



**HAL**  
open science

# L'impression 3D polymère appliquée au packaging en microélectronique

Gabrielle Aspar

► **To cite this version:**

Gabrielle Aspar. L'impression 3D polymère appliquée au packaging en microélectronique. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Université Grenoble Alpes, 2019. Français. NNT : 2019GREAI006 . tel-02148205

**HAL Id: tel-02148205**

**<https://theses.hal.science/tel-02148205>**

Submitted on 5 Jun 2019

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

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

## **THÈSE**

Pour obtenir le grade de

### **DOCTEUR DE LA COMMUNAUTE UNIVERSITE GRENOBLE ALPES**

Spécialité : 2MGE : Matériaux, Mécanique, Génie Civil,  
Electrochimie

Arrêté ministériel : 25 mai 2016

Présentée par

**Gabrielle ASPAR**

Thèse dirigée par **Léa DI CIOCCIO**, Directrice de recherche, CEA,  
et codirigée par **Yves BRECHET**, Professeur, Grenoble INP  
préparée au sein du **Laboratoire CEA Grenoble - LETI**  
dans l'**École Doctorale I-MEP2 - Ingénierie - Matériaux,  
Mécanique, Environnement, Energétique, Procédés,  
Production**

## **L'impression 3D polymère appliquée au packaging en microélectronique**

Thèse soutenue publiquement le **1 février 2019**,  
devant le jury composé de :

**Monsieur Roland FORTUNIER**

PROFESSEUR, ISAE-ENSMA - FUTUROSCOPE CHASSENEUIL,  
Président

**Madame Sylvie CONTRERAS**

CHARGE DE RECHERCHE, CNRS DELEGATION LANGUEDOC-  
ROUSSILLON, Rapporteur

**Monsieur Alain BERNARD**

PROFESSEUR, ECOLE CENTRALE NANTES, Rapporteur

**Monsieur Jean-Jacques BLANDIN**

DIRECTEUR DE RECHERCHE, CNRS DELEGATION ALPES,  
Examineur

**Madame Léa DI CIOCCIO**

DIRECTRICE DE RECHERCHE, CEA GRENOBLE, Directeur de thèse

**Monsieur Yves BRECHET**

PROFESSEUR, GRENOBLE INP, Co-directeur de thèse, Invité

**Monsieur Baptiste GOUBAULT**

INGENIEUR RECHERCHE, CEA GRENOBLE, Invité





*A ma famille et Thomas,  
pour leur soutien infailible.*



## RESUME

Afin de répondre aux exigences industrielles, aux besoins environnementaux ainsi qu'aux contraintes de fonctionnement, les composants électroniques doivent être protégés et interconnectés avec les autres éléments du système. Cette étape est appelée « Packaging ». Cependant, les technologies de packaging classiques, telles que le scellement de boîtier, le brasage ou le moulage, sont généralement limitées au niveau de la géométrie du boîtier, des interactions matières et ont un impact significatif sur le coût et la complexité de l'encapsulation. De plus, ces techniques sont peu évolutives au cours du développement de produit. En effet, la technique de packaging doit être définie dès le début de la conception du produit, en fonction du composant à encapsuler et des performances attendues. Le choix du mode d'encapsulation conditionne ainsi le processus de réalisation et d'assemblage du système.

Dans cette thèse, une nouvelle approche du packaging, plus simple, plus flexible et moins coûteuse, est présentée. La fabrication additive, plus connue sous le nom d'impression 3D, permet de construire un packaging personnalisé, parfaitement adapté aux dimensions et spécifications des composants. Cette approche, simplifie le procédé d'encapsulation en fusionnant les différentes étapes de fabrication du boîtier, de mise en place et d'étanchéité. De plus, elle permet également d'encapsuler facilement des composants déjà existants (composant sur étagère, du commerce).

Afin de valider la faisabilité d'un packaging direct par fabrication additive, cette étude s'est tenue à un objectif principal : comprendre les mécanismes d'adhésion physico-chimiques (mécanique, chimie, ...) mis en jeu entre un polymère ABS (Acrylonitrile Butadiène Styrène) imprimé par fabrication additive et un substrat. Pour cela, plusieurs axes de recherches ont été développés, tels que :

- Le choix du procédé de fabrication additive, basé sur l'adhésion du polymère imprimé sur substrat et la résolution du procédé. Cet axe, nous a permis de sélectionner la stéréolithographie (technique de fabrication reposant sur la polymérisation localisée de résine spécifique, réactive aux UV).
- Les mécanismes d'adhésion entre un polymère ABS et un substrat. Cet axe, basé sur la connaissance des matériaux, leurs caractérisations chimiques ainsi que la caractérisation physique de l'adhérence, a permis de comprendre les mécanismes d'adhésion mis en jeux lors d'une impression directe sur substrat.
- Des études pour améliorer l'adhérence, basées sur différentes chimies (organique, métalliques, inorganique) et topographies de surfaces (rugosité de surfaces, texturations de surfaces réalisées par découpe partielle ou gravure).

- La réalisation d'un démonstrateur opérationnel, basé sur l'encapsulation directe d'une puce avec un routage conducteur et des interconnexions électriques. Cet axe nous a permis de valider la compatibilité de l'encapsulation par impression 3D avec un composant électronique.

En conclusion, notre étude démontre que l'encapsulation des dispositifs de microélectronique à base de silicium peut être réalisée par de nouvelles techniques, notamment celles de fabrications additives.

**Mot clés : Packaging, microélectronique, fabrication additive, adhésion, polymère, sciences des matériaux.**

## ABSTRACT

In order to answer to industrial requirements and to withstand environment and functioning stresses, electronic components have to be packaged. State of the art of packaging technologies, such as lid sealing, brazing and molding, usually presents shape limitations, material issues and significant cost impact. Moreover, those technics have to be specified at the beginning of the product design in order to fit with the whole package and assembly processes, without decreasing the device performances.

A new approach used to build a specific packaging allowing flexibility, simplicity and cost competitiveness is presented. Using the polymer additive manufacturing, more usually known as 3D printing, we propose to build customized structures and packages perfectly fitting with component dimensions and specifications. This approach simplifies the packaging process by merging the steps of package manufacturing, die encapsulation onto its substrate, and sealing. Moreover, it permits to easily package and encapsulate components off-the-shelf.

In order to validate the feasibility of direct packaging by additive manufacturing, this study focused on a main objective: to understand the physical and chemical adhesion mechanisms (mechanics, chemistry, ...) involved between an ABS polymer printed by additive manufacturing and a substrate. For this, several research axes have been developed, such as :

- The choice of additive manufacturing process, based on the adhesion of the printed polymer on the substrate and the resolution of the process. This axis allowed us to select the stereolithography process (manufacturing technique based on polymerization of specific UV-reactive resins).
- The adhesion mechanisms between an ABS polymer and a substrate. This axis, based on materials knowledge, their chemical characterizations and physical characterization of the adhesion, leads us to understand the adhesion mechanisms that occurred during a direct printing on substrate.
- Studies to improve adhesion, based on different chemistries (organic, metallic, inorganic) and surfaces topographies (roughness, surface patterns obtained by partial dicing or chemical etching).
- The realization of an operational prototype, based on the direct encapsulation of a chip with a conductive routing and electrical interconnections. This axis allowed us to validate the compatibility of 3D printing encapsulation with an electronic component.

In conclusion, our study demonstrates that the encapsulation of silicon-based microelectronic devices can be achieved by new techniques, including additive manufacturing.

**Key words : Packaging, microelectronics, additive manufacturing, adhesion, polymer, material science.**



---

## REMERCIEMENTS

Au travers ces quelques lignes, je voudrais remercier toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à l'accomplissement de cette thèse.

Cette thèse a été réalisée en collaboration entre deux institutions du CEA-Grenoble :

- Laboratoire d'Electronique et de Technologie pour l'Information (LETI), au sein du Laboratoire de packaging LP3D, dirigé par M. Gilles SIMON,
- Laboratoire d'Innovation pour les Technologies des Energies Nouvelles et les nanomatériaux (LITEN).

Je remercie la Direction Général de l'Armement (DGA) qui a cofinancé ces travaux de thèse, et plus particulièrement ma responsable Mme. Rose-Marie SAUVAGE pour ses conseils et son soutien.

Je tiens à remercier mes directeurs de thèse Mme. Léa DI CIOCCIO, M. Yves BRECHET ainsi que mon encadrant Baptiste GOUBAULT pour leur support avisé pendant cette thèse.

Je souhaite également remercier Mme Sylvie CONTRERAS et M. Alain BERNARD pour avoir accepté d'être rapporteurs de ce travail, ainsi que l'ensemble des membres du jury : M. Roland FORTUNIER et M. Jean-Jacques BLANDIN.

Un grand merci à toutes les personnes du LP3D et mes collègues de bureau pour l'accueil, les conseils, l'aide, le soutien et tous les bons moments passés avec eux. Je tiens à remercier particulièrement Gilles SIMON, Nadine DAVID, Daniel MERMIN, Laetitia CASTAGNET, Catherine BRUNET-MANQUAT, Jean-Charles SOURIAU, Monique DREVON....

Je tiens à remercier les personnes du LETI et LITEN qui m'ont aidé tant pour les aspects scientifiques que sur le plan humain : Stéphane MOREAU, Patrick BRUNET-MANQUAT, Frédérique-Xavier GAILLARD, Jennifer GUILLAUME, Xavier BAILLIN, Mathieu SOULIER, Maryline ROUMANIE, Olivier LEBAIGUE, Richard LAUCOURNET...

Merci aux doctorants et post-docs pour les moments partagés au CEA et en dehors. Merci : Adrien M., Nicolas, Marc, Irène, Maxime, Federico, Adrien H., Louise, Martial, Sam, Ibrahima, Lucas.

Enfin, je remercie vivement Thomas, mes parents, ma sœur, ma famille et tous mes amis qui m'ont épaulé, motivé, soutenu durant toutes ces années.

A ceux que j'ai oublié...



# Table des matières

Résumé	1
Abstract	3
Remerciements	5
Glossaire et table des unités	11
Introduction générale	15
Synthèse des résultats	17
<b>CHAPITRE I . CONTEXTE ET ETAT DE L'ART</b>	<b>23</b>
<b>I.1. Le packaging dans le domaine des composants</b>	<b>25</b>
I.1.1. Le domaine des MEMS	25
I.1.2. Le packaging en micro-électronique	27
I.1.3. Les différents procédés de packaging	31
I.1.3.1. Le packaging Glob Top	31
I.1.3.2. Le packaging par des résines « dam » et « fill »	32
I.1.3.3. Le packaging par molding par injection ou lamination	33
I.1.3.4. Le packaging par mise en boîtier	35
I.1.4. Le packaging appliqué aux MEMS	36
<b>I.2. Positionnement et objectifs de la thèse</b>	<b>38</b>
<b>I.3. La fabrication additive ou impression 3D</b>	<b>39</b>
I.3.1. Principes Généraux	39
I.3.2. Les différentes techniques de fabrication additive	41
I.3.2.1. Famille 1 : Polymérisation d'une résine sous l'action d'un laser	42
I.3.2.2. Famille 2 : Projection de gouttes de matériau	45
I.3.2.3. Projection d'un liant sur un substrat de type poudre	46
I.3.2.4. Famille 4 : Solidification de poudre sous l'action d'une source d'énergie de moyenne à forte puissance (laser ou faisceau d'électron)	47
I.3.2.5. Famille 5 : Projection de poudre (ou fusion de fil) dans un flux d'énergie (laser ou plasma)	49
I.3.2.6. Famille 6 : Fusion d'un fil au travers d'une buse chauffante (en général du fil plastique)	50

I.3.2.7. Assemblage de couches à partir de feuilles ou plaques découpées	51
<b>I.4. Notion d'adhérence</b>	<b>54</b>
Synthèse du chapitre	59
<b>CHAPITRE II . METHODES DE MISE EN ŒUVRE ET CARACTERISATION</b>	<b>61</b>
<b>II.1. Les techniques de Fabrication additive utilisées</b>	<b>64</b>
II.1.1. La stéréolithographie	64
II.1.1.1. Procédé de stéréolithographie standard	64
II.1.1.2. Procédé de stéréolithographie adapté à l'étude	68
II.1.2. La technique de fil fondu, FDM	70
II.1.2.1. Procédé de FDM standard	70
II.1.2.2. Procédé FDM adapté à notre étude	72
<b>II.2. Matériaux et composants</b>	<b>73</b>
II.2.1. Le polymère utilisé en fabrication additive	73
II.2.2. Description des substrats utilisés pour l'impression directe	76
II.2.2.1. Plaque de silicium plane	77
II.2.2.2. Plaque de silicium avec dépôt	78
II.2.2.3. Plaque de silicium texturée mécaniquement	79
II.2.2.4. La gravure DRIE, le procédé Bosch	80
II.2.3. Démonstrateur	83
II.2.3.1. Réalisation	84
II.2.3.2. Choix des matériaux des démonstrateurs	87
II.2.3.3. Conception du boîtier de packaging	88
<b>II.3. Techniques de caractérisations</b>	<b>91</b>
II.3.1. Caractérisation morphologique des substrats	91
II.3.1.1. La microscopie électronique à balayage	92
II.3.1.2. La microscopie électronique en transmission	93
II.3.1.3. La microscopie à force atomique	93
II.3.2. Caractérisation chimique de surface	95
II.3.2.1. Mouillabilité de surface	95
II.3.2.2. La spectroscopie de photoélectrons X	95
II.3.3. Caractérisation mécanique	97
II.3.3.1. Caractérisation du polymère ABS par essais de traction	97
II.3.3.2. Caractérisation de l'adhérence par essais de cisaillement	99
II.3.4. Caractérisation électrique des démonstrateurs	103
<b>II.4. Simulation par éléments finis : Description des modèles</b>	<b>105</b>
II.4.1. Description du modèle mécanique	106

---

II.4.2. Maillage et conditions aux limites	108
Synthèse du chapitre	111
<b>CHAPITRE III . IMPRIMANTES ET MATERIAUX</b>	<b>113</b>
<b>III.1. Qualification des imprimantes</b>	<b>115</b>
III.1.1. Plaque de qualification	115
III.1.2. Les spécifications machines	117
<b>III.2. Etude des matériaux</b>	<b>124</b>
III.2.1. Le polymère Acrylonitrile Butadiène Styrène (ABS)	124
III.2.2. Caractérisation de surface des substrats	127
III.2.2.1. Plaque de silicium	128
III.2.2.2. Plaques de silicium avec dépôt	135
III.2.2.3. Plaques texturées mécaniquement	138
III.2.2.4. Plaques gravées avec le procédé Bosch	150
Synthèse	157
<b>CHAPITRE IV . QUALIFICATION DU PROCEDE</b>	<b>159</b>
<b>IV.1. Impression sur substrat</b>	<b>161</b>
<b>IV.2. Caractérisation de l'adhérence par essais de cisaillements</b>	<b>164</b>
IV.2.1. Paramétrage de la machine de cisaillement	164
IV.2.2. Plaques de Silicium	165
IV.2.3. Plaques avec dépôt	172
IV.2.4. Plaques texturées mécaniquement	174
IV.2.5. Plaques gravées par procédé Bosch	180
<b>IV.3. Caractérisation XPS</b>	<b>183</b>
<b>IV.4. Simulation des efforts mis en jeux à l'interface entre les deux composants</b>	<b>186</b>
IV.4.1. Plaque de silicium plane	186
IV.4.2. Plaque de silicium texturée	189
Synthèse	194
<b>CHAPITRE V . ENCAPSULATION DE COMPOSANTS</b>	<b>197</b>
<b>V.1. Optimisation du procédé</b>	<b>201</b>
<b>V.2. Caractérisation du packaging imprimé</b>	<b>207</b>
V.2.1. Etude morphologique	207
V.2.2. Caractérisation électrique du démonstrateur	213
V.2.3. Caractérisation mécanique : cisaillement	215

---

<b>V.3. Etude de vieillissement</b>	<b>220</b>
V.3.1. Vieillissement du polymère imprimé	220
V.3.2. Résultats électriques	224
V.3.3. Résultats mécaniques	225
Synthèse	227
<b>CONCLUSION GENERALE</b>	<b>229</b>
Perspectives	232
<b>REFERENCES</b>	<b>235</b>
<b>ANNEXE 1</b>	<b>247</b>
<b>ANNEXE 2</b>	<b>249</b>
❖ La technologie LIFT	249
❖ Résultats	251
❖ Synthèse	258

## GLOSSAIRE ET TABLE DES UNITES

Abréviations et acronymes :

AFM :	Atomic Force Microscopy
ASIC :	Application-Specific Integrated Circuit
BioMEMS :	MEMS pour la biologie
CLAD :	Construction Laser Additive Directe
CSP :	Chip Scale Packaging
DLP :	Digital Light Processing
DMD :	Direct Metal Deposition
DMLS :	Direct Metal Laser Sintering
DRIE :	Deep Reactive Ion Etching
EBM :	Electron Beam Melting
EDI	ElectroDéIonisation
FA :	Fabrication additive
FDM :	Fused Deposition Modeling
HMDS	HexaMéthylDiSilazane
ICDD	International Centre for Diffraction Data
LENS :	Laser Engineered Net Shaping
LOM :	Laminated Object Manufacturing
LIFT :	Laser Induced Forward Transfer
SEM :	Scanning Electron Microscopy
MEMS :	Micro Elctro-Mechanical Systems
MOEMS :	Micro Opto-Electro-Mechanical Systems
NEMS :	Nano Electro-Mechanical Systems
SLM :	Selective Laser Melting
UAM :	Ultrason Additive Manufacturing

UV :	Ultra violet
WLP :	Wafer Level Packaging
WLTFP :	Wafer Level Thin Film Packaging
SLA :	Stereolithography Apparatus
SL :	Selective Laser
SLM :	Selective Laser Melting
SLS :	Selective Laser Sintering
TEM :	Transmission Electron Microscopy
XPS :	X-ray Photoelectron Spectroscopy

Table des unités:

Symbole	Signification	Unité	Symbole des Unités
<b>Général</b>			
d	Densité	Kilogramme / mètre <sup>3</sup>	kg / m <sup>3</sup>
e	Epaisseur	Mètre	m
E	Energie d'un photon X	Joule	J
E <sub>c</sub>	Energie cinétique	Joule	J
E <sub>c</sub>	Energie critique	Joule / mètre <sup>2</sup>	J / m <sup>2</sup>
EL	Energie de liaison du photoélectron par rapport au niveau de Fermi	Joule	J
h	Constante de Planck	Joule. seconde	J.s
L	Longueur	Mètre	m
η	Viscosité	Centipoise	cpo
R <sub>q</sub> ou R <sub>ms</sub>	Rugosité moyenne	Nanomètre	nm
S	Section	Millimètre <sup>2</sup>	mm <sup>2</sup>
Shore D	Dureté	-	-
T°	Température	Degrés Celsius ou Kelvin	°C ou K
θ	Angle de goutte	Degrés	°
ν	Fréquence de l'onde électromagnétique associée au photon	Hertz	Hz
V <sub>l</sub>	Volume pour un liquide	Litre	L
γ	Tension interfaciale	MilliNewton / mètre ou milliJoule / mètre <sup>2</sup>	mN/m ou mJ/m <sup>2</sup>

<b>Electrique</b>			
I	Intensité électrique	Ampère	A
$\rho$	Résistivité	Ohm. mètre	$\Omega.m$
R	Résistance	Ohm	$\Omega$
$R_c$	Résistance carré	Ohm	$\Omega$
U	Tension	Volt	V
<b>Mécanique</b>			
A%	Allongement à la rupture	-	%
$\varepsilon$	Déformation	-	-
E	Module d'Young	Pascal	Pa
$E_f$	Module de flexion	Pascal	Pa
F	Force	Newton	N
Rr	Résistance à la rupture	Pascal	Pa
$\sigma$	Contrainte	Pascal	Pa
S	Surface cisailée	Millimètre <sup>2</sup>	mm <sup>2</sup>
v	Vitesse	Mètre / seconde	m/s

## INTRODUCTION GENERALE

Depuis le début des années 1950, le domaine de la microélectronique est en constante évolution. En effet, l'augmentation croissante des systèmes électroniques sur le marché, pousse les industriels de ce secteur à augmenter la production, les performances et le nombre de fonctionnalités des systèmes tout en diminuant les dimensions et les coûts de fabrication. Cette course à la densification et à la miniaturisation se répercute sur l'ensemble des étapes de l'élaboration du produit, et en particulier sur l'encapsulation (en anglais : packaging) des composants électroniques pour un système. Dans le domaine de la microélectronique, le packaging est une étape clé et incontournable de la fabrication d'un système. En effet son rôle principal est d'assurer la protection et le bon fonctionnement du microsystème lors de son utilisation. Pour cela, la protection du microsystème, doit agir contre les sollicitations externes telles que les actions mécaniques (chocs, débris, poussières...), les risques électriques (électricité statique, courts circuits...), les risques chimiques (humidité, salinité, acide/base...) et la température. Cette dernière assure également l'interconnexion électrique et mécanique entre le composant, et le système complet.

Dans le cas d'une production en grande série, le coût du packaging (conception, développement procédé, fabrication) peut-être minimisé. Or, dans celui de petites séries, ou en R&D, le coût du packaging peut devenir significatif avec des frais de conception importants, des outillages souvent onéreux, complexes à réaliser, et des procédés de fabrication difficiles à mettre au point.

Par ailleurs, le domaine de la fabrication additive, ou impression 3D, a connu une évolution impressionnante ces dix dernières années, notamment avec l'amélioration de la précision et de la résolution des équipements. Ainsi, les performances de ces techniques apparaissent comme pertinentes pour répondre aux besoins du packaging en microélectronique. Les procédés de fabrication additive sont capables de réaliser un objet 3D, couche par couche, à partir d'un modèle numérique. Ainsi, ils permettent de réaliser des petites ou très petites séries à bas coût, avec un temps de conception et de réalisation réduits. De plus, avec la grande flexibilité qu'offrent ces technologies d'impression 3D, il est possible de fabriquer des géométries complexes et multiples, difficiles à réaliser à l'aide des procédés standards de fabrication (usinage, moulage). Ainsi, en microélectronique, ils peuvent permettre la réalisation de boîtiers ou packaging à géométries complexes tout en permettant d'intégrer de nouvelles fonctionnalités aux systèmes.

Ce travail de thèse s'inscrit dans ce contexte et a pour objectif de réaliser une étude exploratoire sur la réalisation d'un packaging imprimé par fabrication additive. C'est pourquoi, cette étude se focalise sur la compréhension des

mécanismes physico-chimiques mis en jeu lors de l'impression directe, par fabrication additive, d'un matériau polymère sur un substrat de microélectronique.

Afin de répondre à cette problématique, nous avons construit ce manuscrit en cinq chapitres.

Le chapitre I, introduit les notions théoriques du packaging et de la fabrication additive.

Dans le chapitre II, nous présentons les différentes techniques de fabrications additives, les substrats utilisés ainsi que les moyens expérimentaux et numériques mis en œuvre dans cette thèse.

Dans le chapitre III, nous réalisons une étude chimique du polymère ABS ainsi que des dépôts de surfaces présents sur les substrats silicium. Les caractérisations en mouillabilité et rugosité de surface, effectuées sur le panel de substrats testés, sont également présentées.

Le chapitre IV, qualifie les procédés d'impression utilisés et présente les résultats d'impression directe sur les substrats testés, ainsi que la tenue mécanique en cisaillement du polymère imprimé sur les substrats.

Enfin le chapitre V, traite d'une encapsulation réalisée par fabrication additive sur un composant électronique.

Finalement une conclusion générale synthétise les avancées réalisées au cours de ce travail de thèse ainsi que les perspectives envisagées.

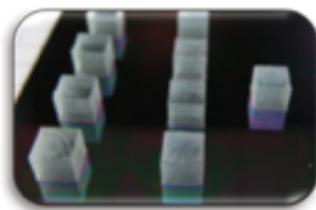
## SYNTHESE DES RESULTATS

Détaillés dans les chapitre III, IV et V, nous présentons ici de manière synthétique, les principaux résultats obtenus durant ces travaux de thèse.

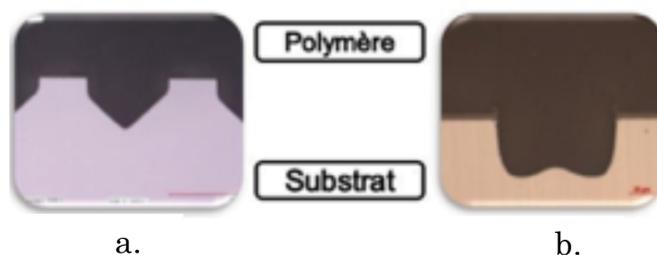
### 1. L'impression 3D polymère sur substrat silicium démontrée

Etude sur la possibilité d'imprimer une structure 3D directement sur des substrats de microélectronique. Plusieurs types de substrats sont étudiés. En effet, des substrats avec différents dépôts (métalliques, diélectriques ou organiques) et avec différents états de surfaces (polissage pour obtenir une rugosité de surface de quelques nm, texturés par traits de scie, par gravure chimique (procédé Bosch)) ont été expérimentés. De plus, nous avons procédé par insertion de substrats dans les imprimantes 3D afin d'analyser le comportement de la résine photopolymère ABS en contact avec les substrats et réaliser une impression directe sur les substrats.

**Résultats :** En stéréolithographie, il est possible d'imprimer directement sur tous les types de substrats (*Figure 1*). La résine épouse les ancrages mécaniques des substrats ayant une texturation mécanique (*Figure 2*). La surface de contact entre le substrat et le polymère est optimale. Pour les substrats gravés chimiquement, la géométrie de la texturation entraîne l'emprisonnement de bulles d'air (*Figure 3*). La surface de contact développée n'est donc pas pleinement utilisée.



*Figure 1 : Cube de 125mm<sup>3</sup> imprimé directement sur substrat*



*Figure 2 : Photos optique de l'interface résine ABS réticulé / substrat ; a. substrat texturé mécaniquement avec des ancrages de 100x100µm espacé de 180 µm ; b. Substrat texturé mécaniquement avec des ancrages de 50x50µm espacé de 100 µm*

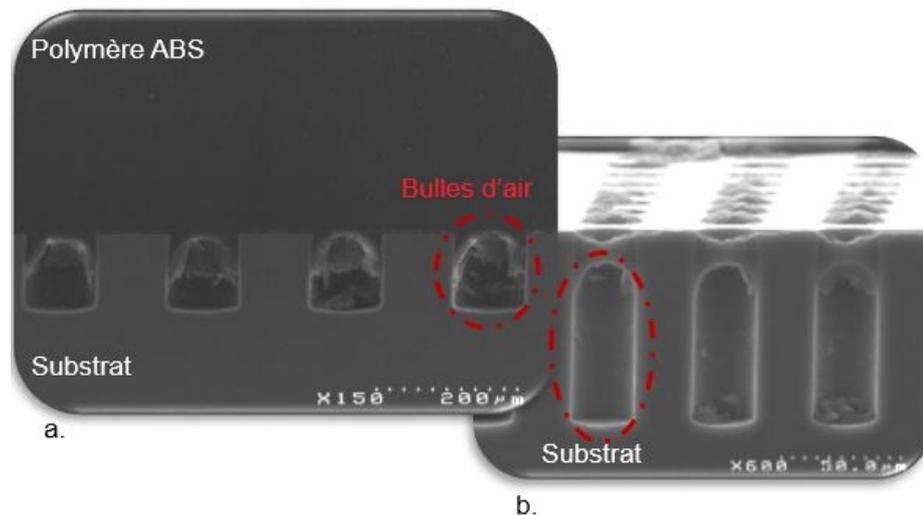


Figure 3 : Photographie MEB, vue en coupe de la texturation obtenue par gravure chimique ; a. Photo de l'interface ABS/ substrat avec des bulles d'air emprisonnées ; b. Photo du substrat sur lequel le polymère a été arraché

## 2. L'adhérence du polymère imprimé sur un substrat, finement maîtrisée

En premier lieu, nous avons caractérisé séparément les substrats et le polymère imprimé. Sur les substrats nous avons étudié la rugosité de surface, la morphologie des motifs de texturations ainsi que la mouillabilité de surface pour l'ABS (Acrylonitrile Butadiène Styrène). Puis nous avons caractérisé l'adhérence à l'aide de tests mécaniques (cisaillement), observations MEB (Microscope Electronique à Balayage), microscope acoustique, technique chimique (XPS (X-Ray Photoelectron Spectroscopy)).

### Résultats :

- Les caractérisations des substrats en mouillabilité, nous ont permis d'identifier l'importance de la chimie et rugosité de surface pour améliorer l'affinité entre le polymère et les substrats de silicium. Nous avons également constaté que l'ensemble des plaques étaient mouillables avec le polymère liquide et que celui-ci n'adhérait pas aux plaques sous sa forme liquide – non polymérisée.
- Les essais de cisaillement montrent une rupture adhésive entre les substrats de très faibles rugosités ( $R_q$  varie de 0.1 à 16 nm) et le polymère. Pour les substrats texturés nous obtenons une rupture cohésive dans le silicium, et une rupture dans le cube pour les substrats gravés (Figure 4.a).
- Nous observons une variation de la force à la rupture suivant la nature des dépôts. En effet, l'ABS a une adhérence plus forte sur les substrats ayant un dépôt Ti, TiN ou polyimide (Figure 4.b). Les espèces chimiques présentes dans le polymère interagissent avec ces dépôts.

- Les ancrages mécaniques créés permettent d'augmenter (minimum x3) la tenue mécanique en cisaillement (*Figure* ).
- Le comportement du polymère liquide sur les substrats, permet de proposer des règles de conception et des pistes d'optimisation afin d'augmenter l'aire de contact entre le polymère déposé et son substrat, et ainsi améliorer leur adhérence. La création d'une topographie de surface (ancrages) permet d'augmenter de manière significative l'aire de contact entre le polymère imprimé et le substrat. Couplé à un dépôt post-gravure adéquat (chimie de surface et affinité), la mouillabilité peut également être augmentée. Toutefois, cette topographie doit être conçue de manière à permettre un bon écoulement du polymère sans risque d'emprisonner de l'air au sein de cavités fermées. Les motifs gravés doivent donc être débouchant vers la périphérie du substrat et/ou de la zone à packager.

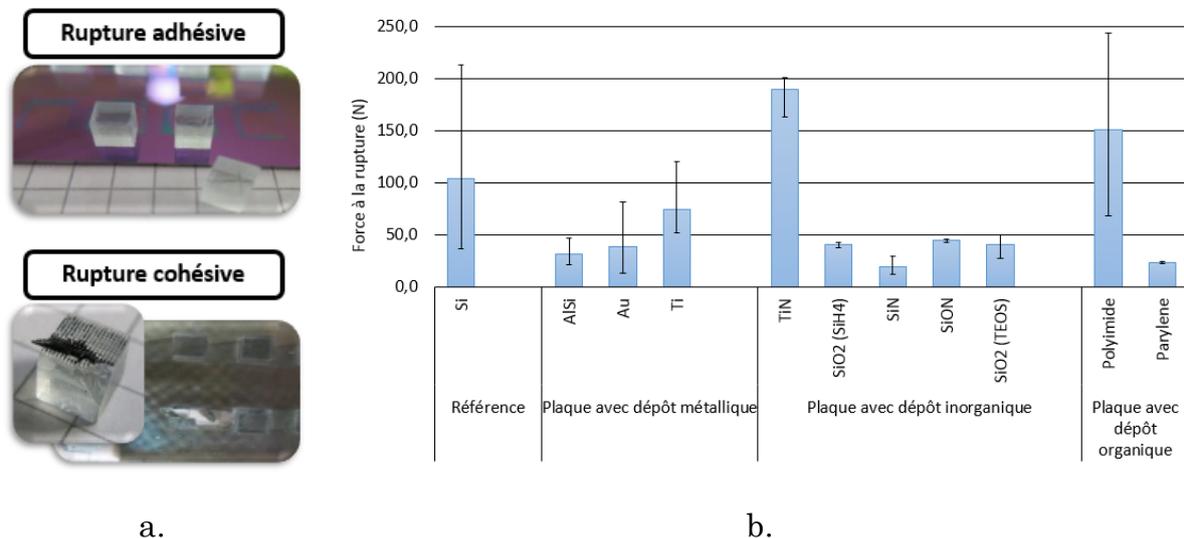


Figure 4 : a. Faciès de rupture de l'interface suivant la topographie de surface du substrat ; b. Force à la rupture obtenue lors des essais de cisaillement sur substrats de faible rugosité de surface avec dépôts de différents matériaux (les barres noires représentent les forces à la rupture minimales et maximales obtenues pour chaque dépôt)

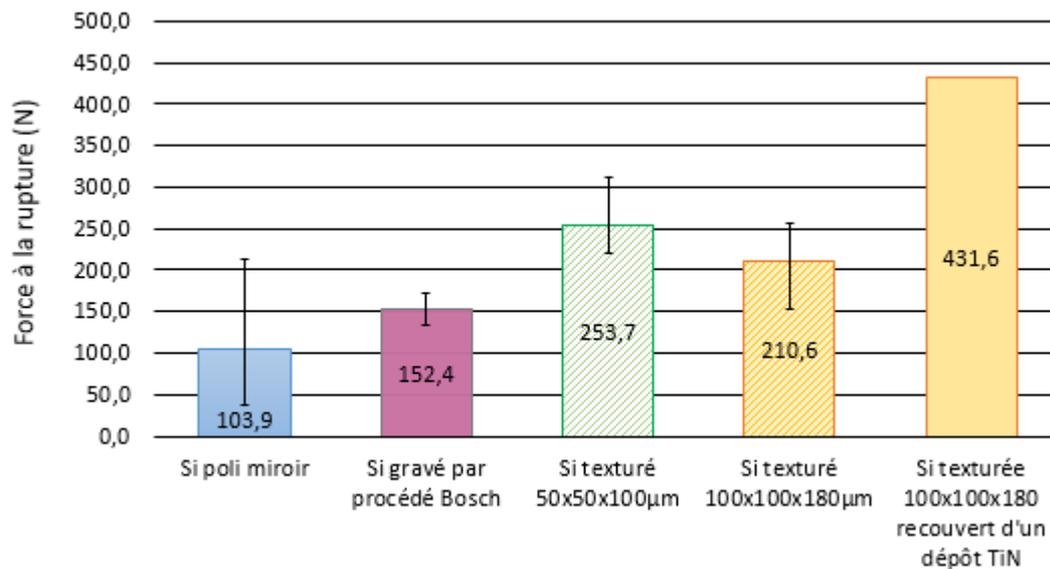


Figure 5 : Force à la rupture obtenue lors des essais de cisaillement réalisés sur des substrats Si plan (bulk), texturés mécaniquement, gravés par procédé Bosch, et texturés 100x100x180 sur lequel un dépôt TiN a été réalisé

### 3. Compatibilité entre impression 3D et packaging confirmée

Création d'un démonstrateur afin d'observer l'impact de l'étape d'encapsulation par impression 3D sur les composants encapsulés. Le démonstrateur est composé d'un substrat silicium sur lequel il est possible de reporter une puce « top ». Chaque puce et substrat sont composés de pistes électriques et sont reliées entre elles par des fils d'or (wire bonding) (Figure 6).

#### Résultats :

- Les composants ainsi que le câblage ne sont pas endommagés par l'encapsulation (Figure 7). La conductivité électrique des pistes n'est pas dégradée.
- Les boîtiers réalisés adhèrent au substrat
- Etude de vieillissement avec différentes conditions de stockage :
  - Sous lumière naturelle – aucune dégradation (électrique, mécanique, morphologique). Nous pouvons remarquer un jaunissement du polymère pour les échantillons exposés à la lumière. Les chaînes insaturées du polymère vont se dégrader sous l'effet des UV et de la température entraînant un brunissement du matériau.
  - En température (étuve programmée à 85°C sans contrôle d'humidité) – brunissement du polymère mais aucune dégradation électrique, mécanique et morphologique

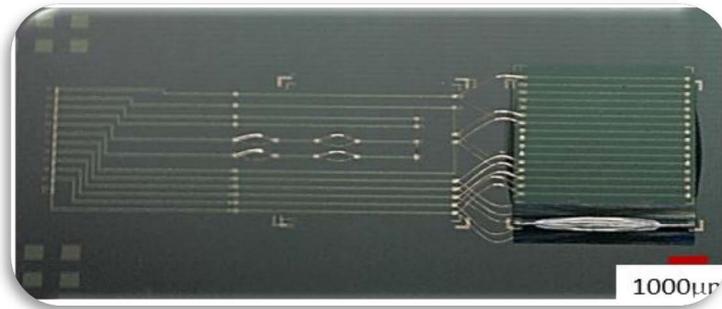


Figure 6 : Photographie d'un démonstrateur fonctionnel avant l'étape d'encapsulation



Figure 7 : Vue en coupe d'un démonstrateur fonctionnel encapsulé



# Chapitre I . Contexte et état de l'art

---

---

L'objectif de ce chapitre est de présenter le contexte et les principales notions nécessaires à la compréhension et à l'interprétation des résultats. Dans un premier temps, nous présentons les composants MEMS, très présents en microélectronique. Puis, les enjeux et besoins du packaging ainsi que les différentes techniques de réalisations sont introduits. Pour finir, les notions principales concernant la fabrication additive avec les différentes techniques sont présentées.

---

# Table des matières

<b>CHAPITRE I . CONTEXTE ET ETAT DE L'ART</b>	<b>23</b>
<b>I.1. Le packaging dans le domaine des composants</b>	<b>25</b>
I.1.1. Le domaine des MEMS	25
I.1.2. Le packaging en micro-électronique	27
I.1.3. Les différents procédés de packaging	31
I.1.3.1. Le packaging Glob Top	31
I.1.3.2. Le packaging par des résines « dam » et « fill »	32
I.1.3.3. Le packaging par molding par injection ou lamination	33
I.1.3.4. Le packaging par mise en boîtier	35
I.1.4. Le packaging appliqué aux MEMS	36
<b>I.2. Positionnement et objectifs de la thèse</b>	<b>38</b>
<b>I.3. La fabrication additive ou impression 3D</b>	<b>39</b>
I.3.1. Principes Généraux	39
I.3.2. Les différentes techniques de fabrication additive	41
I.3.2.1. Famille 1 : Polymérisation d'une résine sous l'action d'un laser	42
I.3.2.2. Famille 2 : Projection de gouttes de matériau	45
I.3.2.3. Projection d'un liant sur un substrat de type poudre	46
I.3.2.4. Famille 4 : Solidification de poudre sous l'action d'une source d'énergie de moyenne à forte puissance (laser ou faisceau d'électron)	47
I.3.2.5. Famille 5 : Projection de poudre (ou fusion de fil) dans un flux d'énergie (laser ou plasma)	49
I.3.2.6. Famille 6 : Fusion d'un fil au travers d'une buse chauffante (en général du fil plastique)	50
I.3.2.7. Assemblage de couches à partir de feuilles ou plaques découpées	51
<b>I.4. Notion d'adhérence</b>	<b>54</b>
Synthèse du chapitre	59

## I.1. Le packaging dans le domaine des composants

### I.1.1. Le domaine des MEMS

Les MEMS, pour Micro Electro Mechanical Systems en anglais, ou Systèmes Micro Electro Mécaniques, sont des composants micro et nanométriques qui incluent une fonction mécanique associée à une fonction électronique, optique, thermique ou électromagnétique (1). Ces technologies sont issues d'une évolution des circuits intégrés suite à une constante miniaturisation et amélioration des performances systèmes.

Le premier MEMS, un transistor MOS à grille résonante, fut créé en 1967 par H. Nathanson (2). Il inventa ainsi un micro système constitué d'un élément suspendu, permettant de moduler un courant électrique. En effet, le transistor fonctionne grâce à la grille, constituée de l'électrode suspendue, dont le mouvement mécanique module le courant drain-source (3). En fonctionnement, la grille va venir en contact avec la source et le drain, laissant passer le courant entre eux. En remontant (mécaniquement) la grille ouvre ce contact, ouvrant ainsi le circuit (4). La Figure I-1 représente le transistor MOS à grille résonante au repos (état « off » - circuit ouvert).

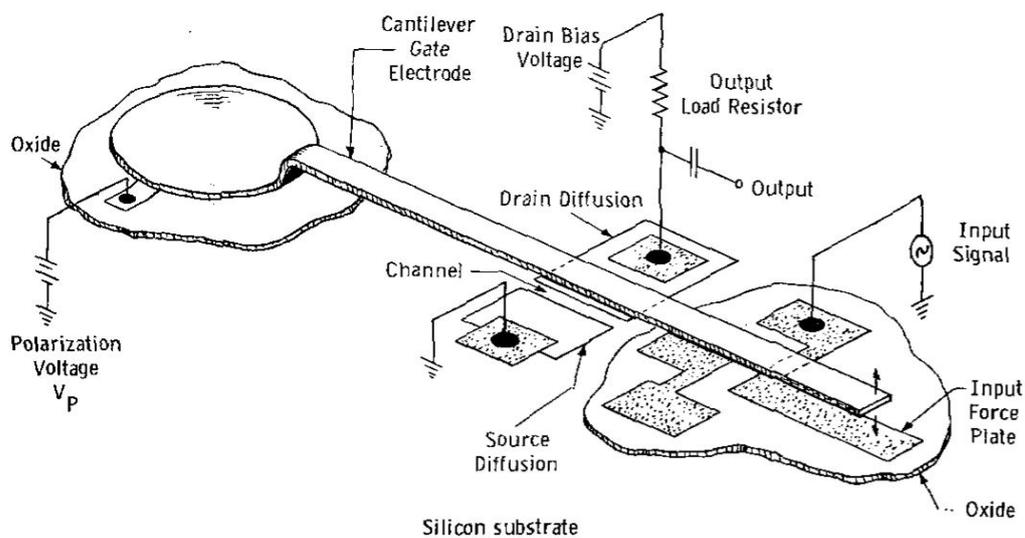


Figure I-1 : Le premier composant MEMS : le transistor à grille résonante (H.Nathanson, 1967)

Pour qu'un composant puisse être appelé MEMS, celui-ci doit regrouper trois caractéristiques. La dimension des principaux éléments mécaniques doit être comprise entre 1 mm et 1  $\mu\text{m}$ , et ceci dans au moins deux des directions de l'espace. Deuxièmement, les parties mécaniques et électroniques du composant doivent se situer dans un même boîtier. Enfin, le composant doit être produit avec les procédés standards utilisés pour la fabrication des circuits intégrés électroniques

(photolithographie, dépôt, gravure...). Par sa démocratisation, l'utilisation du terme MEMS est devenu plus large que cette définition englobant plusieurs catégories de microsystèmes (5).

Aujourd'hui, les capteurs MEMS sont produits en masse dans le monde entier et se retrouvent dans de nombreuses applications telles que les transports, les appareils électroniques grand public, les instruments médicaux.... De manière à pouvoir les classer, quatre grandes familles de MEMS ont été définies. Ainsi, comme le présente la Figure I-2 (6), on retrouve :

- Les micro-systèmes : capteurs et actionneurs pour l'électronique
- Les MOEMS : MEMS Optiques
- Les MEMS RF : développés pour les télécommunications
- Les BioMEMS : développés pour le secteur chimique, biologique et médical

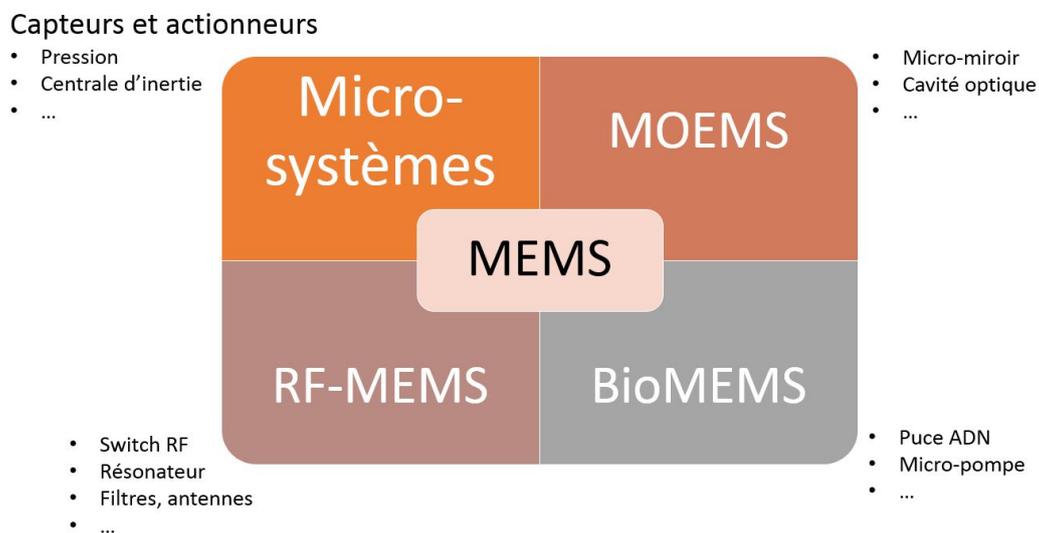


Figure I-2 : La famille des MEMS et ses différentes sous-catégories (Adaptée de (6))

Le fonctionnement des MEMS est basé sur la liberté de mouvement d'un élément du capteur (comme une structure mécanique libre telle qu'une poutre suspendue, etc.).

La structure interne des capteurs, de par la dimension des éléments et la finesse de la technologie, a besoin d'être protégée de l'environnement extérieur. C'est dans cet objectif que la notion de packaging / encapsulation prend tout son sens. En effet, afin de garantir le bon fonctionnement des composants, le packaging doit tenir compte de leur mode de sollicitation et de fonctionnement (mécanique, thermique, électrique, ...), ainsi que du profil de mission et des contraintes environnementales subies. Enfin, en fonction du type de MEMS et de son utilisation, des contraintes particulières de packaging peuvent être ajoutées telles

qu'un scellement hermétique ou une atmosphère contrôlée (vide, azote...) dans l'enceinte du MEMS.

### I.1.2. Le packaging en micro-électronique

Dans la langue française le mot *encapsulation* désigne une « opération permettant d'enrober un objet d'un revêtement destiné soit à modifier les propriétés des surfaces de l'objet enrobé, soit à protéger celui-ci contre les sollicitations extérieures » (7). L'encapsulation est, par l'intermédiaire de la mise « sous boîtier » d'un objet, le moyen de le contenir, de le protéger et parfois même de le modifier.

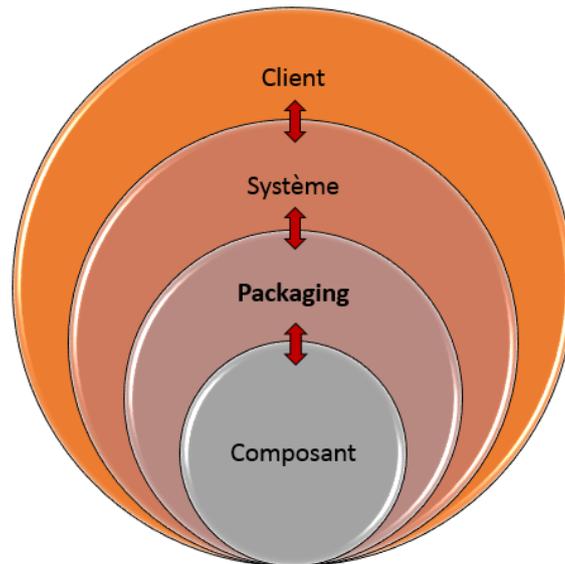
Il est possible de retrouver ce terme dans différents domaines tels que l'informatique où l'encapsulation signifie « cacher une information dans une autre », la pharmaceutique qui de manière plus courante signifie enfermer une substance dans une capsule, ou encore l'électronique et microélectronique où le mot encapsulation fait référence aux différentes techniques et processus de protection des composants et des circuits électroniques.

Dans la suite de notre étude, nous utiliserons le terme anglais couramment utilisé dans le domaine de la microélectronique « packaging » pour parler de l'encapsulation.

Dans le domaine de la microélectronique, le packaging est une étape clé et incontournable de la fabrication d'un système. En effet le rôle principal de ce dernier est d'assurer la protection et le bon fonctionnement du microsystème lors de son utilisation. Pour cela, la protection du microsystème, doit agir contre les sollicitations externes telles que les actions mécaniques (chocs, débris, poussières...), les risques électriques (électricité statique, courts circuits...) et les risques chimiques (humidité, salinité, acide/base...). Cette dernière assure également l'interconnexion entre le composant, et le système complet. D'autre part, pour certains microsystèmes comme les capteurs de pression, le packaging peut intégrer une interface avec l'environnement extérieur afin de permettre au capteur d'interagir avec celui-ci (8).

Le packaging est donc une étape importante et complexe qui prend en compte trois grandes familles d'interactions (Figure I-3):

- Interaction client/système : le cahier des charges du client (dans quel environnement va évoluer le système, quelles sont les fonctions à remplir, le niveau de performance...)
- Interaction packaging/système : règles de conception (assemblage, intégration système, réalisation, ...)
- Interaction composant/packaging : les contraintes d'encapsulation du composant (les contraintes supportées, quelles sont les entrées/sorties, la fonction (mesure de pression, accélération, rotation...))



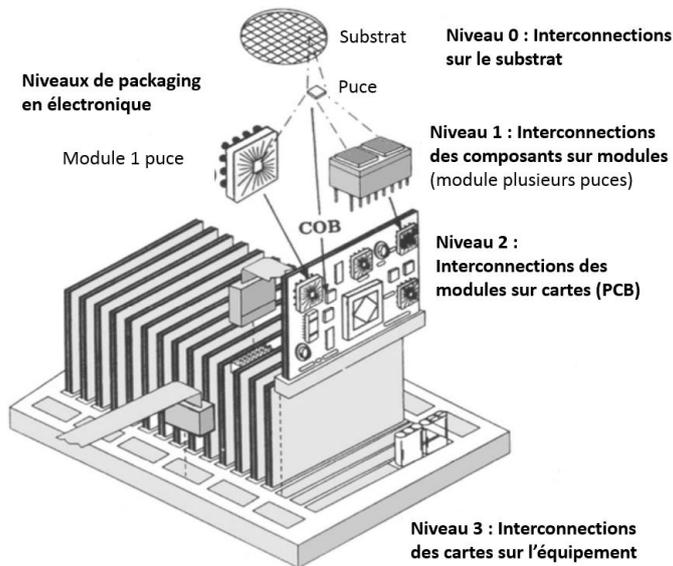
*Figure I-3 : Schéma représentant les interactions du packaging dans la chaîne de développement de produit*

Pour réaliser un packaging complet, différentes compétences techniques et scientifiques sont utilisées telles que :

- la thermo-mécanique (calcul des contraintes et dimensionnement du packaging)
- la microélectronique (procédés de fabrication, interaction composant/packaging)
- la physique-chimie (thermique, matériaux, électronique...),
- l'électricité (caractérisations)
- les méthodes (procédé d'assemblage et outillages associés, ...)
- la statistique (fiabilité)

En micro-électronique, le packaging est une étape cruciale. En effet, la conception d'un package fiable pour des circuits commercialisés représente souvent plus de la moitié du coût final des composants (3).

La Figure I-4 présente les différents niveaux de packaging rencontrés au sein d'un système électronique (9). En effet, il existe plusieurs niveaux de packaging, chacun jouant un rôle différent pour les composants. Cela commence par le niveau le plus bas (niveau 0), avec la fabrication des composants électroniques, puis les différents niveaux d'intégration et d'interconnexion utiles à la réalisation d'un système complet, disponible pour l'utilisateur. Entre ces deux extrêmes, les niveaux sont modulables et adaptables suivant le besoin de chaque système.



*Figure I-4 : Les différents niveaux de packaging sur une carte mère avec le niveau 0 : interconnexions sur le substrat ; niveau 1 : interconnexions des composants sur des modules ; niveau 2 : interconnexions des modules sur des cartes ; niveau 3 : interconnexions des cartes sur l'équipement (9)*

Selon le type d'application et de composants utilisés, le packaging doit respecter différentes conditions, sans dégrader les performances intrinsèques des composants (9)(10). Ainsi, lors de la conception d'un packaging, un grand nombre de paramètres et d'aspects techniques sont à considérer. Les principaux critères étudiés sont :

- L'herméticité ou l'étanchéité du packaging (à la vapeur d'eau, gaz...)
- La tenue chimique (environnement acide ou basique, salinité, rayonnements...)
- La température d'utilisation (amplitude thermique, température de fonctionnement, cyclage...)
- La tenue thermomécanique (résistance aux chocs et aux sollicitations mécaniques, résistances aux contraintes thermomécaniques...)
- La tenue électrique (puissance, conductivité, isolement, inductance...)
- La tenue en vieillissement (inter-diffusions métalliques, migrations, dégradation des polymères, oxydation...)

Une fois le packaging réalisé suivant le cahier des charges, le packaging sera soumis à des essais/tests démontrant qu'il respecte les conditions demandées. Dans le domaine de la microélectronique, ces essais ont été standardisés et détaillés dans les normes de l'organisme JEDEC.

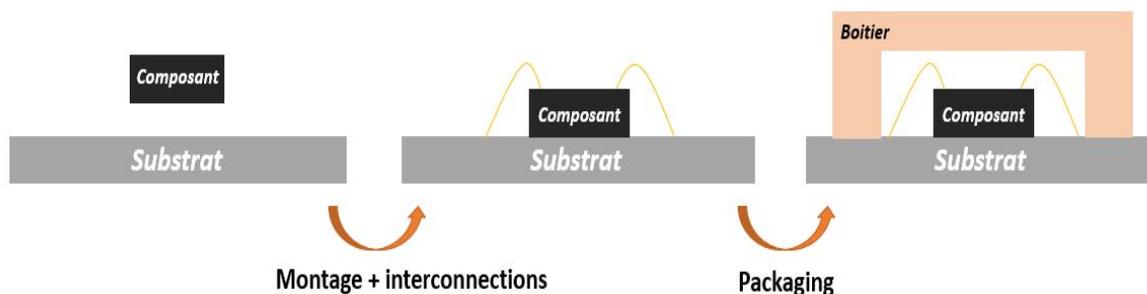
Maintenant, prenons l'exemple simple, mais concret, d'un packaging plastique (à base époxy), pour des capteurs utilisés dans le domaine de l'automobile

(11). Le packaging doit pouvoir répondre aux spécifications, du cahier des charges, suivantes :

- Tenue à l'humidité - absorption d'eau (10 jours @ 20°C) : < 0.5 %
- Tenue en température : -40°C, +120°C
- Tenue au claquage : 56.5 KV
- Tenue mécanique à la traction : 50 MPa
- Tenue mécanique en compression : 120 MPa
- Conductivité thermique : 0.91 W/m.K

Ainsi, les choix technologiques seront guidés par ces différentes caractéristiques recherchées, tous comme les moyens de caractérisation et d'évaluations de la fiabilité. Dans le cas d'applications en milieux sévères, ou dans des conditions particulières d'utilisation, ces contraintes pourront être renforcées, relâchées, et de nouvelles pourront être ajoutées.

Dans ces travaux, nous allons nous concentrer sur le premier niveau (niveau 1) de packaging : la création d'un boîtier de protection pour un composant électronique (avec ou sans son circuit de commande) comme l'illustre la Figure I-5. Pour notre étude, il est donc important de connaître les techniques de packaging couramment utilisées. De plus, nous avons utilisé des composants produits en grandes quantités sur des substrats semi-conducteur de silicium appelés « wafers » ou plaque. Ils sont ensuite découpés, montés, et interconnectés (par câblage ou brasage) sur un support d'interconnexion qui permet leur fonctionnement. Puis l'ensemble est encapsulé dans un boîtier adapté au système et à son utilisation.



*Figure I-5 : Schéma de principe des différentes étapes du premier niveau (niveau 1) de packaging ; La première étape consiste à assembler le substrat et les composants, ensuite vient l'interconnexion des composants sur le substrat pour finir avec le packaging du circuit*

La structure mobile présente dans les MEMS étant sensible à l'environnement extérieur, le packaging la protégeant doit être fiable. En fonction de l'application et du profil de mission supporté par les composants, les besoins de fiabilité peuvent varier de manière significative. Toutefois, en micro-électronique, les

problèmes de fiabilité sont principalement liés à la tenue en température des composants, à leur tenue au cyclage thermomécanique, ainsi qu'à l'humidité (3). En effet, sous l'action de la température, les contraintes thermomécaniques subies par un microsystème peuvent l'endommager de façon irréversible. La température de fonctionnement dépend donc des matériaux utilisés (coefficient de dilatation thermique, température de fusion) et de l'architecture du système (dimensions, hétérogénéités...). L'humidité quant à elle, peut détériorer les performances du composant en bloquant par collage la partie mobile. Ainsi les boîtiers sont généralement étanches, voire hermétiques (12).

Pour cela, il est important de faire la différence entre étanchéité et herméticité. Le principe d'étanchéité est relié à une espèce chimique prédéfinie et à son état de phase (liquide ou gazeux). C'est-à-dire qu'un packaging étanche peut être imperméable à l'eau liquide mais perméable à la vapeur. En revanche, le principe d'herméticité est d'être imperméable à toutes les espèces chimiques qu'importe leur état (liquides, gazeux, ...). Donc un packaging hermétique est étanche mais un packaging étanche n'est pas nécessairement hermétique (3).

L'herméticité du packaging permet également le maintien d'une atmosphère contrôlée garantissant le bon fonctionnement du microsystème. En effet, l'enceinte ainsi créée offre la possibilité d'isoler le microsystème dans une espèce gazeuse maîtrisée, ou de la placer sous vide.

### I.1.3. Les différents procédés de packaging

Les techniques de réalisation d'un packaging peuvent être différentes selon les protections et les spécificités voulues. En effet, le type de composants à encapsuler définit les contraintes appliquées au packaging. Pour répondre aux différents besoins, quatre procédés sont utilisés :

- Le « Glob top »
- Le « Dam and Fill »
- Le molding par injection ou lamination
- La mise en boîtier

#### I.1.3.1. Le packaging Glob Top

Le packaging « Glob Top » consiste à protéger un composant en le recouvrant de résine polymère. La résine est ensuite polymérisée à l'aide d'un traitement UV ou d'un recuit (four) suivant sa nature. Comme l'illustre la Figure I-6, la protection ainsi créée englobe l'ensemble du composant, ainsi que sa connectique. Le nom de cette technique : « Glob Top », est dû à la forme de goutte que prend la résine une fois déposée sur le composant.

Les résines utilisées sont des résines à base d'époxyde ou silicone. De plus, elles ont une forte thixotropie. Ce terme signifie que la résine est très visqueuse à l'état de repos mais s'écoule facilement en présence d'une agitation mécanique (13).

Les époxydes désignent une grande variété de prépolymères comportant un ou plusieurs motifs époxydiques. Après réaction de polycondensation (réticulation) avec un agent durcisseur, ils deviennent des polymères thermodurcis. De plus, ils possèdent de nombreuses propriétés : résistance aux divers agents chimiques, bonnes performances mécaniques (jusqu'à 100°C), stabilité dimensionnelle, ... (14).

Les résines silicones réticulent par polycondensation avec : soit un catalyseur (avec ou sans source de chaleur), soit de la chaleur. De plus, comme les résines époxydes, les silicones ont de nombreuses propriétés : tenue en température (supérieur à 150°C), tenue aux chocs thermiques, ... (15).

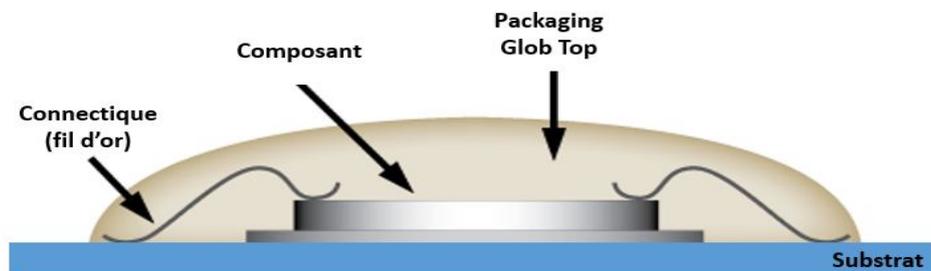


Figure I-6 : Packaging d'un composant réalisé avec la méthode Glob Top (adapté de (16))

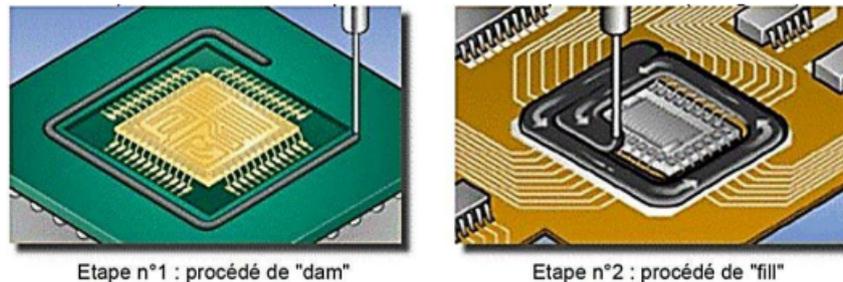
Cette technique de packaging réalisée pour les petites et grandes séries, est facile à mettre en œuvre et peu coûteuse. De plus, elle protège le composant mécaniquement (choc, vibration) et contre les contaminations (humidité, poussière, produit chimiques). Elle n'est cependant pas hermétique (17).

### I.1.3.2. Le packaging par des résines « dam » et « fill »

Cette technologie de packaging « dam and fill » a été développée dans les années 1960. Son nom « dam and fill » provient des différentes étapes de fabrication. En effet, pour la réalisation d'un boîtier par « dam and fill », deux étapes sont nécessaires. Comme le schématise la Figure I-7 chacune de ces étapes inclue une résine spécifique. La première étape, appelée « dam », utilise une résine visqueuse pour créer le contour du boîtier. La deuxième étape nommée « fill » utilise une deuxième résine plus fluide pour remplir l'intérieur de la cavité ainsi créée.

Les résines mises en œuvre sont à base d'époxyde ou de silicone. Elles sont directement déposées sur les composants afin de les protéger mécaniquement et

chimiquement de l'environnement extérieur. La première résine « dam » a une forte thixotropie. La deuxième résine « fill », a une faible viscosité qui permet un remplissage homogène et sans manque de la zone définie par le cordon « dam », préalablement réalisé. L'ensemble est ensuite placé dans une enceinte thermique, entre 100°C et 200°C, afin de polymériser les résines et figer la géométrie du package ainsi réalisé(12)(18).



*Figure I-7 : Procédé de packaging par des résines « dam » à l'étape 1 et résine « fill » à l'étape 2*

Sa facilité de mise en œuvre permet une encapsulation à bas coût mais son temps de fabrication, plutôt long, est plus adapté aux dispositifs réalisés en petites et moyennes séries.

### **I.1.3.3. Le packaging par molding par injection ou lamination**

Le packaging par enrobage (molding en anglais) est couramment utilisé en électronique pour la réalisation de package polymère. Il existe plusieurs techniques de packaging par molding dont deux principales : le molding par injection et celui par lamination.

Le molding par injection, détaillé Figure I-8, permet de réaliser un packaging moulé en injectant un polymère dans un moule contenant le composant. Une fois le polymère refroidi, le moule s'ouvre et le composant packagé est éjecté grâce à des pointes d'éjection. Le packaging ainsi réalisé est fini, prêt à l'emploi (19)(20). Les matériaux utilisés sont principalement des polymères, et plus particulièrement des thermoplastiques.

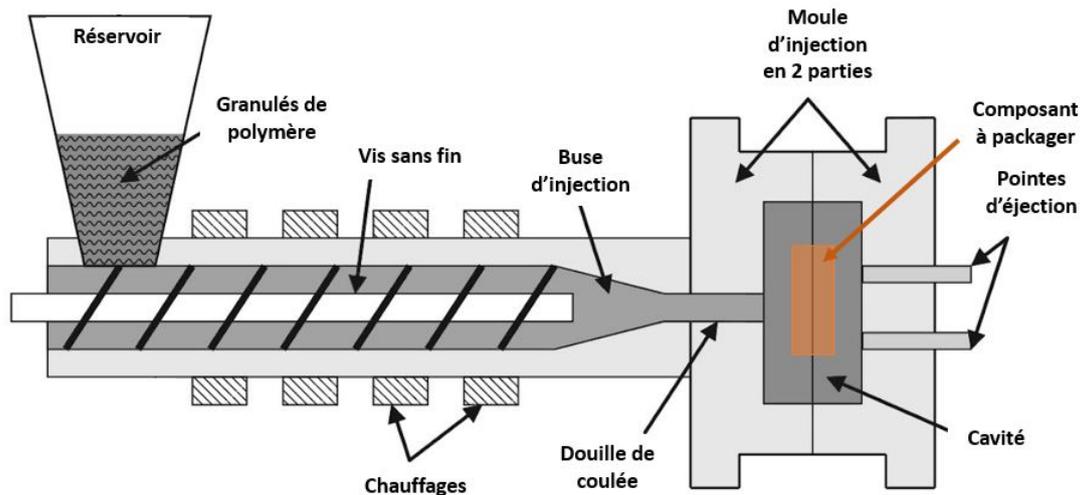


Figure I-8 : Schéma de principe du packaging par enrobage ou molding par injection (adapté de (21))

Le molding par lamination, présenté Figure I-9, permet de réaliser un packaging par lamination directe sur un substrat. Ce substrat, comportant plusieurs composants câblés, est inséré dans la partie inférieure de la presse. Puis, une couche de polymère encapsulant est déposée sur la plaque à packager. La partie supérieure du moule se positionne face au moule inférieur et applique sous vide, une force comprimant le polymère qui va s'écouler et englober les composants. Le film laminé vient se plaquer sur le polymère (époxy) encapsulant les composants terminant le boîtier. Pour finir, le moule s'ouvre et éjecte la plaque de composants packagés (22). Pour obtenir les composants individuels, la plaque est découpée.

Les matériaux utilisés pour l'ensemble des techniques de molding sont des polymères, et plus particulièrement des thermoplastiques.

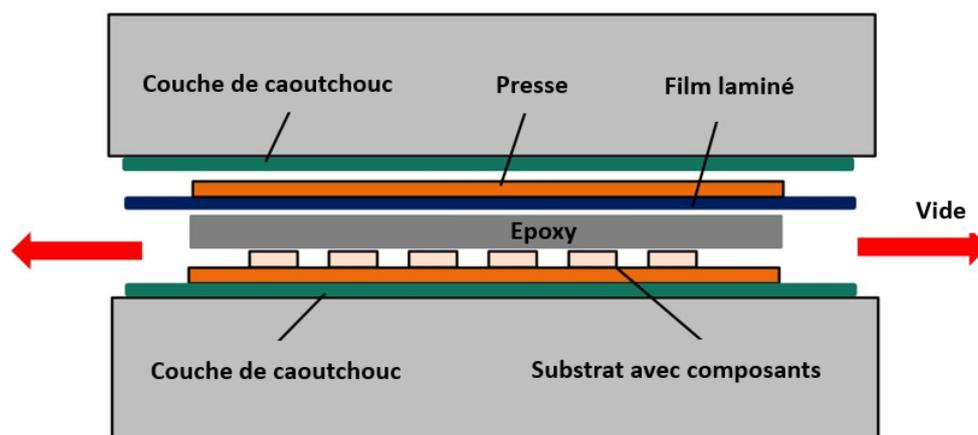


Figure I-9 : Schéma de principe d'un packaging réalisé avec un molding par lamination (adapté de (22))

Les avantages du packaging par molding sont une production de masse très rapide et peu coûteuse. Cependant, les composants à packager doivent être résistants à la pression dans le cas du molding par lamination et à la chaleur (environ 170°C). Elle est généralement utilisée pour encapsuler des circuits intégrés, des capacités, des condensateurs, qui ne présentent pas de partie mécanique mobile ou fragile.

#### I.1.3.4. Le packaging par mise en boîtier

Dans le cas du packaging par mise en boîtier, et comme l'illustre la figure I-10, le composant est directement placé et connecté à la partie inférieure du boîtier de protection. La partie supérieure est ensuite mise en place et assemblée à l'aide d'un procédé de brasage, d'un scellement eutectique, ou par thermocompression (23).

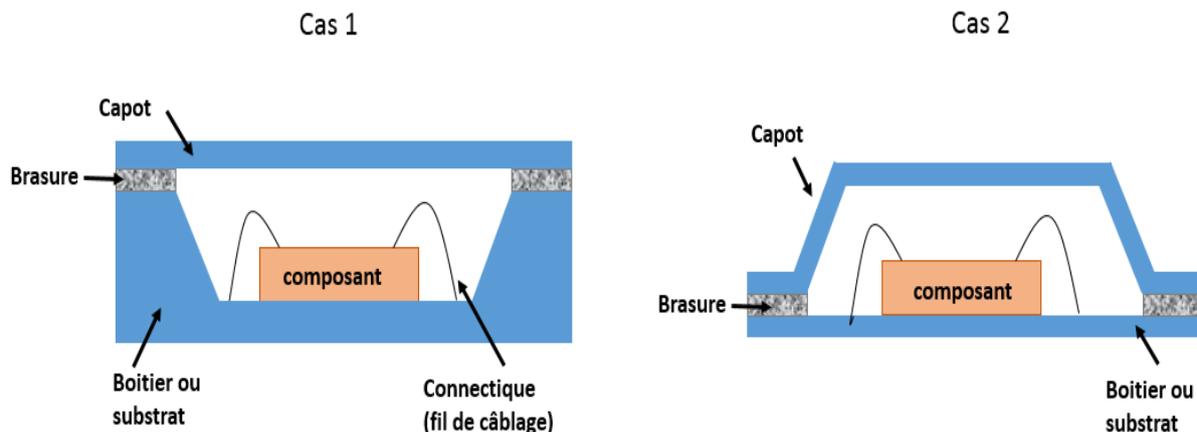


Figure I-10 : Schéma de principe d'un packaging par mise en boîtier

Les principaux matériaux de boîtier utilisés sont les céramiques ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiC}$ ...) et les métaux. Pour le brasage ou le scellement eutectique, des pâtes ou préformes à base d'étain ou d'or sont privilégiés, telles que  $\text{SnAg}$ ,  $\text{SnAgCu}$ ,  $\text{AuSn}$ ... (24)(25). Cette technique a donc une flexibilité sur les matériaux ainsi que les techniques de scellement. De plus, les boîtiers métalliques et céramiques sont généralement utilisés pour des applications en environnement sévères ou pour des besoins de performances.

Enfin, le packaging par la mise en boîtier permet de travailler avec des composants très variés sous atmosphère contrôlée. C'est une technique polyvalente, principalement utilisée pour les petites et moyennes séries en raison de son coût.

### I.1.4. Le packaging appliqué aux MEMS

Tout comme la majorité des composants électroniques, les MEMS nécessitent souvent un packaging leur permettant d'être intégrés dans le système complet, et de répondre au profil de mission de l'application. Le Tableau I-1 : récapitule les procédés de packaging utilisés. De plus, il est possible de classer les MEMS en deux catégories : ceux qui fonctionnent en enceinte fermée (accéléromètre, gyroscope,...) et ceux qui interagissent avec l'environnement extérieur (MEMS optique, capteurs de pression, capteurs de température,...) (26).

Suivant la catégorie de MEMS, les techniques de packaging utilisées vont être différentes. En effet, les MEMS de la première catégorie, fonctionnant en enceinte fermée, avec une protection de la partie mobile (protection silicium), peuvent être packagés avec les techniques de « Glob-Top », « Dam and Fill » et molding. En effet, l'ensemble de ces procédés isole le composant de son environnement extérieur.

Les solutions de packaging « Glob Top » permettent de réaliser des petites jusqu'aux grandes séries, tandis que le « dam and fill » s'utilise plutôt sur des petites séries. De plus, le package reste simple (packaging plein) et ne comporte pas de cavités ou géométries complexes. Ces techniques sont donc limitées aux MEMS fonctionnant en enceinte fermée, sous réserve de ne pas perturber le fonctionnement de la partie mobile (poutre vibrante...). Dans le cas du packaging par molding par injection, le package peut s'adapter aux composants grâce au moule d'injection du thermoplastique. En revanche, pour le molding obtenu par lamination, le composant doit être protégé afin de ne pas être détérioré au cours du procédé (polymère sous pression, température).

La seconde catégorie de MEMS nécessite un packaging plus polyvalent, comme la mise en boîtier. Cette technique est plus complexe à mettre en œuvre mais elle offre une flexibilité de géométrie et fonctionnalisation du boîtier permettant d'adapter le packaging (forme, matériaux) suivant le composant et ses fonctions. Sa polyvalence permet de couvrir le packaging d'une large gamme de capteur MEMS.

Techniques de packaging	« Glob Top »	« dam and fill »	Molding	Mise en boîtier
Matériaux boîtier	Polymères (époxy, silicone)	Polymères (époxy, silicone)	Polymères (thermo-plastiques)	Céramique, métaux
Étanchéité	Oui	Oui	Oui	Oui
Production	Petite - grande série	Petite / moyenne série	Grande série	Petite / moyenne série
Compatibilité avec les MEMS	MEMS boîtier silicium fonctionnant en enceinte fermée	MEMS boîtier silicium fonctionnant en enceinte fermée	Tous les MEMS (fonctionnant en enceinte fermée ou ouverte)	Tous les MEMS (fonctionnant en enceinte fermée ou ouverte)
Scellement	-	-	-	Brasure Thermocompression
Prix	Faible	Faible	Faible	Élevé

*Tableau I-1 : Récapitulatif et comparatif des techniques de packaging utilisées en microélectronique*

## I.2. Positionnement et objectifs de la thèse

Comme nous avons pu le voir précédemment, les procédés standards de packaging utilisés en microélectronique, et plus spécifiquement pour le packaging de MEMS, présentent des limitations en termes de rapidité de mise en œuvre, de flexibilité, et de coût. C'est pourquoi, avec l'amélioration de la précision et de la résolution des équipements observée ces dix dernières années, les procédés de fabrication additive, ou impression 3D, apparaissent comme pertinents pour répondre aux besoins de packaging en microélectronique. En effet, ils permettent de réaliser des petites ou très petites séries à bas coût, avec un temps de conception et de réalisation réduit. De plus, avec la grande flexibilité qu'offrent ces technologies d'impression 3D, il est possible de fabriquer des géométries complexes difficiles à réaliser à l'aide des procédés standard de fabrication (27). Ainsi, en microélectronique, ils peuvent permettre la réalisation de boîtiers ou packaging à géométrie complexe, offrant ainsi de nouvelles fonctionnalités aux systèmes.

Ainsi, la fabrication additive est tout particulièrement adaptée pour :

- Le prototypage rapide (validation d'un concept de packaging, protection des puces pour le transport...)
- Le packaging de composants sur étagère
- Le packaging de composants en petite série pour lesquels le coût de conception d'un outillage ou de développement de procédé ne se justifie pas
- Le packaging à géométrie complexe pour de la fonctionnalisation (composants RF, micro-fluidique, interconnexion...)

C'est pourquoi, l'objectif de ce travail exploratoire de thèse est de comprendre les mécanismes physico-chimiques mis en jeu lors de l'impression directe, par fabrication additive, d'un matériau polymère sur un substrat de microélectronique. Pour cela nous étudierons :

- Les mécanismes d'adhérence mis en jeu à l'interface entre une plaque de silicium et un boîtier imprimé en 3D (études expérimentales et numériques)
- L'impact du procédé de packaging par fabrication additive sur des composants actifs fonctionnels (composants simples, sans parties mobiles)
- Le vieillissement du packaging réalisé par fabrication additive

La compréhension de ces différents points permettra de proposer et d'orienter les futures recherches de packaging réalisées par fabrication additive. Avant de présenter dans le chapitre II les moyens expérimentaux et numériques mis en œuvre dans cette thèse, une introduction sur les techniques de fabrication additive et notions d'adhésion nécessaires à l'analyse des résultats est proposée ci-après.

## I.3.La fabrication additive ou impression 3D

### I.3.1.Principes Généraux

La fabrication additive (FA) communément appelée « impression 3D » est un concept qui regroupe plusieurs technologies permettant de fabriquer une pièce ou un système en 3 dimensions par ajout de matière. Contrairement aux méthodes soustractives plus usuelles (comme l'usinage), la fabrication additive permet de créer une pièce, tirée d'un fichier numérique, en déposant de la matière couche après couche.

Ces technologies permettent de s'affranchir des règles de construction classique, laissant ainsi la possibilité de réaliser des pièces aux géométries complexes, creuses, impossible à obtenir par usinage, ou des pièces assemblées et entièrement personnalisables. En effet, la fabrication additive permet d'obtenir des pièces uniques et en petites séries avec un faible investissement (temps, matière, machine, main d'œuvre). C'est donc naturellement, que ces procédés se développent dans de nombreux domaines, telles que les applications industrielles à haute valeur ajoutée (automobile, aérospatiale, ...), médicales (dentaire, prothèse, ...), artistiques (joaillerie, décoration, ...), mais aussi auprès du grand public (28).

Historiquement, la fabrication additive est un concept relativement nouveau par rapport aux méthodes soustractives, mais ce concept n'est pas aussi récent que le laisse penser « l'effet de mode » observé depuis le début des années 2000. En effet, les débuts de la fabrication additive datent des années 80, lorsqu'un américain, Chuck Hull, entreprend des recherches sur la technique de stéréolithographie (29). En 1984, le brevet du procédé de stéréolithographie est déposé, et l'entreprise 3D Systems est créée en 1986 (30)(31). D'un autre côté, le procédé appelé « Fused Deposition Modeling » (FDM) est breveté en 1989 par Scott et Lisa Crump (32) qui fondent la société Stratasys. Aujourd'hui encore, ces deux entreprises se positionnent comme leaders mondiaux dans le domaine. Petit à petit, la fabrication additive se démocratise aussi bien auprès du grand public, avec des machines à prix réduits, qu'auprès des industriels avec des équipements performants et offrant de nouvelles perspectives de fabrication.

#### ❖ Principe de fonctionnement :

Quel que soit le type de procédé et de technologie de fabrication additive utilisée, cinq étapes clés, présentées par la Figure I-11, doivent être suivies pour obtenir la pièce souhaitée (33) :

- La première étape est la modélisation 3D de l'objet. Pour créer une pièce ou un système virtuel en 3D, la conception assistée par ordinateur (CAO) ou la numérisation de pièce via un scanner 3D est utilisée.

- La seconde étape est la conversion du fichier CAO en un fichier identifiable par les imprimantes 3D. Le format le plus courant est :.STL (Stereolithography Tessellation Language). Il existe également d'autres formats tels que : .IGES (Initial Graphics Exchange Standard), .STEP (STandard for the Exchange of Product), etc.
- La troisième étape, appelée « tranchage » (*slicing*) permet de découper « numériquement » la pièce en plusieurs couches paramétrées et d'épaisseurs égales. Elles représentent virtuellement les couches de matière déposées par l'imprimante lors de la fabrication.
- La quatrième étape concerne la fabrication de la pièce. La pièce est construite couche par couche sur le plateau support de l'imprimante 3D. Le temps de fabrication varie suivant le procédé utilisé, la taille des pièces imprimées, la résolution et la complexité demandée (variations de quelques heures).
- La dernière étape regroupe les étapes de post-traitements après fabrication. En effet, le nettoyage des pièces obtenues par fabrication additive permet d'éliminer les imperfections liées aux procédés (résidu de matière, matériaux support, ...). Il peut être simple, avec un nettoyage manuel de la structure (enlèvement des résidus de poudre, ...) ; ou plus complexe, avec des nettoyages chimiques suivis de recuit et/ou polissage. Ces post-traitements sont à adapter en fonction du type de pièce, de son utilisation (rugosité de surface, surfaces fonctionnelles, ...) mais aussi en fonction du procédé d'impression utilisé.

L'ensemble de ces étapes constitue le procédé complet de fabrication additive permettant d'obtenir une pièce fonctionnelle.

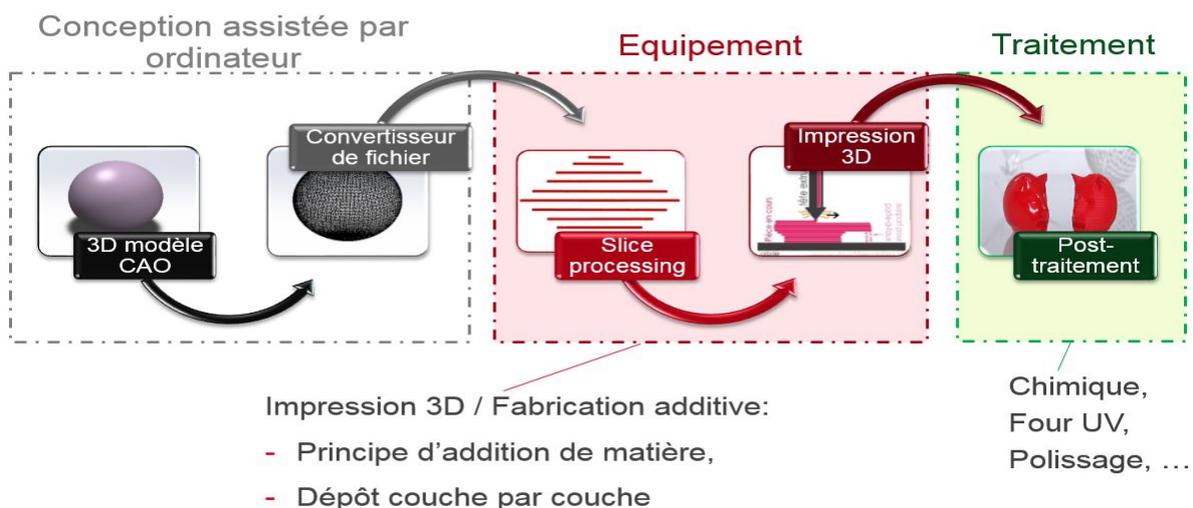


Figure I-11 : les cinq étapes clés de la fabrication additive (adaptée de (27))

La fabrication additive permet de réaliser des pièces aux géométries internes et externes complexes. Il est donc important de soutenir la matière aux endroits nécessaires afin d'éviter son effondrement. En effet, cela entrainerait des difficultés de réalisation, voire l'impossibilité de construire la pièce. Pour cela, un matériau support est intégré dans le processus de construction puis retiré lors des étapes de post-traitement. Il permet également d'assurer l'adhésion entre la pièce fabriquée et la plateforme support de la machine.

La conception de la pièce doit tenir compte des contraintes liées à l'ajout d'un matériau de support, suivant les caractéristiques attendues. En effet, si l'utilisateur veut créer une pièce avec une cavité, celui-ci doit concevoir une géométrie ne nécessitant pas de matériau support, ou intégrer une solution permettant d'évacuer le matériau support en post-traitement. Le support est défini lors de l'étape de tranchage (étape 3) du processus d'impression 3D et il est très souvent généré de façon automatique par le logiciel de l'imprimante afin de soutenir la structure à imprimer.

Suivant les machines d'impression, l'utilisateur peut avoir la main sur plusieurs des paramètres d'impression, dont notamment le matériau support, la mise en pause lors d'une fabrication, les trajectoires des buses ou des lasers, etc. Cela permet d'optimiser au mieux les caractéristiques de la pièce demandée.

En conclusion, si la fabrication additive offre de nouvelles possibilités pour produire des pièces aux géométries et caractéristiques nouvelles et à façon, il ne faut pas oublier qu'elle a, comme tous les moyens de production, des avantages et limitations liées au procédé et à la matière utilisée, qu'il ne faut pas négliger.

### I.3.2. Les différentes techniques de fabrication additive

De nombreux brevets étant maintenant dans le domaine public, la fabrication additive se retrouve en plein essor, entraînant la création de nouvelles techniques et l'amélioration de celles existantes. Aujourd'hui, il existe plus d'une quinzaine de procédés pour imprimer une pièce en trois dimensions. Afin de les répertorier, la littérature les a classé selon sept familles principales présentées ci-dessous (27)(34)(35) :

- Famille 1 : Polymérisation d'une résine sous l'action d'un laser
- Famille 2 : Projection de gouttes de matériau
- Famille 3 : Projection d'un liant sur un substrat de type poudre
- Famille 4 : Solidification de poudre sous l'action d'une source d'énergie de moyenne à forte puissance (laser ou faisceau d'électron)
- Famille 5 : Projection de poudre (ou fusion de fil) dans un flux d'énergie (laser ou plasma)
- Famille 6 : Fusion d'un fil au travers d'une buse chauffante (en général du fil plastique)
- Famille 7 : Assemblage de couches à partir de feuilles ou plaques découpées

Chaque famille regroupe plusieurs procédés. En effet, chacun d'entre eux comporte des avantages et des inconvénients permettant à l'utilisateur de choisir la méthode la plus adaptée à ses besoins (matériaux, temps de fabrication, dimension de la pièce, résolution, ...).

La Figure I-12 présente les principaux procédés actuellement sur le marché, et leur positionnement au sein des différentes familles.

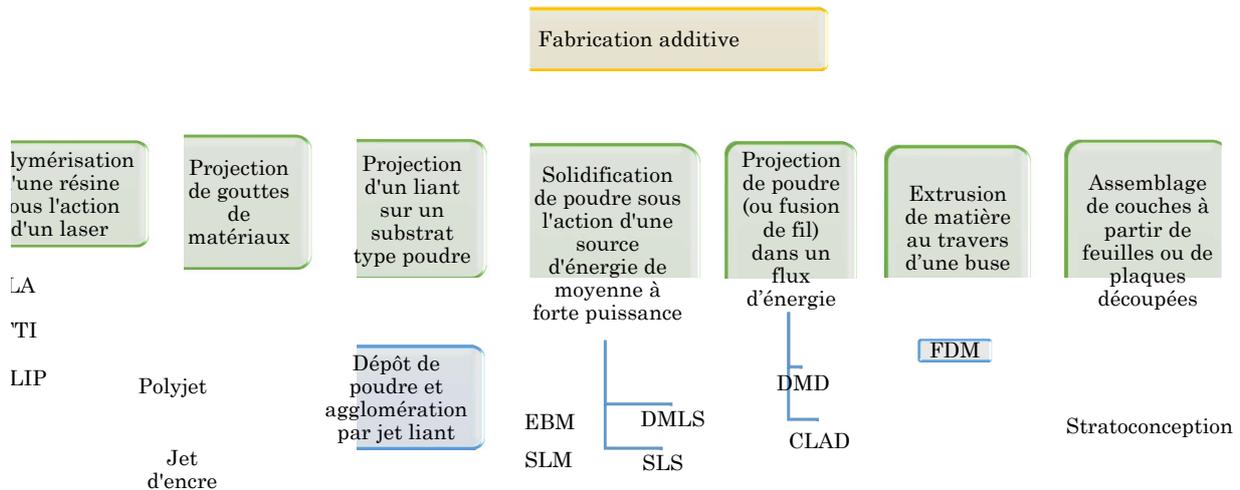


Figure I-12 : Diagramme hiérarchisé des différentes familles de la fabrication additive avec leurs procédés associés

### I.3.2.1. Famille 1 : Polymérisation d'une résine sous l'action d'un laser

Le principe de fonctionnement de la stéréolithographie permet de réaliser une pièce 3D en polymérisant une couche d'un matériau polymère grâce à une source Ultra-Violette (laser/ lampe) (36). La première couche polymérisée est une couche sacrificielle permettant de retirer la pièce de la plateforme une fois sa construction terminée. La Figure I-13 schématise le principe de fonctionnement.

Les matériaux compatibles avec cette technique sont les résines photopolymères, les cires et les polymères fortement chargés en particules céramique, métal, composites, biocompatibles.

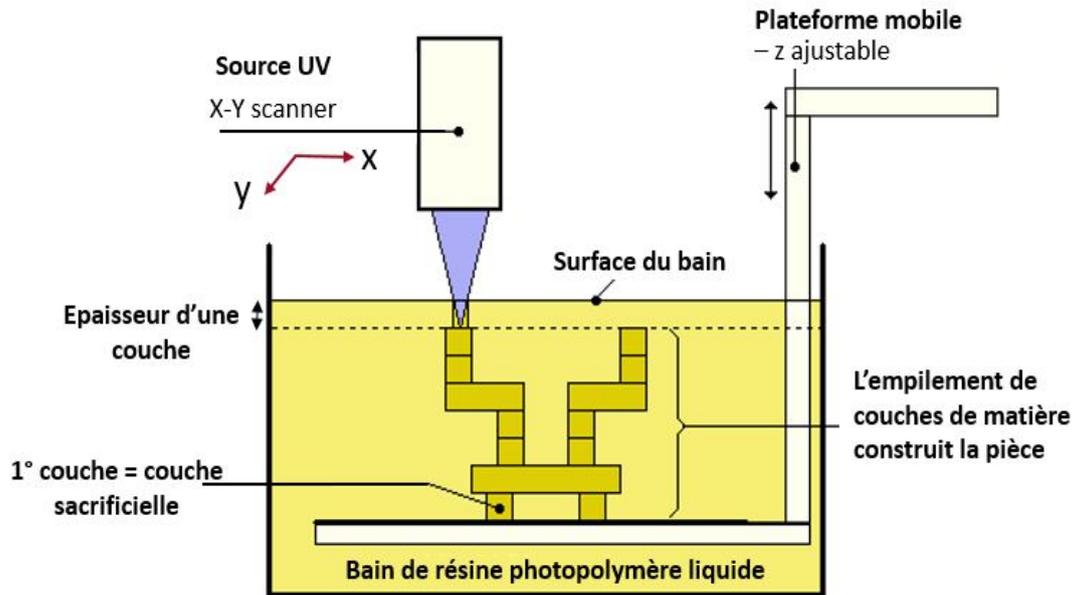


Figure I-13 : Schéma de principe du procédé de fabrication additive par stéréolithographie (adapté de (37))

La combinaison procédé/matériaux débouche sur des domaines d'applications tels que le médical (implant, substituts osseux...), la dentisterie, la bijouterie, la recherche (maquette d'écoulement sanguin...) et la mécanique.

Il existe plusieurs variantes du principe de stéréolithographie. Le Tableau I-2 les répertorie en précisant la résolution, les avantages et inconvénients de chaque variante.

Nom des techniques	Résolutions	Avantages	Inconvénients
<p>Stereolithography Apparatus</p> <p>SLA</p>	Épaisseur de couche 50 $\mu\text{m}$ ou 100 $\mu\text{m}$	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Précision</li> <li>- Reproductibilité</li> <li>-Technologie mature</li> <li>-Fabrication de grandes pièces possible</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Coût</li> <li>-Déformation possible avant recuit</li> <li>-Travail de finition (post process)</li> </ul>
<p>Stereolithography + Digital Light Processing</p> <p>DLP</p>	Épaisseur de couche 50 $\mu\text{m}$ ou 100 $\mu\text{m}$	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Précisions</li> <li>-Temps de fabrication (8s. Pour 1 couche de 100 <math>\mu\text{m}</math>)</li> <li>-Coût</li> <li>-Finitions</li> <li>-Choix des matériaux d'impression</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Déformation possible avant recuit</li> <li>-Besoins de systèmes adaptés (ventilation ..)</li> </ul>
<p>Film Transfer Imaging</p> <p>FTI</p>	Épaisseur de couche : 64 $\mu\text{m}$	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Vitesse (12,7 à 20,3 mm/h)</li> </ul>	
<p>Continuous Liquid Interface Production</p> <p>CLIP</p>	Épaisseur de couche comprise entre 1 $\mu\text{m}$ et 100 $\mu\text{m}$	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Temps de fabrication (500mm/h)</li> <li>-Qualité pièce</li> <li>-Conservation des propriétés de la matière initiale</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Le point focal du laser nécessite une profondeur de bain de 20 à 30 <math>\mu\text{m}</math> supplémentaire</li> </ul>

Tableau I-2 : Les différentes technologies d'impression 3D fonctionnant par polymérisation d'une résine sous l'action d'un faisceau ultra-violet (38) (39) (40)

### I.3.2.2. Famille 2 : Projection de gouttes de matériau

Les techniques de cette famille fonctionnent en projetant avec précision des gouttes de matières et en les polymérisant grâce à une source Ultra-Violette juste après dépôt. La Figure I-14 schématise le procédé d'impression utilisé.

Les matériaux utilisables pour ce procédé sont principalement des cires de modelages, des thermoplastiques (bas point de fusion), des photopolymères et de l'encre (pour le jet d'encre).

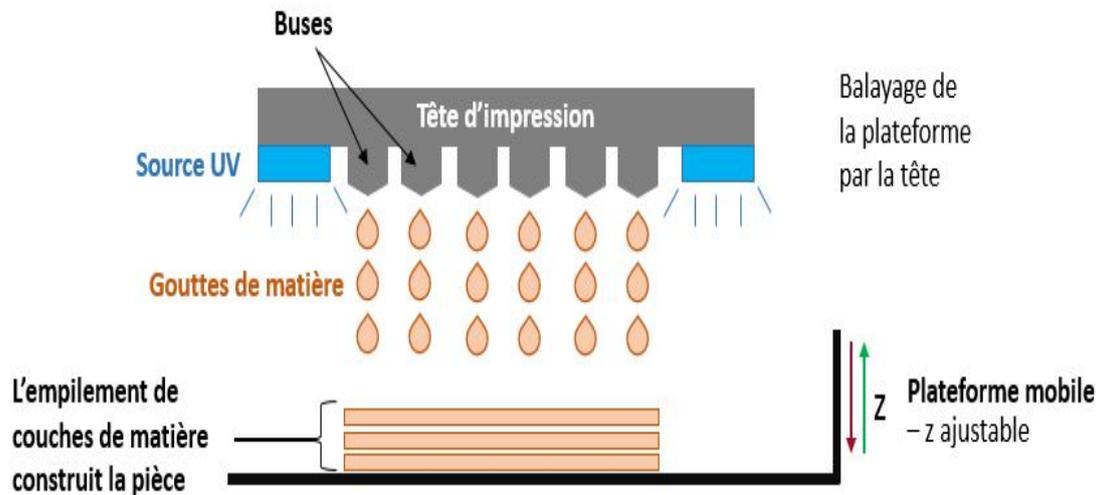


Figure I-14 : Schéma de principe décrivant le procédé d'impression 3D par projection de gouttes de matière

Ce procédé permet d'avoir une très bonne qualité de la pièce en raison de sa résolution et de sa précision (41)(42)(43). Par conséquent il est utilisé dans de nombreux domaines d'applications : médical, aérospatiale, arts créatifs, etc.

Le Tableau I-3 présente les variantes composant cette famille.

Nom des techniques	Résolutions	Avantages	Inconvénients
Technologie PolyJet	Épaisseur de couche comprise entre 16 $\mu\text{m}$ et 100 $\mu\text{m}$	-Résolution -Dépôt de différents polymères simultanément -Impression couleurs -Pas de post traitement	-Procédé lent
Technique à jet d'encre	Diamètre de buse entre 20 $\mu\text{m}$ et 80 $\mu\text{m}$	-Impression sur tous types de substrats -Pas de contact entre la buse et le substrat -Précis	-Manque de maîtrise du dépôt -Rhéologie des encres complexe à maîtriser

Tableau I-3 : Les différentes technologies d'impression 3D fonctionnant par projection de gouttes de matière polymérisées par faisceau ultra-violet (44)

### I.3.2.3. Projection d'un liant sur un substrat de type poudre

Le principe de fonctionnement de la famille 3 est une combinaison de la famille 2 (I.3.2.2) et de la famille 4 (I.3.2.4). Comme l'illustre la Figure I-15, une tête comportant plusieurs buses va venir déposer des gouttes de liant (coloré ou non) sur une couche de matériaux en poudre préalablement déposée par une racle. Le liant agglomère les grains de poudre qui vont se coller entre eux. La succession des couches de poudre liées entre-elles forme ainsi la pièce (45). Une fois la pièce terminée, un post-traitement est nécessaire. La poudre non utilisée lors de l'impression est évacuée puis une infiltration de durcisseur est réalisée dans la pièce afin de la consolider et supprimer le toucher granuleux.

Les matériaux utilisables sont des composites divers (plâtre, simili-plastique, élastomère, céramique, composite, cellulose), des alliages acier, inox, bronze, tungstène, sable, plastique, cire, etc.

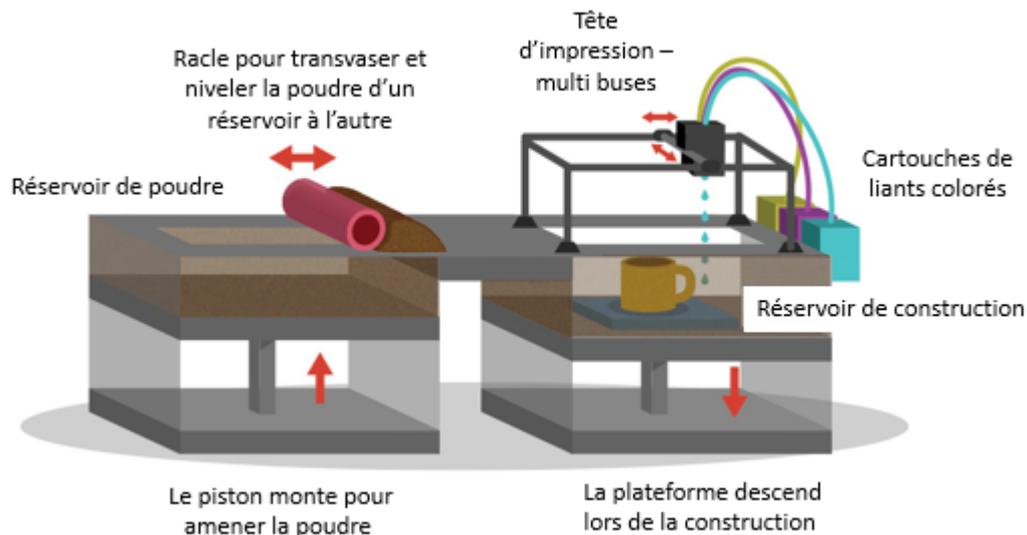


Figure I-15 : Schéma de principe d'une imprimante 3D utilisant la technique de projection d'un liant sur un substrat de type poudre (adapté de (46))

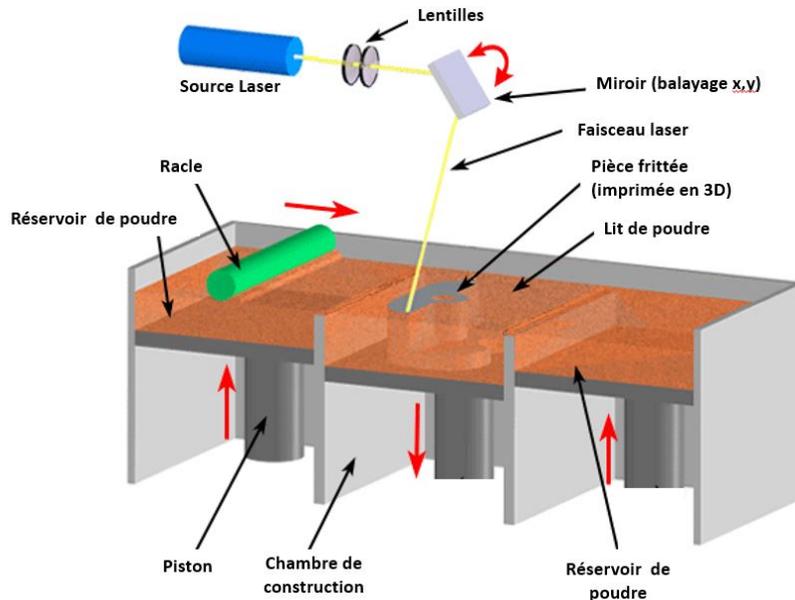
Avec les caractéristiques de ce procédé, nous pouvons le retrouver dans des domaines d'applications utilisant la fonderie comme l'automobile, aéronautique, les machines-outils et l'ingénierie (47).

Cette technique permet d'obtenir une épaisseur de couche minimum de  $50\mu\text{m}$  avec un large choix de matériaux. Les pièces obtenues peuvent également être colorées. Cependant ce procédé nécessite un post-traitement conséquent (nettoyage de l'excédent de poudre, infiltration durcisseur, etc.) augmentant ainsi le temps total de fabrication.

#### I.3.2.4.Famille 4 : Solidification de poudre sous l'action d'une source d'énergie de moyenne à forte puissance (laser ou faisceau d'électron)

La réalisation de la pièce, illustrée Figure I-16, s'effectue par le balayage d'un faisceau laser pour le (SL) ou d'un faisceau d'électron (EBM) qui reproduit sur le lit de poudre (couche en cours de réalisation) la forme de la pièce voulue. Sur son passage le laser fait fondre la poudre créant un cordon qui se superpose au précédent. Entre chaque passage du laser, une racle étale la poudre (48)(49)(50). A la fin du processus, la pièce ne doit pas être sortie immédiatement car l'ensemble (pièce et poudre non utilisée) doit refroidir lentement afin d'éviter les chocs/contraintes thermiques. Pour l'étape de post-traitement, la pièce est retirée de la chambre de construction puis nettoyée afin d'enlever les résidus de poudre non utilisée. Ensuite, il est possible de réaliser une infiltration afin de diminuer les porosités de la pièce et/ou d'augmenter les propriétés mécaniques.

Les matériaux de fabrication utilisés sont des poudres métalliques, polymères, céramiques ou composites.



*Figure I-16 : Schéma de principe d'une imprimante 3D SLS fonctionnant par solidification de poudre sous l'action d'une source d'énergie de moyenne à forte puissance (51)*

Ces techniques peuvent être utilisées dans le domaine médical, (implants, prothèses), la fabrication de petites pièces plastiques (clip, éléments de maintien), ainsi que pour la fabrication de pièces métalliques fortement contraintes.

La famille 4 se décompose en deux grandes techniques, reprises dans le Tableau I-4. La première est le frittage laser sélectif polymère (SLS), ou métallique (SLM), et la seconde le procédé EBM (Electric Beam Melting).

Nom des techniques	Résolutions	Avantages	Inconvénients
Frittage laser	Épaisseur minimum de couche : 50 $\mu\text{m}$ (SLM)  Épaisseur minimum de couche : 100 $\mu\text{m}$ (SLS)	-Choix des matériaux  -Propriétés mécaniques des pièces	-Coût
Procédé E-Beam Electric Beam Melting  EBM	Épaisseur minimum des couches : 50 $\mu\text{m}$	-Qualité  -Rapide  -Contrôle de la matière (porosité, densité, microstructure)	-Coût  -Conditions opératoires difficiles

*Tableau I-4 : Les différentes technologies d'impression 3D fonctionnant par solidification de poudre sous l'action d'une source d'énergie de moyenne à forte puissance (52) (53)*

### I.3.2.5.Famille 5 : Projection de poudre (ou fusion de fil) dans un flux d'énergie (laser ou plasma)

Cette famille contient une seule technique couramment appelé Construction Laser Additive Directe (CLAD) ou suivant le terme anglais : Direct Energy Deposition (DED).

Cette technique consiste à faire fondre des poudres métalliques à l'aide d'un laser. Comme l'illustre la Figure I-17, la poudre est injectée dans le faisceau laser grâce à une buse avec une sortie annulaire conique. La poudre se place dans le faisceau du rayon laser (précis et focalisé) créant un cordon de formes et dimensions souhaitées (54)(55). Les dimensions des cordons peuvent varier en largeur (300  $\mu\text{m}$  à plusieurs millimètres) et en hauteur (150  $\mu\text{m}$  à 1 mm).

Les poudres utilisées par cette technique de fabrication additive sont des poudres métalliques (alliages, acier, chrome ...).

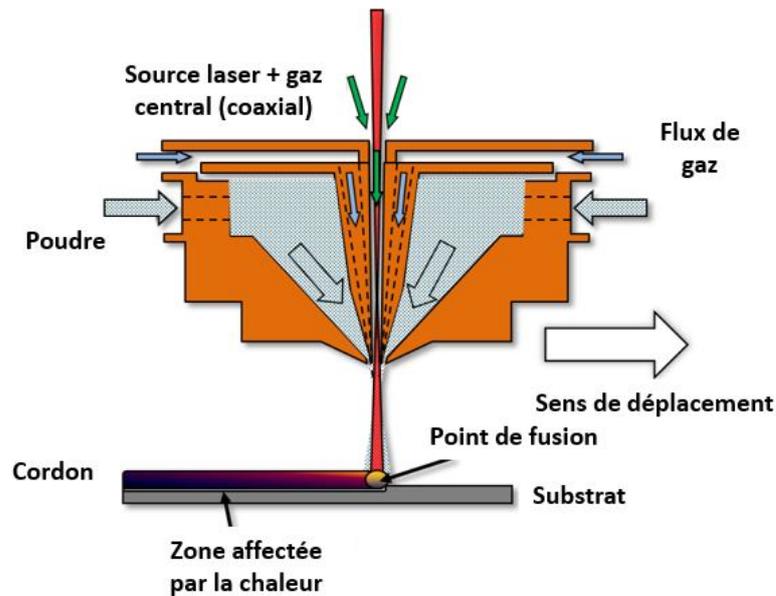


Figure I-17 : Schéma de principe de la technologie CLAD ou DED (adapté de (56))

Cette technique est généralement utilisée pour la réparation de pièce ou la fabrication pour des pièces de grandes dimensions. Ses domaines d'applications sont la mécanique, l'aéronautique, l'automobile, etc.

Si ce procédé est rapide (de l'ordre de quelques dizaines de  $\text{cm}^3/\text{h}$  jusqu'à  $200 \text{ cm}^3/\text{h}$ ), la maîtrise du laser et du flux de poudre reste complexe. De plus, il nécessite un post-traitement assez lourd. La pièce doit être reprise par usinage pour les finitions et les surfaces fonctionnelles (ou il convient de rajouter une surépaisseur durant l'impression afin de ne pas être en dessous des côtes après l'usinage). Les surfaces non fonctionnelles sont généralement sablées ou polies afin d'avoir un meilleur rendu final.

### I.3.2.6.Famille 6 : Fusion d'un fil au travers d'une buse chauffante (en général du fil plastique)

Le procédé le plus connu du grand public, appelé fil fondu ou Fused Deposition Modeling (FDM) est un procédé d'impression 3D rapide et bon marché.

Comme le schématise la Figure I-18, une bobine délivre un fil de matière plastique (diamètre 1.5 à 2 mm) à travers une buse d'extrusion venant chauffer le fil et le comprimer afin de produire un écoulement constant de matière visqueuse. La buse vient réaliser la pièce en se déplaçant sur un support couche par couche (épaisseur d'une couche de  $100 \mu\text{m}$  à  $300 \mu\text{m}$ ). La matière se refroidit et durcit immédiatement au contact de la couche précédente se liant à elle (57).

Les matériaux utilisés sont principalement des polymères (ABS, PLA, ...), de la cire, du verre mais il est de plus en plus courant de trouver ce type

d'impression dans l'alimentaire (chocolat, pâte à sucre, ...) ou le bâtiment (impression de béton).

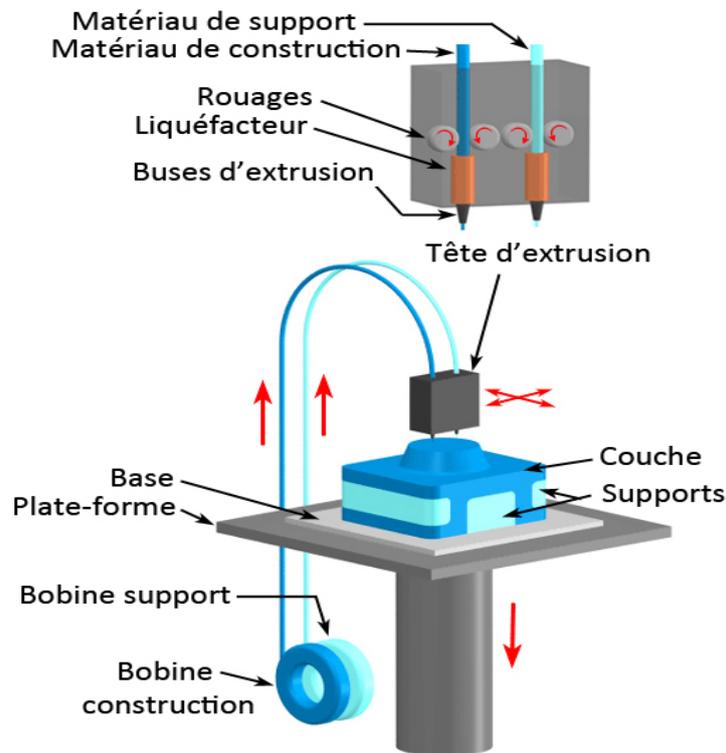


Figure I-18 : Schéma de principe du procédé d'impression de fil fondu (FDM) (58)

La partie claire de la pièce dans la Figure I-18 représente le matériau support nécessaire pour maintenir la matière en porte à faux comme expliqué au début du paragraphe I.3.

Cette technique est utilisée en ingénierie (fabrication prototype, pièces fonctionnelles avec de faibles ou moyennes contraintes mécaniques et/ou thermiques), chez les particuliers (objet personnel), dans le domaine artistique, l'alimentaire, etc.

Les avantages principaux de la FDM sont : son coût (faible depuis sa démocratisation), sa simplicité d'utilisation et sa vitesse d'impression. Cependant elle réalise des pièces aux surfaces rugueuses et poreuses.

### I.3.2.7. Assemblage de couches à partir de feuilles ou plaques découpées

La dernière famille, se base sur l'assemblage et la découpe de feuilles ou plaques. Ces techniques fonctionnent par une succession de séquence d'empilement – découpe. La machine dépose une feuille ou une plaque de matière puis découpe à l'intérieur, une forme définie par CAO et ainsi de suite jusqu'à ce que la pièce soit terminée (59)(60). L'utilisateur doit ensuite enlever la pièce de

l'empilement. La découpe de la feuille ou de la plaque peut se faire de plusieurs façons suivant le matériau et l'épaisseur. Il est possible de découper au laser, au cutter, au jet d'eau, etc. Tous les types de plaques ou feuilles peuvent être utilisés laissant un large choix de matériaux.

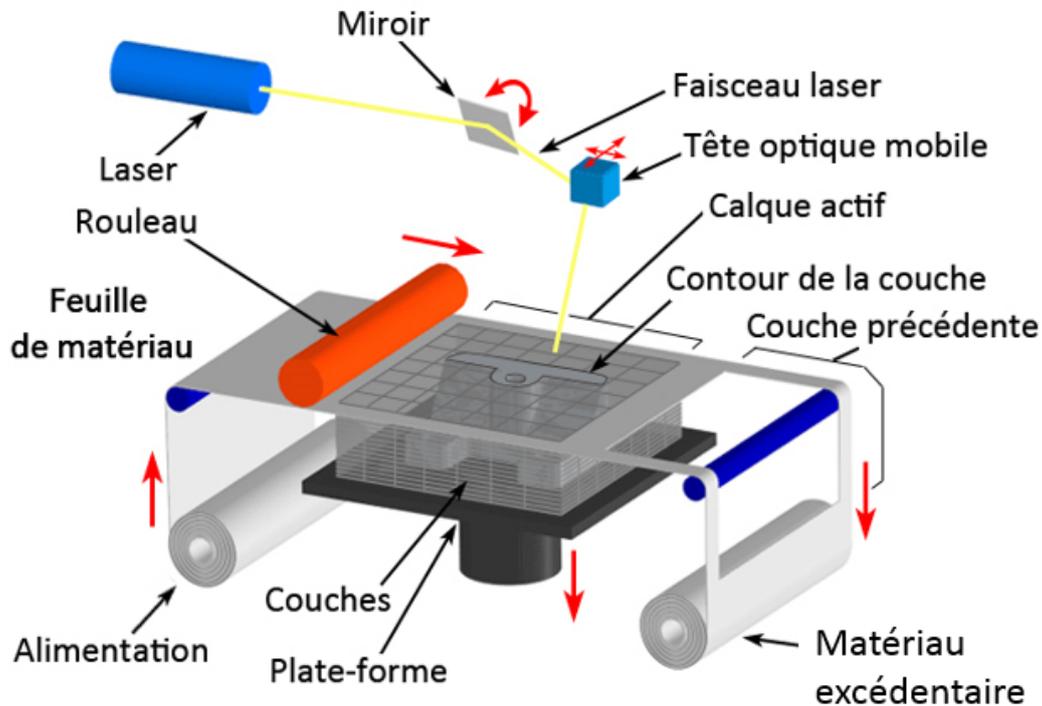


Figure I-19 : Schéma de principe de la technique de fabrication additive par assemblage de feuilles (61)

L'utilisation de ces procédés est principalement dédiée à la réalisation de prototypes, de modèles et outillages pour la fonderie et la plasturgie.

La famille 7 se compose de deux techniques très similaires, la stratoconception et la technique de Laminated Object Manufacturing (LOM) récapitulées dans le Tableau I-5. La différence entre ces deux techniques se situe dans l'assemblage de la pièce. En LOM, les feuilles sont encollées et empilées jusqu'à l'obtention de la pièce finale. En stratoconception, la pièce est créée à l'aide de couches micro-usinées séparément puis assemblée à l'aide d'inserts ou de vis.

Nom des techniques	Résolutions	Avantages	Inconvénients
Laminated object Manufacturing  LOM	Épaisseur minimum de couche : La feuille	-Coût -Choix des matériaux -Robuste -Couleur	-Extraction de la pièce  -Pièces complexes ou creuses difficiles à réaliser
Stratoconception	Épaisseur minimum de couche : la plaque	-Coût -Choix des matériaux -Rapide -Précision -Couleur	-Pas entièrement automatisé

*Tableau I-5 : Les différentes technologies d'impression 3D fonctionnant par empilement de plaques de matières (62) (63)*

## I.4. Notion d'adhérence

Un des axes principaux de notre étude étant l'adhérence d'un polymère imprimé sur un substrat, il est important d'en rappeler quelques notions (64).

Tout d'abord la distinction entre les termes « adhésion » et « adhérence ». Comme le décrit Charlène Lambaré (65), le terme d'adhésion désigne l'ensemble des interactions physiques et/ou chimiques qui ont lieu à l'interface de deux surfaces mises en contact. Le terme adhérence représente l'ensemble des forces ou énergies nécessaires pour séparer deux corps via des essais mécaniques. La notion d'adhérence prend en compte les forces d'adhésions ainsi que l'ensemble des dissipations énergétiques présentes dans les matériaux de l'assemblage. La Figure I-20 schématise la différence entre les deux termes.

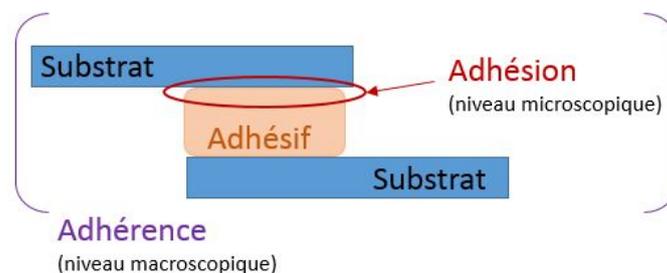


Figure I-20 : Schéma d'un assemblage par collage expliquant la zone d'adhésion et celle d'adhérence (adaptée de (66))

Une étude de A.J. Kinloch montre que l'adhésion entre deux surfaces dépend de plusieurs mécanismes dont deux principaux : l'ancrage mécanique et la thermodynamique (67). Comme nous le verrons ci-après, le mécanisme d'ancrage concerne plus particulièrement l'état de surface de la matière (la topographie de surface, avec l'aire réelle de contact et l'ancrage mécanique), alors que la thermodynamique concerne l'énergie de surface.

Comme nous l'avons vu précédemment, l'adhésion est liée à la zone de contact de deux surfaces. Afin d'étendre cette zone, il est possible d'augmenter l'aire de contact en jouant sur la topographie de surface (création de rugosité, motifs, etc.). L'aire réelle de contact dépend ensuite de la capacité de la matière à épouser plus ou moins parfaitement la surface. En effet, les aspérités présentes en surface vont créer de petites encoches permettant à la matière de s'amarrer plus facilement. Nous pouvons le schématiser selon la Figure I-21.

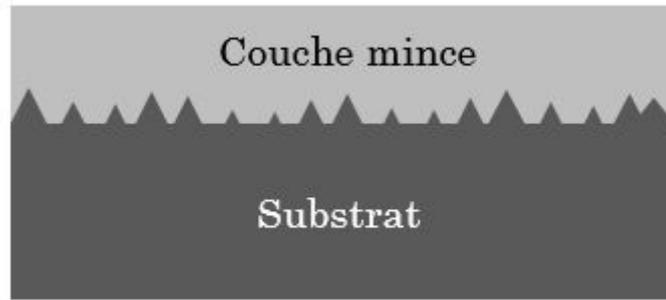


Figure I-21 : Schématisation de l'ancrage mécanique

De son côté, l'énergie de surface peut être reliée à la mouillabilité. La mouillabilité de surface caractérise la facilité avec laquelle une goutte de liquide s'étale sur une surface solide, comme l'illustre la Figure I-22 . Par convention la limite d'angle de goutte de  $90^\circ$  décrit une surface mouillable si  $\Theta < 90^\circ$  et une surface non mouillable si  $\Theta > 90^\circ$  (68).

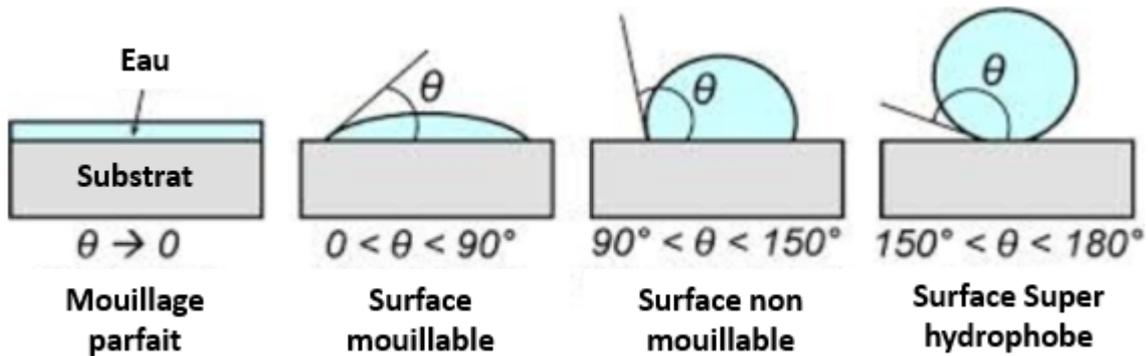
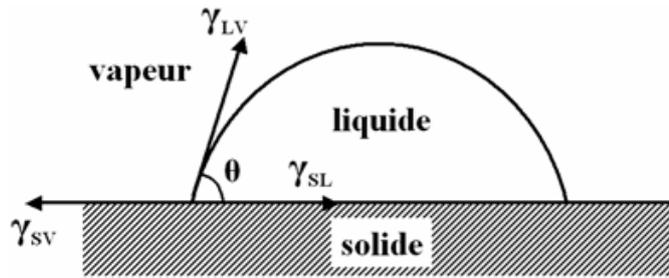


Figure I-22 : Schéma de principe de la mouillabilité d'une surface selon l'angle de goutte

Elle repose sur la compréhension des interactions qui s'établissent entre le liquide et la surface de mouillage. Comme le représente la Figure I-23, elle est caractérisée par la mesure de l'angle de contact ( $\theta$ ) entre un liquide et un solide. Cet angle dépend de trois tensions interfaciales : solide-liquide, solide-vapeur, et liquide-vapeur dont l'équilibre est décrit par l'Équation I-1 (64):

$$\cos \theta = \frac{\gamma_{SV} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LV}}$$

Équation I-1: Equation de Young-Dupré



Tensions  
interfaciales :

$\gamma_{LV}$  : liquide-vapeur

$\gamma_{SL}$  : solide-liquide

$\gamma_{SV}$  : solide-vapeur

Figure I-23 : Forces appliquées sur une goutte posée sur un support solide (64)

Différents phénomènes tels que : l'augmentation de la surface réelle de contact (rugosité, structuration), et la nature chimique de surface peuvent influencer ou modifier la mouillabilité de surface d'un matériau (69).

Notons que la relation de Young-Dupré est utilisée pour des surfaces lisses, sans rugosité. Ainsi, la valeur de l'angle de contact ne dépend que de la composition chimique du matériau. Pour les surfaces rugueuses et hétérogènes (une surface texturée peut être considérée comme chimiquement hétérogène (70)), la relation de Young-Dupré (Équation I-1) régissant l'équilibre des trois tensions interfaciales solide-liquide, solide-vapeur et liquide-vapeur évolue suivant deux principaux modèles. Ces deux modèles illustrés sur la Figure I-24 sont le modèle de Wenzel et le modèle de Cassie-Baxter.

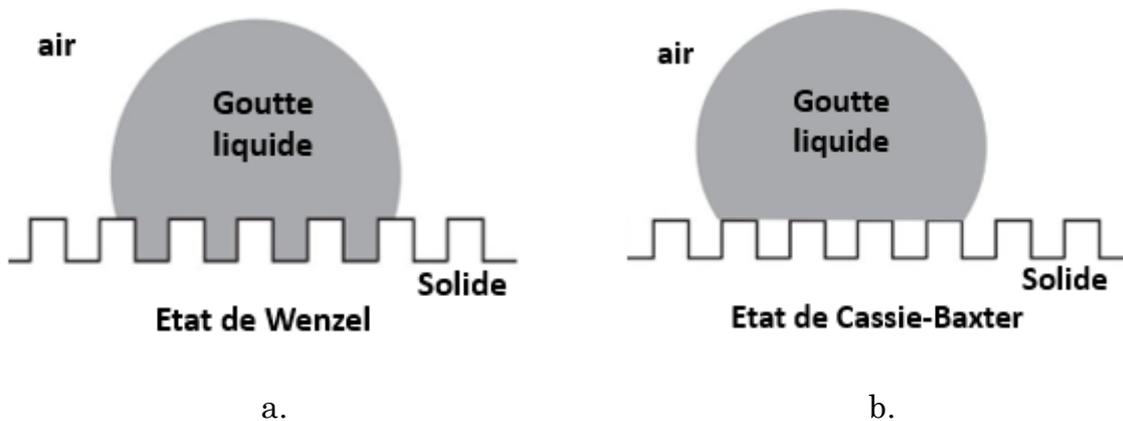


Figure I-24 : a. Schéma de gouttes sur surface hydrophobe rugueuse en état Wenzel (adapté de (71)); b. Schéma de gouttes sur surface hydrophobe rugueuse en état Cassie-Baxter (adapté de (71))

Dans le modèle de Wenzel, la goutte liquide s'infiltré dans les rugosités de surface, épousant ainsi la forme du solide. Ce modèle suppose que localement l'angle de contact est donné par la loi de Young-Dupré (Équation I-1) et que la surface, chimiquement homogène, a une rugosité de surface petite devant la taille de la goutte. Il permet de décrire l'angle de contact apparent  $\theta^*$  sur la surface

rugueuse en fonction de  $\theta_e$  et de la rugosité de surface ( $r$ ). La rugosité de surface  $r$  est un nombre sans dimension défini par l'Équation I-2 :

$$r = \frac{\text{surface réelle}}{\text{surface apparente}}$$

*Équation I-2 : relation définissant la rugosité de surface dans le modèle de Wenzel ((71))*

Avec :

- $r$  : nombre sans dimension (supérieur ou égal à 1)
- Surface réelle : surface prenant en compte les aspérités de la surface
- Surface apparente : surface géométrique plane correspondante

La rugosité de surface  $r$  peut donc être égale à 1 si la surface est plane ou supérieure à 1 si elle est rugueuse.

Ainsi la relation de Wenzel s'écrit suivant l'Équation I-3 :

$$\cos \theta^* = r \cos \theta_e$$

*Équation I-3 : Relation de Wenzel*

Avec :

- $\theta^*$  : angle de contact apparent
- $r$  : rugosité de surface sans dimension
- $\theta_e$  : angle de contact pour une surface plane de même composition chimique que la surface rugueuse

Pour ce modèle, deux comportements différents peuvent être décrits :

- Dans le cadre d'une surface plane hydrophile, la rugosité augmente le comportement hydrophile :  $\theta^* < \theta_e$
- Dans le cadre d'une surface plane hydrophobe, la rugosité augmente le comportement hydrophobe  $\theta^* > \theta_e$

Dans le modèle de Cassie-Baxter la goutte liquide repose sur le sommet des rugosités de la surface. En effet, pour une surface hétérogène, la surface de contact sous une goutte de liquide peut être considérée, d'après les travaux d'A.B.D. Cassie (70), comme une surface composite composée de deux milieux différents, c'est à dire deux zones géométriques  $\sigma_1$  et  $\sigma_2$  auxquelles sont respectivement associés les angles de contact (angle de goutte)  $\theta_1$  et  $\theta_2$ . Dans le cas illustré Figure I-25, la surface est composée du matériau (solide) et de l'air présent dans les rugosités sous la goutte. Ainsi, l'énergie de surface sous une goutte s'écrit en fonction des tensions interfaciales présentes dans les deux zones comme le décrit l'Équation I-4. De plus, il est possible de décrire l'angle de contact pour une surface composite comme le montre l'Équation I-5.

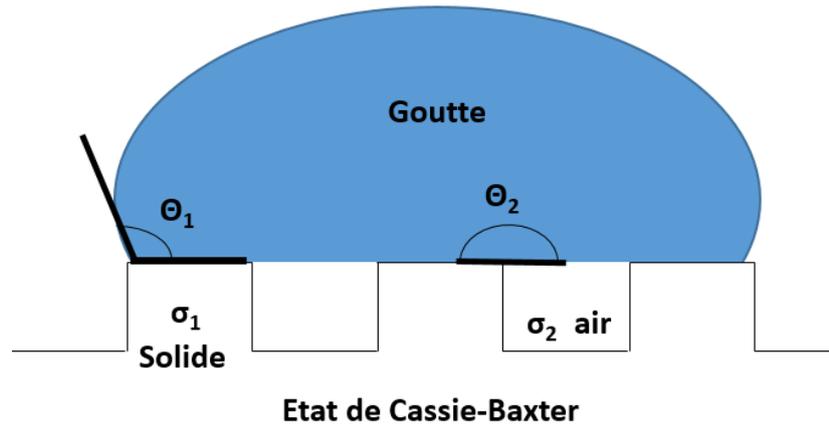


Figure I-25 : Schéma d'une goutte liquide dans l'état de Cassie-Baxter sur une surface hétérogène composée de d'un milieu solide et d'un milieu avec de l'air

$$E = \sigma_1(\gamma_{S1V} - \gamma_{S1L}) + \sigma_2(\gamma_{S2V} - \gamma_{S2L})$$

Équation I-4 : Energie de surface sous une goutte de liquide

$$\cos \theta'' = \frac{E}{\gamma_{LV}} = \sigma_1 \cos \theta_1 + \sigma_2 \cos \theta_2$$

Équation I-5 : Loi de Cassie - angle de contact

Avec :

- E : Energie de surface (mJ/m<sup>2</sup>)
- θ'' : angle de goutte général obtenu sur la surface hétérogène (°)
- σ : zone géométrique
- γ : tensions interfaciales (mN/m ou mJ/m<sup>2</sup>)

L'un des milieux étant l'air, l'angle de contact  $\Theta_2$  associé à ce milieu vaut 180° comme l'illustre la Figure I-25 (71). Son cosinus vaut donc -1. En le remplaçant dans l'Équation I-5, nous pouvons écrire l'Équation I-6 :

$$\cos \theta'' = \frac{E}{\gamma_{LV}} = \sigma_1 \cos \theta_1 - \sigma_2$$

Équation I-6 : Loi de Cassie - angle de contact pour une surface hétérogène (solide-air)

## SYNTHESE DU CHAPITRE

Ce chapitre nous a permis de présenter le contexte de l'étude ainsi que les principales notions nécessaires à la compréhension et à l'interprétation des résultats. Dans un premier temps, nous avons présenté les MEMS, leurs fonctionnements et leurs applications. Puis, les différents procédés de packaging permettant de protéger les composants (par exemple MEMS) de leur environnement ont été développés.

Dans un second temps, nous avons introduit les principes généraux de la fabrication additive. De plus, une liste exhaustive des techniques de fabrication additive a été réalisée afin d'identifier les techniques permettant la réalisation d'un packaging en microélectronique.

Aux vues des évolutions rapides des technologies, processus et attentes de ces deux domaines, le packaging par fabrication additive peut répondre aux applications complexes et variées de protection des MEMS, et plus généralement, la protection des composants électroniques.

L'objectif de cette étude étant de réaliser un packaging directement sur le composant et son substrat, des notions d'adhérence ont été présentées, afin de caractériser, maîtriser et qualifier les dépôts et packages réalisés par fabrication additive. Sur une vision à long terme, nous souhaiterions réaliser un packaging capable de protéger une large gamme de composants.

Cette étude étant exploratoire et la première sur ce sujet, elle se focalisera sur le packaging des composants simples et sans parties mobiles. Pour cela, le packaging créé par fabrication additive doit être :

- Conforme morphologiquement aux fichiers CAO
- Sans impact sur les substrats et les composants encapsulés
- Tenir mécaniquement en cisaillement afin de ne pas être limitant par rapport au composant



# Chapitre II . Méthodes de mise en œuvre et caractérisation

---

---

Ce second chapitre, a pour but de présenter les composants, les équipements et les essais réalisés au cours de cette thèse. Tout d'abord, les techniques de fabrication additives utilisées pour notre étude sont présentées. Ensuite, nous introduisons les matériaux étudiés avant de décrire les procédés utilisés pour l'obtention des substrats et d'un démonstrateur. Puis nous présentons les techniques de caractérisations nécessaires à notre étude. Enfin, les modèles de simulation mécanique par éléments finis sont décrits.

---

# Table des matières

<b>CHAPITRE II . METHODES DE MISE EN ŒUVRE ET CARACTERISATION</b>	<b>61</b>
<b>II.1. Les techniques de Fabrication additive utilisées</b>	<b>64</b>
II.1.1. La stéréolithographie	64
II.1.1.1. Procédé de stéréolithographie standard	64
II.1.1.2. Procédé de stéréolithographie adapté à l'étude	68
II.1.2. La technique de fil fondu, FDM	70
II.1.2.1. Procédé de FDM standard	70
II.1.2.2. Procédé FDM adapté à notre étude	72
<b>II.2. Matériaux et composants</b>	<b>73</b>
II.2.1. Le polymère utilisé en fabrication additive	73
II.2.2. Description des substrats utilisés pour l'impression directe	76
II.2.2.1. Plaque de silicium plane	77
II.2.2.2. Plaque de silicium avec dépôt	78
II.2.2.3. Plaque de silicium texturée mécaniquement	79
II.2.2.4. La gravure DRIE, le procédé Bosch	80
II.2.3. Démonstrateur	83
II.2.3.1. Réalisation	84
II.2.3.2. Choix des matériaux des démonstrateurs	87
II.2.3.3. Conception du boîtier de packaging	88
<b>II.3. Techniques de caractérisations</b>	<b>91</b>
II.3.1. Caractérisation morphologique des substrats	91
II.3.1.1. La microscopie électronique à balayage	92
II.3.1.2. La microscopie électronique en transmission	93
II.3.1.3. La microscopie à force atomique	93
II.3.2. Caractérisation chimique de surface	95
II.3.2.1. Mouillabilité de surface	95
II.3.2.2. La spectroscopie de photoélectrons X	95
II.3.3. Caractérisation mécanique	97
II.3.3.1. Caractérisation du polymère ABS par essais de traction	97
II.3.3.2. Caractérisation de l'adhérence par essais de cisaillement	99
II.3.4. Caractérisation électrique des démonstrateurs	103

<b>II.4. Simulation par éléments finis : Description des modèles</b>	<b>105</b>
II.4.1. Description du modèle mécanique	106
II.4.2. Maillage et conditions aux limites	108
Synthèse du chapitre	111

## II.1. Les techniques de Fabrication additive utilisées

Pour réaliser une étude portant sur l'encapsulation directe d'un composant sur substrat de silicium, nous avons sélectionné des techniques de fabrication additives propices à des expériences de recherche et développement. En effet, placer un substrat de silicium dans l'enceinte de fabrication d'une imprimante 3D demande une bonne flexibilité du procédé de fabrication, et tout particulièrement du logiciel pilotant l'équipement. Ce choix nous a permis d'adapter le procédé, ainsi que les paramètres de l'imprimante, pour fabriquer une pièce en 3D directement sur un substrat de microélectronique.

Dans cette étude, deux technologies de fabrication additive polymère sont évaluées : la stéréolithographie et la technologie d'impression 3D par fil fondu (FDM pour « fused deposition modeling »).

### II.1.1. La stéréolithographie

#### II.1.1.1. Procédé de stéréolithographie standard

La stéréolithographie est un procédé reposant sur la polymérisation d'une résine liquide sous l'effet d'une source lumineuse ultraviolette. Dans le cadre de notre étude, nous utilisons l'imprimante *Prodways M120*.

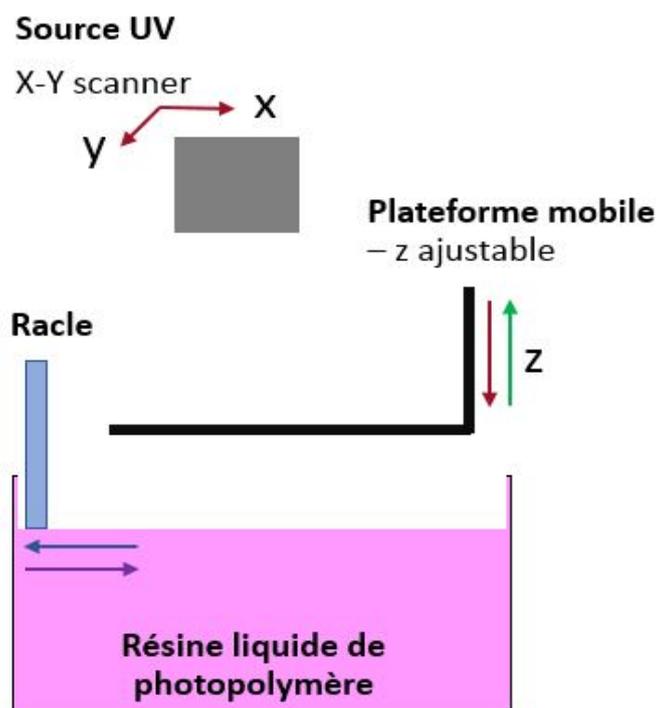


Figure II-1 : Schéma de principe de la stéréolithographie

L'imprimante de stéréolithographie se compose de cinq éléments principaux, illustrés sur la Figure II-1 :

- une plateforme mobile, ou grille, immergée dans un bain de résine photopolymère liquide. Elle sert de support à la fabrication et peut monter ou descendre verticalement dans le bain de résine afin de permettre la fabrication et le retrait des pièces. Le pas vertical de la plateforme, définit l'épaisseur des couches fabriquées en Z (50 ou 100  $\mu\text{m}$  dans le cas de l'équipement *Prodways M120* utilisé).
- un bain de résine liquide. Pour notre étude, nous avons recouru à une résine photopolymère composée d'Acrylonitrile Butadiène Styrène communément appelée ABS. La référence utilisée est l'ABS 3650 fabriquée par le constructeur *Prodways* (72).
- une racle permettant de niveler le bain de résine.
- une source lumineuse ultraviolette (350 nm) permettant la photopolymérisation par UV de la résine liquide. L'imprimante utilisée pour notre étude est équipée d'une lampe DLP (Digital Light Processing). Elle permet de polymériser la résine tuile par tuile. Comme l'illustre la Figure II-2, une tuile est composée de plusieurs pixels gérant la résolution de la fabrication en X et Y.
- une interface logicielle : *Magics*©, permettant de contrôler l'ensemble des éléments machine tels que la plateforme, la racle et la source lumineuse ultra-violette.

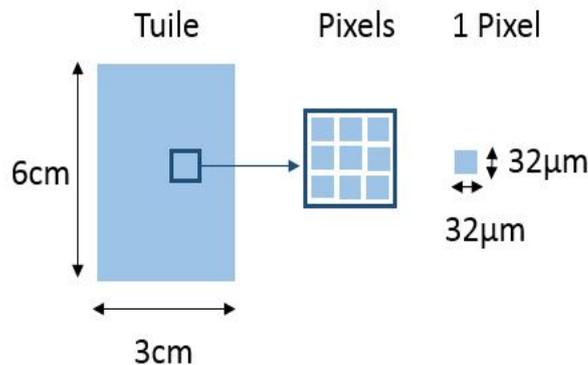


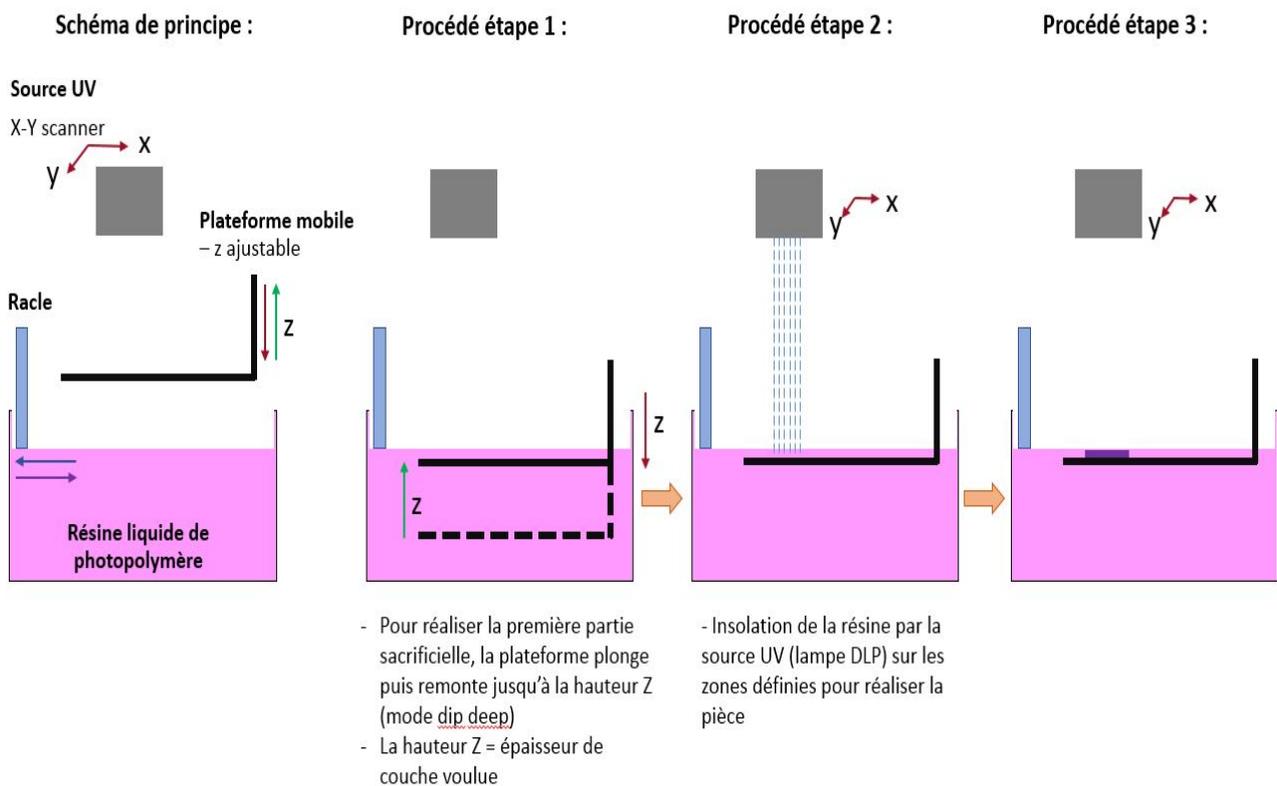
Figure II-2 : Schéma d'une tuile réalisée par la source UV de l'imprimante stéréolithographie

Pour commencer la fabrication d'une pièce, la plateforme descend dans le bain de résine d'une épaisseur de couche Z. La lampe ou source UV insole ensuite la résine sur les zones, dans les zones définies lors de la conception. Après cette étape de polymérisation, la plateforme descend à nouveau dans le bain de résine d'une épaisseur de couche Z. Une fois que la matière recouvre la couche précédente, la racle effectue un aller-retour dans le bain pour niveler la surface du bain. L'ensemble de ces étapes est ensuite répété en fonction de la taille de la pièce à

réaliser et du nombre de couches à déposer. Ainsi, l'empilement des couches permet d'obtenir une pièce dont les propriétés mécaniques et l'état de surface dépendent des paramètres de fabrications (33).

Une fois l'impression par stéréolithographie terminée, la pièce est sortie du bain. La pièce doit être décollée de la plateforme puis débarrassée de l'excédent de résine liquide. Elle subit également un post-traitement qui inclut un nettoyage chimique et une re-polymérisation en enceinte UV. Dans notre étude, les pièces sont plongées cinq minutes dans un bain d'isopropanol. Une fois les pièces propres, elles sont placées 8 minutes dans une enceinte UV sous vide. Une fois ces opérations effectuées les pièces sont terminées. L'ensemble du procédé de fabrication est détaillé dans la Figure II-3.

Avant la réalisation d'une pièce, un support sacrificiel de 6.5 mm de haut est créé (couche entre la pièce et la plateforme de la machine) afin de s'affranchir des imperfections de la plateforme et aussi faciliter la récupération des pièces. Ce support est ensuite manuellement détruit afin de séparer la pièce de la plateforme.



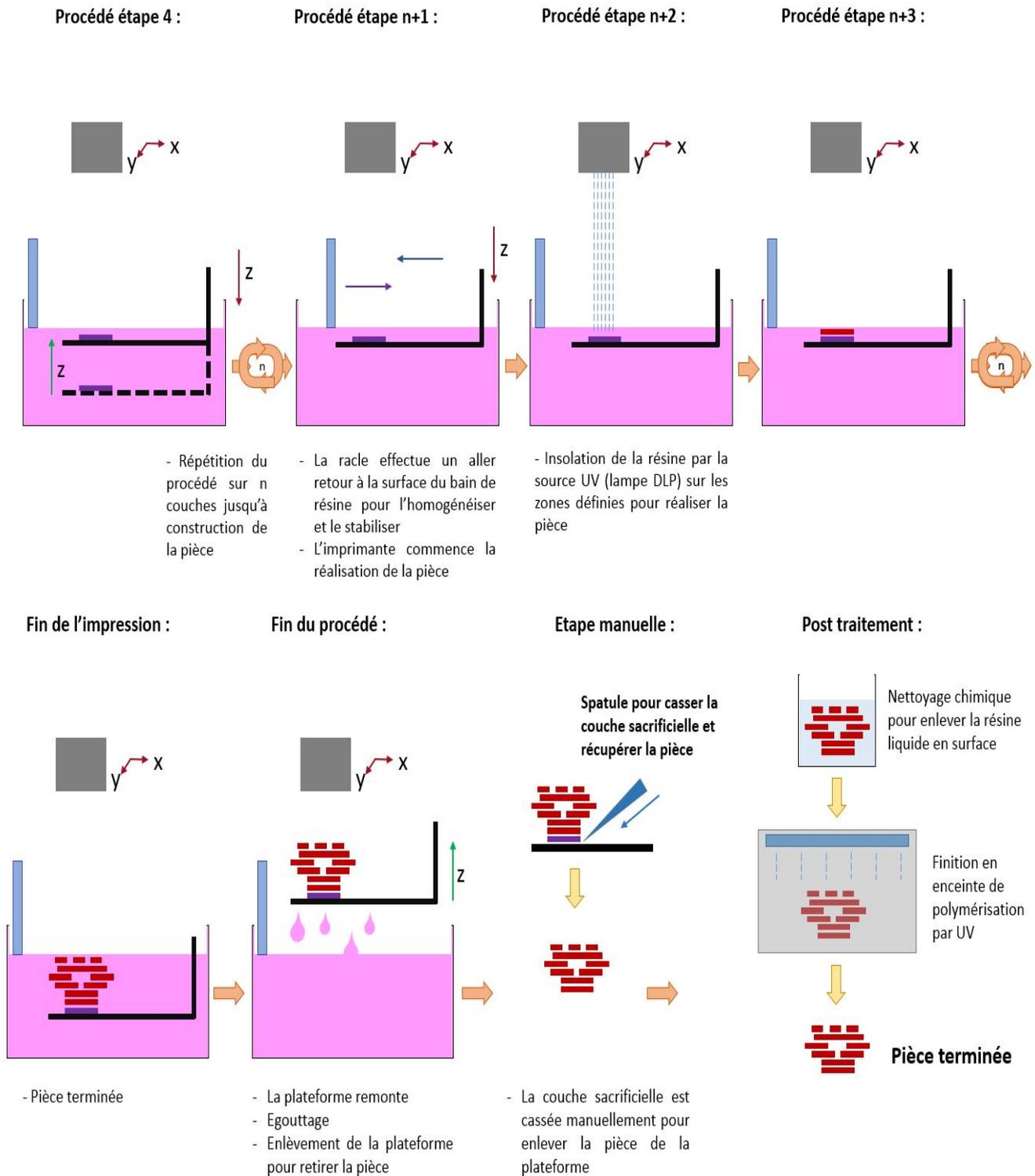


Figure II-3 : Procédé détaillé de la technique de fabrication additive par stéréolithographie

Afin de paramétrer la fabrication par stéréolithographie, l'interface logicielle, *Magics*®, est utilisée. Elle contrôle plusieurs paramètres de fabrication, tels que :

- la puissance de la source UV,

- le temps de repos entre deux couches,
- l'épaisseur de couche Z.

L'interface logicielle permet également de paramétrer la position et l'orientation du modèle (CAO) de la pièce sur la plateforme, afin d'optimiser la fabrication. Comme l'illustre la Figure II-4, tourner la pièce selon l'axe Z permet d'établir un contact progressif entre la pièce et la racle lors du passage de cette dernière. Ainsi, les efforts induits sur la pièce lors de la mise de niveau sont minimisés. L'optimisation des différents paramètres du procédé permet ainsi d'obtenir une pièce conforme au modèle conçu à l'aide du logiciel de CAO.

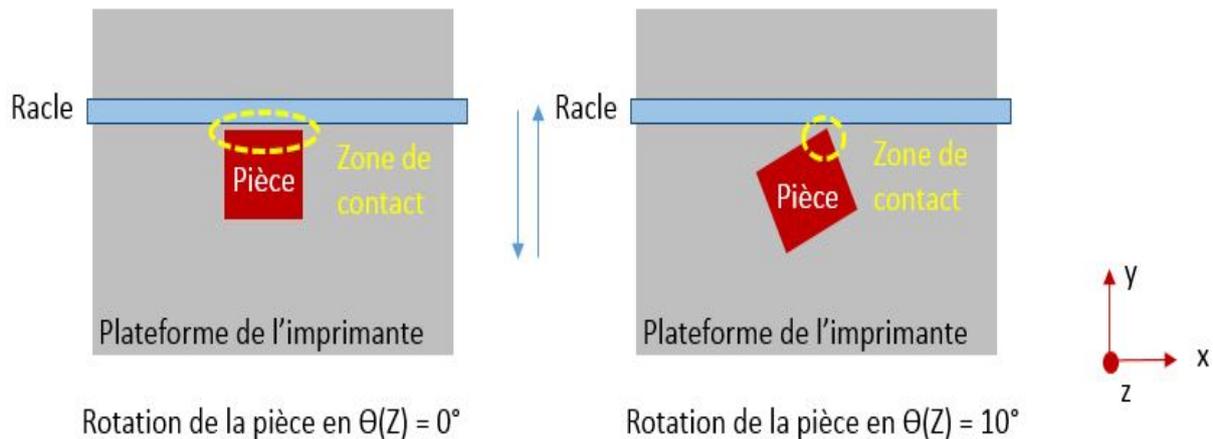


Figure II-4 : Schéma représentant l'orientation des pièces sur la plateforme selon l'axe Z en vue de dessus

### II.1.1.2. Procédé de stéréolithographie adapté à l'étude

Au cours de notre étude, nous avons utilisé une machine de stéréolithographie « *Prodways-M120* », avec une résine « *ABS 3650* ». Pour effectuer nos expériences, un morceau de substrat ( $5 \times 5 \text{cm}^2$  ou  $1.5 \times 1.5 \text{cm}^2$ ) est inséré dans la machine de stéréolithographie afin de réaliser une impression directement sur le substrat comme l'illustre la Figure II-5. L'insertion du substrat dans la machine a nécessité une modification du procédé d'impression présenté sur la Figure II-3. En effet, nous avons adapté le procédé en réalisant une fabrication en deux temps. Le premier temps permet de créer, par impression 3D, un support permettant le maintien de la plaque de silicium. Le processus d'impression est ensuite mis en pause pour insérer le substrat dans l'empreinte réalisée. Puis, dans un second temps, l'impression est relancée pour fabriquer la pièce sur le substrat. La Figure II-6 détaille l'ensemble du procédé appliqué.

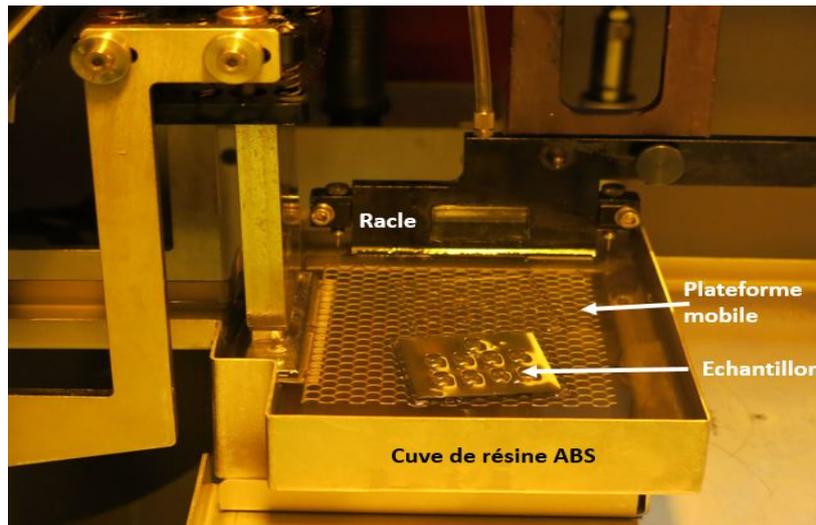


Figure II-5 : Photographie des éléments de l'imprimante M120 utilisée

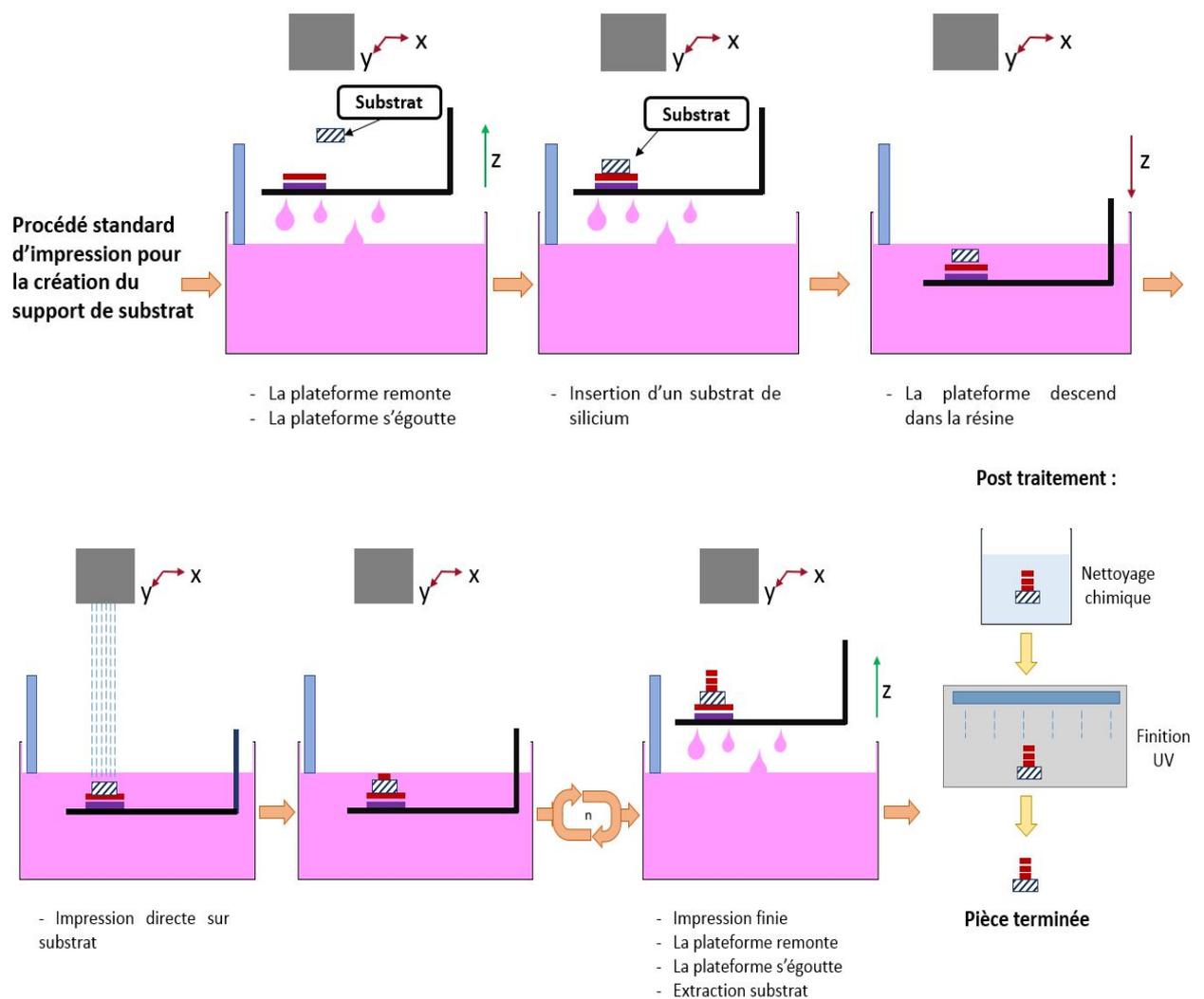


Figure II-6 : Procédé de stéréolithographie avec insertion de substrat au cours du processus d'impression

Afin de pouvoir obtenir des résultats d'impression conformes au fichier CAO, nous avons adapté les paramètres fournis par le constructeur à nos besoins. En effet, des essais empiriques d'impression nous ont permis d'optimiser les réglages de ces paramètres. Ainsi, les paramètres principaux utilisés lors de nos impressions sont :

- Epaisseur de couche Z : 50 $\mu$ m
- Energie de la lampe DLP pour polymérisation : Energie critique ( $E_c$ ) = 23 mJ/cm<sup>2</sup>
- Temps de repos entre deux couches :
  - o fabrication cube : 2 secondes
  - o fabrication démonstrateur – sans passage de la racle : 10 minutes

La variation du temps de repos entre la création de deux couches est liée au procédé de construction appliqué. En effet, les pièces construites avec l'étape de passage de la racle ont un temps de repos entre deux couches court en raison de l'homogénéisation et la mise de niveau du bain par celle-ci. Alors que les pièces fabriquées sans le passage de la racle ont besoin d'un temps de repos plus long, directement lié à la vitesse d'écoulement et au temps de stabilisation du bain de résine entre chaque couche polymérisée, afin d'obtenir des géométries conformes à la CAO.

### II.1.2.La technique de fil fondu, FDM

#### II.1.2.1.Procédé de FDM standard

La deuxième technologie polymère utilisée dans cette étude est la technologie de FDM, développée dans le chapitre I et illustrée dans la Figure II-7. Pour réaliser les pièces, nous avons utilisé une machine d'impression « *Stratasys-fortus250mc* » avec un fil thermoplastique « d'ABSplus » (73) (74). Cette imprimante n'est compatible qu'avec les bobines de matières imprimables et fournies par le constructeur. Seules les bobines de fil ABSplus permettent l'impression. Les pièces imprimées par cette technique sont prêtes après impression : aucun post-traitement n'est nécessaire.

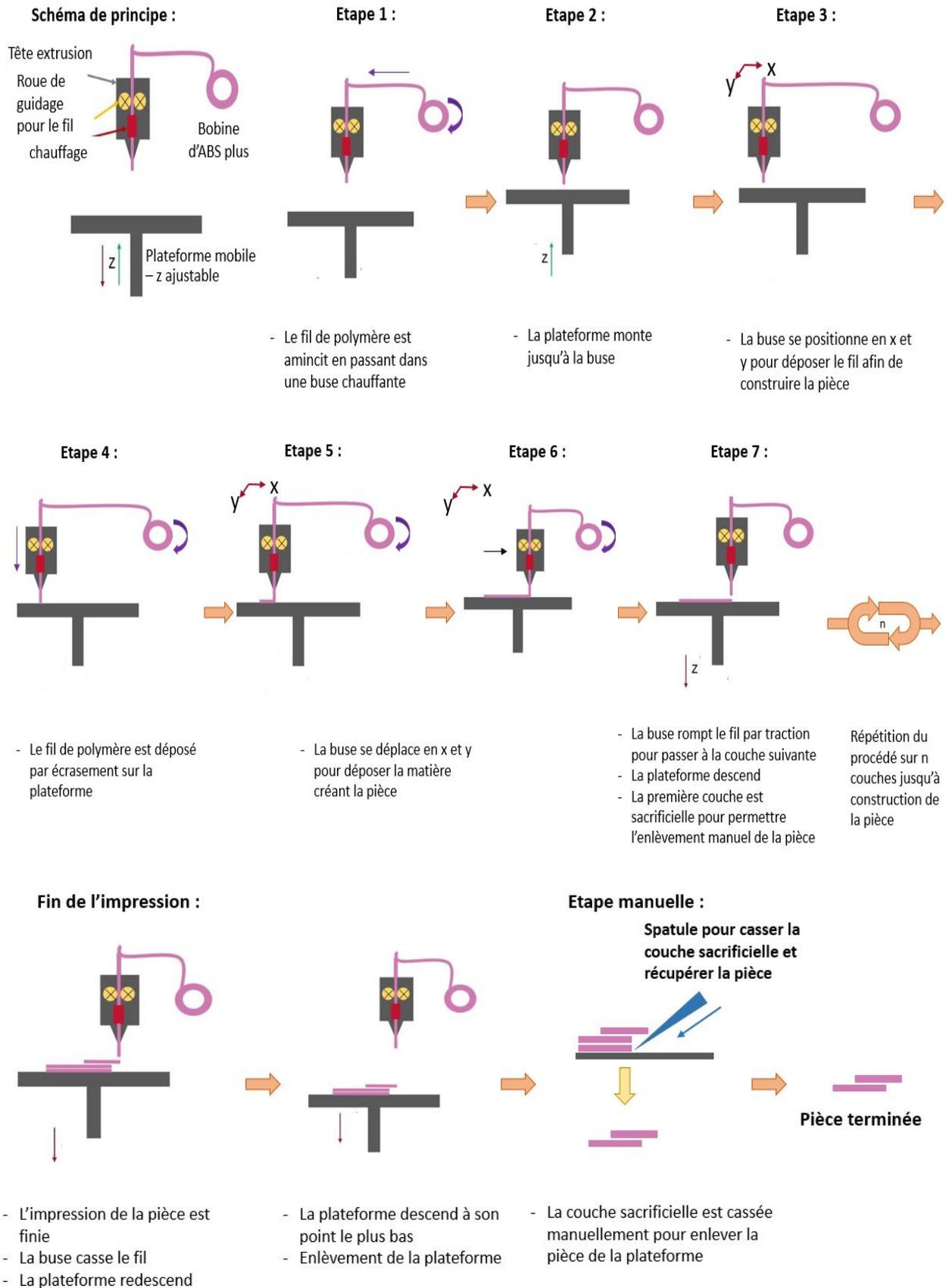


Figure II-7 : Procédé détaillé de la technique de fabrication additive par fil fondu (FDM)

### II.1.2.2. Procédé FDM adapté à notre étude

Durant l'impression par fil fondu, nous avons utilisé une impression en deux temps pour réaliser une impression directe. En effet, nous avons créé, par impression 3D, un support permettant le maintien de la plaque de silicium. Puis, le processus d'impression est ensuite mis en pause pour insérer le substrat dans l'emprunte réalisée. Puis, dans un second temps, l'impression est relancée pour fabriquer la pièce sur le substrat. La Figure II-8 détaille l'ensemble du procédé appliqué.

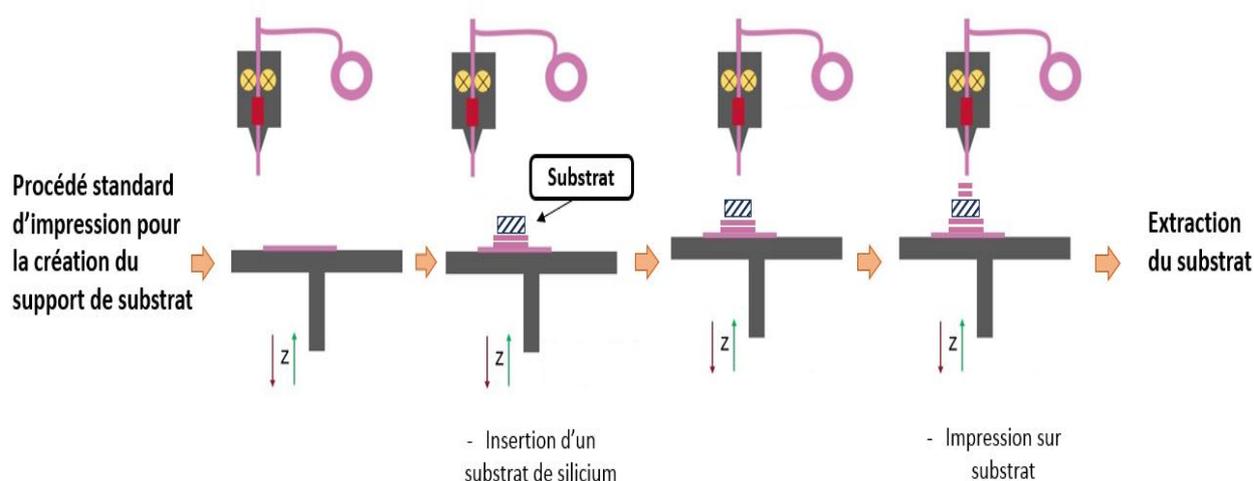


Figure II-8 : Procédé de FDM avec insertion de substrat au cours du processus d'impression

L'imprimante est pilotée par le logiciel *Control Center*© et le traitement des fichiers CAO s'effectue avec le logiciel *Insight*©. Lors de la construction il est possible de paramétrer l'épaisseur des couches (minimum : 178  $\mu\text{m}$  avec cette machine), le trajet de la buse pour chaque couche, les caractéristiques de dépose du polymère (écrasement...), etc. La précision de positionnement de la buse donnée par le constructeur, est de 240  $\mu\text{m}$  en XY (73).

Pendant la thèse, nous avons utilisé les paramètres de l'imprimante suivants :

- Température de l'enceinte lors de l'impression entre 60 et 80°C
- Epaisseur de couche Z : 250  $\mu\text{m}$
- Trajet d'impression de la buse : création des contours puis remplissage diagonal avec une haute densité

## II.2. Matériaux et composants

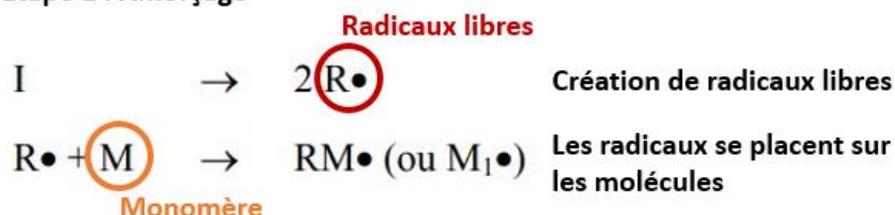
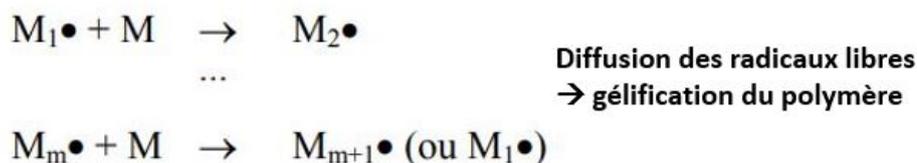
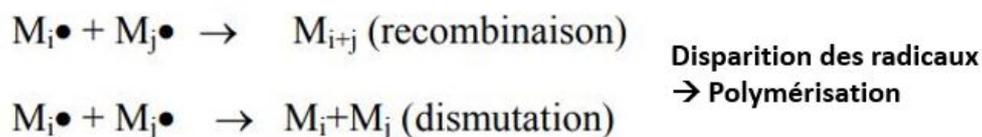
L'objectif de cette thèse étant de réaliser un packaging directement sur les substrats contenant les microsystèmes, deux axes d'expérimentations ont été suivis. Le premier se concentre sur la recherche d'une adhérence optimale entre le substrat silicium et le polymère ABS. Le second axe se focalise sur le packaging, par fabrication additive, d'un système fonctionnel.

### II.2.1. Le polymère utilisé en fabrication additive

Dans le cadre de notre étude, nous avons utilisé l'ABS comme polymère d'impression. La technique de stéréolithographie fonctionne à l'aide d'une résine liquide photopolymérisable : l'ABS 3650.

Dans le cadre de fabrication additive polymère, le matériau imprimé doit être optimisé afin d'obtenir une pièce aux caractéristiques souhaitées. En effet, l'optimisation de la composition chimique des résines photopolymérisables permet d'améliorer les propriétés mécaniques et de diminuer les contraintes géométriques des pièces fabriquées. Par exemple, la réactivité de polymérisation de la résine et la maîtrise du retrait volumique sont deux points importants en stéréolithographie.

La polymérisation de monomères (espèce composée d'une même molécule chimique fonctionnelle) et/ou oligomères est une méthode efficace pour créer des réseaux de polymères tridimensionnels à densité de réticulation élevée. L'amorçage photochimique permet de passer rapidement de la molécule au matériau. La polymérisation réticulante est un processus complexe dont la cinétique évolue au cours de la réaction à cause des variations de viscosité provoquées par le changement d'état liquide-solide. Cette transformation chimique se déroule suivant un mécanisme de polymérisation en chaîne en trois étapes, illustré Figure II-9 : l'amorçage, la propagation et la terminaison (75). L'amorçage correspond à la production d'espèces radicalaires appelée aussi radicaux libres obtenue lors de la décomposition homolytique de l'amorceur de réticulation sous l'action d'un rayonnement. Une espèce radicalaire est une espèce chimique très réactive, qui possède un ou plusieurs électrons non appariés sur sa couche externe. La propagation correspond à la diffusion de ces espèces qui entraîne une gélification de la matière. Et enfin, la terminaison correspond à la diminution de la concentration en monomère qui engendre un ralentissement de la croissance des chaînes jusqu'à l'arrêt total de la polymérisation lors de la vitrification du milieu.

**Etape 1 : Amorçage**

**Etape 2 : Propagation**

**Etape 3 : Terminaison**


*Figure II-9 : Les étapes de la polymérisation radicalaire (adapté de (76))*

Afin de polymériser au mieux les monomères présents dans les résines de stéréolithographie, des photo-amorceurs sont rajoutés pour absorber efficacement les UV et produire des espèces réactives. Sous l'action de la source UV l'amorceur subit une coupure homolytique (coupure d'une liaison covalente entre deux fragments) qui génère la formation de deux radicaux pouvant amorcer la polymérisation. La résine peut également contenir des thermo-amorceurs qui vont profiter de l'énergie thermique de la source afin de produire des radicaux libres (33).

La résine photopolymère utilisée dans cette étude est un thermoplastique. Ce polymère est composé de trois monomères, le butadiène, l'acrylonitrile et le styrène (77). En effet, comme l'illustre la Figure II-10, l'ABS est fabriqué par polymérisation du styrène et de l'acrylonitrile en présence de chaînes polybutadiène (78). Enfin, le polybutadiène présente des doubles liaisons carbone-carbone pouvant également polymériser.

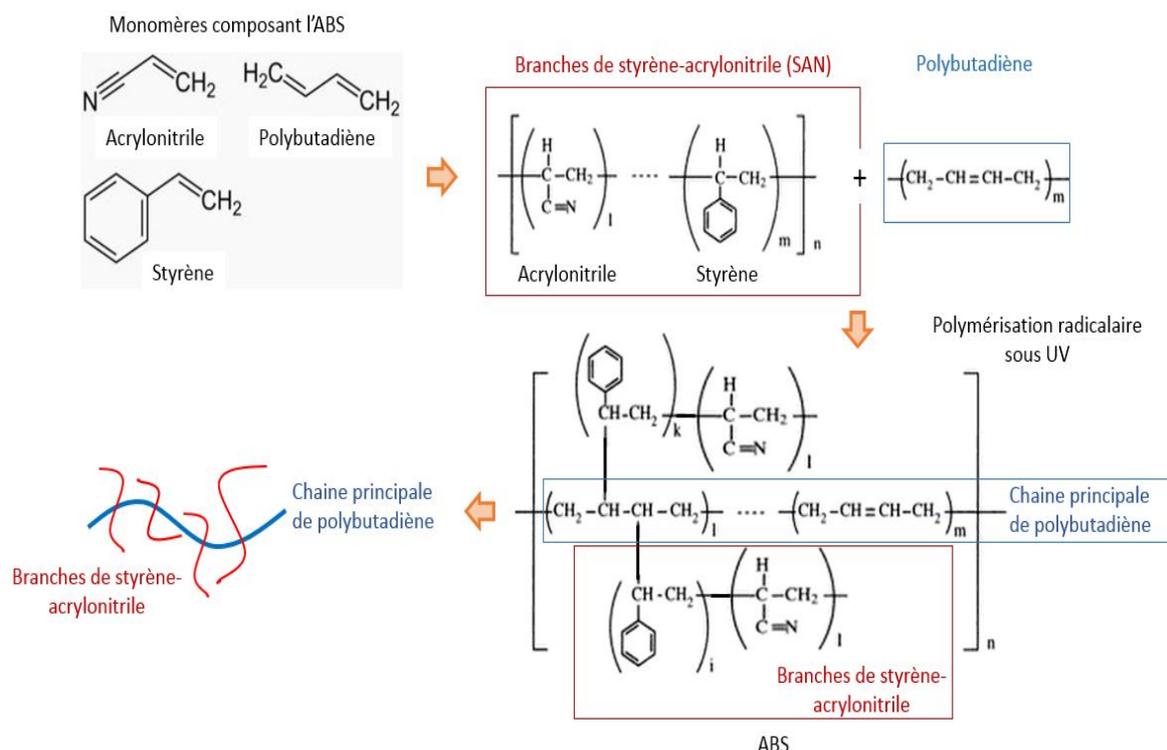


Figure II-10 : Les trois monomères composant l'ABS (Acrylonitrile Butadiène Styène) avec leur enchainement et une représentation schématique de l'agencement des différents éléments (adapté de (76))

Du fait des propriétés physiques et chimiques des monomères constituant l'ABS, celui-ci apparait comme étant un polymère résistant au choc, rigide, résistant aux produits chimiques (acide organique ou minéraux, solution saline) et dont l'aspect de surface est brillant (dû au styrène). De plus, il est mécaniquement résistant grâce aux groupes nitriles des unités acrylonitriles qui le composent. En effet, ces groupes sont très polaires (chargés positivement ou négativement) ce qui les attirent les uns aux autres (Figure II-11). Ce phénomène permet aux charges opposées des groupes nitriles de stabiliser solidement ensemble les chaînes de l'ABS (79).

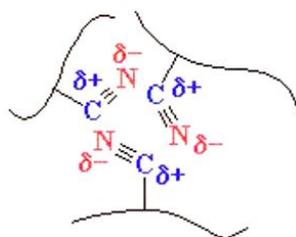


Figure II-11 : représentation schématique de la polarité des groupes nitriles des unités acrylonitriles dans un thermoplastique ABS (adaptée de (79))

Les caractéristiques principales du matériau *Proadways* ABS 3650 après fabrication sont données dans le Tableau II-1. De plus, les caractéristiques générales des ABS sont présentées en annexe 1.

Caractéristiques	Unité	Valeurs
Densité de la résine liquide	g/cm <sup>3</sup>	1.109
Viscosité @ 28°C	cpo	100 - 200
Dureté, Shore D		85 - 90
Résistance à la traction, ASTM D638	MPa	53
Elongation à la rupture, ASTM D638	%	9
Module de Young, ASTM D638	MPa	2600 - 3650
Module de flexion, ASTM D790-10	MPa	2000 - 2200

Tableau II-1 : Propriétés de l'ABS 3650 (72)

Pour la technique de fabrication additive FDM, nous avons utilisé un ABS plus sous forme de fil. Le matériau est composé du même copolymère vu précédemment (Figure II-10).

### II.2.2. Description des substrats utilisés pour l'impression directe

Afin d'avoir une étude d'adhérence substrat / polymère complète et trouver la meilleure surface d'adhésion, plusieurs types de substrats ont été analysés. En effet, nous avons observé l'effet du développement de surface, la création d'ancrages mécaniques ainsi que la chimie de surface.

Pour le développement de surface, deux approches différentes ont été menées : la découpe partielle à la scie diamantée et la gravure profonde couramment utilisée en microélectronique.

Les principales catégories de plaques de silicium utilisées sont les suivantes :

- Plaque de silicium plane,
- Plaque de silicium plane avec dépôt,

- Plaque de silicium texturée mécaniquement,
- Plaque de silicium texturée par gravure Deep Reactive Ion Etching (DRIE).

Toutes les combinaisons étudiées ont suivi un plan d'expérience identique afin de comparer et analyser les différents résultats obtenus. Ce plan se décompose en quatre étapes :

1. L'étude de mouillabilité des surfaces étudiées. La problématique étant liée à l'interface substrat/polymère, les essais ont été réalisés avec des gouttes de polymère liquide ABS3650. Ils sont détaillés dans la partie II.3.2.1 puis dans le chapitre III.
2. L'impression directe sur substrat avec les techniques de fabrication additive de stéréolithographie et FDM. Cette étape permet de sélectionner les substrats et l'imprimante répondant le mieux aux objectifs de la thèse.
3. Le test de cisaillement détermine l'adhérence entre le substrat et le polymère imprimé.
4. La caractérisation du faciès de rupture

### II.2.2.1. Plaque de silicium plane

Dans le domaine de la microélectronique, la plaque de silicium (wafer en anglais) prédomine. Au CEA-LETI, elle mesure généralement 200 mm de diamètre, pour une épaisseur d'environ 725  $\mu\text{m}$ . Dans ce cas, le silicium est monocristallin avec une structure cristallographique cubique face centrée de type diamant, comme illustré sur la Figure II-12. De plus, son plan cristallin est généralement orienté suivant le plan (100) comme le représente la Figure II-13.

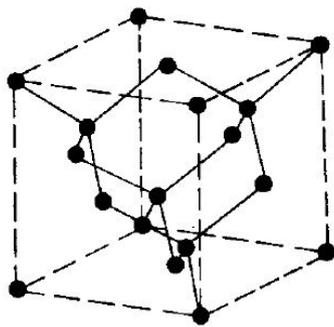


Figure II-12 : Structure cristalline du Silicium (80)

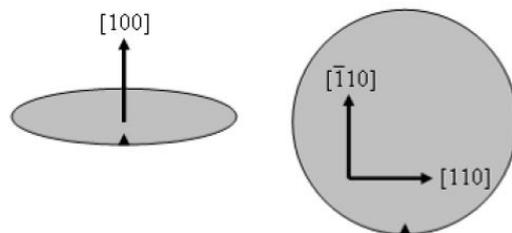
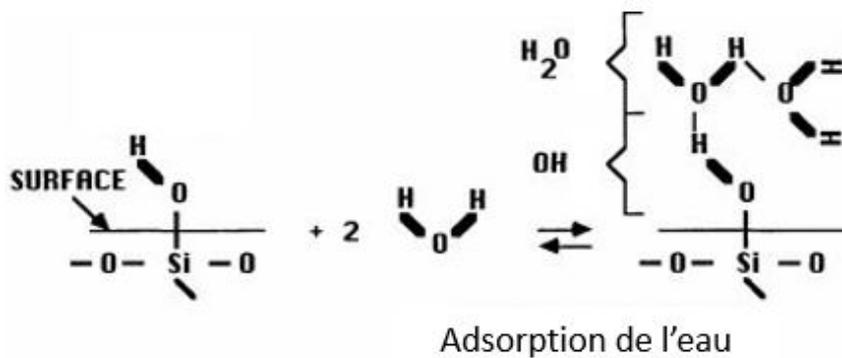


Figure II-13 : Orientation du plan cristallin pour un substrat de silicium (100) (80)

La plaque de silicium est naturellement recouverte de son oxyde natif, le dioxyde de silicium de formule  $\text{SiO}_2$ . Cet oxyde à température ambiante réagit avec l'eau présente dans l'atmosphère afin de former des groupes silanol ( $\text{Si-OH}$ )

également appelés groupes hydroxyles. La surface de la plaque recouverte des groupes silanol est hydrophile. Par conséquent, une ou plusieurs couches de molécules d'eau (H<sub>2</sub>O) sont fixées sur l'oxyde de silicium par des liaisons hydrogènes comme l'illustre la Figure II-14 (81)(82).

Il est possible de casser ces liaisons et modifier les groupes chimiques présents à la surface d'une plaque de silicium grâce à un prétraitement, un nettoyage chimique ou un traitement plasma afin de fonctionnaliser la surface du substrat. Les nettoyages chimiques sont généralement des nettoyages standard (eau oxygénée, SC1 (solution cleaning), SC2, etc.) ou acide hydrofluoridrique (HF) (83)(84).



*Figure II-14 : Interaction des groupes silanol présents à la surface d'un substrat de silicium avec les molécules d'eau présentes dans l'atmosphère. Au-dessus de la surface, les liaisons covalentes sont marquées par des traits gras et les liaisons hydrogènes des traits fins (adapté de (81))*

Afin d'étudier l'adhésion entre une plaque de silicium et le polymère imprimé, nous avons réalisé sur la surface plusieurs fonctionnalisations telles que : un traitement de surface Hexaméthylsilazane (HMDS), un traitement plasma azote (N<sub>2</sub>), ainsi qu'un nettoyage chimique (acétone + éthanol + EDI). Nous les avons ensuite comparés aux résultats obtenus sur une surface non nettoyée.

### II.2.2.2. Plaque de silicium avec dépôt

Afin d'identifier la surface optimale pour une bonne adhérence du polymère imprimé par stéréolithographie, différents types de matériaux déposés couramment utilisés en microélectronique ont été testés et sont détaillés dans le Tableau II-2.

Substrat silicium avec un dépôt	Matériaux utilisés
Référence	Si avec oxyde natif SiO <sub>2</sub>
Métallique	AlSi, Au, Ti
Inorganique	TiN, SiON, SiN, SiO <sub>2</sub> (obtenu avec un gaz TEOS), SiO <sub>2</sub> (obtenu avec un gaz SiH <sub>4</sub> )
Organique	Parylène, Polyimide

Tableau II-2 : Tableau récapitulatif des différents dépôts étudiés

### II.2.2.3. Plaques de silicium texturées mécaniquement

Le procédé utilisé pour texturer mécaniquement une plaque est la découpe partielle, réalisée à l'aide d'une scie circulaire diamantée. Cette technique, bien que grossière pour le domaine de la microélectronique, a l'avantage d'être rapide et facile à mettre en œuvre.

Pour cette étude, deux texturations différentes illustrées en Figure II-15 ont été étudiées :

- La texturation avec des motifs de 100  $\mu\text{m}$ , appelée « texturation 100x100x180 »
- La texturation avec des motifs de 50  $\mu\text{m}$ , appelée « texturation 50x50x100 »

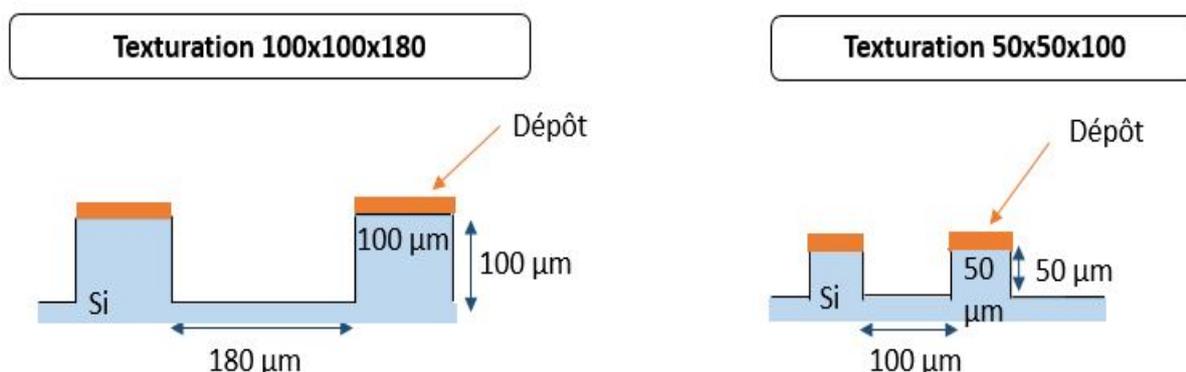


Figure II-15 : Schéma dimensionnel des deux texturations réalisées par découpe partielle

Pour réaliser la texturation 100x100x180, une scie diamantée découpe partiellement le substrat en descendant à une profondeur de 100  $\mu\text{m}$  et réalise ainsi des tranchées le long des axes X et Y (Figure II-16.a). La largeur des tranchées est déterminée par la largeur de la lame diamantée et est égale à 180

$\mu\text{m}$  dans ce cas. Le pas entre deux tranchées est égal à  $280 \mu\text{m}$ . A la fin de la découpe partielle, comme le représente la Figure II-16.b, le substrat est composé d'un réseau de tranchées et d'îlots de forme carrée que nous appellerons par convention « ancrages mécaniques » (Figure II-16.c).

Pour la texturation  $50 \times 50 \times 100$ , le même procédé est utilisé mais la lame (plus étroite) effectue un quadrillage de tranchées de  $50 \mu\text{m}$  de profondeur par  $100 \mu\text{m}$  de large, tous les  $150 \mu\text{m}$ .

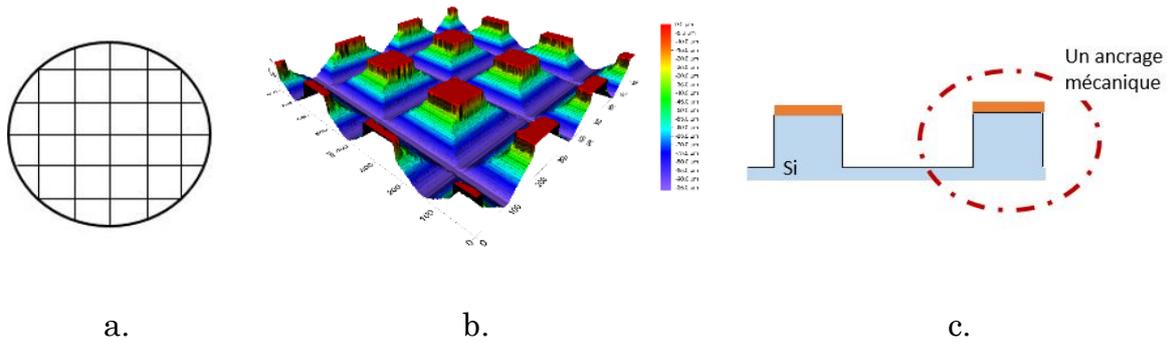


Figure II-16 : a. Schéma en vue de dessus d'une plaque découpée partiellement ; b. Vue en 3 dimensions de la texturation  $100 \times 100 \times 180$  ; c. Vue en coupe d'un ancrage mécanique créé par découpe partielle

#### II.2.2.4. La gravure DRIE, le procédé Bosch

Après l'étude par texturation mécanique, d'autres motifs d'ancrage, réalisés par une technique plus traditionnelle de microélectronique, ont été évalués. Comme l'illustre la Figure II-17, le procédé de gravure Bosch, couramment utilisé en microélectronique, permet d'obtenir des flancs de gravures verticaux et rectilignes. De plus, le temps de gravure (contrôlé par l'utilisateur) permet de maîtriser la profondeur des motifs suivant leurs dimensions (taille d'ouverture et densité). La gravure peut également être stoppée à l'aide d'un matériau de nature chimique différente.

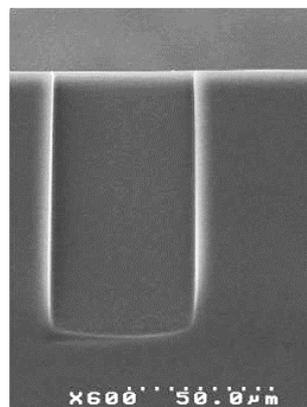


Figure II-17 : Vue en coupe d'un motif obtenue par gravure par procédé Bosch

Pour graver le silicium, une couche de résine est déposée puis insolée à travers un masque reproduisant les motifs voulus (photolithographie). Elle est ensuite conservée sur les surfaces que nous ne voulons pas graver. La suite du procédé de gravure suit une répétition de deux étapes clés représentées sur la Figure II-18 :

- La première étape consiste à exposer le substrat à un plasma d'hexafluorure de soufre SF<sub>6</sub> dont la réaction chimique grave le silicium (85)(86).
- Une fois la gravure terminée, celle-ci est protégée par un dépôt de téflon obtenu par la décomposition du C<sub>4</sub>F<sub>8</sub> (passivation). Son rôle est de protéger les flancs qui viennent d'être gravés afin d'éviter la gravure latérale (87).

La répétition des deux premières étapes permet de graver de plus en plus profondément sans déformer les motifs et en conservant les flancs d'ouverture verticaux.

**Procédé de gravure profonde par procédé Bosch :**

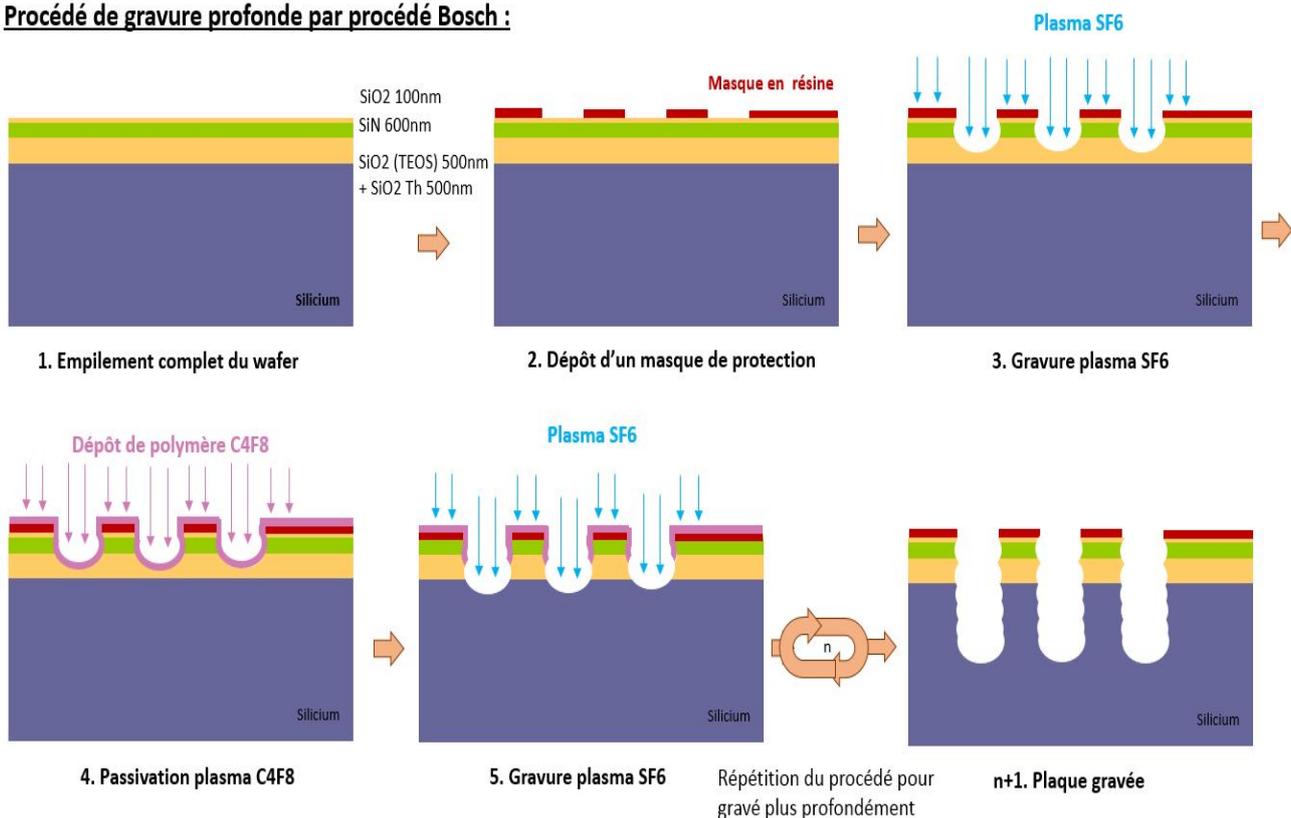
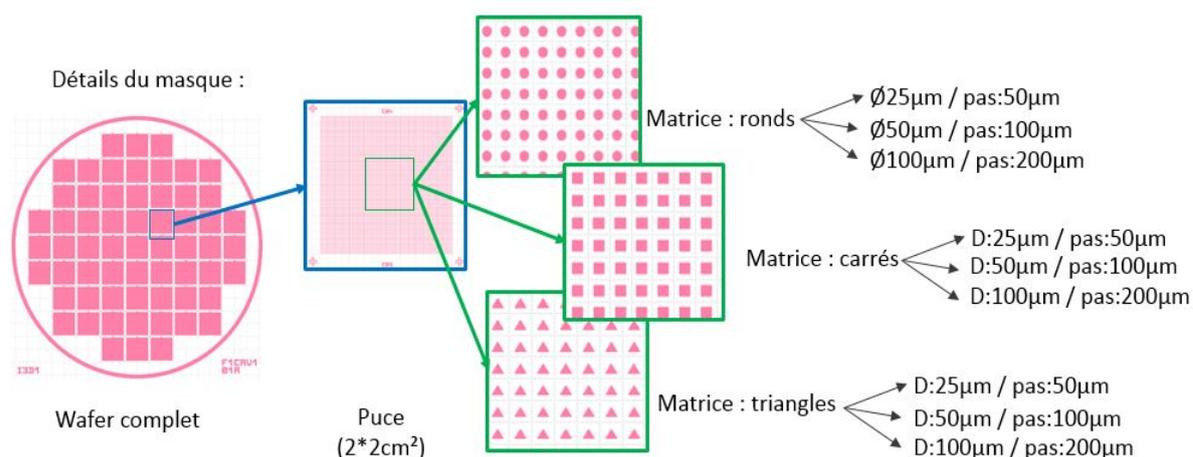


Figure II-18 : Schéma représentant les différentes étapes du procédé de gravure Bosch (adapté de (85))

Pour cette thèse, nous avons choisi de tester plusieurs schémas de gravure afin d'étudier l'impact de différents motifs sur l'adhérence. Pour obtenir un panel significatif, nous avons choisi de faire varier la géométrie des motifs (angles droits,

aigus, nombre d'arêtes, ...). Avec ces critères, les motifs choisis sont de section : circulaire, carrée et triangulaire. Chaque motif a trois déclinaisons dimensionnelles : taille du motif 25, 50 ou 100  $\mu\text{m}$  avec un pas entre les motifs de 50, 100 ou 200  $\mu\text{m}$ . Ainsi comme l'illustre la Figure II-19, neuf combinaisons ont été créées permettant une variation significative du nombre et de la géométrie des ancrages mécaniques. Pour répondre à notre besoin, un masque regroupant l'ensemble des motifs a été conçu.



*Figure II-19 : Masque de gravure regroupant les motifs circulaires, carrés et triangulaires ; et les différentes dimensions testées pour favoriser l'adhérence*

Les dispositifs ont été gravés en salle blanche, puis vérifiés :

- au microscope pour les dimensions des motifs (Figure II-20)
- à l'interféromètre optique pour la profondeur de gravure.

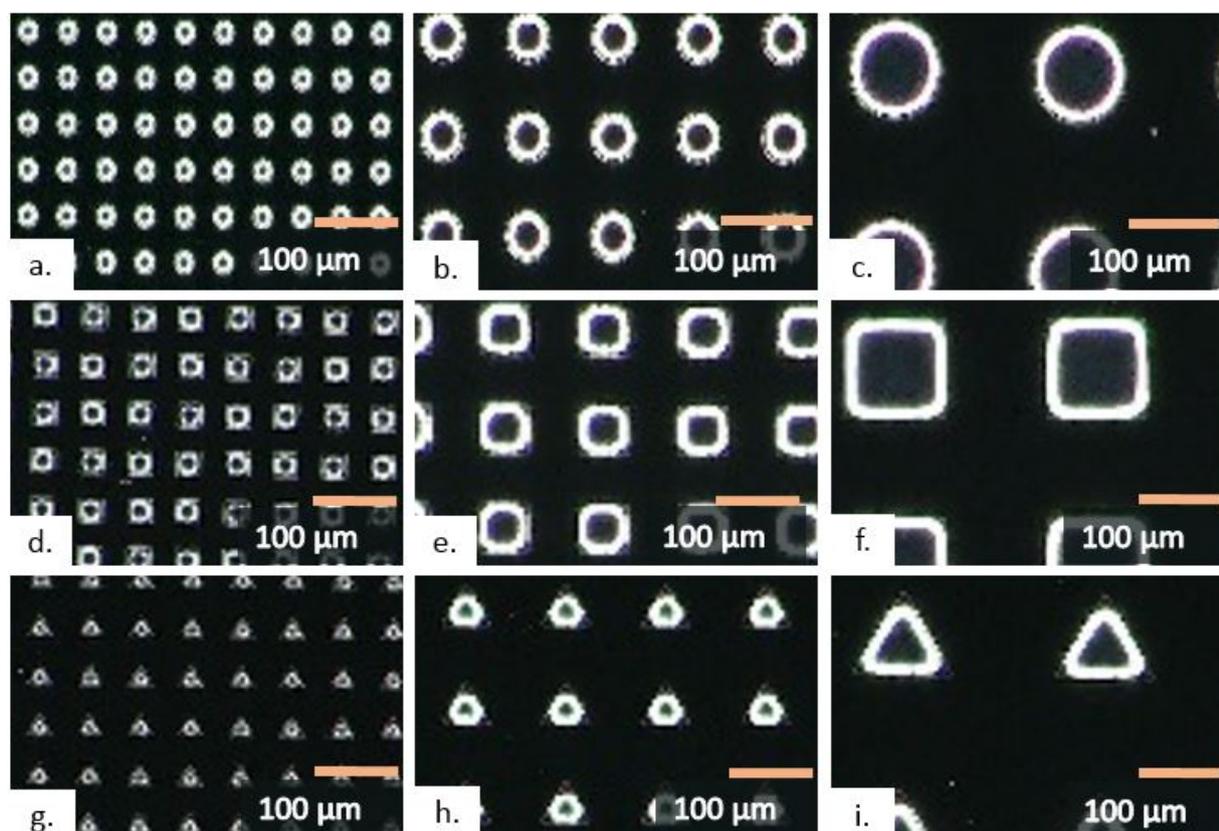


Figure II-20 : Photographie microscopique ( $\times 200$ ) des différents motifs testés en gravure : a. motifs circulaires de diamètre  $25\ \mu\text{m}$  avec un pas de  $50\ \mu\text{m}$  ; b. motifs circulaires  $50\ \mu\text{m}$  avec un pas de  $100\ \mu\text{m}$  ; c. motifs circulaires  $100\ \mu\text{m}$  avec un pas de  $200\ \mu\text{m}$  ; d. motifs carrés  $25\ \mu\text{m}$  avec un pas de  $50\ \mu\text{m}$  ; e. motifs carrés  $50\ \mu\text{m}$  avec un pas de  $100\ \mu\text{m}$  ; f. motifs carrés  $100\ \mu\text{m}$  avec un pas de  $200\ \mu\text{m}$  ; g. motifs triangulaires  $25\ \mu\text{m}$  avec un pas de  $50\ \mu\text{m}$  ; h. motifs triangulaires  $50\ \mu\text{m}$  avec un pas de  $100\ \mu\text{m}$  ; i. motifs triangulaires  $100\ \mu\text{m}$  avec un pas de  $200\ \mu\text{m}$ .

### II.2.3. Démonstrateur

Parallèlement à l'étude d'adhérence entre le silicium et le polymère, nous avons réalisé une étude de faisabilité sur démonstrateur. En effet, pour tester concrètement un packaging réalisé par fabrication additive, nous avons conçu un véhicule test à packager. Pour cela, nous avons choisi de réaliser un démonstrateur en silicium, constitué de pistes conductrices et de plots métalliques, autorisant le report de composants et leur interconnexion. Cela permet d'étudier l'impact du packaging réalisé par stéréolithographie, sur le fonctionnement électrique des composants ainsi fabriqués. L'objectif principal est de vérifier que le packaging réalisé, protège le composant ainsi que son câblage de l'environnement extérieur (poussières, humidité, chocs, température, ...) sans en détériorer les performances et fonctionnalités.

Afin de réaliser une étude complète, plusieurs types de démonstrateurs ont été créés. Comme le schématise la Figure II-21, trois combinaisons ont été étudiées :

- La première (Type 1) est composée d'un substrat de silicium. Les pistes de ce substrat sont connectées entre elles par câblage filaire (*wire bonding* en anglais) qui consiste à connecter des puces entre elles à l'aide de fils d'or de 25  $\mu\text{m}$  de diamètre. Il permet de relier les plots électriques.
- La seconde (Type 2) est composée d'un substrat de silicium et d'une puce. Un « substrat » sur lequel est reportée par collage (résine époxy) une puce plus petite appelée « top ». L'interconnexion est aussi réalisée par câblage filaire.
- La troisième (Type 3) est composée d'un « substrat » et de deux puces « top » afin d'étendre le volume à packager. Les différentes puces sont connectées entre elles par câblage filaire.

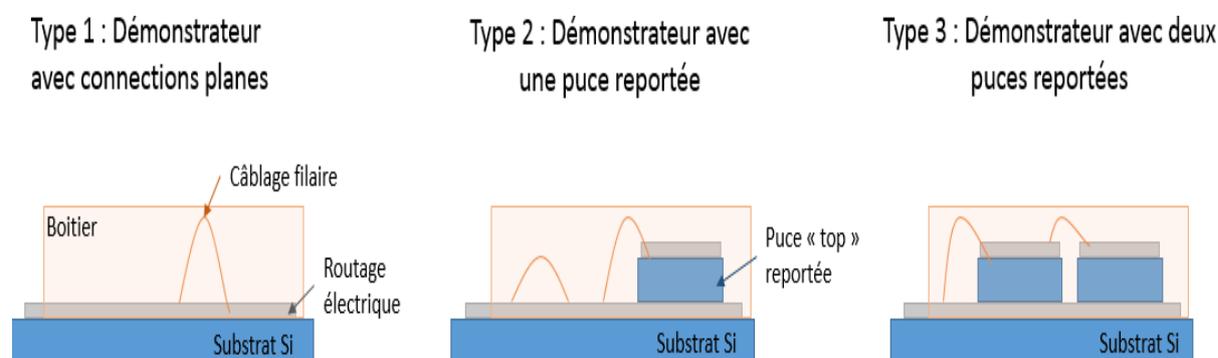


Figure II-21 : Schémas des différents types de démonstrateurs réalisés au cours de l'étude

### II.2.3.1. Réalisation

Afin d'obtenir les trois types de démonstrateur ci-dessus, il faut dans un premier temps réaliser les substrats de silicium et les puces « tops » les constituant.

Le substrat de silicium, illustré Figure II-22, sert d'embase au démonstrateur. La réalisation du packaging par fabrication additive débute sur ce substrat. Ses dimensions sont de 28 mm de long par 21 mm de large. Elle comprend un réseau de pistes électriques larges de 100  $\mu\text{m}$  ainsi que des plots électriques de 150x150 $\mu\text{m}^2$  pour la prise de mesure.

Afin de délimiter la zone de construction du packaging sur la puce, un repère visuel a été ajouté. Il est représenté sur la Figure II-22 par une zone bleue. A terme cette zone pourrait devenir fonctionnelle en étant équipée de texturations ou dépôts chimiques favorisant l'adhérence du polymère sur le substrat silicium.

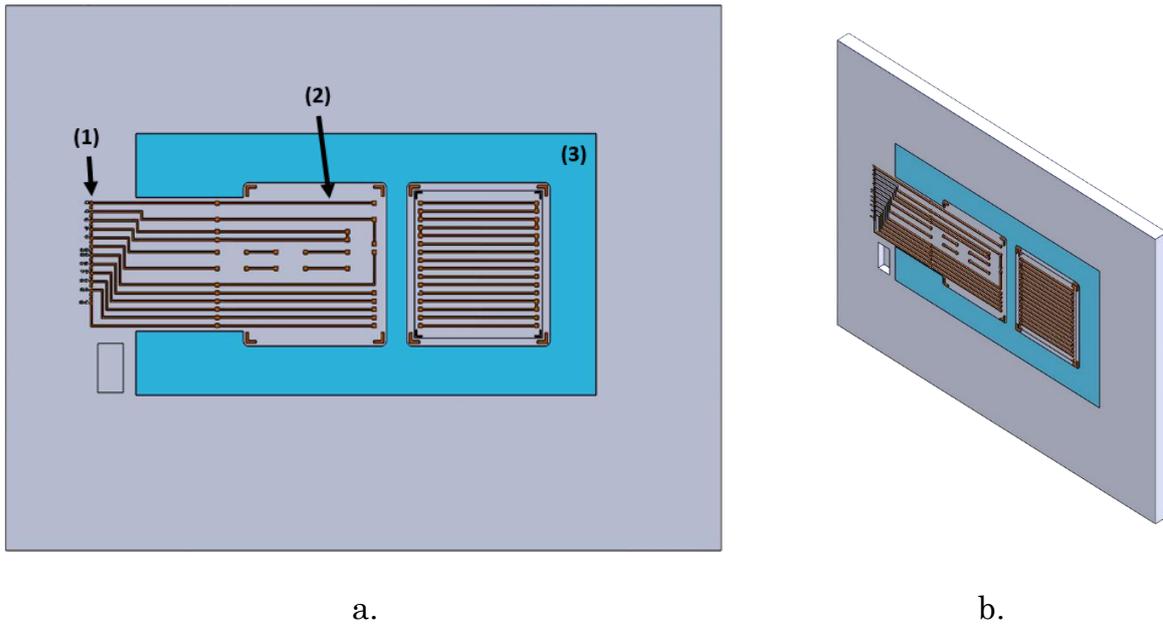


Figure II-22 : a. Vue de dessus du substrat silicium ; b. Vue isométrique du substrat silicium. (1) Les carrés représentent les plots électriques, (2) les lignes représentent les pistes électriques et (3) la zone pleine bleue délimite la zone de construction du packaging.

La puce « top » illustrée Figure II-23, est utilisée afin de créer du volume. En effet, la puce « top » est reportée puis connectée au substrat, ajoutant ainsi du volume et de la topographie au composant à packager. Elle comprend des pistes électriques de  $100\ \mu\text{m}$  de large à connecter au substrat. Ces dimensions sont de  $5.08\ \text{mm}$  de long par  $5.48\ \text{mm}$  de large.

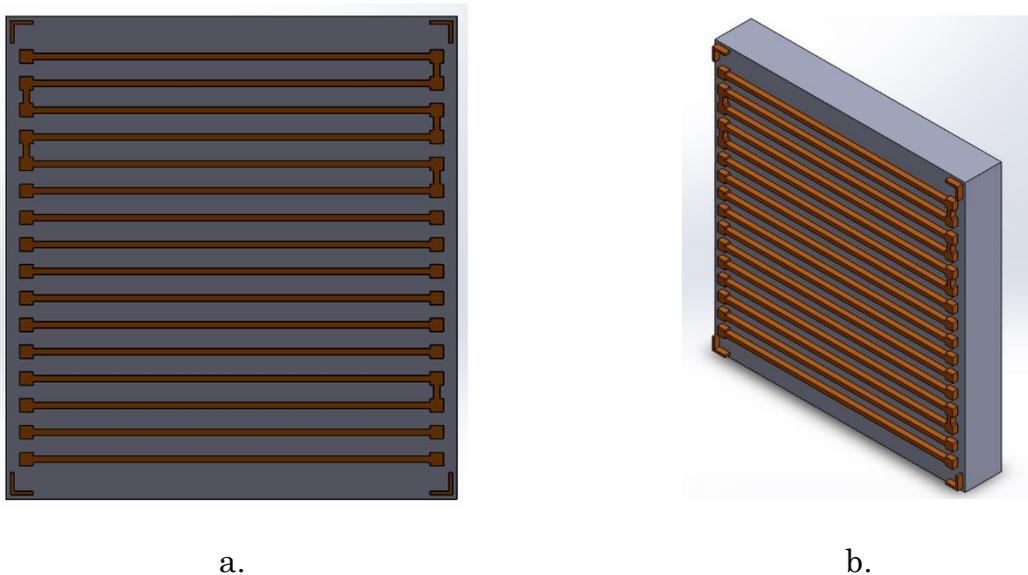


Figure II-23 : a. Vue de dessus de la puce « top » ; b. Vue isométrique de la puce « top »

### ❖ Le câblage des composants

Les pistes électriques présentes sur les puces ont été conçues de sorte à obtenir différentes configurations de câblages. Le câblage vertical, horizontal, à grande boucle (passage du substrat à la puce « top ») et à petite boucle (liaison de pistes sur un même plan) sont représentés sur la Figure II-24. Les différents cas permettent ainsi l'identification du câblage critique dans le cas d'un endommagement du démonstrateur pendant l'étape de packaging.

Les réseaux de pistes électriques sur les puces, ont été choisis afin de tester trois modèles de chaînes différents. Le premier modèle est constitué de deux chaînes courtes, présentes seulement sur le substrat. La première chaîne sans câblage, permet de vérifier l'intégrité des pistes. La deuxième chaîne présente un câblage à petites boucles. Sa fonction est de vérifier l'endommagement des fils sur le substrat. Le second modèle est composé de chaînes de longueurs moyennes et le troisième de chaînes longues. Ils permettent d'étudier le câblage reliant les deux puces ainsi que celui vertical.

Comme illustré à gauche de la Figure II-24, des plots de test permettent de tester électriquement et de façon indépendante les différentes pistes et chaînes d'interconnexion. De plus, chaque piste est équipée de deux plots de mesure afin de pouvoir réaliser une mesure 4 fils dont le procédé est décrit en partie II.3.4 (p.103).

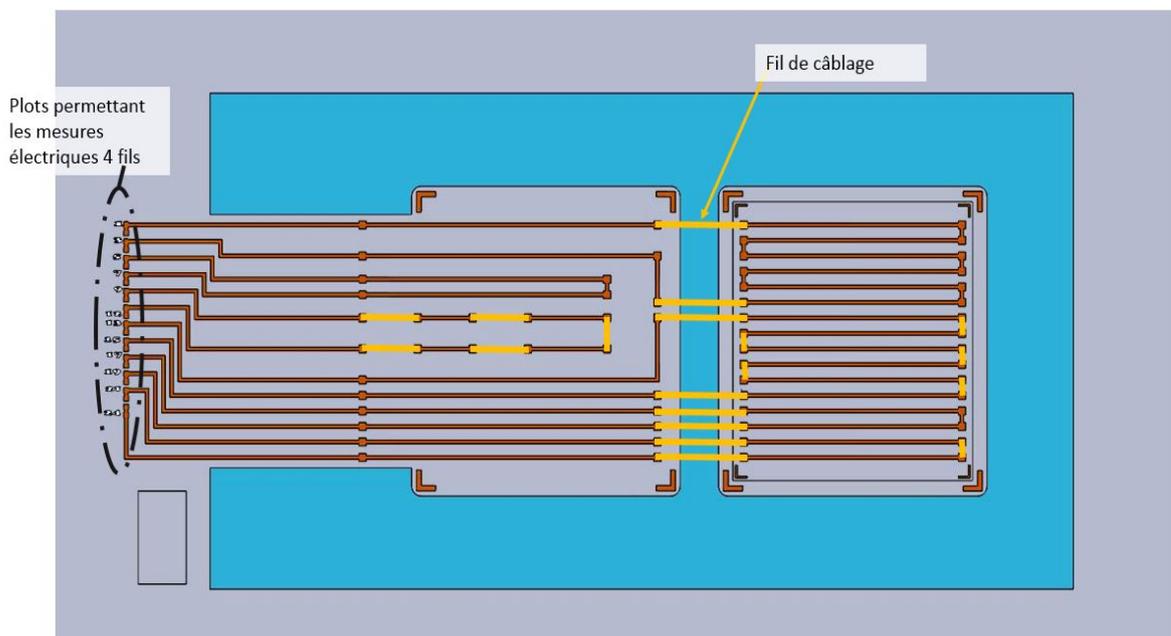


Figure II-24 : Schéma en vue de dessus du câblage pour un démonstrateur, les fils d'or sont représentés en jaunes

### II.2.3.2. Choix des matériaux des démonstrateurs

Bien que les démonstrateurs soient conçus pour notre étude, il est important que ceux-ci soient représentatifs du domaine de la microélectronique. Dans cette optique, les puces ont été réalisées en salle blanche sur des plaques de silicium 200mm.

Dans cette étude, deux versions de pistes électriques ont été étudiées. La première version est composée de pistes en aluminium. Le procédé de fabrication en salle est standard et maîtrisé. La seconde version possède des pistes en or. Elle a été mise au point afin d'éviter les problèmes éventuels liés à la soudure (aluminium/or) entre les fils du câblage et les plots électriques.

La première version est constituée d'une plaque de silicium recouverte d'une couche de  $\text{SiO}_2$  thermique. Comme l'illustre la Figure II-25, les pistes conductrices sont composées d'un empilement  $\text{Ti}/\text{TiN}/\text{AlCu}/\text{Ti}/\text{TiN}$ . En effet, la première couche de titane sert de couche d'accroche entre le silicium et l'empilement  $\text{TiN}/\text{AlCu}$ . Puis la couche de  $\text{TiN}$  permet de créer une barrière empêchant ainsi la diffusion du matériau  $\text{AlCu}$  dans la plaque de silicium. Ensuite les deux couches supérieures  $\text{Ti}/\text{TiN}$  protègent la piste électrique  $\text{AlCu}$  durant les étapes de fabrication de la passivation. La passivation composée des couches  $\text{SiO}_2/\text{SiN}/\text{SiO}_2$  permet la protection du réseau électrique. Elle est ensuite gravée avec les couches  $\text{Ti}/\text{TiN}$  pour ouvrir l'accès aux pistes électriques sur les plots.

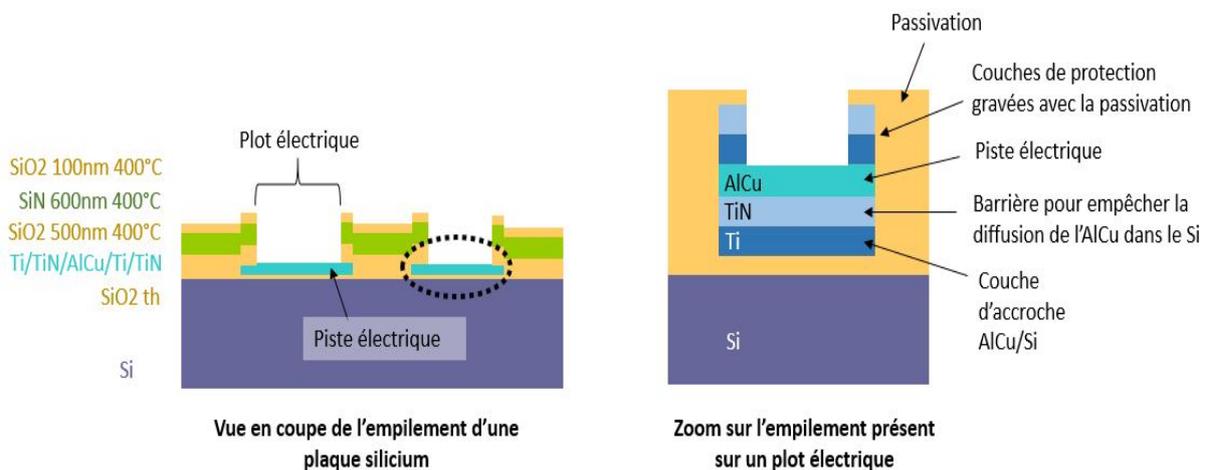


Figure II-25 : Vue en coupe schématique de l'empilement de matériaux composant les démonstrateurs avec des pistes  $\text{AlCu}$

Sur la seconde version, la plaque de silicium est également recouverte d'une couche d'oxyde thermique  $\text{SiO}_2$ . Les pistes conductrices sont composées d'un empilement de  $\text{W}/\text{WN}/\text{Au}/\text{WN}$  recouvert d'une passivation comme le représente la Figure II-26. Les couches de tungstène  $\text{W}/\text{WN}$  dans le procédé limitent la migration

de l'or dans la plaque de silicium et permettent l'accroche des pistes conductrices sur la passivation.

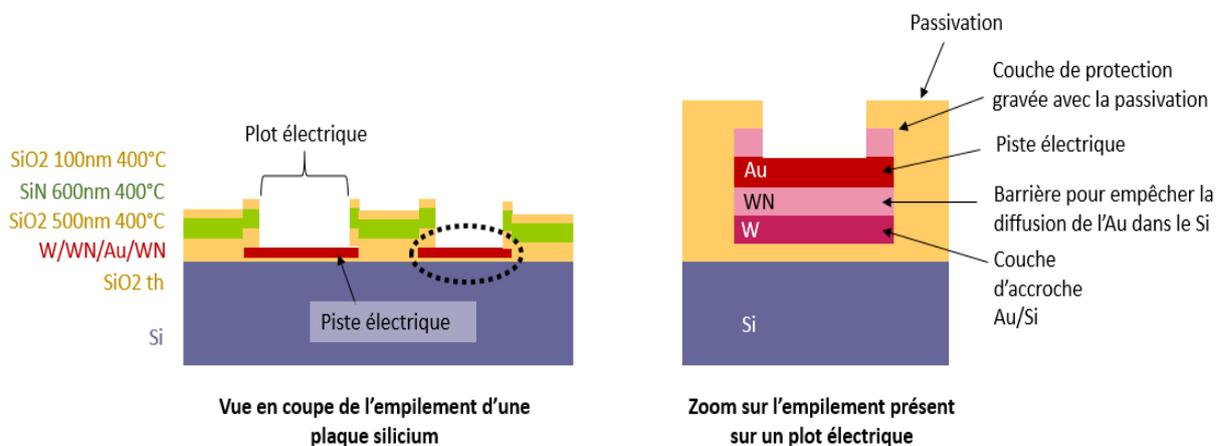


Figure II-26 : Vue en coupe schématique de l'empilement de matériaux composant les démonstrateurs avec des pistes Au

### II.2.3.3. Conception du boîtier de packaging

Le packaging du démonstrateur a été conçu pour s'adapter à celui-ci. C'est-à-dire qu'il doit protéger les composants (puces et câblage) tout en étant le plus compact possible. Dans notre étude, les dimensions (x, y) du boîtier sont définies par la zone bleue décrite sur la Figure II-22.

Pour permettre la réalisation du boîtier, le mode de réalisation, c'est-à-dire la fabrication additive, a été prise en compte pour la conception du boîtier. En effet, la résolution des imprimantes ainsi que les étapes manuelles de post-traitement peuvent impacter sur la faisabilité du boîtier. Deux boîtiers ont ainsi été réalisés.

Le premier boîtier, représenté Figure II-27, présente une géométrie rectangulaire simple. De plus, il emprisonne la totalité du dispositif encapsulé. Lors de sa réalisation, l'ensemble de la résine recouvrant le dispositif est polymérisé. Ainsi, le composant est englobé dans la résine ABS et protégé mécaniquement de l'environnement extérieur.

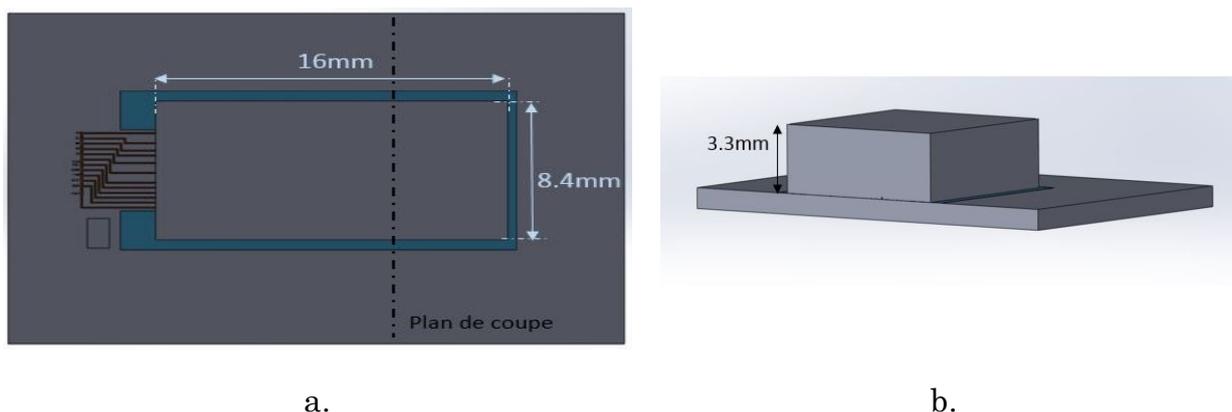


Figure II-27 : Conception 3D du démonstrateur type 1 packagé avec un boîtier plein ; a. vue de dessus du boîtier ; b. Vue en coupe du démonstrateur packagé

Le second boîtier, de géométrie plus complexe, laisse le dispositif libre avec un boîtier en forme de capot creux comme l'illustre la Figure II-28. D'apparence extérieure rectangulaire, l'intérieur est évidé en forme de dôme dans l'axe de la longueur pour permettre le capotage du composant. Les trous sur le dessus du boîtier évidé, permettent l'évacuation de la résine non polymérisée (liquide) pendant la fabrication. En effet, avec le procédé de stéréolithographie, la forme du boîtier engendre un emprisonnement de résine non polymérisée dans la cavité. Cette résine est évacuée de la cavité lors de l'étape de post-traitement.

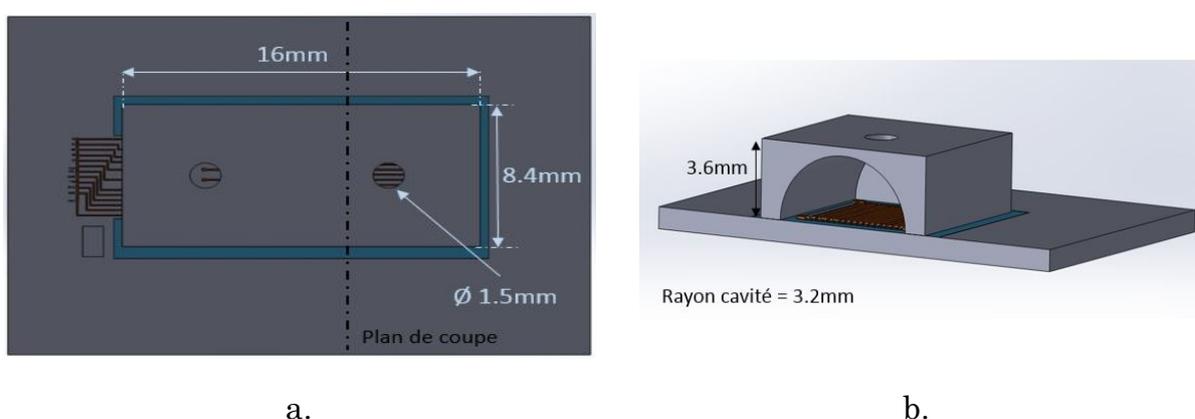


Figure II-28 : Conception 3D du démonstrateur type 1 packagé avec un boîtier creux ; a. vue de dessus du démonstrateur ; b. Vue en coupe

La création d'un boîtier creux, permet d'imaginer une fonctionnalisation du boîtier. Il pourrait par exemple, contenir des canaux pour la micro-fluidique, des réseaux électriques afin de reprendre des contacts à l'extérieur du boîtier, ....

Les deux boîtiers nous permettent une étude complémentaire. En effet, la réalisation du boîtier plein implique un procédé d'impression contraignant pour le

démonstrateur car l'ABS liquide est polymérisé autour des composants. Toutefois, le post-traitement reste simple avec un nettoyage chimique (5 min dans un bain d'isopropanol) n'impactant que l'extérieur du démonstrateur. Le boîtier creux en revanche, implique un procédé de fabrication à faible impact sur le démonstrateur, et un post-traitement plus complexe et plus agressif pour les démonstrateurs. La solution d'isopropanol pénètre dans la cavité et nettoie ainsi l'intérieur et l'extérieur du boîtier afin d'éliminer les résidus de résine ABS.

Les deux boîtiers ont été testés pour tous les types de démonstrateurs (type 1, 2, 3), le Tableau II-3 récapitule l'ensemble des démonstrateurs étudiés.

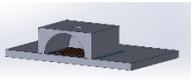
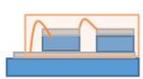
Matériaux des pistes utilisées sur le démonstrateur	Type de démonstrateur	Type de package
Ti/TiN/AlCu/Ti/TiN	Type 1 	Boîtier plein 
		Boîtier avec cavité 
	Type 2 	Boîtier plein
		Boîtier avec cavité
	Type 3 	Boîtier plein
		Boîtier avec cavité
W+WN/Au/WN	Type 1, Type 2, Type 3	Boîtier plein
		Boîtier avec cavité

Tableau II-3 : Tableau récapitulatif des différents démonstrateurs réalisés et étudiés

## II.3. Techniques de caractérisations

Au cours de notre étude, de nombreux moyens de caractérisation ont été utilisés pour étudier les différents matériaux, l'adhérence entre le polymère ABS et les différents substrats silicium étudiés.

Les matériaux utilisés au cours de la thèse, sont les différentes combinaisons de plaques de silicium décrites dans la partie II.2 (p.73) et le polymère ABS des imprimantes 3D. Afin d'obtenir les propriétés de surface, les plaques de silicium ont été caractérisées morphologiquement par microscopie optique, par microscopie à force atomique (AFM) et par microscopie électronique à balayage (SEM). Des essais de traction ont été réalisés sur l'ABS afin d'obtenir ses propriétés mécaniques et par spectroscopie de photoélectrons X (XPS) pour déterminer les éléments chimiques le constituant.

Pour comprendre les phénomènes physiques liés à l'adhérence entre l'ABS et la plaque de silicium, nous avons testé mécaniquement l'interface des deux matériaux en effectuant des essais de cisaillement. Des analyses chimiques de surface par XPS ont également permis de comprendre les interactions physico-chimiques entre les matériaux.

Pour finir les démonstrateurs ont été caractérisés morphologiquement afin d'étudier la conformité des boîtiers réalisés en comparaison avec les conceptions CAO. Puis électriquement, pour vérifier l'intégrité des circuits électriques packagés.

Cette deuxième partie du chapitre est consacrée dans un premier temps aux principes de l'adhérence puis dans un second temps au principe général des différentes techniques de caractérisations utilisées pendant la thèse. Nous rappellerons également les conditions d'utilisation des techniques lors de nos observations.

### II.3.1. Caractérisation morphologique des substrats

La caractérisation morphologique permet de déterminer ou vérifier les dimensions de pièces, les couches de surface avec la morphologie de la matière, la microstructure, la rugosité.... Dans le cas de notre étude, elle permet d'observer la surface des plaques de silicium, l'interface plaque/polymère, l'homogénéité du polymère ainsi que la morphologie des pièces imprimées.

Nos échantillons mesurant quelques mm<sup>2</sup>, la première analyse se réalise au microscope optique afin d'obtenir une vue globale de l'échantillon.

Cet instrument est muni d'un objectif et d'un oculaire permettant de grossir l'image d'une pièce de petites dimensions. Dans notre étude, nous utilisons le microscope numérique *Keyence*. Ce microscope est étalonné et permet de réaliser les mesures dimensionnelles nécessaires (mesures à 0.5 µm près). L'inclinaison de

sa colonne oculaire de  $-90^\circ$  à  $90^\circ$ , permet de réaliser des photos en vue de dessus, inclinées, ainsi que des vues de profil.

### II.3.1.1. La microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour « Scanning Electron Microscopy ») est une technique d'observation et de caractérisation répandue pour étudier en haute résolution, la surface d'un échantillon. Comme l'illustre la Figure II-29, cette technique réalise des images de surface en la bombardant avec un faisceau d'électrons. En atteignant la surface, les électrons interagissent avec la matière entraînant l'émission de différents électrons ou de rayons X. La réémissions des différents électrons par la surface est ensuite détectée. Le signal obtenu indique alors la topographie de surface (électrons secondaires) ainsi qu'une étude de composition chimique (électrons rétrodiffusés) (65)(88).

Afin que les électrons ne soient pas perturbés avant d'atteindre l'échantillon, l'analyse s'effectue dans une enceinte sous vide ( $10^{-5}$  à  $10^{-6}$  mbar). La surface d'impact du faisceau incident a un diamètre compris entre 10 nm et moins de 1  $\mu\text{m}$ . Les observation MEB sont réalisées avec des tensions d'accélération pouvant varier entre 1 kV et 20 kV avec un courant inférieur à 1 nA. Sa résolution est de l'ordre de la centaine de nanomètres.

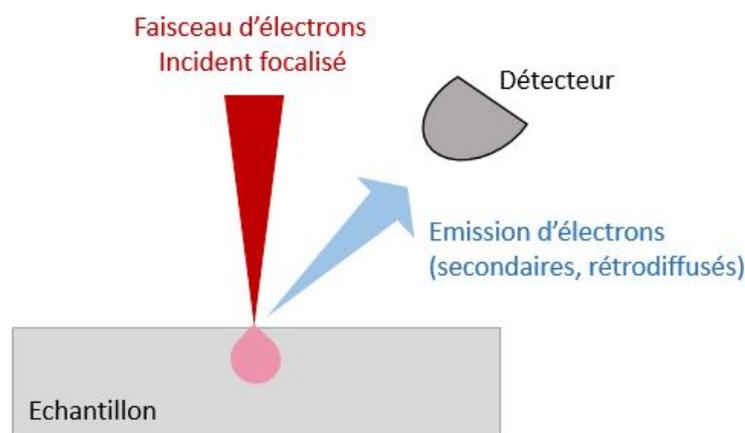


Figure II-29 : Schéma de principe d'imagerie par microscope électronique à balayage (adapté de (88))

Durant cette thèse, la microscopie à balayage a été utilisée afin de caractériser les différentes interfaces des démonstrateurs tels que les interfaces polymère/substrat de silicium ou l'interface de collage substrat/puce «top»...

### II.3.1.2. La microscopie électronique en transmission

Le microscope électronique en transmission (ou TEM pour « Transmission Electron Microscopy ») est une technique de microscopie basée sur la transmission d'un faisceau d'électrons au travers d'un échantillon très mince (entre 100 et 50 nm) comme l'illustre la Figure II-30. En traversant l'échantillon, les électrons incidents du faisceau vont interagir avec les atomes du matériau suivant deux modes : transmission ou diffraction. Il est alors possible de former des images en « champ clair » avec le faisceau transmis et en « champ sombre » avec le faisceau diffracté. Le contraste de l'image obtenue dépend de l'orientation cristalline des matériaux composant l'échantillon, de la densité des atomes rencontrés ainsi que de l'épaisseur de la lame mince. La résolution de l'appareil peut atteindre quelques angströms (0.2 nm).

La technologie permet également d'étudier la composition chimique d'un échantillon en étudiant le rayonnement X provoqué par le faisceau électronique lors de son interaction avec la matière.

Pour caractériser nos échantillons, le TEM était paramétré avec un courant électrique de 1 nA et une tension d'accélération des électrons de 200 kV. La succession d'observations en champ clair et en champ sombre permet une analyse complémentaire en haute résolution des différentes interfaces étudiées.

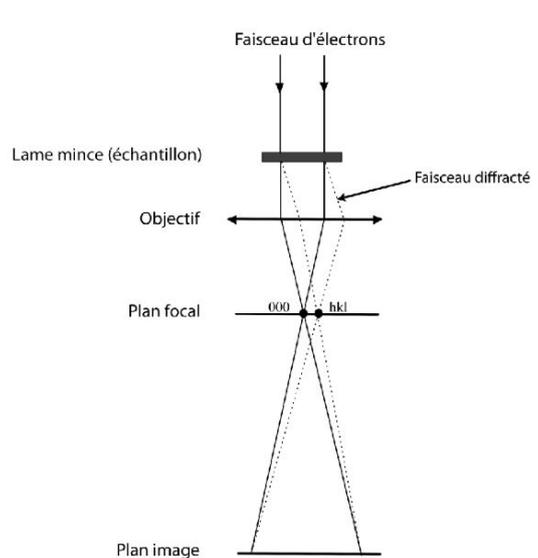


Figure II-30 : Principe d'imagerie par microscopie électronique en transmission (TEM) (89)

### II.3.1.3. La microscopie à force atomique

La Microscopie à Force Atomique (ou AFM pour « Atomic Force Microscopy ») est une technique permettant de réaliser des mesures de rugosité de surface (topographie). L'observation des propriétés de surface telles que les

dimensions, la détermination de propriétés viscoélastiques, la mesure de forces d'adhésion, sont aussi possibles. La résolution de l'AFM peut atteindre l'échelle atomique (angström).

Le principe de l'AFM est de mesurer les forces d'interactions (attractive et répulsive) entre une pointe fixée sur une extrémité de levier et les atomes présents à la surface de l'échantillon. Pour cela, un faisceau laser est envoyé sur un miroir disposé à la surface supérieure du levier support de la pointe. Ce miroir réfléchit le faisceau vers des photo-détecteurs fixes en fonction du mouvement de la pointe (Figure II-31). Les oscillations du laser enregistrées par les détecteurs sont ensuite comparées à une consigne en  $z$  de la pointe. L'image de la surface est alors reconstruite à partir de l'enregistrement des variations de position selon l'axe  $z$  (65). La réalisation des mesures se fait par un balayage de la surface à analyser.

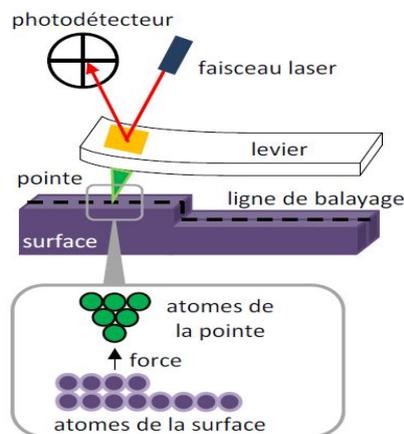


Figure II-31 : Principe de fonctionnement du dispositif de microscopie à force atomique (AFM) (65)

Dans notre étude, l'AFM a été utilisée afin de mesurer la rugosité de surface des différentes plaques étudiées. Afin de pouvoir comparer les substrats, l'étude AFM a été menée avec une plage d'enregistrement de  $5 \times 5 \mu\text{m}^2$  ( $x, y$ ). Cette plage d'enregistrement également appelée *scan* a pour origine son milieu, c'est-à-dire que le scan est compris entre  $+2.5 \mu\text{m}$  et  $-2.5 \mu\text{m}$  ( $x, y$ ). Pour leur exploitation, les données ont été traitées avec le logiciel *Nanoscope Analysis*©.

De nombreuses définitions peuvent traduire la rugosité de surface, mais nous avons choisi de travailler avec la rugosité moyenne appelée  $R_q$  ou  $R_{ms}$  (Root Mean Square) ainsi que la rugosité moyenne arithmétique ( $R_a$ ) (90). La rugosité  $R_q$ , représente la moyenne quadratique de rugosité des pics et vallées. Nous avons également travaillé avec la rugosité Pic-Vallée afin d'observer l'amplitude de la rugosité de surface.

## II.3.2. Caractérisation chimique de surface

### II.3.2.1. Mouillabilité de surface

Dans notre étude, l'impression est réalisée avec une matière polymère : la résine. Pour obtenir une impression directe, deux matières sont mises en contact, la plaque de silicium et la résine d'impression. Afin d'étudier et comparer le comportement de la résine polymère sur les différents types de substrats étudiés, des mesures d'angle de goutte ont été effectuées.

L'équipement standard permettant de réaliser les mesures d'angle de goutte est généralement automatisé. Une seringue dépose une goutte de liquide contenant un volume précis. Ensuite une caméra optique placée de profil par rapport à la goutte, mesure l'angle formé. Ce dispositif a été conçu pour gérer des liquides ayant une viscosité proche de l'eau (environ 1 cP ce qui correspond à 1 mPa.s) (91).

La résine ABS 3650 utilisée lors de nos expériences a une viscosité de 100-300 cP à une température de 28°C. Soit plus de 100 fois supérieure à la viscosité de l'eau. Nous avons donc adapté le principe général pour effectuer nos expériences. En effet, les gouttes de polymère ont été déposées manuellement à l'aide d'une micropipette qui contrôle le volume de la goutte comme l'illustre la Figure II-32. Afin de déposer un volume suffisant pour les mesures, nous avons utilisé des micropipettes de 1.5  $\mu$ L. Pour fiabiliser les résultats, présentés dans le Chapitre III.2.2, cinq mesures (5 gouttes) ont été réalisées par types de substrats.

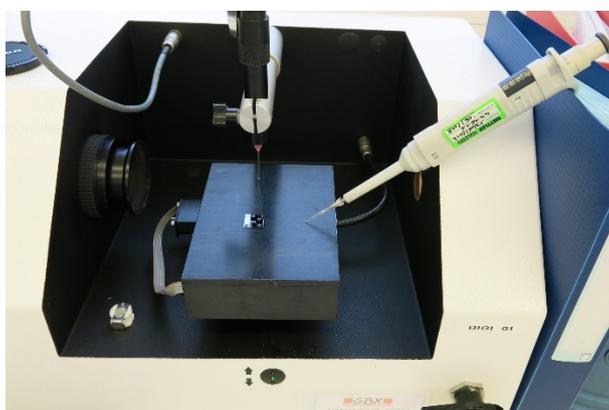


Figure II-32 : Photographie de l'expérience de mouillabilité

### II.3.2.2. La spectroscopie de photoélectrons X

La spectroscopie de photoélectrons X (XPS) est une technique d'analyse élémentaire de surface. Le principe de l'XPS, représenté Figure II-33, se base sur la mesure de l'énergie cinétique ( $E_c$ ) des électrons émis par une surface sous l'impact d'un faisceau de photons X monochromatique (65). L'échantillon étudié est placé dans une chambre sous ultravide, contenant une source de rayonnement X

ainsi qu'un analyseur. Cette technique permet une analyse sur une profondeur de quelques nanomètres.

En XPS, les photoélectrons détectés sont issus des niveaux de cœur des atomes présents à la surface de l'échantillon.

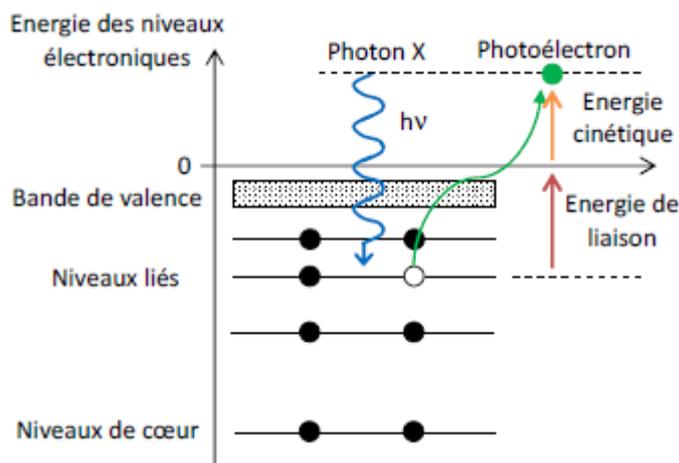
De plus, il est possible de relier l'énergie cinétique des photoélectrons à leur énergie de liaison par la relation d'Einstein, décrite par l'Équation II-1. L'énergie de liaison permet d'identifier les éléments chimiques excepté l'hélium et l'hydrogène (composés exclusivement de liaisons hydrogène). L'intensité des pics obtenus par XPS permet de quantifier les éléments en pourcentage atomique présents sur la surface d'analyse de l'échantillon. La forme des pics détermine la nature des liaisons formées ainsi que son pourcentage relatif (65).

$$E = h * \nu = E_c + E_L + \Phi$$

*Équation II-1 : Relation d'Einstein*

Avec :

- E : énergie d'un photon X (J)
- h : constante de Planck ( $6.63 * 10^{-34}$  J.s)
- $\nu$  : la fréquence de l'onde électromagnétique associée au photon (Hz)
- $E_c$  : l'énergie cinétique (J)
- $E_L$  : l'énergie de liaison du photoélectron par rapport au niveau de Fermi (J)
- $\Phi$  : la fonction de travail liée à l'appareillage



*Figure II-33 : Schéma de principe définissant les différents niveaux d'énergie en XPS (65)*

### II.3.3. Caractérisation mécanique

#### II.3.3.1. Caractérisation du polymère ABS par essais de traction

Afin de connaître les propriétés mécaniques réelles du matériau ABS imprimé par stéréolithographie, des caractérisations de traction uni-axiale ont été effectuées. En effet, cet essai permet de mesurer le module d'Young, la limite d'élasticité ainsi que la limite à la rupture du matériau.

La courbe obtenue suite à un essai de traction uni-axiale représente la contrainte  $\sigma$  en fonction de la déformation  $\epsilon$ , comme sur la Figure II-34. Cette courbe se compose de deux phases. La première phase linéaire, correspond à la déformation élastique du matériau. C'est-à-dire qu'il subit une déformation réversible et indépendante du temps. La seconde phase non-linéaire traduit la déformation plastique ou élasto-plastique du matériau. La déformation plastique est une déformation irréversible, indépendamment du temps.

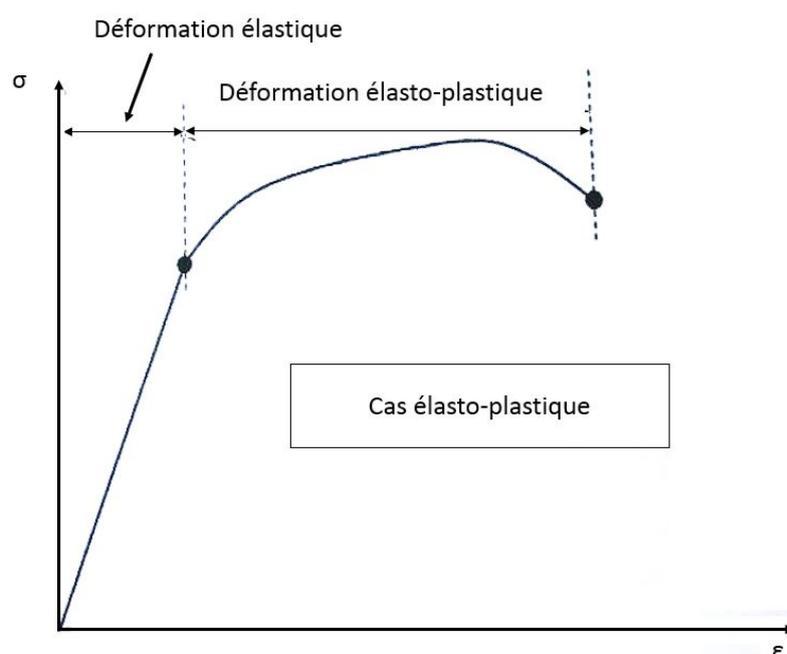


Figure II-34 : Courbe représentant la contrainte en fonction de la déformation lors d'un essai de traction uni-axial (adapté de (88))

A partir des courbes de traction, il est possible de remonter aux propriétés mécaniques du matériau. En effet, le coefficient directeur de la partie linéaire (déformation élastique) est égal au module d'Young et caractérise la rigidité du matériau. D'après la loi de Hooke, décrite dans l'Équation II-2, nous pouvons lier la contrainte à la déformation dans le domaine élastique tel que :

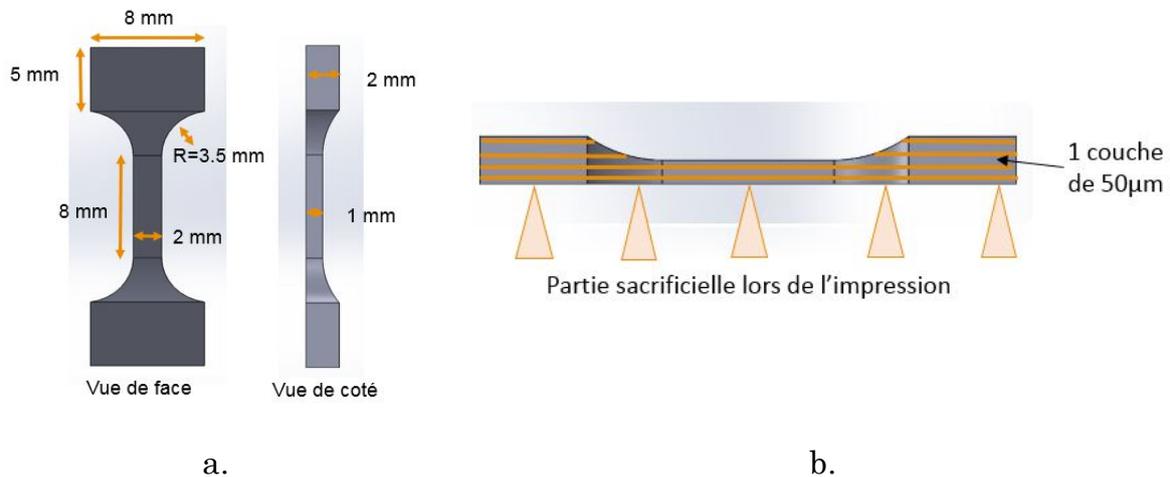
$$\sigma = E \cdot \varepsilon$$

*Équation II-2 : Loi de Hooke*

Avec :

- $\sigma$  : contrainte en Pascal (Pa)
- $E$  : module d'Young (Pa)
- $\varepsilon$  : déformation (adimensionnel)

Dans notre étude, les éprouvettes de traction ont été réalisées par stéréolithographie avec une résine polymère ABS. Les éprouvettes ont été imprimées dans le sens de la longueur avec un procédé de stéréolithographie standard et une épaisseur de couche de 50  $\mu\text{m}$ . De plus, leurs dimensions ont été ajustées à la machine de traction. La Figure II-35 schématise les éprouvettes créées, ainsi que le sens d'impression.



*Figure II-35 : a. CAO avec cotation de l'éprouvette utilisée lors du test de traction uni-axial ; b. schéma d'une vue de coté de l'éprouvette réalisée par stéréolithographie, les traits représentent les couches de matière et les triangles représentent la partie sacrificielle fabriquée lors de l'impression et supprimée pour l'essai de traction.*

Lors de la réalisation de nos essais, nous utilisons une machine de traction Deben illustrée Figure II-36. Dans notre cas, les sollicitations mécaniques exercées au sein de l'éprouvette durant l'essai sont parallèles au plan x,y de l'impression.

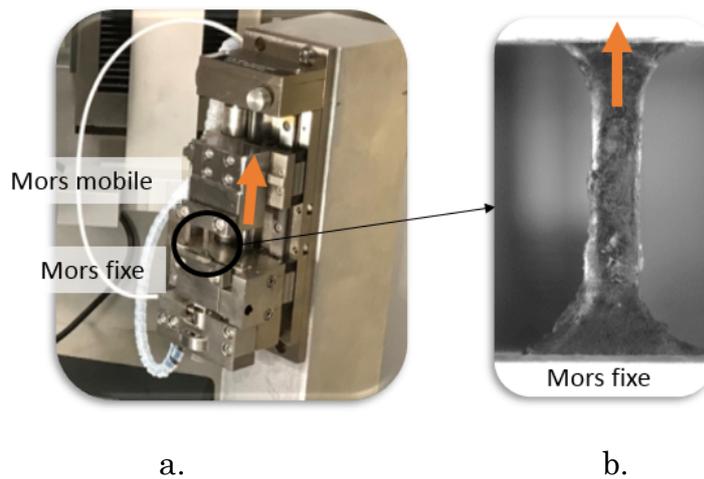


Figure II-36 : a. Vue de dessus de la machine de traction ; b. Eprouvette imprimée en 3D positionnée dans les mors. Les flèches indiquent le sens de mouvements du mors mobile.

Pour une reproductibilité des essais, les éprouvettes ont été réalisées au cours d'une seule impression et testées en traction avec les mêmes réglages machine. Les réglages utilisés sont :

- Vitesse du moteur : 1.5 mm/min
- Temps d'échantillonnage : 200 ms
- Echelle de déplacement du mors mobile en mm (extensomètre)

### II.3.3.2. Caractérisation de l'adhérence par essais de cisaillement

Pour caractériser l'adhérence entre la plaque de silicium et la structure polymère, l'essai de cisaillement a été choisi. En effet, celui-ci permet de déterminer la force à la rupture du système ou de l'assemblage, et met en évidence les mécanismes de rupture mis en jeu.

Pour cette étude, l'équipement *Condor 250 – Xyztec* a été utilisé. Afin que les essais soient comparables, nous avons appliqué un protocole d'étude défini par la norme JEDEC JESD22-B117B (92). Cette norme utilisée en micro-électronique définit un protocole pour caractériser les interfaces d'un plot soudé sur un substrat et déterminer les modes de rupture. Elle donne également, les conditions d'essais tels que le maintien des échantillons, le positionnement de l'outil ainsi que les paramètres à adapter en fonction des objectifs.

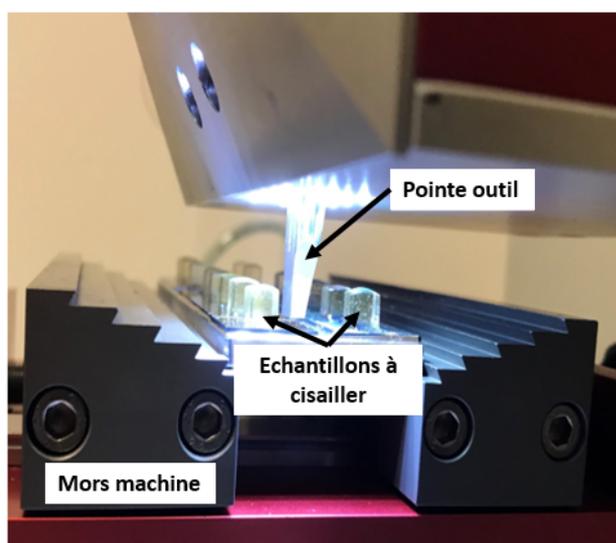
Les échantillons étudiés sont représentatifs des échantillons décrits dans la norme. Ils sont composés de plots cubiques de  $5 \times 5 \times 5$  mm<sup>3</sup> directement imprimés sur une plaque de silicium. Leur forme cubique permet d'avoir un contact plan, de dimension suffisante, avec l'outil de cisaillement.

Les essais de cisaillement se sont déroulés en plusieurs étapes :

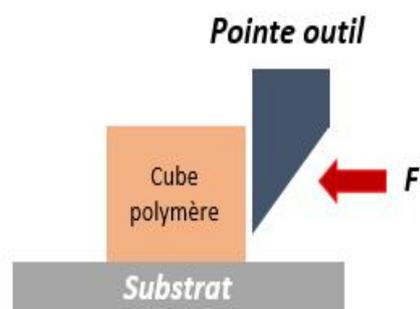
- La mise en place de l'échantillon dans les mors de l'équipement (Figure II-37a)
- Le positionnement de la pointe de cisaillement lors du contact avec un cube
- Le lancement du programme :
  - o Calibration de la hauteur de la pointe par rapport à la plaque de silicium
  - o Mise en contact de la pointe sur le cube à tester
  - o Avancée de la pointe pour pousser le cube jusqu'à la rupture (Figure II-37b)

Si la force à la rupture est donnée par l'équipement de caractérisation, le mode de rupture est déterminé en analysant la morphologie de l'interface et des composants après l'essai. Il existe deux principaux modes de rupture décrits ci-dessous et que nous pouvons illustrer par la Figure II-38 (64):

- Le mode de rupture adhésif : la rupture se situe à l'interface des deux matériaux. Dans ce cas, les composants (substrat et cube) ne sont pas endommagés.
- Le mode de rupture cohésif : la rupture se situe dans au moins un des composants constituant le système. Dans ce cas, au moins un des composants est endommagé.



a.



b.

Figure II-37 : a. échantillon dans l'équipement de cisaillement, b. Schéma de fonctionnement du test de cisaillement

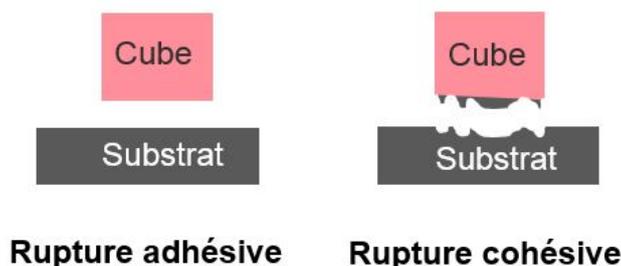


Figure II-38 : Schéma des principes de rupture – adhésif et cohésif

### ❖ Paramétrage de l'équipement

Lors de la réalisation des essais, il est important de régler l'équipement utilisé en fonction des échantillons. Dans le cas de la *Condor 250*, il est possible de jouer sur plusieurs paramètres, tels que :

- Gamme de mesure du capteur
- Distance parcourue par la pointe pendant la poussée et après la rupture
- Hauteur de la pointe par rapport au substrat
- Vitesse d'avance de la pointe

Les paramètres de gamme du capteur ainsi que la force maximale appliquée lors de la poussée sont choisis en fonction de la gamme de force nécessaire à la rupture de l'échantillon. Dans le cas des cubes imprimés, nous utilisons la plus grande gamme de mesure. Celle-ci est déterminée entre 2.5 et 40 kgf (25 N à 392N).

La distance de poussée de la pointe est ajustée suivant la taille du cube à cisailer. Le cube mesurant 5 mm de côté, nous avons choisi de pousser sur 4 mm. Cette valeur permet d'obtenir la rupture entre le cube imprimé et la plaque de silicium.

Les paramètres de hauteur de pointe et de vitesse d'avance de l'outil, sont plus délicats à déterminer car ils ont un impact direct sur la force à appliquer et sur les mécanismes de rupture (92). En effet, le positionnement en hauteur de l'outil par rapport au substrat impacte la zone caractérisée. Pour caractériser l'interface, l'outil doit être au plus proche de celle-ci. En augmentant l'écart outil/substrat, un moment est appliqué à l'interface cube/substrat (théorème de Saint Venant (93)), et les contraintes induites dans le cube sont davantage réparties dans son épaisseur. Cela a pour effet d'augmenter les efforts de traction au niveau de l'interface (pelage), mais aussi d'entraîner une déformation du cube sous la pression de la pointe. De plus, comme le montre les travaux de L. Rabemananjara (94), la vitesse d'avance de la pointe influence le comportement du matériau (élasto-viscoplastique du cube polymère). Ainsi, en augmentant la vitesse de déplacement, l'établissement du contact apparaît plus franc, et la vitesse de déformation se trouve augmentée. Cela a pour effet d'augmenter la dureté du

matériau. Afin de déterminer le meilleur compromis entre ces deux paramètres, trois hauteurs et deux vitesses d'avances ont été testées. Pour choisir les hauteurs, nous avons découpé le cube en trois parties :

- H = 10  $\mu\text{m}$ , une hauteur très proche de l'interface afin de la caractériser au mieux en cisaillement,
- H = 2 mm, l'outil va venir se positionner au milieu du cube
- H = 4 mm, une hauteur en haut du cube

Les vitesses d'avances de l'outil ont été choisies en tenant compte de la norme JEDEC JESD22-B117B. En effet, nous avons sélectionné une vitesse plutôt basse 500  $\mu\text{m/s}$  (100-800  $\mu\text{m/s}$ ), et vitesse haute de 1000  $\mu\text{m/s}$  afin de voir la différence entre les deux.

Afin de tester toutes les combinaisons possibles, un plan d'expériences a été mis en place :

Paramètre	Valeurs à tester
Hauteur de pointe par rapport au substrat	10 $\mu\text{m}$
	2 000 $\mu\text{m}$
	4 000 $\mu\text{m}$
Vitesse de déplacement de la pointe	500 $\mu\text{m/s}$
	1000 $\mu\text{m/s}$

*Tableau II-4 : Valeurs à tester en fonction des paramètres de cisaillement*

L'observation de l'impact d'un paramètre par rapport à l'autre (hauteur/vitesse) a été réalisée avec une variation indépendante de chaque paramètre. Dans ce cas, seul un paramètre varie, créant six combinaisons de test. Afin de faire de la statistique pour chaque combinaison, nous avons testé six cubes par combinaison. Les cubes ont été construits sur des substrats indépendants les uns des autres. Les résultats des essais seront décrits dans le chapitre IV.

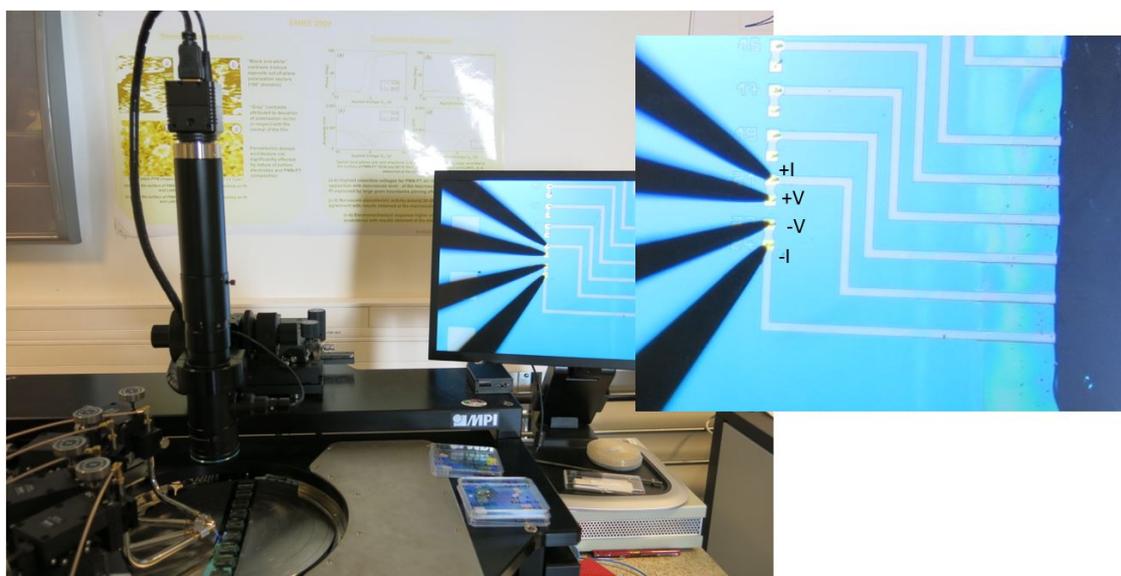
D'après l'étude menée précédemment, les réglages déterminés, et utilisés pour l'ensemble des essais de cisaillement sont :

- Gamme de mesure du capteur : 2.5 à 40 kgf (25 à 392 N)
- Distance de la poussée : 4 000  $\mu\text{m}$  – test destructif
- Hauteur de la pointe lors de la poussée : 10  $\mu\text{m}$
- Vitesse d'avancement de la pointe : 500  $\mu\text{m/s}$

### II.3.4. Caractérisation électrique des démonstrateurs

Pour s'assurer du fonctionnement des démonstrateurs, des caractérisations électriques ont été réalisées. Pour évaluer la résistivité de matériaux conducteurs minces tels que les pistes conductrices or, cuivre, ou aluminium, nous avons utilisé la méthode de mesure quatre fils. La technique de mesure fait appel à deux paires d'électrodes, la première injectant le courant et la seconde mesurant la tension. Cette méthode permet de s'affranchir des erreurs de mesure de résistance liées aux électrodes et amenées de courant (95).

Dans notre étude, les tests électriques ont été utilisés pour étudier la résistance des pistes électriques des démonstrateurs (vu dans la partie II.2.3). Pour effectuer les mesures, un courant de 10 mA est imposé au système électrique. Ensuite, la tension est mesurée à l'aide d'un voltmètre (*Keithley 2400*). Nous avons testé pour chaque démonstrateur, l'ensemble des chaînes électriques. La Figure II-39 représente la mesure quatre fils sur une chaîne d'un démonstrateur.



*Figure II-39 : Montage en quatre fils pour la caractérisation électrique des démonstrateurs, à droite un zoom des quatre pointes positionnées sur les pads électriques avec leur fonction*

Une conversion par la loi d'Ohm, décrite par l'Équation II-3, permet de passer de la tension (V) à la résistance ( $\Omega$ ).

$$U=R.I$$

*Équation II-3 : Loi d'Ohm*

Avec :

- U : tension (Volt)
- R : résistance (ohms)

- I : intensité d'un courant électrique (Ampère)

A la fin de leur conception, les différentes combinaisons de démonstrateurs ont été testées. Afin de suivre l'évolution des interconnexions électriques de chaque combinaison pendant le procédé de packaging, plusieurs points de contrôle ont été réalisés. Le premier contrôle a été effectué après l'étape de câblage. Les valeurs électriques alors obtenues ont servi de références. Le deuxième point a été réalisé après l'étape de packaging par impression 3D afin de vérifier son impact. Puis les autres points ont été mis en place pour suivre les étapes de vieillissement. En effet, lors de l'étude de vieillissement accéléré du boîtier en température et en stockage, nous avons continué de vérifier l'intégrité électrique des démonstrateurs.

## II.4.Simulation par éléments finis : Description des modèles

Afin de comprendre et d'analyser au mieux les mécanismes physiques de l'adhésion, nous avons effectué des simulations par éléments finis. Le principe de simulation par éléments finis consiste à discrétiser le domaine continu étudié en le décomposant en un nombre fini d'éléments à géométrie simple (triangle, carré...). Les éléments sont reliés entre eux par des nœuds situés sur leurs frontières constituant ainsi un maillage du domaine. De plus, chaque élément peut être associé à une solution mathématique proche du problème dont les données principales sont : la géométrie du domaine, les propriétés matériaux, les conditions aux limites ainsi que leur chargement. Les inconnues du système sont les degrés de liberté dans les nœuds et dépendent des éléments finis choisis (géométrie).

Pour approcher la solution du problème étudié le plus fidèlement possible de la réalité, le maillage doit être pertinent et affiné dans les zones d'intérêt (géométrie, sollicitations mécaniques). Ainsi suivant le modèle mathématique et la finesse du maillage, la solution numérique peut approcher la solution réelle. Cependant si le modèle et le maillage sont trop complexes, le nombre d'équations à résoudre pour atteindre la solution peut être significatif, entraînant une augmentation du temps de calcul. C'est pourquoi, un compromis est souvent réalisé entre temps de calcul et finesse de la solution (88).

La simulation par éléments finis est un outil de plus en plus utilisé dans le domaine de la recherche et de l'industrie pour étudier et prédire le comportement d'un système tout en limitant le nombre d'essais expérimentaux. En effet, cet outil permet d'évaluer avec précision le comportement d'un système en fonction de sa géométrie, ses propriétés matériaux, et ainsi quantifier l'impact de ces paramètres.

Les travaux de simulation effectués au cours de la thèse ont été réalisés à l'aide du logiciel de modélisation et simulation *ANSYS*. Nos études étant principalement mécaniques, nous avons travaillé avec le programme de structure statique. Les principales étapes d'une étude sont :

- Définition de la géométrie en 3D. Dans notre cas, les systèmes étudiés ont été réalisés à l'aide du logiciel de CAO *SOLIDWORKS* et ensuite implémentés sur *ANSYS Workbench*.
- Définition des propriétés matériaux (choix des matériaux pour les différentes pièces composant le système)
- Définition des liaisons mécaniques présentes dans le système
- Maillage de la géométrie (discrétisation en sous domaines)
- Définition des conditions aux limites et du chargement
- Résolution du système d'équations
- Analyse des résultats

Les géométries utilisées dans nos modèles sont des géométries simplifiées de nos échantillons.

### II.4.1. Description du modèle mécanique

L'objectif de cette étude est de modéliser les contraintes mécaniques présentes lors d'un essai de cisaillement sur un cube imprimé directement sur une plaque de silicium. Pour cela, trois modèles présentés Figure II-40, Figure II-41, Figure II-42, ont été réalisés :

- 1° modèle : cube imprimé sur une plaque de silicium plane
- 2° modèle : cube imprimé sur une plaque texturée  $100 \times 100 \times 180 \mu\text{m}^3$
- 3° modèle : cube imprimé sur une plaque texturée  $50 \times 50 \times 100 \mu\text{m}^3$

Afin de simplifier le modèle pour diminuer le nombre d'éléments du maillage, une modélisation axisymétrique a été réalisée. Nous avons également créé des sous-domaines pour raffiner le maillage dans les zones de contraintes (zones texturées, et bord du cube).

L'objectif principal de cette étude est de comprendre les mécanismes de rupture observés lors des essais de cisaillement. Pour cela, nous nous focaliserons sur la localisation et les valeurs des contraintes appliquées sur le cube et sur le substrat durant un essai.

Dans le cas du premier modèle illustré Figure II-40, nous représentons une plaque de silicium maintenue par des mors. La plaque mesure 5 cm. Nous pourrions ainsi vérifier les contraintes appliquées pendant les essais sur les morceaux de silicium de  $5 \times 5 \text{ cm}^2$ .

Pour les deuxième et troisième modèles respectivement représentés sur la Figure II-41 et la Figure II-42, deux zones de raffinement ont été créées pour affiner le maillage. La première zone se situe sur le contour du cube de polymère, afin de détailler les contacts entre les ancrages de texturation du cube ainsi que le contact du cube avec l'outil de cisaillement. La seconde zone est composée de la texturation de la plaque de silicium. De plus, nous avons réalisé une simplification de la texturation des plaques pour limiter le nombre d'éléments et gagner du temps sur le calcul. Pour cela, nous avons représenté la texturation seulement dans la zone de contact entre la plaque de silicium et le cube en prenant une garde de 1 à 2 rangés de chaque côté.

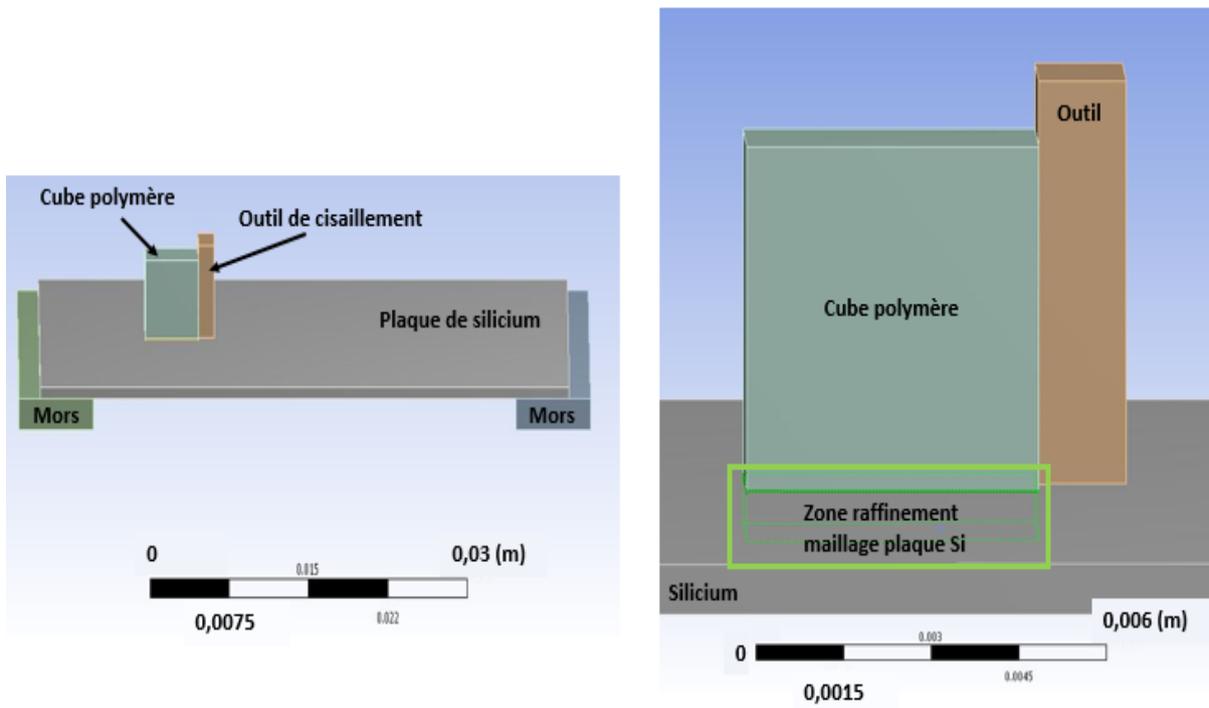


Figure II-40 : Modélisation d'un cube imprimé sur une plaque de silicium plane (1er modèle), l'échelle représente les dimensions du modèle

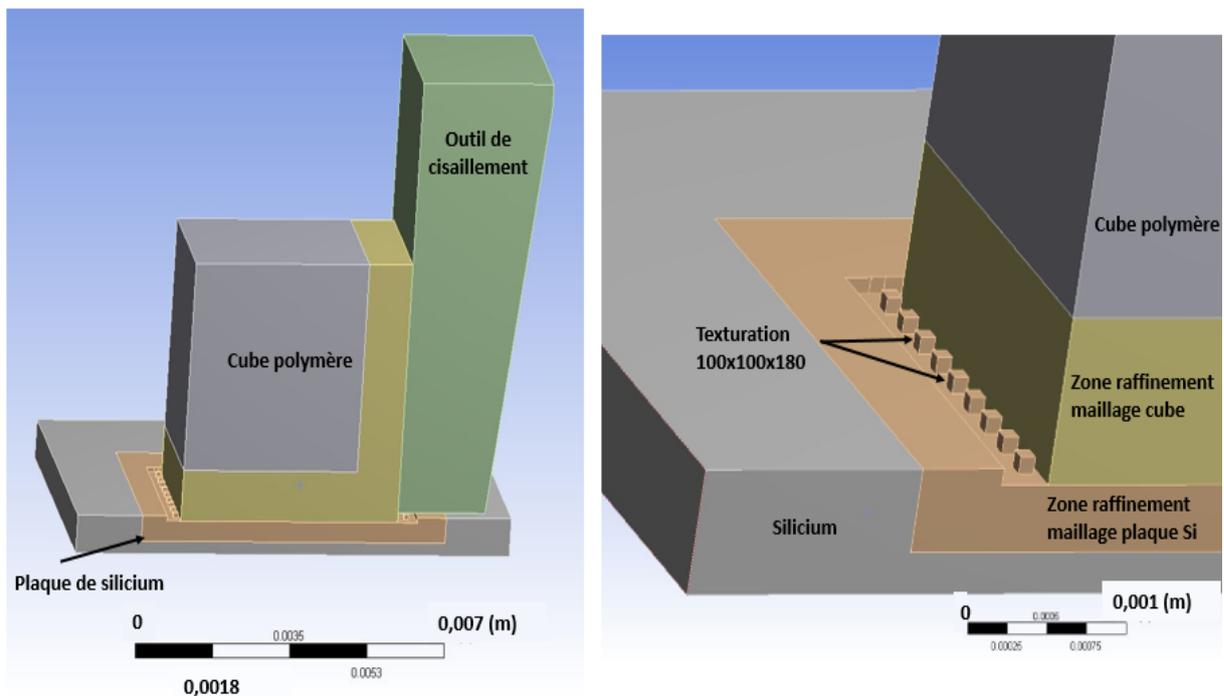


Figure II-41 : Modélisation d'un cube imprimé sur une plaque texturée  $100 \times 100 \times 180 \mu\text{m}^3$  (2ème modèle)

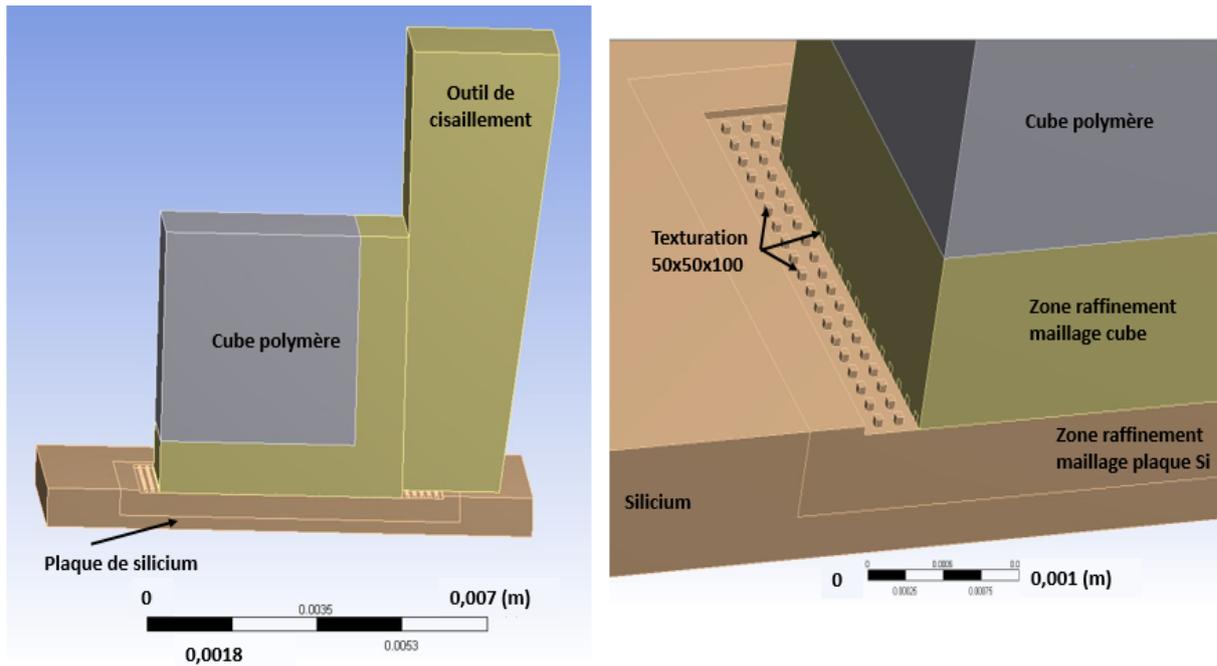


Figure II-42 : modélisation d'un cube imprimé sur une plaque texturée  $50 \times 50 \times 100 \mu\text{m}^3$  (3ème modèle)

## II.4.2. Maillage et conditions aux limites

Le maillage des différents modèles a été réalisé à l'aide d'éléments tétraédriques à 4 nœuds et d'éléments hexaédriques (3D) à 8 nœuds (96). Dans notre cas, le maillage hexaédrique est utilisé pour le cube (non raffiné) et l'outil de cisaillement tandis que le maillage tétraédrique est utilisé pour la plaque de silicium et la zone raffinée du cube comme l'illustre la Figure II-43.

Afin d'obtenir des résultats de simulation suffisamment précis, tout en gardant un calcul réalisable par nos ordinateurs, nous avons réalisé un maillage dont la taille des plus petits éléments mesure  $100 \mu\text{m}$ . De plus, comme le conseille ANSYS, nous avons respecté un minimum de trois éléments dans l'épaisseur de chaque couche, excepté pour la texturation  $50 \times 50 \times 100$  du 3ème modèle qui est trop fine (2 éléments dans l'épaisseur d'un ancrage). Nous obtenons donc pour le modèle le plus fin (3ème modèle) : 509 780 éléments et 716 211 nœuds.

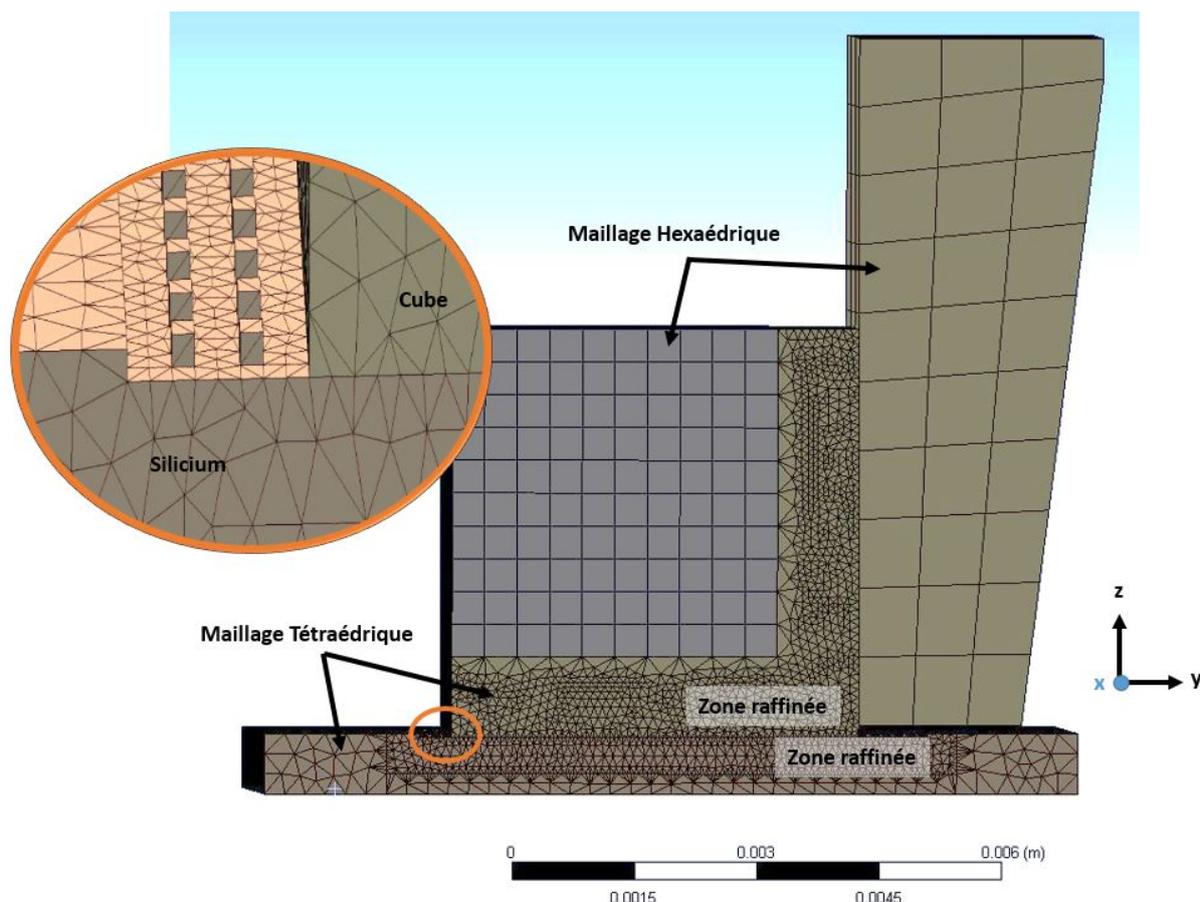


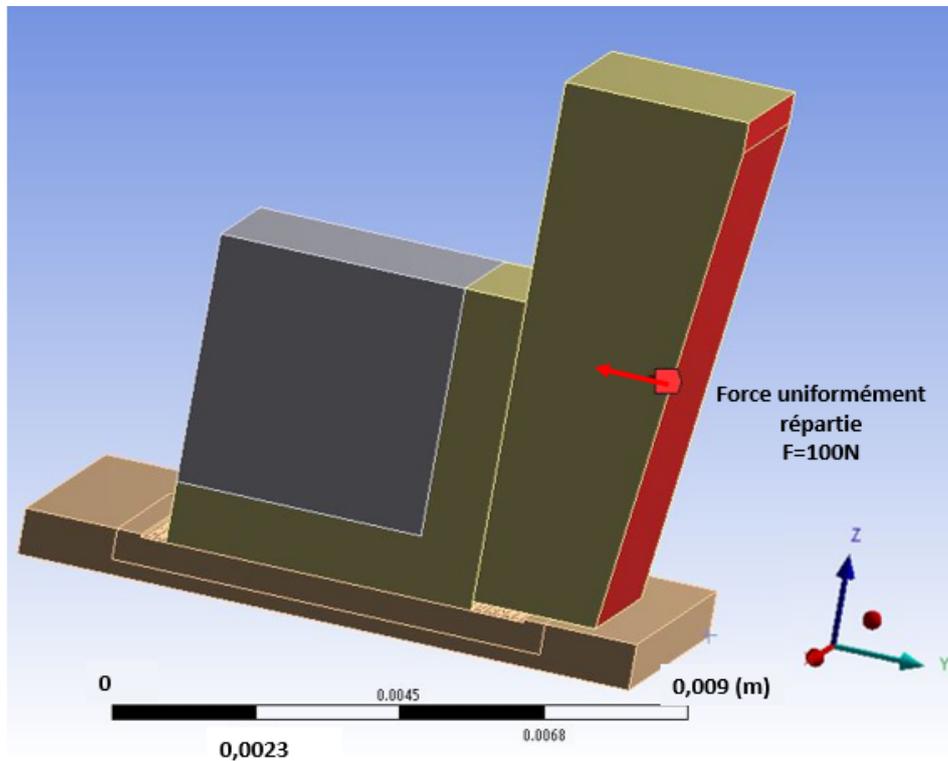
Figure II-43 : Maillage global du modèle 3

Lors des simulations comme lors des essais expérimentaux la plaque de silicium est maintenue bloquée à l'aide de mors. Pour représenter ce maintien, nous avons défini les mors (1er modèle) et le dessous de la plaque de silicium (2ème, 3ème modèle) comme fixes (contrainte d'encastrement au référentiel fixe). Ensuite, nous avons paramétré une liaison plane entre l'outil de cisaillement et le cube de polymère afin de modéliser la liaison obtenue lors des essais de cisaillement. Afin d'être représentatif, les degrés de liberté en  $z$  et en  $x$  de la liaison plane ont été bloqués pour éviter les translations selon les directions  $z$  et  $x$  de l'outil lors de l'effort car en réalité l'outil est maintenu dans cet axe.

Afin de représenter au mieux les essais de cisaillement expérimentaux, les simulations ont été réalisées suivant deux variantes des conditions aux limites paramétrées pour la liaison plaque de silicium / cube polymère :

- Lors de la première variante, nous avons considéré une adhésion parfaite (collage) entre le cube et la plaque de silicium. L'ensemble forme donc une seule pièce (plaque de silicium + cube  $\rightarrow$  1 pièce).
- La seconde variante considère l'interface de contact entre la plaque et le cube comme une liaison plane entre le bas et le haut des ancrages et le cube. Cela autorise le glissement, selon l'axe  $Y$ , du cube par rapport au substrat.

Pour observer les concentrations de contraintes et les déformations appliquées au modèle pendant un essai de cisaillement, dans nos simulations nous lui imposons une force de 100 N suivant l'axe y (Figure II-44).



*Figure II-44 : Force appliquée au modèle 3 afin de représenter un essai de cisaillement*

## SYNTHESE DU CHAPITRE

Ce chapitre nous a permis de détailler :

- les principes généraux des procédés de fabrication et de caractérisation. Nous avons également pu préciser les différents outils de fabrication, caractérisation ainsi que les réglages utilisés aux cours de notre étude.
- les différents substrats et matériaux utilisés lors de la thèse
- les différentes étapes de conception et fabrication d'un démonstrateur
- les principes de simulation par éléments finis ainsi que les modèles mis en place pour étudier les phénomènes d'adhésion dans notre étude

Le chapitre III présente la qualification des procédés de fabrication additive, ainsi que les mécanismes de mouillabilité existants entre le polymère d'impression liquide et les substrats utilisés.



# Chapitre III . Imprimantes et matériaux

---

---

Ce chapitre III a pour objectif de présenter la qualification des procédés de fabrication additive étudiés au CEA-LETI, en termes de résolution de motifs ainsi que les mécanismes de mouillabilité existant entre le polymère d'impression liquide et les substrats étudiés.

---

# Table des matières

---

<b>CHAPITRE III . IMPRIMANTES ET MATERIAUX</b>	<b>113</b>
<b>III.1. Qualification des imprimantes</b>	<b>115</b>
III.1.1. Plaque de qualification	115
III.1.2. Les spécifications machines	117
<b>III.2. Etude des matériaux</b>	<b>124</b>
III.2.1. Le polymère Acrylonitrile Butadiène Styrène (ABS)	124
III.2.2. Caractérisation de surface des substrats	127
III.2.2.1. Plaque de silicium	128
III.2.2.2. Plaques de silicium avec dépôt	135
III.2.2.3. Plaques texturées mécaniquement	138
III.2.2.4. Plaques gravées avec le procédé Bosch	150
Synthèse	157

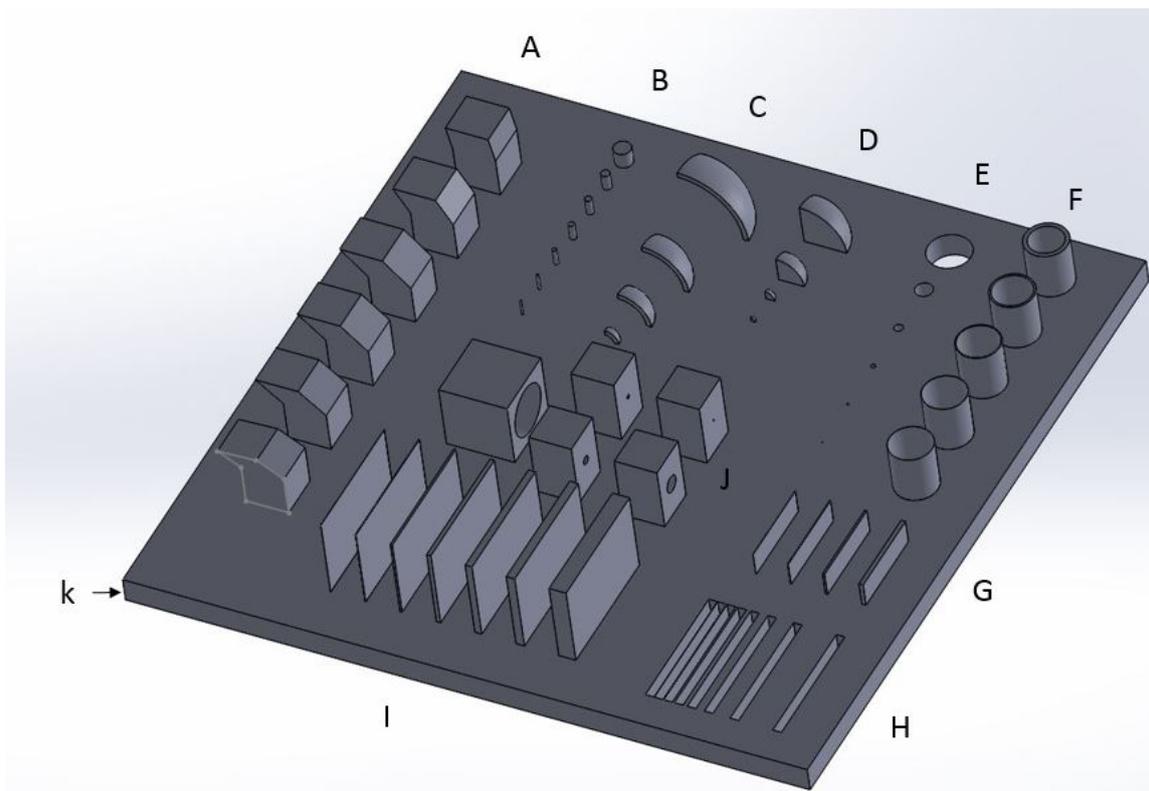
## III.1. Qualification des imprimantes

### III.1.1. Plaque de qualification

Pour évaluer les limites des différentes techniques de fabrication additive utilisées, une plaque de qualification a été réalisée. Ses objectifs sont :

- déterminer les limites en résolution de chaque machine
- déterminer la compatibilité du procédé et de l'objet imprimé avec le packaging d'un composant de microélectronique
- analyser la fabrication de géométries complexes (cube percé, quart de sphère,...) sans l'aide de matériaux support (II.1.1.2)

Pour effectuer une évaluation complète des procédés, nous avons conçu une plaque à base carrée sur laquelle s'ajoutent différentes géométries comme illustrée dans la Figure III-1. Ces géométries (détaillées Tableau III-1) ont été définies pour évaluer les performances et les capacités des équipements et de leur procédé. Elles sont également représentatives des formes utilisables pour réaliser le packaging d'un composant fonctionnel de microélectronique (MEMS).



*Figure III-1 : Vue 3D du modèle CAO de la plaque de qualification, avec les différentes géométries testées*

Pour atteindre les limites des techniques d'impression, les géométries sont déclinées en plusieurs variantes. Nous avons fait varier un à deux paramètres

dimensionnels suivant l'étude (variation de deux paramètres géométriques pour le  $\frac{1}{4}$  de sphère creuse seulement). La Tableau III-1 ci-dessous décrit les variations effectuées, les paramètres étudiés ainsi que les caractéristiques de fiabilité et de précision évaluées.

Motifs	Dimensions demandées (mm)	Caractéristiques évaluées
Tours inclinées (A)	Angle d'inclinaison de la tour $\alpha$ : 90°, 60°, 45°, 42°, 40°, 30°	Faisabilité sans matériau support
Cylindre (B)	Diamètre : 2, 1, 0.8, 0.7, 0.5, 0.3	Précision, faisabilité, circularité
$\frac{1}{4}$ de sphère creuse (C)	Diamètre : 7.5, 5, 3, 1.5, 1, 0.5 Epaisseur parois : 0.6, 0.3, 0.2	Faisabilité sans matériau support, précision
$\frac{1}{4}$ de sphère (D)	Diamètre : 5, 3, 1, 0.5, 0.1	Précision, faisabilité
Trous (E)	Diamètre : 1, 0.5, 0.25, 0.10, 0.05	Précision, faisabilité
Tubes (F)	Epaisseur parois : 1, 0.5, 0.25, 0.10, 0.05	Précision, faisabilité
Murs (G)	Epaisseur parois : 0.5, 0.25, 0.10, 0.05 Hauteur : 3 Longueur : 10	Précision, faisabilité
Interlignes (H)	Largeur : 5, 4, 2, 1, 0.5, 0.25, 0.10, 0.05	Précision, faisabilité
Parois (I)	Largeur : 2, 1, 0.8, 0.5, 0.25, 0.10, 0.05 Hauteur : 10 Longueur : 10	Précision, faisabilité
Cubes percés (J)	Diamètre du trou : 6, 2, 0.5, 0.2, 0.1	Faisabilité sans matériau support
Base carrée (k)	80x80x3 (XYZ)	Précision, faisabilité

Tableau III-1: Description des différentes géométries étudiées sur la plaque de qualification

### III.1.2. Les spécifications machines

La plaque de qualification a été réalisée suivant les deux procédés de fabrication additive polymère étudiés : la stéréolithographie et la FDM. Dans les deux cas, elle a été imprimée suivant les procédés d'impression standards détaillés dans le chapitre II.1. Suite à sa fabrication, une caractérisation morphologique et dimensionnelle a été effectuée par microscopie optique (*Keyence VHX5000*). Cette caractérisation a permis d'identifier les limites en termes de faisabilité et de résolution, de l'équipement et du procédé associé.

#### ❖ Stéréolithographie

Après la création CAO de la plaque de qualification, nous avons transféré le fichier dans le logiciel *Magics* (interface de la machine de stéréolithographie) afin d'imprimer la pièce. Ensuite, un suivi visuel de la plaque s'effectue durant le procédé de fabrication. La pièce finie obtenue est illustrée sur la Figure III-2.

A la fin du procédé d'impression, la plaque doit être retirée de la plateforme et nettoyée manuellement. Ces deux étapes du procédé peuvent endommager les motifs fins et fragiles comme l'illustre la Figure III-3. Nous remarquons le « voilage » du dernier motif parois (I), les déformations et fractures des motifs (F, G) ainsi que la mauvaise évacuation de la résine dans des canaux (cubes percés).



Figure III-2 : Plaque de qualification imprimée par stéréolithographie

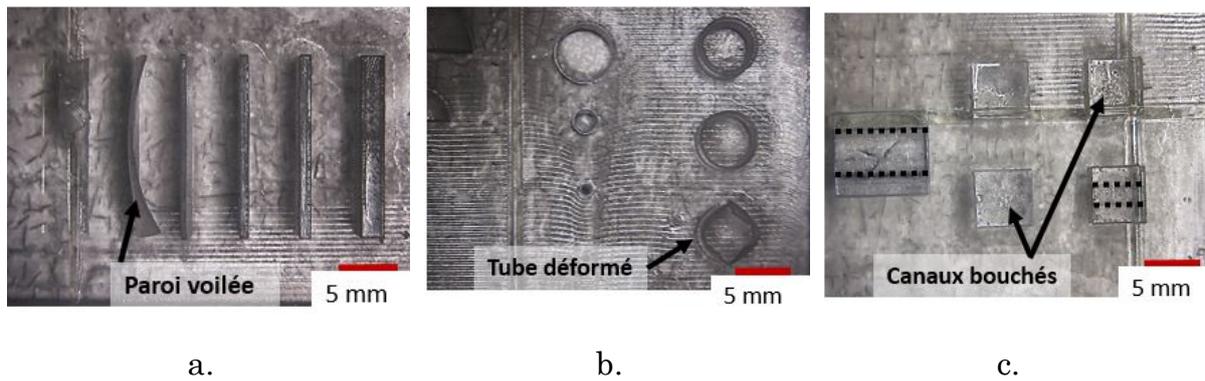


Figure III-3 : Vue de dessus des motifs : a. parois les plus fines déformées ; b. tubes avec déformation ; c. cubes percés avec canaux bouchés (à droite)

Le Tableau III-2 met en parallèle les plus petites dimensions visées et celles obtenues pour chaque motif. Les observations visuelles commentent les défauts observés sur les plus petits motifs s'ils ne sont pas conformes aux dimensions attendues. Grâce aux informations relevées, les motifs critiques sont identifiés. En effet, avec l'imprimante de stéréolithographie nous obtenons sans déformation des motifs d'épaisseur minimum  $120 \mu\text{m}$  ( $\pm 10 \mu\text{m}$ ), des porte à faux de  $30^\circ$  ( $\pm 1^\circ$ ) ainsi que des trous d'environ  $230 \mu\text{m}$  ( $\pm 10 \mu\text{m}$ ) de diamètre. Ces dimensions permettent de faire un packaging d'au moins  $0.5 \text{ mm}^2$ , pouvant correspondre à un packaging de microélectronique.

Motifs	Plus petite dimension visée (mm)	Plus petite dimension obtenue (mm)	Observations visuelles
Tours inclinées (A)	$\alpha : 30^\circ$	$\alpha : 30^\circ$	Conforme aux objectifs
Cylindre (B)	Diamètre : 0.3	$0.38 \pm 0.01$	Conforme aux objectifs
$\frac{1}{4}$ de sphère creuse (C)	Diamètre : 0.5 Epaisseur parois : 0.2	Diamètre : $1.16 \pm 0.01$ Epaisseur parois : 0.6	Sur les motifs plus fins le haut du motif s'effondre
$\frac{1}{4}$ de sphère (D)	Diamètre : 0.1	$0.47 \pm 0.01$	Conforme aux objectifs
Trous (E)	Diamètre : 0.05	$0.23 \pm 0.01$	Les trous plus fins sont bouchés
Tubes (F)	Epaisseur parois : 0.05	$0.13 \pm 0.01$	Déformation des tubes plus fins
Murs (G)	Epaisseur parois : 0.05 Hauteur : 3 Longueur : 10	$0.36 \pm 0.01$	Casse des parois fines
Interlignes (H)	Largeur : 0.05	$0.21 \pm 0.01$	Casse des parois fines
Parois (I)	Largeur : 0.05 Hauteur : 10 Longueur : 10	$0.12 \pm 0.01$	Déformation (voilage) des parois fines
Cubes percés (J)	Diamètre du trou : 0.1	$2 \pm 0.01$	Les trous plus fins sont bouchés
Base carré (k)	80x80x3 (XYZ)	80x80x3	Conforme aux objectifs

Tableau III-2 : Résultats des caractérisations morphologiques de la plaque de qualification réalisée par stéréolithographie

### ❖ Fil fondu

Après la création CAO de la plaque de qualification, nous avons transféré le fichier dans le logiciel *Insight* (interface de la machine FDM) afin d'imprimer la pièce. Lors de l'étape de découpage de la pièce, les motifs aux dimensions les plus critiques (inférieurs à 300  $\mu\text{m}$  hors trous) ont été supprimés par le logiciel, car irréalisables par la machine de FDM (en dessous de la plage de résolution de la machine configurée dans le logiciel). Cette étape révèle donc une première limite technologique pour la FA par fil fondu.

La pièce a ensuite été imprimée suivant le procédé standard présenté dans le chapitre II.1.2. La caractérisation visuelle de la plaque finie sur la Figure III-4 met en évidence l'absence de motifs tels que les cylindres et les  $\frac{1}{4}$  de sphères (B, C, D). En effet, les dimensions ainsi que la géométrie de ces motifs sont trop critiques pour être obtenues (dimensions en dessous des limites de résolution de la machine, géométries trop complexes, etc.). Nous pouvons donc relever une deuxième limite liée au procédé. La Figure III-5 résume l'impact des limites de la machine (configuration logiciel et résolution machine).



*Figure III-4 : Plaque de qualification imprimée par FDM*

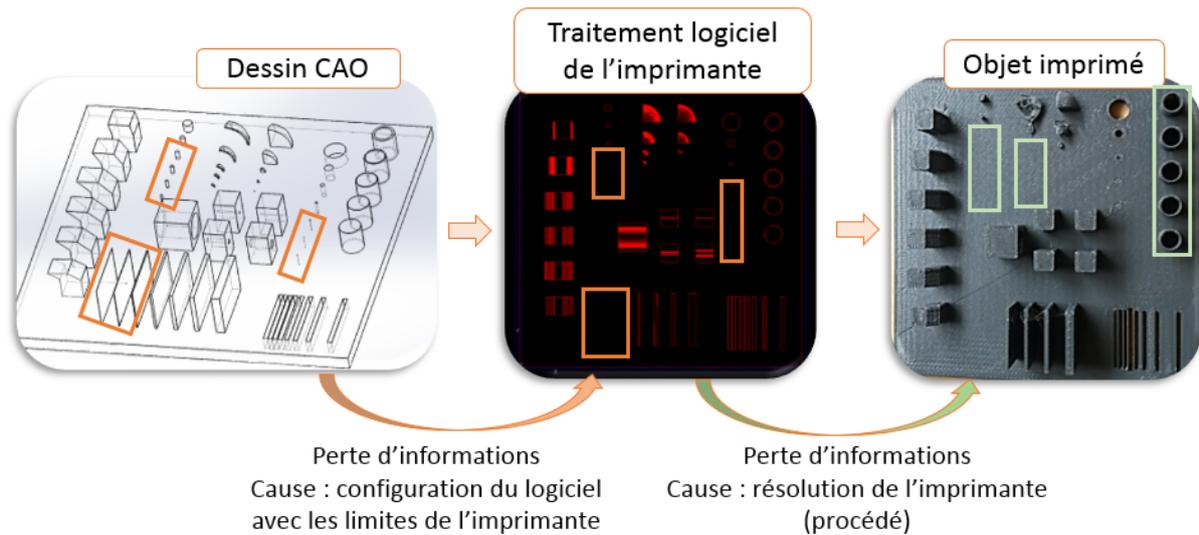


Figure III-5 : Schéma mettant en évidence les motifs supprimés par la configuration du logiciel utilisé, puis non imprimés à cause des dimensions critiques (trop faibles)

Le Tableau III-3 résume les résultats obtenus grâce à la caractérisation morphologique de la plaque de caractérisation. Il met en avant les plus petites dimensions réalisables sur la machine FDM que nous avons utilisée durant la thèse. Comme précédemment les dimensions obtenues dépendent de la géométrie du motif. Dans l'ensemble, la dimension minimum réalisable sur une structure imprimée par FDM est de  $300 \mu\text{m}$  ( $\pm 10 \mu\text{m}$ ) (diamètre du fil polymère ABSplus).

La plaque de qualification nous a permis de définir les limites en résolution sur les axes x et y des machines de FA polymère utilisées au cours de cette thèse. De plus, les résultats ont montré des limites technologiques sur les deux machines. Nous noterons en particulier une limite dimensionnelle à  $120 \mu\text{m}$  ( $\pm 10 \mu\text{m}$ ) pour la stéréolithographie, ainsi qu'une fragilité des motifs critiques pour les étapes manuelles (extraction de la pièce et nettoyage). La FDM quant à elle est limitée par son logiciel, mais aussi par sa capacité d'impression minimale constatée à  $300 \mu\text{m}$  ( $\pm 10 \mu\text{m}$ ).

Motifs	Plus petite dimension demandée (mm)	Plus petite dimension obtenue (mm)	Observations visuelles
Tours inclinées (A)	$\alpha : 30^\circ$	$\alpha : 30^\circ$	Conforme aux objectifs
Cylindre (B)	Diamètre : 0.3	$1.10 \pm 0.01$	Les plus petits motifs n'ont pas été imprimés

¼ de sphère creuse (C)	Diamètre : 0.5 Epaisseur parois : 0.2	Echec pour tous les motifs	-Impression des premières couches seulement -Les plus petits motifs n'ont pas été imprimés
¼ de sphère (D)	Diamètre : 0.1	$1.00 \pm 0.01$	-la buse d'impression ne coupe pas le fil à la bonne dimension -Les plus petits motifs n'ont pas été imprimés
Trous (E)	Diamètre : 0.05	$1.00 \pm 0.01$	Les plus petits trous sont bouchés
Tubes (F)	Epaisseur parois : 0.05	$0.30 \pm 0.01$	Pas de variation d'épaisseur
Murs (G)	Epaisseur parois : 0.05 Hauteur : 3 Longueur : 10	Non essayé	-
Interlignes (H)	Largeur : 0.05	$0.92 \pm 0.01$	Pas de variation d'épaisseur pour les petits motifs
Parois (I)	Largeur : 0.05 Hauteur : 10 Longueur : 10	$0.60 \pm 0.01$	-extrémité parois plus épais que le centre -Les plus petits motifs n'ont pas été imprimés
Cubes percés (J)	Diamètre du trou : 0.1	$0.20 \pm 0.01$	Les plus petits trous sont bouchés
Base carré (k)	80x80x3 (XYZ)	80x80x3	Conforme aux objectifs

Tableau III-3 : Résultats des caractérisations morphologiques de la plaque de qualification réalisée par FDM

Dans notre étude, nous pouvons voir que l'impression par stéréolithographie permet d'approcher au mieux les dimensions nécessaires au packaging de composants électroniques.

Les limites du procédé FDM dépendent de la machine et du logiciel utilisé. D'autres machines permettraient peut être d'avoir des résultats différents.

## III.2. Etude des matériaux

Dans cette partie, nous allons étudier l'ensemble des matériaux utilisés pendant ces travaux de thèse. De plus, nous cherchons dans le cadre de notre étude, à comprendre quels sont les mécanismes physiques et chimiques mis en jeu lors de l'adhésion du polymère sur un substrat. Pour cela, nous avons étudié dans la littérature la composition de l'ABS puis nous l'avons caractérisé après polymérisation afin d'étudier ses propriétés mécaniques. De plus, pour dissocier les mécanismes physiques des mécanismes chimiques impliqués dans le phénomène d'adhésion, nous avons testé différentes plaques, avec des variantes de dépôts et/ou de texturation. Enfin, la rugosité de surface et la mouillabilité avec la résine ABS, ont été caractérisées pour permettre d'analyser les comportements du polymère sur les différents substrats.

### III.2.1. Le polymère Acrylonitrile Butadiène Styrène (ABS)

Afin d'avoir des informations plus précises sur l'ABS utilisé pour nos réalisations en fabrication additive, une étude matériau a été effectuée sur le polymère ABS3650 réticulé (obtenu lors de nos impressions). Pour cela, nous avons réalisé une analyse thermogravimétrique (thermogravimetric analysis en anglais ou TGA) pour identifier la température maximum avant la dégradation du polymère imprimé (97) ainsi qu'une étude XPS afin de vérifier les espèces chimiques présentes dans l'ABS.

Pour l'analyse thermogravimétrique, nous avons soumis un échantillon de polymère réticulé à une montée en température allant de 24°C à 600°C. La rampe de montée en température utilisée est de 10°C / minute dans une enceinte sous vide. Les résultats obtenus sont présentés sur la Figure III-6. Dans un premier temps, nous pouvons observer sur la dérivée de la masse (%/°C), que l'ABS commence à perdre de sa masse, très lentement (pente faible), dès le début du test. Cette petite diminution de masse peut être liée à l'évaporation des solvants ou de l'humidité présents dans le polymère, la dégradation du polymère en tant que telle ne commence qu'après 75°C. De plus, nous pouvons observer, sur la courbe de perte de masse (weight(%)), que l'ABS subit une perte de masse d'environ 1.77% aux alentours des 110°C. La perte de masse visible sur les courbes TGA peut être engendrée par des réactions chimiques (combustion, décomposition et élimination de l'eau) ou par des transformations physiques (évaporation, sublimation, désorption) (98). Notons que d'après la littérature, la température de transition vitreuse (T<sub>g</sub>) de l'ABS est de 110°C (99). Ensuite, nous pouvons constater d'après les allures des courbes que la dégradation du polymère s'accélère en trois phases : une perte de masse de 17% entre 110°C et 231°C, puis une de 41% entre 231°C et 380°C, pour finir par perdre 38% entre 380°C et 500°C et se dégrader totalement (il reste des résidus non consommés par l'essai en température). D'après ce graphe,

nous pouvons conclure, qu'une exposition du polymère à des températures proches et/ou supérieures à 110°C endommage irrémédiablement le polymère.

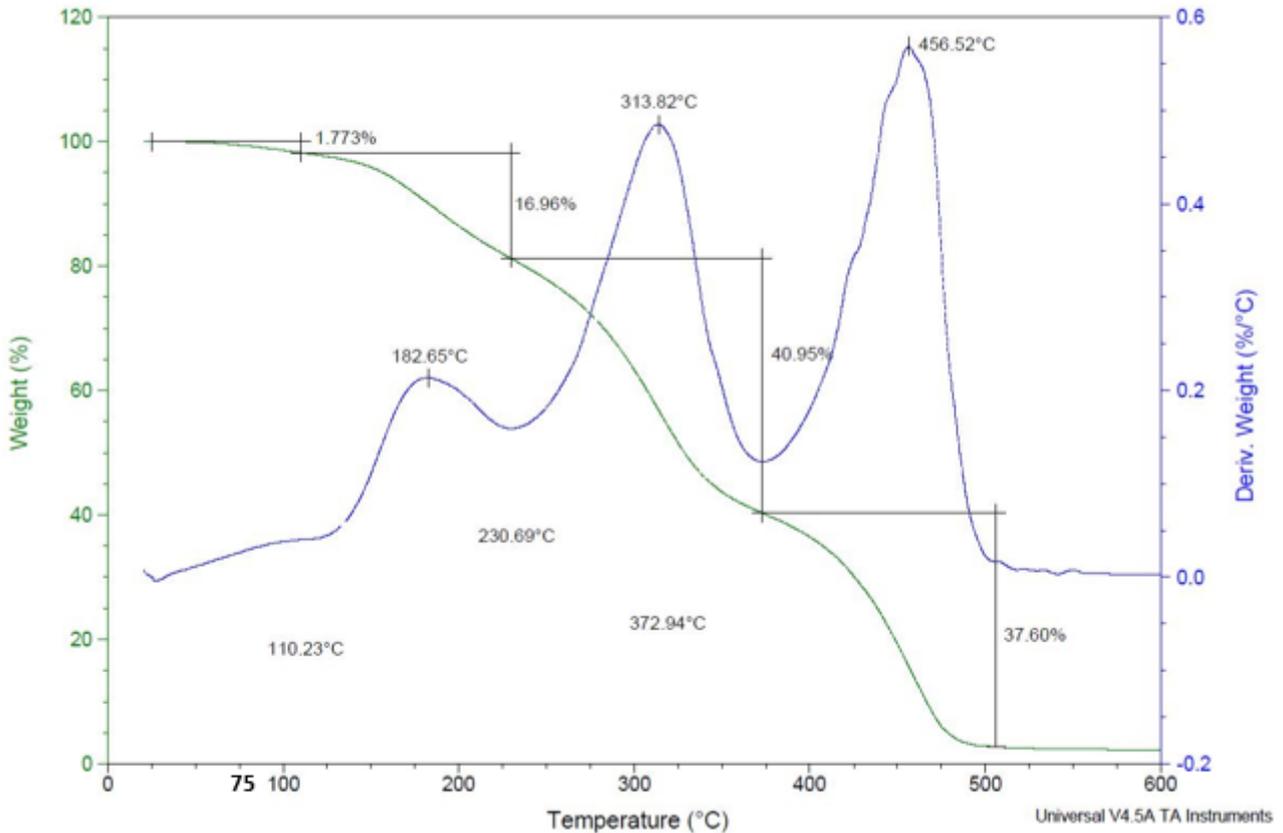


Figure III-6: TGA réalisé sur un échantillon de cube (ABS 3650) imprimé en 3D

Une analyse de surface XPS a été réalisée afin de vérifier si le polymère imprimé par stéréolithographie comportait l'ensemble des éléments chimiques caractéristiques de l'ABS. L'élément chimique principal du polymère étant le carbone, nous avons détaillé les résultats obtenus pour ce pic.

Par ailleurs, la déconvolution du spectre de carbone C1s est complexe en raison du grand nombre d'environnements chimiques possibles pour les atomes de carbone (65). Pour la simplifier, nous avons réalisé une déconvolution en quatre environnements chimiques du pic C1s (les plus probables, cf. annexe1). En effet, l'environnement chimique des pics ainsi que leurs positions permettent d'identifier le type de liaisons (simple, double ou triple). Les données sont répertoriées dans le Tableau III-4.

	El (eV)	Environnement chimique du carbone	
1	284,6	atome de carbone en liaison double avec un autre atome de carbone (noyau aromatique)	C=C
2	285,2	atome de carbone en liaison simple avec un autre atome de carbone et atome de carbone en liaison simple avec un atome d'hydrogène	C-C C-H
3	286,3	atome de carbone en liaison simple avec un atome d'oxygène ou atome de carbone en liaison triple avec un atome d'azote	C-O C≡N
4	288,8	atome de carbone en liaison avec deux oxygènes l'un en liaison simple l'autre en liaison double	O-C=O

*Tableau III-4 : Types de liaisons des atomes de carbone C1s à la surface de l'ABS d'après C. Lambaré (65)*

Pour étudier l'ABS imprimé, nous avons comparé nos résultats XPS (spectre mesuré) à un graphe témoin comme l'illustre la Figure III-7. Sur ce graphique, nous pouvons observer que les pics obtenus sur nos échantillons d'ABS imprimé par stéréolithographie correspondent aux pics d'ABS de référence. L'ABS imprimé est donc conforme à un ABS standard. De plus, nous pouvons constater la présence de pics correspondant à des groupements oxydés (pics à 289 eV). Les atomes de carbone correspondant aux pics des groupements oxydés (O-C=O) apparaissent lors de l'oxydation du polymère. Dans notre cas, cette oxydation de surface est due au vieillissement du polymère, qui apparaît lors du stockage de l'échantillon en environnement « ambiant » (100).

L'ABS imprimé se compose des trois monomères : l'Acrylonitrile, le Butadiène et le Styrène. Ce polymère commence à se dégrader pour une température supérieure à 75°C et s'oxyde lorsqu'il vieillit (apparition de groupements oxydés (O-C=O)).

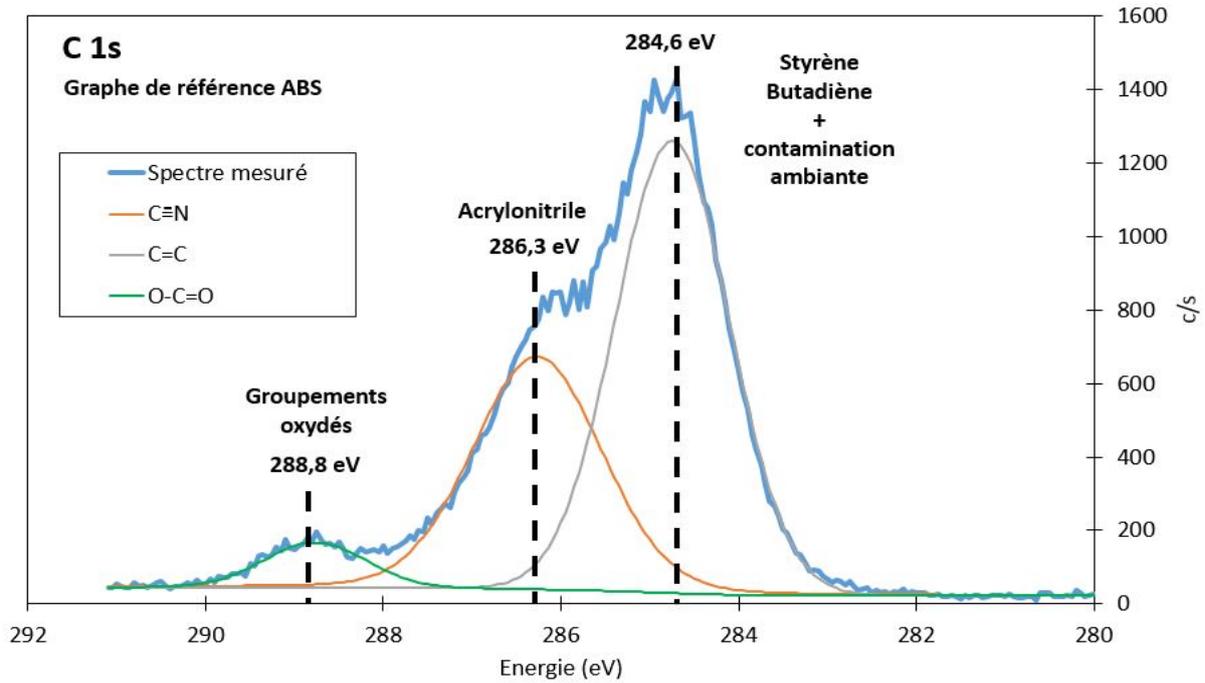


Figure III-7 : Energie cinétique des électrons en fonction du rapport coup/seconde - Observations de la position des pics en énergie caractéristiques de l'ABS grâce à une caractérisation XPS

### III.2.2. Caractérisation de surface des substrats

Comme nous l'avons vu dans le chapitre I.4, l'adhésion entre deux matériaux varie suivant l'aire de contact, la rugosité ainsi que la chimie de surface. Pour connaître la rugosité de surface des plaques étudiées, nous les avons caractérisées morphologiquement à l'aide d'un microscope à force atomique (AFM) et d'une microscopie optique. De plus, des essais de mouillabilité avec le polymère ABS3650 ont été effectués pour vérifier l'affinité du polymère avec les plaques étudiées. Notons que l'angle de goutte ( $\Theta$ ), illustré Figure III-8, propre aux différents traitements peut varier de quelques degrés ( $\pm 3^\circ$ ) par rapport à la plaque de silicium sans traitement (référence). Ces variations ne sont pas significatives car elles peuvent être induites par les opérations manuelles du contrôle du volume, la dépose de la goutte ainsi que la prise de mesure.

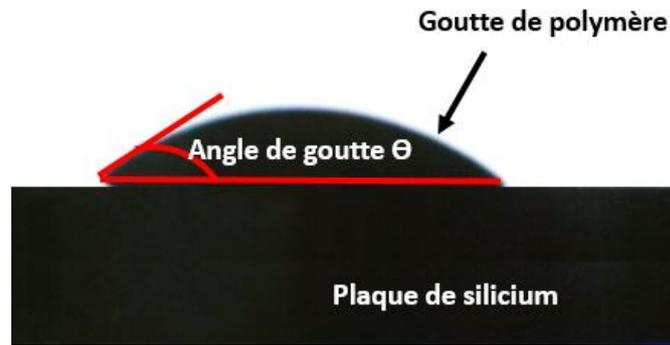


Figure III-8 : Principe de mesure d'angle de goutte dans le cas d'une goutte polymère ABS sur une plaque de silicium

### III.2.2.1. Plaque de silicium

La rugosité de surface d'une plaque de silicium polie par polissage mécano-chimique obtenu lors d'une caractérisation AFM, est de l'ordre de 0.19 nm (Tableau III-5). A cette échelle, nous pouvons considérer que la surface de contact apparente est identique à la surface réelle.

De plus, les essais de mouillabilité réalisés avec du polymère ABS3650 liquide ont révélé une surface mouillable pour la plaque de silicium. En effet, comme le présente le Tableau III-5, l'angle de goutte est en moyenne de 21°. L'étalement du polymère sur le silicium est donc bon, permettant ainsi un contact optimal entre les deux espèces lors d'une impression directe par stéréolithographie. En effet, dans le cas d'une surface non mouillable (angle de goutte supérieur à 90°), le polymère liquide perle ou glisse sur la plaque, impactant ainsi les premières couches d'impression. Ainsi la structure imprimée peut comprendre des manques de matière sur la première couche ou ne pas adhérer à la surface, entraînant la création d'une structure désolidarisée de la plaque. Ce phénomène engendre une diminution, voire annulation, de l'adhérence de la structure au substrat.

Matériaux	Rugosité Rms ou Rq (nm)	Angle de goutte $\theta$ réalisé avec de le polymère ABS3650 (°)
Plaque de silicium recouverte de son oxyde natif SiO <sub>2</sub>	0.19	21

Tableau III-5 : Rugosité de surface et mouillabilité de l'ABS pour une plaque de silicium recouverte de son oxyde natif SiO<sub>2</sub> mesuré par AFM

Avant de réaliser un dépôt sur une plaque de silicium, il est fréquent que la surface soit préparée par un traitement préliminaire de fonctionnalisation, d'élimination d'oxydes natifs ou de nettoyage. Nous avons donc réalisé une étude sur les traitements de surface afin de nettoyer et préparer les surfaces de silicium avant l'impression directe du polymère. Pour cela, trois traitements ont été testés. Le premier est un procédé de nettoyage chimique basé sur un nettoyage à l'acétone suivi d'un nettoyage à l'éthanol et d'un rinçage à l'eau déionisée. Nous avons également testé deux traitements connus en microélectronique pour favoriser l'adhésion : le traitement plasma froid réalisé à l'aide d'un plasma azote ( $N_2$ ) et le traitement Hexaméthylidisilazane (HMDS).

La préparation de surface à l'aide d'un plasma exploite des mécanismes chimiques et physiques induit par le plasma. Les mécanismes chimiques induits sont des réactions entre les espèces réactives du plasma et la surface impactée, qui vont former des composés volatiles et ainsi modifier la chimie de surface. Les principaux mécanismes physiques sont la projection des ions positifs, accélérés par une différence de potentiel (quelques dizaines de volts) sur la surface impactée. Le bombardement des ions éjecte des particules par pulvérisation. De plus, il est possible d'utiliser différents mélanges gazeux suivant les applications visées (101). En effet, il existe deux principaux types de gaz :

- Les gaz actifs pour le nettoyage ( $O_2$ , Ar, He,  $CO_2$ ,  $N_2$ , ...) permettant la décomposition des composés organiques et d'oxydes, ainsi que pour l'activation de surface. L'effet observé est une augmentation d'énergie de surface donc du caractère hydrophile de cette dernière (102).
- Les gaz de gravure ( $CF_4$ ,  $C_2F_6$ ,  $NF_3$ ) utilisés par exemple pour le procédé BOSCH.

Pour notre étude, nous avons utilisé un plasma  $N_2$  afin de nettoyer les surfaces de silicium des dépôts organiques et de les activer. Nous avons balayé manuellement le faisceau plasma sur la surface de nos échantillons, sous atmosphère contrôlée (environnement salle blanche). Pour notre étude, nous avons appliqué le même protocole sur l'ensemble de nos échantillons. De plus, nous avons testé plusieurs temps de traitement afin de trouver un traitement optimal (faible angle de goutte). Le Tableau III-6 récapitule les résultats obtenus. Nous pouvons observer sur ce tableau que pour l'ensemble des traitements plasma réalisés nous mesurons un angle de goutte similaire. Nous avons donc choisi de réaliser un traitement plasma de 60 secondes afin de nous assurer du nettoyage de la surface. Enfin nous avons vérifié que le traitement était toujours actif après 30 min de stockage à l'air ambiant, afin que la surface soit toujours « active » avant les essais d'impression directe (temps entre le traitement et l'expérience d'impression). L'angle de goutte ainsi obtenu après 30 min d'attente est de  $18^\circ$ , le traitement est donc toujours actif.

Le nettoyage chimique ainsi que le nettoyage plasma  $N_2$  permettent d'obtenir une plaque de silicium avec son oxyde natif propre, avec en surface des groupements chimiques de type silanol (Si-OH) comme nous l'avons détaillé dans le chapitre II.2.2.1.

Temps de traitement plasma (s)	Angle de goutte moyen obtenu avec le polymère ABS (°)
15	23
30	20
60	19
90	19

*Tableau III-6 : Résultats des angles de gouttes mesurés pour le polymère ABS en fonction du temps de traitement plasma*

Dans le domaine de la microélectronique, et plus particulièrement en photolithographie, la surface des plaques de silicium est traitée en phase vapeur avec de l'Hexaméthylsilylamine ( $(CH_3)_3SiNH_2$ ). Ce traitement est utilisé pour améliorer l'adhérence de résines polymères sur les plaques. Pour éviter l'attaque des liaisons interfaciales présentes entre la plaque de silicium et la résine par les molécules polaires contenues dans les solutions de gravure, un greffage de groupement apolaire est réalisé sur la surface de la plaque. Ce traitement permet donc de mettre sur la surface du silicium des molécules chimiques propices à l'adhésion d'un polymère ( $CH_3$ ) et elle rend également la surface de silicium moins hydrophile (angle de goutte pour des essais réalisés avec de l'eau :  $60^\circ$  (103)).

Le mécanisme de greffage, présenté Figure III-9, se compose de deux étapes. Pendant la première étape, la molécule d'HMDS réagit avec un groupement silanol (Si-OH) présent à la surface de la plaque de silicium formant un groupement triméthylsilyl [ $-Si(CH_3)_3$ ] et un groupement réactionnel de type triméthylaminosilane  $C_3H_{11}NSi$ . Puis, le groupement réactionnel va réagir avec un autre silanol présent en surface pour former un second groupement triméthylsilyl et du  $NH_3$ . La forte réactivité du HMDS avec le  $SiO_2$  présent en surface du silicium est due à l'acidité des silanols de surface combinée au caractère basique de l'azote du HMDS (104).

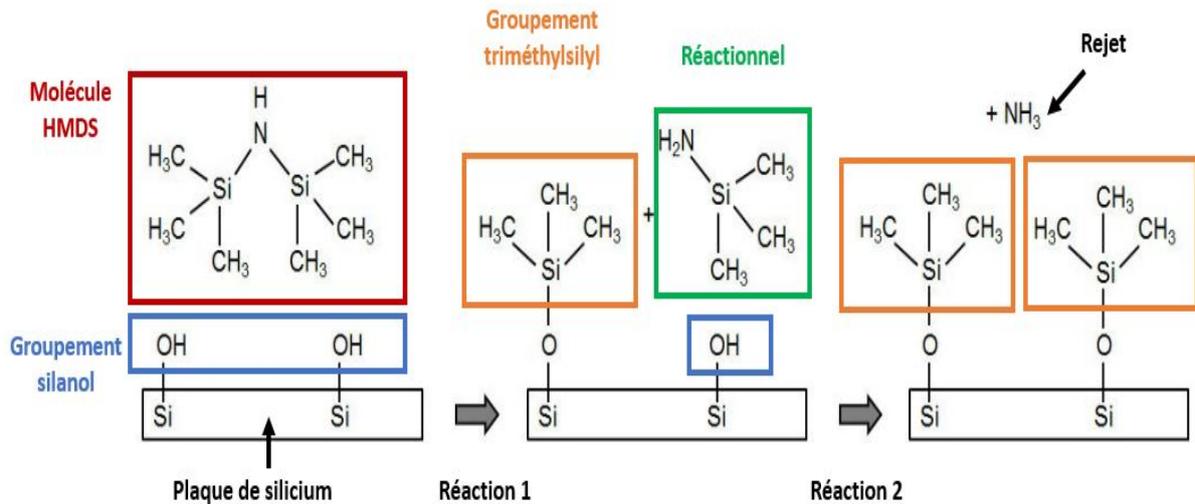


Figure III-9 : Modèle de greffage de la molécule HMDS sur une plaque de silicium (Adapté de (104))

Dans le cadre de notre étude, le traitement HMDS a été déposé en phase vapeur pendant 50 secondes à une température comprise entre 100 et 120°C. Une fois le traitement de surface terminé, nous avons réalisé sur les échantillons obtenus, des essais de mouillabilité avec de l'eau et de la résine ABS. Les essais de mouillabilité avec de l'eau ont été effectués pour vérifier le fonctionnement du traitement HMDS. Les résultats obtenus avec l'eau, indiquent un angle de goutte moyen de 61° correspondant à la mouillabilité d'une surface HMDS dans la littérature (103).

Des essais de mouillabilité ont été réalisés à l'aide du polymère ABS sur l'ensemble des traitements de surfaces étudiés. Les résultats présentés Figure III-10, nous indique que l'ensemble des substrats sont mouillables avec le polymère ( $\Theta \sim 21^\circ$ ). Rappelons que les essais de mouillabilité étant très dépendants de l'opérateur (dépôt de goutte et prise de mesures manuel), ces variations de quelques degrés, ne sont pas significatives. Nous pouvons donc conclure que les traitements utilisés n'impactent pas significativement la mouillabilité des surfaces testées.

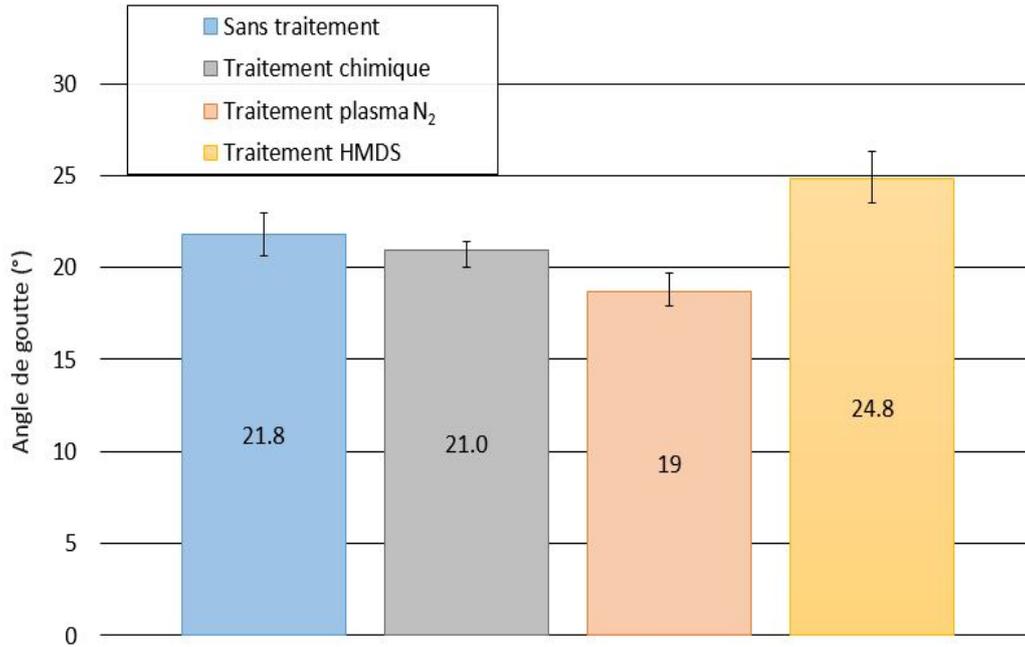


Figure III-10 : Etude de mouillabilité de l'ABS effectuée sur des plaques de silicium ayant subi des traitements de surface différents

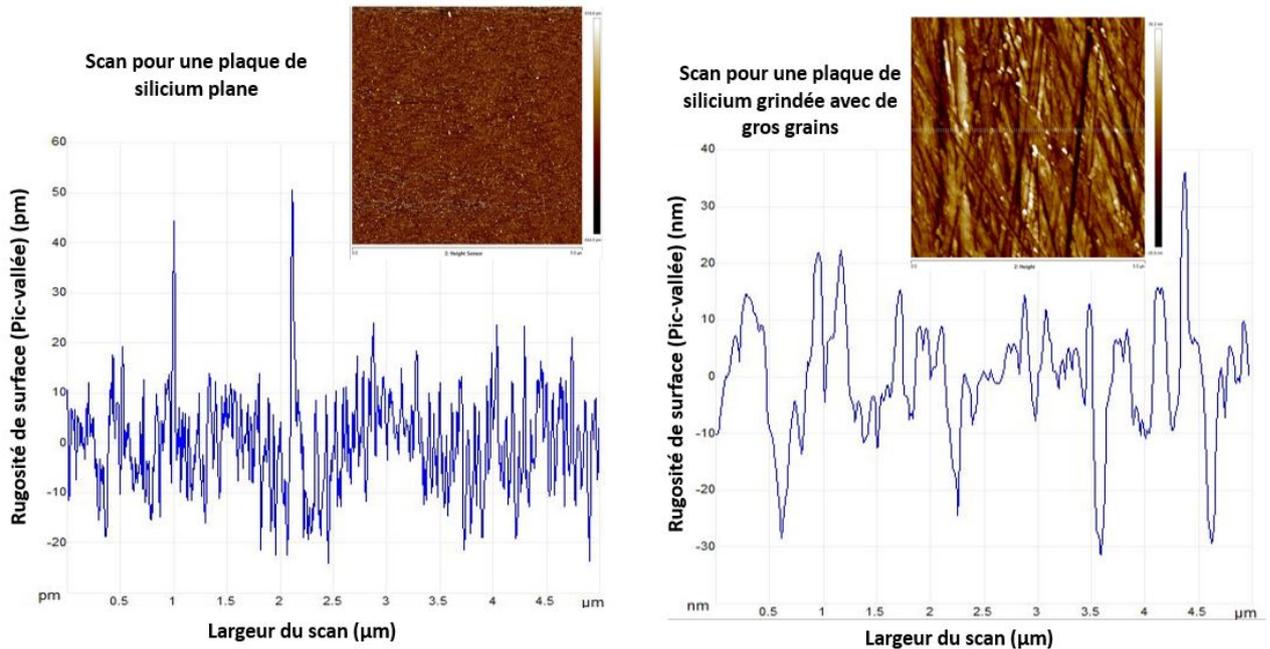
Les plaques de silicium standard, nettoyées chimiquement, nettoyées avec un plasma N<sub>2</sub> et traitées avec du HMDS, sont mouillables avec le polymère ABS ( $19^\circ < \theta < 25^\circ$ ).

De plus, les variations faibles de l'angle de goutte entre les traitements utilisés, indiquent que les traitements n'impactent pas significativement la mouillabilité des surfaces testées.

### ❖ Plaques de silicium polies mécaniquement

Après une étude relatant l'impact des effets de la chimie de surface du silicium sur la mouillabilité, nous avons voulu déterminer l'impact de la microrugosité sur la mouillabilité. Pour cela, des plaques de silicium ont été rugosifiées mécaniquement à l'aide de roues composées de polymère et de grains de diamant synthétique dans une machine de « grinding » (105). Cet outil de polissage est utilisé pour polir les substrats de plus en plus finement à l'aide de deux niveaux de polissage : le grossier (taille de grain diamant : 40 à 50  $\mu\text{m}$ ) et le fin (taille de grains diamant : 2  $\mu\text{m}$ ). Pour nos essais, nous avons retenu les deux polissages avec une durée de polissage de 5 min. Dans notre étude, les rayures obtenues à la suite du polissage, illustré Figure III-11, ont permis d'augmenter la surface réelle de contact et de créer des ancrages mécaniques. En effet, pour la création d'ancrages mécaniques, avec le polissage mécanique de surface, nous passons d'une rugosité (pic-vallée) de 30 pm pour une plaque de silicium plane à 1

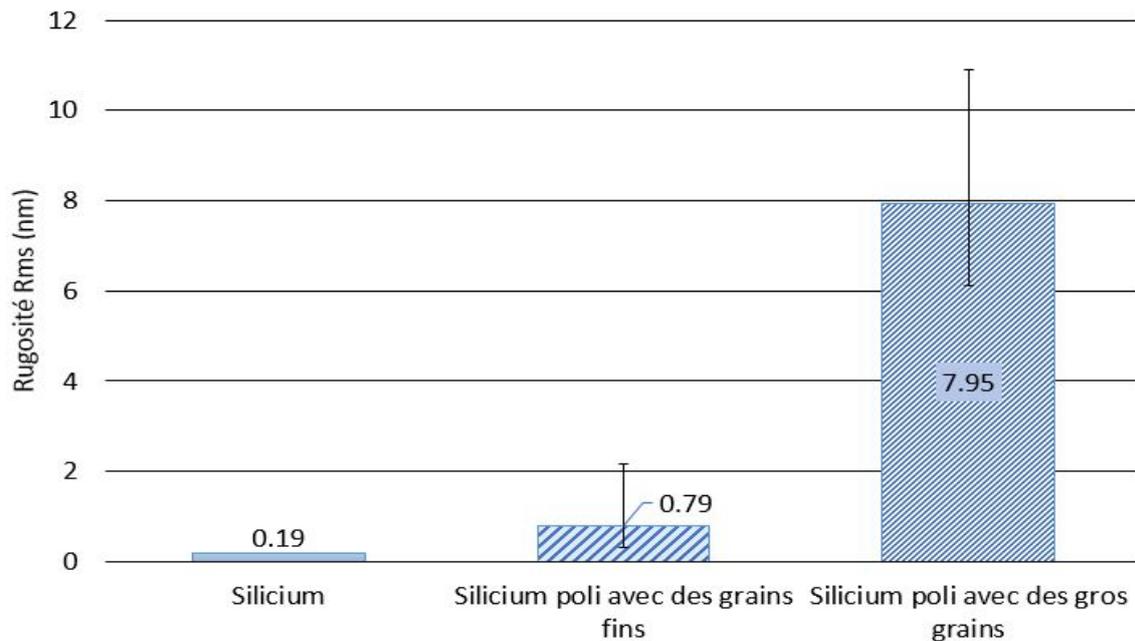
nm pour une plaque grindée avec des grains fins et environ 30 nm pour une plaque grindée avec de gros grains.



*Figure III-11 : Scans obtenus lors de la caractérisation morphologique par AFM sur un substrat de Si plan et un substrat poli avec la machine de grinding (gros grains), ainsi que leurs profils de rugosité respectifs*

La Figure III-12 synthétise les différents résultats de rugosité de surface suivant le type de polissage réalisé. Nous pouvons constater que la rugosité de surface augmente suivant le polissage effectué. La rugosité de référence utilisée est celle du silicium plan mesuré à l'AFM et égale à 0.19 nm (vu précédemment dans le Tableau III-5). De plus, nous pouvons observer que le polissage aux grains fins permet de multiplier par 4 la rugosité de surface moyenne par rapport à un substrat silicium poli miroir (de 0.19 nm à 0.79 nm).

Par ailleurs, la rugosité moyenne obtenue à l'aide d'un polissage gros grains est égale à 7.95 nm. Celle-ci est donc multipliée par 40 par rapport à la rugosité moyenne de référence (ou x10 par rapport au polissage grains fins).



*Figure III-12 : Etude de la rugosité de surface des plaques de silicium polies mécaniquement pour augmenter la microrugosité de surface*

Une fois la morphologie des plaques de silicium étudiée, nous avons réalisé des essais de mouillabilité avec le polymère, illustré Figure III-13. Pour ces essais et pour chaque substrat, cinq gouttes de polymère ont été déposées puis mesurées. Les résultats présentés sont une moyenne des valeurs obtenues.

Les résultats ainsi obtenus sont présentés sur la Figure III-13. Sur cette figure, nous pouvons observer que l'angle de goutte diminue en fonction du polissage effectué. En effet, pour un polissage aux grains fins l'angle de goutte diminue de  $3^\circ$  (diminution de 13%) par rapport à la surface de référence et pour un polissage aux gros grains l'angle de goutte diminue de  $7^\circ$  (diminution de 32%). Ces résultats indiquent que la mouillabilité de surface s'améliore lorsque la rugosité de surface augmente. Ces résultats sont cohérents avec les théories de Wenzel et de Cassie qui ont suggéré que la présence de rugosité ou micro-texture modifiait l'angle de goutte (71) (I.4, p.54). En général, une rugosité de surface augmente le pouvoir hydrophile d'une surface hydrophile et rend plus hydrophobe une surface hydrophobe (106)(71). Dans notre cas, l'augmentation de rugosité Rms (Figure III-12), comme pic-vallée (Figure III-11), nous permet de diminuer l'angle de goutte obtenue avec le polymère ABS et ainsi améliorer la mouillabilité.

Cependant l'amélioration obtenue sur la mouillabilité n'est pas proportionnelle à l'augmentation de rugosité. Nous pouvons remarquer que la rugosité augmente d'un facteur 4 puis d'un facteur 40 par rapport à la surface de référence ( $0.19 \text{ nm} < 0.79 \text{ nm} \ll 7.95 \text{ nm}$ ). En revanche, pour un même volume déposé, l'angle de goutte obtenu diminue d'un facteur 1.2 pour le polissage aux

grains fins et de 1.5 pour celui aux grains grossier. Ces variations peuvent être alors liées non pas à la rugosité de surface elle-même, mais au développement de surface que celle-ci engendre.

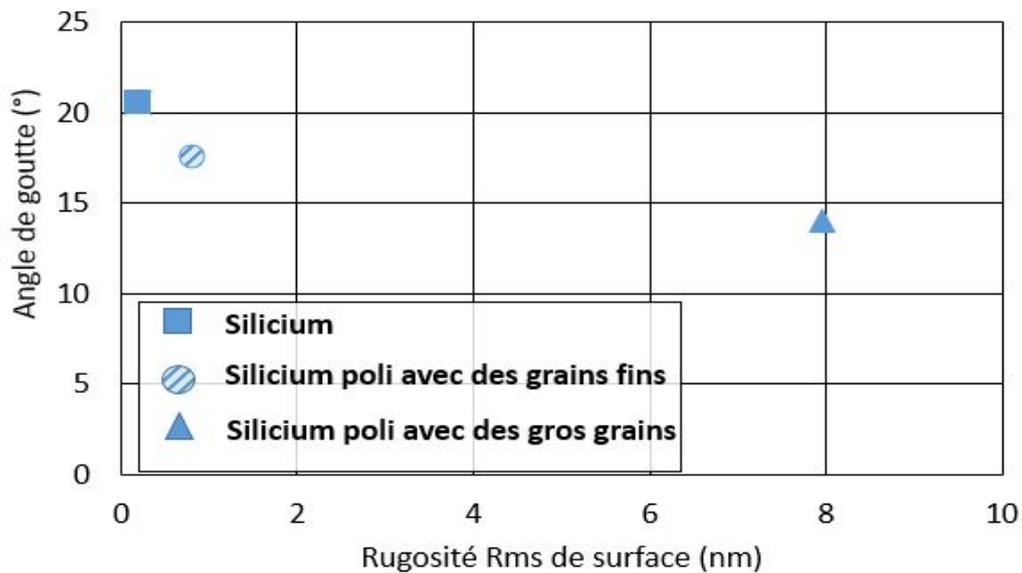


Figure III-13 : Etude de la mouillabilité de surface en fonction de la rugosité de surfaces Rms des différentes plaques étudiées

Ces résultats sont cohérents avec les théories de Wenzel et de Cassie qui ont suggéré que la présence de rugosité ou micro-texture modifiait l'angle de goutte.

L'augmentation de rugosité Rms (quelque nm), comme pic-vallée, nous permet de diminuer l'angle de goutte obtenu en surface du substrat et ainsi améliorer sa mouillabilité avec le polymère ABS. Nous pourrions donc utiliser la rugosité de surface locale afin d'améliorer la mouillabilité.

### III.2.2.2. Plaques de silicium avec dépôt

Afin d'étudier différentes possibilités pour augmenter l'adhésion entre les plaques de silicium et l'ABS, différents dépôts sur silicium ont été testés. Ces dépôts sont des couches minces de matériaux déposées par évaporation (CVD, PECVD, ...). Les plaques que nous avons utilisées dans notre étude sont majoritairement des plaques de qualification des procédés d'évaporation servant à vérifier l'homogénéité du dépôt. Les épaisseurs des dépôts sont donc variables suivant le matériau déposé (variation entre 100- 5000 nm). Pour notre étude, nous avons testé une dizaine de dépôts classables en trois catégories : les dépôts métalliques, inorganiques et organiques. Le Tableau III-7 présente pour chaque catégorie les matériaux utilisés ainsi que les épaisseurs déposées et les rugosités de surface obtenues par caractérisation AFM. La rugosité de surface a été étudiée sur l'ensemble des dépôts afin de vérifier l'impact de celle-ci sur la mouillabilité de

surface. Nous pouvons remarquer dans le tableau que la rugosité rms ( $R_q$ ) varie entre 0.8 et 12 nm pour l'ensemble des dépôts.

Nature du dépôt			Epaisseur déposée (nm)	Rugosité de surface	
				$R_q$ (nm)	$R_a$ (nm)
Métallique	Alumino-Silicate	AlSi	100	6.31	5.06
	Or	Au	500	2.65	2.11
	Titane	Ti	115	1.01	0.80
Inorganique	Nitru de Titane	TiN	118	1.34	1.07
	Oxyde Nitru de Silicium	SiON	1000	2.66	2.11
	Nitru de Silicium	SiN	500	3.80	2.02
	Oxyde de silicium obtenue en phase vapeur avec du tétraéthoxysilane (TEOS)	SiO <sub>2</sub> (TEOS)	1000	1.19	0.95
	Oxyde de silicium obtenue en phase vapeur avec du silane (SiH <sub>4</sub> )	SiO <sub>2</sub> (SiH <sub>4</sub> )	500	0.98	0.40
Organique	Polyimide		3000	0.81	0.63
	Parylène		4000 - 5000	12.9	9.87

Tableau III-7 : Caractéristiques des différents matériaux déposés sur les plaques de silicium

Comme l'illustre la Figure III-14, les valeurs d'angles de gouttes varient selon la nature du dépôt. Cela nous indique que la nature du dépôt impacte la mouillabilité de l'ABS. Tout d'abord, nous pouvons constater que les dépôts organiques comme le polyimide et le parylène présentent un angle de goutte considéré égal à 0°. Ce résultat signifie que les surfaces sont super mouillables et que le polymère est complètement étalé sur la surface du substrat.

Les dépôts métalliques présentent quant à eux des angles de gouttes supérieurs et compris entre 25° et 31°. Cela montre que leur mouillabilité est plus faible qu'un substrat de silicium poli miroir de référence. Par ailleurs, les dépôts inorganiques ont une mouillabilité moyenne similaire à celle du silicium (20°) ; excepté pour le TiN qui présente une moins bonne mouillabilité, et pour lequel l'angle de goutte de 29° est égale à celui du Ti.

Nous pouvons donc observer que les différentes plaques avec dépôts sont mouillables par l'ABS 3650 et que trois tendances se dégagent :

- Les dépôts organiques sont super mouillables.
- Les dépôts inorganiques à base de silicium (SiN, SiO<sub>2</sub>, SiON) ont un angle de goutte d'environ 20°.
- Les dépôts métalliques et inorganique métallique (TiN) ont un angle de goutte autour des 30°.

Les tendances d'angle de goutte observées, indicateurs de la mouillabilité de surface, sont liées à la nature des espèces chimiques présentes en surface.

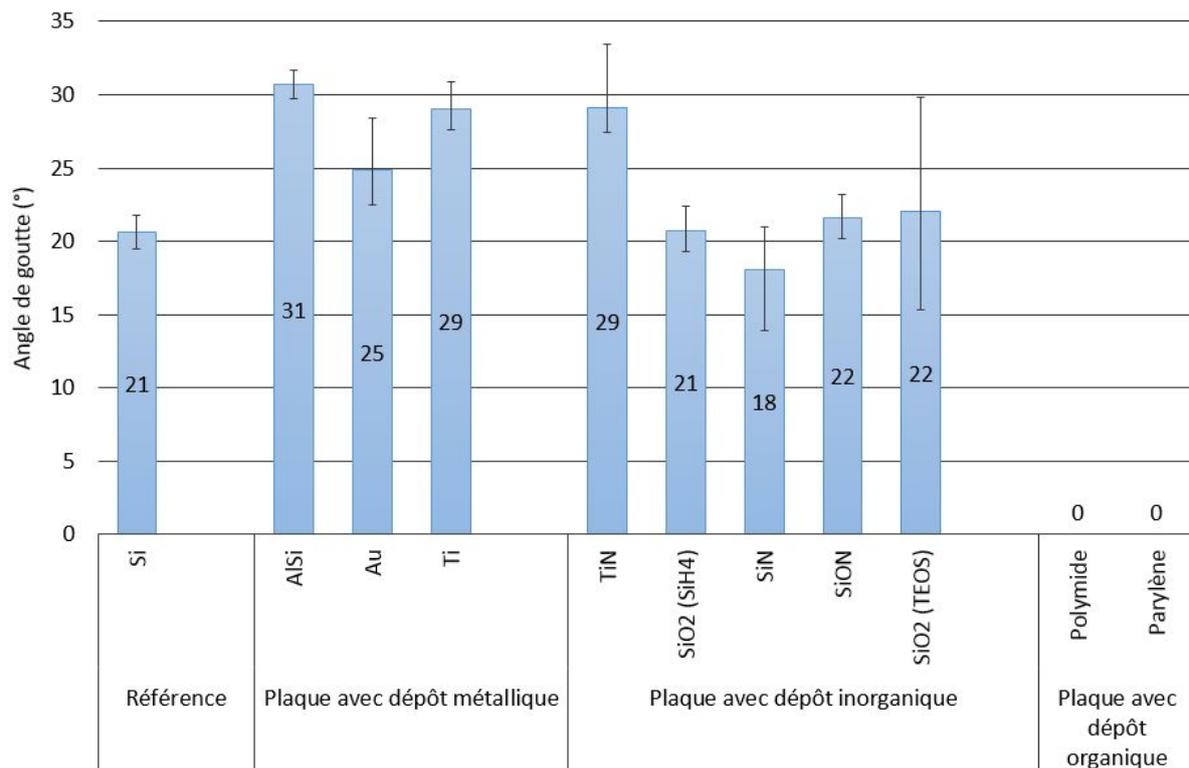


Figure III-14 : Essais de mouillabilité de l'ABS réalisés sur les plaques de silicium avec dépôt

Nous pouvons donc conclure que les différentes plaques avec dépôts sont mouillables par l'ABS 3650. De plus, trois tendances peuvent se dégager :

- Les dépôts organiques sont super mouillables.
- Les dépôts inorganiques à base de silicium (SiN, SiO<sub>2</sub>, SiON) ont un angle de goutte d'environ 20°.
- Les dépôts métalliques et inorganique métallique (TiN) ont un angle de goutte autour des 30°.

Les tendances d'angle de goutte observées, indicateurs de la mouillabilité de surface, sont liées à la nature des espèces chimiques présentes en surface.

### III.2.2.3. Plaques texturées mécaniquement

Pour caractériser morphologiquement la texturation mécanique nous avons étudié les plaques texturées par découpe partielle ainsi que les lames de découpe utilisées. Les échantillons ont été préparés avec une coupe (cross section) suivie d'un polissage, puis étudiés au microscope. Pour les lames, une observation de la tranche au microscope a été effectuée comme l'illustre la Figure III-15. Pour réaliser les deux texturations demandées (50x50x100 µm et 100x100x180 µm) deux lames de découpe constructeur ont été utilisées (une pour chaque texturation). L'étude morphologique de celles-ci, nous indique qu'elles ont chacune un profil différent. En effet, la lame utilisée pour la texturation 50x50x100 a un profil arrondi tandis que celle utilisée pour la texturation 100x100x180 a un profil triangulaire (lame en pointe).

Ainsi, comme l'illustre la Figure III-16, les plaques texturées avec des motifs 50x50x100 µm<sup>3</sup> et celles avec des motifs 100x100x180 µm<sup>3</sup> ont des profils différents. En effet, la géométrie des profils obtenus est intrinsèque à la lame de scie utilisée. Le choix de la lame étant déterminé par l'espacement entre deux motifs (100 ou 180µm) celui-ci définit le motif de texturation (Figure III-15).

De plus, nous pouvons remarquer sur les plaques texturées 50x50x100 que les espaces entre les motifs ont une forme « W ». Celle-ci est due à l'usure naturelle de la lame qui se creuse au fil des découpes.

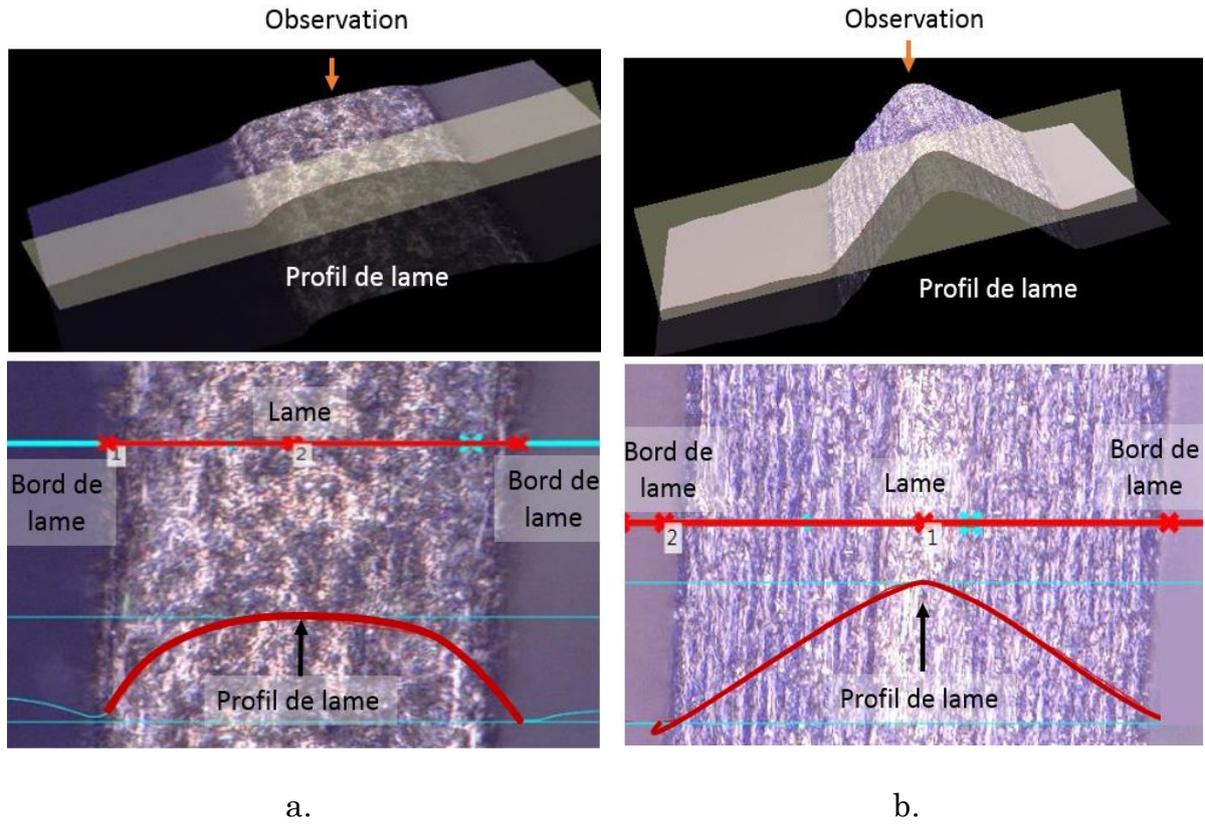


Figure III-15 : Observation du profil des lames utilisées pour la découpe partielle ;  
 a. La lame de  $100\mu\text{m}$  de large avec un profil de lame arrondi ; b. La lame de  $180\mu\text{m}$  de large avec un profil de lame triangulaire

Nous constatons également sur les vues en coupe Figure III-16, que le polymère pénètre bien dans les deux texturations. Le polymère semble donc homogène avec l'absence de vide ou bulles d'air dans le matériau et à l'interface.

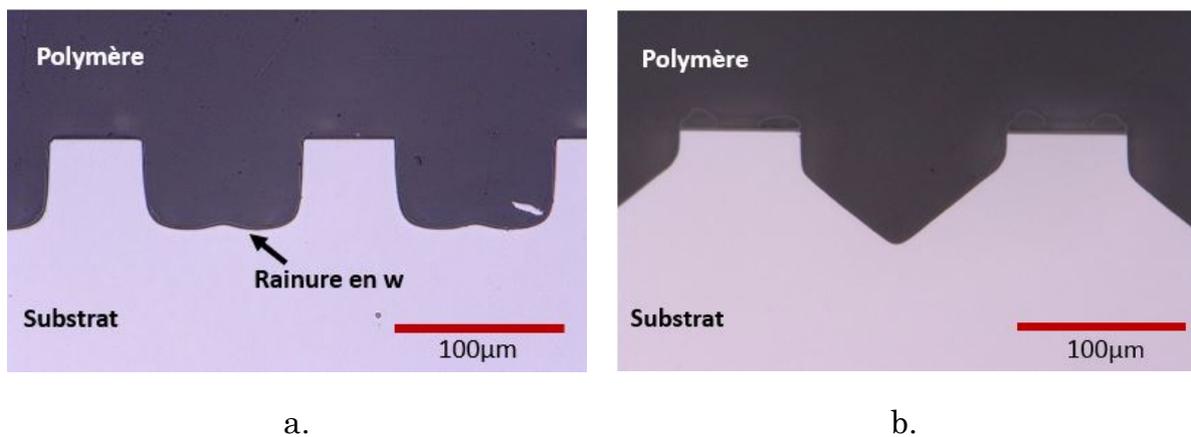


Figure III-16 : Vue en coupe des substrats texturés mécaniquement par découpe partielle, a. Substrat texturé  $50 \times 50 \times 100$ , b. Substrat texturé  $100 \times 100 \times 180$

Afin de compléter les caractérisations morphologiques et vérifier que nos texturations sont conformes et reproductibles sur les différents substrats, nous avons réalisé une étude dimensionnelle. Pour cela, comme le présente la Figure III-17, nous avons mesuré les paramètres clés de la texturation tels que la largeur, la profondeur des rainures, ainsi que la largeur des motifs obtenus.

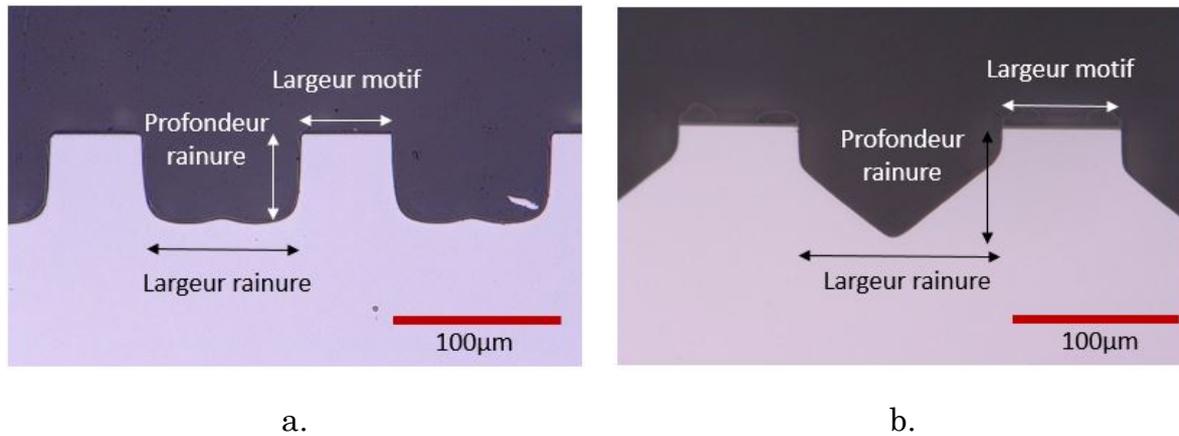


Figure III-17 : Paramètres mesurés sur les substrats texturés mécaniquement ; a. Substrat texturé 50x50x100 ; b. Substrat texturé 100x100x180

Les résultats obtenus pour l'analyse dimensionnelle ont été moyennés sur 5 ou 6 mesures. Nous pouvons observer sur la Figure III-18 que les deux texturations réalisées suivent les mêmes tendances. C'est-à-dire que les largeurs de rainures mesurées ont des dimensions 3 à 5% plus faibles que les dimensions demandées pour les deux texturations. L'écart mesuré sur la largeur de rainure se retrouve sur la largeur du motif. Ces résultats peuvent s'expliquer par la largeur des lames qui sont données avec une tolérance de fabrication. Ici, les lames utilisées apparaissent un peu plus étroites que la cote nominale de 100 µm et 180 µm. Ainsi, les rainures sont légèrement plus étroites et de ce fait les motifs plus larges. Nous pouvons également avoir des variations de mesures dues à l'usure des lames, mais également à la prise de mesure (manuelle).

Nous constatons ensuite que la profondeur moyenne des rainures présentes sur les plaques texturées 50x50x100 est égale à la valeur visée. Pour celles texturées 100x100x180, la profondeur moyenne mesurée est de 3% inférieure à la valeur cible. Comme pour les résultats précédents cet écart peut être lié à la prise de mesure mais également à l'usure des lames.

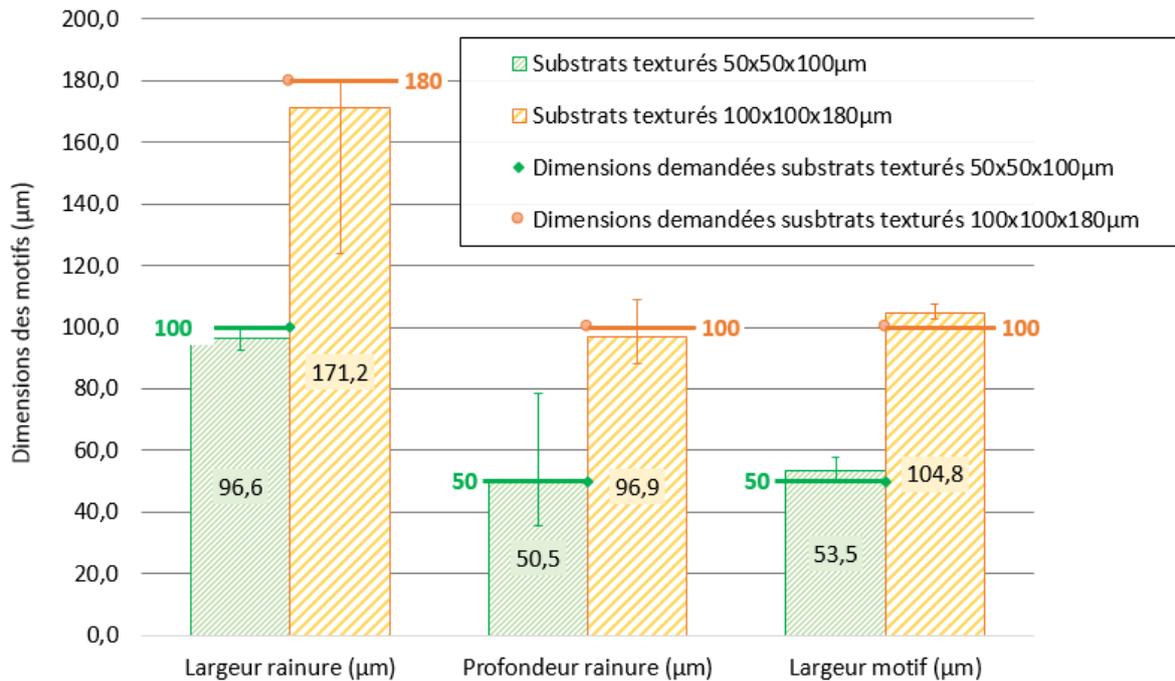


Figure III-18 : Dimensions des motifs obtenus par découpe partielle sur les substrats texturés mécaniquement

Afin d'augmenter l'adhésion entre le polymère imprimé et le substrat et ainsi réaliser un packaging tenant les sollicitations mécaniques, plusieurs types de plaques ont été texturées. En effet, les texturations ont été réalisées sur des plaques de silicium avec oxyde natif, des plaques avec dépôt ainsi que des plaques de silicium planes sur lesquelles un dépôt a été ajouté après la découpe partielle. Dans notre étude, le dernier cas a été étudié pour un dépôt TiN seulement, afin de limiter les variantes à étudier.

De plus, suivant la plaque utilisée et le type de dépôt présent en surface, cette méthode de texturation enlève une majeure partie du dépôt initialement présent sur la plaque. En effet, comme le présente la Figure III-19, ces plaques sont constituées d'ancrages mécaniques en silicium dont le sommet est recouvert d'un dépôt. Deux types de surfaces et de matériaux sont alors présents en surface du substrat et peuvent influencer l'adhésion du polymère sur ce dernier.

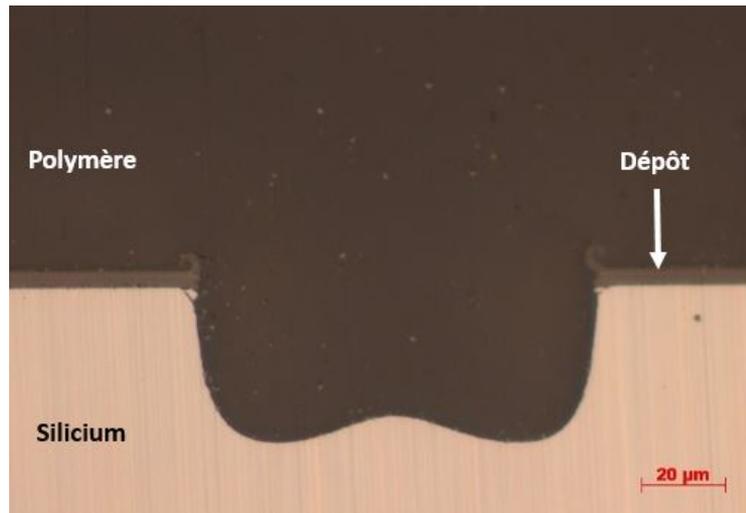


Figure III-19 : Vue en coupe d'une plaque de silicium texturée avec dépôt réalisé avant texturation

Dans le cas d'une impression sur substrat texturé, et comme nous pouvons le constater sur la Figure III-20, la présence d'ancrages mécaniques en surface du substrat (défini dans la partie II.2.2.3, p.75) augmente de manière significative la surface réelle de contact entre celui-ci et la pièce imprimée en 3D.

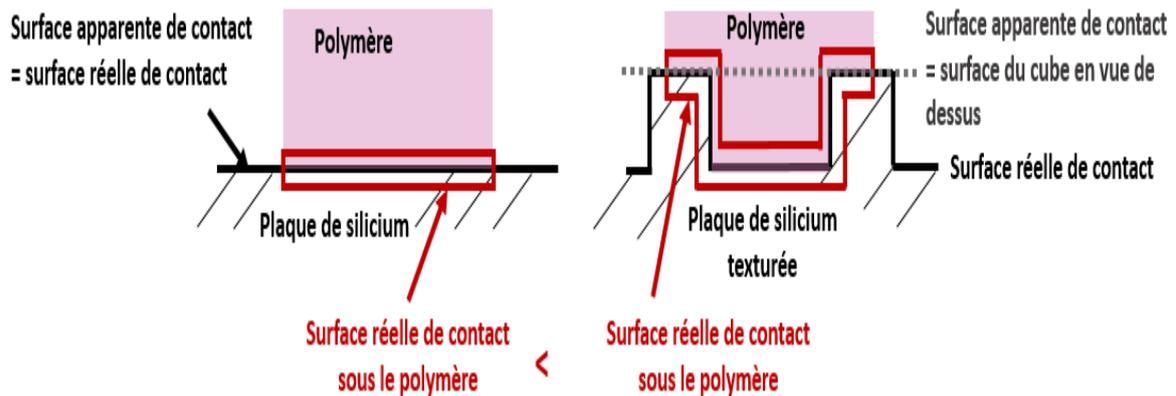


Figure III-20 : Schéma de l'augmentation de surface réelle de contact sous un polymère imprimé sur une plaque de silicium (plane ou texturée)

Le Tableau III-8 présente pour l'ensemble des plaques texturées, l'augmentation de surface réelle de contact, ainsi que la proportion de surface recouverte du dépôt TiN.

	Plane	Dépôt réalisé avant la texturation partielle ...		Dépôt TiN réalisé après la texturation partielle...	
		100x100x180	50x50x100	100x100x180	50x50x100
Surface réelle sous 1 cube imprimé en 3D (mm <sup>2</sup> )	25	37.8	36.1	37.8	36.1
Nombre d'ancrages mécaniques sous 1 cube	0	319	1111	319	1111
Augmentation de surface par rapport au plaque plane (%)	-	51.2	44.4	51.2	44.4
Surface avec dépôt (mm <sup>2</sup> )	25	3.19	2.8	37.8	36.1
Surface avec le dépôt par rapport à la surface réelle de contact (%)	100	8.4	7.8	100	100

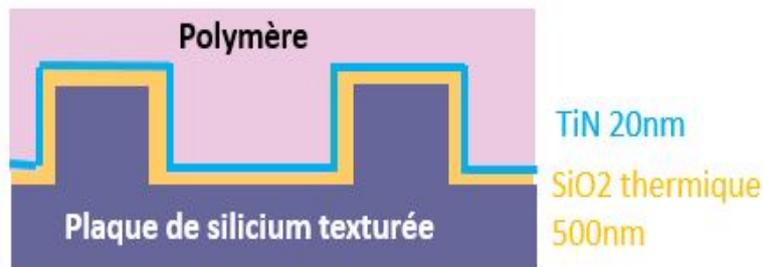
*Tableau III-8 : Comparaison des surfaces réelles de contact et de la nature des surfaces texturées par rapport aux surfaces planes sous un cube de 5x5x5mm<sup>3</sup> fabriqué par impression 3D*

La texturation 100x100x180 a permis d'augmenter la surface réelle de contact de 51.2%, créant environ 8 ancrages/mm<sup>2</sup> pour favoriser la tenue mécanique du polymère. En effet, sur une plaque avec dépôt texturée 100x100x180, la surface du polymère en contact avec le dépôt de surface ne représente que 8.4% de la surface totale sous un cube imprimé. En revanche, la surface en contact avec le silicium représente 91.6% de la surface.

Dans le cas de la texturation 50x50x100, celle-ci a permis d'augmenter la surface réelle de contact de 44.4%, créant environ 31 ancrages/mm<sup>2</sup>. Soit 3.8 fois plus d'ancrages que la texturation 100x100x180. Ainsi, les différences entre les

deux texturations reposent principalement sur la géométrie et la densité de ces ancrages mécaniques. En effet, sur une plaque avec dépôt texturée 50x50x100, la surface du polymère en contact avec le dépôt en surface ne représente que 7.8% de la surface totale sous un cube imprimé. La surface en contact avec le silicium représente 92.2% de la surface.

Par ailleurs, afin de vérifier l'augmentation d'adhésion suivant les phénomènes physiques et chimiques, nous avons étudié des substrats texturés recouverts entièrement d'un dépôt  $\text{SiO}_2$  de 500nm suivi d'un dépôt TiN de 20 nm (Figure III-21). En effet, ces échantillons nous permettent d'observer l'adhésion sur un substrat texturé dont la surface est homogène (même matériau TiN sur toute la surface).



*Figure III-21 : Vue en coupe schématique d'une plaque de silicium texturée puis recouverte d'un dépôt TiN*

Une fois l'ensemble des substrats caractérisés morphologiquement, la mouillabilité des différents substrats a été évaluée. Notons que la goutte liquide de polymère n'adhère pas aux plaques sous sa forme liquide – non polymérisée. La Figure III-22 synthétise l'ensemble des résultats obtenus et met en évidence la variation de mouillabilité suivant la nature des plaques étudiées. En effet, nous pouvons observer que les angles de goutte obtenus avec du polymère sont différents sur les substrats texturés et sur les substrats plans. Nous pouvons donc confirmer que la texturation a un effet sur la mouillabilité de surface. Dans la majorité des cas avec la texturation de surface 100x100x180, l'angle de goutte augmente significativement. Pour la texturation 50x50x100 nous ne pouvons pas tirer de tendance.

De plus, nous pouvons constater que la nature du dépôt ajoutée à la texturation fait varier la mouillabilité d'une plaque. En effet, la combinaison des deux peut même rendre une surface super-mouillante comme nous pouvons l'observer sur les plaques avec un dépôt d'AlSi, d'Au ou de SiON. Notons également, qu'un substrat super mouillant, reste super mouillant avec la texturation de surface.

Par ailleurs, les tendances observées pour les substrats plans (détaillées dans la partie III.2.2.2, p.135) ne se retrouvent pas avec la texturation de surface.

Celle-ci est donc prédominante sur la mesure d'angle de goutte par rapport à la chimie de surface.

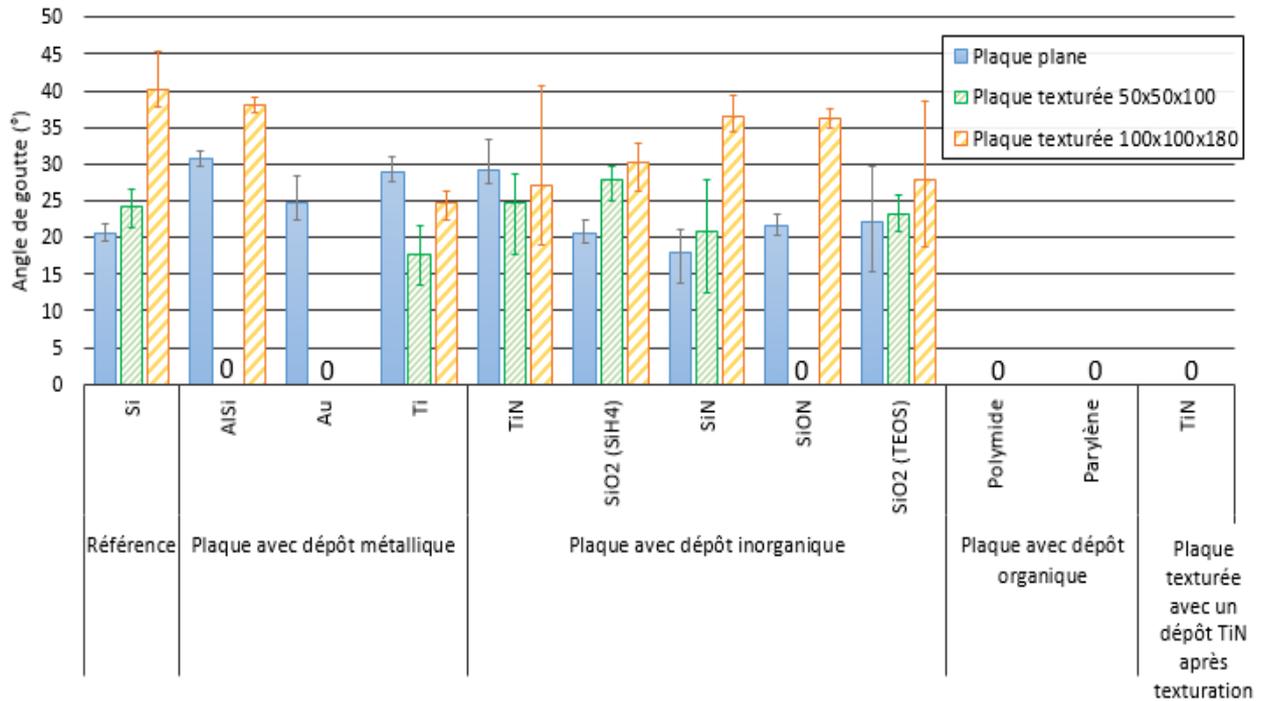


Figure III-22 : Angle de goutte en fonction des plaques de silicium planes avec dépôts et celles texturées utilisés, obtenue lors des essais de mouillabilité avec des gouttes de polymère ABS3650

Pour expliquer les variations observées, plusieurs théories et hypothèses (et leurs combinaisons) peuvent être avancées pour identifier les différents comportements.

En premier lieu, il paraît légitime de critiquer l'interprétation des valeurs obtenues en mouillabilité. En effet, plusieurs facteurs limitent l'interprétation des valeurs avec la seule loi de Young Dupré (I.4). Nous pouvons citer le phénomène d'hystérésis du mouillage d'une surface (107). Une goutte déposée sur un substrat et dans un état stabilisé (la goutte ne s'écoule pas), possède un angle de goutte  $\Theta$  défini le long de la ligne triple (ligne définie par les points d'équilibre entre les tensions interfaciales : liquide/gaz, liquide/solide et solide/gaz) (Figure III-23.a). Cependant, il est possible de modifier cet angle en diminuant ou augmentant le volume de la goutte. Deux nouveaux angles de gouttes apparaissent,  $\Theta_r$  et  $\Theta_a$ , respectivement l'angle de recul et l'angle d'avancée de la goutte, qui révèlent les angles à partir desquels la ligne triple de la goutte se déplace (Figure III-23.b). Cette observation permet d'affirmer que l'angle de goutte mesuré ne dépend pas uniquement des trois tensions interfaciales mais peut être modifié par des effets « d'ancrages » de la ligne triple. Ce phénomène laisse entendre que les mesures effectuées ne reflètent pas totalement le comportement physique de mouillabilité.

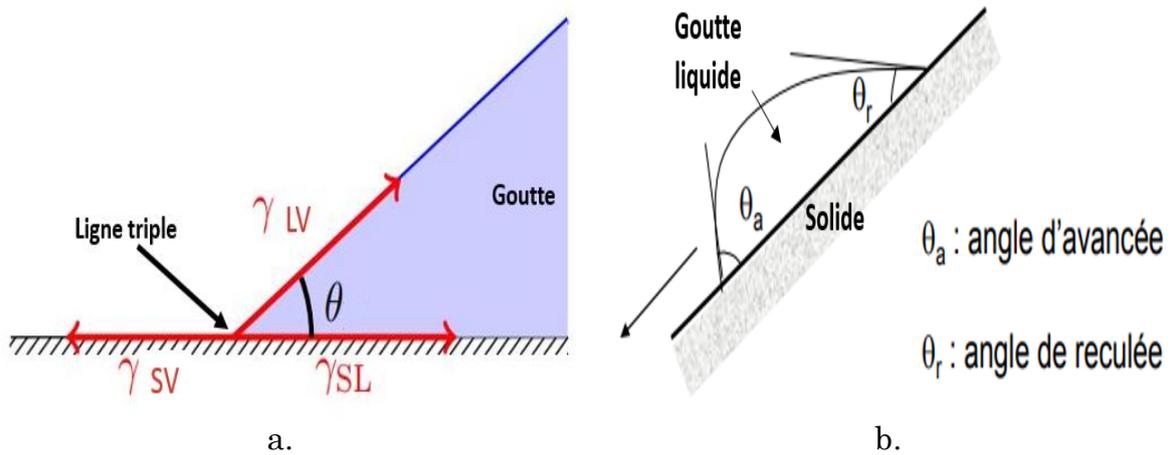


Figure III-23 : a. Ligne triple à la frontière d'une goutte liquide (108) ; b. Schéma déterminant l'angle d'avancée et angle de recul sur une goutte de liquide déposée sur un solide (adapté de (109))

Dans un second temps, nous pouvons également décrire deux comportements de mouillabilité opposés : le principe de capillarité et les effets d'ancrage.

La capillarité est un phénomène qui agit aux interfaces liquide/liquide, liquide/gaz et liquide/solide (108). Par exemple, dans le cas où un fluide possède plus d'affinités avec un solide que l'air et que les parois du solide sont suffisamment proches, le fluide augmente sa surface de contact avec le solide et diminue la surface de l'interface liquide/gaz, comme l'illustre la Figure III-24. Ce comportement conduit au déplacement du fluide le long des parois. D'autre part, plus un fluide possède une tension superficielle forte, et donc une cohésion moléculaire forte, plus il est disposé à se déplacer par capillarité. Ce comportement peut permettre d'expliquer l'étalement complet de l'ABS dans le cas d'une texturation et d'un substrat qui approche les conditions idéales : combinaison de la nature du fluide, de la nature du substrat et des paramètres de texturation.

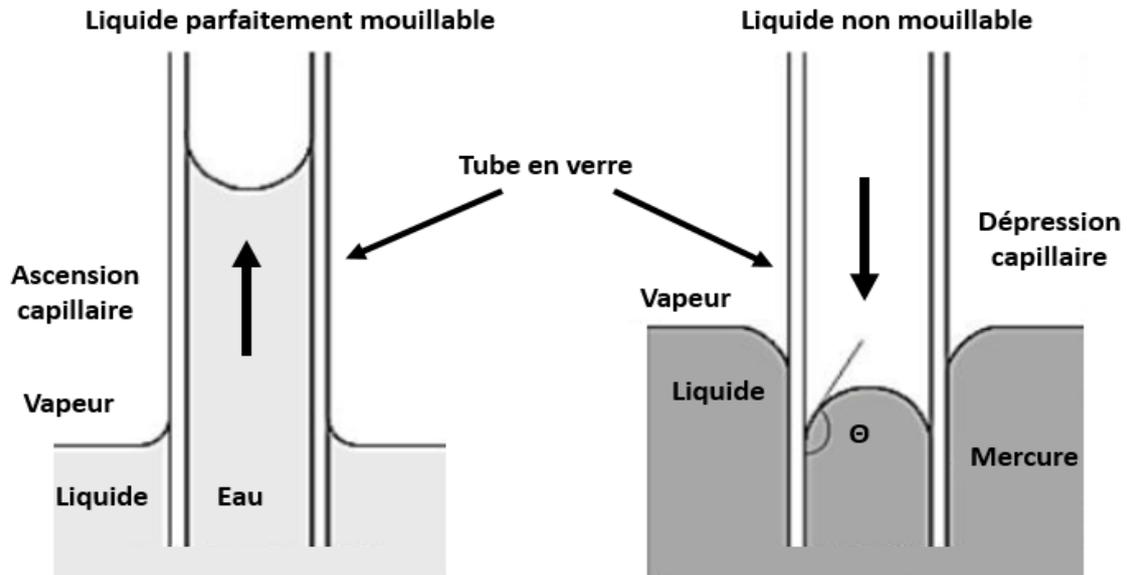


Figure III-24 : Schéma sur le phénomène de capillarité dans un tube en verre dans le cas d'un liquide parfaitement mouillable et dans le cas d'un liquide non mouillant (adapté de (110))

Les effets d'ancrage, quant à eux, ont un effet inverse : ils tendent à augmenter l'angle de goutte sur un substrat non homogène, chimiquement ou morphologiquement. Comme l'illustre la Figure III-25, la ligne triple également appelée ligne d'ancrage a tendance à se déplacer en fonction des imperfections du substrat, en s'accrochant aux zones mouillables et en évitant les zones non-mouillables (108). Dans notre cas d'étude, et plus spécifiquement dans le cas d'une arête issue de la texturation, comme par exemple, au niveau des arêtes définissant les ilots, la ligne d'ancrage a la possibilité de bouger légèrement le long de la courbure de l'arête. Ce déplacement peut limiter l'étalement de la goutte, et perturber la mesure de l'angle de goutte à l'échelle macroscopique. Ce phénomène permet d'expliquer les cas où l'angle de goutte est supérieur sur un substrat texturé par rapport à un substrat lisse.

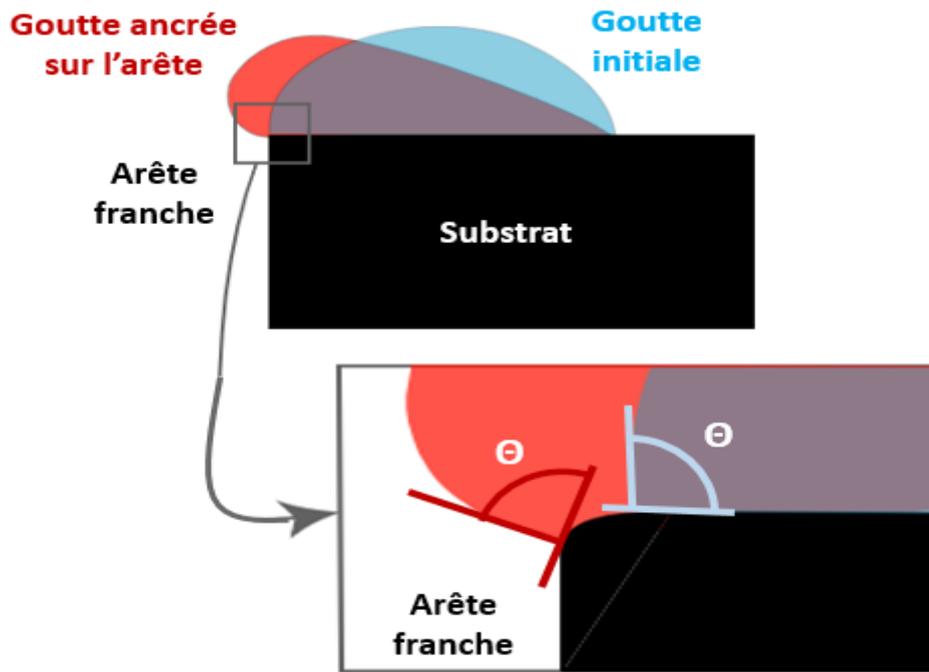


Figure III-25 : Schéma de principe d'un ancrage de goutte sur une arête franche (verticale). Le zoom montre que l'angle de goutte ne varie pas suivant l'inclinaison de la surface mais que la forme de la goutte s'adapte à la courbure de l'arête franche (adapté de (111))

Par ailleurs, d'autres lois permettent de décrire des comportements spécifiques, comme l'état Wenzel, qui explique pourquoi les surfaces hydrophiles tendent à devenir plus hydrophiles quand la rugosité de surface augmente (et respectivement plus hydrophobe pour les surfaces originellement hydrophobes) (106)(108)(107). Finalement, l'explication des différents comportements observés résulte probablement d'une combinaison complexe des différents phénomènes évoqués plus haut.

Dans notre cas, nous pouvons illustrer une partie des hypothèses précédentes avec le cas des plaques texturées puis recouverte d'un dépôt TiN qui sont super mouillantes. En effet, la combinaison : texturation de surface ajoutée avec le dépôt TiN, diminue l'angle de goutte obtenu avec le polymère ABS. Pour expliquer la différence d'angle de goutte présente entre les plaques avec un dépôt TiN avant texturation et celles avec un dépôt TiN après texturation, deux hypothèses peuvent être avancées :

- L'étape de texturation est une étape de découpe mécanique. La lame en découpant la plaque est en contact du dépôt, il est alors possible de l'endommager en créant des bavures, en l'écaillant, l'arrachant ou en déposant des particules qui peuvent le rayer, etc., comme l'illustre la Figure III-26. Dans notre étude, nous avons observé que les dépôts d'or et de polyimide laissaient une bavure de dépôt après la texturation (Figure

III-26.a). Lorsque le dépôt est réalisé après l'étape de texturation, il ne subit aucun endommagement. Ainsi, les aspérités et les défauts de surface présents sur la plaque et le dépôt, dus à la texturation, ne détériorent pas la mouillabilité de surface mais pourraient jouer sur l'étalement de la goutte de polymère (illustration de la capillarité et Wenzel). Cependant, au cours de notre étude, ce phénomène n'a pas pu être vérifié.

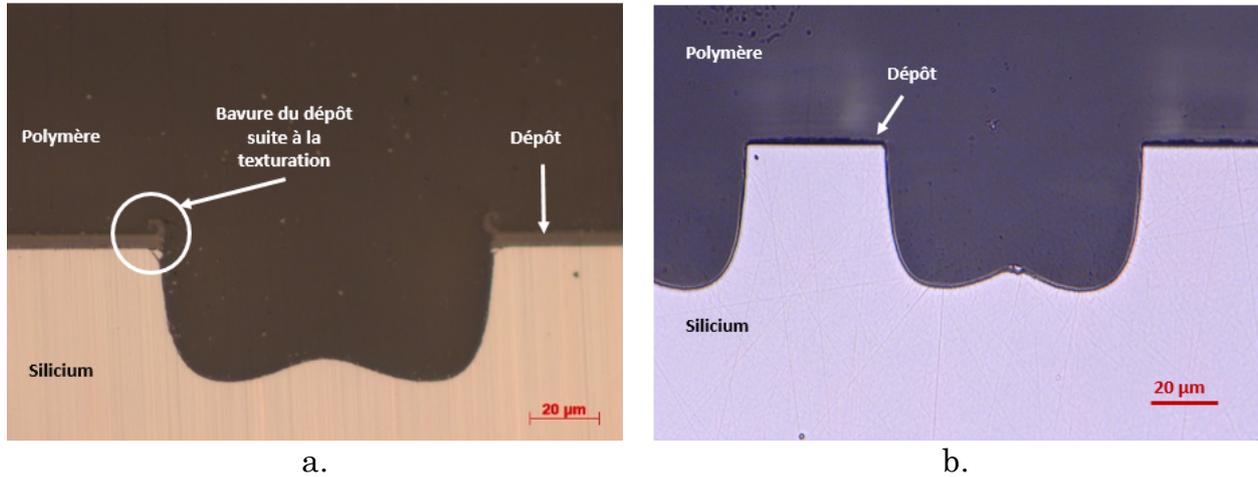


Figure III-26 : Vue en coupe d'une plaque de silicium texturée avec un dépôt réalisé avant texturation, a. Cas 1 : le dépôt a été endommagé par la texturation laissant apparaître des bavures sur les bords des ancrages, b. Cas 2 : le dépôt n'a pas été endommagé par la texturation (aucunes bavures)

- La seconde différence est la surface du dépôt présente sous la goutte. En effet, nous avons vu dans le Tableau III-8 que la surface de dépôt est faible sur les plaques où le dépôt est réalisé avant l'étape de texturation (8% sous 25 mm<sup>2</sup>). En revanche sur les plaques où le dépôt est réalisé après la texturation, la surface de TiN sous une goutte est de 100%. De plus, sur la Figure III-22, nous avons observé sur ces substrats que la surface est super-mouillante. D'après la littérature, le titane a une forte réactivité avec l'oxygène mais également avec les atomes de carbone (65), créant une affinité chimique importante entre le polymère et le dépôt TiN (106). Son effet, est donc marqué sur les substrats texturés revêtus d'un dépôt TiN. De plus nous pouvons observer sur la Figure III-22 (plaque avec dépôt inorganique), l'augmentation du pouvoir mouillant du TiN avec la texturation. La combinaison des différents phénomènes pourrait expliquer la super-mouillabilité des substrats texturés revêtus d'un dépôt TiN.

Dans cette partie, nous avons observé :

- Le polymère d'impression épouse la surface réelle de contact en pénétrant dans la texturation de surface
- L'observation de la mouillabilité de surface, nous permet de déterminer la faisabilité de l'impression directe sur substrat. Les aspérités et les

défauts de surface présents sur la plaque et le dépôt, dus à la texturation, ne détériorent pas la mouillabilité de surface mais pourraient jouer sur l'étalement de la goutte de polymère (illustration de la capillarité et Wenzel)

- Les résultats de mouillabilité obtenus ne nous permettent pas de conclure sur les paramètres de surface (dépôt et texturation) optimum pour obtenir la meilleure adhérence possible entre un substrat et un ABS imprimé en 3D. En effet, plusieurs facteurs limitent l'interprétation de la mouillabilité de surface : phénomène d'hystérésis, effet de capillarité, effet d'ancrage, et autres, empêchant une corrélation du premier ordre entre les deux.

#### III.2.2.4. Plaques gravées avec le procédé Bosch

Le dernier type de plaque étudiée regroupe les plaques gravées à l'aide du procédé Bosch. Comme sur les autres types de plaques, une étude morphologique a été réalisée à l'aide de caractérisations optiques, en vue de dessus, pour l'analyse des dimensions et en coupe pour la profondeur. La Figure III-27 illustre les motifs, vus en coupe, obtenus pour les trois dimensions de largeur et de profondeur testées. Dans ces trois cas, nous pouvons observer des motifs aux parois verticales avec un fond arrondi. Les courbures arrondies dans le fond du motif sont liées à l'isotropie de la gravure (86).

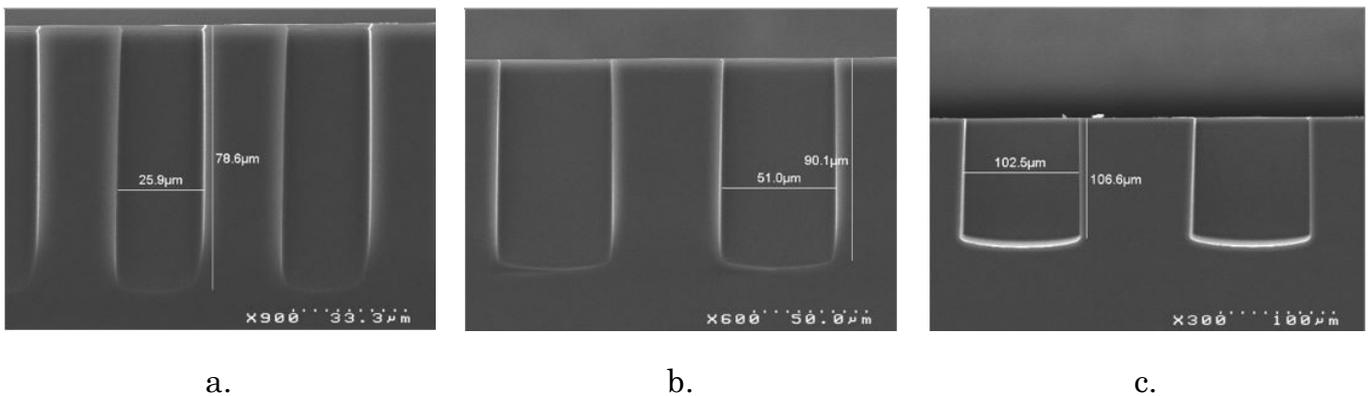


Figure III-27 : Vue en coupe de motifs carrés obtenus par procédé Bosch ; a. Motif de dimensions  $25 \mu\text{m}$  et pas de  $50 \mu\text{m}$  ; b. Motif de dimensions  $50 \mu\text{m}$  et pas de  $100 \mu\text{m}$  ; c. Motif de dimensions  $100 \mu\text{m}$  et pas de  $200 \mu\text{m}$

De plus, comme le montre la Figure III-28, un zoom sur les parois permet d'observer la rugosité de surface laissée par le procédé de gravure. Ce phénomène de rugosité de surface en forme de creux est connu sous le nom de « scalloping » et découle de l'alternance des étapes de gravure isotrope et de passivation du procédé Bosch (Chapitre II.2.2.4) (85). Pour notre étude, cette rugosité nous permettra d'augmenter la surface de contact entre la plaque de silicium et le polymère.

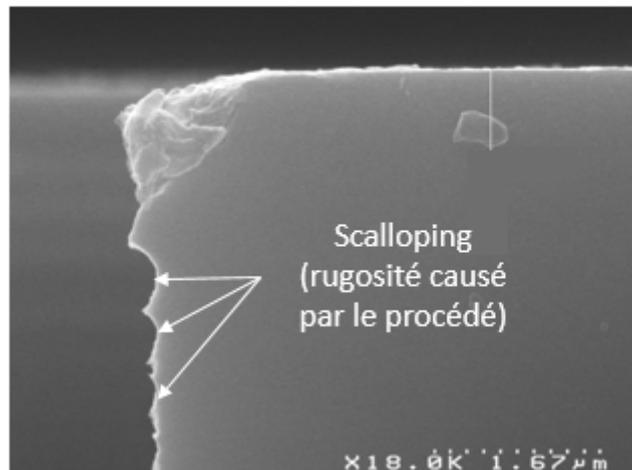


Figure III-28 : Vue en coupe d'un motif gravé par procédé Bosch – zoom sur le haut du motif

L'étude dimensionnelle présentée Tableau III-9 nous indique que l'ensemble des dimensions (dimension des formes) obtenues sont conformes aux dimensions visées. En revanche, comme le souligne le Tableau III-9, la profondeur de gravure varie d'environ  $72\ \mu\text{m}$  à  $100\ \mu\text{m}$ , suivant la dimension des motifs gravés, et pour une profondeur visée de  $100\ \mu\text{m}$ . Cet écart de profondeur peut être expliqué par le procédé de gravure. Rappelons également, que l'ensemble des motifs a été réalisé en même temps et sur la même plaque de silicium. Comme nous l'avons vu dans le chapitre II.2.2.4, la profondeur de gravure dépend de la taille du motif à graver ainsi que du temps de gravure. Donc pour obtenir une profondeur moyenne d'environ  $100\ \mu\text{m}$  sur les plus gros motifs (dimensions  $100\ \mu\text{m}$ ), nous avons dû réaliser un compromis et ainsi arrêter le procédé de gravure avant que les petits motifs atteignent  $100\ \mu\text{m}$  de profondeur.

	Forme des motifs	Motif de dimensions 25 $\mu\text{m}$ au pas de 50 $\mu\text{m}$	Motif de dimensions 50 $\mu\text{m}$ au pas de 100 $\mu\text{m}$	Motif de dimensions 100 $\mu\text{m}$ au pas de 200 $\mu\text{m}$
Dimensions des motifs ( $\mu\text{m}$ )	Circulaire	24.8	51.8	101.3
	Carré	25.0	50.8	103.0
	Triangulaire	24.6	49.5	101.6
Pas entre les motifs ( $\mu\text{m}$ )	Circulaire	49.5	100.5	201.3
	Carré	50.5	100.5	201.7
	Triangulaire	52.0	99.8	200.3
Profondeur de gravure ( $\mu\text{m}$ )	Circulaire	78.4	93.8	98.4
	Carré	80.2	94.1	97.6
	Triangulaire	72.4	88.6	98.4

Tableau III-9 : Etude dimensionnelle des motifs obtenus par procédé Bosch

Comme l'illustre la Figure III-29, les essais de mouillabilité réalisés avec des gouttes de polymère ABS, nous ont permis d'observer une augmentation significative de l'angle de goutte sur les plaques gravées par procédé Bosch ( $\Theta \sim 60^\circ$ ) par rapport à l'angle obtenu sur la plaque de silicium ( $\Theta \sim 20^\circ$ ). Nous pouvons donc dire que les plaques de silicium gravées par procédé Bosch sont peu mouillables comparées à une plaque de silicium plane, voire même aux autres plaques étudiées précédemment (Figure III-30).

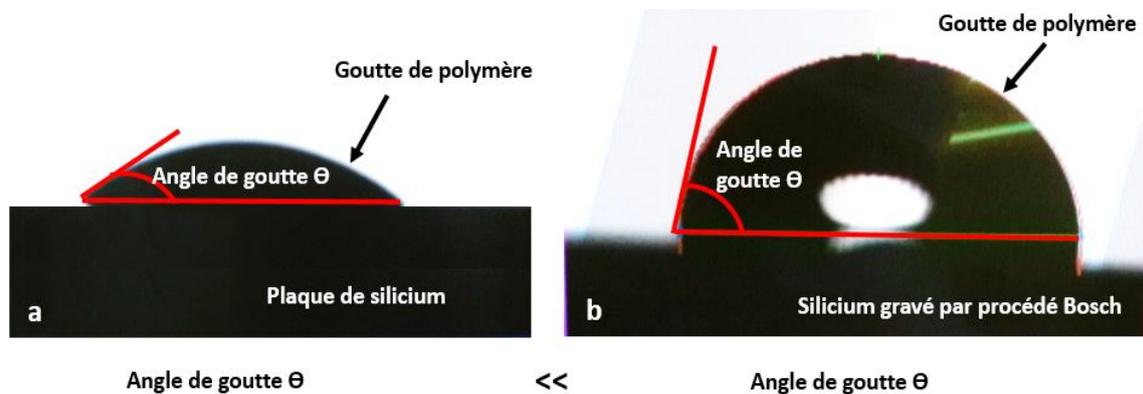


Figure III-29 : Vue de profil des gouttes de polymère ABS déposées sur un substrat lors d'un essai de mouillabilité, a. Angle de goutte mesuré sur une plaque de silicium plane, b. Angle de goutte mesuré sur une plaque gravée par procédé Bosch

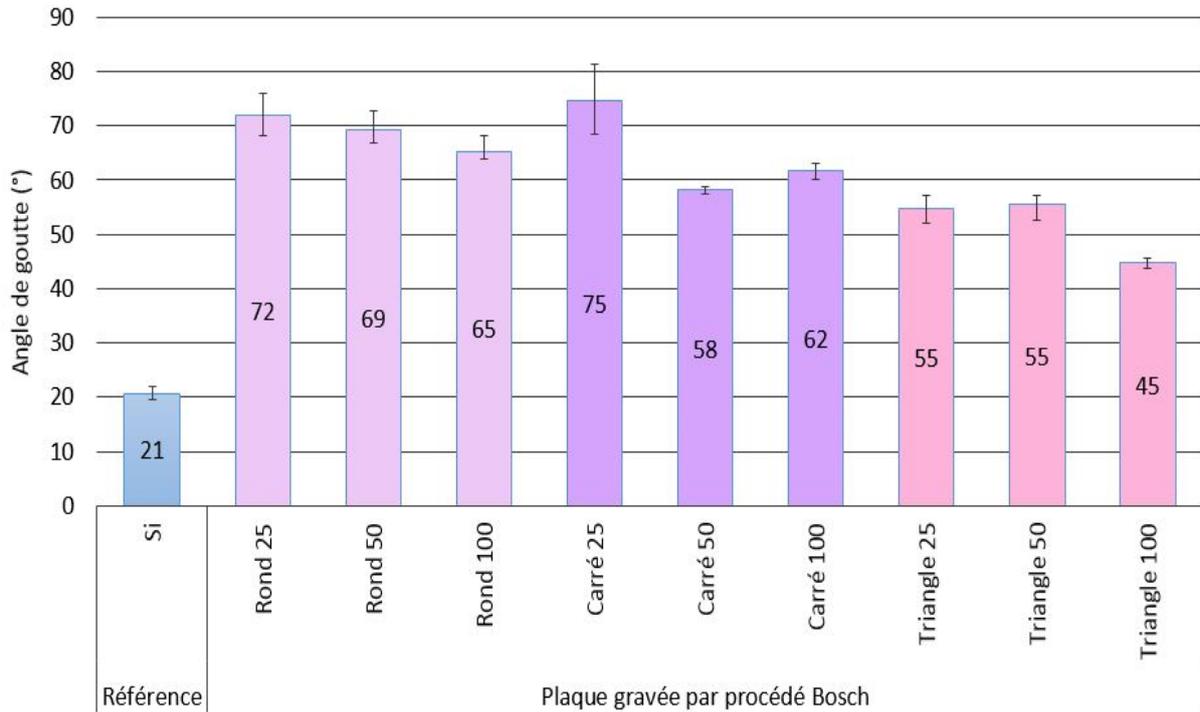


Figure III-30 : Angles de goutte obtenus lors des essais de mouillabilité avec des gouttes de polymère ABS, en fonction des plaques gravées par procédé Bosch

L'augmentation de l'angle de goutte sur les surfaces gravées peut être expliqué par le modèle de Cassie-Baxter, étudié dans le Chapitre I.4 (p.55) et illustré Figure III-31.a, (106). Dans notre cas, illustré Figure III-31.b, nous pouvons observer que le polymère après réticulation est en contact du substrat silicium et que les motifs gravés contiennent une bulle d'air emprisonnée. Cela nous indique que la goutte de polymère ainsi déposée, lors des essais de mouillabilité, évolue sur une plaque de silicium composée de surface silicium et de bulles d'air [14]. Ainsi, le polymère ne pénètre pas dans les motifs du substrat et recouvre les bulles d'air présentes dans les motifs. Nous pouvons donc considérer la surface de la plaque gravée par procédé Bosch comme chimiquement hétérogène (70). Ce phénomène peut être évité avec des parois de motifs mouillables et en réalisant des motifs comme des rainures pour permettre une évacuation de l'air pendant le dépôt du polymère et augmenter l'aire de contact.

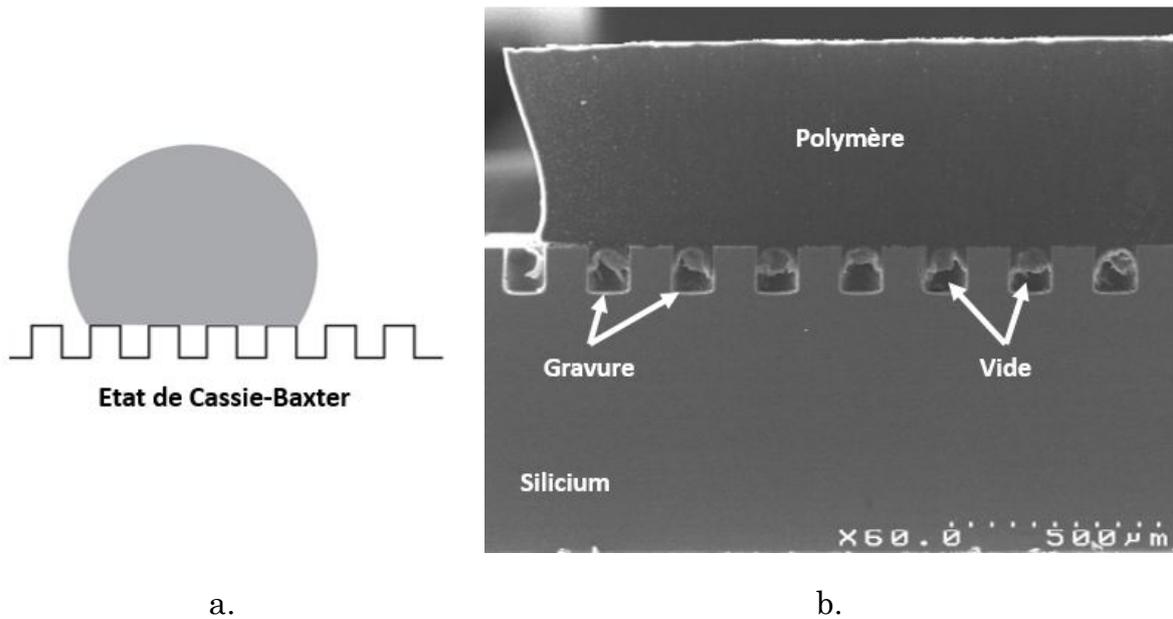


Figure III-31 : a. Schéma de gouttes sur surface hydrophobe rugueuse en état Cassie-Baxter (adapté de (71)); b. Vue en coupe d'un substrat gravé sur lequel a été réalisé un cube par impression directe

Sur la Figure III-30, nous pouvons également constater une variation de l'angle de goutte suivant les motifs de gravures (dimensions et profondeur). Ces variations peuvent être expliquées par le taux d'ouverture des plaques gravées, c'est-à-dire, le pourcentage de surface gravée par rapport à la surface plane mais aussi par la géométrie des motifs.

Lorsque le taux d'ouverture augmente, le pourcentage de surface gravée augmente. D'après le phénomène de Cassie-Baxter, décrit dans le chapitre I.4 et rappelé ci-dessous, cela implique que la zone composée d'air ( $\sigma_2$ ) augmente entraînant ainsi une diminution de l'angle de goutte ( $\theta''$ ).

Rappel : Dans notre cas, et comme décrit dans le chapitre I.4, deux zones composent les substrats :

- La zone contenant les surfaces solides (plaque de silicium) :  $\sigma_1$
- La zone contenant les motifs gravés et contenant de l'air :  $\sigma_2$

Ainsi, nous obtenons l'Équation I-6 : Loi de Cassie - angle de contact pour une surface hétérogène (solide-air) rappelé ci-dessous :

$$\cos \theta'' = \frac{E}{\gamma_{LV}} = \sigma_1 \cos \theta_1 - \sigma_2$$

Équation I- 6: Loi Cassie - angle de contact pour une surface hétérogène (solide-air)

Le taux d'ouverture des plaques a été calculé suivant les motifs gravés sur celles-ci. En effet, pour les variations de dimensions d'un même motif, nous

obtenons le même taux d'ouverture car les variations de dimension sont proportionnelles. Comme le synthétise le Tableau III-10, les plaques gravées avec le motif carré présentent un taux d'ouverture nettement supérieur aux plaques gravées avec le motif circulaire ou triangulaire.

Forme des motifs gravés sur les plaques	Taux d'ouverture en %
Circulaire	19.6
Carré	25
Triangulaire	10.9

*Tableau III-10 : Taux d'ouverture des échantillons gravés calculé suivant les différents motifs*

Notons qu'en injectant dans l'équation de Cassie, l'angle de goutte obtenu sur un silicium plan ( $21^\circ$ ) ainsi que les taux d'ouverture sur les plaques (exemple pour les carrés :  $\sigma_1 = 0.75$  et  $\sigma_2 = 0.25$ , nous obtenons  $\Theta'' = \cos^{-1}(0.75 \cdot \cos(21) - 0.25) = 63^\circ$ ), nous retrouvons la gamme des angles de goutte mesurés. Nous vérifions ainsi, dans la majorité des cas, la loi Cassie.

D'après nos hypothèses précédentes, la loi de Cassie et les taux d'ouverture calculés dans le Tableau III-10, nous devrions observer sur la Figure III-30 des angles de gouttes plus faibles sur les substrats gravés avec des carrés et plus grands sur les motifs triangulaires. Or, nous observons le phénomène inverse.

Ces résultats peuvent s'expliquer par la géométrie et la densité des motifs gravés sur la plaque. En effet, nous avons vu que les arêtes des motifs peuvent limiter l'étalement de la goutte (p.141). En comparant les résultats d'un même motif à différentes échelles, nous constatons que la densité des motifs (nombre de motif par unité de surface) augmente avec la finesse de gravure. Par conséquent, le nombre d'arêtes augmente, ce qui entraîne une limitation de l'étalement de la goutte et une augmentation de son angle. Nous pouvons confirmer ce raisonnement, en observant sur la Figure III-30, la diminution de l'angle de goutte suivant la taille des motifs (angle de goutte plus faible pour les motifs 100).

Par ailleurs, il est possible de mettre en relation le périmètre des motifs avec les angles de goutte obtenus par les essais de mouillabilité (comparaison entre les géométries de motif). En effet, la longueur d'arête influe sur le comportement de la goutte en offrant des points de fixation, ce qui limite son étalement (108). Ces résultats sont donc cohérents avec les variations observées sur l'angle de goutte (Figure III-30). Pour une même dimension de motif, le périmètre du cercle est supérieur à celui du carré qui est supérieur à celui du triangle (ex : pour le motif 25,  $P_{\text{cercle}} = 157 \mu\text{m} > P_{\text{carré}} = 100 \mu\text{m} > P_{\text{triangle}} = 75 \mu\text{m}$ ). La goutte de polymère

peut ainsi s'étaler davantage le long de la surface de silicium, sur les plaques gravées avec des motifs triangulaires, diminuant ainsi l'angle de goutte.

Dans cette partie, nous avons observé que :

- Le polymère d'impression ne pénètre pas dans les motifs de gravure et emprisonne de l'air dans les cavités
- Les plaques gravées avec les motifs choisis sont peu mouillables avec le polymère ( $45^\circ < \theta < 75^\circ$ ). Ce phénomène peut être expliqué par : l'état de Cassie-Baxter, la densité, la géométrie des motifs ainsi que le taux d'ouverture des plaques utilisées.

## SYNTHESE

Lors de la qualification des imprimantes 3D de stéréolithographie et fil fondu, nous avons observé que l'impression par stéréolithographie permet d'approcher aux mieux les dimensions nécessaires au packaging de composants électroniques. Nous avons donc choisi cette technique d'impression pour réaliser le packaging de composant micro-électronique.

Pour déterminer les matériaux ayant le plus d'affinité avec le polymère (ABS) de la stéréolithographie et ainsi augmenter l'adhérence du packaging sur notre système, nous avons caractérisé le polymère et l'ensemble des plaques utilisées, en rugosité, et mouillabilité de surface avec le polymère.

Ainsi, nous avons étudié l'ABS avec :

- sa structure chimique composée de trois monomères : l'Acrylonitrile, le Butadiène et le Styrène
- sa température de transition vitreuse ( $T_g$  : caractéristique matériaux). Le polymère commence à se dégrader pour une température supérieure à  $75^\circ\text{C}$  et s'oxyde lorsqu'il vieillit

La caractérisation morphologique des différents substrats nous a permis d'observer les différents profils de texturations et gravures utilisés dans notre étude. De plus, les caractérisations en mouillabilité ont permis d'identifier la faisabilité d'une impression directe sur substrat, ainsi que l'importance de la chimie et rugosité de surface pour améliorer l'affinité du polymère avec les surfaces de silicium. Nous avons également constaté que les plaques testées étaient mouillables avec le polymère liquide et que celui-ci n'adhérait pas aux plaques sous sa forme liquide – non polymérisée.

Par ailleurs, le comportement du polymère liquide sur les substrats nous permet de proposer des règles de conception et des pistes d'optimisation. Un des axes pour améliorer l'adhérence est l'augmentation de l'aire de contact entre le polymère déposé et son substrat. En effet, nous avons pu voir que la création d'une topographie de surface (ancrages) permet d'augmenter de manière significative l'aire de contact entre le polymère imprimé et le substrat. L'augmentation de la surface de contact couplée à un dépôt post-gravure adéquat (chimie de surface et affinité), permet d'augmenter drastiquement la mouillabilité. Toutefois, cette topographie doit être compatible avec les techniques de dépôt, mais aussi être conçue de manière à permettre un bon écoulement du polymère, sans risque d'emprisonner de l'air au sein des motifs.

Le chapitre IV présente l'étude d'impression par stéréolithographie directe réalisée sur l'ensemble des substrats étudiés dans ce chapitre (III).



# Chapitre IV . Qualification du procédé

---

---

Le chapitre IV a pour objectif de présenter l'impression directe par stéréolithographie sur l'ensemble des substrats présentés et étudiés précédemment. Tout d'abord, le procédé et les résultats d'impression 3D sont décrits. Puis, l'adhérence des différents couples polymère/substrat est caractérisée au travers d'essais de cisaillement. Couplée à une analyse XPS, la nature et la composition chimique de l'interface polymère/substrat est étudiée. Enfin, une étude par éléments finis a permis d'approfondir notre compréhension des mécanismes mécaniques mis en jeu lors des essais de cisaillement.

---

# Table des matières

<b>CHAPITRE IV . QUALIFICATION DU PROCEDE</b>	<b>159</b>
<b>IV.1. Impression sur substrat</b>	<b>161</b>
<b>IV.2. Caractérisation de l'adhérence par essais de cisaillements</b>	<b>164</b>
IV.2.1. Paramétrage de la machine de cisaillement	164
IV.2.2. Plaques de Silicium	165
IV.2.3. Plaques avec dépôt	172
IV.2.4. Plaques texturées mécaniquement	174
IV.2.5. Plaques gravées par procédé Bosch	180
<b>IV.3. Caractérisation XPS</b>	<b>183</b>
<b>IV.4. Simulation des efforts mis en jeux à l'interface entre les deux composants</b>	<b>186</b>
IV.4.1. Plaque de silicium plane	186
IV.4.2. Plaque de silicium texturée	189
Synthèse	194

L'impression directe d'un polymère ABS sur une plaque de silicium est le cœur de cette thèse. En effet, afin de réaliser le packaging d'un composant, nous devons nous assurer de la faisabilité de l'impression directe mais aussi comprendre les mécanismes d'adhésion mécaniques et chimiques mis en jeu lors de l'impression d'un motif polymère sur un substrat. La technique de fabrication additive retenue sera développée afin d'aboutir à la création d'un démonstrateur.

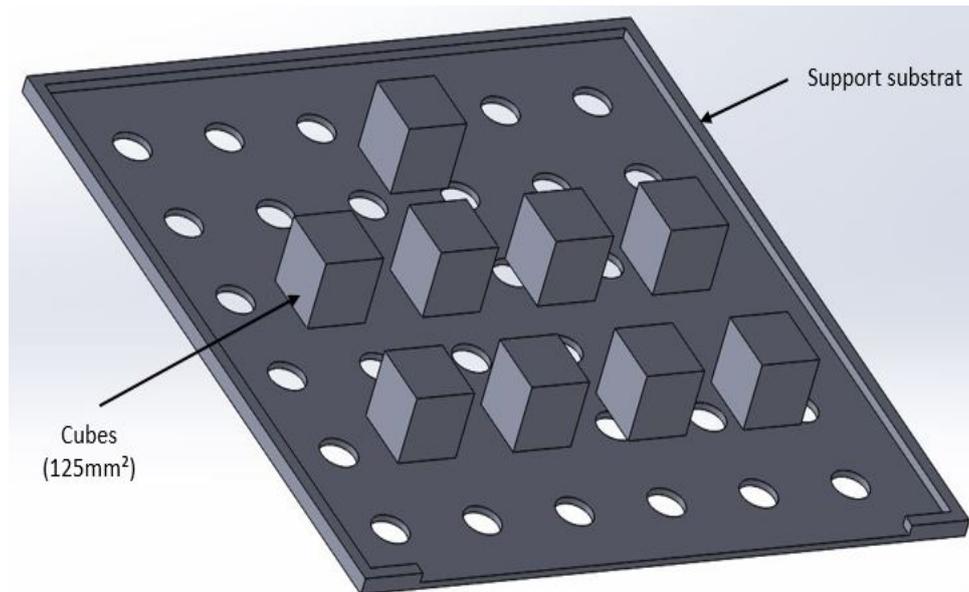
Afin de caractériser l'adhérence, nous avons sollicité l'interface, plaque/motif imprimé, par des essais de cisaillement sur l'ensemble des plaques étudiées et présentées dans le Chapitre III. De plus, les résultats de rupture obtenus durant ces essais, pourront être rapprochés des normes attendues en packaging pour ce type d'essais. Pour approfondir notre compréhension des mécanismes chimiques, une étude XPS a été réalisée sur les liaisons chimiques créées lors de l'impression directe sur une plaque de silicium avec dépôt TiN afin d'étudier l'interface TiN/ABS.

Cette étude des mécanismes d'adhésion, nous permettra d'identifier et de proposer l'architecture et la finition de surface optimale pour une bonne adhésion de l'ABS imprimé en 3D.

## IV.1. Impression sur substrat

Afin de pouvoir caractériser les impressions réalisées, nous avons conçu un modèle CAO regroupant un support adapté aux plaques ainsi qu'un ou plusieurs cubes de 125 mm<sup>3</sup> (Figure IV-1). Le support réalisé est composé : d'une plateforme percée permettant l'évacuation de la résine et d'une bordure bloquant les mouvements possibles du substrat dans le plan X-Y. De plus, les motifs cubiques ont été choisis pour faciliter la caractérisation morphologique et réaliser les essais de cisaillement.

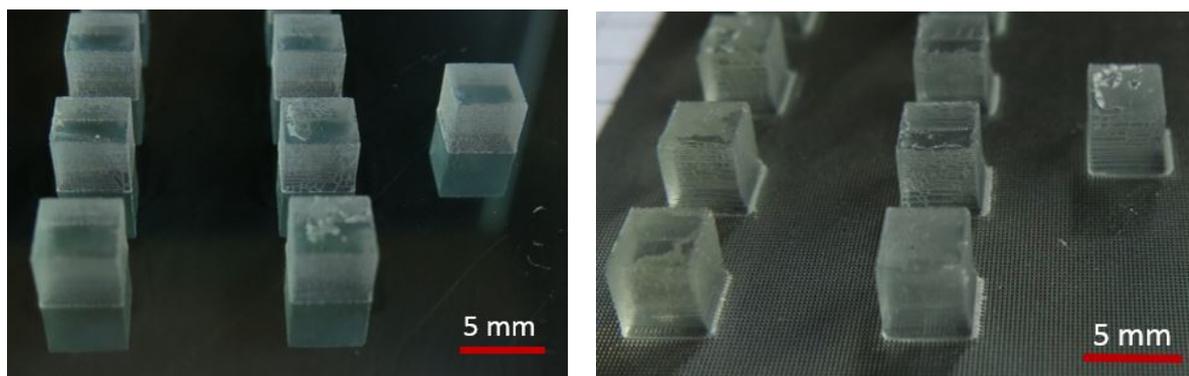
Pour vérifier la faisabilité de l'impression 3D directement sur substrat, nous avons réalisé le modèle CAO à l'aide des imprimantes de stéréolithographie et FDM sur l'ensemble des plaques étudiées (vu dans le chapitre II.2.1).



*Figure IV-1 : Modèle CAO créé pour démontrer la faisabilité de l'impression directe sur substrat*

Les deux techniques d'impression ont donné des résultats différents. En effet, comme l'illustre la Figure IV-2, l'impression par stéréolithographie a permis d'imprimer des cubes conformes aux spécifications sur chaque substrat testé. Nous pouvons souligner la bonne répétabilité de dimensions et de formes des cubes imprimés ; aussi bien sur substrats silicium plans (Figure IV-2a) que sur substrats texturés (Figure IV-2b). En revanche les résultats obtenus avec la technique FDM, présentés Figure IV-3, ne donnent aucune impression satisfaisante. Suivant le type de plaque utilisée, l'impression ne se réalise pas ou imprime seulement les premières couches de matière composant un cube (maximum 4 couches réalisées). Nous avons pu observer ces résultats sur l'ensemble des plaques utilisées (112).

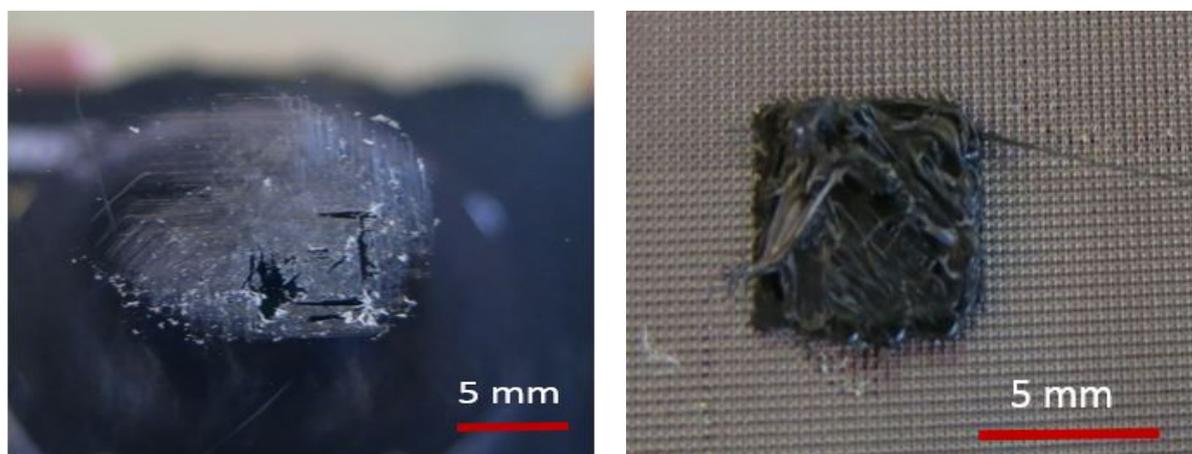
L'impossibilité d'impression directe par FDM avec les paramètres utilisés est due à une mauvaise adhésion du fil polymère sur la plaque. En effet, le fil de polymère sortant de la buse d'impression glisse le long de la surface sans y adhérer. Cette action peut entraîner l'endommagement de la surface avec des rayures ou la délamination du dépôt comme l'illustre la Figure IV-3a. Le fil quant à lui, s'accumule à la sortie de la buse de l'équipement, compromettant ainsi le procédé d'impression. La surface des plaques, même texturée, ne fournit pas une accroche suffisante au fil.



a.

b.

*Figure IV-2 : a. Vue de coté de cubes imprimés par stéréolithographie sur un substrat silicium poli miroir ; b. Vue de coté de cubes imprimés par stéréolithographie sur un substrat silicium ayant une texturation mécanique avec des ancrages de  $100\mu\text{m}$*



a.

b.

*Figure IV-3 : a. Vue de dessus de la délamination du dépôt polyimide après l'échec d'une impression 3D par FDM ; b. Vue de dessus d'un cube imprimé par FDM sur un substrat ayant une texturation mécanique avec des ancrages de  $100\mu\text{m}$*

Avec cette étude préliminaire, nous avons conclu que seule la méthode de fabrication additive par stéréolithographie nous permettrait d'aller plus avant dans cette étude. En effet, les critères de faisabilité pour une impression directe, ainsi que la résolution dimensionnelle sont validés. En revanche la FDM est écartée suite à la mauvaise adhésion du polymère sur le substrat dans nos conditions d'utilisation.

## IV.2. Caractérisation de l'adhérence par essais de cisaillements

### IV.2.1. Paramétrage de la machine de cisaillement

L'objectif principal des essais en cisaillement est de caractériser l'adhérence de l'interface substrat/polymère. Dans cette étude, nous avons décidé de caractériser cette interface en cisaillement pur et sous chargement quasi-statique ; c'est-à-dire que la mise en charge est « lente ». Pour cela, des réglages machines ont été nécessaires. Comme nous l'avons décrit dans le chapitre II.3.3.2, les paramètres de hauteur de pointe ainsi que la vitesse de poussée (aussi appelée vitesse de chargement) ont été définis à l'aide de la norme JEDEC JESD22-B117B (92). Celle-ci définit comme charge :

- « lente », un chargement effectué à une vitesse inférieure à 800  $\mu\text{m/s}$
- « rapide » un chargement effectué à une vitesse supérieure à 800  $\mu\text{m/s}$

En effet, dans le cadre de la caractérisation mécanique des polymères, la vitesse de chargement influence les caractéristiques mécaniques. Dans la majorité des cas, une augmentation de la vitesse de chargement de l'outil dégrade la tenue mécanique en cisaillement. En effet, lors d'une sollicitation lente (vitesse de chargement), les contraintes dans le polymère ont le temps de se diffuser par les mouvements des chaînes carbonées. Ainsi, l'arrangement moléculaire du polymère se modifie, entraînant une diminution des zones de concentration de contrainte, et donc une augmentation de la tenue mécanique. Dans le cas d'une sollicitation rapide, ces contraintes n'ont pas le temps de se répartir, et la rupture s'amorce plus tôt (113) (114).

D'autre part, nous rappelons (II.3.3.2) que pour s'approcher d'un essai en cisaillement pur, la force appliquée sur l'éprouvette est appliquée parallèlement à la surface cisailée et au voisinage de cette surface. De plus pour éviter une contrainte composée de cisaillement et de flexion au niveau de l'interface, voire du pelage, la distance entre le substrat et la pointe doit être la plus faible possible. Sur ces essais, la plus faible hauteur de pointe possible, sans interférer avec le substrat, est 10  $\mu\text{m}$ .

Pour illustrer les différences de résultats induits par les paramètres machines, nous avons réalisé les essais de cisaillement suivants. Six combinaisons ont été testées (II.3.3.2). Les conditions de tests ainsi que les résultats de force à la rupture obtenus sont reportés dans le Tableau IV-1. L'ensemble des combinaisons testées présentent une rupture adhésive entre le cube imprimé et la plaque de silicium. D'après le Tableau IV-1, nous pouvons confirmer que la hauteur d'application de la force et la vitesse de chargement ont une nette influence sur la tenue mécanique.

Numéro de combinaison	Hauteur ( $\mu\text{m}$ )	Vitesse ( $\mu\text{m/s}$ )	Force à la rupture (N)
1	10	500	235.0
2	10	1000	191.2
3	2 000	500	115.0
4	2 000	1000	99.4
5	4 000	500	40.8
6	4 000	1000	81.3

*Tableau IV-1 : Variations des paramètres de hauteur de pointe et de vitesse lors des essais de cisaillement avec la force à la rupture correspondante*

Nous pouvons remarquer dans le Tableau IV-1 que les valeurs maximales sont obtenues pour une hauteur de 10  $\mu\text{m}$ , hauteur de pointe caractérisant au mieux en cisaillement l'interface substrat/polymère. Comme nous l'avons décrit précédemment, la valeur maximale relevée se fait bien à vitesse « lente ».

De plus, nous pouvons observer une dégradation des forces à la rupture relevées dans le cadre des essais de cisaillement réalisés à une hauteur de pointe de 2000  $\mu\text{m}$  et de 4000  $\mu\text{m}$  (respectivement 40% et 80% de la hauteur nominale du cube).

Dans le cas des essais éloignés de l'interface et plus particulièrement avec une hauteur de pointe de 4000  $\mu\text{m}$ , nous pouvons supposer que les essais mécaniques réalisés ne soient plus uniquement en cisaillement, entraînant ainsi une erreur dans les valeurs des forces à la rupture obtenues. En effet, avec un effort appliqué sur le haut du cube (80% de la hauteur nominal), celui-ci, et plus spécifiquement l'interface substrat/polymère, sont soumis à des efforts combinés (traction/flexion/compression). Nous pouvons supposer que sous ces contraintes multiples, les valeurs de force indiquées par la machine ne sont plus uniquement liées au cisaillement, mais bien à une somme de composantes d'effort.

### IV.2.2. Plaques de Silicium

Lors de la réalisation des essais de cisaillement (conditions : hauteur de pointe : 10  $\mu\text{m}$  et vitesse 500  $\mu\text{m/s}$ ), nous avons observé les modes de rupture entre le polymère et le substrat. Comme nous pouvons le remarquer sur la Figure IV-4, dans le cadre d'un substrat plan, la rupture est localisée à l'interface entre le cube polymère imprimé et le substrat. Notons également qu'aucune des parties n'est

endommagée et l'absence de résidus polymère sur le substrat. Nous avons donc dans ce cas, une rupture adhésive.

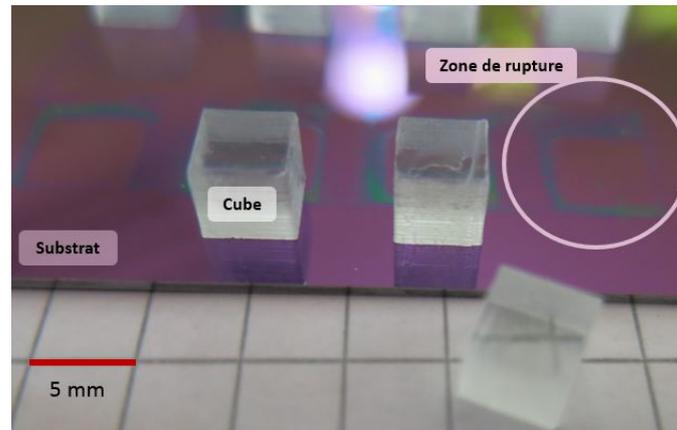


Figure IV-4 : Faciès de rupture adhésif sur les plaques de silicium planes et les cubes ABS imprimés par stéréolithographie

Pour approfondir notre étude sur le mode de rupture obtenu, nous avons enregistré les courbes de force en fonction du déplacement de la pointe. Comme l'illustre la Figure IV-5, et après établissement du contact, nous observons une première phase linéaire correspondant à la mise sous contrainte du cube caractérisé (chargement). Puis une rupture de type « fragile » apparaît, caractérisée par une diminution brutale de la force (115). De plus, comme nous venons de le voir sur la Figure IV-4, la rupture adhésive à l'interface polymère/silicium. La courbe obtenue sur la Figure IV-5 confirme ce mode de rupture par l'absence de comportement non linéaire pendant le chargement, caractéristique d'une déformation plastique.

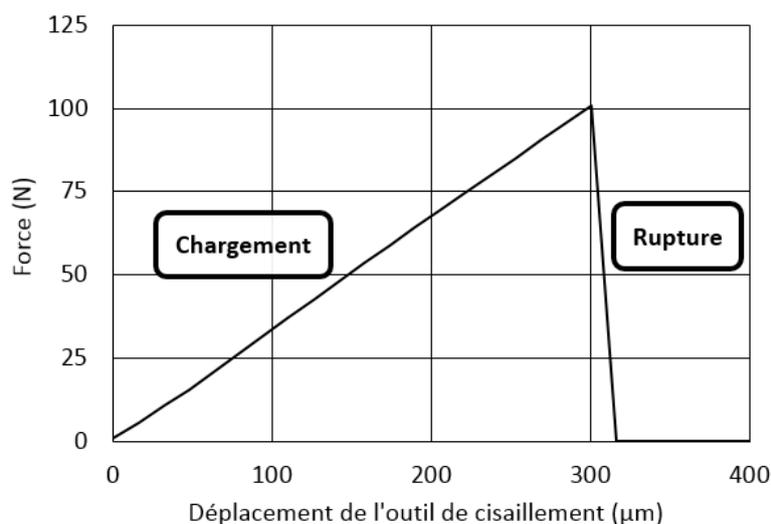


Figure IV-5 : Courbe  $F=f(d)$  de cisaillement obtenue pour une plaque de silicium plane sans traitement de surface

Nous pouvons donc considérer que le cube n'est soumis qu'à une contrainte de déformation élastique avant d'atteindre la rupture (113). De plus, cette rupture est adhésive à l'interface polymère/silicium.

### ❖ Plaques de silicium différents traitements de surface

Dans un premier temps, nous avons réalisé les essais de cisaillement sur les plaques de silicium planes : sans traitement, avec nettoyage chimique, avec un traitement plasma N<sub>2</sub> ou avec un traitement HMDS. Pour chaque cas, cinq essais ont été réalisés, et les résultats présentés sont la moyenne de ces valeurs avec le résultat minimum et maximum pour chaque série. Comme le présente la Figure IV-6, nous pouvons observer que les forces à la rupture moyennes sont dans une même gamme pour les échantillons sans traitement, nettoyés chimiquement et traités par plasma N<sub>2</sub> (gamme de valeurs comprises entre 40 et 210 N). Par ailleurs, les plaques traitées avec le HMDS ont une force à la rupture moyenne quasiment 2.5 fois supérieure à celle des autres plaques. Nous pouvons donc conclure que la tenue mécanique en cisaillement est améliorée par le traitement de surface HMDS seulement, les autres traitements essayés n'ayant aucun impact significatif.

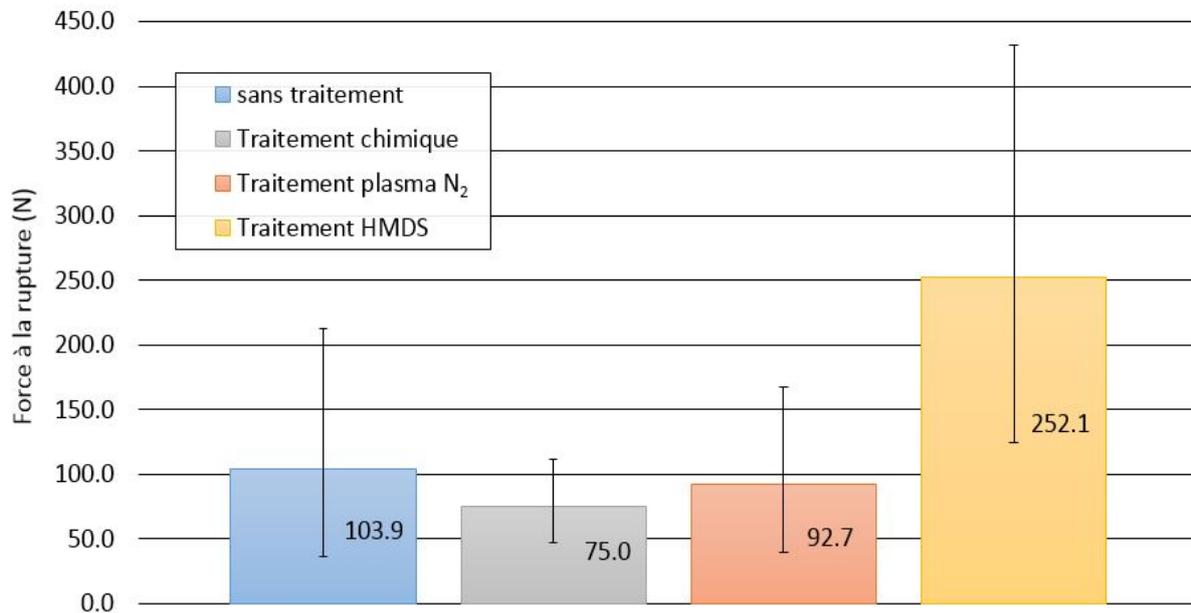


Figure IV-6 : Force à la rupture mesurée en fonction du type de traitement appliqué sur des substrats de silicium et obtenue à l'aide d'essais de cisaillement réalisés avec un cube polymère (125 mm<sup>3</sup>)

Nous pouvons supposer que cette amélioration est liée aux éléments chimiques CH<sub>3</sub> présent à la surface des échantillons traités par HMDS (cf. Chapitre III.2.2.1, Figure III-9). En effet, l'ABS étant principalement composé de

groupements  $\text{CH}_i$  réactifs, ceux-ci peuvent facilement se lier avec les  $\text{CH}_3$  présents sur la surface de la plaque. Lors de la polymérisation de la couche polymère sur la surface du silicium, l'énergie apportée par les UV permet aux monomères de se combiner afin de créer l'ABS. Pendant la recombinaison des monomères, ceux-ci peuvent se connecter aux molécules de  $\text{CH}_3$  présentes à la surface de la plaque, créant des liaisons covalentes (C-C) entre le polymère imprimé et le substrat (65).

Ces résultats confirment que l'influence de la chimie de surface est significative sur l'adhérence. De plus, nous avons pu constater que la chimie de surface comportant des liaisons pendantes réagissant avec le  $\text{CH}_3$  du polymère est la plus efficace.

La chimie de surface influence significativement la tenue mécanique en cisaillement d'un cube polymère.

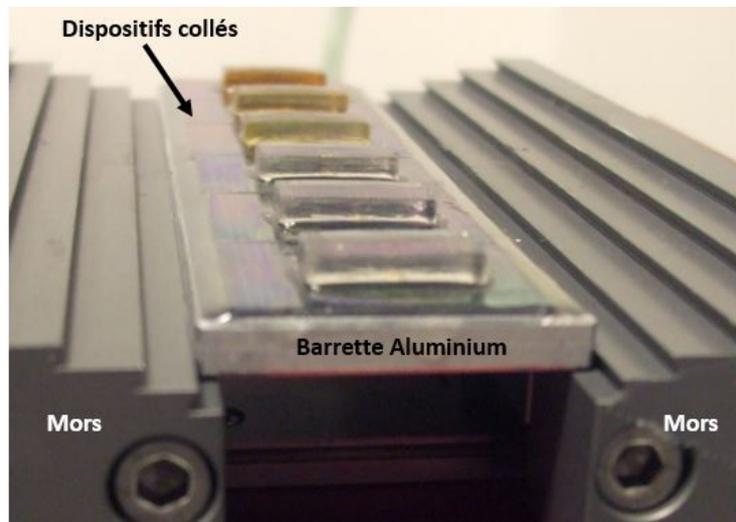
Dans le cas d'un traitement HMDS, la surface traitée est mouillable par le polymère ABS comme nous l'avons décrit au chapitre III.2.2.1. Cependant la différence de mouillabilité entre la plaque traitée (angle de goutte de  $25^\circ$ ) et la plaque de référence silicium ( $21^\circ$ ) n'est pas significative comparée à celle observée en tenue mécanique (force à la rupture de 104 N pour le silicium et 252 N pour le HMDS). Nous pouvons donc dire que la réaction de polymérisation fait réagir les liaisons pendantes  $\text{CH}_i$  présentes à la surface du substrat avec les molécules de l'ABS composé majoritaire de  $\text{CH}_3$  entraînant une augmentation de la tenue mécanique.

Nous pouvons donc conclure que les traitements de surfaces adéquats peuvent créer une affinité chimique forte avec le polymère sous l'effet de la polymérisation UV, permettant d'augmenter la tenue mécanique d'un cube ABS sur un substrat.

Par ailleurs, les premiers essais de cisaillement réalisés sur nos échantillons révèlent une variation importante des résultats au sein d'une même série d'essais. En effet, les barres d'erreurs indiquant la variation entre la valeur maximum mesurée et celle minimum sont grandes (écart minimum de  $\pm 50\%$  de la valeur moyenne). Afin de comprendre cette dispersion et réaliser des mesures plus précises, nous avons essayé d'en identifier la cause. En règle générale, les variations de mesures peuvent être liées à la méthode de mesure mais aussi au procédé de fabrication des échantillons.

Dans un premier temps, regardons la méthode de mesure. Celle utilisée pour les essais de cisaillement a été présentée en détail dans le chapitre II.3.4.2. Nous pouvons toutefois rappeler, que nos échantillons sont maintenus lors des essais de cisaillement à l'aide de mors serrés manuellement. Bien que la méthode d'essais soit fixée et toujours réalisée de la même façon, certains paramètres peuvent influencer la mesure tels que : le maintien de l'échantillon (serrage manuel), la position de l'outil sur le cube (surface parallèle, contact de l'outil sur une face du cube, ou juste sur une ligne, ou un point), la rigidité de l'outil, etc.

Pour vérifier l'influence des différents points sur la variation de mesures, nous les avons traités un à un. En effet, nous avons pu supprimer les contraintes de serrage induit dans les plaques par les mors ainsi que le problème de planéité en collants les échantillons sur une barrette épaisse d'aluminium comme l'illustre la Figure IV-7. Ainsi les mors bloquent la barrette laissant les échantillons libres des contraintes de serrage.



*Figure IV-7 : Échantillons collés sur une barrette épaisse d'aluminium placée dans les mors de la machine effectuant les essais de cisaillement*

Ensuite, nous avons vérifié les erreurs de mesures pouvant être liées à l'outil telles que la flexion de la pointe, la zone de contact pointe/cube, en filmant les essais de cisaillement jusqu'à la rupture de l'interface cube/plaque de silicium. Les images obtenues, présentées Figure IV-8, indiquent que l'outil est rigide et ne subit aucune déformation significative (flexion) au cours de l'essai. En revanche, nous pouvons constater suivant la forme et l'orientation du cube, que le contact entre le cube polymère et l'outil évolue au cours de l'essai. En effet, comme le souligne la Figure IV-8.a, le contact entre ces 2 éléments, est très localisé en début d'essai (8s) et peut être assimilé à un contact linéaire. D'un autre côté, la Figure IV-8.b, met en évidence un contact plan réparti sur toute la face du cube en fin d'essai (28s).

Avec les essais filmés, nous pouvons observer la rupture de l'interface cube/plaque de silicium. Comme le confirme la Figure IV-9, le cube et l'outil ne présentent pas de déformations significatives au cours de l'essai. De plus, la rupture apparaît brutalement en moins de 1/20ème de seconde. Après rupture, et comme l'illustre la Figure IV-9, aucune déformation plastique du cube, et aucune rupture du substrat silicium ne sont observées. Ces résultats nous confirment donc une rupture adhésive fragile et localisée à l'interface entre le cube polymère imprimé et le substrat (116).

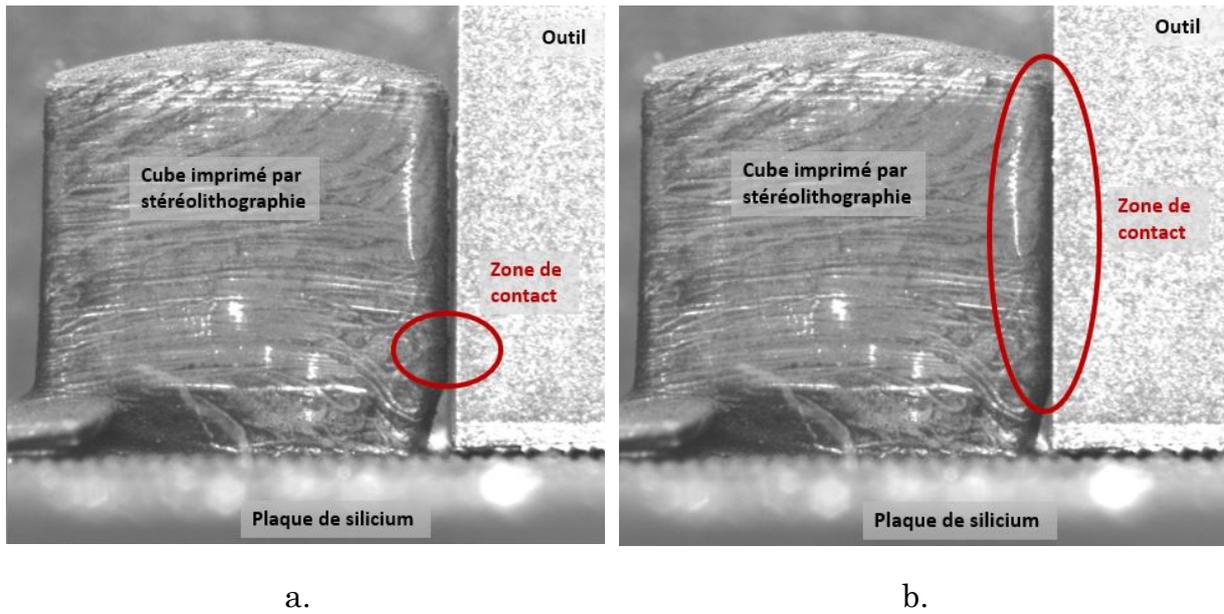


Figure IV-8 : Essais de cisaillement filmés, a. Zone de contact entre l'outil et le cube à 8s après le début de l'essai ; b. Zone de contact entre l'outil et le cube 28s après le début de l'essai

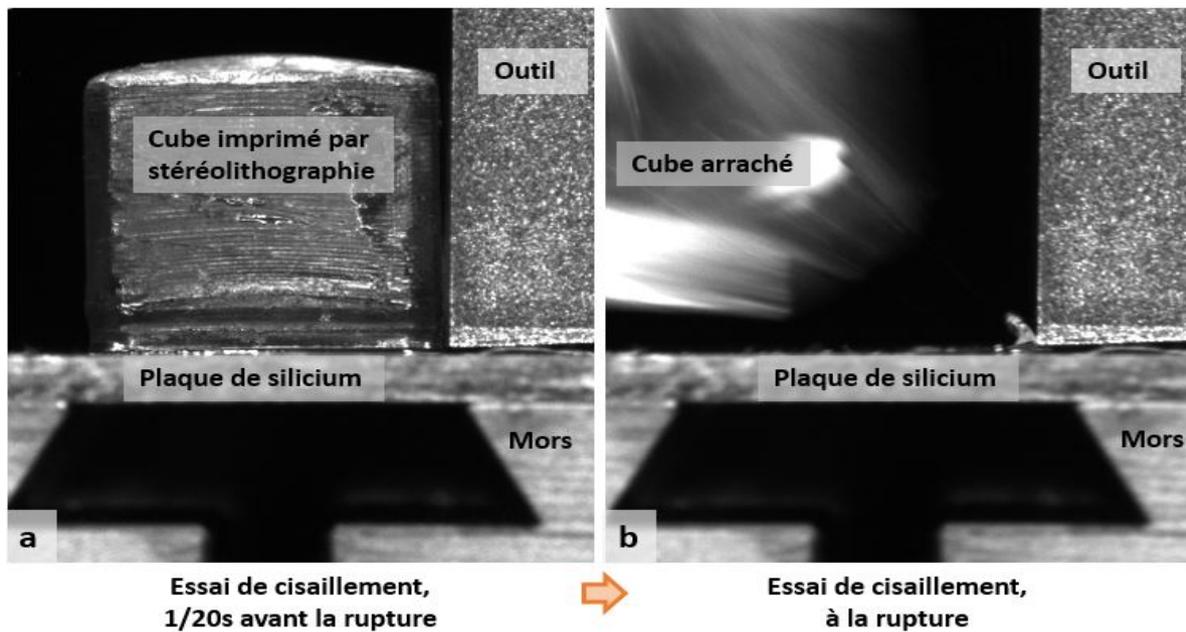


Figure IV-9 : Rupture en cisaillement d'un cube imprimé par stéréolithographie, a. Vue de profil de l'essai de cisaillement 1/20s avant la rupture du cube, b. Vue de profil du même essai à la rupture avec un arrachement du cube en moins de 1/20s

Une fois l'ensemble des paramètres variables connus et fixés, nous avons effectué de nouveaux essais de cisaillement. Cependant, nous observons toujours une grande dispersion sur une même série. Ces résultats nous indiquent que la méthode de mesure n'est pas la source des dispersions mais que ces dernières sont

liées au procédé de fabrication des échantillons. Pour une même série, les plaques de silicium utilisées sont identiques et subissent les mêmes actions tout au long du processus de fabrication. En revanche, il nous est difficile de contrôler précisément les étapes d'impression par stéréolithographie ou de réticulation finale dans l'enceinte UV. En effet, d'après les travaux de Xin Wang, Man Jiang, Zuowan Zhou, Jihua Gou et David Hu (117), la compréhension et la maîtrise des réactions de durcissement se produisant pendant la polymérisation est essentiel pour contrôler la qualité des pièces imprimées finales. Si la lampe UV ou un autre paramètre fluctue pendant ces étapes il est possible d'obtenir pour une même série de grandes dispersions. Pour pouvoir vérifier cette hypothèse et améliorer le procédé, une étude sur les variations de réticulation selon la puissance d'insolation UV et un suivi de la source UV pourrait être réalisée.

#### ❖ Plaques de silicium polies mécaniquement

Pour vérifier l'hypothèse concernant l'augmentation d'adhérence en fonction de la microrugosité de surface, nous avons continué les essais de cisaillement avec les plaques de silicium polies mécaniquement. Dans le chapitre III.2.2, nous avons observé que les plaques polies avec de gros grains ou des grains fins avaient augmenté leur microrugosité de surface respectivement par 40 et par 4 par rapport aux plaques de référence en silicium (Figure III-12). Cependant, comme l'illustre la Figure IV-10, les résultats des essais de cisaillement ne suivent pas les mêmes tendances. En effet, nous pouvons observer des forces à la rupture similaires pour les trois rugosités de surface testées. Nous pouvons donc conclure que cette gamme de microrugosité, n'impacte pas de manière significative la tenue mécanique en cisaillement de nos échantillons. Ces résultats peuvent être expliqués par la faible augmentation de surface réelle ainsi que la faible profondeur des ancrages (profondeur max 50 nm).

Les microrugosités de surface testées (0.19 nm, 0.79 nm et 7.95nm) obtenues sur les plaques polies mécaniquement, n'impactent pas de manière significative la tenue mécanique en cisaillement de nos échantillons.

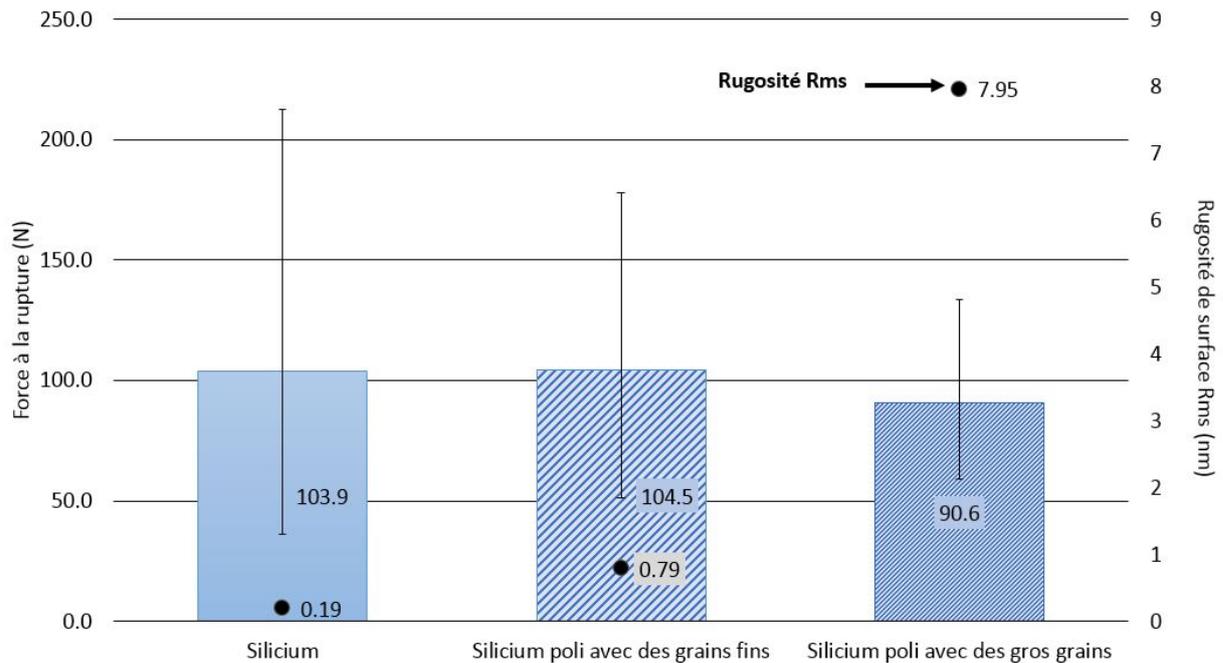


Figure IV-10 : Axe principale : Force à la rupture mesurée sur des plaques de silicium avec différentes rugosités de surface et obtenue à l'aide d'essais de cisaillement réalisés avec un cube polymère ( $125 \text{ mm}^3$ ), Axe secondaire : rappel de la rugosité de surface Rms (nm) sur les différents types de plaques (points)

### IV.2.3. Plaques avec dépôt

Dans un second temps, nous avons caractérisé l'augmentation d'adhérence en fonction de la chimie de surface obtenue par différents dépôts sur les plaques de silicium. Pour chaque cas, cinq essais ont été réalisés, et les résultats présentés sont la moyenne de ces valeurs avec le résultat minimum et maximum pour chaque série. Tout d'abord, et comme le présente la Figure IV-11, nous pouvons observer des variations de force à la rupture suivant la nature du matériau déposé. Comme dans le paragraphe précédent, le facies de rupture des échantillons testés ici est de type adhésif. Aussi, nous pouvons noter que de nombreux matériaux tels que les impressions sur l'AlSi, l'Au, SiO<sub>2</sub>, SiN, SiON ou le parylène, présentent une force à la rupture moyenne plus faible que le silicium. En effet, d'après le graphique, la gamme de force pour ces matériaux est de 25 à 70 N. Nous pouvons observer que cette gamme est plus faible comparée à celle des matériaux silicium, TiN et polyimide, qui est de 40 à 245 N.

Nous pouvons donc conclure que la nature des différents matériaux déposés influence l'adhérence entre le polymère et le substrat. La différence d'adhérence entre les différents matériaux peut être liée à la rugosité de surface et/ou à la nature chimique de celle-ci. Or, d'après nos caractérisations de rugosité de surface (Chapitre III.2.2.2), la différence de rugosité entre les différents dépôts ne permet pas de justifier les écarts de force à la rupture obtenus. Par exemple : les rugosités

Rms du TiN (1.34 nm) et celle du SiO<sub>2</sub> TEOS (1.19 nm) sont très proches ; par contre, leurs forces à la rupture sont très différentes (TiN -190N et SiO<sub>2</sub> -40N).

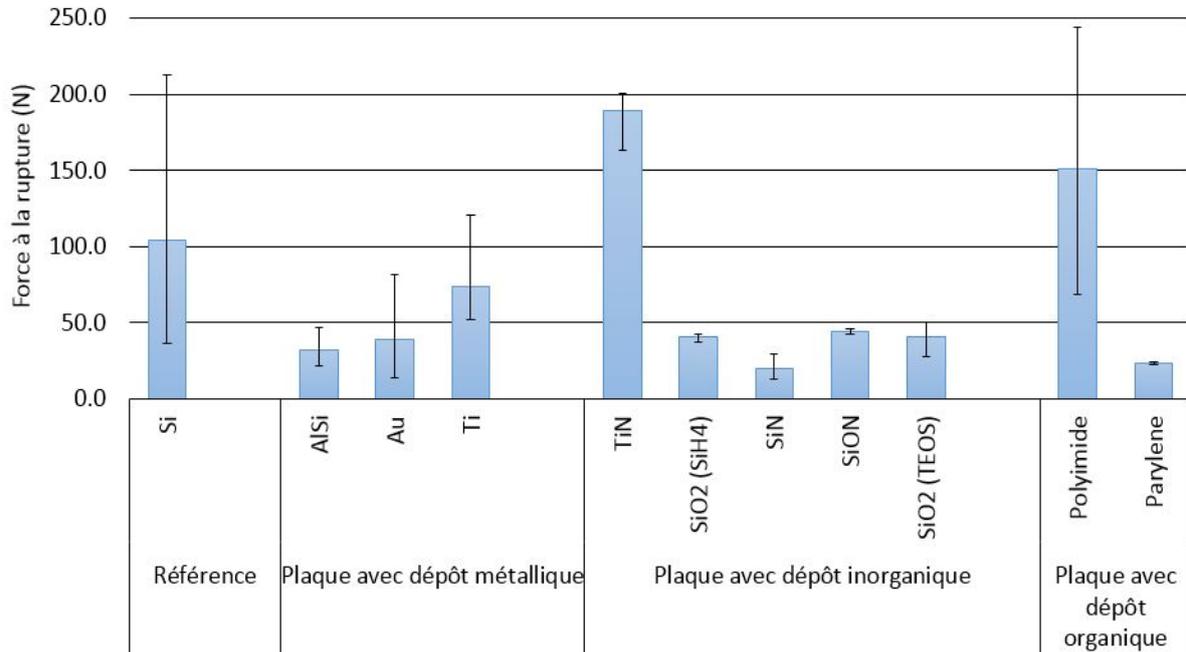


Figure IV-11 : Forces à la rupture en fonction des différents dépôts de surface des substrats silicium étudiés, obtenues à l'aide d'essais de cisaillement réalisés avec un cube polymère (125 mm<sup>3</sup>)

Nous pouvons donc dire que la tenue mécanique au cisaillement du polymère est influencée de manière significative par la chimie de surface, et plus particulièrement par la nature des espèces chimiques présentes à la surface de la plaque. Cela confirme les résultats précédemment obtenus sur les plaques de silicium traitées, comme nous avons déjà pu l'observer avec les plaques traitées au HMDS (IV.2.2). De plus, une étude sur l'affinité du TiN et du polyimide avec le polymère permettrait d'identifier les liaisons pendantes à la surface du substrat les plus réactives avec le polymère ainsi que leurs combinaisons possibles lors du processus de réticulation, afin de comprendre les phénomènes chimiques mis en jeu dans ces travaux.

Les substrats avec un dépôt TiN et Polyimide obtiennent une meilleure tenue mécanique au cisaillement, que l'ensemble des dépôts étudiés. Nous pouvons donc dire que ces deux dépôts ont une affinité chimique forte avec le polymère.

La tenue mécanique au cisaillement du polymère est influencée de manière significative par la chimie de surface, et plus particulièrement par la nature des espèces chimiques présentes à la surface de la plaque.

### IV.2.4. Plaques texturées mécaniquement

Comme dans le cas des plaques de silicium planes avec ou sans dépôt, des essais de cisaillement ont été menés sur des cubes imprimés sur plaques de silicium texturées mécaniquement. La Figure IV-12, présente une courbe typique de force en fonction du déplacement, obtenue lors de ces essais. Nous avons constaté la même allure de courbe pour les substrats texturés 50x50x100 et les substrats texturés 100x100x180. Nous pouvons remarquer, comme précédemment, un chargement linéaire suivi d'une rupture brutale. Encore une fois, cette tendance de courbe, nous indique que la rupture obtenue lors des essais est une rupture fragile (115).

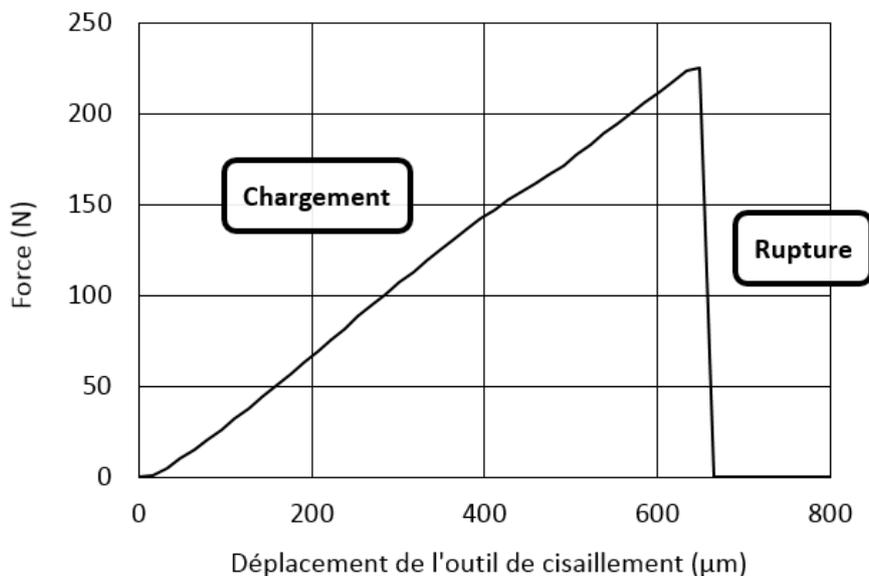


Figure IV-12 : Courbe force en fonction du déplacement obtenue lors d'un essai de cisaillement sur un cube imprimé sur une plaque de silicium texturée 50x50x100

#### ❖ Plaque avec dépôt texturé

La Figure IV-13 nous présente les résultats de tenue mécanique au cisaillement (moyenne sur cinq essais avec valeurs minimum et maximum obtenues) pour les cubes polymères imprimés sur les plaques planes (avec et sans dépôts) et ceux imprimés sur les plaques texturées après les dépôts. Nous pouvons remarquer dans un premier temps, que les cubes imprimés sur des plaques texturées ont une tenue mécanique supérieure à ceux imprimés sur des plaques planes. Aussi, les essais de cisaillement réalisés sur cubes imprimés sur les plaques texturées 50x50x100 présentent généralement, les forces à la rupture les plus élevées. La différence de résultats entre les deux texturations peut s'expliquer, non pas par l'augmentation de surface de contact, similaires dans les deux cas, mais par le nombre d'ancrages mécaniques présents à la surface et également par la géométrie du motif. Comme nous l'avons vu dans le chapitre III.2.2.3, les plaques

texturées 100x100x180 ont 319 ancrages sous un cube de polymère (25 mm<sup>2</sup>), tandis que celles texturées 50x50x100 en ont 1111. Nous pouvons donc confirmer que le nombre d'ancrages mécaniques joue sur l'augmentation de la tenue en cisaillement du polymère.

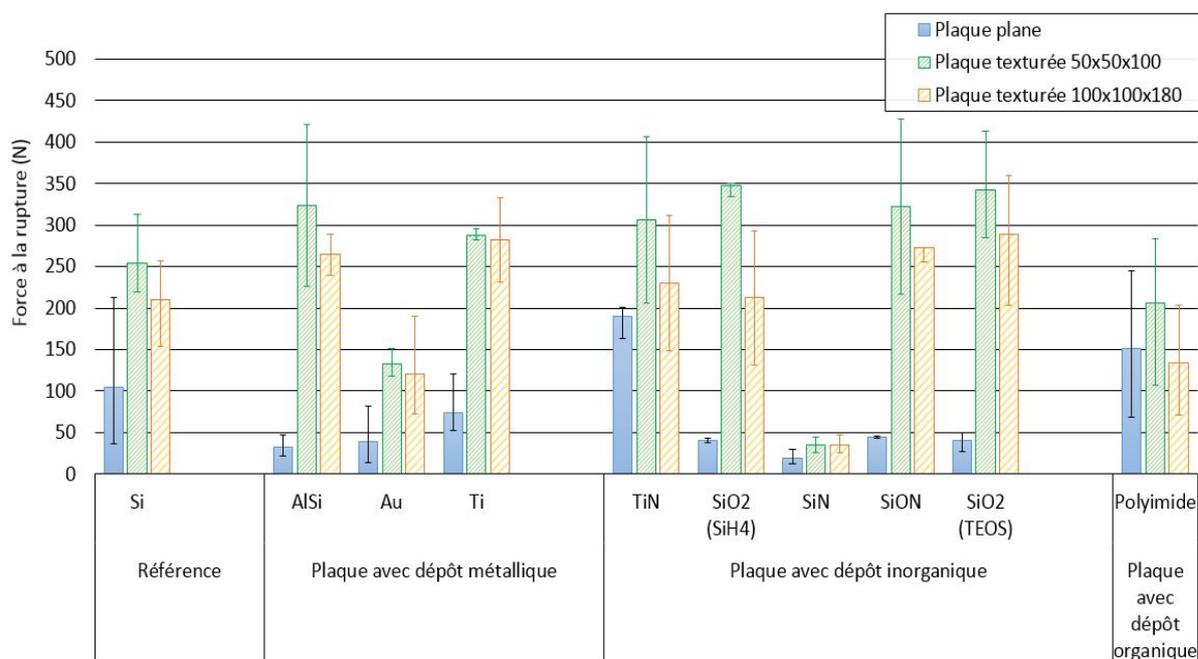


Figure IV-13 : Forces à la rupture en fonction des différents dépôts de surface et texturations (50x50x100 ; 100x100x180) des substrats silicium étudiés, obtenues à l'aide d'essais de cisaillement réalisés avec un cube polymère (125 mm<sup>3</sup>)

De plus, nous pouvons observer des variations de la valeur de forces à la rupture suivant la nature des dépôts présents sur les substrats texturés. Les cas les plus visibles étant l'or (Au), le nitrure de silicium (SiN) et le polyimide. Les plaques étudiées ici, sont les plaques dont le dépôt a été découpé lors de l'étape de texturation par découpe partielle. Rappelons que celles-ci sont donc composées d'environ 8% de surface plane avec dépôt et de 92% de silicium rugueux (chapitre III.2.2.3). Pour expliquer ces variations, une étude de D. Siniscalco montre que les dépôts modifient la composition chimique du polymère lors d'un stimuli (augmentation de la température, la réticulation) (118). Cette modification du polymère peut entraîner une diminution de l'adhésion à l'interface polymère/substrat.

D'après l'ensemble des résultats, nous pouvons donc dire que les mécanismes mécaniques (obtenus par les ancrages mécanique) sont prépondérants sur l'adhérence par rapport aux mécanismes chimiques (liés à la chimie de surface).

Le mode de rupture observé sur les plaques texturées est différent de celui obtenu sur les plaques planes. Comme l'illustre la Figure IV-14, la plaque de silicium ainsi que le cube sont endommagés. En effet, la plaque de silicium comportant les ancrages mécaniques se casse à la base des ancrages ou dans le silicium et ces derniers restent ancrés dans le polymère (quantité de silicium plus ou moins grande). Nous pouvons également observer sur la plaque quelques résidus de polymère laissés par le cube lors de la rupture. Nous pouvons ainsi en conclure que la rupture de ce système est de nature cohésive.

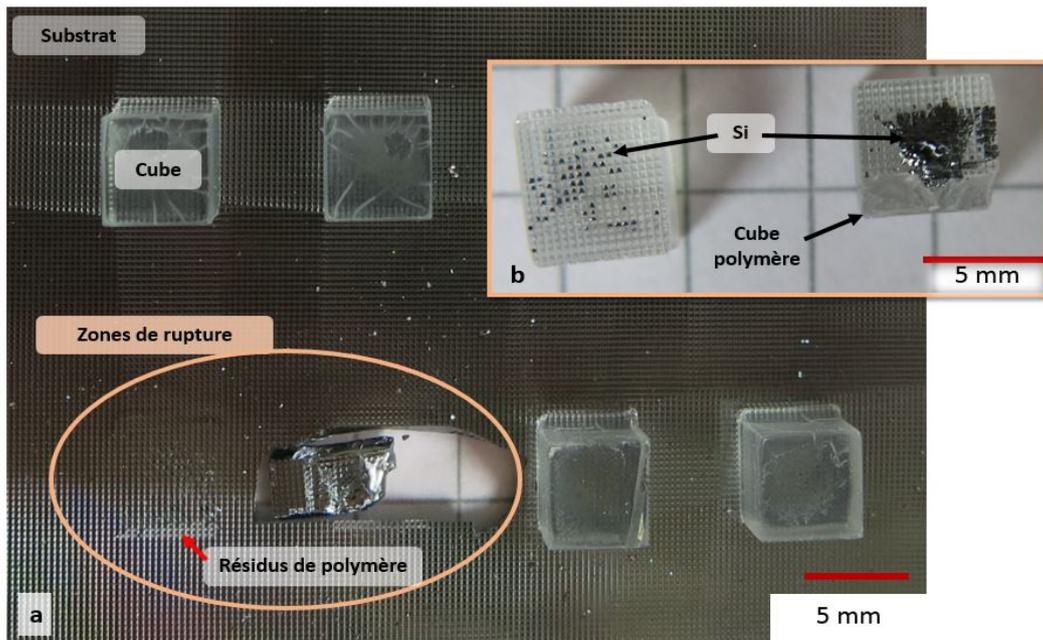


Figure IV-14 : Mode de rupture cohésif sur les plaques de silicium texturées, a. Vue de dessus d'une plaque après des essais de cisaillement dont la zone de rupture est entourée, b. Vue de dessous des cubes polymères cisailés

Les ruptures observées sur les substrats texturés sont cohésives.

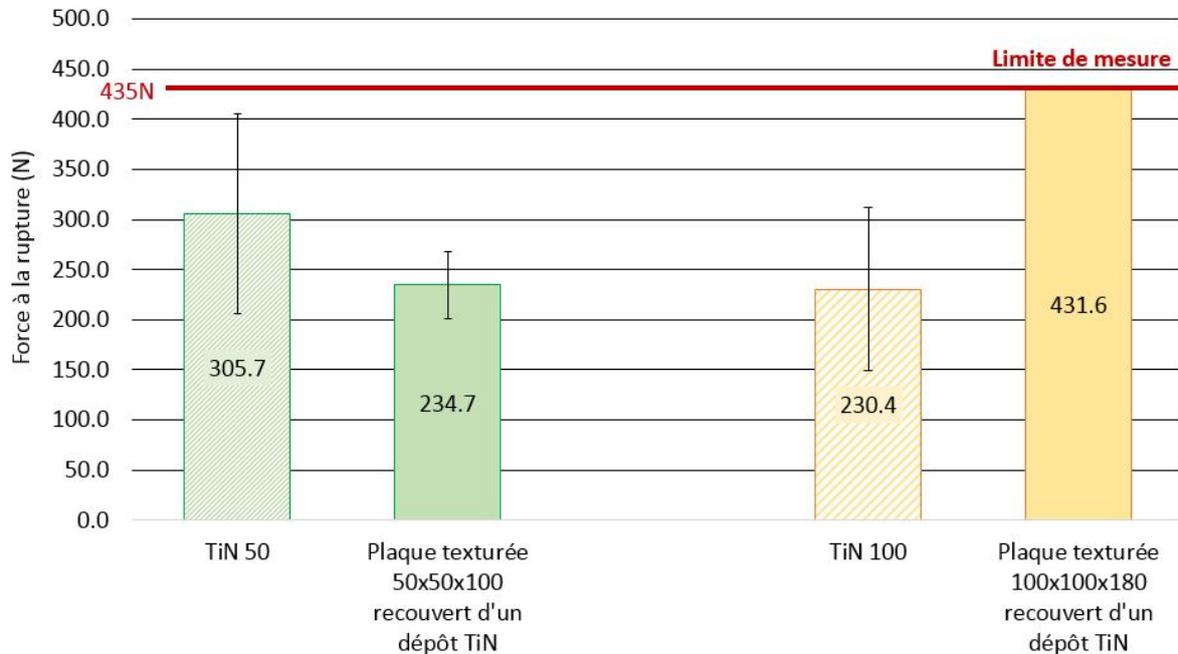
De plus, la texturation de surface par sa géométrie et le nombre d'ancrages mécaniques joue sur l'augmentation de la tenue en cisaillement du polymère.

Les mécanismes mécaniques (obtenus par les ancrages mécanique) sont prépondérants sur l'adhérence par rapport aux mécanismes chimiques (liés à la chimie de surface).

#### ❖ Plaque texturée avec dépôt TiN

Le cas de la plaque texturée avec un dépôt TiN a été traité afin de voir l'influence de la texturation ainsi que de la chimie de surface (dépôt présent sur l'ensemble du substrat). Nous pouvons observer sur la Figure IV-15 une variation de tenue au cisaillement entre les plaques avec 8% de dépôt et celles avec 100% du

dépôt TiN. En effet, nous pouvons observer dans le cas des substrats texturés 50x50x100 que le polymère a une tenue mécanique en cisaillement supérieure sur les plaques texturées après le dépôt. Pour les plaques texturées 100x100x180, nous pouvons remarquer le comportement inverse, c'est-à-dire que le polymère a une meilleure tenue mécanique sur les substrats texturés recouvert d'un dépôt TiN.



*Figure IV-15 : Comparaisons de forces à la rupture entre les substrats avec dépôt TiN texturés et les substrats texturés avec dépôt TiN, les forces à la rupture sont obtenues à l'aide d'essais de cisaillement réalisés avec un cube polymère (125 mm<sup>3</sup>)*

Pour expliquer les variations de tenue mécanique au cisaillement observées entre les substrats texturés avant dépôt et les substrats comportant un dépôt post-texturation, nous pouvons avancer les hypothèses suivantes :

- L'ABS polymérisé à l'interface du substrat est modifié par la présence du dépôt TiN. Cette hypothèse est confirmée par une analyse XPS décrite dans la suite du chapitre (p. 183). Ainsi le polymère obtenu a une nature différente de l'ABS caractérisé.
- Les propriétés mécaniques sont différentes entre l'ABS modifié par le dépôt TiN et le polymère ABS imprimé car nous avons deux matériaux différents.

Nous pouvons donc supposer qu'une nouvelle interface entre l'ABS modifié par le dépôt TiN et l'ABS imprimé, apparaît dans le système étudié (cube). Le cube ainsi obtenu est hétérogène comme l'illustre la Figure IV-16.

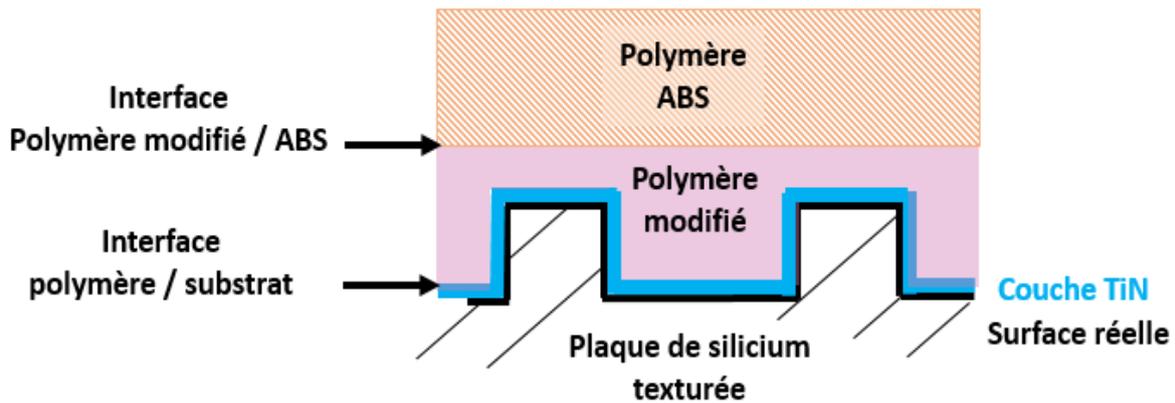


Figure IV-16 : Schéma de principe montrant la zone de polymère impactée par le dépôt TiN (polymère modifié) et celle imprimée par-dessus, le polymère ABS de stéréolithographie. Vue en coupe d'un cube polymère hétérogène imprimé sur un substrat texturé revêtu d'un dépôt TiN

Par ailleurs, nous avons observé à l'aide de la Figure IV-13, que l'adhérence est une combinaison de l'affinité chimique entre le polymère et le substrat (TiN et Si rugueux) et des ancrages mécaniques fournis par la texturation. De plus, le cube polymère imprimé sur les substrats TiN50 possède une meilleure tenue mécanique en cisaillement que celui imprimé sur les substrats TiN100. Cette variation de tenue mécanique peut être attribuée à la combinaison des paramètres suivants : la surface développée, les surfaces avec dépôt, les affinités chimiques entre le polymère et le TiN ainsi que celles entre le polymère et le Si, et le nombre d'ancrages mécaniques.

Dans le cas des substrats texturés revêtus d'un dépôt TiN, nous pouvons observer une modification des forces à la rupture par rapport à celles obtenues sur les substrats texturés après dépôt. D'après la Figure IV-17, nous pouvons également constater que le mode de rupture devient cohésif dans le polymère. En effet, lors de la rupture, le polymère présent dans les rainures des plaques se casse. Nous pouvons ainsi observer sur la plaque comme sur le cube que la rupture apparaît dans le polymère et que celui-ci reste ancré dans la plaque. Ce mode de rupture est observé pour les texturations 50x50x100 et 100x100x180. Ces différences de résultats peuvent être expliquées par la modification du polymère aux abords du TiN. En effet, le comportement mécanique étudié lors des essais de cisaillement se modifie en présence d'un cube hétérogène. Les efforts induits dans le cube lors de l'essai se répartissent dans les différentes interfaces du système (interface silicium/ABS modifié, ABS modifié/ ABS) entraînant une rupture dans le polymère.

La différence de tenue mécanique à la rupture observable entre les substrats texturés 50x50x100 revêtus d'un dépôt TiN et ceux 100x100x180, est liée aux ancrages mécaniques. Pour cela, deux explications peuvent être avancées :

- L'augmentation du nombre d'ancrage mécanique favorise les zones d'amorces de rupture.
- La morphologie des ancrages (dimension et géométrie) joue sur la tenue mécanique de ceux-ci. En effet, sur la texturation 100x100x180, les ancrages sont plus gros et n'ont pas d'angles vifs dans les rainures. Ils sont donc plus résistants.

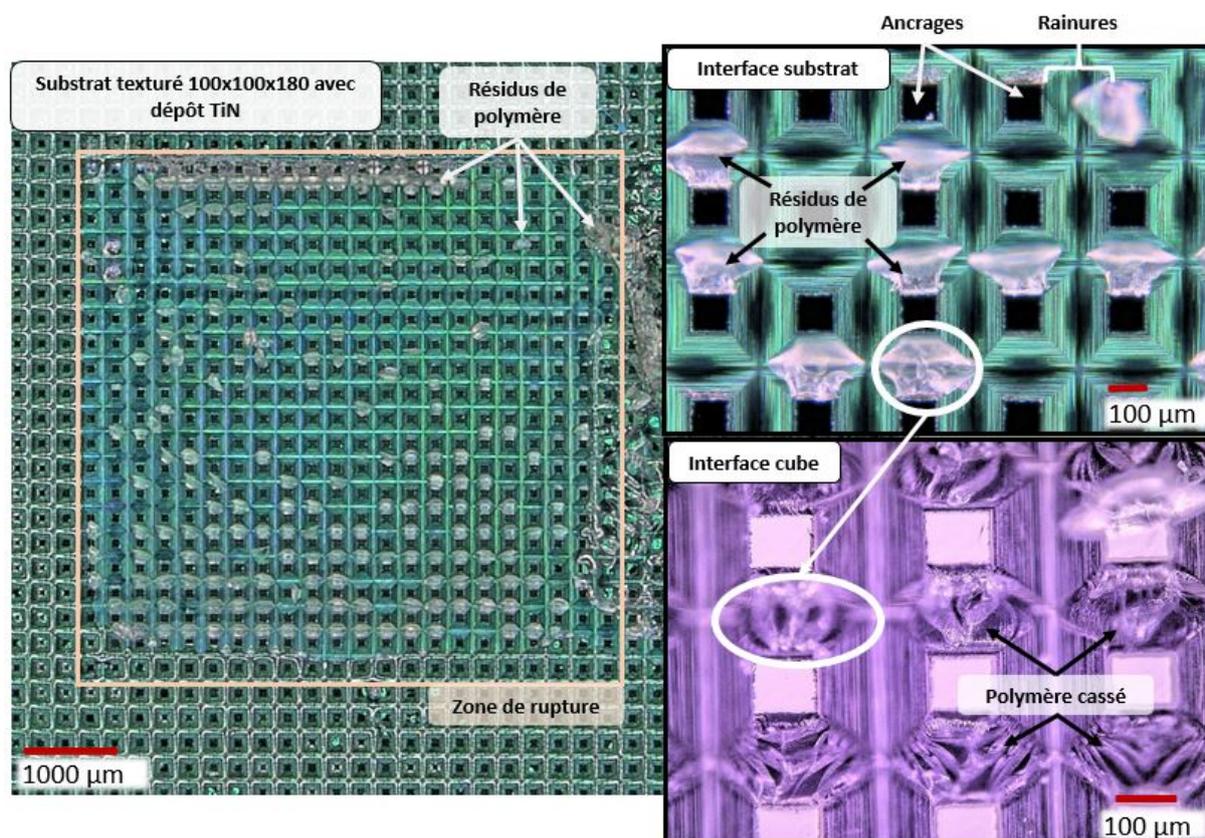


Figure IV-17 : Mode de rupture cohésif sur les plaques texturées avec un dépôt TiN

Les ruptures observées sur l'ensemble de ces substrats sont cohésives. Dans notre cas, les paramètres permettant d'atteindre des adhérences maximales sont les substrats texturés 100x100x180 recouverts d'un dépôt TiN.

L'adhérence d'un polymère imprimé sur un substrat silicium dépend de plusieurs paramètres :

- L'impact de la chimie de surface (mouillabilité, liaisons pendantes) et sa capacité à réagir avec le polymère lors de l'étape de réticulation (mécanismes de thermodynamique)
- L'architecture des ancrages mécaniques (nombres, dimensions, densité...)

Pour obtenir une bonne adhérence, le substrat doit être mouillable (angle de goutte inférieur à 90°), avoir une affinité chimique forte avec le polymère sous l'effet de la polymérisation UV et avoir des ancrages mécaniques résistants.

### IV.2.5. Plaques gravées par procédé Bosch

Comme le présente la Figure IV-18, nous avons étudié la force à la rupture d'un cube imprimé sur les plaques gravées par procédé Bosch. Pour cela, cinq essais de cisaillement ont été réalisés par série. Nous pouvons remarquer que les valeurs de force à la rupture obtenues sur les substrats gravés, varient suivant le motif de gravure (valeurs comprises entre 100 N et 200 N). Par ailleurs, nous observons une faible augmentation de la tenue en cisaillement d'un cube de polymère imprimé sur une plaque gravée par rapport à celle d'une plaque de silicium plane. Ces résultats peuvent être expliqués par la présence de bulles d'air dans les motifs. En effet, nous avons constaté dans le chapitre III.2.2.4, que le polymère ne pénétrait pas dans les motifs de gravure car des bulles d'air étaient emprisonnées. Ainsi la surface développée et la profondeur des ancrages sont beaucoup plus faibles qu'attendu, et que celle obtenue par texturation mécanique. Nous pouvons donc dire que la texturation de la plaque obtenue par gravure, c'est à dire une gravure composée de trous, n'est pas adaptée pour augmenter l'adhérence.

Cependant, plusieurs pistes d'amélioration peuvent être avancées pour résoudre ce problème. En effet, une modification de l'architecture de gravure, en remplaçant les motifs trous par des rainures de bonnes dimensions (motif de texturation mécanique), le polymère pourrait pénétrer dans les motifs et il serait ainsi possible d'exploiter l'ensemble de la surface développée pour augmenter l'adhérence. De plus, une forte affinité chimique entre les parois du motif et le polymère est à privilégier afin de faciliter la pénétration du polymère dans ces derniers (phénomène de capillarité).

Nous pouvons observer sur la Figure IV-19, qu'un bouchon de polymère se situe au sommet des motifs gravés. Cela signifie que durant les essais de cisaillement, les ancrages mécaniques situés dans le cube de polymère se cassent à leur base, endommageant ainsi le cube. Nous pouvons également le confirmer par la propreté en surface de la zone de rupture sur la plaque de silicium. Ainsi, la rupture obtenue est cohésive et uniquement localisée dans le polymère. Notons que ce mode de rupture est observé pour l'ensemble des substrats gravés.

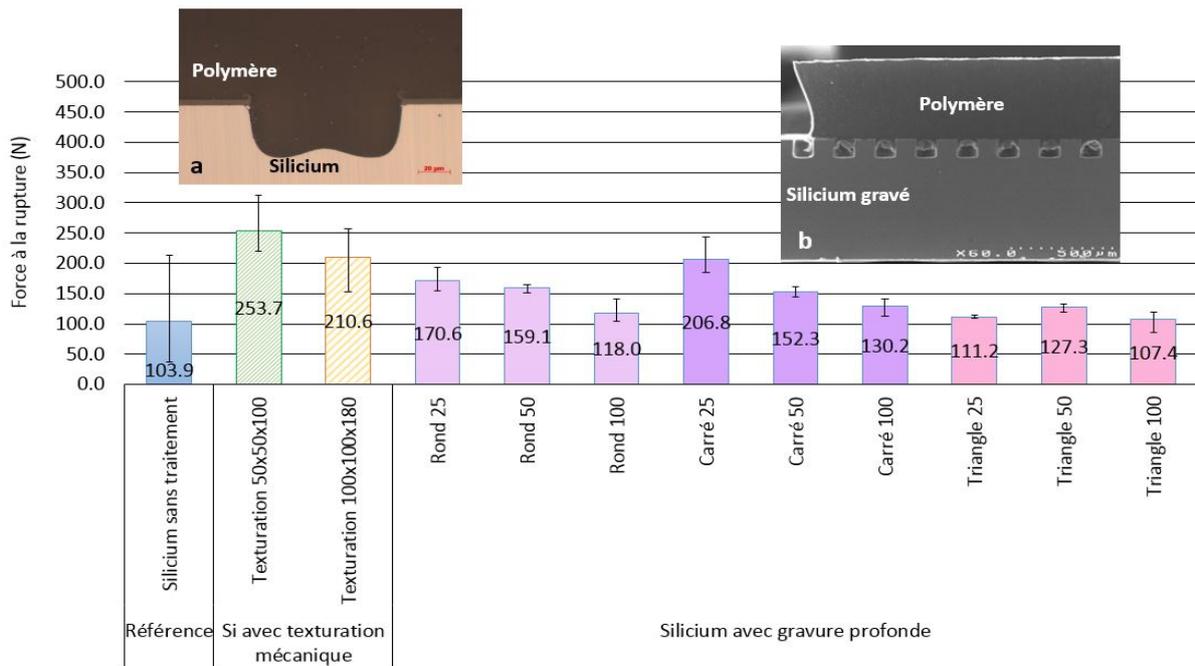


Figure IV-18 : Force à la rupture obtenue à l'aide d'essais de cisaillement réalisés avec un cube polymère ( $125 \text{ mm}^3$ ) en fonction des différentes plaques de silicium texturées et gravées, , a. Vue en coupe d'une plaque texturée 50x50x100 (microscope optique), b. Vue en coupe d'une plaque gravée (MEB)

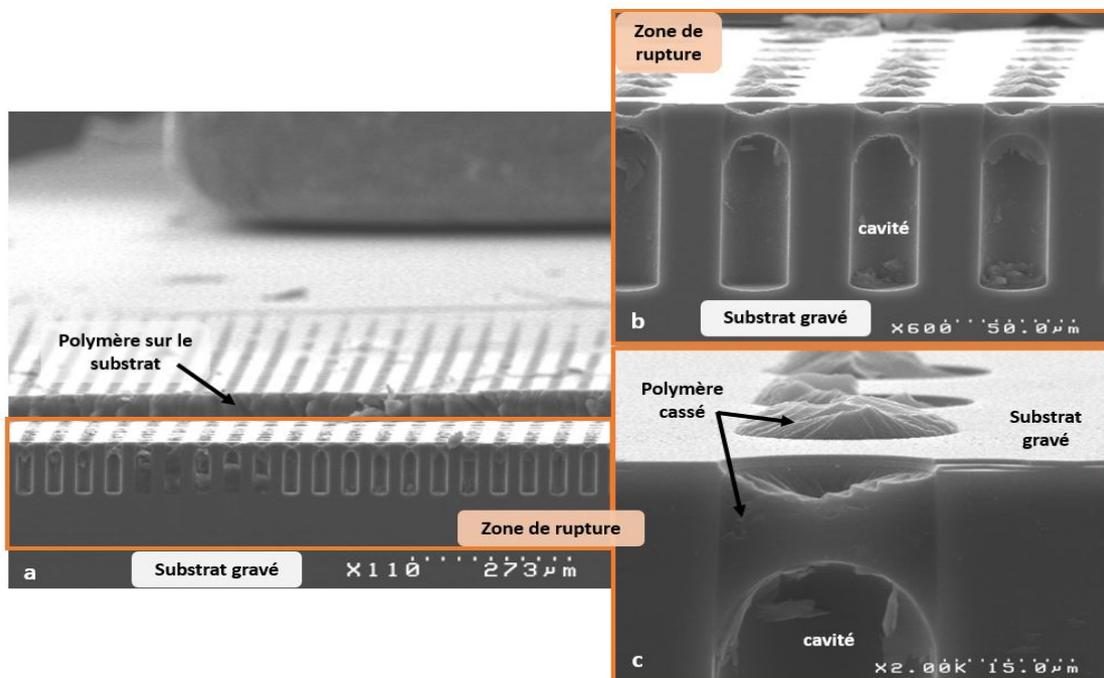


Figure IV-19 : Mode de rupture cohésif sur les plaques de silicium gravées, a. Vue en coupe d'une plaque gravées dont le cube polymère a été cisailé, b. Vue en coupe, zoom sur la zone de rupture pour observer le polymère résiduel après cisaillement dans les motifs de gravure, c. Zoom sur le polymère résiduel (cassé)

Le mode de rupture obtenu sur les substrats gravés est cohésif dans le cube polymère.

La tenue mécanique en cisaillement des plaques gravées est inférieure à celle des plaques texturées. En effet, le comportement du polymère sur un substrat gravé assimilable au phénomène de Cassie-Baxter, diminue la surface développée utilisée ainsi que la profondeur des ancrages mécaniques sollicités.

### IV.3. Caractérisation XPS

Pour comprendre les mécanismes de chimie de surface jouant sur l'adhérence, nous avons réalisé une caractérisation XPS de l'interface entre le substrat de silicium recouvert d'un dépôt TiN et l'ABS polymérisé. Cette analyse permet de recenser les espèces chimiques présentes. Le faisceau XPS ne pouvant sonder que sur 5 nm de profondeur, une préparation particulière de l'échantillon a été réalisée. En effet, pour pouvoir caractériser de si petites épaisseurs, nous avons biseauté notre échantillon. Cela permet de sonder les différentes interfaces Si/TiN et TiN/ABS, comme le schématise la Figure IV-20. Une image optique, nous permet également de repérer les zones de mesures réalisées.

Pour observer les différents éléments chimiques du polymère présents à l'interface TiN /ABS, nous avons dans un premier temps, observé les spectres XPS de différents points le long du biseau. Ensuite, les spectres dont l'intensité des pics caractéristiques de l'ABS et du TiN nous indiquait l'interface TiN/ABS ont été sélectionnés, ici les spectres de la zone 11-5. Pour vérifier la nature et l'homogénéité du polymère dans son épaisseur, les spectres de la zone 11-7 ont également été sélectionnés.

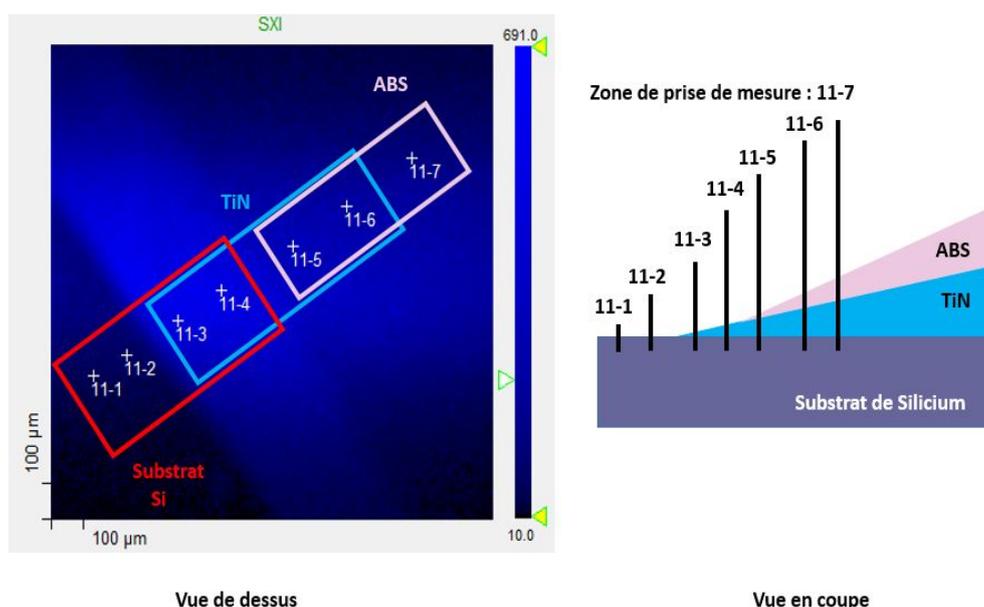


Figure IV-20 : Echantillon préparé en biseau pour la caractérisation XPS, les zones étudiées sont la zone 11-5 dont l'empilement matériaux est Si/TiN/ABS (très fin) et la zone 11-7 dont l'empilement matériaux est Si/TiN/ABS (épais)

Nous avons ensuite comparé les spectres C1s obtenus dans la zone 5 et 7 avec le spectre de référence de l'ABS que nous avons expliqué et détaillé dans le chapitre III.2.1. Les résultats, illustrés sur la Figure IV-21, nous permettent d'observer que les spectres 5 et 7 n'ont pas les trois pics de référence de l'ABS. En

effet, dans les deux spectres, le pic de la liaison  $C \equiv N$ , caractéristique de l'acrylonitrile, a disparu. Cette disparition a également été observée sur le pic de l'azote N1s qui ne montre que l'azote lié au TiN. La disparition du pic  $C \equiv N$ , signifie que les matériaux observés dans les zones 5 et 7 ne possèdent pas cette liaison chimique. Le polymère dans ces deux zones est modifié par rapport à l'ABS imprimé (standard). Ces résultats indiquent que nous avons une déplétion des groupements acrylonitrile à l'interface et que l'ABS se modifie chimiquement lorsqu'il polymérise en contact avec le substrat. L'azote a probablement été rejeté lors de l'accroche du polymère avec le TiN. Nous pouvons également dire que le polymère est hétérogène en épaisseur (sa composition chimique est modifiée en fonction de sa distance au substrat) car les groupements acrylonitriles réapparaissent lorsqu'une épaisseur plus importante de couche ABS est caractérisée (100  $\mu\text{m}$ ). Afin de déterminer avec plus de précision l'épaisseur d'ABS modifiée, des analyses XPS sur des échantillons avec différentes épaisseurs d'ABS peut être envisagées.

Ainsi grâce aux caractérisations XPS, nous pouvons suivre les éléments disponibles en surface et vérifier la nature des liaisons créées : covalentes ou faibles avec des liaisons hydrogènes ou Van der Waals. En effet, la nature de ces liaisons détermine, sur une plaque plane, l'adhésion ainsi que la tenue mécanique en cisaillement du polymère.

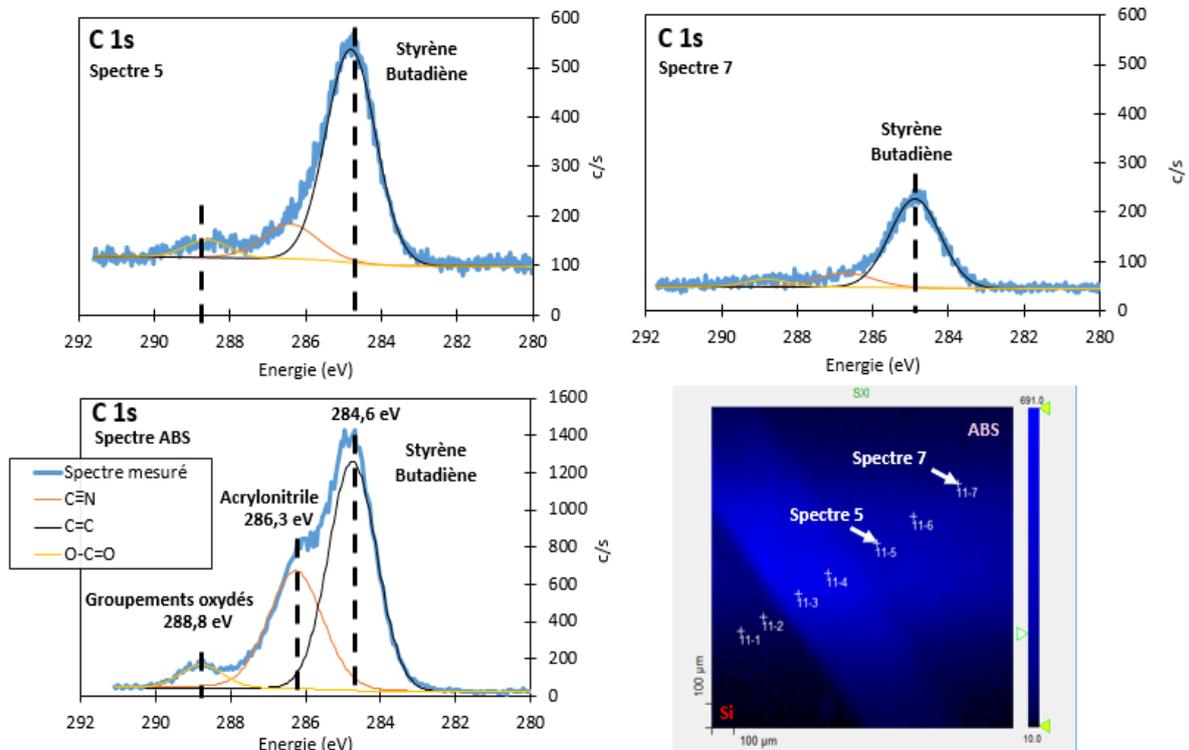


Figure IV-21 : Analyse XPS de l'interface TiN/ABS avec les spectres C1s des zones 11-5 et 11-7, le spectre de référence de l'ABS et une vue de dessus du biseau avec les zones étudiées

Nous avons une déplétion des groupements acrylonitrile à l'interface polymère/substrat entraînant une modification chimique de l'ABS au cours de la polymérisation. Ainsi, le polymère est hétérogène en épaisseur (sa composition chimique est modifiée en fonction de sa distance au substrat).

## IV.4.Simulation des efforts mis en jeux à l'interface entre les deux composants

Afin de compléter et comprendre les mécanismes de rupture intervenant lors des essais de cisaillement, nous avons simulé ces derniers par des calculs d'éléments finis. En effet, ces simulations nous permettent de visualiser les contraintes mécaniques présentes dans notre système ainsi que les zones où elles sont maximales. Pour étoffer notre étude, nous avons simulé les essais de cisaillement sur une plaque de silicium plane, une plaque texturée 100x100x180 et une texturée 50x50x100. Notons que la méthode de réalisation des simulations, des maillages, ainsi que les conditions aux limites ont été détaillées dans le chapitre II.4.

### IV.4.1.Plaque de silicium plane

Dans un premier temps, nous avons simulé les essais de cisaillement sur un cube encastré sur une plaque de silicium plane de 5x5 cm<sup>2</sup>. Nous supposons dans cette étude, que le polymère a un comportement purement élastique jusqu'à la rupture. Ensuite, nous avons observé les différentes contraintes mécaniques présentes dans le système à l'aide de la contrainte équivalente de Von Mises. Cette représentation des contraintes permet de corréliser la répartition des contraintes dans la simulation avec les propriétés mécaniques des matériaux utilisés dans celle-ci (valeurs obtenues dans la majorité des cas par essai de traction).

La contrainte équivalente de Von Mises est une contrainte uniaxiale fictive utilisée pour prédire les ruptures en mécanique (119). Elle peut être comparée à la limite d'élasticité  $R_e$ , ou la limite à la rupture  $R_m$  du matériau, obtenue par des essais mécaniques comme des essais de traction par exemple. Notons également que la contrainte équivalente de Von Mises est donnée par l'Équation IV-1 :

$$\sigma_e = \frac{1}{2} \sqrt{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2}$$

*Équation IV-1 : Contrainte équivalente de Von Mises*

$\sigma_e$  : contrainte équivalente de Von Mises (Pa)

$\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$  : contraintes principales du tenseur des contraintes (Pa)

De plus, ce critère de plasticité permet d'exprimer qu'un matériau se plastifie lorsque  $\sigma_e$  est localement supérieur à la limite d'élasticité  $R_e$  du matériau (88). Nous utiliserons par la suite les résultats obtenus avec la contrainte équivalente de Von Mises pour présenter la distribution des différentes contraintes dans les modèles.

Nous pouvons constater sur la Figure IV-22, que les contraintes maximales observées lors de l'essai sont concentrées au niveau de l'interface cube/plaque, et principalement localisées sur la face en contact avec l'outil. Ces résultats nous indiquent que l'amorce de rupture et le décollement du cube, seront prioritairement initiés dans cette zone de concentration de contraintes. Cette répartition du champ de contraintes à l'interface cube/plaque, corrobore le mode de rupture adhésif, localisé à l'interface cube/substrat, observé lors des essais de cisaillement expérimentaux.

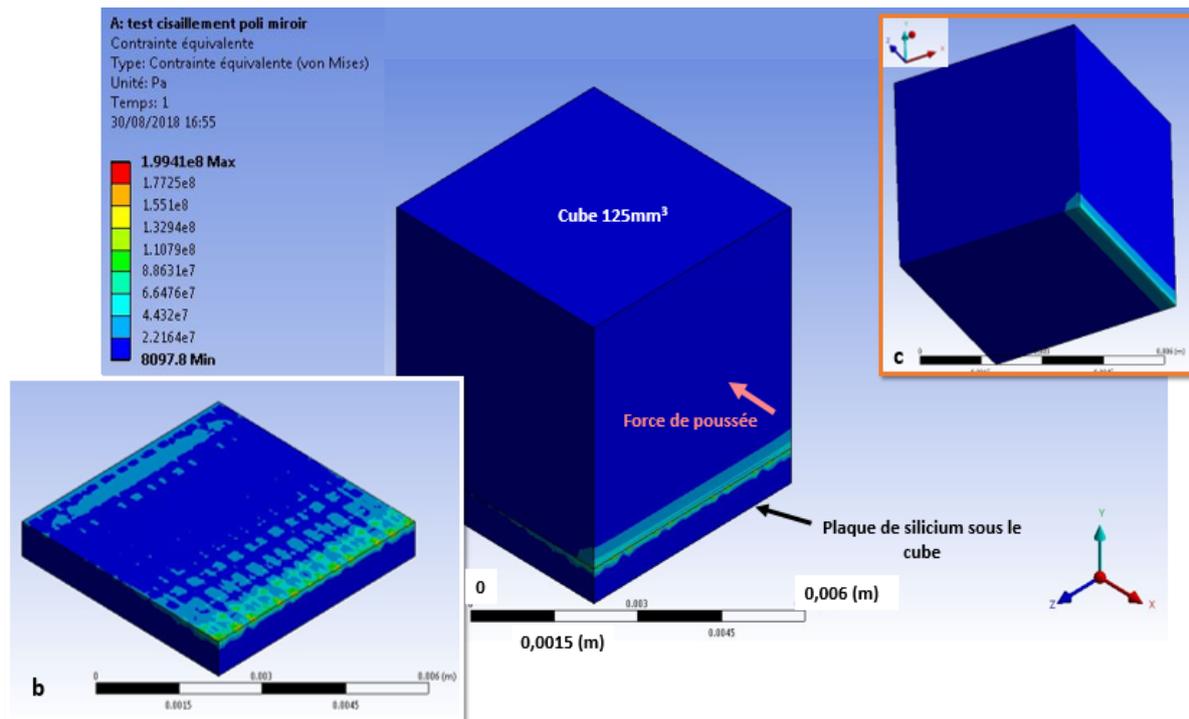


Figure IV-22 : Résultats de simulation par éléments finis de la contrainte équivalente de Von Mises selon l'axe X (parallèle à la poussée) sur une plaque plane ; a. Contrainte appliquée sur un cube polymère et son substrat (partie sous le cube), b. Zoom sur la contrainte équivalente appliquée au substrat, c. Zoom sur la contrainte équivalente appliquée au cube de polymère

De plus, nous avons étudié le déplacement directionnel du système selon l'axe de poussée de l'outil, sur cette simulation, l'axe X. Nous pouvons constater sur la Figure IV-23, une déformation de la plaque de silicium en son centre. En effet, sous la force de poussée (100 N) la plaque fléchit en son centre d'une dizaine de microns. Ces résultats nous indiquent que le serrage par mors autorise le déplacement de la plaque sous les efforts de poussée transmis par le cube. Comme nous l'avons vu dans la partie IV.2.2, cette déformation peut être évitée en réalisant les essais sur des plaques plus petites (1.5x1.5 cm<sup>2</sup>) et en les collant sur une barrette d'aluminium.

Nous pouvons également constater sur la figure, un gradient de déplacement au sein du cube pendant la poussée exercée par l'outil. En effet, le cube en polymère, d'après les résultats de simulation se déforme d'une dizaine de microns autour de l'arête supérieure et de la face en contact de l'outil. Ce léger flambage du cube observé lors des simulations numériques des essais de cisaillement, est lié aux contraintes présentes dans le polymère lors de l'essai mais aussi à la déformation de la plaque de silicium selon les X, Y et Z. Malheureusement en raison de la faible amplitude des déplacements, les essais de cisaillement filmés (IV.2.2) ne permettent pas de visualiser ces résultats. Aussi, comme nous l'avons vu précédemment avec les essais filmés, le contact de l'outil et du cube ne s'établit que progressivement et non de manière parfaite comme simulé ici. Ces résultats numériques sont donc indicatifs et mettent en évidence les comportements principaux rencontrés pendant l'essai.

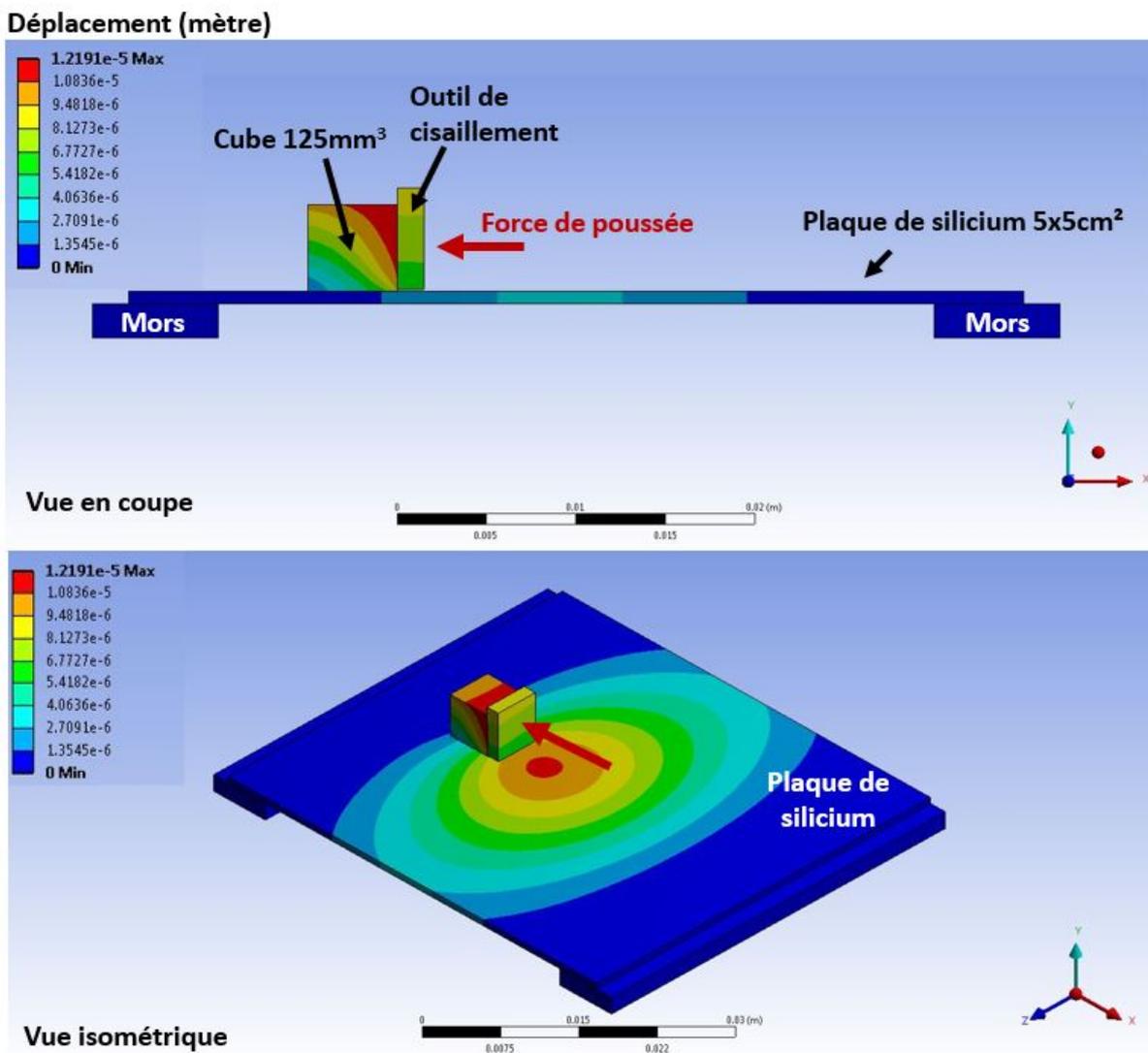


Figure IV-23 : Simulation par éléments finis du déplacement selon l'axe X sur une plaque plane

### IV.4.2. Plaque de silicium texturée

Nous avons ensuite réalisé les simulations pour les plaques de silicium texturées avec des motifs 50x50x100 et 100x100x180. L'étude des contraintes équivalentes de Von Mises selon l'axe Y, illustré Figure IV-24 et Figure IV-25, nous indique que les contraintes induites par l'essai de cisaillement dans les plaques texturées sont localisées le long de la première ligne d'ancrages mécaniques. En effet, la transmission de ces contraintes dans le cube et la plaque se font principalement par le biais des texturations. Les résultats ainsi obtenus nous indiquent que la rupture et/ou la perte de contact entre le cube et la plaque va s'amorcer autour de cette première ligne d'ancrage.

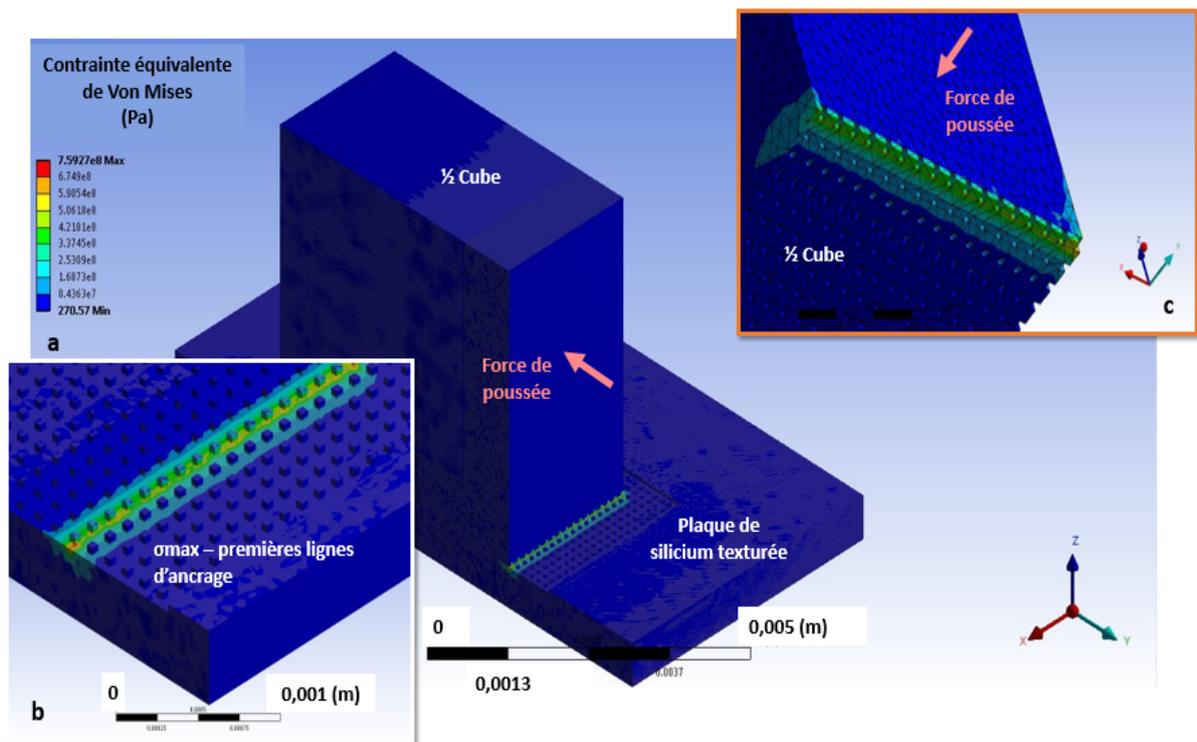


Figure IV-24 : Résultats de simulation par éléments finis de la contrainte équivalente de Von Mises selon l'axe Y sur une plaque texturée 50x50x100 vue en coupe ;  
 a. Vue en coupe de la contrainte appliquée sur un cube polymère et son substrat texturé,  
 b. Zoom sur la vue en coupe de la contrainte équivalente appliquée au substrat texturé,  
 c. Zoom sur la vue en coupe de la zone où la contrainte équivalente est appliquée au cube

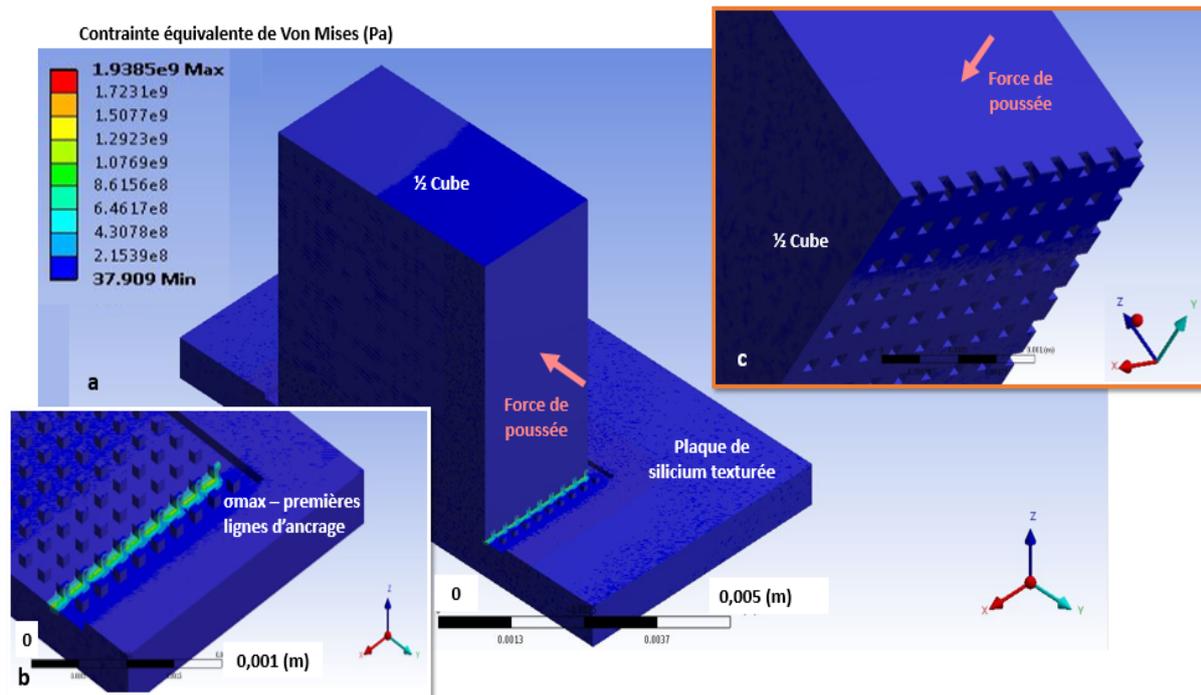


Figure IV-25 : Résultats de simulation par éléments finis de la contrainte équivalente de Von Mises selon l'axe Y sur une plaque texturée 100x100x180 vue en coupe ; a. Vue en coupe de la contrainte appliquée sur un cube polymère et son substrat texturé, b. Zoom sur la contrainte équivalente appliquée au substrat texturé (vue en coupe), c. Zoom sur la zone où la contrainte équivalente est appliquée au cube (vue en coupe)

Pour comprendre les forces appliquées sur le substrat et les ancrages mécaniques, nous avons observé les contraintes normales selon différents axes (X, Y, Z). Comme l'illustre la Figure IV-26, la contrainte normale au plan (X,Z) (parallèle à l'axe de poussée), nous indique que le substrat est soumis sur les premières lignes à des efforts de traction et de compression. En effet, nous pouvons observer que la partie du substrat, avant la première ligne d'ancrage, travaille en traction et que les ancrages pris dans le cube polymère sont soumis aux efforts de compression. Ces résultats nous indiquent que le cube de polymère flambe lorsqu'il est poussé par l'outil de cisaillement, créant des efforts de traction et compression sur chaque ligne d'ancrage (Figure IV-27).

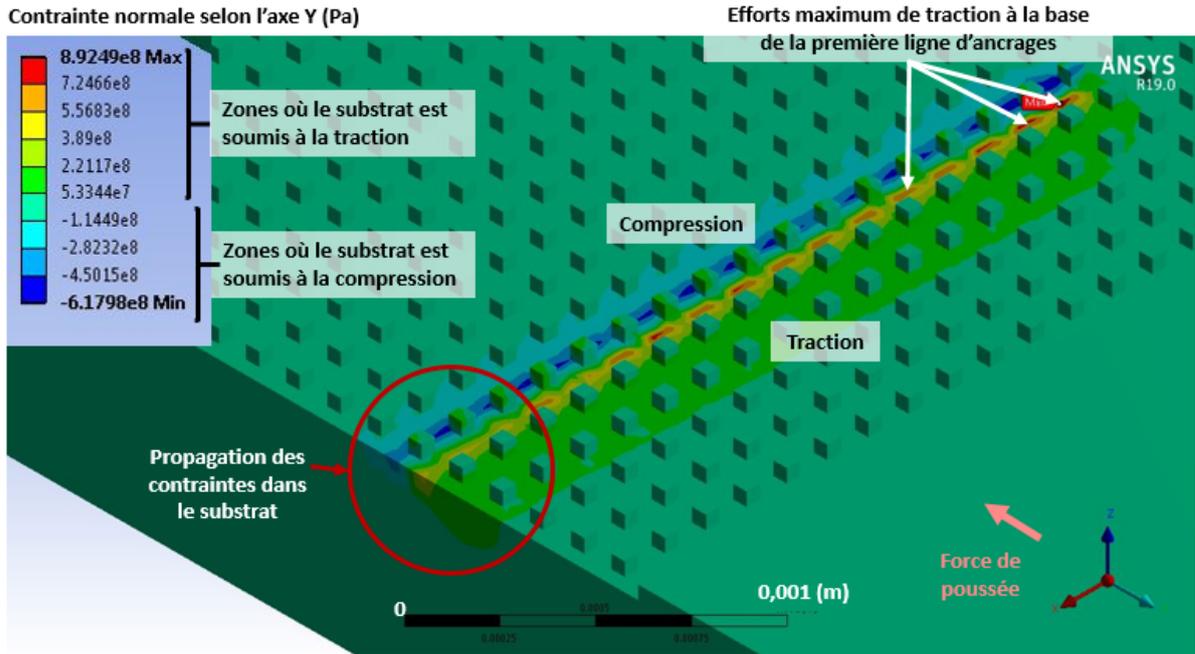


Figure IV-26 : Résultats de simulation par éléments finis de la contrainte normale de selon l'axe Y sur une plaque texturée 50x50x100

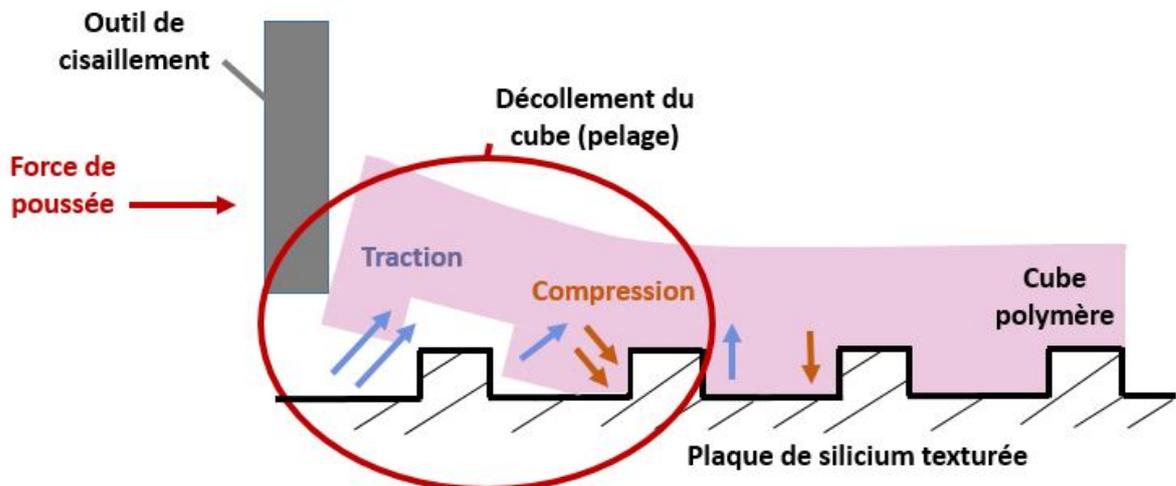


Figure IV-27: Schéma de principe sur les contraintes présentes pendant la déformation d'un cube polymère lors d'un essai de cisaillement

Nous avons ensuite regardé les contraintes de déplacement selon l'axe Y, axe parallèle à la force de poussée. Les résultats obtenus sur cet axe sont identiques à ceux obtenus sur une plaque plane (IV.4.1).

Lors de nos essais de cisaillement, nous avons remarqué deux cas de rupture cohésive. Dans le premier cas, comme l'illustre la Figure IV-28, nous pouvons remarquer que la plaque de silicium est uniquement endommagée au niveau des

ancrages mécaniques. Seuls les ancrages ont été arrachés lors de l'essai de cisaillement.

Dans le second cas de rupture, le silicium est endommagé au niveau des ancrages mais également dans son épaisseur. En effet, comme l'illustre la Figure IV-29, une partie de la plaque a été arrachée avec le cube de polymère lors de l'essai. Dans certains cas, la violence de la rupture peut même casser le substrat silicium en plusieurs morceaux. Cette différence de rupture sur les plaques texturées peut être due à l'étape de découpe partielle du silicium qui induirait dans le matériau des zones fragilisées, ainsi que des microfissures et des amorce de rupture. Nous pouvons rapprocher ces résultats des essais expérimentaux en observant au microscope les ruptures cohésives.

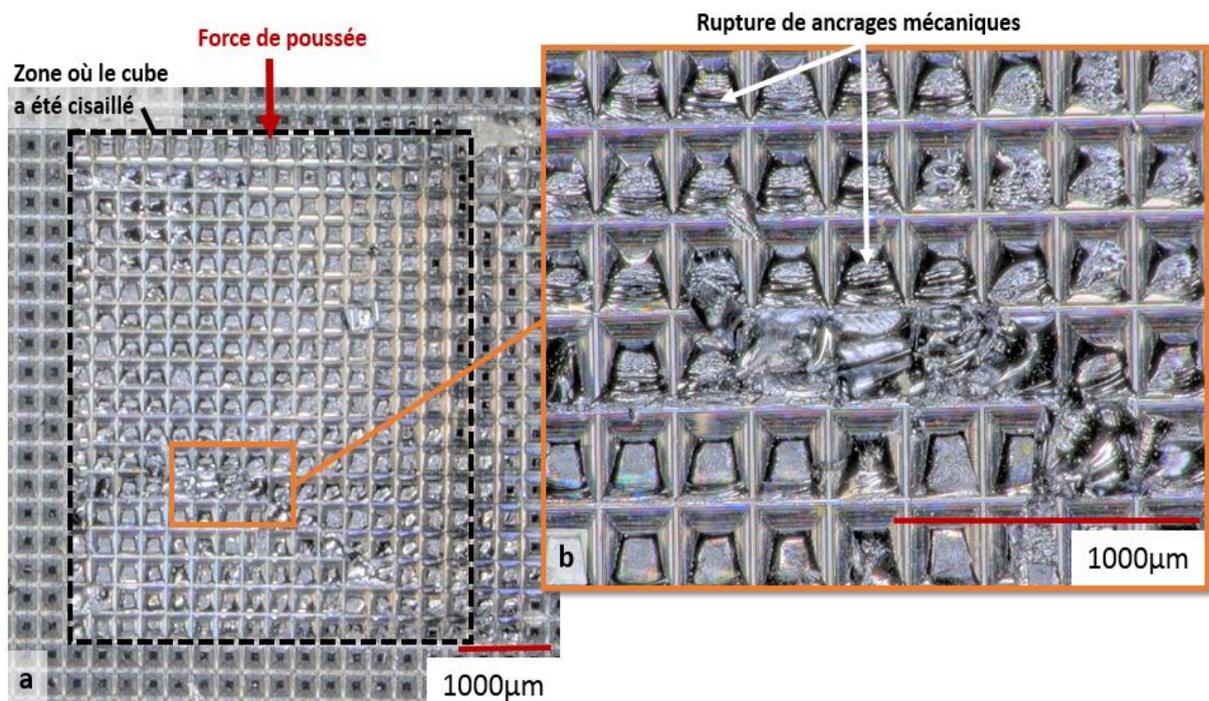


Figure IV-28 : Premier cas de rupture cohésive ; a. Vue de dessus d'une plaque texturée ayant subi un essai de cisaillement (cube arraché) ; b. Zoom sur les ancrages arrachés

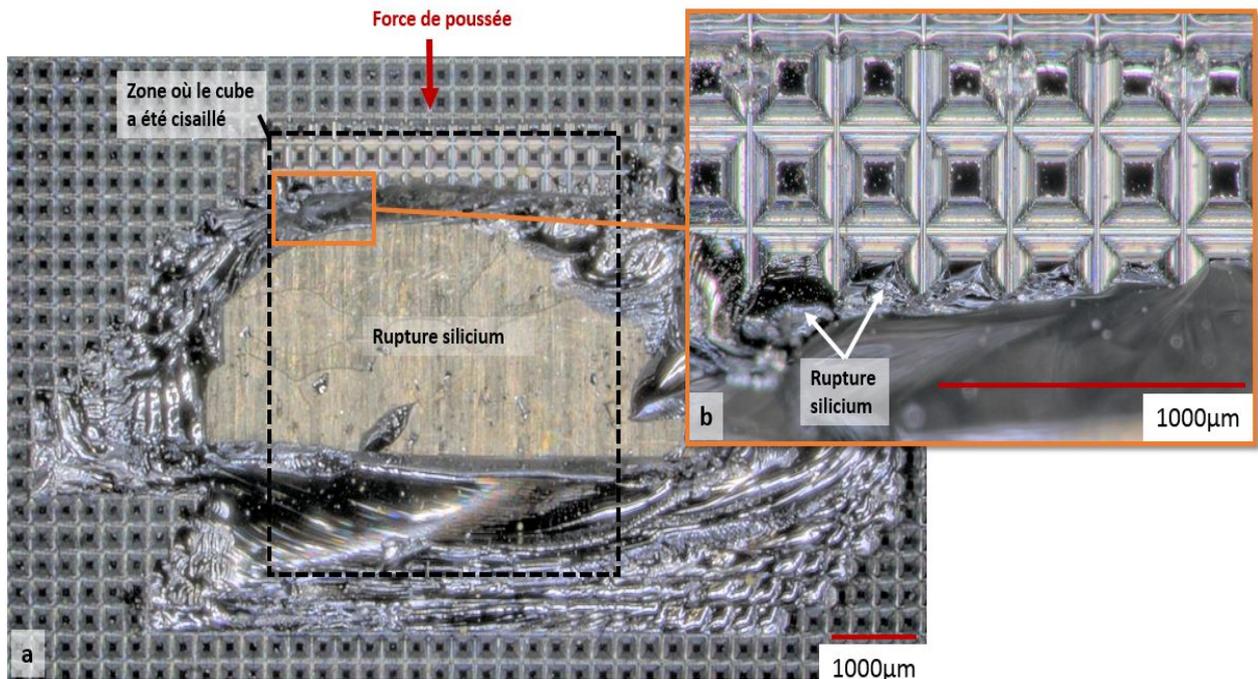


Figure IV-29 : Second cas de rupture cohésive ; a. Vue de dessus d'une plaque texturée ayant subi un essai de cisaillement (cube arraché) ; b. Zoom sur le silicium et les ancrages arrachés

Nous pouvons également remarquer sur ces deux figures que la rupture a été amorcée à partir de la seconde rangée d'ancrage puis s'est propagée dans le silicium. Cela confirme les résultats obtenus par les simulations.

Lors des essais de cisaillement expérimentaux, nous obtenons des ruptures cohésives, dont l'amorce de rupture se situe à partir de la seconde rangée d'ancrage mécanique (Figure IV-29).

Les contraintes de Von Mises et contraintes normales obtenues avec les simulations numériques, nous indiquent que les contraintes sont maximales sur les premières lignes d'ancrages mécaniques. Nous avons donc une correspondance des résultats expérimentaux avec les résultats de simulations.

## SYNTHESE

Lors de notre étude des matériaux, nous avons pu caractériser le matériau d'impression, l'ABS, et ainsi vérifier sa structure chimique et ses caractéristiques matériaux ( $T_g, \dots$ ). Cherchant à déterminer les matériaux ayant le plus d'affinité avec le polymère et ainsi augmenter l'adhérence du système, nous avons caractérisé l'ensemble des plaques utilisées, en rugosité et mouillabilité de surface, avec le polymère. Ainsi, nous avons constaté que l'ensemble des plaques étaient mouillables avec le polymère liquide. Cependant, les résultats de tenue mécanique en cisaillement des éléments imprimés sur les différentes plaques (essais) ne sont pas uniquement corrélés avec les valeurs de mouillabilité du polymère.

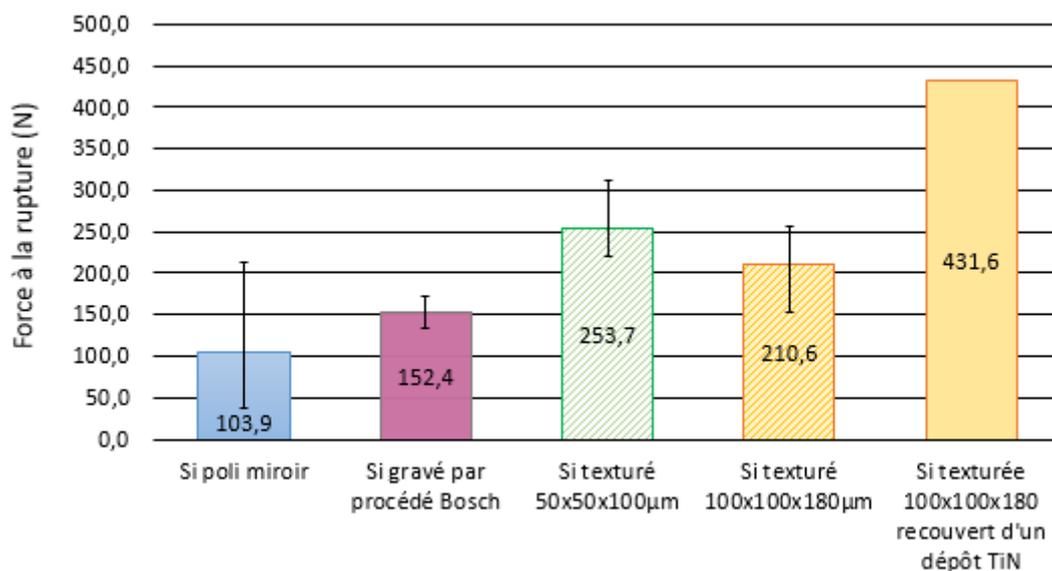
Une surface non mouillable (angle de goutte supérieur à  $90^\circ$ ), impacte les premières couches d'impression. En effet, le polymère liquide perle sur la plaque empêchant la polymérisation directe sur substrat et entraînant ainsi une diminution, voire annulation, de l'adhérence du système. Cependant, une super mouillabilité ou bonne mouillabilité (angle de goutte entre  $0^\circ$  et  $45^\circ$ ) conditionne l'adhérence du système mais ne permet pas de prédire la tenue mécanique en cisaillement. Ces résultats nous indiquent que, dans notre cas, les affinités chimiques déterminantes pour l'adhésion se mettent en place lors de la polymérisation de l'ABS et que celles-ci ne peuvent pas être estimées par les caractérisations de mouillabilité de l'ABS non polymérisé.

En effet, la polymérisation radicalaire permet de combiner les monomères de l'ABS avec les différentes espèces chimiques présentes à la surface des plaques de silicium. Nous avons confirmé cette théorie, grâce à l'analyse XPS de l'interface polymère/TiN. Celle-ci nous a permis d'observer à l'interface, la modification chimique du polymère en contact avec le TiN. Ainsi suivant les éléments disponibles en surface, les liaisons créées vont être de nature différentes : covalentes (cas du HMDS, Ti, TiN, ...) ou faibles avec des liaisons hydrogènes ou Van der Waals (l'Au, le SiN, ...). De plus, la nature de ces liaisons détermine, sur une plaque plane, la tenue mécanique en cisaillement du polymère. Il est donc important de choisir les espèces présentes à la surface du substrat sur lequel est effectuée l'impression directe par fabrication additive.

Concernant la tenue mécanique en cisaillements de l'ABS sur les plaques, nous avons modélisé le comportement mécanique du système avec les simulations par calculs d'éléments finis et validé par comparaison avec les modes de ruptures expérimentaux. D'autre part, durant les essais en cisaillement, aucune déformation du cube ou du substrat n'est observable à l'œil nu. Les modélisations réalisées nous apportent ainsi les informations sur les déformations et les contraintes présentes dans le cube, dans le substrat, et à l'interface cube/plaque. De plus, ces contraintes sont majoritairement localisées dans la zone de contact entre l'arête du cube et la plaque, sur la face poussée lors de l'essai, comme l'illustrent les simulations (IV.4).

Par ailleurs, nous avons pu constater sur la Figure IV-30 une augmentation de tenue au cisaillement lorsque les plaques sont texturées, avec une tendance de force à la rupture maximale pour les texturations 50x50x100, comme décrit dans la partie IV.2.4. La différence de tenue mécanique entre les deux texturations peut être liée à la dimension des motifs, au nombre d'ancrage mécanique mais également à la forme des ancrages. La surface spécifique entre les deux texturations étant similaire, celle-ci ne semble pas jouer un rôle prépondérant. Pour expliquer la différence de tenue mécanique entre les deux texturations plusieurs hypothèses ont été avancées :

- Les contraintes en cisaillement ne se répartissent pas de la même façon suivant la densité et la géométrie des motifs (base carrée, base triangulaire, dimensions)
- Le substrat peut être fragilisé à cause des contraintes, microfissures induites par la découpe partielle. Sachant que celles-ci peuvent varier suivant la forme et la densité des ancrages.



*Figure IV-30 : Force à la rupture obtenue à l'aide d'essais de cisaillement réalisés avec un cube polymère (125 mm<sup>3</sup>) en fonction des plaques de silicium planes, texturées, gravées et texturées recouvertes d'un dépôt TiN*

Avec cette étude, nous pouvons conclure que les paramètres clés permettant une bonne tenue mécanique, en cisaillement, d'un packaging imprimé par stéréolithographie sur une plaque de silicium sont :

- Phénomène de thermodynamique
  - o la chimie de la plaque sur laquelle intervient l'impression
    - composition de surface
    - activation de surface (selon le matériau)

- capacité des espèces en surface à réagir au processus de polymérisation (dégradation, ouverture des liaisons, etc.)
- la chimie du polymère
  - réaction de polymérisation (espèces réalisés, coproduits, sous-produits)
  - composition du polymère (espèces actives, espèces limitantes)
  - affinités des espèces formées avec le substrat
  - affinités des espèces du polymère avec le substrat modifié par la réaction de polymérisation (UV, chaleur, molécules déjà liées, etc.)
- Les ancrages mécaniques :
  - la topologie de surface
    - rugosité (gamme 10 à 100  $\mu\text{m}$ , voire plus)
    - géométrie des ancrages mécaniques
    - densité des ancrages
    - modes de réalisation (l'usinage induit du stress et des amorces de rupture, contrairement à la gravure ou la croissance)
    - la relation entre la surface et le polymère liquide (écoulement, homogénéité du matériau, vides, comportement de Cassie-Baxter)

Dans notre cas et d'après les essais effectués, nous préconisons pour obtenir des plaques à l'adhérence optimale avec un ABS 3650 de *Prodways*. :

- Texturer ou graver la surface des plaques avec des motifs limitant la rétention d'air, les impuretés, comme les rainures afin d'obtenir des points d'ancrages favorisant l'adhérence.
- Choisir une morphologie, des dimensions et une densité d'ancrages adaptées aux sollicitations mécaniques et aux matériaux utilisés
- Réaliser un dépôt de surface avec un matériau présentant des affinités chimiques avec le polymère et réceptif au processus de polymérisation, après l'étape de texturation ou gravure.

# Chapitre V . Encapsulation de composants

---

---

Ce dernier chapitre a pour objectif de présenter l'aboutissement de ces travaux exploratoires : l'encapsulation de composants par fabrication additive polymère. Pour mener à bien cette étude, l'encapsulation polymère a été réalisée sur les démonstrateurs conçus pour nos travaux. Pour analyser l'impact du packaging sur les démonstrateurs, des caractérisations morphologiques, électriques, mécaniques ainsi que des essais de vieillissement accélérés ont été réalisés.

---

# Table des matières

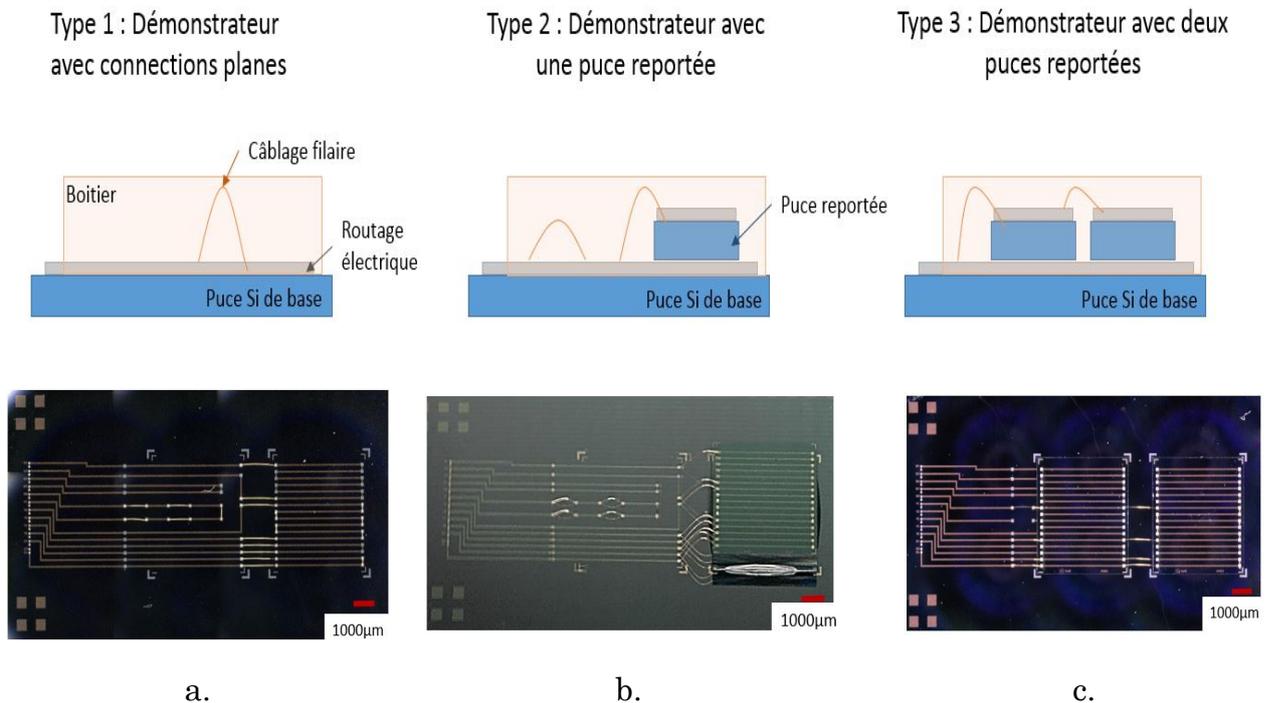
---

<b>CHAPITRE V . ENCAPSULATION DE COMPOSANTS</b>	<b>197</b>
<b>V.1. Optimisation du procédé</b>	<b>201</b>
<b>V.2. Caractérisation du packaging imprimé</b>	<b>207</b>
V.2.1. Etude morphologique	207
V.2.2. Caractérisation électrique du démonstrateur	213
V.2.3. Caractérisation mécanique : cisaillement	215
<b>V.3. Etude de vieillissement</b>	<b>220</b>
V.3.1. Vieillissement du polymère imprimé	220
V.3.2. Résultats électriques	224
V.3.3. Résultats mécaniques	225
Synthèse	227

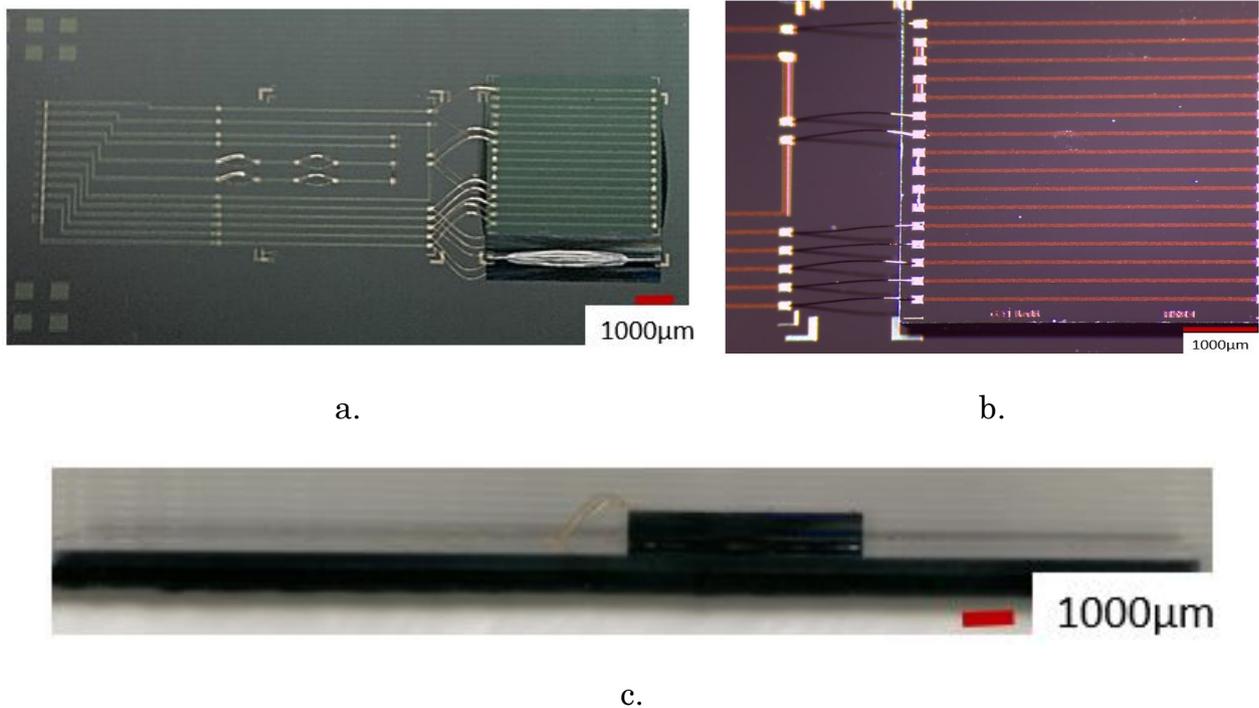
Dans ce chapitre, nous allons présenter l'aboutissement de ces travaux exploratoires : l'encapsulation de composants par fabrication additive polymère. Pour mener à bien cette étude, l'encapsulation polymère a été réalisée sur les démonstrateurs conçus pour nos travaux, dont les caractéristiques sont décrites dans le Chapitre II.2.3. Rappelons que les composants que nous encapsulons sont des puces de silicium recouvertes de pistes électriques.

Nous expliquons dans le chapitre II.2.3.2, que les démonstrateurs ont été réalisés avec des pistes aluminium-cuivre (AlCu) ou avec des pistes en or (Au). Dans notre étude, l'ensemble des variantes ont été testées et nous avons constaté que les résultats suivaient les mêmes tendances. Afin d'alléger cette partie, les analyses seront développées sur les démonstrateurs composés des pistes Au.

Comme le montre la Figure V-1, nous avons réalisé pour cette étude trois types de démonstrateurs différents (II.2.3). L'objectif étant de vérifier l'impact de l'encapsulation sur un système électriquement fonctionnel. Pour cela, nous avons conçu des boîtiers (pleins et creux) visant à protéger le câblage et les puces tout en laissant les plots de mesure électrique accessibles. La Figure V-1 illustre sous différentes vues le système à protéger pour un démonstrateur avec puce reportée (type 2).



*Figure V-1 : Correspondance des types de démonstrateurs entre le schéma de réalisation et les démonstrateurs réalisés en salle blanche : a. démonstrateur de type 1, b. démonstrateur de type 2, c. démonstrateur de type 3*



*Figure V-2 : Observations sur un démonstrateur de type 2, a. vue de dessus à 40° ; b. zoom de la zone de câblage ; c. vue de côté dans le sens de la longueur*

L'étape de packaging par stéréolithographie, a suivi le procédé d'impression directe décrit dans le chapitre II.1.1.1. Le volume créé par le câblage électrique ainsi que les puces reportées (Figure V-1), empêche l'utilisation de la racle dans le procédé d'impression. En effet, son passage endommagerait le système (arrachement du câblage...). Pour la création des boîtiers, nous avons donc remplacé les étapes d'homogénéisation du bain à l'aide de la racle par un temps d'attente entre deux insolations permettant à la résine de revenir à son état stable.

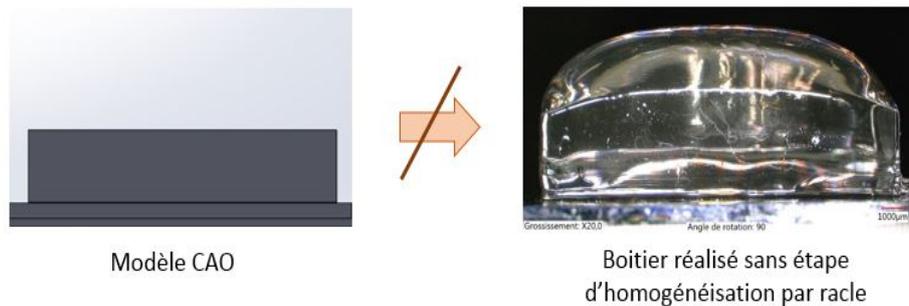
Pour éviter les étapes utilisant la racle, nous avons désactivé le mode automatique de l'imprimante pour passer en mode manuel. Le procédé d'impression se résume alors par :

- La descente de la plateforme dans le bain résine.
- Sa remontée jusqu'au niveau voulu.
- Temps de repos ou temps d'attente entre 2 couches à insoler pour permettre à la résine de se stabiliser. Celui-ci est à déterminer.
- La polymérisation par insolation UV.

Une fois l'impression par stéréolithographie terminée, la pièce imprimée sort du bain de résine. Elle subit ensuite un post-traitement qui inclut un nettoyage chimique de cinq minutes dans un bain d'isopropanol et un nettoyage manuel du bord de puce à l'éthanol. Une fois le démonstrateur propre, il est placé

cinq minutes dans une enceinte UV afin de terminer l'insolation de la résine. Ces opérations terminées, le démonstrateur est prêt à être testé.

Le changement du procédé d'impression a engendré des déformations sur les boitiers imprimés. La Figure V-3 illustre la non-conformité d'un boitier plein imprimé avec un procédé de stéréolithographie comportant un temps d'attente entre deux polymérisations de dix secondes. Une étude a été effectuée afin de comprendre et pallier ce problème.



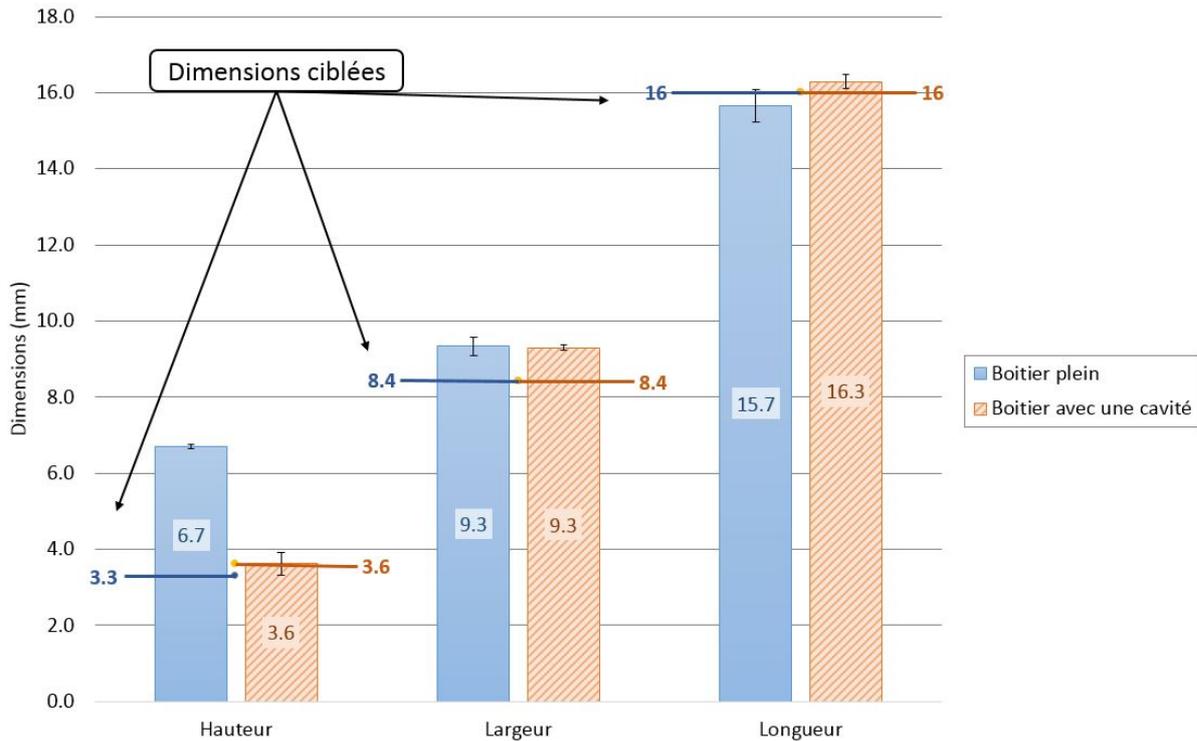
*Figure V-3 : Déformation engendrée par le changement de procédé d'impression sur le boitier plein imprimé (vue de côté)*

## V.1.Optimisation du procédé

Afin de comprendre l'origine des déformations obtenues lors de l'impression, une étude géométrique des boitiers a été réalisée. Pour cela, nous avons imprimé une série de trois boitiers pleins et trois boitiers creux. Dans un premier temps, le temps de repos entre deux couches (la fin du déplacement de la plateforme et le début de la polymérisation) est de 10 secondes.

Les démonstrateurs encapsulés ont ensuite été caractérisés morphologiquement par microscopie optique. Les résultats dimensionnels obtenus montrent que le procédé déforme principalement la hauteur des boitiers pleins comme l'illustre la Figure V-4. En effet, la hauteur mesurée fait le double de celle définie par CAO. Nous constatons également une augmentation de 10 % sur la largeur des boitiers. Les boitiers ne sont donc pas conformes aux fichiers CAO établis.

L'origine de cette déformation est liée à l'écoulement de la résine liquide sur la résine polymérisée (120). En effet, la viscosité de la résine (100-300 cp) induit un temps d'écoulement du liquide pour revenir à son état initial. Il est donc nécessaire de laisser un temps suffisant (quelques minutes ou plus) entre deux insolations afin que la résine redevienne plane avant une nouvelle insolation UV. Le paramètre de l'imprimante gérant ce temps est appelé « *temps de relaxation de la résine* ».



*Figure V-4 : Dimensions principales des démonstrateurs encapsulés par stéréolithographie avec un temps d'attente avant insolation de 10 secondes, obtenues lors de l'étude morphologique*

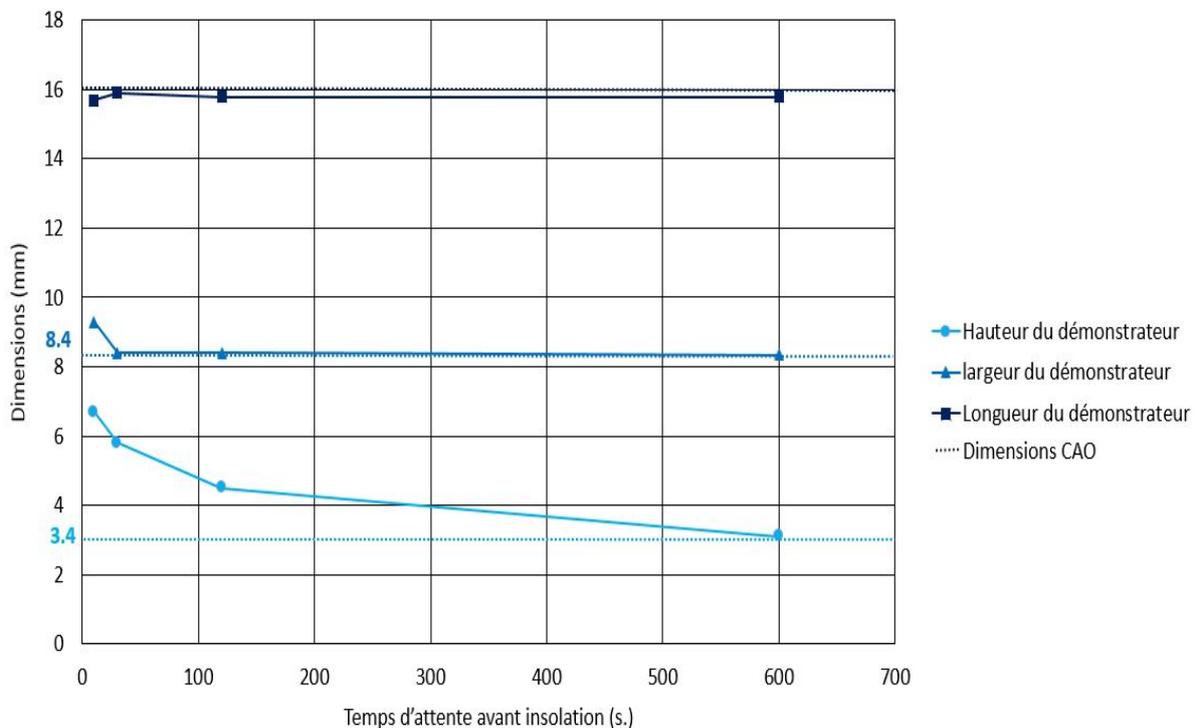
Dans le cas du fonctionnement normal de l'imprimante c'est-à-dire avec le passage de la racle : la surface du bain de résine est plane avant l'insolation. La couche liquide à polymériser est donc stable et d'épaisseur constante.

Pour le procédé mis en place sans utilisation de la racle, la pièce est plongée dans la résine et sa surface est ajustée à 50  $\mu\text{m}$  de la surface de la résine (épaisseur d'une couche insolée). Cependant, contrairement au processus décrit ci-dessus, l'écoulement de la résine se fait sans intervention extérieure. Si le temps de relaxation de la résine est trop court, la résine encore présente sur la couche précédemment polymérisée n'est pas homogène et comme pour la majorité des fluides, le polymère cherche à minimiser son énergie de surface avec l'extérieur ce qui entraîne une forme bombée (plus grand volume possible pour une surface de contact exposée au milieu extérieur minimum)(121). Lors de la polymérisation cette surépaisseur est intégrée à la pièce. Ce phénomène répété de couche insolée en couche insolée crée la déformation importante de la pièce au cours de son élaboration (Figure V-3).

Lors de nos essais nous fixons, avant l'impression, la nature de la résine (ABS3650) et sa température d'impression ( $T^\circ$  pièce = 19°C), ainsi seul le temps de repos de la résine entre deux couches à insoler peut-être modifié. Afin d'analyser l'impact de ce temps de repos sur notre géométrie, nous avons choisi de réaliser un

plan d'expérience sur ce paramètre. La déformation du motif étant plus visible sur les démonstrateurs pleins, l'étude se concentre sur ce modèle de boîtier. Plusieurs séries d'impressions ont été lancées avec des temps de relaxation de plus en plus long. Les temps choisis sont : 10 s, 30 s, 2 min et 10 min.

Afin de déterminer quelle dimension est la plus impactée par le temps de relaxation de la résine, les données morphologiques mesurées ont été étudiées en fonction de celui-ci sur la Figure V-5. En effet, nous pouvons remarquer que la courbe concernant la hauteur du boîtier varie selon un temps d'attente plus long comparé aux autres courbes. Ce résultat nous indique que la hauteur du boîtier est le paramètre le plus influencé. Cela s'explique par une augmentation du volume des couches imprimées et de la géométrie du boîtier. En effet, la planéité du sommet limite l'écoulement de la résine qui s'effectue plus lentement créant une surépaisseur de la couche imprimée.



*Figure V-5 : Impact du temps de relaxation de la résine sur les dimensions de boîtiers pleins (composés de 162 couches)*

Une fois le paramètre influant identifié, nous avons effectué une étude dimensionnelle plus approfondie sur celui-ci. En effet, pour analyser l'impact du temps de relaxation sur la hauteur de déformation, comme l'illustre la Figure V-6, nous avons effectué des mesures comparatives entre les hauteurs mesurées et la hauteur cible (CAO) pour chaque temps de relaxation étudié. Les résultats que nous avons obtenus sont regroupés dans le Tableau V-1. Ces résultats, nous indiquent que les dimensions visées (sur la hauteur) sont atteintes pour un temps

de relaxation résine de 10 min. Visuellement, nous pouvons également constater l'absence de modification géométrique.

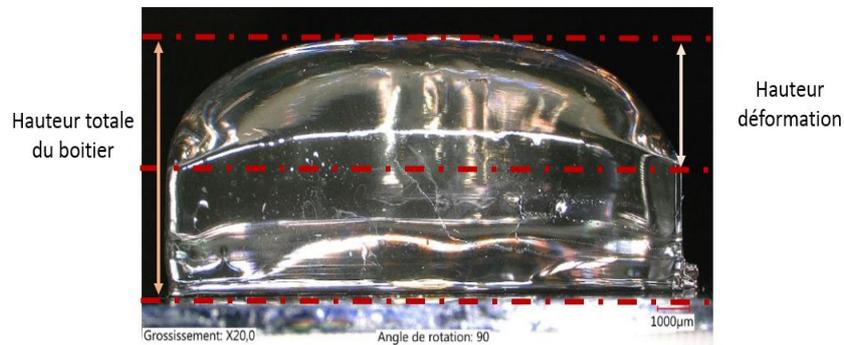


Figure V-6 : Prise de mesures réalisées sur les boitiers déformés

Type de l'encapsulation	Temps relaxation résine (s)	Mesure hauteur totale boitier (mm)	Mesure hauteur déformation (mm)	Vue de profil
Boitier plein	CAO	Cible 3.30	-	
	10	6.7	3.39	
	30	5.8	2.14	
	120	4.5	1.33	

	600	3.1	0.23	
--	-----	-----	------	--

Tableau V-1 : Tableau récapitulatif sur la morphologie des boîtiers pleins obtenus lors des fabrication 3D avec différents temps de relaxation ( détail des mesures et photos vues de côté des boîtiers obtenus)

Une caractérisation morphologique complète est ensuite effectuée sur les deux types de boîtiers obtenus avec un temps de relaxation de 10 min. La Figure V-7 détaille les dimensions cibles (CAO) ainsi que celles obtenues en hauteur, largeur et longueur suivant le type de boîtier. Comme nous pouvons l’observer, pour la hauteur et la largeur, les dimensions ciblées et obtenues sont identiques. En revanche, pour la longueur nous pouvons constater un écart de dimensions (inférieur à 5%). Cette différence de longueur obtenue sur les boîtiers par rapport à celle ciblée est due au manque de précision lors du nettoyage des boîtiers en post-traitement (cf. II.1.1). En effet, lors du nettoyage, un filet de résine reste sur la base du boîtier créant une légère surépaisseur dans la longueur.

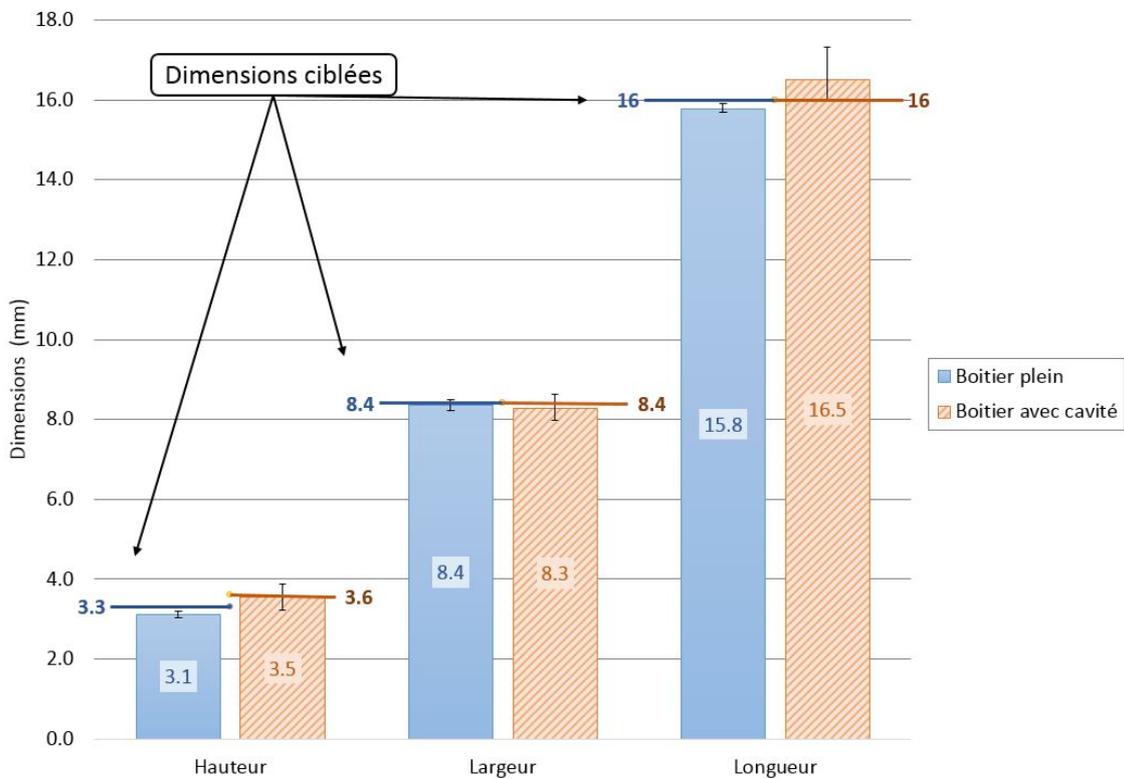


Figure V-7 : Dimensions principales des démonstrateurs obtenues lors d’une étude morphologique des démonstrateurs encapsulés par stéréolithographie avec un temps d’attente avant insolation de 10 minutes entre chaque couche

Ces résultats confirment qu'un temps de relaxation de 10 minutes permet d'obtenir des pièces conformes aux dimensions ciblées avec le procédé d'impression par stéréolithographie sans racle pour le polymère employé.

## V.2. Caractérisation du packaging imprimé

Une fois le procédé de fabrication calibré et maîtrisé, les différents démonstrateurs fonctionnels ont été packagés. Pour vérifier leur intégrité après l'étape de packaging plusieurs études ont été réalisées :

- L'étude morphologique permet d'analyser la structure interne des boîtiers, les défauts présents dans le polymère (vide, fissures) ainsi que l'interface polymère/substrat.
- L'étude électrique vérifie le fonctionnement du démonstrateur ainsi que l'intégrité des contacts. Les résistances obtenues après le packaging sont comparées à celle des démonstrateurs non packagés.
- L'étude mécanique analyse la tenue mécanique du système packagé sur un substrat.
- L'étude en vieillissement montre l'évolution du boîtier au cours du temps et en température.

### V.2.1. Etude morphologique

#### ❖ Démonstrateur avec un boîtier plein

D'après la Figure V-8, nous pouvons constater que le boîtier encapsule l'ensemble du système en fonctionnement. De plus, sa géométrie est bien rectangulaire avec des parois verticales et des surfaces propres. Si nous regardons plus en détail l'intérieur du boîtier, comme le présente la Figure V-9, nous pouvons constater que le polymère est homogène et ne contient pas de bulles. De plus, il englobe et épouse parfaitement les puces et le câblage. Le boîtier réalisé protège l'ensemble des composants sans impacter leurs morphologies et ne présente aucun signe de délamination aux interfaces silicium/polymère.

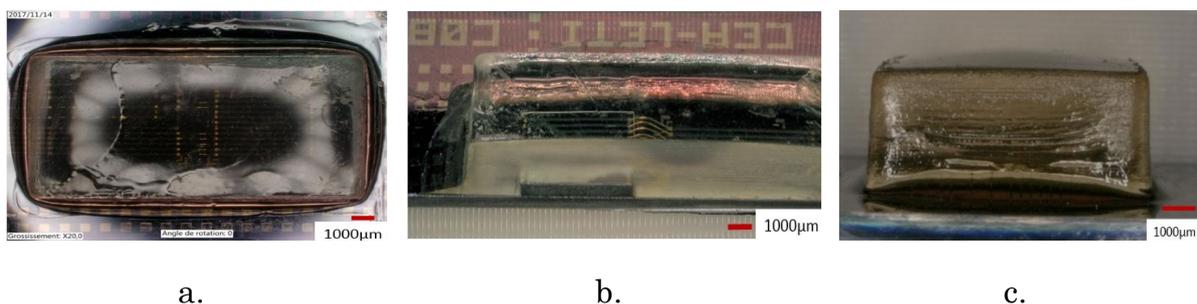


Figure V-8 : Observations d'un démonstrateur de type 2 packagé, a. vue de dessus ; b. vue en coupe inclinée de 40° ; c. vue de côté (largueur)

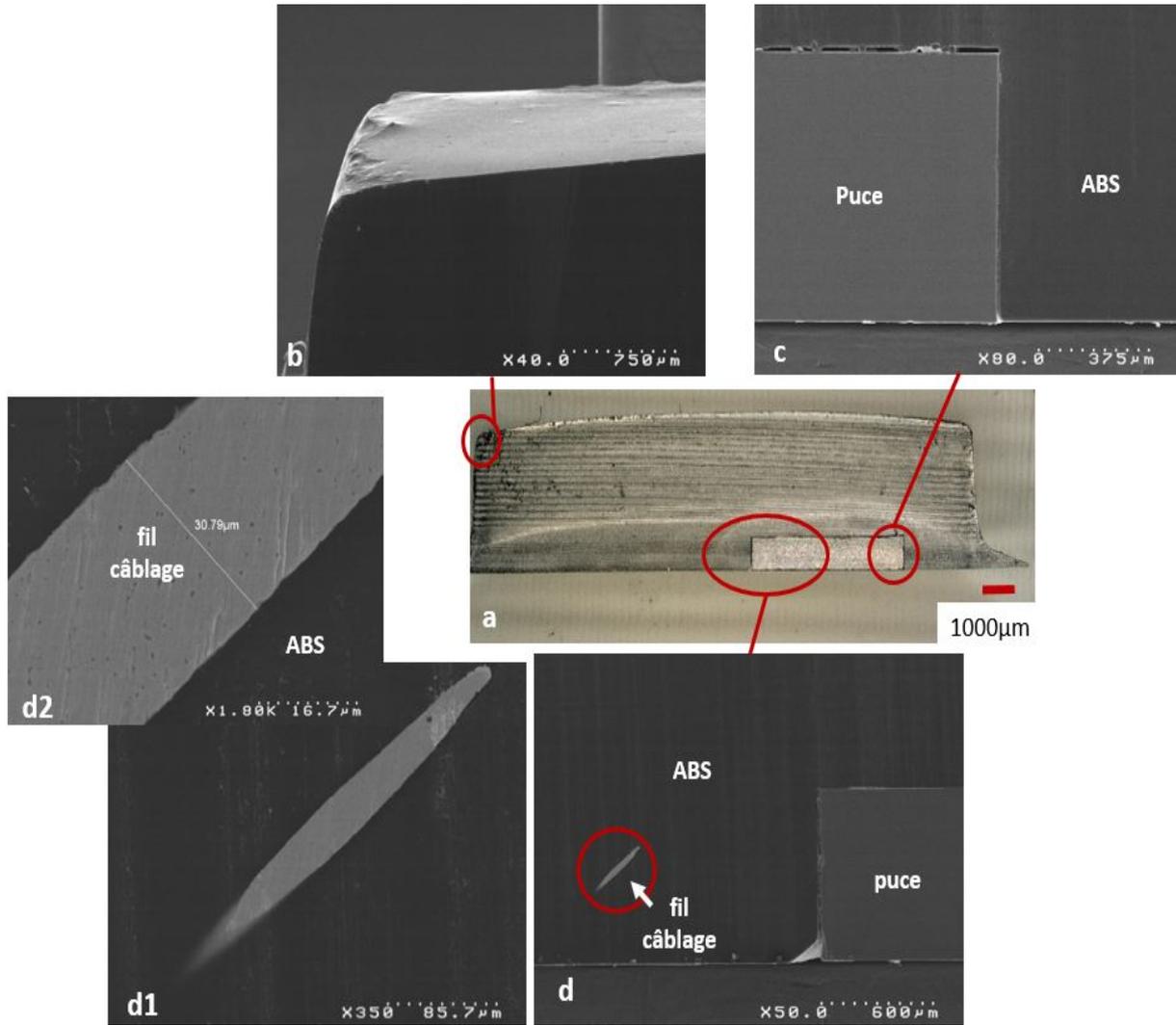


Figure V-9 : a. Vue en coupe d'un démonstrateur type 2 (microscopie optique) ; b. Image MEB de l'angle supérieur du boîtier, c. Image MEB de l'interface Si/ABS polymérisé au niveau du substrat et de la puce reportée afin d'analyser la délaminisation du polymère à l'interface ; d. Image MEB de l'interface fil de câblage or avec l'ABS polymérisé ; d1 et d2. Zoom sur la zone d'interface afin d'étudier si le polymère délamine le long du fil (MEB)

Pour vérifier l'intégrité du polymère sur l'ensemble du boîtier (volume) ainsi que la délamination sur les interfaces, une analyse par tomographie a été réalisée. La tomographie par absorption de rayons X est une technique de caractérisation non destructive qui permet la reconstruction d'images d'une pièce en trois dimensions (122). Elle permet d'accéder au cœur de la matière en étudiant les variations d'absorption des rayons X ainsi que les différences de composition. De plus, cette technique peut localiser toute hétérogénéité, singularité, vide ou inclusion présent dans une pièce. Dans notre étude, nous avons ainsi pu vérifier l'intégralité du boîtier. La Figure V-10.a illustre le boîtier ainsi que les couches observées à l'aide des rayons X. Les observations réalisées sur les couches

observées (1 à 4), présentés sur la Figure V-10.b, nous indique que le polymère ne contient aucun défaut de type vide, fissure ou inclusion (aucune tache noire n'est présente sur les images). Nous pouvons donc conclure que le polymère composant le boîtier est homogène.

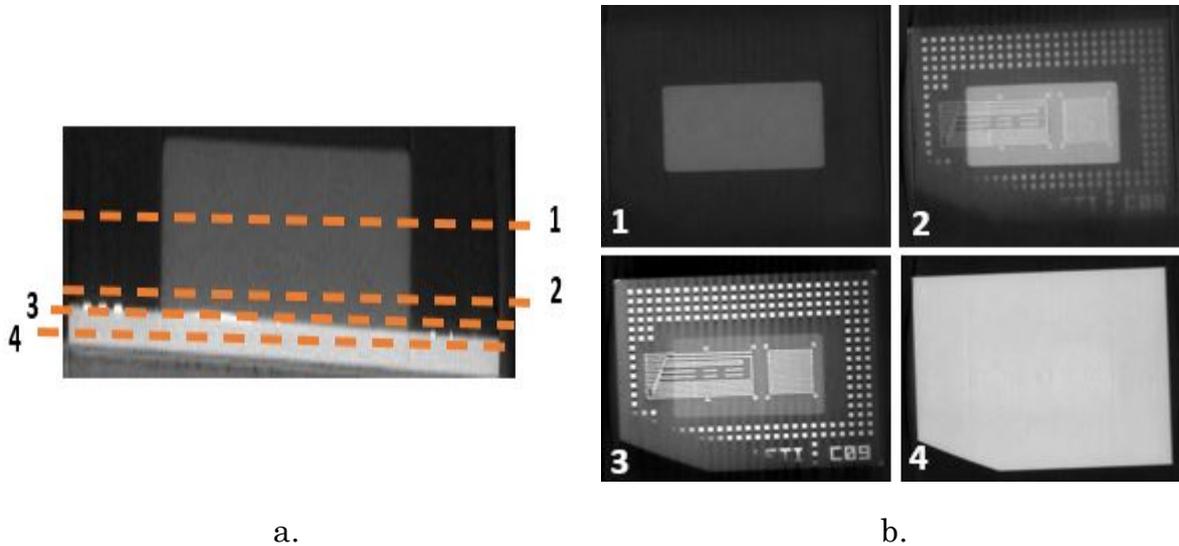


Figure V-10 : Images d'un démonstrateur plein obtenues par tomographie à rayons X, a. Vue en coupe du boîtier avec les différentes couches à observer ( numérotées de 1 à 4), b. Vue de dessus des couches 1 à 4 observées

### ❖ Démonstrateur avec un boîtier creux

Après une analyse morphologique approfondie sur le boîtier plein, nous avons réalisé les mêmes caractérisations sur le boîtier creux obtenus sur les types 1 et 2 des démonstrateurs. En effet, nous avons focalisé nos observations sur la cavité présente dans le boîtier afin de vérifier sa conformité ainsi que son intégrité.

Comme l'illustre la Figure V-11, la cavité présente à l'intérieur du boîtier est visible par transparence. En effet, les différentes vues présentées sur la Figure V-11.a-c, nous indique que la cavité est dégagée et nous permet de visualiser sa forme ainsi que les événements permettant à la résine non polymérisée de s'évacuer après la fabrication. Ensuite les événements pourront être bouchés, à l'aide d'une couche de résine ABS3650 que nous polymériserons dans le four UV après le nettoyage de la cavité. De plus, nous pouvons constater sur la Figure V-11.a que les événements sont débouchants et propres. Cela nous indique que l'impression de boîtier creux par stéréolithographie est réalisable.

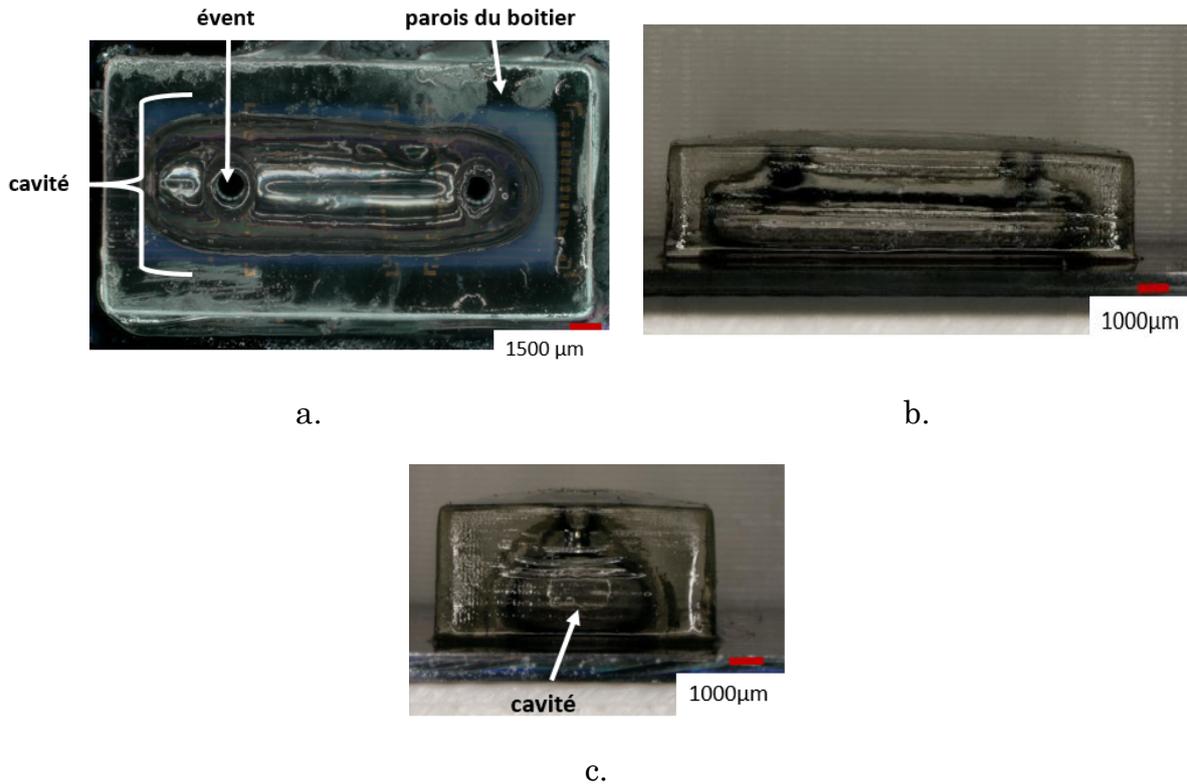


Figure V-11 : Observation d'un démonstrateur de type 2 packagé, a. vue de dessus avec observations par transparence de la cavité et des événements ; b. vue en coupe incliné de 40° ; c. vue de côté : observation dans la largeur du boîtier pour observer par transparence la forme de la cavité obtenue

Regardons maintenant, l'intérieur de la cavité. Pour l'étudier, nous avons réalisé des vues en coupe des boîtiers creux, puis nous avons mesuré par microscopie optique les différentes côtes de la cavité présentées sur la Figure V-12 dont les résultats sont répertoriés dans le Tableau V-2. Les valeurs présentées sont une moyenne d'au moins cinq mesures. Nous pouvons constater sur la Figure V-12 et Figure V-13, que la cavité ne contient pas de résine résiduelle liquide et qu'elle se compose d'une grande cavité principale conformément à la CAO.

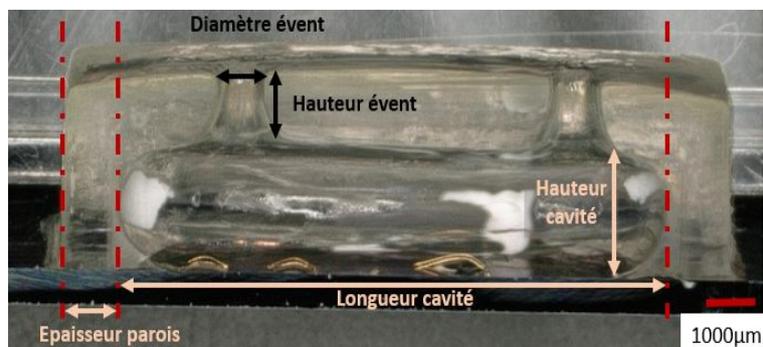


Figure V-12 : Vue en coupe dans la longueur d'un démonstrateur de type 1 packagé avec un boîtier creux ;

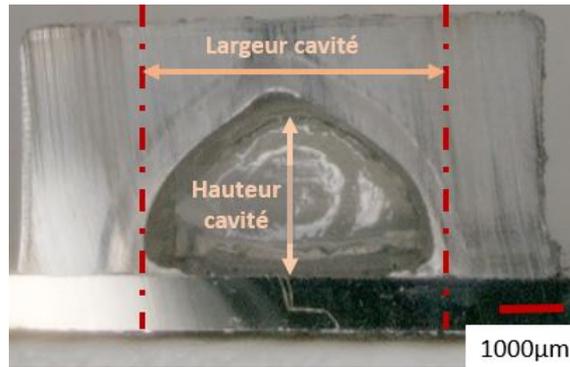


Figure V-13 : Vue en coupe dans la largeur d'un démonstrateur de type 1 packagé avec un boîtier creux

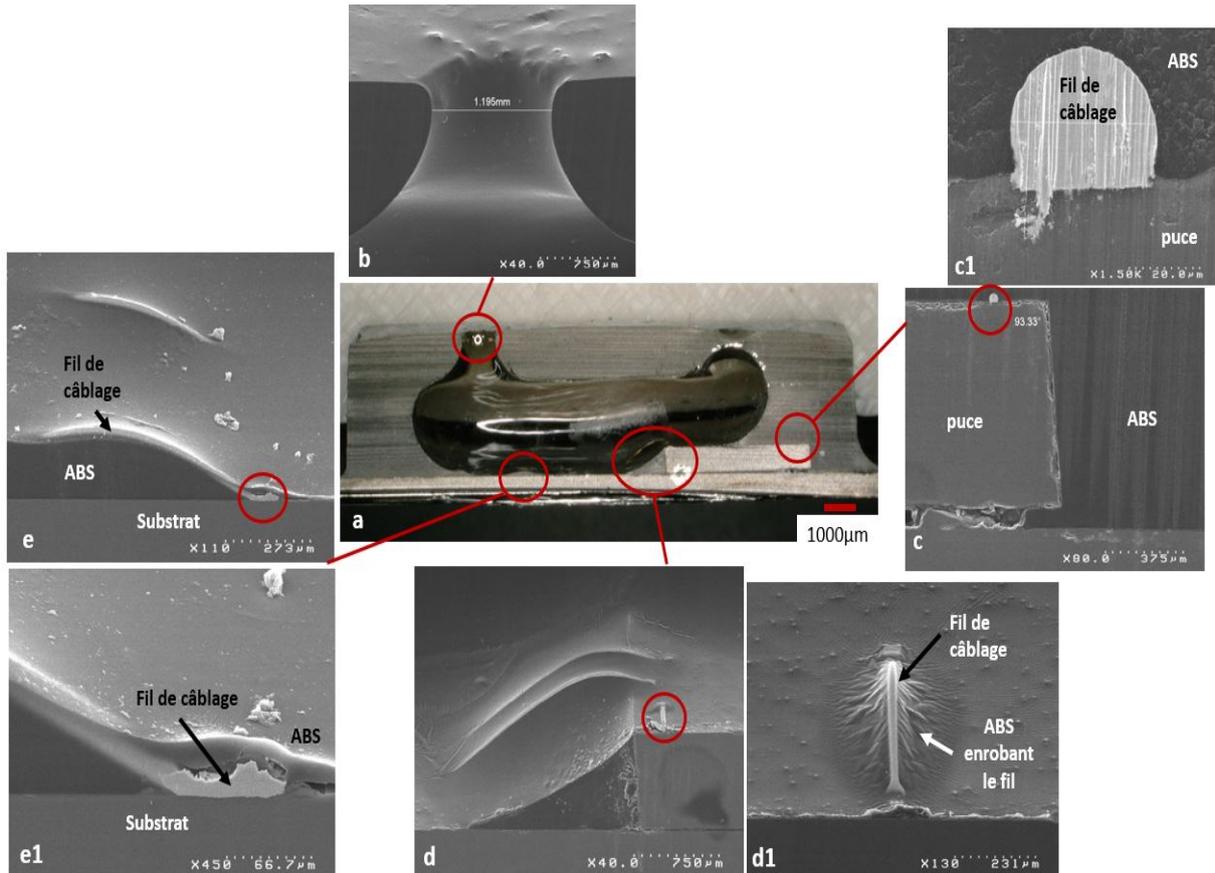
Nous pouvons observer dans le Tableau V-2 que les dimensions de la cavité mesurée sont inférieures aux dimensions demandées (CAO). En revanche, l'épaisseur des parois ainsi que la hauteur des événements sont plus grandes. Ces résultats indiquent que la cavité n'est pas nettoyée correctement lors du post-traitement de l'impression (nettoyage dans un bain chimique d'isopropanol). En effet, lors de celui-ci, une partie de la résine reste piégée dans la cavité. Puis l'excédent de résine polymérise lors de l'étape finale de polymérisation en enceinte UV, créant des parois de boîtier plus épaisses.

	Dimensions CAO (mm)	Dimensions mesurées (mm)
Longueur cavité	15.2	12.9 ± 1.20
Largeur cavité	6.4	5.5 ± 0.01
Hauteur cavité	3.2	2.4 ± 0.03
Épaisseur des parois	1.0	1.5 ± 0.50
Diamètre événement	1.5	1.1 ± 0.10
Hauteur événement	0.4	1.2 ± 0.20

Tableau V-2 : Comparaison dimensionnelle de la cavité et des événements entre les dimensions demandées en CAO et le boîtier creux obtenu par stéréolithographie

De plus, la Figure V-14 illustre une cavité obtenue pour un démonstrateur de type 2. Comme nous pouvons le constater, les angles de la cavité ainsi que ceux formés entre la puce reportée et le substrat sont arrondis en raison du filet de résine encore présent. Nous pouvons également observer que la moitié de la puce reportée est piégée dans la résine. Cela nous confirme qu'une partie de la résine liquide n'est pas évacuée lors du nettoyage et que celle-ci est polymérisée durant

l'exposition UV dans l'enceinte de post traitement. Ainsi, l'étape de nettoyage du boîtier et de la cavité apparaît comme critique et nécessite donc une attention toute particulière. En effet, cette étape joue un rôle majeur sur la taille et la propreté de la cavité présente au sein du boîtier. Elle pourra être améliorée en augmentant significativement le temps de nettoyage chimique, en modifiant le bain et/ou en le renouvelant plusieurs fois pour un même boîtier, en créant des courants dans le bain chimique, ou encore en modifiant l'architecture du boîtier afin de faciliter l'évacuation de la résine, etc.



*Figure V-14 : a. Vue en coupe de la largeur d'un démonstrateur de type 2 packagé avec un boîtier creux (microscope optique), b. Zoom sur la forme de l'évent du boîtier (image MEB), c. Image MEB permettant l'analyse de l'interface puce/boîtier ; c1. Zoom sur un fil d'or connecté à la puce enrobée d'ABS ; d. Zoom sur la zone libre de la puce « top », les fils de câblage sont enrobés d'ABS ; d1. Câblage pris dans le polymère ABS ; e. Câblage connectant deux pistes ; e1. Zoom sur la zone de connexion fil de câblage avec les plots électriques enrobés de polymère*

Par ailleurs, nous pouvons observer sur la Figure V-14.d-e. que le polymère enrobe les fils de câblage ainsi que les connexions entre les fils et les plots électriques (Figure V-14.e). Ainsi il forme une couche protectrice à la manière d'un enrobage standard, et semble pouvoir permettre de renforcer la tenue mécanique des assemblages.

Afin de vérifier l'intégrité du polymère sur le boîtier creux ainsi que la délamination sur les interfaces, une analyse par tomographie à rayons X a été réalisée. Comme l'illustre la Figure V-15.a, le boîtier contient une cavité évidée à l'aide d'un seul événement. De plus, nous pouvons remarquer sur les différentes couches observées, figure b, l'absence de défauts dans le polymère. Celui-ci est donc homogène sur l'ensemble du boîtier et aucune délamination n'est observée à l'interface entre le boîtier et le substrat. Nous pouvons donc conclure, que les défauts dans le polymère composant le packaging n'augmentent pas lors de l'impression directe d'un boîtier creux sur un substrat.

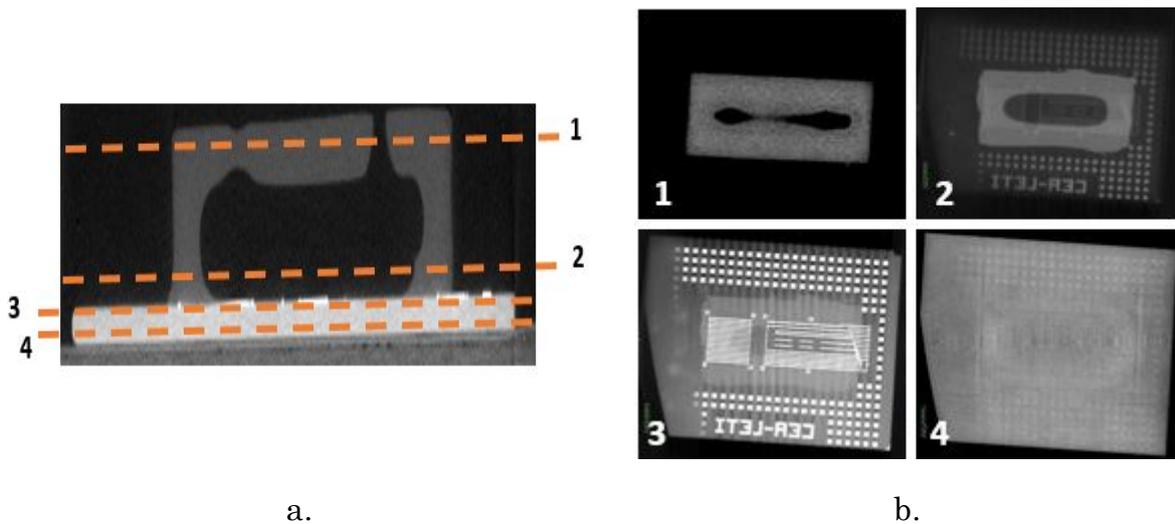


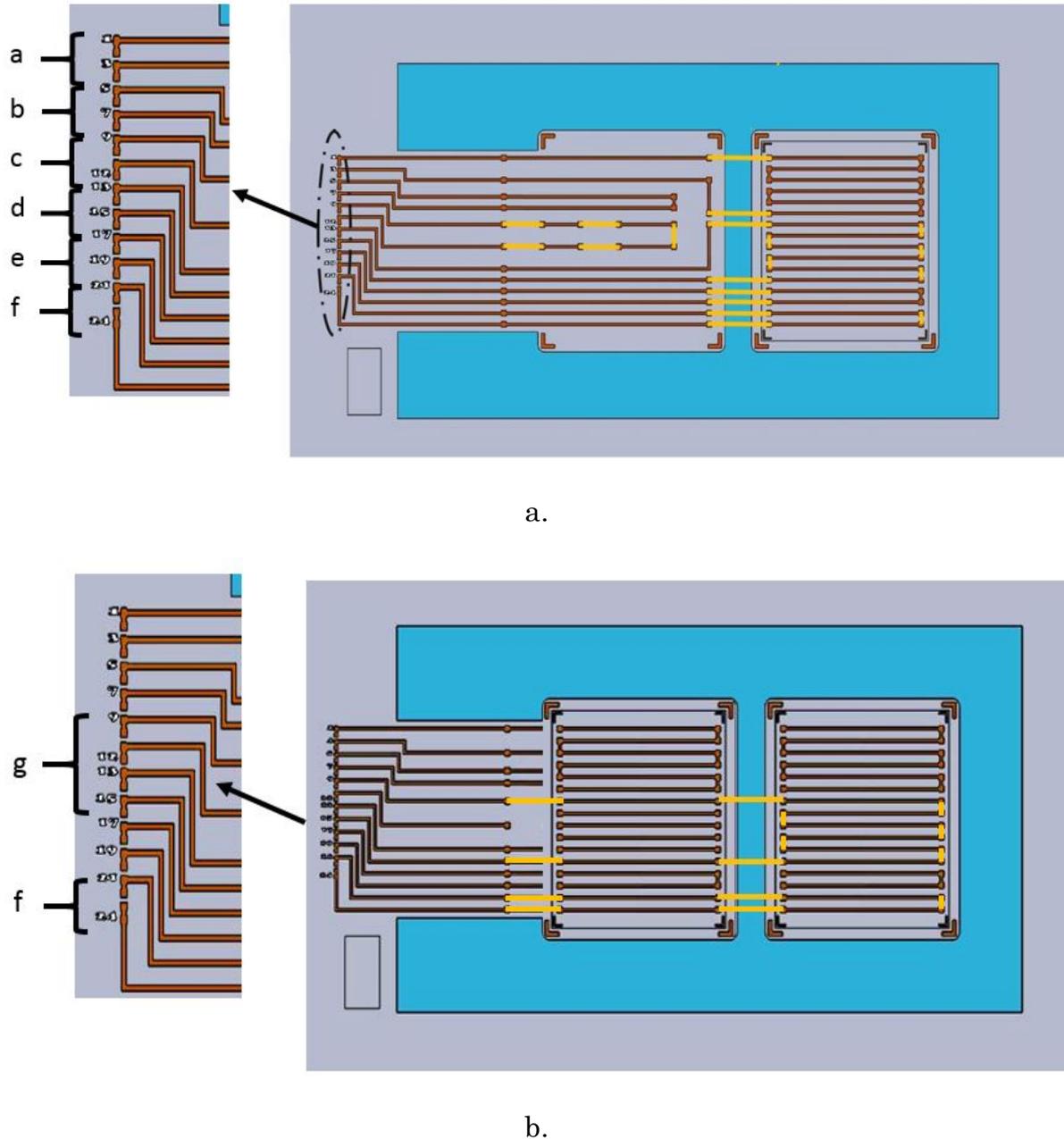
Figure V-15 : Images d'un démonstrateur avec un boîtier creux obtenues par tomographie à rayons X, a. Vue en coupe du boîtier avec les différentes couches à observer (numérotées de 1 à 4), b. Vue de dessus correspondant aux couches 1 à 4 observées

Nous pouvons conclure de cette étude morphologique, que les dimensions des boîtiers fabriqués sont conformes aux objectifs attendus indiquant la faisabilité de ce type de boîtier. De plus, le packaging par stéréolithographie est composé d'un matériau polymère (ABS 3650) homogène, sans défauts et d'une interface boîtier/substrat sans délamination. Cependant, quelques améliorations sont encore nécessaires sur le post-traitement et le nettoyage des boîtiers, et plus particulièrement dans le cas des boîtiers creux et du nettoyage de leur cavité.

### V.2.2. Caractérisation électrique du démonstrateur

Afin de vérifier le bon fonctionnement des démonstrateurs et l'impact de l'étape de packaging sur leur conductivité électrique, nous avons caractérisé électriquement les démonstrateurs avant et après l'étape de packaging par impression 3D. Pour cela, nous avons utilisé la méthode de mesures quatre fils, avec un courant imposé de 10 mA comme le décrit le chapitre II.3.4. Pour faciliter

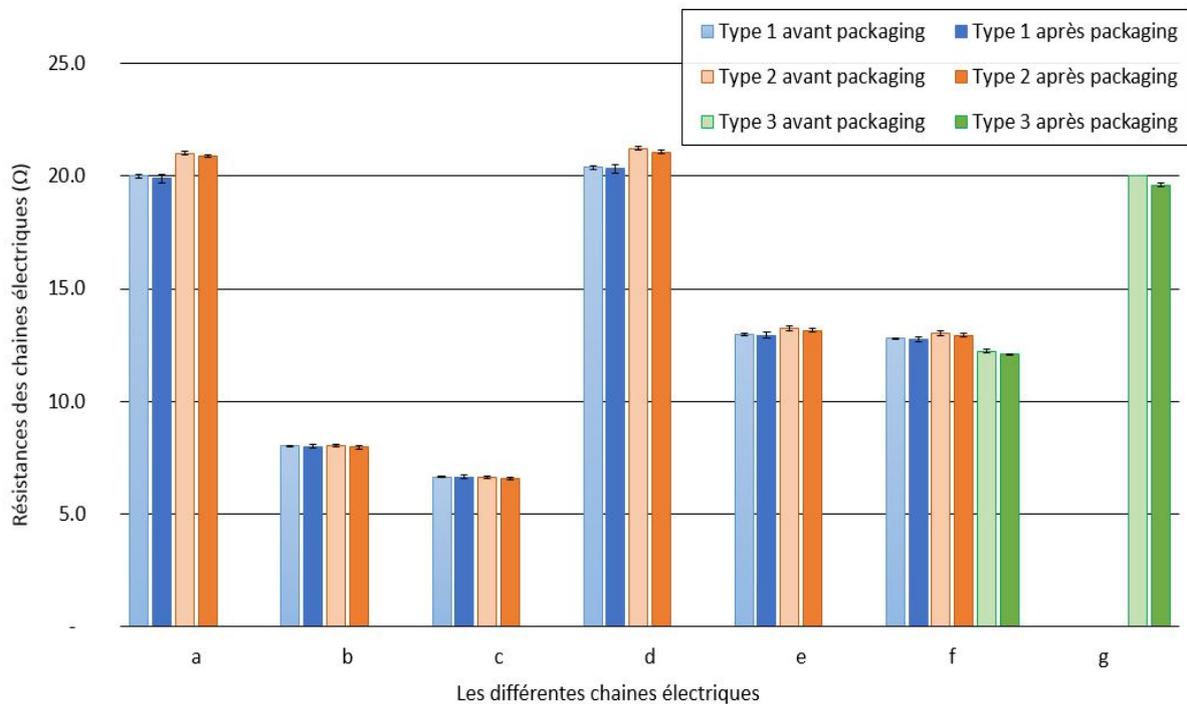
le relevé des mesures et les graphes, nous avons nommés de « a – g » les différentes configurations de câblage étudiées comme le présente la Figure V-16. Notons qu'une lettre représente une configuration de câblage dont la mesure s'effectue sur quatre plots électriques (connectés deux à deux). Les résultats obtenus sur les tests électriques sont des moyennes sur 10 démonstrateurs (pour chaque type).



*Figure V-16 : Les différentes configurations de câblages étudiées selon des démonstrateurs, les routages par fil sont représentés en jaune et les lettres correspondent au groupement de 4 plots utilisés pour la mesure électrique 4 fils ; a. Câblage pour les démonstrateurs de type 1 et 2, b. Câblage pour les démonstrateurs de type 3*

Comme l'illustre la Figure V-17, les résistances mesurées avant et après l'étape de packaging par stéréolithographie sont identiques. En effet, nous pouvons

constater sur l'ensemble des configurations de câblage étudiées que la résistance mesurée avant l'étape de packaging est sensiblement identique à celle obtenue après l'étape de packaging (à 0.1  $\Omega$  près).



*Figure V-17 : Mesures de résistances électriques en fonction des différentes chaînes électriques et des différents types de démonstrateurs (1 à 3), réalisés avant et après l'étape de packaging par impression 3D*

Nous pouvons donc conclure que le packaging par stéréolithographie ne détériore pas les performances et fonctionnalités électriques des démonstrateurs.

### V.2.3. Caractérisation mécanique : cisaillement

Une fois les caractérisations non destructives réalisés sur les démonstrateurs, nous avons vérifié l'adhérence des boîtiers sur le substrat ainsi que le mode de rupture obtenu. Pour cela, des tests de cisaillement identiques aux essais effectués sur cubes ont été réalisés (Chapitre IV.1). De plus, ces essais ont été effectués sur les différents types de démonstrateurs avec au moins quatre démonstrateurs cisailés par types. Les résultats obtenus pour les différents types de démonstrateurs ont été regroupés suivant la forme du boîtier en raison de la similarité des résultats sur les différents types. Comme nous pouvons le remarquer sur la Figure V-18, les courbes de force en fonction du déplacement de la pointe nous indiquent que la rupture à l'interface substrat / boîtier est fragile (115)(116).

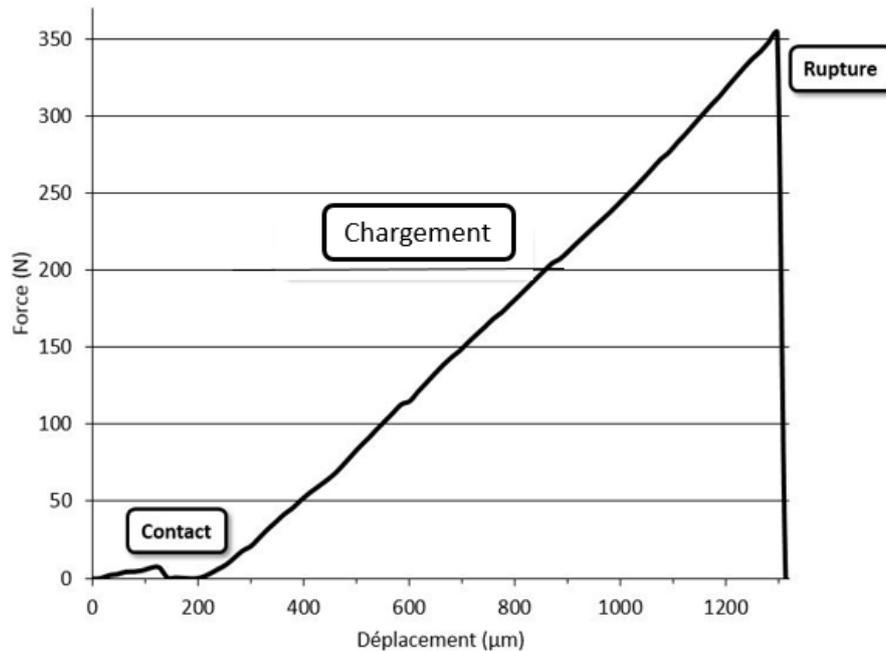


Figure V-18 : Courbe de cisaillement obtenue pour un boîtier plein

Pour vérifier la cohérence des résultats obtenus lors des essais de cisaillement sur les démonstrateurs pleins, nous les avons comparés avec les résultats obtenus sur les cubes (IV.2.3). Pour cela, nous faisons comme hypothèse que la totalité des contraintes sont transmises à l'interface, sous forme de contraintes de cisaillement. Ainsi, nous négligeons le flambement du cube polymère et les contraintes de traction et compression présentes à l'interface. De plus, en comparant non pas les forces à la rupture mais les contraintes mesurées, nous pouvons mettre en relation les résultats obtenus lors des essais de cisaillement indépendamment de la surface du boîtier collée au substrat, à l'aide de l'Équation V-1 (123).

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad \text{Équation V-1 : Contrainte}$$

Avec :

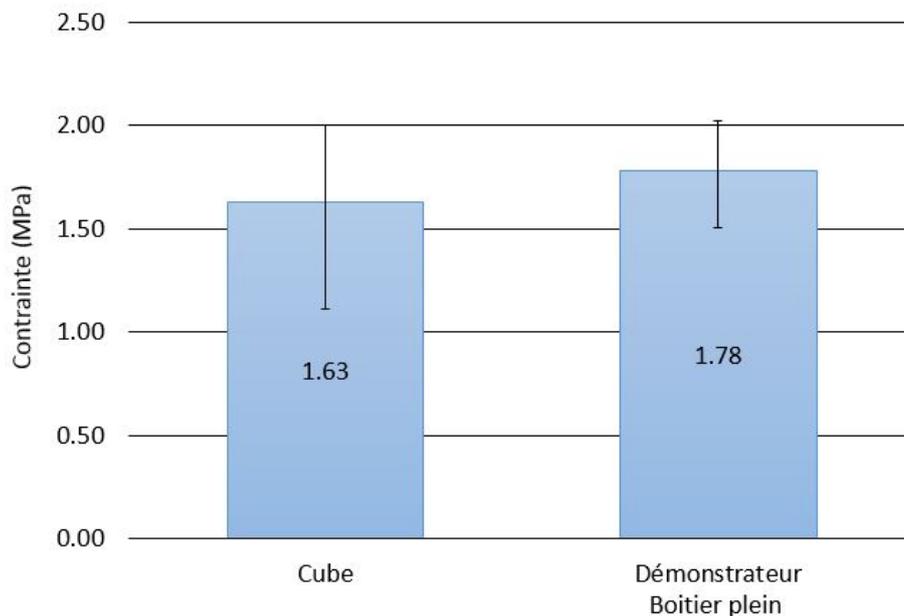
- $\sigma$  : Contrainte (MPa)
- F : Force à la rupture (N)
- S : Surface cisailée (mm<sup>2</sup>)

Dans notre étude, nous avons pris :

- Pour le cube : S = 25 mm<sup>2</sup>
- Pour un démonstrateur plein : S = 214 mm<sup>2</sup>, qui est la surface de contact réelle mesurée entre le packaging de polymère et le substrat.

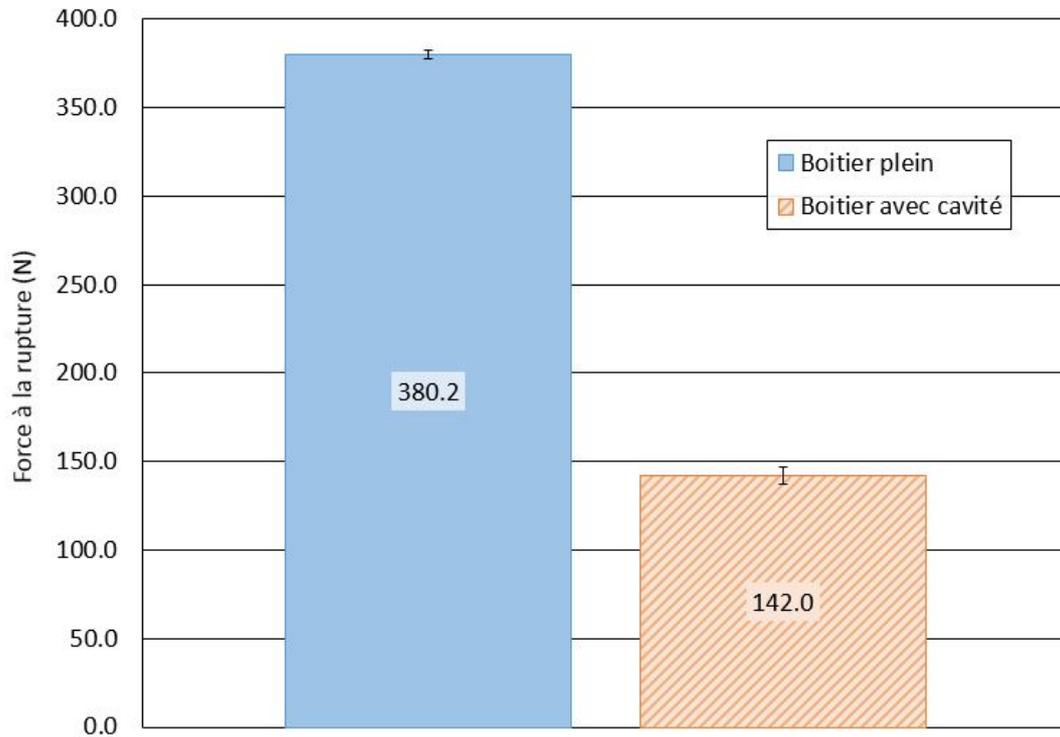
Nous avons calculé les contraintes appliquées à un cube avec les résultats de force à la rupture obtenus sur une plaque de silicium avec un oxyde  $\text{SiO}_2$  (TEOS). Ainsi, nous comparons des échantillons dont la nature de surface est identique.

Comme l'illustre la Figure V-19, nous pouvons observer que les contraintes à la rupture appliquée à un cube est de 1.63 MPa et celle appliquée à un démonstrateur composé d'un boîtier plein est 1.78 MPa. Les contraintes à la rupture sont donc similaires pour un cube et un démonstrateur imprimés sur une plaque de silicium de même nature ( $\text{SiO}_2$ (TEOS)). Les résultats obtenus sont donc cohérents sur l'ensemble de l'étude car pour un substrat de même nature, nous retrouvons la même adhérence du polymère sur le substrat. Cela nous indique également que le procédé d'impression est stable et reproductible sur les plaques de silicium.



*Figure V-19 : Contraintes à la rupture pour un cube et un démonstrateur ayant subi les essais de cisaillement*

La Figure V-20 illustre les résultats de force à la rupture obtenus suivant les formes de boîtiers (boîtier plein ou avec cavité). Nous pouvons observer que les boîtiers pleins ont une tenue mécanique au cisaillement 2.7 fois supérieure à celle des boîtiers avec cavité. Cette différence est liée à la variation de surface de contact des boîtiers avec la plaque. En effet, un boîtier plein présente une surface de contact avec le substrat égale à de 134  $\text{mm}^2$  et un boîtier creux à une surface de contact de 49  $\text{mm}^2$ . La surface de contact du boîtier plein est donc 2.7 fois supérieure à celle du boîtier avec cavité. Nous retrouvons bien le même facteur de différence.



*Figure V-20 : Force à la rupture en fonction des géométries de boîtier (plein et creux), obtenue à l'aide d'essais de cisaillement*

Afin de vérifier que la tenue mécanique en cisaillement, de boîtier réalisé par impression 3D, ne soit pas un point limitant, nous avons regardé la norme militaire MIL-STD-883E sur la tenue mécanique en cisaillement des puces électroniques (124). En effet, pour valider nos boîtiers, ceux-ci doivent avoir une tenue mécanique supérieure à la puce présente dans le système. La norme pour valider l'essai de cisaillement, impose une tenue mécanique de 2.5 kgf minimum pour une puce de dimension supérieure à 5 mm<sup>2</sup>. Dans le cas d'un démonstrateur avec cavité, nous avons une tenue mécanique de 15 kgf. Nous pouvons donc conclure que la tenue mécanique du boîtier est supérieure à la tenue mécanique demandée pour la puce. La tenue mécanique d'un boîtier réalisée par impression 3D, n'est donc pas limitante dans ce cadre.

Dans les essais précédents, le mode de rupture observé est de type adhésif et localisé à l'interface entre le boîtier imprimé et le substrat (Figure V-21). En effet, le substrat ainsi que le boîtier ne sont pas cassés et ne montrent aucun résidu. De plus, nous pouvons constater que la puce reportée ainsi que les fils de câblage restent piégés à l'intérieur du boîtier polymère. Cela confirme que l'enrobage des composants et fils d'interconnexion, réalisé lors de la fabrication du boîtier, présente une bonne adhésion, une bonne tenue mécanique et qu'il est correctement réalisé.

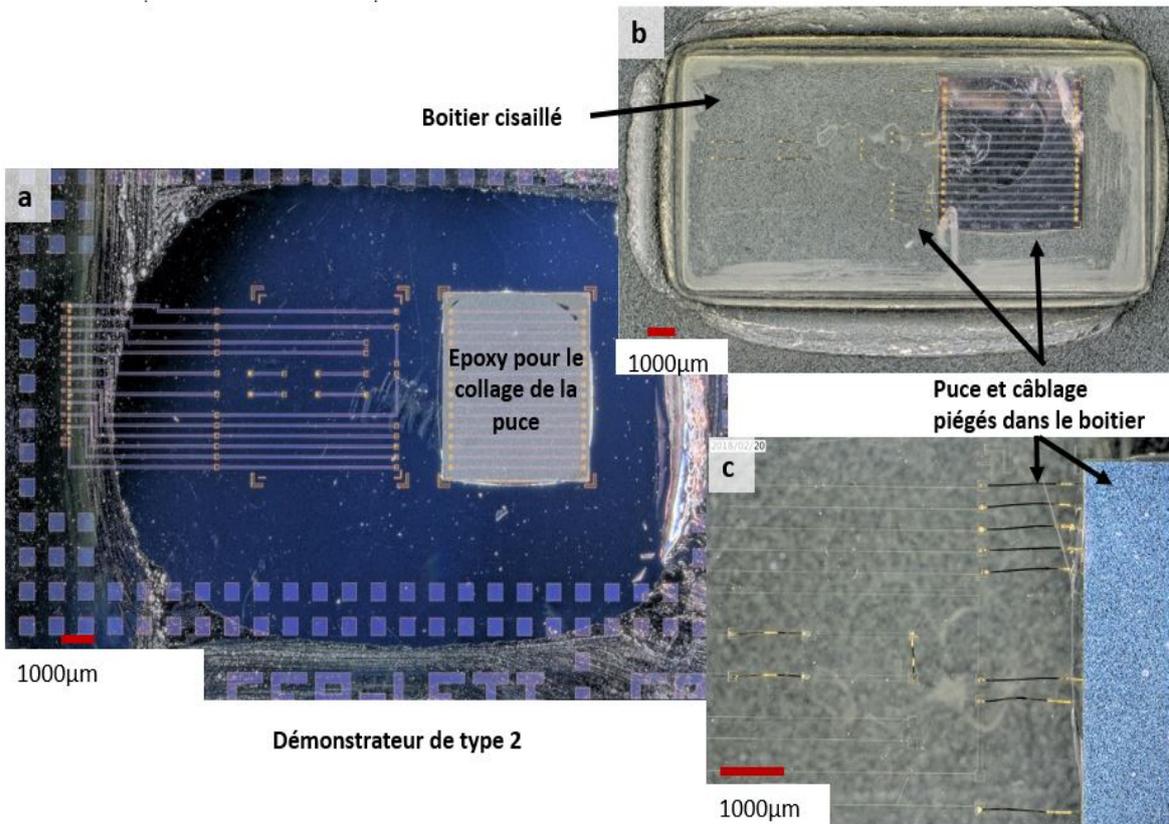


Figure V-21 : Rupture d'un boîtier plein de type 2 après un essai de cisaillement ;  
 a. Vue de dessus du démonstrateur dont le boîtier plein a été cisailé, entraînant la puce reportée, b. Vue de dessus du boîtier cisailé avec les fils de câblage et la puce reportée pris dans le polymère, c. Zoom en vue de dessous du câblage et de la puce piégés dans le boîtier

Les essais de cisaillement réalisés indiquent une rupture adhésive et fragile de l'interface boîtier/démonstrateur. De plus, les résultats de contraintes mécanique obtenus sur un cube et un démonstrateur confirment la stabilité du procédé d'impression.

La rupture des boîtiers pleins, nous indique également que le boîtier est correctement réalisé en raison de la connectique et de la puce prises dans le polymère.

## V.3. Etude de vieillissement

Afin de pousser un peu plus loin notre étude sur la réalisation d'un packaging par fabrication additive, nous avons réalisé des essais de vieillissement sur les démonstrateurs. Ces essais nous permettent de suivre l'évolution morphologique, électrique, et mécanique du démonstrateur au cours du temps suivant l'environnement dans lequel il évolue. Dans notre cas, nous avons choisi trois conditions de vieillissement :

- le stockage à température ambiante et sous lumière naturelle (pendant 90 jours, de fin octobre à début janvier),
- le stockage à température ambiante et dans le noir (démonstrateur placé à l'abri de la lumière pendant 90 jours),
- le stockage en température (démonstrateur placé dans un four à 85°C pendant 1000 heures). Ce cas représente un vieillissement accéléré.

De manière à suivre l'évolution morphologique et électrique des démonstrateurs, des prélèvements et caractérisations ont été réalisés à intervalle régulier. En effet, la première caractérisation a été réalisée juste après l'impression ( $t_0$ ) puis à  $t_0 + 120$  h, 240 h, 600 h, 1000 h et 2100 h (90 jours environ). Les essais de cisaillement étant destructifs, nous les avons réalisés à la fin du vieillissement (après 90 jours).

Le stockage en température a été réalisé dans un four à 85°C, sous pression atmosphérique. De plus, nous avons choisi la température de stockage en fonction des propriétés du matériau ABS (température à la limite de dégradation du polymère, étudié Chapitre III.2.2.1) et des normes de cyclage thermique pour le packaging de composants en microélectronique (JESD22-A104E (125)). Cet essai, nous permet de réaliser un vieillissement accéléré du démonstrateur et de vérifier son comportement en température. Comme sur les vieillissements précédents, nous avons assuré un suivi régulier en caractérisant la morphologie et le comportement électrique du démonstrateur. Ils ont été prélevés du four pour les caractérisations après un stockage de 10h, 100 h et 1000h, puis replacés en cycle de vieillissement.

Afin d'éviter la destruction des boîtiers creux pendant les caractérisations, nous avons réalisé les essais de vieillissement sur des démonstrateurs packagés avec des boîtiers pleins. Pour chaque condition de vieillissement, nous avons testés quinze démonstrateurs de type 1 et quinze démonstrateurs de types 2 pour être représentatif sur les différents cas.

### V.3.1. Vieillissement du polymère imprimé

Dans cette partie, nous allons suivre la morphologie du polymère imprimé au cours des différentes conditions de vieillissement. Nous avons dans un premier temps réalisé une étude dimensionnelle. Comme l'illustre la Figure V-22, nous

avons pu constater que les dimensions des boitiers étaient stables au cours du vieillissement en température. Cette stabilité a également été confirmée pour les vieillissements sous lumière naturelle et dans le noir.

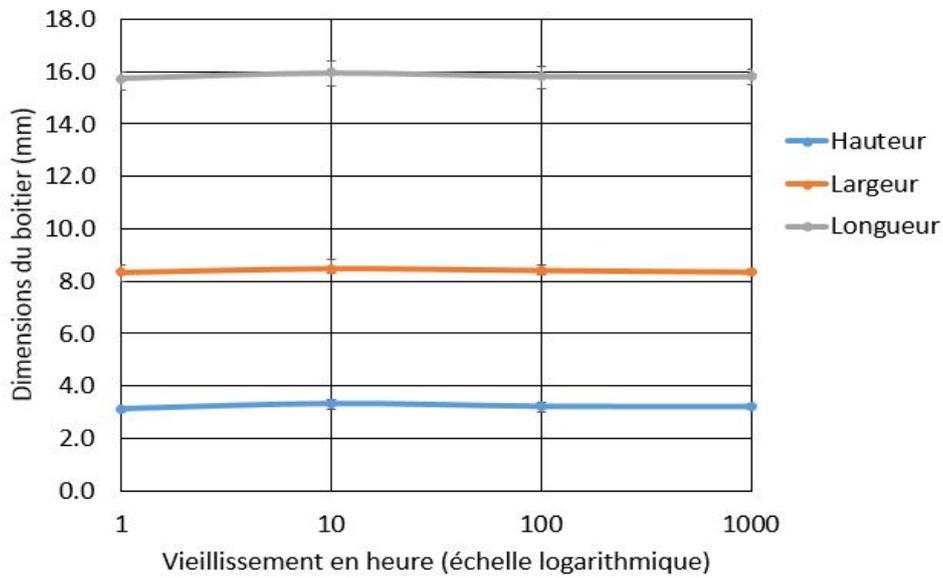


Figure V-22 : Suivi des dimensions du boîtier plein en fonction du vieillissement en température (à 85°C)

Durant nos essais de vieillissement, nous avons vu apparaître une coloration jaune/brun dans le polymère du boîtier plein, comme l'illustre la Figure V-23.

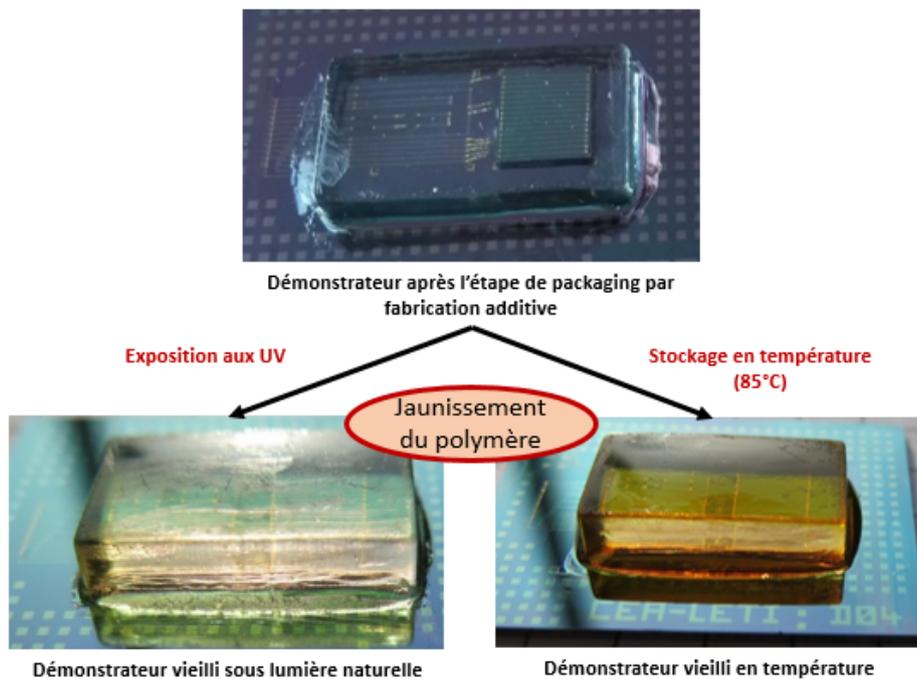


Figure V-23 : Apparition d'une coloration jaune/brun dans le polymère sous les effets des rayons UV et/ou d'un stockage en température (85°C)

En effet, sous l'action de la lumière UV (rayonnement compris entre 295 et 400 nm), de la température et du milieu oxydant (présence d'air), le polymère peut être soumis à des phénomènes de photo-oxydation entraînant des dégradations via des mécanismes d'oxydation radicalaires en chaîne (100)(126)(127).

De plus, ce phénomène s'accroît au cours du temps et des conditions de stockage appliquées. Dans notre cas, comme le synthétise les Figure V-24 et Figure V-25, un léger jaunissement se développe sur les boîtiers pleins des démonstrateurs exposés à la lumière naturelle et un brunissement de plus en plus intense sur les démonstrateurs stockés en température. Dans le cas du vieillissement dans le noir, nous n'avons observé aucune coloration durant la période testée.

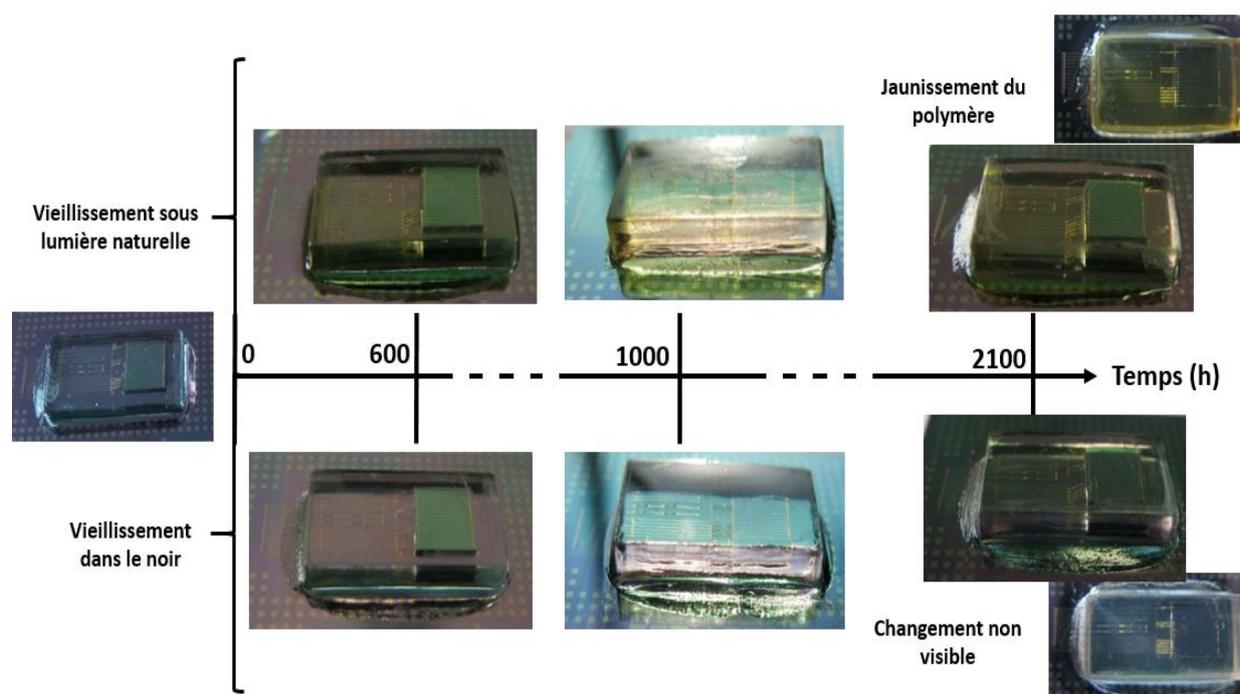
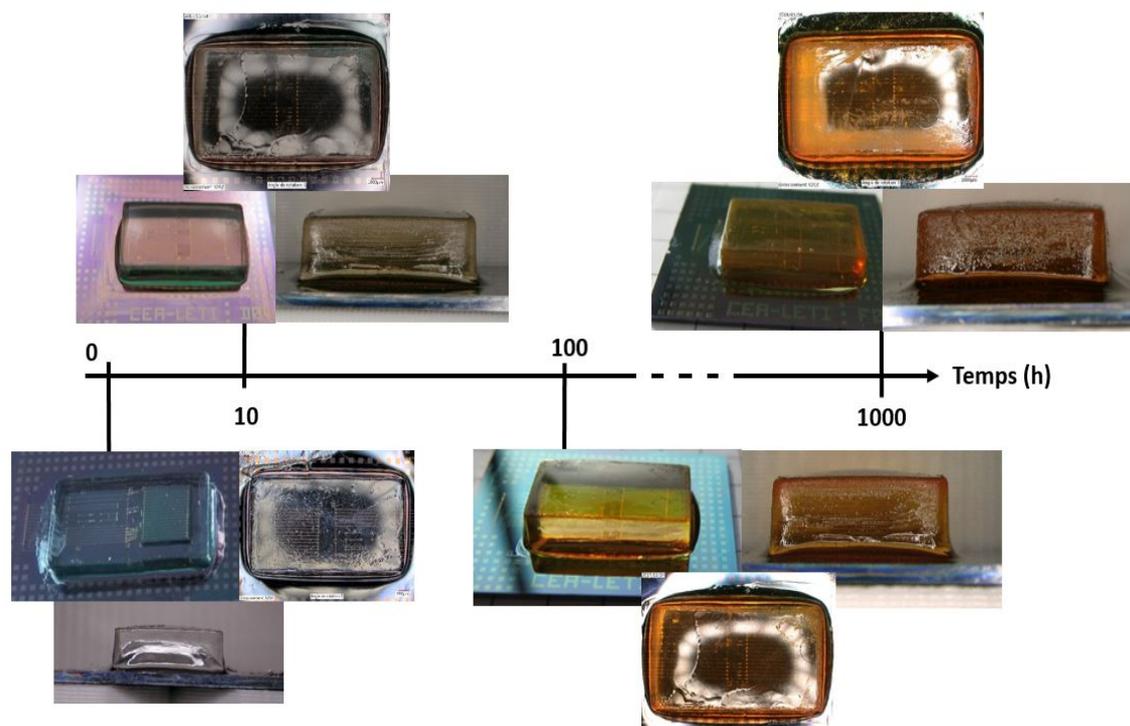


Figure V-24 : Evolution de la morphologie du boîtier plein suivant le vieillissement sous lumière naturelle (un jaunissement apparait au cours du temps) et dans le noir (aucun changement visible sur la période testée)



*Figure V-25 : Evolution de la morphologie du boîtier plein suivant le stockage en température (85°C)*

Nous pouvons schématiser le mécanisme général d'oxydation radicalaire par la Figure V-26. En effet, celle-ci explique les différentes étapes du processus d'oxydation ainsi que les éléments chimiques mis en jeu. Les hydroperoxydes (OOH), qui sont en réalité les premiers produits observables à température ambiante sont instables photochimiquement et thermiquement. De plus, ils se décomposent pour former des macro-radicaux alcoyles  $PO\cdot$  et des radicaux hydroxyles  $HO\cdot$ , eux-mêmes très réactifs. En fonction de la structure chimique des polymères PH, les radicaux  $PO\cdot$  vont évoluer pour former des produits d'oxydation (126)(128). Ce sont ces produits d'oxydation qui sont détectés par les analyses chimiques comme nous l'avons vu dans le Chapitre III.2.1.

Nous pouvons ainsi conclure que le polymère s'oxyde en présence d'air (oxygène), de rayonnement UV et de chaleur. Les boîtiers vieillis dans le noir sont moins affectés par l'oxydation en raison de leurs expositions à un unique déclencheur : l'oxygène. La cinétique du mécanisme d'oxydation sera donc plus longue.

Dans le cadre de nos travaux, l'oxydation rapide (inférieur à 1000h) des boîtiers polymère n'impacte pas le fonctionnement du démonstrateur ainsi que sa morphologie. Ce n'est donc pas un point bloquant. Cependant si des travaux à plus long terme ou à valeurs industrielles doivent être effectués, un autre polymère moins sensible à l'oxydation est à préconiser.

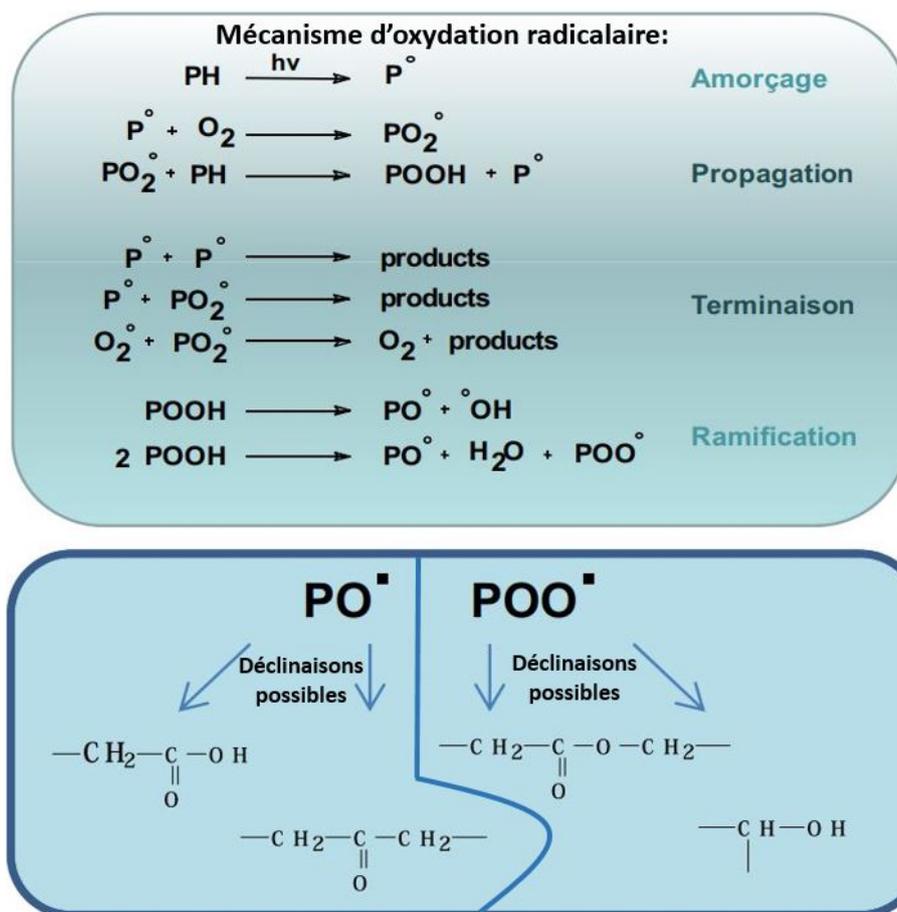


Figure V-26 : Les différentes étapes du mécanisme d'oxydation radicalaire en chaîne d'un polymère (PH) et les déclinaisons possibles des éléments  $\text{PO}^\bullet$  et  $\text{POO}^\bullet$  (126)

Les différents vieillissements testés conservent les dimensions du boîtier. Cependant nous avons pu constater que le polymère brunit suite à une réaction d'oxydation dont les déclencheurs sont : une exposition à l'air, aux UV et/ou à la chaleur.

### V.3.2. Résultats électriques

Une fois l'étude morphologique terminée, nous avons réalisé les tests électriques. Les tests ont été réalisés dans les mêmes conditions que ceux après impression du boîtier. Nous pouvons constater sur la Figure V-27 que les résultats de la résistance électrique des pistes (environ 20  $\Omega$ ) ne varient pas en fonction des vieillissements testés. En effet, la résistance avant impression est identique à celle après l'impression du boîtier par stéréolithographie. Puis celle-ci reste constante malgré les différents vieillissements.

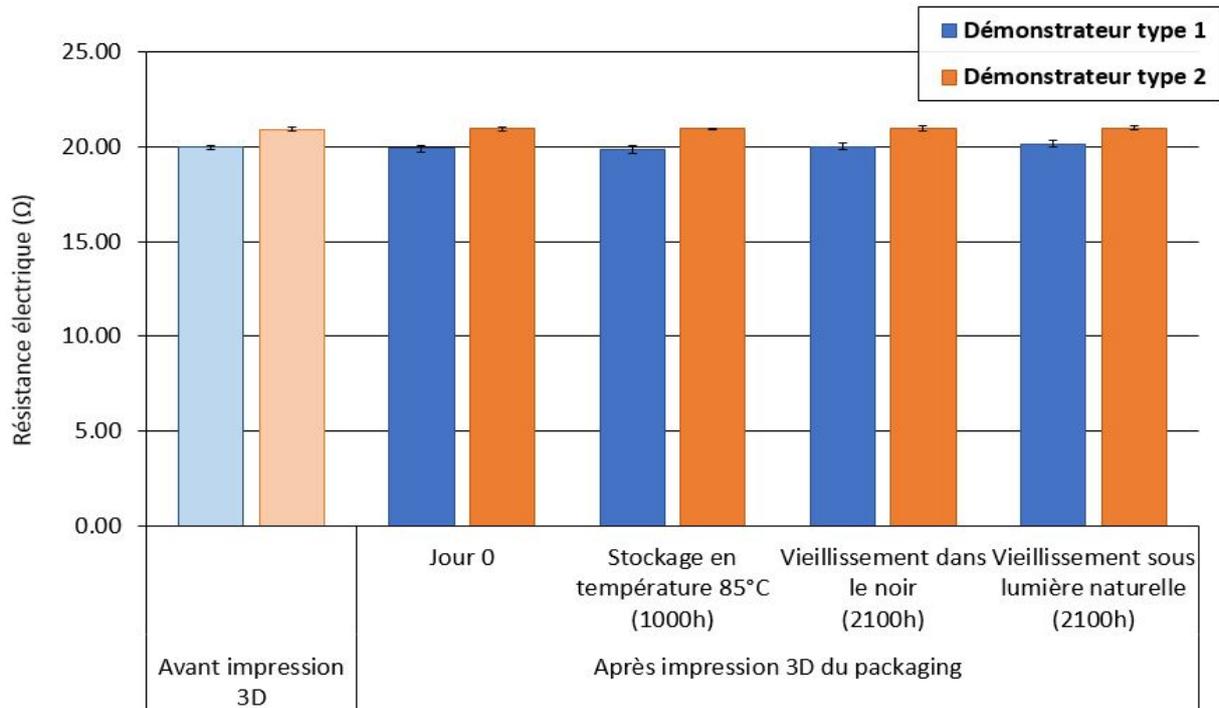


Figure V-27 : Résultats des tests électriques réalisés durant le vieillissement des démonstrateurs

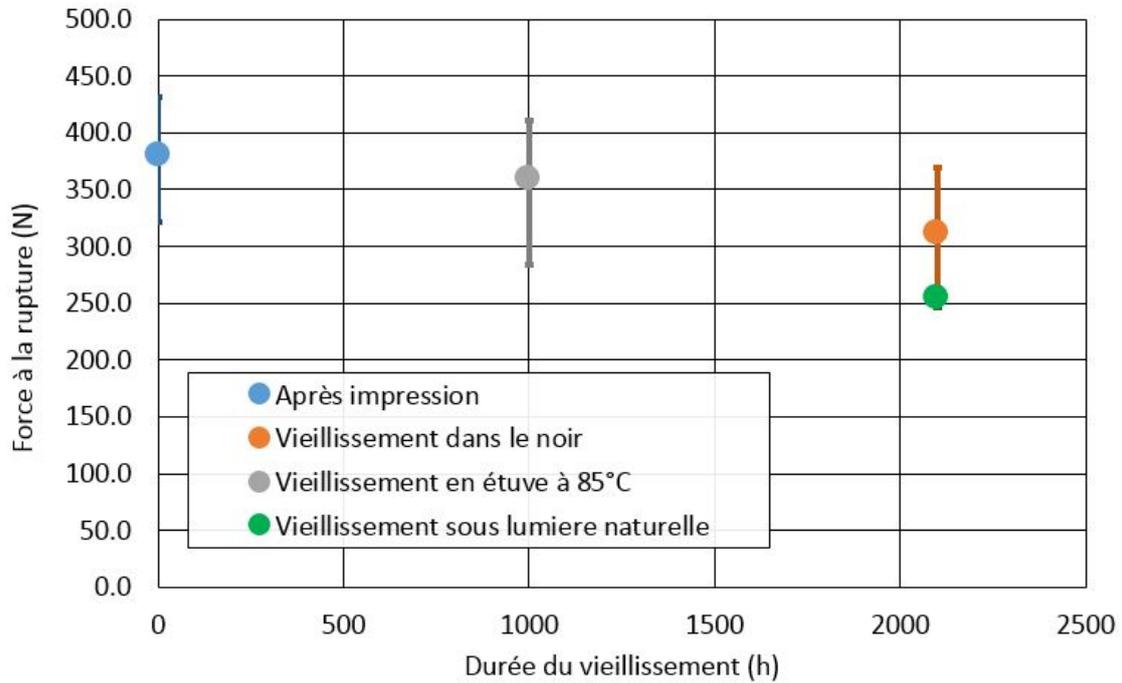
D'après ces résultats (Figure V-27), nous pouvons conclure que le vieillissement du polymère n'endommage pas les pistes ainsi que le câblage électrique.

### V.3.3. Résultats mécaniques

Pour terminer, nous réalisons les essais de cisaillement sur les démonstrateurs vieillis dans les différentes conditions. Nous pouvons observer sur la Figure V-28, que la force à la rupture oscille entre 250 et 430 N. En prenant en compte les barres d'erreurs, nous remarquons que les différences de force à la rupture entre le vieillissement en étuve et la référence, ne sont pas significatives.

Cependant une légère diminution peut être observée pour les boîtiers vieillis dans le noir et sous lumière naturelle. Nous pouvons avancer comme hypothèse que ces résultats sont liés à une prise d'humidité du polymère (129). En effet, le polymère peut absorber l'humidité présente dans l'air ambiant ce qui peut entraîner un gonflement du polymère et générer des contraintes ou des amorces de rupture à l'interface polymère/substrat (130). L'eau présente dans le polymère peut également petit à petit migrer vers l'interface boîtier/substrat perturbant l'adhésion entre les deux. Cette hypothèse peut être confirmée par la présence d'un capteur d'humidité dans le démonstrateur et les modifications du polymère

peuvent être évitées par un traitement spécifique du polymère (ajout d'adjuvant, couche de protection, ...)(126).



*Figure V-28 : Force à la rupture en fonction des différents vieillissement testés, obtenue à l'aide d'essais de cisaillement sur les démonstrateurs packagés avec des boîtiers pleins de types 1 et 2*

Le vieillissement n'impacte pas significativement la tenue au cisaillement et celle-ci reste correcte sur l'ensemble des cas étudiés (comprise entre 250 N et 450 N).

## SYNTHESE

La création d'un démonstrateur opérationnel nous a permis de prouver le concept d'un packaging obtenu par fabrication additive polymère et plus particulièrement par stéréolithographie. En effet, grâce à nos essais, nous avons démontré que le packaging réalisé n'endommage pas le démonstrateur et n'influe pas sur son bon fonctionnement. De même, les différents vieillissements testés n'impactent pas les pistes électriques ainsi que le câblage et conserve les dimensions du boîtier. Les essais de vieillissement, nous ont également permis de constater quelques modifications du polymère comme : un jaunissement dû à l'oxydation du polymère (exposition à l'air, aux UV, à la chaleur) ou une perte de tenue mécanique liée à l'humidité ambiante, mettant en évidence les limites de l'ABS. Afin de compléter l'analyse, des tests de vieillissement complémentaires pourraient être réalisés comme le cyclage thermique, les essais en atmosphère humide, etc.

Nous pouvons donc conclure qu'un packaging est réalisable par fabrication additive et que celui-ci n'endommage pas un composant électronique sans partie mobile. Par ailleurs, les limitations en vieillissement du polymère nous alertent sur le choix des matériaux d'impression pour un packaging industriel. Des améliorations dimensionnelles pour affiner et compacter le boîtier, ainsi qu'une étude d'optimisation du nettoyage des boîtiers sont des points à approfondir.



# Conclusion Générale

---

L'objectif de ces travaux de thèse était de déterminer la pertinence de la fabrication additive dans le domaine de la microélectronique et plus particulièrement celui du packaging. Pour cela, une étude exploratoire a été menée sur la réalisation d'un packaging imprimé par fabrication additive directement sur un substrat de silicium comportant un composant.

Dans le chapitre III, la qualification des imprimantes 3D de stéréolithographie et fil fondu a permis de déterminer que la technique de stéréolithographie permettait d'approcher aux mieux les dimensions nécessaires au packaging de composants électroniques. Par ailleurs, une étude des matériaux visant à déterminer l'affinité des substrats avec le polymère a été réalisée. Les caractéristiques matériaux et la composition chimique du polymère (ABS) ont pu être décrits, ainsi que les propriétés de surfaces des substrats (rugosité, texturation, nature du dépôt, ...). Puis des essais de mouillabilité de surface ont été réalisés sur les différents substrats étudiés, permettant d'observer un comportement mouillable du polymère sur l'ensemble des substrats. Ce comportement du polymère liquide, nous permet d'obtenir une première couche de polymère homogène et solidaire du substrat lors de l'impression directe dans le bain de résine. La bonne mouillabilité obtenue sur les substrats permet donc à la première couche imprimée d'adhérer au substrat. Par ailleurs, il est important que le polymère s'étale en suivant la surface réelle de contact afin de l'exploiter au mieux et ainsi améliorer la tenue mécanique générale (et particulièrement au cisaillement) du système. En effet, sur les plaques de silicium texturées, le polymère pénètre dans la texturation exploitant au mieux la surface réelle de contact. Ainsi lorsque la structure est cisailée, les forces d'adhésion présentes à l'interface sont renforcées par la chimie de surface et les ancrages mécaniques. En revanche, sur les plaques avec des motifs non débouchants (trous ne traversant pas la plaque, obtenus à l'aide du procédé Bosch), le polymère se comporte selon le principe de Cassie-Baxter, limitant la surface de contact avec le substrat et diminuant ainsi l'adhérence du polymère au substrat. Les substrats texturés (avec des rainures pouvant évacuer l'air) favorisent donc l'adhérence.

Le chapitre IV, s'est concentré sur l'impression par stéréolithographie directe sur les substrats ainsi que l'adhérence obtenue entre ces deux éléments. En effet, une fois la structure imprimée (cube), celle-ci a été soumise à des essais de cisaillement afin de caractériser la tenue mécanique du polymère et ainsi estimer l'adhérence de l'interface polymère/substrat. Pour compléter ces caractérisations, une modélisation du comportement mécanique du système a été réalisée via des simulations par calculs d'éléments finis. Les études mécaniques obtenues sur l'ensemble des substrats étudiés indiquent que le cube imprimé ne subit aucune déformation notable et que les contraintes engendrées par l'essai de cisaillement sont majoritairement localisées à l'interface, dans la zone de contact entre l'arête du cube et le substrat, sur la face poussée lors de l'essai.

Dans notre cas, les affinités chimiques déterminantes pour l'adhésion se mettent en place lors de la polymérisation de l'ABS. En effet, la polymérisation radicalaire permet de combiner les monomères de l'ABS avec les différentes espèces chimiques présentes à la surface des plaques de silicium. Cette théorie, confirmée grâce à l'analyse XPS de l'interface polymère/TiN, montre la modification chimique du polymère à l'interface en contact avec le TiN. Ainsi le polymère est modifié en fonction des éléments disponibles en surface, créant des liaisons chimiques de nature différentes à l'interface polymère/substrat. Les liaisons peuvent être covalentes (cas du HMDS, Ti, TiN, ...) ou faibles avec des liaisons hydrogènes ou Van der Waals (l'Au, le SiN, ...). La nature et le nombre de ces liaisons déterminent les mécanismes chimiques (thermodynamique) de l'adhésion.

En analysant et en confrontant l'ensemble des résultats obtenus dans les chapitre III et IV, nous pouvons déterminer les paramètres clés qui favorisent la tenue mécanique en cisaillement, d'un packaging imprimé par stéréolithographie sur une plaque de silicium :

- Phénomène de thermodynamique
  - la chimie de la plaque sur laquelle intervient l'impression
    - mouillabilité au polymère (non polymérisé)
    - composition de surface
    - activation de surface (selon le matériau)
    - capacité des espèces en surface à réagir au processus de polymérisation (dégradation, ouverture des liaisons, etc.)
  - la chimie du polymère
    - réaction de polymérisation (espèces réalisés, coproduits, sous-produits)
    - composition du polymère (espèces actives, espèces limitantes)
    - affinités des espèces formées avec le substrat

- affinités des espèces du polymère avec le substrat modifié par la réaction de polymérisation (UV, chaleur, molécules déjà liées, etc.)
- Les ancrages mécaniques :
  - la topologie de surface
    - rugosité (gamme 10 à 100  $\mu\text{m}$ , voire plus)
    - géométrie des ancrages mécaniques
    - densité des ancrages
    - modes de réalisation (l'usinage induit du stress et des amorces de rupture, contrairement à la gravure ou la croissance)
    - la relation entre la surface et le polymère liquide (écoulement, homogénéité du matériau, vides, comportement de Cassie-Baxter)

Dans notre étude, le premier paramètre permettant de contrôler la faisabilité de l'impression directe sur un substrat est la mouillabilité de surface (paramètre thermodynamique). Dans le cas d'une bonne mouillabilité, nous avons constaté que les paramètres d'ancrages mécaniques (paramètre mécanique/physique) contribuent majoritairement à l'amélioration de l'adhérence. Les paramètres mécaniques/physiques semblent prépondérants sur les paramètres de thermodynamique dans les mécanismes d'adhésion.

D'après les essais effectués, une surface texturée 100x100x180 recouverte d'un dépôt TiN présente l'adhérence maximale de la structure imprimée parmi les cas expérimentés durant cette étude.

Le chapitre V, traite un cas concret de packaging avec la création d'un démonstrateur fonctionnel encapsulé par fabrication additive polymère et plus particulièrement par stéréolithographie. Les différentes caractérisations morphologiques, électriques et mécaniques réalisées sur les démonstrateurs ont démontrées que le packaging réalisé n'endommage pas le système et n'influe pas sur son bon fonctionnement. De même, les vieillissements testés n'impactent pas les pistes électriques, ni le câblage du système et les dimensions du boîtier sont conservées. Cependant, les essais de vieillissement, ont permis de constater quelques altérations du polymère au cours du temps comme : un jaunissement dû à l'oxydation du polymère (exposition à l'air, aux UV, à la chaleur) ou une perte de tenue mécanique liée à l'humidité ambiante, mettant en évidence les limites de l'ABS. Ces limitations observées, nous alertent sur l'importance du choix des matériaux d'impression pour un packaging industriel.

Au regard des différents résultats obtenus, nous pouvons conclure qu'un packaging de composants de microélectronique, sans partie mobile, est réalisable par fabrication additive.

## PERSPECTIVES

Les résultats obtenus au cours de ce travail de recherche ont permis de mettre en avant la complexité du sujet « l'impression 3D polymère appliqué au domaine de la microélectronique ». Afin de compléter cette étude, et tendre vers des solutions industrialisables, de nombreuses problématiques restent encore à maîtriser. Nous pouvons penser, en particulier, au développement :

- D'une étude déterminant précisément les espèces chimiques présentes en surface des substrats, leurs affinités avec les molécules de polymère, les types de liaisons mises en place entre les deux, etc.
- D'une étude sur les mécanismes physico-chimiques mis en jeu lors de la polymérisation de l'ABS afin de déterminer l'évolution des liaisons créées entre le polymère et le substrat et ainsi remonter aux conditions de surface optimales (traitements de surface pour optimiser les affinités chimiques pendant le processus de polymérisation, performances mécaniques du système, ...)
- D'une étude mécanique approfondie (cisaillement, traction) du système (cube sur silicium) afin d'analyser la répartition des contraintes dans les différentes interfaces présentes et définir une architecture du système permettant de renforcer l'adhérence.
- D'une étude sur l'herméticité des boîtiers réalisés par fabrication additive.
- D'une étude sur la réalisation d'un packaging répondant aux cahiers des charges industriels. Par exemple, le boîtier devrait répondre aux spécifications suivantes (spécifications utilisées pour les boîtiers époxy protégeant les capteurs utilisés dans le domaine de l'automobile) :
  - Tenue à l'humidité - absorption d'eau (10 jours à 20°C) : < 0.5 %
  - Tenue en température : -40°C, +120°C
  - Tenue au claquage : 56.5 KV
  - Tenue mécanique à la traction : 50 MPa
  - Tenue mécanique en compression : 120 MPa
  - Conductivité thermique : 0.91 W/m.K

De plus, nos travaux se sont focalisés sur des composants peu complexes avec des boîtiers polymères, nous pouvons imaginer élargir cette technique à des gammes de composants plus complexes tels que les MEMS. Pour cela, plusieurs solutions doivent être explorées.

La première solution envisagée, consiste à utiliser les MEMS en enceinte fermée (avec un capot silicium) ou de réaliser une première encapsulation simple des composants afin de les protéger de la résine liquide de la stéréolithographie. Puis une fois le MEMS protégés, réaliser un packaging (second niveau) plus

complexe et fonctionnalisé, adapté aux composants. Il est également possible, de réaliser une encapsulation qui engloberait plusieurs composants d'un système.

La seconde solution serait d'essayer de nouvelles techniques de fabrication additives, fonctionnant avec un dépôt de matière très localisé, telles que les techniques : polyjet ou LIFT. En effet, le dépôt de matière goutte à goutte évite une immersion complète du composant électronique (dans un bac de poudre ou bain de résine), limitant ainsi les risques de dysfonctionnement du système et de contamination.

Par ailleurs, ces technologies permettraient une fonctionnalisation du packaging intéressante. Dans le cas de la technologie LIFT, technique de fabrication additive permettant un dépôt métallique, il est possible de réaliser des motifs conducteurs sur des substrats de différentes natures (polymère, silicium ...). Ainsi, le boîtier pourrait avoir des connexions et des pistes électriques internes, les réseaux électriques pourraient être réalisés sur des surfaces non planes, l'encombrement des connexions diminué, etc.

Au cours de cette thèse, une première étude sur la technologie LIFT et son rôle pour une possible fonctionnalisation de boîtier a été réalisée. Un résumé des premiers résultats se trouve en annexe 2.



# Références

---

1. Lin L. MEMS post-packaging by localized heating and bonding. IEEE Trans Adv Packag. nov 2000;23(4):608-16.
2. Nathanson HC, Newell WE, Wickstrom RA, Davis JR. The resonant gate transistor. IEEE Trans Electron Devices. mars 1967;14(3):117-33.
3. Barriere F. Mise au point d'une solution d'encapsulation sur tranche pour les micro-commutateurs MEMS RF. [Limoges]: Université de Limoges; 2010. Disponible sur: <http://epublications.unilim.fr/theses/2010/barriere-fabien/barriere-fabien.pdf>
4. Nathanson HC, Wickstrom RA. A resonant-gate silicon surface transistor with high-q band-pass properties. Appl Phys Lett. 15 août 1965;7(4):84-6.
5. Civera D. MEMS : le monde microscopique de votre smartphone [Internet]. Tom's Hardware. 2012. Disponible sur: <http://www.tomshardware.fr/articles/MEMS,2-811.html>
6. Francais O. Qu'est ce qu'un MEMS? [Internet]. Disponible sur: <https://docplayer.fr/28638306-Qu-est-ce-qu-un-mems.html>
7. Encyclopédie Larousse. Encapsulation [Internet]. Disponible sur: <http://www.larousse.fr/dictionnaires/francais/encapsulation/29088>
8. Malhaire C. Caractérisation et modélisation de microtransducteurs de pression a hautes performances intégrées sur silicium. Lyon, INSA; 1998. Disponible sur: <http://www.theses.fr/1998ISAL0014>
9. Val A. Packaging et Interconnexion en Micro-Electronique [Internet]. 2011 Mai; Fréjus. Disponible sur: <http://www.in2p3.fr/actions/formation/microelectronique11/Packaging.pdf>
10. Texas Instrument. Semiconductor Packaging Assembly Technology. :10.
11. ER2188 Résine époxy noire | Electrolube - The Solutions People [Internet]. Electrolube. Disponible sur: [https://www.electrolube.fr/produits/resines/er2188/resines\\_epoxy/](https://www.electrolube.fr/produits/resines/er2188/resines_epoxy/)
12. Ben Naceur W. Evaluation des solutions d'encapsulation quasi-hermetique pour les composants actifs hyperfréquences. [Bordeaux]: Université Sciences et Technologies; 2013. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00991023/document>

13. Epoxy Technology INC. Glob Top [Internet]. 2014. Disponible sur: [http://www.epotek.com/site/files/brochures/pdfs/Glob\\_Top\\_SAS.pdf](http://www.epotek.com/site/files/brochures/pdfs/Glob_Top_SAS.pdf)
14. Bardonnnet P. Résines époxydes (EP) - Composants et propriétés [Internet]. 1992. Disponible sur: <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/42146210-matieres-thermodurcissables-monographies/download/a3465/resines-epoxydes-ep.html>
15. Guivier H. Silicones SI [Internet]. 1982. Disponible sur: <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/tiaam-archives-plastiques-et-composites/download/a3475/1/silicones-si.html>
16. Masterbond. Glob Top Epoxies [Internet]. Masterbond. Disponible sur: <https://www.masterbond.com/industries/glob-top-epoxies>
17. Monfraix P, Albo L, Drevon C, Cazaux JL, Roux JL. Microwave glob top for space applications: A route to non hermiticity. In: 2001 31st European Microwave Conference. 2001. p. 1-4.
18. Poupon G. Traitement des puces électroniques et nouveaux procédés d'interconnexion. Lavoisier; 2011. 323 p.
19. Gilleo K, Jones D. 2005 Injection molded & micro fabrication electronic packaging [Internet]. Disponible sur: <http://www.allflexinc.com/2005-injection-molded-micro-fabrication-electronic-packaging/>
20. Centofante CA. Mold for injection molding encapsulation over small device on substrate [Internet]. US6139304A, 1996. Disponible sur: <http://www.google.com/patents/US6139304>
21. Ardebili H, Pecht M. Encapsulation Technologies for Electronic Applications. William Andrew; 2009. 500 p.
22. Braun T, Becker KF, Voges S, Thomas T, Kahle R, Bauer J, et al. From wafer level to panel level mold embedding. In: 2013 IEEE 63rd Electronic Components and Technology Conference. 2013. p. 1235-42.
23. Durand S, Honzik P, Suu TLV. Capteurs microphoniques miniature en technologie MEMS. In 2006. Disponible sur: <http://www.conforg.fr/cfa2006/cdrom/data/articles/000125.pdf>
24. Poupon G. Procédés de packaging et d'interconnexion de composants électroniques [Internet]. 2016. Disponible sur: <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/42287210-cartes-electroniques-technologies-et-conception/download/e3401/procedes-de-packaging-et-d-interconnexion-de-composants-electroniques.html>
25. Diot J-L. Packaging des circuits intégrés [Internet]. 2017. Disponible sur: <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/42287210-cartes-electroniques-technologies-et-conception/download/e3400/packaging-des-circuits-integres.html>

26. Romig AD, Dressendorfer PV, Palmer DW. High performance microsystem packaging: A perspective. *Microelectron Reliab.* 1 oct 1997;37(10):1771-81.
27. Barlier C, Bernard A. *Fabrication additive à l'impression 3D: du prototypage rapide à l'impression 3D.* Paris: Dunod; 2015.
28. Kietzmann J, Pitt L, Berthon P. Disruptions, decisions, and destinations: Enter the age of 3-D printing and additive manufacturing. *Bus Horiz.* 1 mars 2015;58(2):209-15.
29. Hull CW. The Birth of 3D Printing. *Res-Technol Manag.* 1 nov 2015;58(6):25-30.
30. Hull CW. Apparatus for production of three-dimensional objects by stereolithography [Internet]. Disponible sur: <https://patents.google.com/patent/US4575330A/en>
31. Smalley DR, Hull CW. Method of making a three dimensional object by stereolithography [Internet]. US5130064A, 1988. Disponible sur: <http://www.google.com/patents/US5130064>
32. Crump SS, Priedeman WR, Handson JJ. Rapid prototype injection molding [Internet]. US7125512B2, 2002. Disponible sur: <http://www.google.com/patents/US7125512>
33. Sakly A. *Fabrication additive de pièces à base d'alliages métalliques complexes.* Université de Lorraine; 2013. Disponible sur: <http://www.theses.fr/2013LORR0008>
34. Yan X, Gu P. A review of rapid prototyping technologies and systems. *Comput-Aided Des.* 1 avr 1996;28(4):307-18.
35. Pham DT, Gault RS. A comparison of rapid prototyping technologies. *Int J Mach Tools Manuf.* 1 oct 1998;38(10):1257-87.
36. Bártolo PJ. *Stereolithography: Materials, Processes and Applications.* Springer Science & Business Media; 2011. 345 p.
37. Proform. Prototypage rapide, stéréolithographie, impression 3D, moulage sous vide, prototypes - Stéréolithographie, microstéréolithographie, impression 3D, prototypes [Internet]. Disponible sur: <http://www.proform.ch/fr/procedes/stereolithographie.html>
38. Lansard M. *Les technologies d'impression 3D* [Internet]. 2018. Disponible sur: <https://www.aniwaa.fr/les-technologies-dimpression-3d/>
39. Coleman AW, Mollet L. *Laboratoire des Multimatériaux et Interfaces - UMR 5615 - Impression 3D et Imprimantes 3D.* 2016; Disponible sur: <http://lmi.cnrs.fr/spip.php?article360>

40. 3D varius. Comment fonctionne l'impression 3D par stéréolithographie? [Internet]. 2017. Disponible sur: <https://www.3d-varius.com/fr/impression-3d-stereolithographie/>
41. Sette D. Functional printing: From the study of printed layers to the prototyping of flexible devices. Université de Grenoble; 2014. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01152867/>
42. Guo Y, Patanwala HS, Bognet B, Ma AWK. Inkjet and inkjet-based 3D printing: connecting fluid properties and printing performance. Rapid Prototyp J [Internet]. 03-13 2017; Disponible sur: <http://www.emeraldinsight.com/doi/abs/10.1108/RPJ-05-2016-0076>
43. Tehrani BK, Cook BS, Tentzeris MM. Inkjet-printed 3D interconnects for millimeter-wave system-on-package solutions. In 2016.
44. Susana. L'impression 3D par PolyJet, on vous explique tout! [Internet]. 2016. Disponible sur: <https://www.3dnatives.com/impression-en-3d-polyjet/>
45. Sachs EM, Haggerty JS, Cima MJ, Williams PA. Three-dimensional printing techniques [Internet]. US5204055A, 1989. Disponible sur: <http://www.google.com/patents/US5204055>
46. Roditi D. L'impression 3D, comment atteindre les cadences industrielles? [Internet]. Disponible sur: <https://www.slideshare.net/DenisRoditi/limpression-3d-comment-atteindre-les-cadences-industrielles-60714270>
47. Jee HJ, Sachs E. A visual simulation technique for 3D printing. Adv Eng Softw. 1 févr 2000;31(2):97-106.
48. Wang D, Wen C, Chang Y, Lin W, Chen S-C. Ultrafast Laser-enabled 3D Metal Printing: A Solution to Fabricate Arbitrary Submicron Metal Structures. Precis Eng [Internet]. Disponible sur: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0141635917305317>
49. Cutullic S. Fabrication additive métallique Technologies et Opportunités [Internet]. Insa Rouen; 2015. Disponible sur: [http://www.aripicardie.org/fileadmin/res/PDF/2015-04\\_FabAdditiveMetallique\\_TechnoOpportunités-NAE.pdf](http://www.aripicardie.org/fileadmin/res/PDF/2015-04_FabAdditiveMetallique_TechnoOpportunités-NAE.pdf)
50. Kenzari S, Bonina D, Dubois JM, Fournée V. Quasicrystal-polymer composites for selective laser sintering technology. Mater Des. 1 mars 2012;35(Supplement C):691-5.
51. Technologie SLS [Internet]. Prismadd. 2015. Disponible sur: <http://prismadd.com/technologie-sls/>
52. Direct Metal Laser Sintering (DMLS) [Internet]. 2009. Disponible sur: <https://kylestetzerp.wordpress.com/2009/05/20/direct-metal-laser-sintering-dmls/>

53. La Productique et sa Culture : Impression 3D, fusion par faisceau d'électrons (EBM) [Internet]. rocbo. Disponible sur: <http://www.rocbo.net/Product/Ressources/NouvellesTechnologies/StereolithographieAndCo/Processus/EBM.htm>
54. Ponche R. Méthodologie de conception pour la fabrication additive, application à la projection de poudres. Ecole Centrale de Nantes; 2013.
55. Schneider MF. Laser cladding with powder. 03-19 1998; Disponible sur: <https://research.utwente.nl/en/publications/laser-cladding-with-powder>
56. Laser Cladding [Internet]. White Fox Teacher. Disponible sur: <https://sites.google.com/site/whitefoxteacher/technologies/additive-manufacturing/laser-cladding>
57. Carneiro OS, Silva AF, Gomes R. Fused deposition modeling with polypropylene. Mater Des. oct 2015;83:768-76.
58. Fused Deposition Modeling (FDM) [Internet]. custompart.net. 2018. Disponible sur: <http://www.custompartnet.com/wu/fused-deposition-modeling>
59. Lauvaux G. La réalisation d'œuvres d'art par prototypage rapide avec le procédé de Stratoconception®. Reims; 2005. Disponible sur: <http://www.theses.fr/2005REIMS007>
60. Houtmann Y. Décomposition avancée de modèles numériques CAO pour le procédé de Stratoconception. Développement des outils associés. Université Henri Poincaré - Nancy I; 2007. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00203164/document>
61. Description générale des systèmes de fabrication additive (AM) — FabLac [Internet]. Disponible sur: [https://fablac.miraheze.org/wiki/Description\\_g%C3%A9n%C3%A9rale\\_des\\_syst%C3%A8mes\\_de\\_fabrication\\_additive\\_\(AM\)](https://fablac.miraheze.org/wiki/Description_g%C3%A9n%C3%A9rale_des_syst%C3%A8mes_de_fabrication_additive_(AM))
62. Preveraud J. Fabrication additive : la stratoconception intègre facilement les capteurs dans la matière [Internet]. 2016. Disponible sur: <https://www.industrie-techno.com/fabrication-additive-la-stratoconception-integre-facilement-les-capteurs-dans-la-matiere.41796>
63. La Productique et sa Culture : Impression 3D par encollage de papier (LOM) [Internet]. rocbo. Disponible sur: <http://www.rocbo.net/Product/Ressources/NouvellesTechnologies/StereolithographieAndCo/Processus/LOM.htm>
64. Cognard J. Science et technologie du collage. PPUR presses polytechniques; 2000. 341 p.

65. Lambaré C. La métallisation de surface polymère par procédés plasmas : étude de l'adhésion à l'interface métal/polymère. Nantes; 2014. Disponible sur: <http://www.theses.fr/2014NANT2065>
66. Cheminet H. Formation « Assamblage par collage » (RESCOLL)-Préparations et Traitements des surfaces favorisant l'adhésion [Internet]. 2008 oct. Disponible sur: <https://rescoll.fr/recherche-developpement/collage/>
67. Kinloch AJ. The science of adhesion. *J Mater Sci.* 1 sept 1980;15(9):2141-66.
68. Millet P, Weiss P. Propriétés physiques des matériaux dentaires [Internet]. Disponible sur: <http://campus.cerimes.fr/odontologie/enseignement/chap5/site/html/5.html>
69. Good RJ. Contact angle, wetting, and adhesion: a critical review. *J Adhes Sci Technol.* 1 janv 1992;6(12):1269-302.
70. Cassie ABD. Contact angles. *Discuss Faraday Soc.* 1 janv 1948;3(0):11-6.
71. Reyssat MC. Splendeur et misère de l'effet lotus. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI; 2007. Disponible sur: <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-00154505/document>
72. Prodways. Plastcure materials [Internet]. 2016. Disponible sur: <http://www.prodways.com/fr/wp-content/uploads/sites/3/2016/11/PLASTCure-Range-EN-V21.10.2016.pdf>
73. Stratasys. Fortus 250MC [Internet]. Disponible sur: [http://www.stratasys.com/~media/Main/Files/Machine\\_Spec\\_Sheets/PSS\\_FDM\\_Fortus250mc.pdf?la=en](http://www.stratasys.com/~media/Main/Files/Machine_Spec_Sheets/PSS_FDM_Fortus250mc.pdf?la=en)
74. Stratasys. ABSplus-P430 [Internet]. Disponible sur: [http://usglobalimages.stratasys.com/Main/Files/Material\\_Spec\\_Sheets/MSS\\_FDM\\_ABSplusP430.pdf](http://usglobalimages.stratasys.com/Main/Files/Material_Spec_Sheets/MSS_FDM_ABSplusP430.pdf)
75. Guyot A. Procédés de polymérisation radicalaire [Internet]. Disponible sur: <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/archives-th12/archives-operations-unitaires-genie-de-la-reaction-chimique-tiajb/archive-1/polymerisation-j5830/procedes-de-polymerisation-radicalaire-j5830niv10004.html>
76. Kausch H-H. Matériaux Polymères: Propriétés Mécaniques et Physiques. PPUR presses polytechniques; 2001. 680 p.
77. Ni BY, Li JCM, Berry VK. Plastic zone in front of a mode I crack in acrylonitrile-butadiene-styrene polymers. *Polymer.* 1 janv 1991;32(15):2766-70.
78. Maiti SN, Saroop UK, Misra A. Studies on polyblends of poly(vinyl chloride) and acrylonitrile-butadiene-styrene terpolymer. *Polym Eng Sci.* 1 janv 1992;32(1):27-35.

79. Sapin D, Dasnoy-Sumell J. Terpolymères ABS. Documentation [Internet]. Ref: TIP100WEB - « Plastiques et composites ». 1996. Disponible sur: <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/matieres-thermoplastiques-monographies-42147210/terpolymeres-abs-documentation-a3345/>
80. Argoud M. Mécanismes de collage et de transfert de films monocristallins dans des structures à couches de polymères. Grenoble; 2012. Disponible sur: <http://www.theses.fr/2012GRENI083>
81. Stengl R, Tan T, Gösele U. A Model for the Silicon Wafer Bonding Process. *Jpn J Appl Phys.* oct 1989;28(10R):1735.
82. Timpel D, Schaible M, Scheerschmidt K. Molecular dynamics studies of silica wafer bonding. *J Appl Phys.* 19 févr 1999;85(5):2627-35.
83. Narro E. Dynamique de l'assemblage de wafers par adhésion moléculaire. Université de Grenoble; 2014. Disponible sur: [https://tel.archives-ouvertes.fr/file/index/docid/1048574/filename/WaferBondingDynamics\\_NavarroE.pdf](https://tel.archives-ouvertes.fr/file/index/docid/1048574/filename/WaferBondingDynamics_NavarroE.pdf)
84. Thomas RR, Kaufman FB, Kirleis JT, Belsky RA. Wettability of Polished Silicon Oxide Surfaces. *J Electrochem Soc.* 1 févr 1996;143(2):643-8.
85. Avertin S. Développement et caractérisation de procédés de gravure plasma de T.S.V (Through Silicon Via) pour l'intégration tridimensionnelle de circuits intégrés. Université de Grenoble; 2012. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00771420/document>
86. Mellhaoui X. Mécanismes physico-chimiques dans le procédé de gravure plasma du Silicium. Université d'Orléans; 2006. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00080722/document>
87. Craigie CJD, Sheehan T, Johnson VN, Burkett SL, Moll AJ, Knowlton WB. Polymer thickness effects on Bosch etch profiles. *J Vac Sci Technol B Microelectron Nanometer Struct Process Meas Phenom.* 1 nov 2002;20(6):2229-32.
88. Goubault de brugière B. Interconnexions haute densité et intégration 3D: étude du contact mécanique et électrique réalisé par insertion de micro-tubes. Université de Lorraine; 2012. Disponible sur: <http://www.theses.fr/s188051>
89. Febvrier A. Couches minces et multicouches d'oxydes ferroélectrique (KTN) et diélectrique (BZN) pour applications en hyperfréquences / Thin films and multilayers based on KTN ferroelectric and BZN dielectric oxides for microwave devices. Université Rennes 1; 2012. Disponible sur: [https://www.researchgate.net/publication/280899768\\_Couches\\_minces\\_et\\_multicouches\\_d%27oxydes\\_ferroelectrique\\_KTN\\_et\\_dielectrique\\_BZN\\_pour\\_applications\\_en\\_hyperfrequences\\_Thin\\_films\\_and\\_multilayers\\_based\\_on\\_KTN\\_ferroelectric\\_and\\_BZN\\_dielectric\\_oxides\\_for](https://www.researchgate.net/publication/280899768_Couches_minces_et_multicouches_d%27oxydes_ferroelectrique_KTN_et_dielectrique_BZN_pour_applications_en_hyperfrequences_Thin_films_and_multilayers_based_on_KTN_ferroelectric_and_BZN_dielectric_oxides_for)

90. Zani M-L. La mesure de rugosité? Quelques normes ... et plusieurs dizaines de paramètres [Internet]. 2003. Disponible sur: <http://www.mesures.com/pdf/old/758Rugosite.pdf>
91. Dehaoui A. Viscosité de l'eau surfondue. [Lyon]: Université Claude Bernard; 2016. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01287202/document>
92. Jedec. Solder Ball Shear - JESD22-B117B [Internet]. 2014. Disponible sur: <https://www.jedec.org/system/files/docs/22B117B.pdf>
93. Basset J-P, Cartraud P, Jacquot C, Leroy A, Peseux B, Vaussy P. Introduction à la résistance des matériaux. :179.
94. Rabemananjara L. Etude de l'influence de la vitesse de déformation sur la réponse à l'indentation des matériaux polymères. :189.
95. Mesures 4 pointes [Internet]. GCM Lab. Disponible sur: <http://www.gcmlab.ca/microfabrication-2/mesures-4-pointes/>
96. Oudin H. Méthode des éléments finis. Ecole Centrale de Nantes (ECN); 2008. Disponible sur: <https://cel.archives-ouvertes.fr/cel-00341772/document>
97. Wirth E, Guitteny F, Mathonat C. Thermogravimétrie [Internet]. 2014. Disponible sur: <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/42384210-methodes-thermiques-d-analyse/download/p1260/thermogravimetrie.html>
98. Widmann G. Conseil TA : Interprétation des courbes de TGA [Internet]. Disponible sur: [https://www.mt.com/mt\\_ext\\_files/Editorial/Generic/3/TA\\_UserCom13\\_0240929710242401\\_files/tausc13f.pdf](https://www.mt.com/mt_ext_files/Editorial/Generic/3/TA_UserCom13_0240929710242401_files/tausc13f.pdf)
99. Alkhuder A. Structuration des mélanges ABS/PC en vue du recyclage des DEEE. Conservatoire national des arts et métiers - CNAM; 2014. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01132493/document>
100. Isselmou Mohamed Habib M. Applications des méthodes de l'analyse thermique à l'étude du vieillissement des polymères. Clermont-Ferrand 2; 2013. Disponible sur: <http://www.theses.fr/2013CLF22404>
101. Belmonte T. Procédés assistés par plasma pour la préparation des surfaces. Février 2004. Disponible sur: <http://matperso.mines-paristech.fr/Donnees/data05/512-SPIlettre2004.pdf#page=28>
102. Benoist P, Legeay G, Morello R, Poncin-Epaillard F. Preparation de surfaces de polymeres par plasma froid pour metallisation par galvanochimie. Eur Polym J. 1 nov 1992;28(11):1383-93.
103. Bazin A. Analyse de procédés de traitement plasma des résines photosensibles à 193 nm pour le développement de technologies CMOS sub-

- 65 nm. Institut Polytechnique de Grenoble. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00668121/document>
104. Foucaud M. Etude de la dégradation de la protection par des résines photosensibles de la grille métallique TiN lors de gravures humides pour la réalisation de transistors de technologies sub-28nm. Université Grenoble Alpes; 2015. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01215598/document>
105. Brinksmeier E, Mutlugünes Y, Klocke F, Aurich JC, Shore P, Ohmori H. Ultra-precision grinding. CIRP Ann. 1 janv 2010;59(2):652-71.
106. Quéré D. Les surfaces super-hydrophobes [Internet]. Disponible sur: <http://www.cnrs.fr/publications/imagesdelaphysique/couv-PDF/IdP2005/37Quere.pdf>
107. Chagas GR. Nanostructured electrodeposited polymers: design and properties of films derived from thienothiophene and pyrene monomers. Université Côte d'Azur; 2017. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01719225/document>
108. Lidon P. Capillarité [Internet]. 2016. Disponible sur: <https://cel.archives-ouvertes.fr/cel-01332274/document>
109. Tran Y. Surfaces et interfaces [Internet]. 2013. Disponible sur: <https://www.espci.fr/sites/www.espci.fr/IMG/pdf/Tran-ESPCI.pdf>
110. Encyclopédie Larousse. Capillarité [Internet]. Disponible sur: <http://www.larousse.fr/encyclopedie/divers/capillarite/30514>
111. Mouillage (physique). In: Wikipédia [Internet]. 2017. Disponible sur: [https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Mouillage\\_\(physique\)&oldid=141825913](https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Mouillage_(physique)&oldid=141825913)
112. Aspar G, Goubault B, Lebaigue O, Souriau JC, Simon G, Cioccio LD, et al. 3D Printing as a New Packaging Approach for MEMS and Electronic Devices. In: 2017 IEEE 67th Electronic Components and Technology Conference (ECTC). 2017. p. 1071-9.
113. Billon N, Bouvard J-L. Propriétés et comportement mécanique des polymères thermoplastiques [Internet]. 2015. Disponible sur: </base-documentaire/42152210-proprietes-generales-des-plastiques/download/am3115/proprietes-et-comportement-mecanique-des-polymeres-thermoplastiques.html>
114. G'Sell C. Instabilités de déformation pendant l'étirage des polymères solides. Rev Phys Appliquée. 1 juin 1988;23(6):1085-101.
115. Leblond J-B. Rupture fragile et rupture ductile. Comptes Rendus Académie Sci - Ser IIB - Mech-Phys-Chem-Astron. 1 avr 1998;326(4):243-50.

116. Hild F. De la rupture des matériaux à comportement fragile. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI; 1992. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00460367/document>
117. Wang X, Jiang M, Zhou Z, Gou J, Hui D. 3D printing of polymer matrix composites: A review and prospective. *Compos Part B Eng.* 1 févr 2017;110:442-58.
118. Siniscalco D. Assemblage or/polymère d'épaisseur nanométrique : influence de la température sur les propriétés physiques. Le Mans; 2014. Disponible sur: <http://www.theses.fr/2014LEMA1022>
119. Hubert O, Daniel L, Lavernhe-Taillard K. Vers une contrainte équivalente multiphysique. In: *Matériaux 2010* [Internet]. Nantes, France; 2010. Disponible sur: <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-01533017>
120. Castaing B, Gayvallet H. Forces de frottement subies par un objet en mouvement dans un fluide. [Internet]. Culture Sciences Physique. Disponible sur: <http://culturesciencesphysique.ens-lyon.fr/ressource/MecaFlu.xml>
121. El-Kamali M. Ballotement des Liquides avec Tension Superficielle : Etudes Statique et Dynamique. Conservatoire national des arts et métiers - CNAM; 2010. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00522656/document>
122. Thiery C. Tomographie à rayons X [Internet]. Ref : TIP675WEB - « Contrôle non destructif ». 2013. Disponible sur: <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/42585210-cnd-methodes-globales-et-volumiques/download/p950/tomographie-a-rayons-x.html>
123. Pommier S. Matériaux Mécanique des matériaux [Internet]. Ecole normale supérieur Paris -Saclay. Disponible sur: <https://hal.archives-ouvertes.fr/cel-01636674/file/POLY-SAPH113-Mat%C3%A9riaux.pdf>
124. Department of defense - United States of America. Test method standard microcircuits [Internet]. 1996. Disponible sur: <http://scipp.ucsc.edu/groups/fermi/electronics/mil-std-883.pdf>
125. Jedec. Temperature cycling [Internet]. Disponible sur: <https://www.jedec.org/system/files/docs/22-A104E.pdf>
126. Lacoste J, Therias S. Vieillissement des matériaux polymères et des composites. avril 2015; (395). Disponible sur: <http://www.cnep-ubp.com/wp-content/uploads/actualit%C3%A9-chimique-2015-JLA-ST.pdf>
127. Berchet R, Fromageot D, Lemaire J. Les jaunissements des matériaux polymères. *Plast Caoutch Mag* [Internet]. 03 2016;(928). Disponible sur: <http://www.cnep-ubp.com/wp-content/uploads/Article-Les-jaunissements-des-mat%C3%A9riaux-polym%C3%A8res-03-2016-PCM.pdf>

128. Verney V. Rhéologie, oxydation et vieillissement des polymères. 2011;20:1-6. Disponible sur: <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-01151205/document>
129. Richaud E, Verdu J. Vieillissement chimique des polymères - Cinétique de dégradation [Internet]. 2011. Disponible sur: </base-documentaire/42152210-proprietes-generales-des-plastiques/download/am3152/vieillissement-chimique-des-polymeres.html>
130. Fayolle B, Verdu J. Vieillissement physique des matériaux polymères [Internet]. 2005. Disponible sur: </base-documentaire/42152210-proprietes-generales-des-plastiques/download/am3150/vieillissement-physique-des-materiaux-polymeres.html>
131. Banks DP, Grivas C, Mills JD, Eason RW, Zergioti I. Nanodroplets deposited in microarrays by femtosecond Ti:sapphire laser-induced forward transfer. *Appl Phys Lett*. 2006;89(19):193107.
132. Bohandy J, Kim BF, Adrian FJ. Metal deposition from a supported metal film using an excimer laser. *J Appl Phys*. 15 août 1986;60(4):1538-9.
133. Willis DA, Grosu V. Microdroplet deposition by laser-induced forward transfer. *Appl Phys Lett*. 13 juin 2005;86(24):244103.
134. Zergioti I, Mailis S, Vainos NA, Papakonstantinou P, Kalpouzos C, Grigoropoulos CP, et al. Microdeposition of metal and oxide structures using ultrashort laser pulses. *Appl Phys A*. 05-01 1998;66(5):579–582.
135. Pohl R. Laser-Induced Forward Transfer of Pure Metals. University of Twente; 2015. Disponible sur: [http://doc.utwente.nl/97060/1/thesis\\_R\\_Pohl.pdf](http://doc.utwente.nl/97060/1/thesis_R_Pohl.pdf)
136. Vapaille A. Résistivité des semi-conducteurs [Internet]. Ref : TIP510WEB - « Constantes physico-chimiques ». 1989. Disponible sur: <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/42336210-proprietes-electriques-et-electrochimiques/download/k720/resistivite-des-semi-conducteurs.html>
137. Berger T. Analyse du comportement d'interconnexions damascènes en cuivre testées en électromigrations. Lyon, INSA; 2001. Disponible sur: <http://www.theses.fr/2001ISAL0009>
138. Carau D. Amélioration des méthodes de contrôle dimensionnel et d'alignement pour le procédé de lithographie à double patterning pour la technologie 14 nm. Grenoble Alpes; 2015. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01230982/document>
139. Duhamel C. Cuivre nanostructuré et nanopoudres de cuivre dope avec de l'argent pour l'étude du comportement thermo-mécanique. Université Paris XII Val de Marne; 2005. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00011386/document>

- 
140. Brochant De Villiers AJFM. De la cristallisation considérée géométriquement et physiquement ou traité abrégé de cristallographie. F.G. Levrault; 1819. 246 p.
  141. Gélas BD, Armand M, Séraphin L, Tricot R. Titane et alliages de titane [Internet]. 1976. Disponible sur: <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/archives-th12/archives-corrosion-vieillissement-tiaco/archive-1/titane-et-alliages-de-titane-m557/>
  142. Arnaud D, Barbery J, Biais R, Fargette B, Naudot P. Propriétés du cuivre et de ses alliages [Internet]. 1985. Disponible sur: <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/42357210-metaux-et-alliages-non-ferreux/download/m4640/proprietes-du-cuivre-et-de-ses-alliages.html>

# Annexe 1 : Complément de données sur L'ABS

Les données sur l'ABS standard :

	Caractéristiques	Unité	Valeur	Commentaire
Physique	Densité	g/cc	1.04	
	Fluage	g/min	1.8-2.3	Moyenne = 2.13
Propriétés mécanique	Module d'Young	MPa	1400 – 3100	Moyenne = 2250
	Dureté, Rockwell R		103 – 112	Moyenne = 110
	Dureté, Shore D		82 – 85	Moyenne = 83.5
	Résistance à la traction	MPa	42.5 - 44.8	Moyenne = 44
	Elongation à la rupture	%	23 – 25	Moyenne 24.3 %
	Module de flexion	GPa	2.25 – 2.28	Moyenne = 2.3
	Limite d'élasticité	MPa	60.6 – 73.1	Moyenne = 68.9
	Résistance au choc, Izod -barreau cannelé	J/cm	2.46 – 2.94	Moyenne = 2.8
Propriétés thermal	Température maximum dans l'air (Ta)	°C	88 – 89	Moyenne = 88.7
	Température de flexion sous contrainte 1.8 MPa	°C	88 – 89	
	Température de ramollissement Vicat	°C	100	
	CTE (Coefficient thermal expansion) à 25°C	m/mK	73.8x10-6	
	Inflammabilité, UL94	HB	HB	

Les données Prodways de l'ABS 3650 :

Caractéristiques	Unité	Valeurs
Apparence		transparente
Densité de la résine liquide	g/cm <sup>3</sup>	1.109
Viscosité @ 28°C	cps	100 - 200
Dureté, Shore D		85 - 90
Résistance à la traction, ASTM D638	MPa	53
Elongation à la rupture, ASTM D638	%	9
Module de Young, ASTM D638	MPa	2600 - 3650
Résistance à la flexion, ASTM D790-10	MPa	90 - 100
Module de flexion, ASTM D790-10	MPa	2000 - 2200
Résistance au choc, Izod, ASTM D256A	J/m	20
Température de flexion@ 0.46 MPa, ASTM D648	°C	96

# Annexe 2 : Etude de la technologie LIFT

## ❖ La technologie LIFT

Au cours de cette thèse, une étude des technologies de fabrication additive métallique a été menée afin d'évaluer les possibilités de fonctionnalisation, de réparation, et de complexification d'un système électronique et de son package. Cette fonctionnalisation métallique doit permettre de réaliser des motifs de dimensions micrométriques ( $<100\ \mu\text{m}$ ), avec différents matériaux, et tout en garantissant une faible contamination particulaire compatible avec l'environnement salle blanche. De plus, elle doit pouvoir être réalisée directement sur un système électronique et permettre la fabrication de structures complexes telles que : la réalisation de pistes et structures d'interconnexions, la réalisation de motifs de masquage, ou encore la fabrication de drains thermiques...

Afin d'éviter l'endommagement et la pollution des substrats de silicium par les poudres métalliques, les technologies SLM ou E-beam n'ont pas été considérées comme compatibles. Une recherche et un état de l'art des différentes techniques d'impression ont permis d'identifier une technologie adaptée, appelée Laser Induced Forward Transfer (LIFT).

Le LIFT est une technique de fabrication additive haute résolution démontrée pour la première fois en 1986 par J. Bohandy, B.F. Kim et F.J. Adrian (131)(132). Comme l'illustre la Figure 0-1, le procédé d'impression du LIFT est basé sur le transfert de matériau d'un substrat donneur à un substrat receveur (133). Le substrat donneur, se compose d'un substrat transparent recouvert d'un dépôt mince dont la nature et l'épaisseur (quelques nanomètres jusqu'à plusieurs microns) varient en fonction de l'application (134). Une fois les substrats donneurs et receveurs placés à proximité l'un de l'autre, un faisceau laser pulsé est focalisé à travers l'interface entre le substrat transparent et le dépôt. Sous la puissance du laser le dépôt est localement porté en fusion et éjecté du substrat donneur sous forme d'une goutte. Cette dernière se dépose alors sur le substrat receveur. Par répétition du procédé, une structure 3D peut être réalisée.

Le faisceau laser utilisé pour cette technique dépend de la nature du dépôt à transférer. En effet, sa longueur d'onde peut varier de l'ultraviolet (350 nm) à l'infrarouge (1064 nm) en passant par le vert (532 nm).

Ce procédé d'impression permet une résolution de motifs de quelques micromètres, avec des gouttes de diamètre  $8\ \mu\text{m}$ , et d'épaisseur  $3.5\ \mu\text{m}$  après dépôt. Aussi la contamination particulaire est très faible et semble compatible avec un environnement salle blanche de microélectronique. De plus il est possible

d'imprimer un large panel de matériaux en adaptant les matériaux donneurs sur le substrat transparent (135).

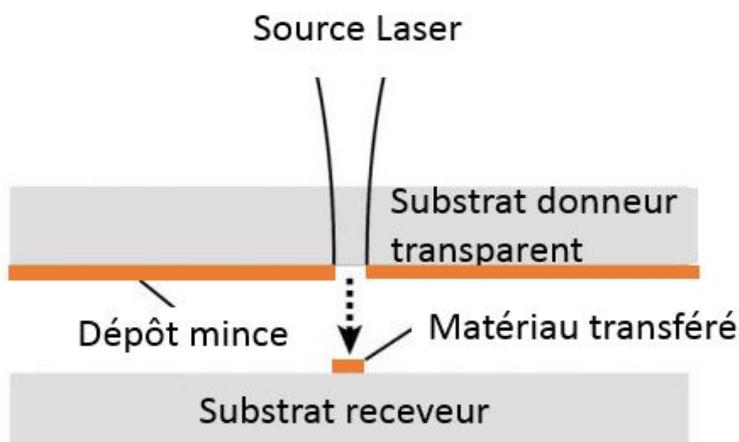


Figure 0-1 : Schéma de principe de la technologie de fabrication LIFT (adapté de (133)). Un substrat donneur transparent recouvert d'un dépôt mince est impacté par un faisceau laser pulsé. Sous son action, la partie du dépôt impactée va être éjectée et déposée sur un substrat receveur à proximité.

Afin d'évaluer le LIFT, des impressions de motifs électriques sur substrat de silicium ont été réalisées. Comme le représente la Figure 0-2, celui-ci se compose de deux motifs paramétriques différents. Chacun caractérise une propriété du matériau conducteur déposé :

- Le motif de Van Der Pauw, permet de caractériser la résistance de la couche métallique. Il permet de calculer la résistance carré  $R_c$  de la couche conductrice à l'aide de l'Équation 1 :

$$R_c = \frac{\pi}{\ln 2} * R$$

Équation 1 : Formule de van der Pauw (simplifiée)

Avec :

$R_c$  : résistance carré ( $\Omega$ )

$\pi$  : le nombre Pi constante  $\sim 3.14$

$R = U/I$  : Résistance mesurée ( $\Omega$ )

- Le motif Peigne/Serpentin imbriqué, permet de mesurer à la fois la continuité d'une couche conductrice et l'isolation entre deux pistes. Le serpentins permet de mesurer la continuité de la couche et le peigne de

détecter les courts-circuits. La prise de mesure entre le peigne et le serpentin renseigne sur l'isolation entre les lignes.

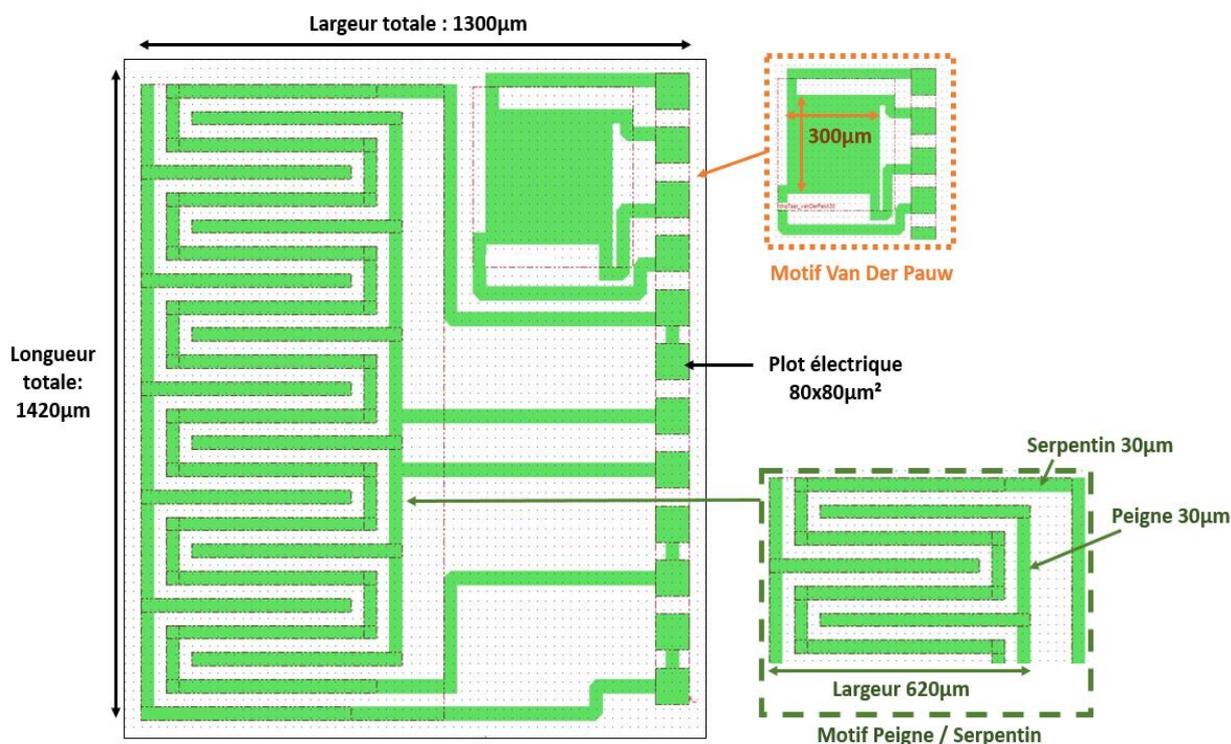


Figure 0-2 : Représentation schématique du motif principal testé, composé des différents motifs paramétriques

Dans cette étude, le cuivre (Cu) a été choisi comme matériau d'impression en raison de son utilisation en électronique, ses propriétés conductrices et son coût raisonnable. L'empilement mis au point sur le substrat receveur (substrat sur lequel va être réalisé l'impression, comprendra :

- un substrat silicium de 725 µm d'épaisseur (dont la résistivité est de  $2.3 \times 10^3 \Omega \cdot m$ ) (136),
- un oxyde  $SiO_2$  de 500 nm d'épaisseur (obtenue à l'aide d'un gaz TEOS),
- un dépôt Titane (Ti) de 100 nm d'épaisseur

Le dépôt de titane est utilisé en tant que barrière de diffusion du cuivre dans le silicium (137) mais également comme couche d'adhésion. Après le dépôt par LIFT, celui-ci est gravé par laser ou retiré avec une solution HF (0.25%).

Une fois l'ensemble des éléments défini, l'impression du motif en cuivre a été réalisée par notre partenaire industriel.

## ❖ Résultats

### ❖ Analyse macroscopique

Dans un premier temps une étude morphologique a été réalisée sur le motif. Nous pouvons observer, le dépôt de cuivre réalisé par LIFT, représenté sur la Figure 0-3, a une épaisseur en moyenne égale à  $3.5\ \mu\text{m}$ , sachant que l'épaisseur attendue était de  $5\ \mu\text{m}$ . Le graphe montre également que le dépôt est rugueux et varie en épaisseur (maximum à  $6\ \mu\text{m}$  et minimum à  $1\ \mu\text{m}$ ) et que les bords des pistes du peigne/serpentin sont propres (pentes verticales). En effet, les interruptions visibles sur le graphe de mesures représentent les bords verticaux des pistes. Cette différence d'épaisseur est principalement due au procédé par empilement de gouttes. En effet, les gouttes sont de tailles variables et ne se positionnent pas de façon identique lors de l'empilement (gouttes superposées parfaitement, en quinconce, ou adjacentes ...).

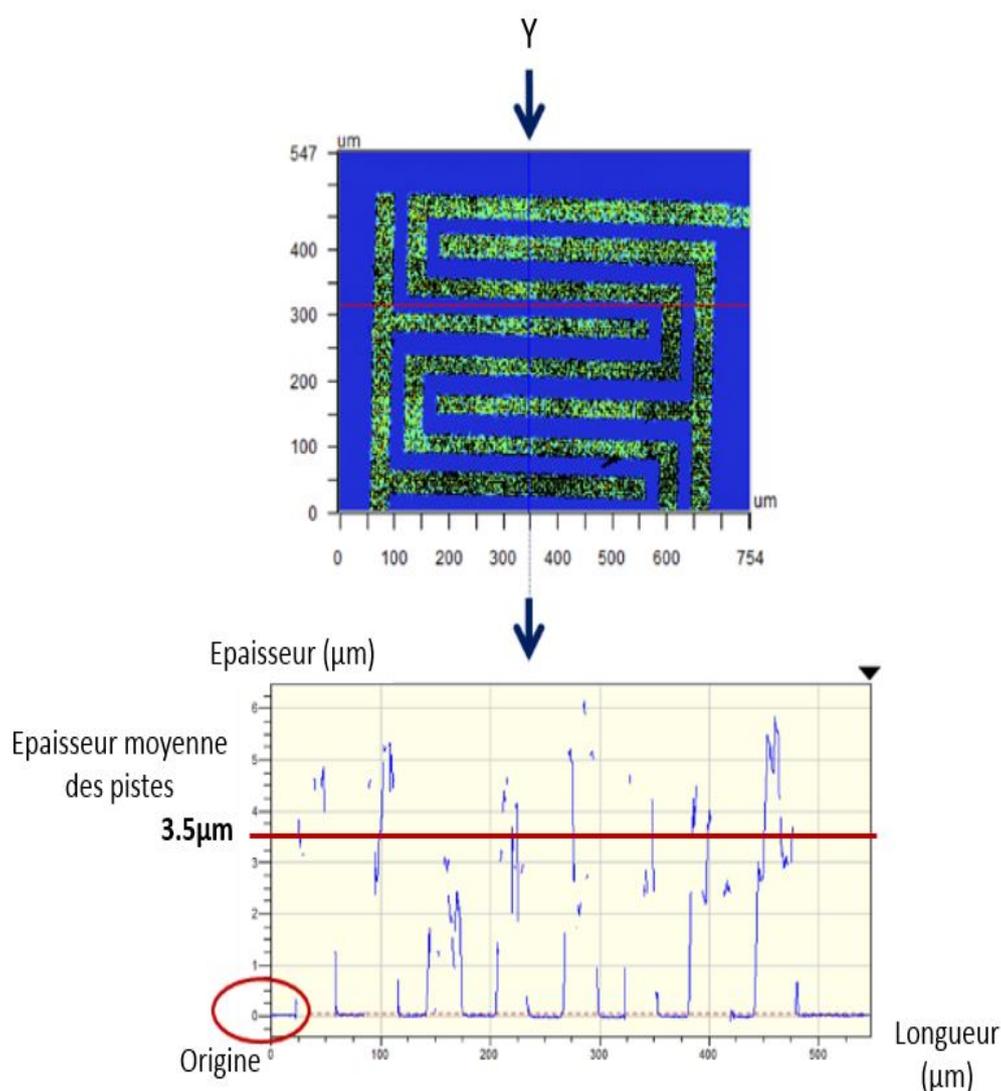


Figure 0-3 : Mesures de l'épaisseur des pistes imprimées par LIFT sur la zone haute du peigne / serpentin (zone 1) suivant l'axe Y

Les dimensions mesurées sur le motif sont représentées dans le Tableau 0-1:

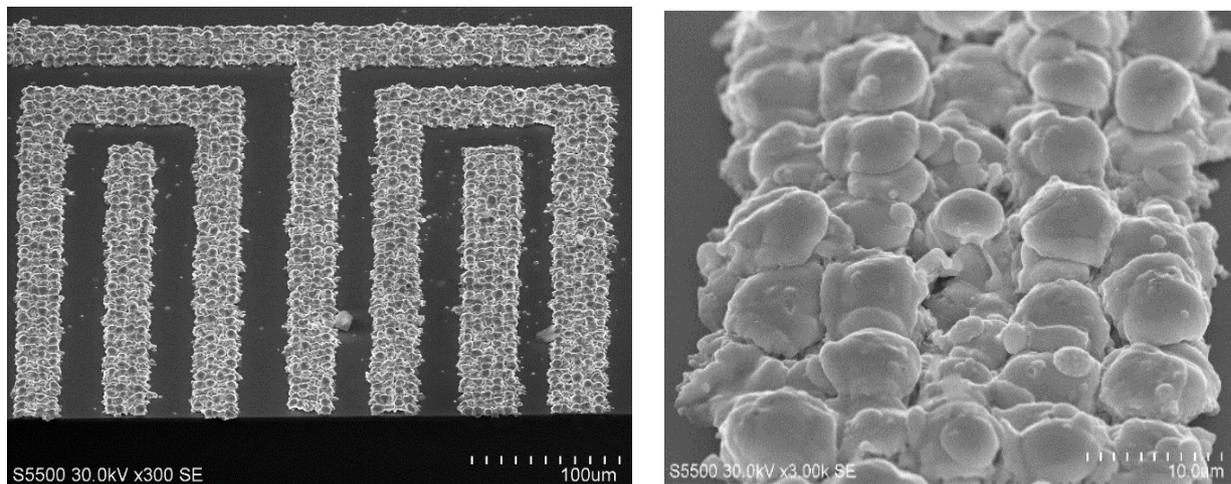
	Pistes	Intervalles entre pistes	Plots électriques	Carré Van der Pauw
Objectif dimensionnel ( $\mu\text{m}$ )	30	30	80	300
Dimensions mesurées (moyenne en $\mu\text{m}$ )	36	24	84	302

Tableau 0-1 : Comparatif des résultats obtenus avec les objectifs attendus. Les dimensions ont été mesurées pour les pistes, les plots et pour le carré de Van Der Pauw

Les caractérisations morphologiques macroscopiques, ont montré que la technologie d'impression LIFT peut imprimer un motif à l'échelle micrométrique avec une précision de 30 à 50 % pour une piste de 30  $\mu\text{m}$ . Les procédés de micro-électronique standards ont en règle général, une tolérance de 10 % par rapport aux objectifs dimensionnels (138). Pour être utilisé dans le domaine du packaging, il est donc important d'améliorer la précision du procédé LIFT (dimension des motifs).

#### ❖ Analyse microscopique

Comme l'illustre la Figure 0-4, les pistes électriques obtenues par procédé LIFT sont composées d'un ensemble de gouttes empilées.



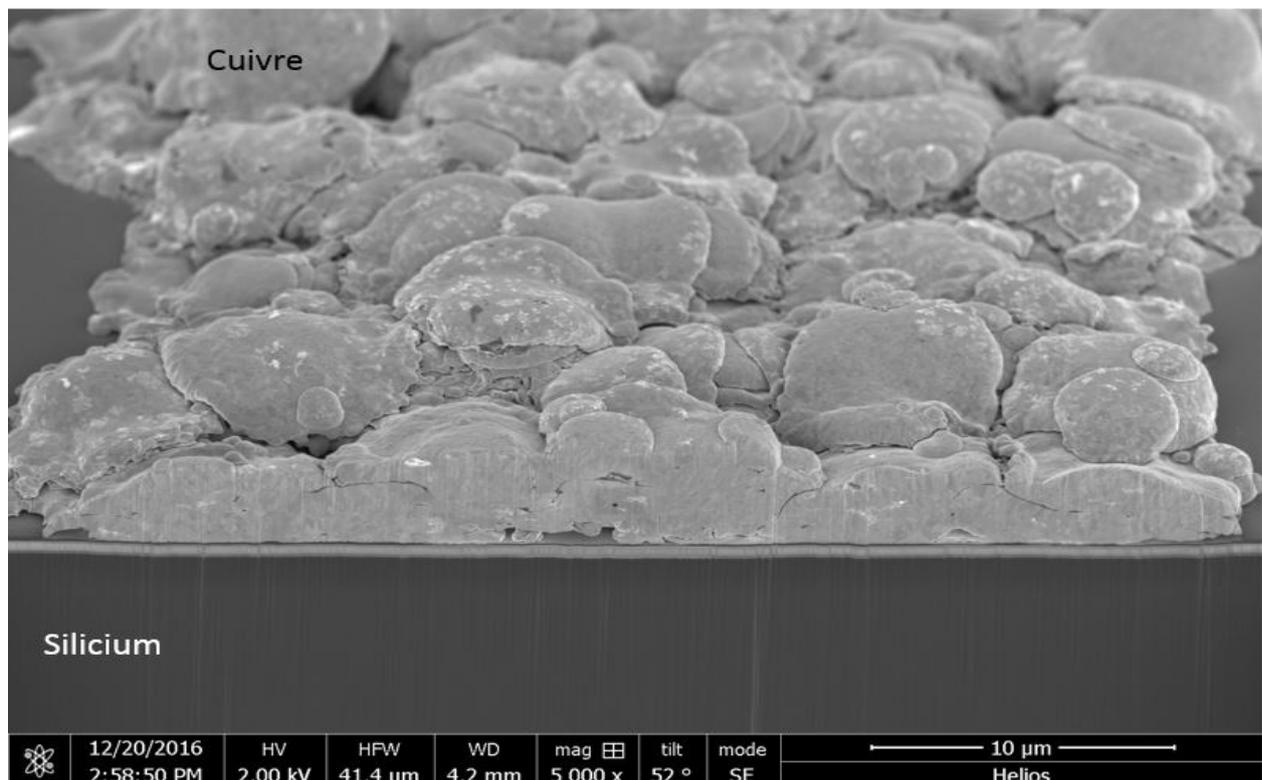
a.

b.

Figure 0-4 : a. Vue inclinée de 40° du peigne/serpentin ; b. Vue inclinée de 40° d'une piste de cuivre

L'observation en coupe d'une piste de cuivre imprimée, nous fournit les informations sur la porosité et la rugosité de celle-ci. Comme l'illustre la Figure

0-5, les gouttes sont superposées les unes sur les autres sans arrangement particulier, créant une rugosité de surface importante. Nous pouvons également constater des cavités (débouchantes ou fermées) au sein des pistes, entre les gouttes, ainsi qu'à l'interface entre la plaque de silicium et une goutte de cuivre. Ainsi, en tombant une goutte peut piéger une bulle de gaz qui va former une cavité à l'interface de deux surfaces. La porosité présente dans le cuivre imprimé dégrade le contact entre les gouttes, limitant ainsi la conductivité électrique. D'autre part, ces cavités dégradent le contact entre le cuivre et le dépôt titane, ce qui affaiblit l'adhérence entre les pistes et le substrat.



*Figure 0-5 : Vue en coupe au microscope électronique à balayage d'une piste de cuivre imprimée par LIFT*

Le matériau donneur est un alliage principalement constitué de cuivre, d'argent (3%) et d'autres composants dont les proportions sont ici négligeables. La Figure 0-6 illustre le matériau déposé avec les grains du cuivre et des inclusions blanches. D'après la littérature et une analyse par rayon X, ces inclusions blanches correspondent à des inclusions d'argent (139).

L'imagerie ionique comme l'illustre la Figure 0-7, met en avant les contrastes cristallographiques. En effet, nous pouvons remarquer sur la vue en coupe, une mosaïque grise. Chaque géométrie est en réalité un grain de cuivre dont l'organisation des grains dans la matière est indiquée par les nuances de gris. Notons que la taille de grain dépend de plusieurs paramètres (vitesse de refroidissement, direction de refroidissement, impuretés dans la matière, ...)(140).

En mesurant les grains visibles en imagerie, nous constatons que leurs tailles varient de 30 nm à 500 nm.

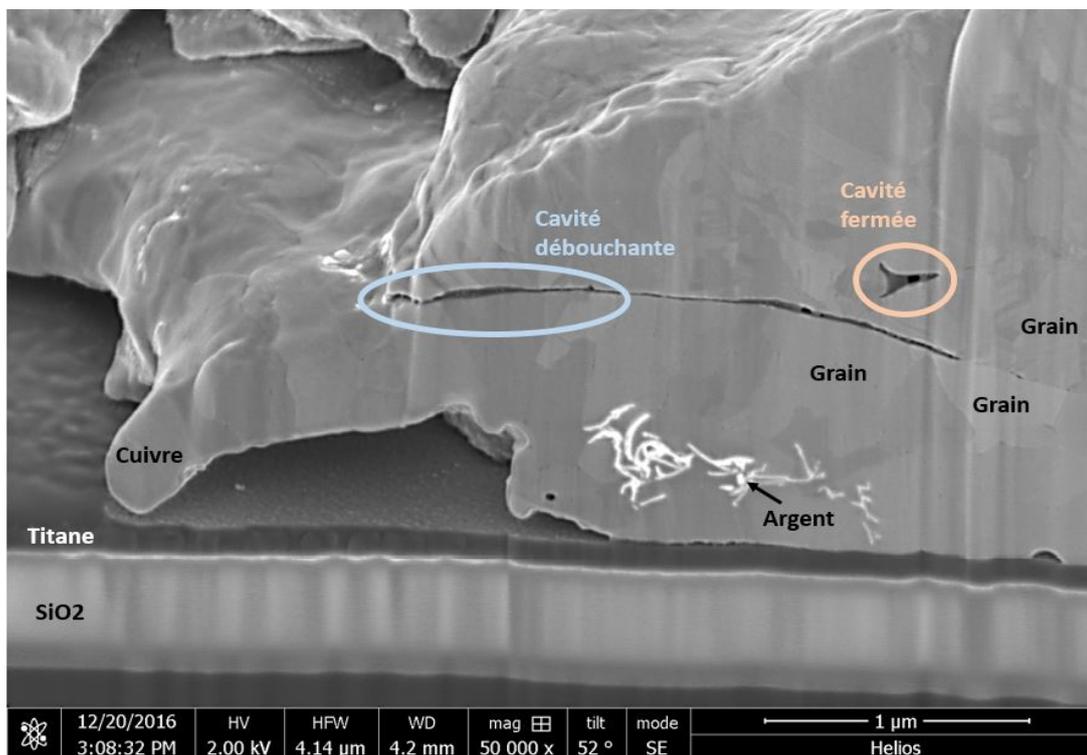


Figure 0-6 : Vue en coupe d'un bord de piste en cuivre imprimée par LIFT

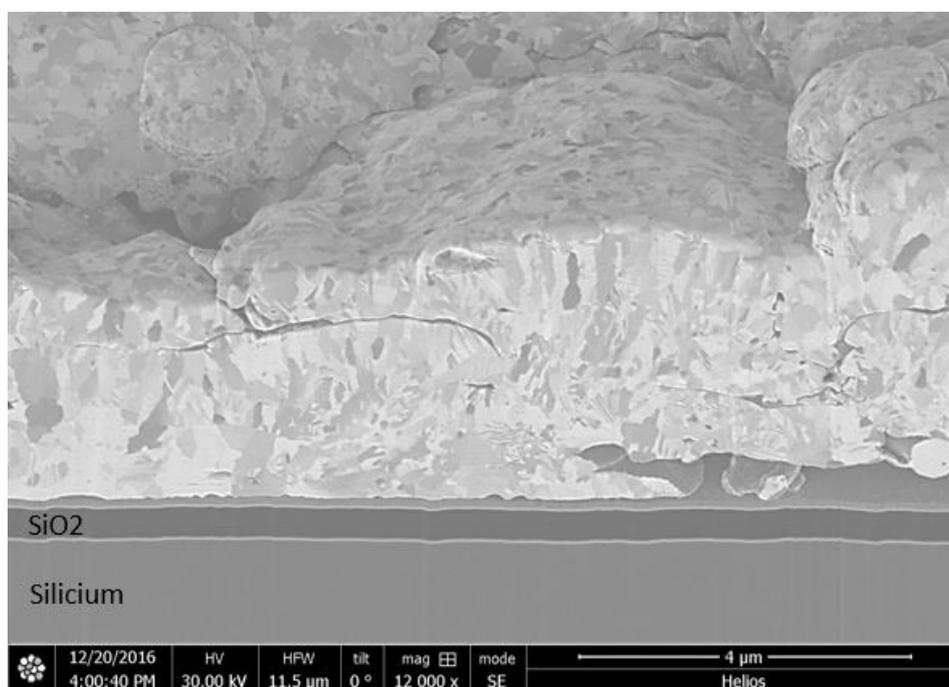


Figure 0-7 : Vue en coupe d'une piste de cuivre imprimée par LIFT observée par imagerie ionique

## ❖ Analyse électrique

Les caractérisations électriques ont été réalisées afin de mesurer la résistance électrique du cuivre imprimé et de vérifier l'isolation entre les pistes du serpentín et celles du peigne, ces deux pistes étant distantes de 30  $\mu\text{m}$ . Ces deux facteurs (résistance et isolation) indiquent si le réseau électrique mis en place est pertinent (résistance faible pour un fonctionnement rapide et isolation pour éviter les courants de fuites). Nous nous baserons donc sur ces résultats pour déterminer la faisabilité d'une fonctionnalisation de packaging par impression métallique LIFT.

Afin d'avoir une base de comparaison, nous avons calculé, à partir des dimensions mesurées sur le motif, les valeurs de résistance que nous obtiendrions avec un dépôt de cuivre standard. Nous appellerons ces résultats, les valeurs théoriques. De plus, nous avons négligé la contribution de la couche de titane (sous le cuivre) en raison de sa faible épaisseur (100 nm) et de sa résistivité d'environ  $5 \times 10^{-7} \Omega \cdot \text{m}$  (141).

Pour le calcul de résistance du serpentín, nous avons utilisé un modèle parfait. C'est-à-dire que nous n'avons pas pris en compte la taille des grains, la porosité, les augmentations de résistance liés à l'établissement du contact, la résistance de constriction, la résistance d'étalement (« spreading ») ainsi qu'à la résistance de tassement (« crowding ») (88). La résistance d'étalement induite par une variation de largeur de piste et celle de tassement dû à un changement brutal de direction, sont intrinsèques à la géométrie de la piste. Pour réaliser une étude électrique plus poussée sur la résistivité du cuivre imprimé, des simulations électriques modélisant la géométrie exacte du motif peuvent être effectuées.

Les valeurs de résistance ont été calculées à l'aide de l'Équation 2.

$$R = \frac{\rho * L}{S}$$

*Équation 2 : Formule de résistance d'un conducteur*

Avec :

- R : résistance ( $\Omega$ )
- $\rho$  : résistivité ( $\Omega \cdot \text{m}$ )
- L : longueur (m)
- S : section (épaisseur \* largeur) (m)

Pour le calcul du serpentín, nous avons pris :

- la résistivité du cuivre bulk à 300K ou 27°C (142):  $17 \times 10^{-9} \Omega \cdot \text{m}$ .
- la longueur du serpentín (plot à plot) : 9 270  $\mu\text{m}$
- la largeur du serpentín : 36  $\mu\text{m}$

- l'épaisseur moyenne : 3.5  $\mu\text{m}$

Pour le calcul de la résistance dans le carré de Van Der Pauw, nous avons pris :

- la résistivité du cuivre à 300K (142):  $17 \times 10^{-9} \Omega \cdot \text{m}$ .
- la longueur et largeur du carré : 302  $\mu\text{m}$
- l'épaisseur : 3.5  $\mu\text{m}$

Les prises de mesures de résistance et d'isolation ont été réalisées à l'aide de la méthode quatre pointes décrite dans le chapitre II.3.5. Pour les mesures, nous avons programmé la source en intensité d'une valeur de 100 mA et une limite de tension à 1V. La Figure 0-8 schématise les montages réalisés pour obtenir la résistance du serpentín ainsi que l'isolement entre le peigne et le serpentín.

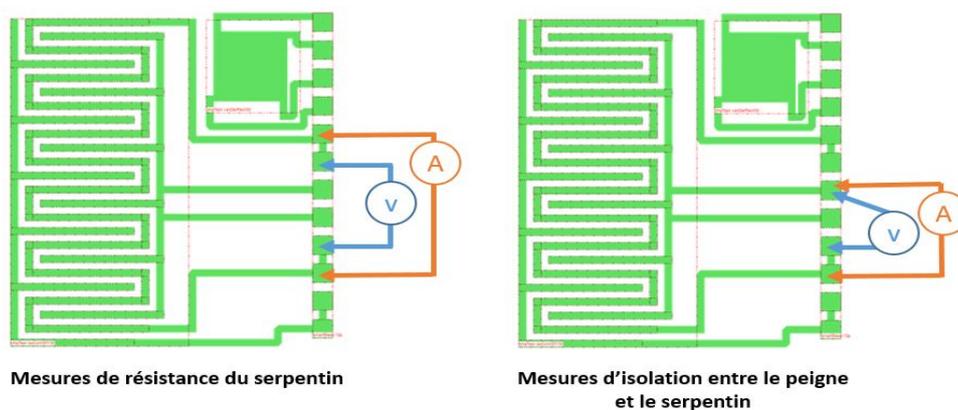


Figure 0-8 : Schémas de montage quatre fils pour les mesures de résistance du serpentín et l'isolement entre le peigne et le serpentín

Comme l'illustre le Tableau 0-2, les résistances électriques mesurées des serpentíns sont quatre fois plus élevées que la valeur théorique. Nous pouvons également constater que le peigne et le serpentín ne sont pas isolés l'un de l'autre. D'après la loi d'Ohm, un isolement total entre deux pistes implique une résistance infinie et un courant nul. Dans notre cas, la mesure d'une résistance de 180  $\Omega$ , indique que le courant fuit et circule entre les pistes. Dans ce cas, la technologie LIFT ne permet pas d'avoir des pistes de cuivre isolées et avec la conductivité attendue en microélectronique.

Mesures électriques	Résistance serpentín ( $\Omega$ )	Isolation peigne/serpentín ( $\Omega$ )
Valeurs théoriques (27°C)	1.25	> 10 x109
Valeurs expérimentales (24°C)	4.53	180

Tableau 0-2 : Valeurs expérimentales obtenue sur la série 2 à l'aide de la méthode quatre pointes

## ❖ Synthèse

Cette première étude nous a permis de vérifier que la technologie de fabrication additive appelée LIFT réalise des motifs paramétriques conducteurs aux dimensions micrométriques, compatibles avec les dimensions de la microélectronique.

A l'aide des différentes caractérisations réalisées sur le peigne /serpentin et sur le carré de Van Der Pauw, nous avons obtenu les propriétés morphologique et électrique du cuivre imprimé par LIFT. Aussi, nous avons maintenant une meilleure idée des limitations de ce procédé de dépôt et de fabrication.

En effet, le motif de cuivre homogène et poreux se compose d'un empilement de microgouttes dont le diamètre varie de 5 à 8  $\mu\text{m}$ . La combinaison des morphologies macroscopique (empilement de goutte) et microscopique impacte la résistance électrique en la multipliant par 4 ou 7 suivant les séries d'échantillons étudiées.

Sur le niveau dimensionnel, nous avons montré que la technologie d'impression LIFT peut imprimer un motif à l'échelle micrométrique avec une précision de 30 à 50 % pour une piste de 30  $\mu\text{m}$ . Ces valeurs sont à mettre en regard des procédés de micro-électronique standards ayant une tolérance de 10 % par rapport aux objectifs dimensionnels. Pour être utilisé dans le domaine du packaging et atteindre des objectifs de pistes de 10  $\mu\text{m}$  espacées de 10  $\mu\text{m}$ , il est important d'améliorer la précision et la résolution du procédé LIFT.

A ce stade de notre étude, le procédé LIFT est une technique de fabrication additive qui semble compatible avec les applications pour la microélectronique et plus particulièrement la fonctionnalisation du packaging de composant. Cependant pour être utilisable dans ce domaine, le procédé LIFT doit être amélioré sur la précision de dépôt, la porosité du dépôt, imprimer des matériaux conducteurs avec une résistivité similaire à celle du matériau brut et permettre l'impression sur une couche d'accroche facile à retirer, voire même sur tout type de substrat, ....