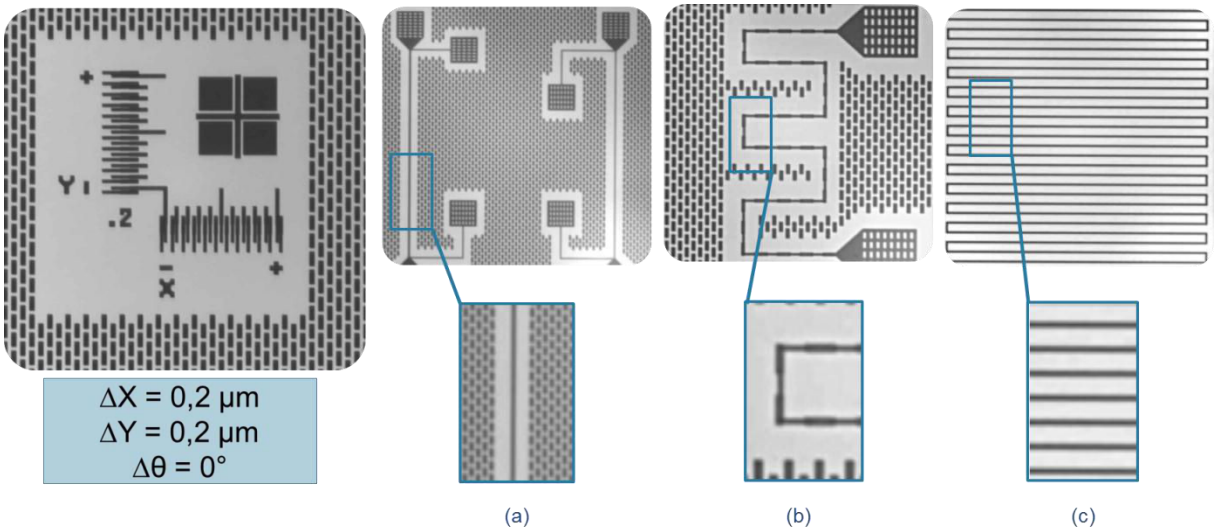
Nous allons commencer par dissocier les résultats des deux types d'assemblages réalisés. En effet les deux types d'intégration (plot-à-plot et plot-à-plan) ne présentent pas les mêmes capacités de confinement du fait de l'absence de plot sur le substrat dans l'intégration plot-à-plan.

2-1-1 Rendement d'alignement avec des structures FICO

Les conditions expérimentales pour les assemblages plot-à-plot sont identiques à celles retenues dans le chapitre IV. La dimension du plot de confinement est de 8x8 mm² pour une taille de puce de 10x10 mm². La hauteur de plot est de 3 µm pour un volume de goutte fixé à 1 µl (point de fonctionnement optimum démontré dans la section *1-6-1* du chapitre IV).

Pour les assemblages plot-à-plan, le volume de goutte est réduit à 0,8 µl compte tenu des capacités de confinement plus faibles de la structure plane.

Les assemblages ont été réalisés suivant le mode opératoire décrit dans le chapitre IV section *1-3-2*. Les résultats sont analysés suivant trois critères : Le pourcentage de puces alignées avec une précision inférieure au micromètre, le pourcentage de puce alignées avec une précision inférieure à 2 micromètres. Lorsque l'alignement est supérieur à 2 micromètres, on considère que l'alignement a échoué. En effet au-delà de deux micromètres, les motifs de cuivre ne sont pas suffisamment alignés pour permettre une caractérisation électrique correcte de l'interface de collage. La figure (5.26) présente les observations infrarouges réalisées suite à l'alignement dans le cas de structures étant alignées avec une précision inférieure au micromètre et dans le cas d'un alignement supérieur à deux micromètres.



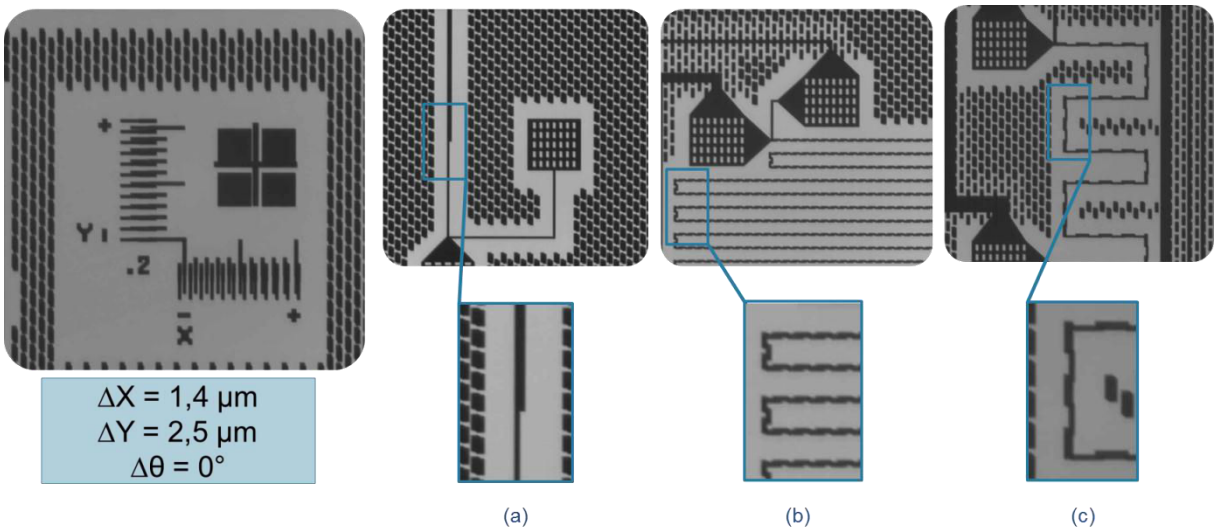


Figure 5.26: Observations par microscopie infrarouge de l'alignement des motifs de cuivre dans le cas d'un alignement inférieur au micromètre (en haut) et dans le cas d'un alignement supérieur à deux micromètres (en bas). On observe dans ce dernier cas, un décalage des motifs de cuivre, réduisant de ce fait la section de cuivre en contact entre les motifs et pouvant perturber la caractérisation électrique.
(a) Structure NIST, (b) et (c) Daisy chains.

Les résultats de rendement d'alignement sont résumés dans la figure (5.27) suivante. Les deux types d'intégrations sont évalués et comparés.

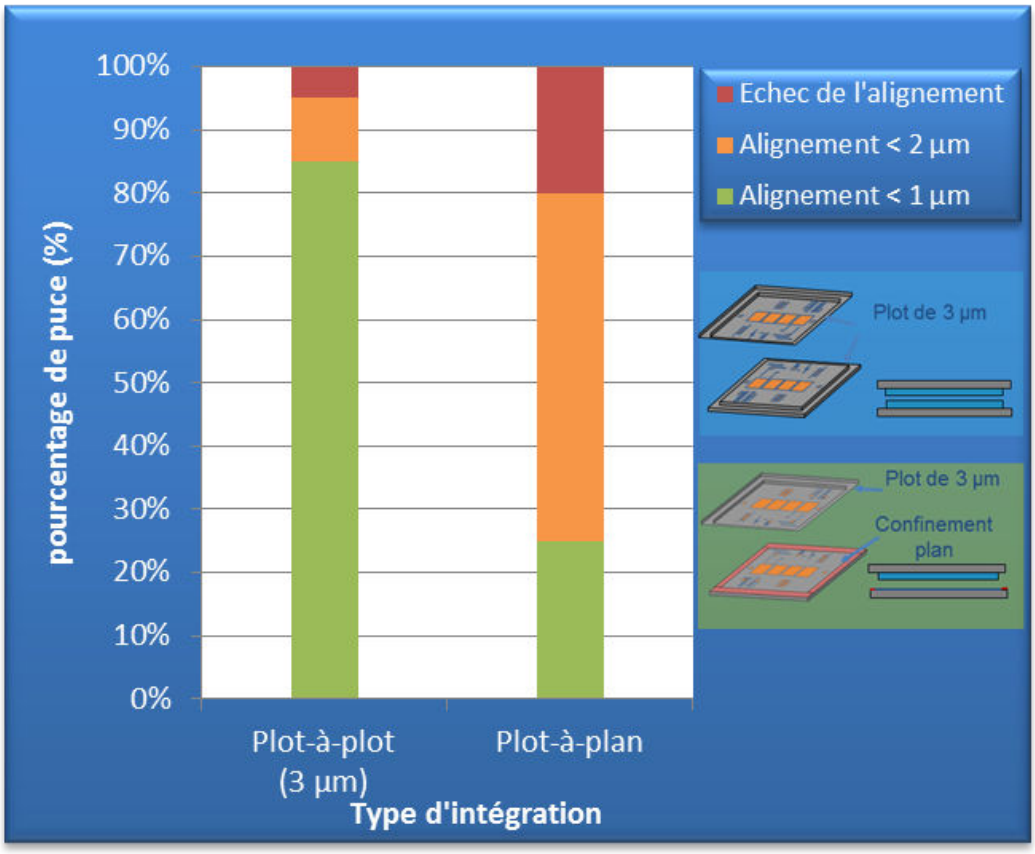


Figure 5.27 : Rendement d'alignement en fonction du type d'intégration. L'alignement est évalué suivant 3 critères : inférieur à 1 µm, compris entre 1 et 2 µm et les alignements supérieurs à 2 µm. Dans ce dernier cas on considère l'alignement comme ayant échoué.

➢ *Interprétation des résultats dans le cadre des assemblages plot-à-plot :*

On retrouve des résultats d'alignement très similaires aux résultats obtenus dans le chapitre IV avec des puces présentant une surface d'oxyde de silicium. Le processus d'alignement se comporte de manière rigoureusement identique. Les modifications apportées aux étapes de gravure, afin de créer le plot d'assemblage au sein d'une surface mixte composée d'oxyde de silicium et de cuivre ne modifie donc pas le comportement des structures lors de l'assemblage final.

➢ *Interprétation des résultats dans le cadre des assemblages plot-à-plan :*

L'absence d'un plot de confinement sur la partie inférieure (puce ou substrat) impacte fortement le rendement d'alignement. Nous avions quantifié et comparé au chapitre IV (section *1-5-5*), les différences de confinement entre structures mixtes (plot +contraste chimique) et structures planes (contraste chimique uniquement). Les structures planes avaient montrées des capacités de confinement 40% plus faibles que les structures mixtes avec un plot de 8,5 µm. On observe encore une fois une bonne corrélation entre capacité de confinement et rendement d'alignement. Les assemblages plot-à-plan présentent donc des résultats inférieurs en termes d'alignement. Seul 35% des puces s'alignent avec une précision d'alignement inférieure à 1 µm. On remarque cependant qu'un alignement inférieur à 2 µm est obtenu dans 80 % des cas.

La figure (5.28) présente les résultats d'alignement sous forme de mire X-Y pour 10 assemblages avec une intégration plot-à-plot (en rouge) et pour 10 assemblages avec une intégration plot-à-plan (en bleu). Les assemblages dont l'alignement est supérieur à 2 µm ont été volontairement retirés.

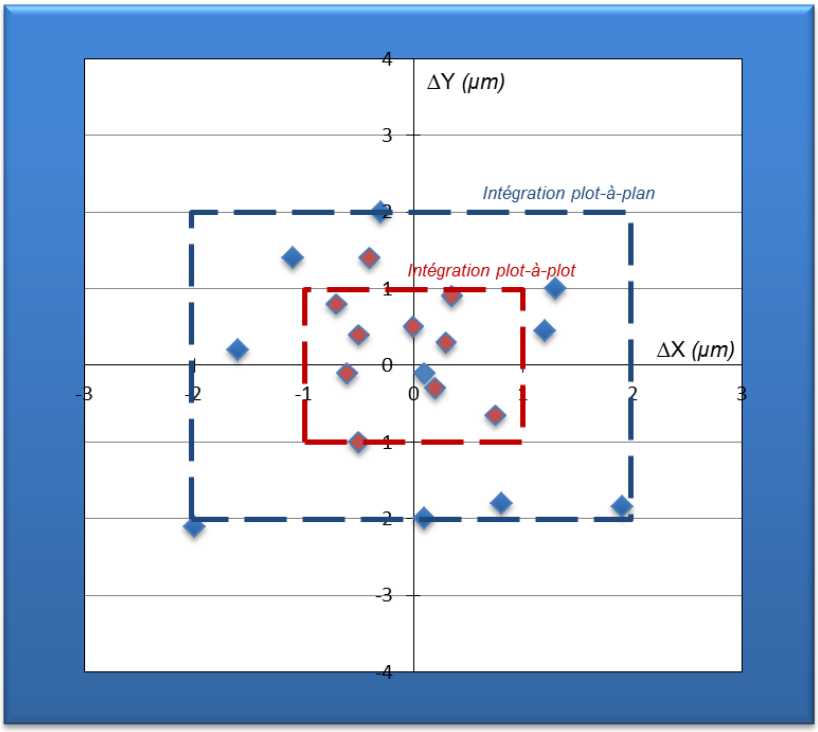


Figure 5.28 : Mire d'alignement XY présentant les résultats obtenus pour 10 assemblages avec une intégration plot-à-plot (en rouge) et pour 10 assemblages avec une intégration plot-à-plan (en bleu).

- ***Récapitulatif des essais d'auto-assemblage:***

- Deux types d'intégration ont été évalués en termes d'alignement : l'intégration *plot-à-plot* et l'intégration *plot-à-plan*.

- Les puces FICO présentent *globalement un comportement similaire* aux structures testées dans le chapitre IV en termes d'alignement:
  - L'intégration *plot-à-plot présente un comportement identique* à celui obtenu lors des essais réalisés dans le chapitre IV.
  - Il est plus difficile d'obtenir des alignements inférieurs au micromètre avec l'intégration plot-à-plan. *Le confinement planaire joue un rôle critique* lors de la phase d'alignement, mais également sur la phase d'évaporation du film d'eau comme nous allons le voir dans la section suivante.

2-1-2 Causes de défaillance de l'alignement

Nous allons maintenant regarder les modes de défaillances du procédé d'alignement des puces FICO. Si l'on considère uniquement les assemblages plot-à-plot, on rencontre à nouveau les modes de défaillance précédemment observés lors des essais réalisés au chapitre IV. L'échec de l'alignement est souvent lié à un manque de répétabilité dans le lâché de la puce ou à la création d'un contact entre les deux structures avant l'étalement complet du film d'eau.

Les assemblages plot-à-plan présentent des modes de défaillances nouveaux par rapport à ceux observés dans les essais du chapitre IV. L'absence de plot de confinement sur la partie inférieure de l'assemblage amène de nouvelles problématiques lors de l'étape d'alignement mais surtout lors de la phase d'évaporation du film d'eau, une fois la puce alignée.

Ce phénomène observé lors de la phase d'évaporation du film d'eau explique en partie les alignements mesurés. Lors des mesures d'alignement effectuées immédiatement après l'auto-alignement grâce à la caméra infrarouge, la majorité des assemblages plot-à-plan présentent un alignement inférieur au micromètre. Cependant lorsque l'on remesure l'alignement une heure après, on constate une nette dégradation de la précision d'alignement (pouvant aller jusqu'à 2 µm de décalage).

L'une des hypothèses avancées pourrait être l'impact de la présence du film de liquide entre la puce et le substrat suite à l'étape d'auto-alignement. Le temps d'évaporation de ce film est d'approximativement 10 min (dépendant de la surface du plot et du volume de la goutte). Lors des observations faites sur les assemblages plot-à-plot, l'alignement ne semblait pas modifié par ce temps d'attente. Or dans le cas des assemblages plot-à-plan, on constate une dégradation progressive de l'alignement au cours du temps nécessaire à l'évaporation.

Afin de vérifier la tenue du confinement plan au cours du temps des essais ont été réalisés sur un substrat présentant un confinement plan seul. De l'eau en excès a été placée sur les zones hydrophiles et la position de la ligne triple de la goutte a été mesurée optiquement au cours du temps. Juste après dépôt de la goutte d'eau la ligne triple est positionnée précisément à l'interface hydrophile-hydrophobe. On constate au fur et à mesure du temps que la ligne triple se déplace dans la partie hydrophobe. Ce phénomène d'imprégnation de la couche de polymère parait difficile à contrôler.

2-2 Qualité de collage

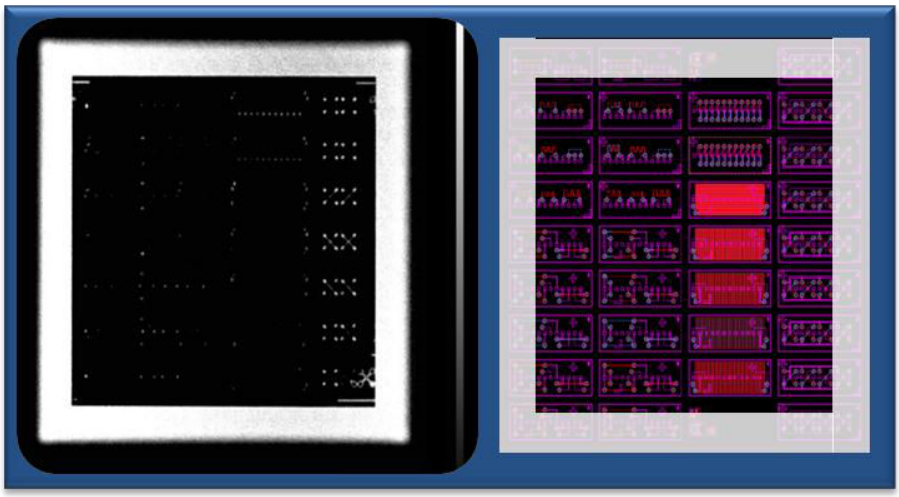
La qualité de collage des puces FICO est évaluée à partir d'observations infrarouges et par microscopie acoustique.

2-2-1 Qualité de collage – Observation IR

Les observations infrarouges permettent l'observation de la qualité de collage directement après l'assemblage. On retrouve la même classification de défaut vue précédemment dans le chapitre IV. Les défauts (particules, résidus de polymère) sont majoritairement localisés en bord de puce.

2-2-2 Qualité de collage – Observation acoustique

Après l'étape de recuit à 400°C, l'interface de collage est caractérisée par microscopie acoustique. La présence d'une interface composée de surface de cuivre et d'oxyde de silicium rend la caractérisation de l'interface de collage plus complexe. Les deux matériaux ne présentant pas la même impédance acoustique, il est possible que les lignes de cuivre soient vues comme un défaut de collage. La figure (5.29) présente la caractérisation acoustique d'un assemblage plot-à-plot d'une puce de 8x8 mm² après recuit 400°C. Afin de permettre une meilleure compréhension, les niveaux du masque FICO (les niveaux de la puce et du substrat sont présentés empilés) sont reportés à droite de l'image acoustique.



(a) (b)

Figure 5.29 : (a) Observation par microscopie acoustique de l'interface de collage d'un assemblage plot-à-plot d'une puce FICO de 8x8 mm². (b) Illustration du maque FICO : les deux niveaux sont empilés afin d'être représentatifs de l'interface de collage.

On remarque sur les images acoustiques que certaines structures de la puce, notamment en bord de puce, ressortent en blanc, signal habituellement caractéristique d'une interface de collage défectueuse. Ce type d'observations peut avoir plusieurs origines.

Les zones qui ressortent comme défectueuses sont presque systématiquement celles présentant de larges motifs de cuivre. Pour rappel, la largeur des motifs de cuivre présentes sur la puce varie entre 3 µm pour les lignes les plus fines et 80 µm pour les plots de connexion des amenées de courant. Les motifs d'une largeur inférieure à 35 µm ressortent comme collés lors de l'analyse acoustique. On voit par contre que les motifs dont la largeur est supérieure à 35 µm ressortent. Cette différence de

comportement vis-à-vis du collage est dûe à l'étape de polissage mécano-chimique permettant la réalisation des lignes de cuivre.

Le procédé de polissage ne se comporte pas de la même manière en fonction de la densité et de la largeur des motifs de cuivre. Plus la densité et la largeur des motifs sont élevées est plus le dishing des zones de cuivres est important. Pour rappel, la notion de dishing, introduite dans la section *1-2-3 b*, correspond à la différence de hauteur entre l'oxyde de silicium et la zone de cuivre voisine (5.30).

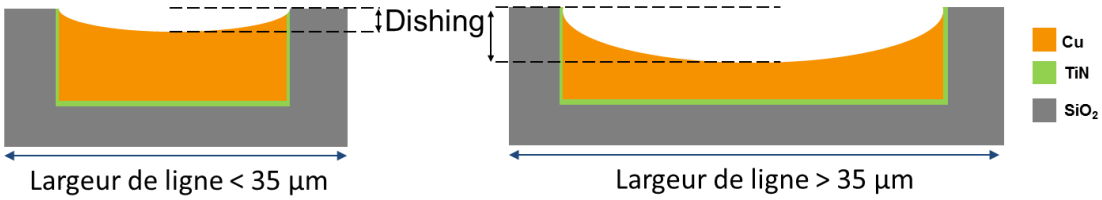


Figure 5.30 : impact de la largeur des lignes de Cu sur le dishing crée lors de l'étape de polissage mécano-chimique.

Le procédé de polissage polit plus vite le cuivre que l'oxyde de silicium, on observe un effet de surpolissage pour les motifs de cuivre de largeur supérieur à 35 µm. Lors du polissage d'une ligne fine (<35 µm), l'effet de surpolissage du cuivre est ralenti par la proximité des zones d'oxyde de silicium présentes de part et d'autre de la ligne de Cu. Lorsque la largeur de la ligne augmente (>35 µm), cet effet régulateur des zones d'oxyde disparait. On polit donc plus rapidement le centre de la ligne de cuivre. Cet effet de dishing vient donc directement impacter l'étape de collage. Lors de l'étape de recuit à 400°C, la dilatation du cuivre n'est pas suffisante pour permettre la fermeture complète de l'interface de collage. Il est possible d'ajuster le procédé de polissage mécano-chimique afin de limiter le dishing. Ces ajustements n'ont cependant pas pu être réalisés dans le cadre de ce projet.

2-2-3 Qualité de collage – Observation FIB-SEM

Afin de s'assurer de la bonne qualité de collage des lignes de cuivre et de compléter les observations acoustiques, des coupes ont été réalisées à différentes localisations de la puce. L'objectif de ces coupes est de vérifier l'état de l'interface de collage, que ce soit à l'interface SiO_2-SiO_2 ou à l'interface Cu-Cu. Afin de permettre une vue en coupe, une étape d'abrasion ionique est nécessaire. Cette méthode usuellement nommée FIB pour « Focus Ions Beam » en anglais, consiste à envoyer des ions très énergétiques et directifs sur la surface afin de retirer de la matière. Un microscope électronique à balayage est ensuite utilisé afin visualiser la coupe.

Les coupes ci-dessous (figure 5.31) ont été réalisées au sein de réseau d'interconnexions extrêmement denses (daisy chains) afin de faciliter la localisation des interconnexions. Plusieurs couches sont visibles sur les coupes : les lignes de cuivre propre à chaque partie de l'assemblage (puce et substrat), ainsi que les couches d'oxyde de silicium permettant d'isoler électriquement les lignes de cuivre.

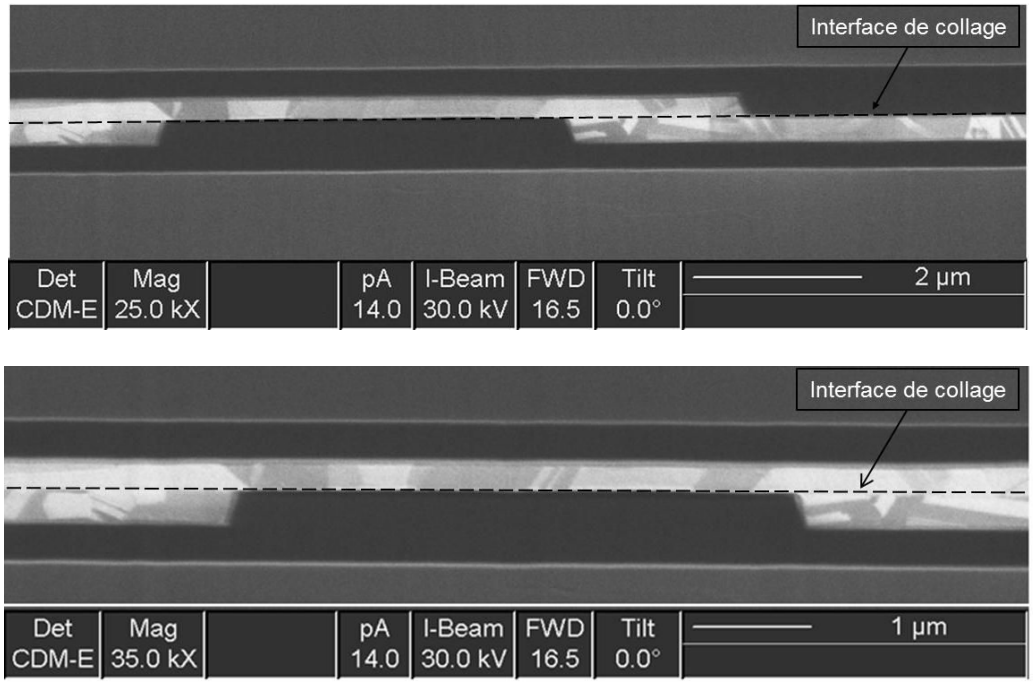


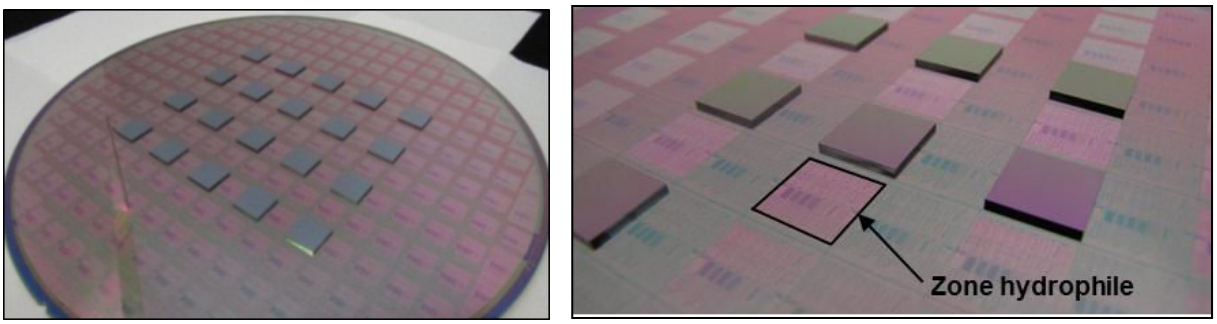
Figure 5.31 : Coupes FIB-SEM de l'interface de collage d'un assemblage plot-à-plot d'une puce FICO de 8x8 mm².

On remarque sur les coupes que l'interface de collage n'est pas visible dans les zones interconnectant les lignes de cuivre. Comme nous l'avions évoqué dans la section *1-2-3a*, la diffusion du cuivre aux joints de grain à partir de 300°C a pour effet de faire disparaitre progressivement l'interface de collage. L'absence de démarcation signifie donc que les deux lignes de cuivre ; appartenant respectivement à la puce et au substrat ; vont se comporter d'un point de vue mécanique et électrique comme une seule est même entité. Cette absence d'interface est donc signe d'une très bonne qualité de collage.

- ***Récapitulatif des caractérisations de l'interface de collage:***
  - Un type de défectivité similaire à celui des collages SiO_2-SiO_2 du chapitre IV a été observé (particules et résidus de polymère en bord de plaque).
  - Les puces FICO présentent *globalement une bonne qualité de collage*:
    - La largeur des lignes de cuivre est un paramètre critique pour le collage. Une optimisation de l'étape de polissage mécano-chimique s'avère nécessaire afin de limiter l'effet de dishing et permettre ainsi de s'affranchir de ces problèmes de collage.
    - Les coupes FIB-SEM ont permis de démontrer l'absence d'interface visible entre les lignes de cuivre.

2-3 Caractérisation électrique

Une fois l'alignement et la qualité de collage des structures FICO validés (figure 5.32), nous allons maintenant caractériser électriquement l'interface de collage. L'objectif de ces mesures est de valider la faible résistance de l'interface de collage et ainsi démontrer la faisabilité d'un auto-assemblage de puces actives (dans le sens ou la puce et le substrat seront connectés électriquement l'un à l'autre).



(a) *(b)*

Figure 5.32 : (a) Photographie d'un substrat 200 mm sur lequel ont été auto-assemblées 20 puces FICO d'une dimension de 8x8 mm². (b)L'intégration plot-à-plan est nécessaire afin de permettre une caractérisation électrique rapide. Dans ce cas la puce présente un plot de 3 µm de hauteur et le substrat un confinement plan uniquement.

2-3-1 Mesure de résistance de contact

L'utilisation d'une intégration plot-à-plan permet une caractérisation électrique rapide de l'interface. La connectique déportée sur le substrat permet d'accéder directement aux structures de tests. Des pointes de tests vont venir contacter les lignes de cuivre présentent à proximité de la puce. De cette manière nous allons pouvoir injecter le courant et la tension dans les structures collées et ainsi mesurer la résistance de contact de l'interface. La figure (5.33) ci-après présente une vue des connectiques déportées, avant et après auto-assemblage de la puce supérieure.

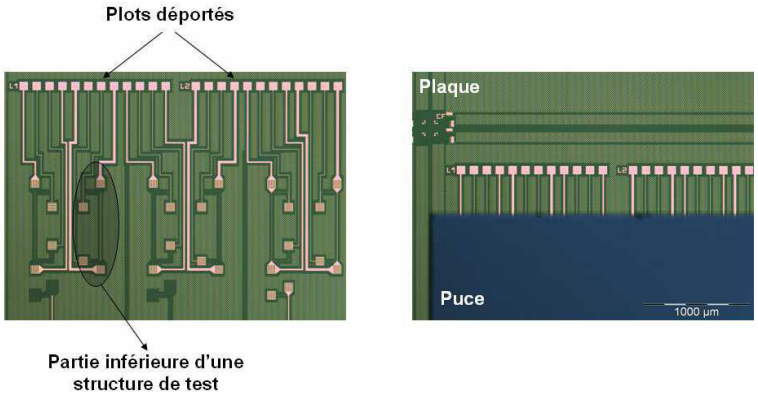


Figure 5.33 : Images optiques de structures de test avec plots déportés, avant (gauche) et après (droite) collage d'une puce.

Nous allons réaliser les tests électriques sur une structure NIST. Afin d'obtenir une mesure la plus représentative possible, et ainsi valider l'impact de l'interface de collage sur la résistance de la ligne, nous allons mesurer la résistivité du cuivre déposé sur la plaque. Pour cela, une première ligne de cuivre non-collée sera mesurée. Il est important de noter que l'appellation «non collée» implique qu'il n y a pas d'interface de collage cuivre-cuivre. La structure est réalisée uniquement sur la puce (ou le substrat), puis est collée en vis-à-vis d'oxyde (figure 5.34). En mesurant sa résistance électrique, nous allons pouvoir en déduire la résistivité du cuivre utilisé.

Au contraire de la structure « collée » où les deux lignes de cuivre (une sur chaque structure) sont mises en contact lors du collage. La structure obtenue après collage est donc caractérisée par une section de cuivre double au niveau des lignes de métal collées.

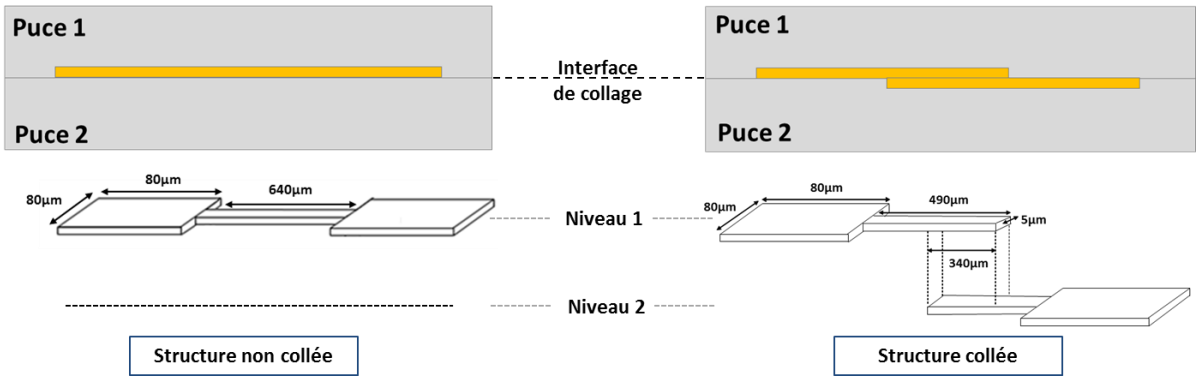


Figure 5.34 : Schémas des structures de tests électriques. La structure de gauche (ligne non collée) permet de connaitre la résistivité du cuivre sur la plaque. La structure de droite permet de caractériser l'impact de l'interface de collage et de mesurer la résistance de contact.

Les mesures de résistance des structures non collées réalisées sur plusieurs puces auto-assemblées ont permis d'obtenir une valeur moyenne de résistance de 6.96 Ω. A partir de cette valeur de résistance, il est possible de déduire la résistivité du cuivre (ρ) en connaissant la géométrie de la ligne mesurée.

La valeur de résistance (R) est reliée à la résistivité du cuivre (ρ) et aux propriétés géométriques (L, s) de la ligne par la relation (5.35).

$$R = \rho \frac{L}{S}$$

Figure 5.35 : Relation entre la résistance de ligne et la résistivité du cuivre. Avec « R »: résistance de la ligne de cuivre (Ω) ; « ρ » résistivité intrinsèque du cuivre (Ω.µm) ; « L » longueur (µm) et « s » la section de la ligne (µm²).

En appliquant la relation (5.35), pour une ligne de 640 µm de longueur et une section de 2.5 µm² (5µm de large pour 0.5 µm de hauteur), on obtient ainsi une valeur de résistivité :

$$\rho = 2{,}72 \times 10^{-2}\ \Omega.\mu m$$

A partir de cette valeur de résistivité mesurée, il est possible d'établir une valeur théorique de résistance pour la structure collée. Cette valeur théorique ne prend bien évidemment pas compte la présence de l'interface de collage Cu-Cu. La valeur de la résistance théorique correspondra alors à la résistance d'une ligne unique. La figure (5.36) ci-dessous décrit la méthode permettant le calcul théorique de la résistance.

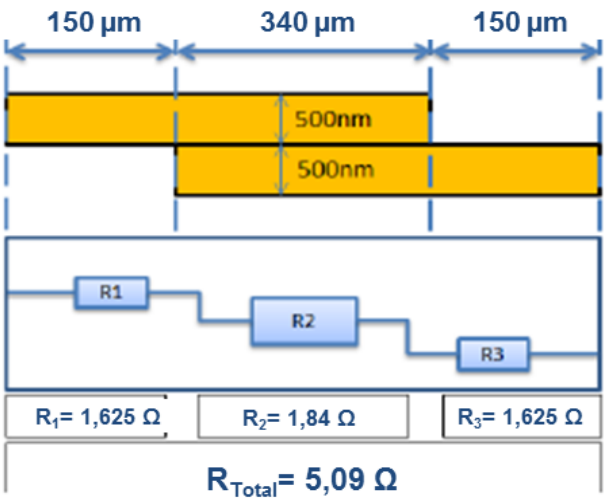


Figure 5.36 : Schéma présentant le découpage de la ligne en diverses résistances en série permettant le calcul de la résistance théorique.

La ligne est décomposée en trois parties de longueur et de sections différentes, ce qui est équivalent à réaliser un calcul de résistances en série :

$$R_{Théorique} = R_1 + R_2 + R_3$$

En appliquant la résistivité mesurée précédemment à chaque segment, on obtient alors la valeur de la résistance théorique :

$$R_{Théorique} = 1{,}625 + 1{,}84 + 1{,}625 = 5{,}09\ \Omega$$

Lors des essais réalisés sur les puces auto-assemblées, une valeur de résistance similaire a été obtenue puisque l'on mesure une résistance de ligne de 5.10Ω.

$$R_{Expérimentale} = 5{,}10\ \Omega\ (\pm 0{,}2)$$

Le tableau (5.37) ci-après, présente un comparatif entre les valeurs expérimentales et théorique pour différents types d'intégration (puce à plaque assemblée par auto-assemblage, puce à plaque assemblée par Pick&place et assemblage plaque à plaque).

Structure NIST	Résistance de contact		
Procédé d'assemblage	***Puce à plaque par auto-assemblage***	***Puce à plaque par Pick&Place***	***Plaque à plaque***
Surface de contact (µm²)	340 x 5	340 x 5	340 x 5
Résistivité du cuivre (Ω.µm)	$2,72 \times 10^{-2}$	$2,06 \times 10^{-2}$	$2,07 \times 10^{-2}$
Résistance expérimental (Ω)	5,1	3,9	3,89
Résistance théorique (Ω)	5,09	3,74	3,77
Variation (%)	**+ 0,19**	**+ 3,08**	**+ 4,1**

Figure 5.37 : Tableau récapitulatif des résistances de contact mesurées pour la structure de test en fonction du type d'intégration.

Dans le cas des puces auto-assemblées, on note une très bonne corrélation entre la valeur de résistance théorique et la valeur mesurée. On remarque que la résistivité du cuivre est plus élevée dans le cadre des auto-assemblages. Cette hausse peut être attribuée à une oxydation partielle des lignes de cuivre déportées lors de l'étape de recuit. La bonne corrélation entre résistance théorique et résistance mesurée nous renseigne aussi sur la qualité de l'alignement entre les lignes.

Un désalignement minime aurait pour effet de modifier la section entre les deux lignes de cuivre, ce qui induirait alors une augmentation de la résistance de contact. A titre d'exemple, si l'on considère un d'alignement d'un micromètre comme le présente les vues en coupe du tableau ci-dessous, la résistance de contact varie alors de quasiment 10% (tableaux 5.38).

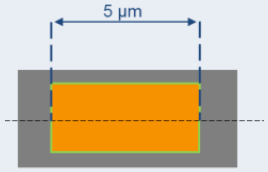
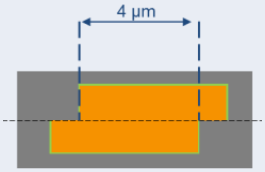
Structure NIST	Résistance de contact	
	Alignement<0.2µm	***Désalignement de 1 µm***
Alignement		
Surface de contact (µm²)	340 x 5	340 x **4**
Résistivité du cuivre (Ω.µm)	$2,72 \times 10^{-2}$	$2,72 \times 10^{-2}$
Résistance théorique (Ω)	5,09	5,57
Variation (%)	**-**	**+ 9,04**

Figure 5.38 : Illustration du désalignement sur la section de cuivre commune entre les deux lignes de cuivre et de l'impact sur la résistance de contact mesurée.

- ***Récapitulatif des caractérisations électriques:***

- Dans cette partie nous avons pu démontrer *la possibilité d'interconnecter électriquement* une puce auto-assemblée. Les mesures électriques ont permis d'obtenir une *très bonne corrélation* entre *résistance de contact théorique* (R_T= 5.09 Ω) et *résistance de contact expérimentale* (R_E=5.10 Ω).

- *L'alignement des lignes* demeure un point *critique* du point de vue de la résistance de contact. Un désalignement d'un micromètre parallèlement à la ligne engendre une *augmentation de la résistance d'environ 10%.*

- *La résistance de contact a pu être caractérisée*. Les puces auto-assemblées présentent cependant *un comportement électrique similaire* aux puces assemblées par Pick&place et aux assemblages plaque-à-plaque. Une caractérisation électrique plus poussée est nécessaire pour valider complètement *la fiabilité* de ce procédé d'assemblage.

- Les premiers résultats de caractérisation électrique demeurent *très encouragent*.

3) Récapitulatifs et conclusion

✓ Dans ce chapitre final, nous avons pu transférer le procédé d'auto-assemblage développé dans le chapitre IV à des puces présentant des structures de test électrique (puces FICO). L'utilisation de ces puces a nécessité d'adapter en profondeur le procédé de création des plots d'assemblage. La présence de ligne de cuivre rendant impossible l'utilisation du procédé de gravure utilisé jusqu'à lors, un nouveau procédé de gravure basé sur l'utilisation d'une gravure séquentielle de l'oxyde de silicium et du cuivre a été développé (section *1-2-1*).

✓ Une modification du procédé de collage s'est avérée nécessaire compte tenu de la mixité des surfaces misent en jeu lors de l'hybridation des puces FICO. Le collage direct du cuivre reposant sur des mécanismes se déroulant à plus haute température que celui de l'oxyde de silicium, le procédé de collage se déroule donc en deux étapes distinctes (collage de l'oxyde de silicium jusqu'à 150°C puis dilatation et collage du cuivre à partir de 200°C).Ces mécanismes ont été présentés et développés dans la section *1-2-3*.

✓ L'utilisation d'une préparation de surface spécifique au collage métallique a pu être évitée grâce au dépôt de la couche de résine photolithographique directement après l'étape de polissage mécano-chimique. Cette couche permet d'éviter l'oxydation du cuivre entre l'étape de CMP et l'étape d'assemblage. De plus, nous avons démontré dans la section 1-2-4 que les préparations de surfaces altérées grandement les propriétés d'hydrophobie du polymère et donc la capacité de confinement de nos structures.

✓ Les observations acoustiques ont permis de mettre en évidence la bonne qualité de collage des puces FICO. Des observations FIB-SEM complémentaires ont confirmées l'absence d'interface de collage visible (section *2-2 c*). La largeur des lignes de cuivre a pu être identifiée comme paramètre critique pour la qualité de collage. Lorsque la largeur de la ligne de cuivre excède 35 µm la dilatation du cuivre, lors du recuit, n'est pas suffisante pour compenser le dishing généré par l'étape de polissage mécano-chimique (*2-2 b*). Une optimisation de l'étape de polissage est donc nécessaire pour limiter cet effet de dishing.

✓ Le développement d'un nouveau type d'intégration a également été nécessaire afin de permettre la caractérisation électrique directe des puces. La viabilité de l'intégration plot-à-plan, bien que moins robuste en termes d'alignement, a pu être démontrée (section *1-2-2*). L'obtention d'alignements inférieurs au micromètre demeure problématique puisque seul 25 % des puces s'alignent avec une précision inférieure au micromètre. En relâchant la contrainte d'alignement à 2 µm, on obtient alors un rendement d'alignement de l'ordre de 80% (section *2-1*).

✓ La possibilité d'interconnecter électriquement des structures auto-assemblées a pu être démontrée et caractérisée dans la section *2-3*. La faible résistance électrique de l'interface de collage a pu être démontrée grâce à la bonne corrélation obtenue entre la valeur de la résistance théorique et la valeur de résistance mesurée expérimentalement. Nous avons également pu mettre en évidence l'impact du désalignement sur la résistance électrique mesurée. Un désalignement de 1 µm engendrant une augmentation de la résistance électrique d'environ 10%, les mesures électriques reflètent donc la qualité de l'alignement entre les deux structures.

✓ Faute de temps seule une partie des structures FICO a pu être caractérisée mais il apparait essentiel de poursuivre la caractérisation électrique de l'ensemble des structures auto-assemblées. A plus long terme, des tests de fiabilité électriques sont également à envisagés.

Références

[Baklanov 2001] M.R Baklanov, D.G Shamiryan, Z. Tokei, G.P Beyer,T. Conard, S. Vanhaelemeersch, K. Maex "Characterization of Cu surface cleaning by hydrogen plasma" , *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures* (Volume 19 , 1201 - 1211 2001), (2001).

[Di Cioccio 2010] L. Di Cioccio, E.Grouiller, P.Gueguen, L.Vandroux, F.Fillot, P.Gergaud, *ECTC proceeding IEEE conference*, Las Vegas (2010).

[Fangyu 2011]: W. Fangyu, G. Levitin, D. Hess "Hydrogen-based plasma etch of copper at low temperature", *School of Chemical and Biomolecular Engineering, Georgia Institute of Technology*, (2011).

[Guéguen 2009] Gueguen P, Di Cioccio L, Gergaud P, Rivoire M, Scevola D, Zussy M, *J Electrochem Soc* 156 (10): H772 (2009).

[JESD 1987] JEDEC Standard, "Standard test structures for Reliability Assessment of AlCu Metallizations with Barrier Materials", no. 87, (2001).

[Taibi 2011] R. Taibi, « Intégration 3D haute densité : comportement et fiabilité électrique d'interconnexions métalliques réalisées par collage direct », (2012).

[Ventosa 2008] C. Ventosa, F. Rieutord, L. Libralesso, F. Fournel, H. Moriceau, "Hydrophilic low-temperature direct wafer bonding", *J Appl Phys* 104, 104:123524 (2008).

Conclusion de cette étude et perspectives de recherches

L'intégration 3D apparait aujourd'hui comme une composante à part entière du domaine de la microélectronique et ce notamment grâce aux perspectives qu'elle laisse entrevoir. Que ce soit en termes d'intégration, de performance ou encore de coût de fabrication, cette nouvelle voie de développement semble très prometteuse. Ainsi qu'en témoigne le nombre croissant de projets basés sur l'intégration tridimensionnelle, de nombreux acteurs du domaine de la microélectronique s'orientent vers cette nouvelle architecture (on peut par exemple citer Sony ou encore HTC qui ont sortie en 2014 deux produits faisant appel à de la 3D).

Il existe aujourd'hui deux méthodes permettant de réaliser l'empilement des circuits : le report plaque-à-plaque et le report puce-à-plaque. Bien que le report plaque-à-plaque semble pour l'heure privilégié par les industriels pour des raisons de maturité et de contrôle du procédé, l'intégration puce-a-plaque n'est pas en reste. La possibilité de ne reporter que les puces fonctionnelles sur le substrat (principe du «known good dies») apparait comme un argument économique de poids.

Dans le cadre de cette étude, nous avons commencé par dresser un état de l'art des différents types d'interconnexion qui coexiste à l'heure actuelle dans le domaine de la microélectronique. Nous avons alors pu constater une convergence des différentes méthodes d'interconnexions vers la très haute densité d'interconnexion. La méthode du Pick&Place, utilisée jusqu'alors pour le report de puce-à-plaque, tend à devenir caduque. En parcourant le marché des outils de Pick&Place, nous avons pu constater que ces outils n'étaient pas capables d'adresser de telles densités d'interconnexion sans dégrader en contrepartie leur cadence d'assemblage. L'objectif de cette thèse était d'apporter une solution alternative à cette problématique. Ces travaux s'inscrivent donc en droite lignée avec ceux menés par F. Grossi en 2011. A l'issue de cette première étude, la possibilité d'utiliser les forces de capillarités comme force motrice de l'alignement d'une puce avait été démontrée. Bien qu'encore très amont, ces études avaient cependant mis en évidence la problématique du contrôle de la précision d'alignement et de la répétabilité du procédé. L'objectif de cette thèse était donc de développer un procédé d'auto-assemblage répondant à des critères de type industriel en termes de contrôle et de répétabilité du procédé. Afin d'anticiper les besoins futurs, une précision d'alignement inférieure au micromètre avait été ciblée.

Une première partie de ce travail a été basée sur *la* ***compréhension du mécanisme d'auto-alignement***. Nous avons pour cela évalué l'impact de chaque paramètre de la puce (hauteur et largeur du plot, proximité des bords de découpe, état de surface) sur le procédé d'auto-alignement. L'état de surface et la hauteur du plot de confinement apparaissent comme les paramètres les plus critiques pour l'obtention d'alignements micrométriques. Une hauteur de plot minimale permettant l'alignement micrométrique a ainsi pu être établi en regard du type d'état de surface du plot (hydrophobe ou hydrophile). L'aspect dynamique du processus d'alignement a également pu être étudié et mis en évidence grâce au développement d'une nouvelle méthode de dépose permettant de limiter la cinétique d'étalement de la goutte. Parallèlement à ces expérimentations, nous avons développé, en collaboration avec Jean Berthier, un modèle numérique permettant de simuler le processus d'auto-alignement. La simulation des modes de déplacements (singuliers ou couplés) a permis de démontrer l'aspect séquentiel de l'alignement mais également la nécessité d'un bon parallélisme entre la puce et le support. Ces deux aspects ont par la suite pu être validés de manière expérimentale. De manière similaire, l'impact des défauts de mouillabilité sur le désalignement final a également pu être simulé grâce au développement d'un second modèle, permettant la prise en compte de l'étalement du fluide. Nous avons pour finir pu généraliser notre modèle à des formes de puces plus complexes (polygones à *n*-cotés).

Les premières étapes de développement nous ont permis de démontrer que l'obtention d'un alignement micrométrique pouvait être directement corrélée à la capacité du plot à confiner la goutte à sa surface. Une deuxième partie de ce travail a donc consisté à ***améliorer la capacité de confinement du plot d'assemblage***. L'utilisation d'un confinement par topologie seul ne s'avérant pas suffisante pour assurer le confinement de la goutte, il a donc été nécessaire d'avoir recours à un confinement « mixte », mêlant topologie et contraste chimique. Dans cette optique, plusieurs techniques (traitement plasma localisé, dépôt de couche hydrophobe,…) ont été envisagées afin de rentre les flancs et les contours du plot hydrophobes. Différents dépôts hydrophobes (*polymère Bosch, parylène-C*) ont été évalués sur leur capacité à conserver leur propriété hydrophobe au cours des étapes de préparation au collage. Nous avons par la suite démontré que seul le polymère Bosch était compatible avec notre application. L'intégration de ce dépôt hydrophobe dans notre procédé de fabrication a néanmoins nécessité l'optimisation de nombreuses étapes (méthode de gravure utilisée pour graver le plot, procédé de découpe). Les étapes de préparation au collage ont elles aussi été remaniées et le brossage mécanique s'est avéré incompatibles avec l'utilisation d'un confinement mixte (le brossage mécanique détériorait grandement la couche de polymère). Afin de valider l'intégrité de la couche de polymère tout au long du processus de préparation au collage, une méthode permettant de caractériser de manière quantitative les capacités de confinement du plot a également été développée (VMC). Nous avons également pu grâce à cette méthode comparer les capacités de confinement des différentes designs de plot (*hauteur de plot, type de préparation de surface,…*). Lors des essais d'auto-assemblage, un rendement d'alignement micrométrique de 80 % a pu être démontré avec des puces présentant des plots de seulement 3 µm. L'intégration d'un confinement mixte nous a donc permis d'obtenir une très bonne répétabilité du procédé d'auto-alignement tout en conservant une qualité de collage similaire à celle des puces hydrophiles.

La dernière partie de cette étude a consisté à transférer ce procédé à des puces « actives » dont la surface est composée d'oxyde de silicium et de cuivre. Les objectifs de ce transfert étaient multiples. D'une part, ***démontrer la possibilité d'utiliser le collage Cu-SiO_2*** comme méthode d'hybridation dans le cadre de l'auto-assemblage et d'autre part, de ***valider et caractériser la création d'un contact électrique*** entre la puce et le substrat. L'utilisation des préparations au collage métallique conventionnelles (*plasma RPC – Ar*) s'est avérée incompatible avec notre dépôt hydrophobe. Nous avons cependant pu contourner cette problématique en encapsulant les lignes de cuivre à l'aide d'une couche de résine. Cette résine empêche l'oxydation des lignes de cuivre avant l'étape d'assemblage et permet de s'affranchir de telles préparations. La caractérisation électrique se réalisant grâce à des plots de cuivre déportés sur le substrat (hors du plot), nous nous sommes retrouvé dans l'impossibilité de venir graver les plots à la surface du substrat. Nous avons donc développé une méthode de confinement reposant uniquement sur un contraste chimique. Cette nouvelle approche, bien que présentant des capacités de confinement moindres, permet d'obtenir un rendement d'alignement inférieur au micromètre de 25%. En relâchant cette contrainte d'alignement à deux micromètres, nous avons pu montrer qu'un rendement de 80 % était atteignable. Enfin, grâce à la caractérisation électrique de l'interface de collage, nous avons démontré la possibilité d'interconnecter électriquement une puce par l'intermédiaire de notre procédé d'auto-assemblage. La faible résistivité de l'interface de collage a également pu être validée par la très bonne corrélation entre la valeur de résistance théorique et la valeur de résistance mesurée expérimentalement.

Cette étude de trois ans a donc permis la mise au point d'un procédé d'auto-assemblage répondant aux critères initialement fixés en termes de rendement et de contrôle du processus d'assemblage. La précision d'alignement ciblée initialement (un micromètre) a pu être atteinte grâce à l'utilisation d'un confinement mixte. Bien que l'utilisation d'un confinement plan dans le cas des puces Cu-SiO_2 nous ait contraints à relâcher cette précision à deux µm, un rendement de 80 % a pu être atteint et ce quel que soit le type de puce utilisée. Il apparait cependant nécessaire de poursuivre les investigations afin de consolider ce procédé. La poursuite de la caractérisation électrique des

structures de test présentent sur les puces Cu-SiO_2 auto-assemblées nous permettrait d'affiner encore notre méthode de préparation au collage. Il serait également pertinent de valider cet assemblage grâce à des tests de fiabilité électrique.

Enfin, une deuxième phase du projet pourrait être le développement conjoint avec un équipementier d'un outil de Pick&Place réellement couplé avec l'auto-assemblage. La mise au point de cet outil nous permettrait d'une part, de réaliser une étude statistique en assemblant un grand nombre de puce, et d'autre part, de s'affranchir de l'aspect aléatoire du positionnement manuel. Nous pourrions par là même valider la possibilité d'assembler simultanément plusieurs puces. On peut par exemple imaginer un substrat support venant lâcher toutes les puces de manière simultanée sur les sites receveurs. L'ensemble des puces s'auto-aligneraient alors de manière spontanée et contrôlée.

Annexes

Annexe I : Modèle analytique permettant le calcul de l'énergie et du couple de rappel lors d'une rotation d'axe verticale (twist) :

Dans cette annexe [Berthier 2012b], les 4 interfaces sont supposées planes dans la position alignée, avec des angles droits entre elles. Une rotation d'axe *z* et d'angle θ correspond à la matrice de rotation :

$$\boxed{R = \begin{pmatrix} \cos\theta & -\sin\theta \\ \sin\theta & \cos\theta \end{pmatrix}} \qquad [3.52]$$

Le twist est schématisé dans les figures (3.52) et (3.53) Pour obtenir une rotation d'angle θ, nous supposons que les interfaces sont progressivement déformées depuis *z=0* à *z=h*, avec un angle de $\frac{z}{h}\theta$.

Pour une valeur donnée de *y*, le point courant M (*s,y,0*) décrit une courbe spirale définie par :

$$\boxed{\tilde{M} = \begin{pmatrix} s\ \cos\left(\frac{z}{h}\theta\right) - y\sin\left(\frac{z}{h}\theta\right) \\ s\ \sin\left(\frac{z}{h}\theta\right) + y\cos\left(\frac{z}{h}\theta\right) \\ z \end{pmatrix}}$$

[3.52]

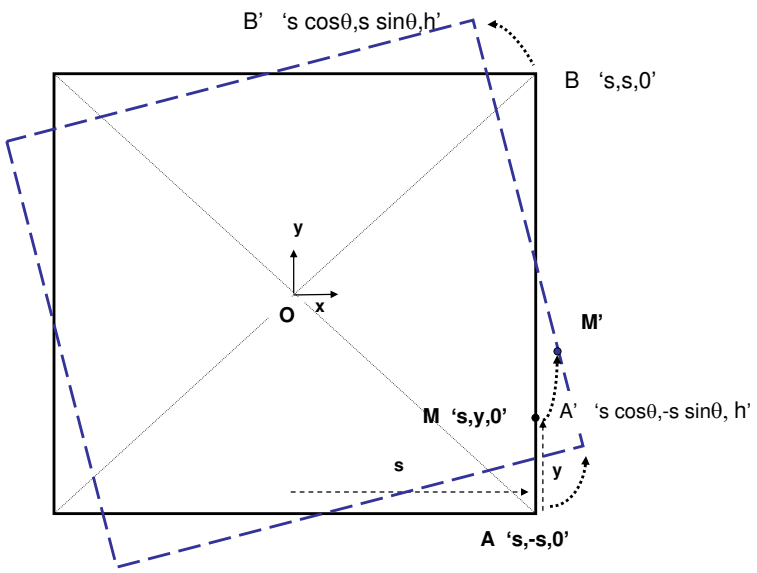


Figure 3.52 Schéma de la torsion ("twist") : le point M décrit AB et M' décrit A'B'. Remarquons que s=L/2.

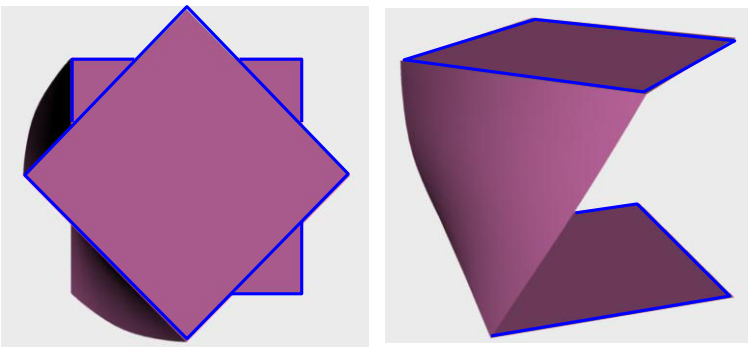


Figure 3.53 Vue tridimensionnelle de l'interface pendant la rotation d'axe z : une seule des 4 interfaces est montrée sur la figure (figure R. Berthier).

Considérons la fonction f paramétrisée de la façon suivante :

$$\boxed{\begin{aligned} & f:[-s,s]\times[0,h]\rightarrow\Re^3 \\ & (y,z)\rightarrow\begin{pmatrix} s\cos\left(\frac{z}{h}\theta\right)-y\sin\left(\frac{z}{h}\theta\right) \\ s\sin\left(\frac{z}{h}\theta\right)+y\cos\left(\frac{z}{h}\theta\right) \\ z \end{pmatrix} \end{aligned}} \qquad [3.53]$$

Cette fonction produit les coordonnées de $\tilde{M}$. La surface infinitésimale *ds* est calculée par :

$$\boxed{ds=\left\|\frac{\partial f}{\partial y}\times\frac{\partial f}{\partial z}\right\| dy\, dz} \qquad [3.54]$$

En substituant les valeurs calculées :

$$\boxed{\begin{aligned} \frac{\partial f}{\partial y} &= \begin{pmatrix} -\sin\left(\frac{z}{h}\theta\right) \\ \cos\left(\frac{z}{h}\theta\right) \\ 0 \end{pmatrix}, \\ \frac{\partial f}{\partial z} &= \begin{pmatrix} -\frac{\theta}{h}\left[s\sin\left(\frac{z}{h}\theta\right)+y\cos\left(\frac{z}{h}\theta\right)\right] \\ \frac{\theta}{h}\left[s\cos\left(\frac{z}{h}\theta\right)-y\sin\left(\frac{z}{h}\theta\right)\right] \\ 1 \end{pmatrix}. \end{aligned}} \qquad [3.55]$$

Le produit vectoriel $\frac{\partial f}{\partial y}\times\frac{\partial f}{\partial z}$ devient :

$$\frac{\partial f}{\partial y}\times\frac{\partial f}{\partial z}=\begin{pmatrix}\cos\left(\frac{z}{h}\theta\right)\\ \sin\left(\frac{z}{h}\theta\right)\\ \frac{\theta}{h}\left[-\sin\left(\frac{z}{h}\theta\right)\left(s\cos\left(\frac{z}{h}\theta\right)-y\sin\left(\frac{z}{h}\theta\right)\right)\right.\\ \left.+\cos\left(\frac{z}{h}\theta\right)\left(s\sin\left(\frac{z}{h}\theta\right)+y\cos\left(\frac{z}{h}\theta\right)\right)\right]\end{pmatrix} \qquad [3.56]$$

Et peut-être simplifié par :

$$\frac{\partial f}{\partial y}\times\frac{\partial f}{\partial z}=\begin{pmatrix}\cos\left(\frac{z}{h}\theta\right)\\ \sin\left(\frac{z}{h}\theta\right)\\ \frac{\theta}{h}y\end{pmatrix} \qquad [3.57]$$

La surface infinitésimale *ds* est alors :

$$ds=\left\|\frac{\partial f}{\partial y}\times\frac{\partial f}{\partial z}\right\|dy\,dz=\sqrt{1+\left(\frac{y}{h}\theta\right)^2}\,dy\,dz \qquad [3.58]$$

Et l'aire interfaciale (pour une interface seulement) est :

$$\begin{aligned}A=&\int_{z=0}^{z=h}\int_{y=-s}^{y=s}\sqrt{1+\left(\frac{y}{h}\theta\right)^2}\,dy\,dz\;=\\ &h\int_{y=-s}^{y=s}\sqrt{1+\left(\frac{y}{h}\theta\right)^2}\,dy=\\ &\theta\int_{y=-s}^{y=s}\sqrt{\left(\frac{h}{\theta}\right)^2+y^2}\;dy\;.\end{aligned} \qquad [3.59]$$

A l'aide de la table des intégrales des fonctions irrotationnelles, nous trouvons une énergie totale d'interface de :

$$E=4\gamma\left[s\,h\sqrt{1+a^2}+\frac{h^2}{\theta}\ln\left(a+\sqrt{1+a^2}\right)\right],\quad a=\frac{s\,\theta}{h}. \qquad [3.60]$$

Remarquons que quand $\theta \rightarrow 0$, $a \rightarrow 0$ et $E \rightarrow$ $E=4\gamma\,L\,h$. Le couple *T* est donné par la dérivée de l'énergie par rapport à l'angle θ.

$$\boxed{T = 4\gamma s^2 \left[\frac{a}{\sqrt{1+a^2}} + \frac{1}{\left(a+\sqrt{1+a^2}\right)} \left(\frac{1}{a} + \frac{1}{\sqrt{1+a^2}} \right) - \frac{\ln\left(a+\sqrt{1+a^2}\right)}{a^2} \right].} \qquad [3.61]$$

Annexe II : Code Surface Evolver permettant la prise en compte de l'étalement de la goutte lors des simulations

```
// Surface Evolver model of chip floating on droplet on square pad.

// Units of measurement are cgs.

*/
keep_originals                                          // keep element numbers as
in datafile

gravity_constant 0                                      // m/sec^2; much higher
gives fast squishing
parameter solder_tension = 72.e-3                       // N/m
parameter solder_density = 1000                         // kg/m^3

// Key dimensions
// Bottom pad
parameter pad_length = 5.e-3                            // in x-direction, m
parameter pad_width  = 5.e-3                            // in y-direction, m
parameter drop_x     = 2.e-3                            // in x-driection, m
parameter drop_y     = 2.e-3                            // in y-driection, m
parameter angleb     = 20                               // contact angle bottom
plate
parameter angleu     = 20                               // contact angle top plate
// Upper chip
parameter chip_length = 5.e-3                           // in x-direction, m
parameter chip_width  = 5.e-3                           // in y-direction, m
parameter eps         = pad_length/10                   // limits for visualization


// Parameters for degrees of freedom of chip.
// These can be made optimizing at run time with the "unfix" command.
// Parameters are all identically zero when chip would be directly on pads,
// neglecting spacer bump, in perfect alignment.
optimizing_parameter xoffset  = -500.e-6  pdelta = 5e-7                    // x offset, m
optimizing_parameter yoffset  = 200.e-6 pdelta = 5e-7                      // y offset, m
optimizing_parameter zoffset  = 5.e-4   pdelta = 5e-7  pscale = 1e-4       // start
optimizing_parameter roll   = 0.0                       // radians
optimizing_parameter pitch  = 0.0
optimizing_parameter yaw    = 0.00 pscale = 10000

parameter vol=drop_x*drop_y*zoffset                     // initial volume


// define
//-----------------------------------------------------------------
// Coordinates in chip frame, using roll-pitch-yaw rotation matrix
// as found at http://mathworld.wolfram.com/EulerAngles.html
// For use in defining constraints.
```

```
#define chipx cos(yaw)*x + sin(yaw)*y - xoffset
#define chipy -sin(yaw)*x + cos(yaw)*y - yoffset
#define chipz (z - zoffset)

#define Tb (-solder_tension*cos(angleb*pi/180))                    // contact energy
#define Tu (-solder_tension*cos(angleu*pi/180))                    // virtual tension of facet on
plane
scale_limit  1/solder_tension


// Center of mass, in chip coordinates
parameter chip_weight = 50.e-6                                     // kg
parameter chip_cm_x   = .000                                       // m
parameter chip_cm_y   = .000                                       // m
parameter chip_cm_z   = zoffset                                    // m


// gravitational energy of chip
quantity chip_grav_energy energy method vertex_scalar_integral
scalar_integrand: z*G*chip_weight

// 2-parameter "boundary" to define floating chip coordinates on bottom of chip
// for liquid contact.
boundary chip_bdry parameters 2
x: cos(yaw)*p1 + sin(yaw)*p2 + xoffset
y: -sin(yaw)*p1 + cos(yaw)*p2 + yoffset
z: zoffset

// 3-parameter "boundary" to define floating chip coordinates for center of mass
// of chip.
boundary chip_body_bdry parameters 3
x: cos(yaw)*p1 +sin(yaw)*p2 + xoffset
y: -sin(yaw)*p1 + cos(yaw)*p2  + yoffset
z: zoffset


// constraints
//-----------------------------------------------------------------

constraint 1
formula: z = 0
energy:
e1:  -Tb*y
e2:  0
e3:  0

constraint 2 nonpositive
formula: x-(pad_length/2)

constraint 3 nonpositive
formula: y-(pad_width/2)
```

```
constraint 4 nonnegative
formula: x+(pad_length/2)

constraint 5 nonnegative
formula: y+(pad_width/2)

constraint 6 nonnegative
formula: z

constraint 8
formula: z = zoffset
energy:
e1:  -Tu*y
e2:  0
e3:  0

constraint 9
formula: z=zoffset

constraint 10
formula: z = 0

// One-sided chip boundaries.
constraint topx_con nonpositive
formula: (cos(yaw)*(x-xoffset) - sin(yaw)*(y-yoffset))^2 - chip_length^2/4

constraint topy_con nonpositive
formula: (sin(yaw)*(x-xoffset) + cos(yaw)*(y-yoffset))^2 - chip_width^2/4

// Exact sides of chips, since one-sided constraints don't play well
// with optimizing constraints
constraint topxx_con nonpositive
formula: (cos(yaw)*(x-xoffset) - sin(yaw)*(y-yoffset))^2 = chip_length^2/4

constraint topyy_con nonpositive
formula: (sin(yaw)*(x-xoffset) + cos(yaw)*(y-yoffset))^2 = chip_width^2/4



// vertices
//-----------------------------------------------------------------
vertices
// Bottom pad
1  -drop_x/2  -drop_y/2 0   constraints 1,4,5
2   drop_x/2  -drop_y/2 0   constraints 1,2,5
3   drop_x/2   drop_y/2 0   constraints 1,2,3
4  -drop_x/2   drop_y/2 0   constraints 1,4,3


// chip, given in parameters p1, p2, /* p3 deleted */
5  -chip_length/2  -chip_width/2   fixed  boundary chip_bdry
6   chip_length/2  -chip_width/2   fixed  boundary chip_bdry
```

```
7   chip_length/2   chip_width/2   fixed  boundary chip_bdry
8  -chip_length/2   chip_width/2   fixed  boundary chip_bdry


// contact of droplet on top plate
9   -drop_x/2  -drop_y/2   zoffset   constraints 8,topx_con,topy_con
10   drop_x/2  -drop_y/2   zoffset   constraints 8,topx_con,topy_con
11   drop_x/2   drop_y/2   zoffset   constraints 8,topx_con,topy_con
12  -drop_x/2   drop_y/2   zoffset   constraints 8,topx_con,topy_con


// the center of mass vertex, in chip parameters p1,p2,p3
13  chip_cm_x chip_cm_y chip_cm_z boundary chip_body_bdry fixed chip_grav_energy

// limits for visualzation pad
20  -pad_length/2-eps   -pad_width/2-eps  0    fixed
21   pad_length/2+eps   -pad_width/2-eps  0    fixed
22   pad_length/2+eps   -pad_width/2      0    fixed
23  -pad_length/2-eps   -pad_width/2      0    fixed

24  -pad_length/2-eps    pad_width/2+eps  0    fixed
25   pad_length/2+eps    pad_width/2+eps  0    fixed
26   pad_length/2+eps    pad_width/2      0    fixed
27  -pad_length/2-eps    pad_width/2      0    fixed

28  -pad_length/2        pad_width/2      0    fixed
29  -pad_length/2       -pad_width/2      0    fixed
30   pad_length/2        pad_width/2      0    fixed
31   pad_length/2       -pad_width/2      0    fixed

// limits for visualzation chip
40  -chip_length/2-eps   -chip_width/2-eps  fixed boundary chip_bdry
41   chip_length/2+eps   -chip_width/2-eps  fixed boundary chip_bdry
42   chip_length/2+eps   -chip_width/2      fixed boundary chip_bdry
43  -chip_length/2-eps   -chip_width/2      fixed boundary chip_bdry

44  -chip_length/2-eps    chip_width/2+eps  fixed boundary chip_bdry
45   chip_length/2+eps    chip_width/2+eps  fixed boundary chip_bdry
46   chip_length/2+eps    chip_width/2      fixed boundary chip_bdry
47  -chip_length/2-eps    chip_width/2      fixed boundary chip_bdry

48  -chip_length/2        chip_width/2      fixed boundary chip_bdry
49  -chip_length/2       -chip_width/2      fixed boundary chip_bdry
50   chip_length/2        chip_width/2      fixed boundary chip_bdry
51   chip_length/2       -chip_width/2      fixed boundary chip_bdry

// edges
// ----------------------------------------------------------------
edges
// Bottom part of droplet
1  1 2   constraints 1,5
2  2 3   constraints 1,2
```

```
3  3 4   constraints 1,3
4  4 1   constraints 1,4

// Chip
5  5 6 fixed boundary chip_bdry no_refine
6  6 7 fixed boundary chip_bdry no_refine
7  7 8 fixed boundary chip_bdry no_refine
8  8 5 fixed boundary chip_bdry no_refine


// Connecting pad and chip (droplet sides)
9   1 9
10  2 10
11  3 11
12  4 12

// top of droplet
13  9 10 constraints 8,topx_con,topy_con
14 10 11 constraints 8,topx_con,topy_con
15 11 12 constraints 8,topx_con,topy_con
16 12  9 constraints 8,topx_con,topy_con


// limits pad

20  20 21  fixed no_refine
21  21 22  fixed no_refine
22  22 23  fixed no_refine
23  23 20  fixed no_refine

24  24 25  fixed no_refine
25  25 26  fixed no_refine
26  26 27  fixed no_refine
27  27 24  fixed no_refine

28  27 28  fixed no_refine
29  28 29  fixed no_refine
30  29 23  fixed no_refine
31  23 27  fixed no_refine

32  22 26  fixed no_refine
33  26 30  fixed no_refine
34  30 31  fixed no_refine
35  31 22  fixed no_refine

36  29 31  fixed no_refine
37  30 28  fixed no_refine

// limits chip

40  40 41  fixed boundary chip_bdry no_refine
41  41 42  fixed boundary chip_bdry no_refine
```

```
42  42 43  fixed boundary chip_bdry no_refine
43  43 40  fixed boundary chip_bdry no_refine

44  44 45  fixed boundary chip_bdry no_refine
45  45 46  fixed boundary chip_bdry no_refine
46  46 47  fixed boundary chip_bdry no_refine
47  47 44  fixed boundary chip_bdry no_refine

48  47 48  fixed boundary chip_bdry no_refine
49  48 49  fixed boundary chip_bdry no_refine
50  49 43  fixed boundary chip_bdry no_refine
51  43 47  fixed boundary chip_bdry no_refine

52  42 46  fixed boundary chip_bdry no_refine
53  46 50  fixed boundary chip_bdry no_refine
54  50 51  fixed boundary chip_bdry no_refine
55  51 42  fixed boundary chip_bdry no_refine

56  49 51  fixed boundary chip_bdry no_refine
57  50 48  fixed boundary chip_bdry no_refine


// facets
// ----------------------------------------------------------------
faces
1   1 2 3 4      constraint 10 tension 0  color green                                    // pad
2   5 6 7 8      fixed   no_refine      color clear boundary chip_bdry                 // chip
3   1 10 -13 -9   tension solder_tension
4   2 11 -14 -10  tension solder_tension
5   3 12 -15 -11  tension solder_tension
6   4  9 -16 -12  tension solder_tension
7   13 14 15 16   constraint 9 tension 0  color green

// pad border
20 20 21  22  23  fixed tension 0      color lightgray no_refine
24 24 25  26  27  fixed tension 0      color lightgray no_refine
25 28 29  30  31  fixed tension 0      color lightgray no_refine
26 32 33  34  35  fixed tension 0      color lightgray no_refine
27 29 36 -34  37  fixed tension 0      color lightred  no_refine

//chip border
40 40 41  42  43  fixed tension 0      color yellow no_refine boundary chip_bdry
44 44 45  46  47  fixed tension 0      color yellow no_refine boundary chip_bdry
45 48 49  50  51  fixed tension 0      color yellow no_refine boundary chip_bdry
46 52 53  54  55  fixed tension 0      color yellow no_refine boundary chip_bdry

// bodies
//-----------------------------------------------------------------
bodies
1   -1 7 3 4 5 6  density solder_density volume vol
```

```
// macros
// ----------------------------------------------------------------
read


// Vertex averaging doesn't seem to work well with vertices on a boundary,
// so we define this substitute.
vavg := {  vertex_average vertex where not fixed and not on_boundary chip_bdry;  }

gg := { g; u; vavg; }

// Typical evolution.
gogo := {
	refine edge where id >= 9 and id <= 12;
	refine edge where on_constraint 1;
	refine edge where on_constraint 8;
	r; gg 5;
	refine edge where on_constraint 1;
	refine edge where on_constraint 8;
	gg 5;
	r; gg 450;  // after this, zoffset moves down too fast
		// for surface to keep up and stay circular
}
```

Annexe III : Expression du sin(ϑ_i) pour le cas des polygones réguliers convexes

Pour des polygones réguliers avec n côtés de longueur s et un périmètre libre noté p, il est possible d'établir la relation suivante :

$$\boxed{p = n.s} \qquad [3.62]$$

En utilisant la trigonométrie, nous obtenons la valeur du rayon du cercle circonscrit au polygone :

$$\boxed{r = \frac{s}{2\sin\frac{\pi}{n}}} \qquad [3.63]$$

De manière similaire, l'aire de la surface mouillée par le liquide peut être exprimée comme une fonction du périmètre p et du nombre de côté n.

$$\boxed{A = \frac{1}{4}ns^2\cot\frac{\pi}{n} = \frac{1}{4}p^2\frac{1}{n}\cot\frac{\pi}{n}} \qquad [3.64]$$

Les coordonnés des côtés du polygone sont alors donnés par :

$$\boxed{S_i = r\left[\cos(\frac{2i\pi}{n}), \sin(\frac{2i\pi}{n})\right]} \qquad [3.65]$$

Avec i l'index (numéro) de chaque côté du polygone. Les vecteurs orientés ($\vec{S}_i$) de chaque côté sont donc :

$$\boxed{\vec{S}_i = r\left[\cos(\frac{2(i+1)\pi}{n}) - \cos(\frac{2i\pi}{n}), \sin(\frac{2(i+1)\pi}{n}) - \sin(\frac{2i\pi}{n})\right]} \qquad [3.66]$$

La direction de translation de la puce est définie par le vecteur unitaire $\vec{k} = [\cos\alpha, \sin\alpha]$ avec α noté comme l'angle de translation. Le produit vectoriel entre $\vec{S}_i$ et $\vec{k}$ donne alors la valeur du $\sin\theta_i$:

$$\boxed{\sin\theta_i = \frac{\vec{S}_i}{|\vec{S}_i|} \times \vec{k} = \frac{\vec{S}_i}{S_i} \times \vec{k}} \qquad [3.67]$$

En développant l'équation [3.67], on obtient alors l'expression [3.68] du $\sin\theta_i$ en coordonnés polaires :

$$\boxed{\sin\theta_i = \frac{1}{2n\sin\frac{\pi}{n}}\left\{\left[\cos(2(i+1)\frac{\pi}{n}) - \cos(2i\frac{\pi}{n})\right]\sin\alpha + \left[\sin(2(i+1)\frac{\pi}{n}) - \sin(2i\frac{\pi}{n})\right]\cos\alpha\right\}} \qquad [3.68]$$

Annexe IV: Remarques et analyses des recettes de gravure développées dans le cas de la gravure humide du Cu.

- *Remarques et analyses :*

[Recette n°1] : La gravure du cuivre s'effectue sans aucun prétraitement du substrat. On note une bonne qualité de la gravure du cuivre (épaisseur gravée correcte et flancs de gravure intègres). Il reste cependant des résidus de cuivre après la gravure, due à une mauvaise révélation de la résine. Certaines zones restent masquées par des résidus de résine qui n'ont pas été retirés lors de l'étape de révélation, ce qui empêche leur gravure (figure 5.09).

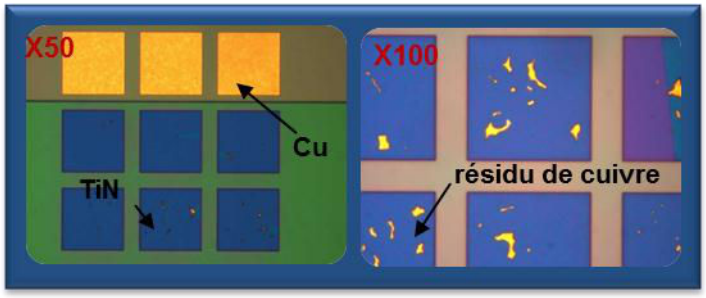


Figure 5.09 Observations optiques des résidus de Cu dû à une mauvaise révélation de la résine durant l'étape de photolithographie. Afin de faciliter les observations, la résine a été retirée des plots.

[Recette n°2]: L'utilisation d'un flash plasma O_2 permet de s'assurer qu'aucun résidu de résine n'est présent avant la gravure mais à néanmoins tendance à craqueler légèrement la surface de la résine (figure 5.10). La profondeur de gravure est respectée et les flancs de gravure intègres.

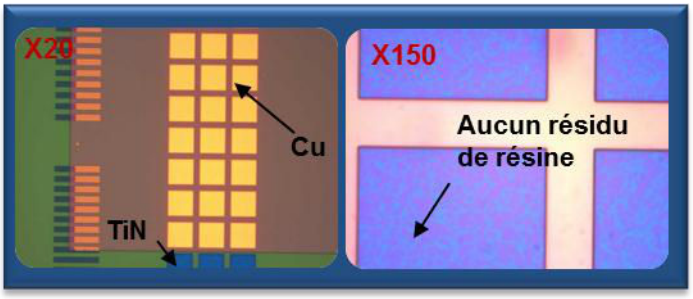
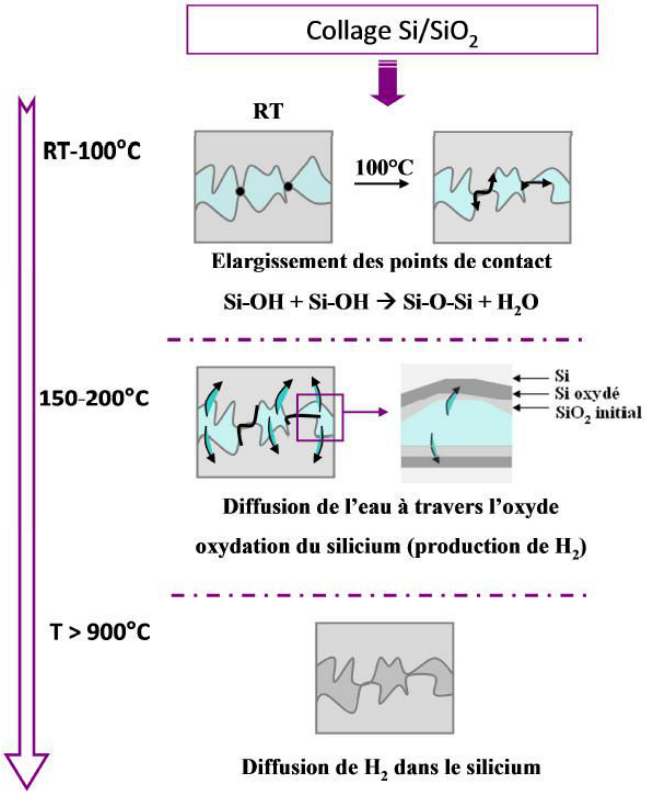


Figure 5.10 : Observations optiques des zones gravées avec la gravure par voie humide. Aucun résidu de cuivre n'est visible. La résine a également été retirée sur ces observations.

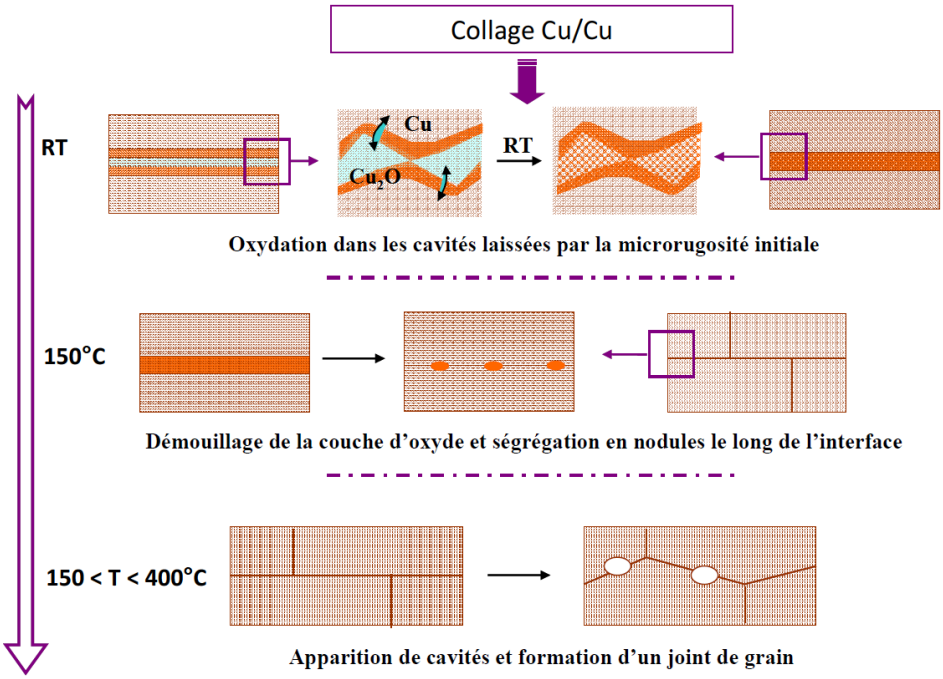
[Recette n°3]: Un recuit de 100°C pendant 30 min est réalisé sur les substrats avant l'étape de gravure. Cet apport d'énergie thermique permet une réticulation de la résine et donne à la résine une meilleure tolérance à la solution de gravure (consommation de résine réduite). Aucun impact n'est observé sur la qualité de la gravure du cuivre. Comme nous le verrons dans la suite, cet apport d'énergie thermique augmente l'adhésion de la résine au substrat et engendre des problèmes lors de l'étape de retrait de la résine. Le procédé utilisé pour la retirer (bain acétone couplé à l'utilisation d'ultrasons) devient moins efficace.

[Recette n°4]: Cette recette est constituée des recettes n°2 et n°3 enchainées de manière séquentielle, on retrouve donc ici le problème de retrait de la résine obtenus avec la recette n°3.

Annexe V: Résumé des Procédé de collage Si/SiO_2 et Cu/Cu



Résumé des mécanismes de collage au niveau de l'évolution structurale de l'interface de collage. Les trois principales phases de l'évolution suivant les températures de recuit sont mises en évidence [Ventosa'08].



Résumé des mécanismes de collage au niveau de l'évolution structurale de l'interface de collage. Les trois principales phases de l'évolution suivant les températures de recuit sont mises en évidence [Guéguen'10].