

# THESE

Présentée

A L'UNIVERSITE DE LIMOGES

Pour l'obtention du grade de

**DOCTEUR-INGENIEUR EN ELECTRONIQUE**

Spécialité : "Communications Optiques et Microondes "

PAR

Boulenouar KOUIDER ELOUAHED

**ETUDE ET CARACTERISATION DES  
METALISATIONS D'ISOLANTS  
OBTENUES PAR DEPOT IONIQUE**

soutenue le 6 Mai 1988 devant la commission d'examen : \*

*Président* : M. Y. GARAULT *Université de Limoges*  
*Examineurs* : M. P. GUILLON *Université de Limoges*  
M. J. MACHET *Université de Limoges*  
M. P. PARMENTIER *La Radiotechnique Compélec, Evreux*  
M. P. SAULNIER *Université de Limoges*

# THESE

Présentée

A L'UNIVERSITE DE LIMOGES

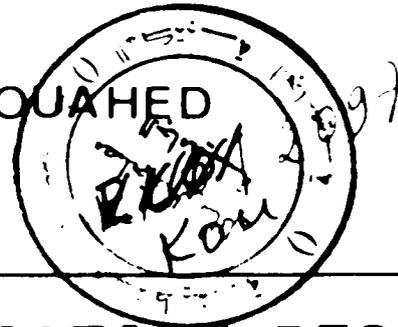
Pour l'obtention du grade de

**DOCTEUR-INGENIEUR EN ELECTRONIQUE**

Spécialité : "Communications Optiques et Microondes "

PAR

Boulenouar KOUIDER ELOUAHED



**ETUDE ET CARACTERISATION DES  
METALISATIONS D'ISOLANTS  
OBTENUES PAR DEPOT IONIQUE**

soutenue le 6 Mai 1988 devant la commission d'examen :

*Président* : M. Y. GARAULT *Université de Limoges*  
*Examineurs* : M. P. GUILLON *Université de Limoges*  
M. J. MACHET *Université de Limoges*  
M. P. PARMENTIER *La Radiotechnique Compélec, Evreux*  
M. P. SAULNIER *Université de Limoges*

*Ce travail a été effectué au laboratoire de Physique Ionique de l'U.E.R. des Sciences de Limoges, sous la direction de Monsieur le Professeur J. MACHET. Je tiens à lui exprimer ma profonde reconnaissance pour les conseils d'une grande qualité scientifique qu'il m'a prodigués afin que je puisse mener ce travail dans de bonnes conditions.*

*Je prie Monsieur le Professeur Y. GARULT de bien vouloir trouver ici le témoignage de ma gratitude pour m'avoir fait l'honneur de présider le Jury de cette thèse.*

*J'adresse mes respectueux remerciements à Messieurs les Professeurs P. GUILLON, P. SAULNIER et Monsieur P. PARMENTIER, Ingénieur à R.T.C. qui ont accepté de participer à ce jury.*

*Que Monsieur A. CELERIER, Chercheur, veuille bien recevoir ici l'expression de ma reconnaissance pour l'aide qu'il m'a apportée dans ce travail.*

*Je remercie vivement Madame P. MACHET qui a assuré avec soin la frappe de ce mémoire.*

*A Messieurs B. GASTEIGNAU, H. JALLAGEAS, J.P. JABET, A. LEBLANC pour leur collaboration technique, je tiens à apporter ici l'expression de ma sincère gratitude.*

*Je ne saurais oublier dans ces remerciements Madame J. GUILLE, Maître Assistante, et mes camarades, jeunes chercheurs au laboratoire, pour leur aide amicale.*

## SOMMAIRE

	Pages
INTRODUCTION	1
CHAPITRE I - LES DIFFERENTS MATERIAUX POLYMERES ETUDIES ET LEURS METHODES DE METALLISATION	3
I.1. LES MATERIAUX POLYMERES	3
I.1.1. Polyimide	3
I.1.2. L'époxy	4
I.1.3. Le polypropylène	4
I.1.4. Les matériaux céramiques	7
I.2. PRINCIPALES TECHNIQUES DE METALLISATION	10
I.2.1. La galvanoplastie	10
I.2.2. Le laminage	10
I.2.3. Les dépôts sous vide	12
CHAPITRE II - DESCRIPTION ET MISE EN OEUVRE DES DISPOSITIFS DE DEPOT	21
II.1. INTRODUCTION	21
II.2. DISPOSITIF DE DEPOT IONIQUE	21
II.2.1. Dispositif de vide	23
II.2.2. Dispositif de mise en phase vapeur (effet Joule)	23
II.2.3. Cathode porte-substrats	24
II.2.4. Dispositif de contrôle, in-situ, de la vitesse de dépôt	26

	Pages
II.3. DISPOSITIF DE PULVERISATION MAGNETRON	27
II.4. DEPOTS DE CUIVRE SUR EPOXY, POLYIMIDE, ALUMINE	30
II.5. DEPOTS D'ALUMINIUM SUR LE POLYPROPYLENE	31
CHAPITRE III - DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX DE LA CARACTERISATION DE L'ADHERENCE	33
III.1. INTRODUCTION	33
III.2. LES DIFFERENTES METHODES DE CARACTERISATION DE L'ADHERENCE	34
III.2.1. Dispositif de traction latérale	34
III.2.2. Test du scotch	42
CHAPITRE IV - RESULTATS EXPERIMENTAUX DE L'ADHERENCE DES DEPOTS METALLIQUES SUR MATERIAUX POLYMERES	44
IV.1. ETUDE DE L'INFLUENCE DES PARAMETRES DE DEPOTS SUR L'ADHERENCE DES COUCHES DE CUIVRE SUR VERRE EPOXY ET VERRE POLYIMIDE	44
IV.1.1. Caractérisation de l'adhérence des dépôts après ion plating	44
IV.1.2. Caractérisation de l'adhérence des dépôts après recharge galvanique	49
IV.2. METALLISATION DES TROUS	58
IV.2.1. Caractérisation avant recharge	58
IV.2.2. Caractérisation après recharge galvanique	62
IV.3. CARACTERISATION DE L'ADHERENCE DES DEPOTS D'ALUMINE SUR LE POLYPROPYLENE	63
IV.3.1. Etude préliminaire	63

	Pages
IV.3.2. Remarques sur la caractérisation de l'adhérence	64
IV.3.3. Dépôts réalisés par évaporation simple et pulvérisation magnétron	67
IV.3.4. Caractérisation de l'adhérence des dépôts d'aluminium sur le polypropylène obtenus par dépôt ionique avec évaporation flash	69
IV.3.5. Interprétation des résultats	78
 CHAPITRE V - CARACTERISATION ELECTRIQUE	 81
V.1. INTRODUCTION	81
V.2. PRINCIPE DE LA CARACTERISATION	81
V.2.1. Définition du circuit	81
V.2.2. Calcul de la ligne 50 $\Omega$	82
V.2.3. Calcul de la ligne $\lambda_g/2$	83
V.3. CALCUL DU FACTEUR DE QUALITE	85
V.3.1. Admittance d'entrée de la ligne $\lambda_g/2$	87
V.3.2. Admittance du circuit R', L', C' parallèle	89
V.3.3. Facteur de qualité	90
V.3.4. Calcul des éléments du circuit équivalent	91
V.3.5. Etude de la coupure	92
V.3.6. Calcul des coefficients de transmission $S_{21}$ et de réflexion $S_{11}$	94
 V.4. CARACTERISATION DES CIRCUITS PAR LA MESURE DU FACTEUR DE QUALITE	 101

	Pages
V.5. CARACTERISATION EXPERIMENTALE DES DEPOTS DE CUIVRE SUR ALUMINE	105
V.5.1. Réalisation des circuits	105
V.5.2. Principe de la caractérisation	105
V.5.3. Résultats expérimentaux	106
V.5.4. Interprétation des résultats	110
CONCLUSION	111
BIBLIOGRAPHIE	113
ANNEXE	115

## INTRODUCTION

Dans le domaine de l'Electronique, la métallisation des isolants prend une place importante. Pour la réalisation de circuits imprimés destinés aux applications courantes et classiques, les technologies actuelles de métallisation par voie humide conduisent à de bons résultats, que ce soit sur le plan de la qualité ou sur celui de la rentabilité.

Cependant, de nouveaux besoins sont apparus : l'utilisation de supports souples et l'augmentation constante de la densité des circuits conduisent à réaliser des trous d'interconnexion de plus en plus petits. La métallisation de ces trous est de plus en plus difficile. De même, on souhaite ne pas avoir de sous-couches d'accrochage utilisées lors de la métallisation de matériaux céramiques.

Pour ces besoins nouveaux, les technologies classiques sont de moins en moins bien adaptées. Pour cette raison les techniques de dépôts par voie sèche suscitent de plus en plus d'intérêt.

Parmi ces dernières techniques, les dépôts ioniques (Ion Plating) qui permettent d'obtenir avec une bonne vitesse de dépôt et un bon pouvoir de recouvrement des couches adhérentes devraient apporter un certain nombre de solutions aux problèmes ci-dessus.

Nous avons essayé aussi de montrer les possibilités de métallisation de certains matériaux polymères par dépôts sous vide et en particulier par ion plating en comparaison avec les méthodes plus classiques : évaporation simple et pulvérisation magnétron.

Dans ce travail, nous allons nous intéresser plus particulièrement à la réalisation, par ion plating de dépôts adhérents. Les substrats étudiés sont : verre époxy, verre polyimide, polypropylène pur et chargé. Les métaux déposés sont : le cuivre et l'aluminium.

Dans la première partie, nous décrivons les principaux matériaux polymères et céramiques utilisés et leurs méthodes de métallisation.

Nous décrivons ensuite les dispositifs de dépôt que nous avons utilisés.

Dans le troisième chapitre, nous exposons les dispositifs expérimentaux de la caractérisation de l'adhérence.

Dans la quatrième partie, nous présentons les résultats concernant la caractérisation de l'adhérence des dépôts de cuivre par dépôt ionique et après recharge galvanique et nous essayons de les interpréter. Nous donnons ensuite les résultats de l'adhérence des dépôts d'aluminium et nous essayons de chercher à relier l'évolution de l'adhérence avec les paramètres de dépôts.

Enfin nous exposons une méthode pour la caractérisation des pertes dans les dépôts en hyperfréquence et nous donnons les résultats obtenus pour les dépôts de cuivre sur alumine.

## CHAPITRE I

# LES DIFFERENTS MATERIAUX POLYMERES ETUDIES ET LEURS METHODES DE METALLISATIONS

## CHAPITRE I

### LES DIFFERENTS MATERIAUX POLYMERES ETUDIES ET LEURS METHODES DE METALLISATION

Les isolants étudiés sont de deux types :

- les matériaux polymères,
- les matériaux céramiques.

#### I.1. LES MATERIAUX POLYMERES

Ce sont des macromolécules formées à partir de monomères polyfonctionnels (porteurs de plusieurs fonctions chimiques). Ils sont commercialisés sous forme de poudre ou de granulés de produits semi-finis qui seront transformés dans différentes formes selon l'utilisation. En électronique ils sont commercialisés sous forme d'un tissage de verre recouvert sur les deux faces du matériau polymère.

##### I.1.1. Polyimide

Ce matériau est plus particulièrement employé pour la fabrication de circuits multicouches en raison de sa tenue en haute température (280°C en continu) et de son faible coefficient de dilatation, ce qui autorise une utilisation des circuits dans les milieux où la température varie fréquemment. Il est utilisé souvent avec des matériaux de renforcement tels que des fibres de verre ou du mica qui lui donnent une bonne rigidité mécanique. Ses caractéristiques sont résumées dans le tableau I.1 (1).

Le polyimide possède un certain nombre de propriétés intéressantes, telles que :

- résistance aux solvants organiques à chaud,
- dilatation thermique compatible avec celle des métaux.

### I.1.2. L'époxy

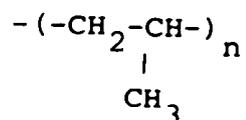
Il est de longue date employé pour la fabrication des circuits imprimés, à trous métallisés, double face et multicouches. Ces circuits sont constitués généralement par des laminés de fibres de verre imprégnées de résines. La métallisation de tels supports ainsi que la gravure des circuits ne posent généralement pas de problème sauf en ce qui concerne la métallisation des trous lorsque ceux-ci deviennent trop petits comme nous le verrons par la suite.

Son emploi, très général, découle de ses qualités mécaniques et diélectriques, ainsi que de son excellente résistance aux produits chimiques, en particulier ceux utilisés dans les gammes de métallisation chimique.

Ses caractéristiques principales sont données dans le tableau I.1 (2).

### I.1.3. Le polypropylène (PP)

La structure chimique du polypropylène est donnée par :



Cette structure peut se présenter sous différentes formes selon que les groupes méthyle ( $\text{CH}_3$ ) sont ordonnés ou non le long de la chaîne. Dans le cas où les groupes méthyle sont répartis du même côté de la chaîne, on dit qu'il est isotactique, il devient rigide, il a de nombreuses applications industrielles.

#### I.1.3.1. Propriétés

a - Propriétés physiques :

- Densité : le polypropylène est plus léger, sa densité moyenne est de 0,905.

- Perméabilité au gaz : la perméabilité du polypropylène à la vapeur d'eau est très faible, ce qui permet son emploi, par exemple dans la fabrication de films de protection contre l'humidité.

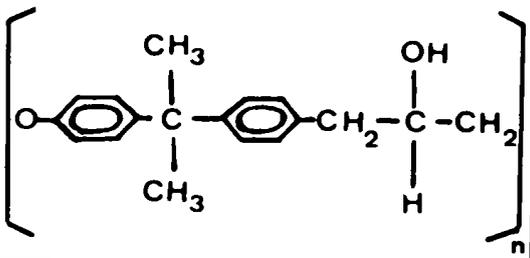
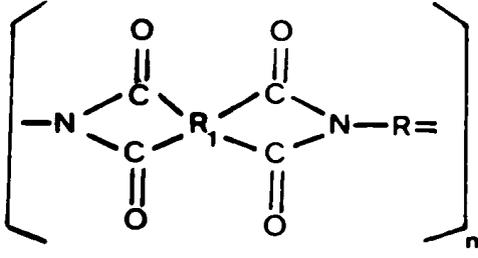
	Verre époxy	Verre polyimide
Structure Chimique		
Masse volumique (kg.m <sup>-3</sup> )	1,8.10 <sup>3</sup> à 1,9.10 <sup>3</sup>	1,9.10 <sup>3</sup> à 1,95.10 <sup>3</sup>
Température maximale d'emploi °C (en continu)	175 à 260	260 à 280
Absorption d'eau pendant 24 heures (épaisseur 0,3 cm)	0,05 % à 0,095 %	0,32 %
Dilatation thermique cm/cm/°C	5.10 <sup>-5</sup>	4.10 <sup>-5</sup>
Résistivité ρ (Ω.m)	10 <sup>10</sup> à 10 <sup>13</sup>	10 <sup>13</sup>
Valeur de permittivité relative à 0°C et 1 MHz	3,5 à 5	3,5
Valeur du facteur de perte δ à 20°C et à 1 MHz	0,01	0,002
Rigidité diélectrique MV/m	12 à 16	20

Tableau I.1 : Principales caractéristiques des matériaux polymères

b - Propriétés thermiques :

- La température de fusion théorique d'un polymère 100 % isotactique est de 176°C. La température de ramollissement est de 149°C. Cette valeur élevée garantit d'excellentes propriétés à haute température. Ainsi, les pièces moulées peuvent supporter la stérilisation à des températures supérieures à 100°C sans subir de déformation.

c - Propriétés mécaniques :

- Résistance au choc : elle dépend de la masse moléculaire, de l'orientation des chaînes, ainsi que de son degré de cristallinité. La résistance au choc chute rapidement lorsque les températures s'abaissent au voisinage de 0°C.

- Dureté : le polypropylène possède une excellente résistance à la rayure. Les articles en polypropylène ont un très bon brillant de surface : par exemple, on peut obtenir des réflecteurs de phares qui ont un très bon état de surface lors d'un moulage par injection.

- Rigidity mécanique : La rigidité élevée du polypropylène permet son emploi pour des pièces destinées à supporter de hautes températures.

d - Propriétés électriques :

- Elles sont excellentes. Ses caractéristiques électriques associées à de bonnes propriétés mécaniques à température élevée, font du polypropylène un très bon isolant électrique.

e - Propriétés chimiques :

- L'absorption d'eau est très faible, elle n'est que de 0,03 % en 24 heures, à température ambiante et ne dépasse pas 0,05 % en 6 mois. Le polypropylène est par ailleurs, très résistant aux produits minéraux et organiques. Il n'est pas attaqué par les solutions aqueuses de sels minéraux, ni par les bases et acides à des températures inférieures à 60°C.

- Les valeurs numériques des propriétés du polypropylène ont été rassemblées dans le tableau I.2 (3).

Conclusion :

Le polypropylène présente donc un ensemble de qualités :

. bonne tenue à la température conférant une bonne rigidité à température élevée,

- . bonne imperméabilité à la vapeur d'eau,
- . dureté de surface élevée, brillance attrayante qui dépend du moulage et bonne résistance à la rayure,
- . résistivité électrique élevée,
- . grande inertie chimique.

Le seul point faible est une certaine fragilité à basse température, à laquelle il peut être remédié par l'adjonction de copolymères. Cet ensemble de propriétés a ouvert au polypropylène des domaines d'applications extrêmement vastes et variés.

En industrie automobile, nous citerons à titre non limitatif la fabrication : du tableau de bord, des contre-portes, des réflecteurs de phares après métallisation.

En électroménager, les portes et contre-portes de machines à laver, éléments d'aspirateurs, etc...

Enfin, il y a lieu de noter qu'il existe maintenant des polypropylènes renforcés, les plus usuels étant les polypropylènes renforcés de fibres de verre.

#### I.1.4. Les matériaux céramiques

Ils sont surtout utilisés pour la fabrication des circuits hybrides. Les céramiques sur lesquelles seront déposées les couches minces, jouent un rôle mécanique en tant que support et électrique en tant qu'isolant.

Le substrat ne doit pas être attaqué chimiquement et donc doit avoir une résistance chimique la plus élevée possible pour éviter toute détérioration au moment des nettoyages ou des gravures. Par ailleurs, s'il y a réaction entre le substrat et le matériau que l'on dépose, on sera amené généralement à rejeter ce substrat. La réalisation des circuits hybrides demande une bonne adhérence du couple couche mince-substrat pour ne pas avoir de décollement du dépôt lors du soudage des composants qui entraîne des contraintes mécaniques et thermiques.

Toutes ces raisons font qu'on utilise actuellement essentiellement l'alumine comme substrat pour réaliser des circuits hybrides hyperfré-

Propriétés du Polypropylène	Valeurs
Masse volumique	$0,9 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$
Température de fusion	165 à 170°C
Température de ramollissement	149°C
Conductivité thermique	0,12 W/(m.K)
Allongement à la rupture	800 à 1000 %
Résistance au choc à 23°C	$5 \cdot 10^3 \text{ J/m}^2$
Résistivité	$> 10^{14} \text{ } \Omega \cdot \text{m}$
Permittivité relative à 1 MHz	2,2 à 2,3
Facteur de perte diélectrique (tg $\delta$ ) à 1 MHz	$3 \cdot 10^{-4}$
Absorption d'eau en 24 heures	0,03 %

Tableau I.2 : Caractéristiques du polypropylène

quences. En effet, l'alumine possède, entre autres, une bonne rigidité mécanique, un très bon état de surface, ce qui permet de graver des lignes très fines.

Les caractéristiques principales des substrats d'alumine sont résumées dans le tableau I.3 (4).

Remarque : on trouve dans le commerce deux types d'alumines qui se distinguent par leur taux de pureté :

- alumine à 99 % de pureté,
- alumine à 96 % de pureté.

Propriétés de l'alumine à 96 % de pureté	Valeurs
Point de ramollissement	1550°C
Coefficient de dilatation linéaire	$6,4 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{C}$
Conductivité thermique à 25°C	$35 \text{ W.m}^{-1} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$
Masse volumique	$3,7 \cdot 10^3 \text{ kg.m}^{-3}$
Permittivité relative à 1 MHz	9,30
Tangente de l'angle de pertes à 1 MHz	$2,8 \cdot 10^{-3}$
Résistivité volumique à 300°C	$10^8 \Omega \cdot \text{m}$

Tableau I.3 : Caractéristiques principales des substrats d'alumine

Les impuretés sont en général CaO, MgO ou SiO<sub>2</sub>. Leur présence influence surtout sur la rugosité, la constante diélectrique et les pertes diélectriques.

**Remarque** : le nitrure d'aluminium fait l'objet d'études importantes et commence à être utilisé industriellement.

## I.2. PRINCIPALES TECHNIQUES DE METALLISATION

On distingue trois types de métallisation :

- la galvanoplastie,
- le laminage d'une feuille métallique,
- les dépôts sous vide.

### I.2.1. La galvanoplastie

La galvanoplastie est une technique bien connue et utilisée dans de nombreux domaines, tel que la métallisation des circuits imprimés.

Dans le cas de la métallisation des isolants, elle présente quelques inconvénients. En effet, il est nécessaire d'avoir une surface conductrice pour effectuer la recharge galvanique. Pour ceci, les substrats subissent toute une série de traitements chimiques se terminant par un cuivrage chimique comme on peut le voir sur le tableau I.4.

Ce procédé est très utilisé dans le domaine des circuits imprimés. Les méthodes de métallisations chimiques posent également un problème au niveau du revêtement des trous d'interconnexion des circuits multicouche. En effet, le décapage des trous est rendu difficile en milieu liquide lorsque le diamètre des trous diminue. Il en est de même pour la pénétration des bains galvaniques. Il faut noter que l'on atteint actuellement des rapports diamètre du trou/épaisseur du substrat, inférieurs à 0,5. Dans ces cas là, la formation de bulles d'air empêche le mouillage des parois des trous par les différentes solutions.

La galvanoplastie ne permet pas également de faire des dépôts adhérents directement sur alumine. Il est nécessaire de déposer une sous-couche d'accrochage, en général du Ni-Cr par pulvérisation cathodique. Cette sous-couche modifie les propriétés électriques de l'ensemble et constitue également une difficulté pour la gravure.

### I.2.2. Le laminage

Cette méthode consiste à laminer une feuille de cuivre sur le subs-

GAMME TYPE DE METALLISATION CHIMIQUE

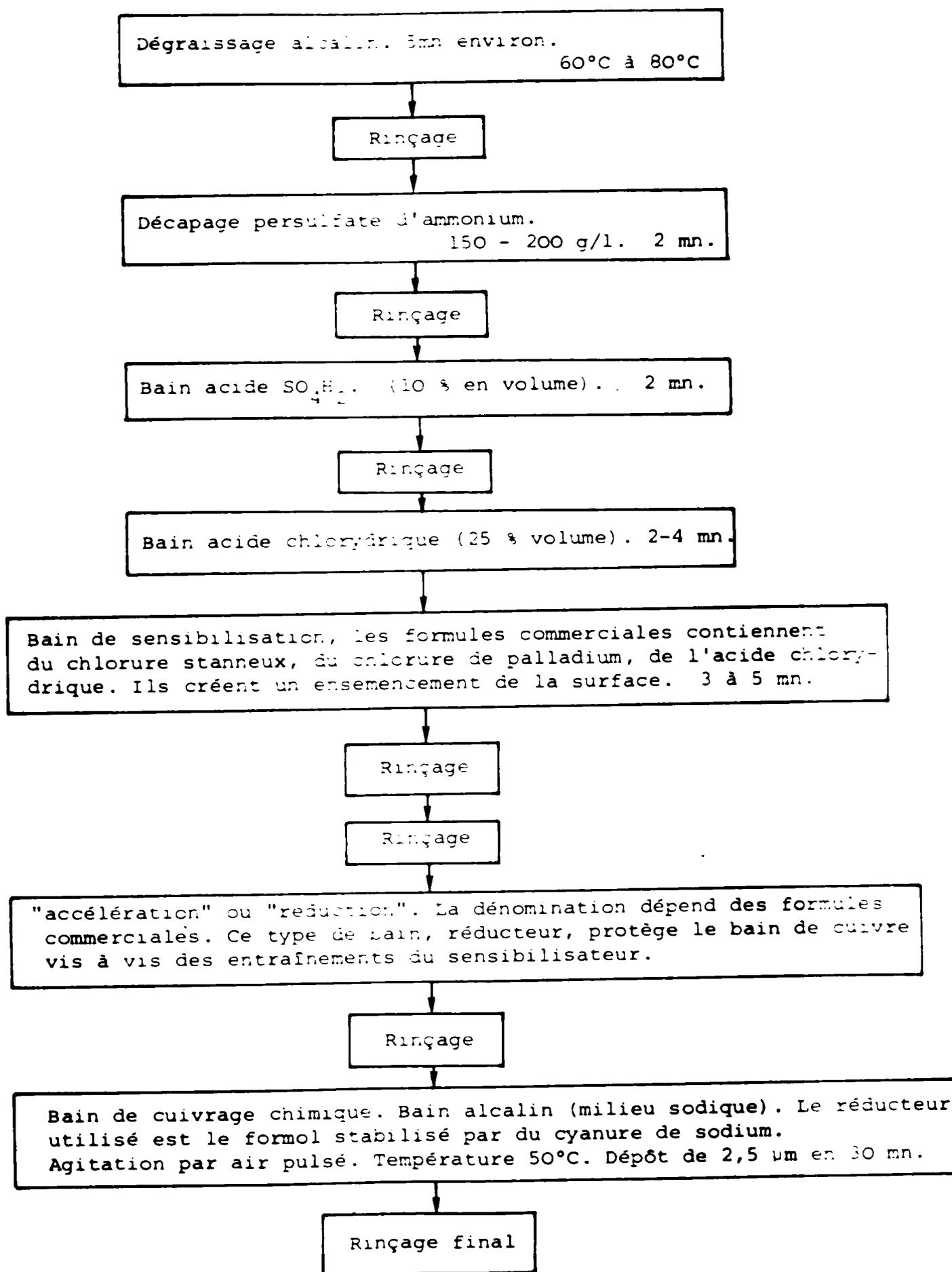


Tableau I.4

trat isolant, à chaud, en présence d'oxygène et souvent après avoir ad- joint de la colle. Pour des raisons mécaniques, on utilise des feuilles d'épaisseur supérieure à 17  $\mu\text{m}$ . Cette méthode est essentiellement utili- sée pour la métallisation du téflon.

Cette méthode ne permet pas de graver des lignes de très faible lar- geur du fait de la forte épaisseur des couches.

### I.2.3. Les dépôts sous vide

Il existe plusieurs méthodes de dépôts sous vide pour réaliser des couches minces. Elles se distinguent suivant le type de mise en phase vapeur.

Nous allons rappeler brièvement les principales techniques des dépôts sous vide, puis nous nous intéresserons plus particulièrement au disposi- tif expérimental de dépôt ionique (ion plating) que nous avons utilisé dans cette étude.

#### I.2.3.1. Evaporation sous vide

Le corps à déposer est mis en phase vapeur par évaporation thermique dans une enceinte où on a fait un vide aussi bon que possible. Ceci permet d'éliminer un maximum d'impuretés qui pourraient se trouver dans l'en- ceinte. Le corps sur lequel on désire effectuer le dépôt (ou substrat) est placé en regard de la nacelle, du creuset ou du filament qui contient le corps à évaporer.

Les atomes libérés au cours de l'évaporation se condensent sur toutes les surfaces qui sont en regard direct de la source d'évaporation. Les principales caractéristiques de cette technique sont :

- une grande vitesse de dépôt (5),
- une adhérence en général médiocre,
- un pouvoir de recouvrement très faible.

Il est difficile de déposer des alliages car leur composition évolue généralement au cours de l'évaporation.

### I.2.3.2. Pulvérisation cathodique

Le schéma de principe de la pulvérisation cathodique est donné par la figure I.1. Une plaque appelée cible constituée par le matériau à déposer est fixée sur une électrode refroidie (cathode). Elle est en regard du porte-substrats qui est à la masse et qui joue le rôle de l'anode. On porte la cible à une tension négative de 3 à 5 kv. Une décharge électrique est amorcée en introduisant un gaz (argon) de façon à obtenir une pression comprise entre 0,1 et 10 Pa. Le matériau à déposer est mis en phase vapeur sous l'effet de l'impact d'ions positifs produit dans la décharge. Les ions sont attirés par la cible. Les atomes libérés vont se condenser sur le substrat.

La vitesse de dépôt est faible. Pour l'augmenter, il est nécessaire d'augmenter le nombre d'ions tombant sur la cible tout en diminuant la pression. Pour ceci, on utilise généralement un champ magnétique qui piège les électrons au voisinage de la cible et augmente l'ionisation. On obtient alors une vitesse de pulvérisation, donc une vitesse de dépôt plus importante : c'est la pulvérisation magnétron.

### I.2.3.3. Dépôt ionique (ion plating)

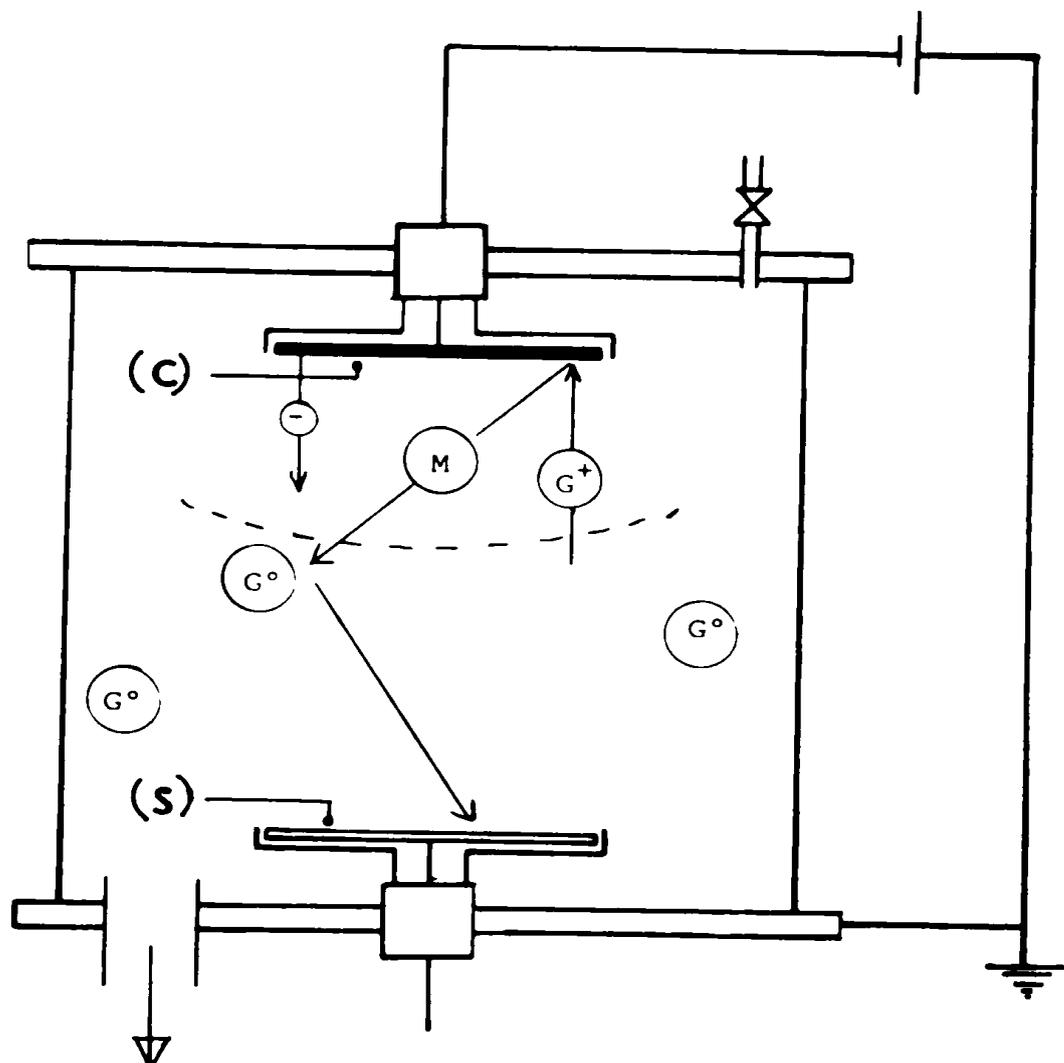
En 1963 Mattox (6) proposa une technique permettant à priori d'obtenir des dépôts adhérents avec une grande vitesse de dépôt.

#### a - Principe des dépôts ioniques

Les dépôts ioniques peuvent être considérés comme une évaporation réalisée en présence d'une décharge électrique (7).

La figure I.2 représente le schéma de principe.

Le dépôt se fait dans une enceinte dans laquelle on a fait un vide poussé (de l'ordre de  $10^{-4}$  Pa). Grâce à une vanne à débit réglable, on introduit un gaz (en général de l'argon) de manière à faire remonter la pression jusqu'à une valeur voisine de 1 Pa. En appliquant à l'électrode support des substrats une tension négative par rapport au reste de l'enceinte qui est à la masse, on amorce une décharge électrique, le substrat jouant le rôle de la cathode.



- (-) électron
- (M) matériau à déposer
- (G°) gaz support de la décharge
- (G+) ion du gaz support de la décharge

Fig. I.1 : Schéma de principe de la pulvérisation cathodique

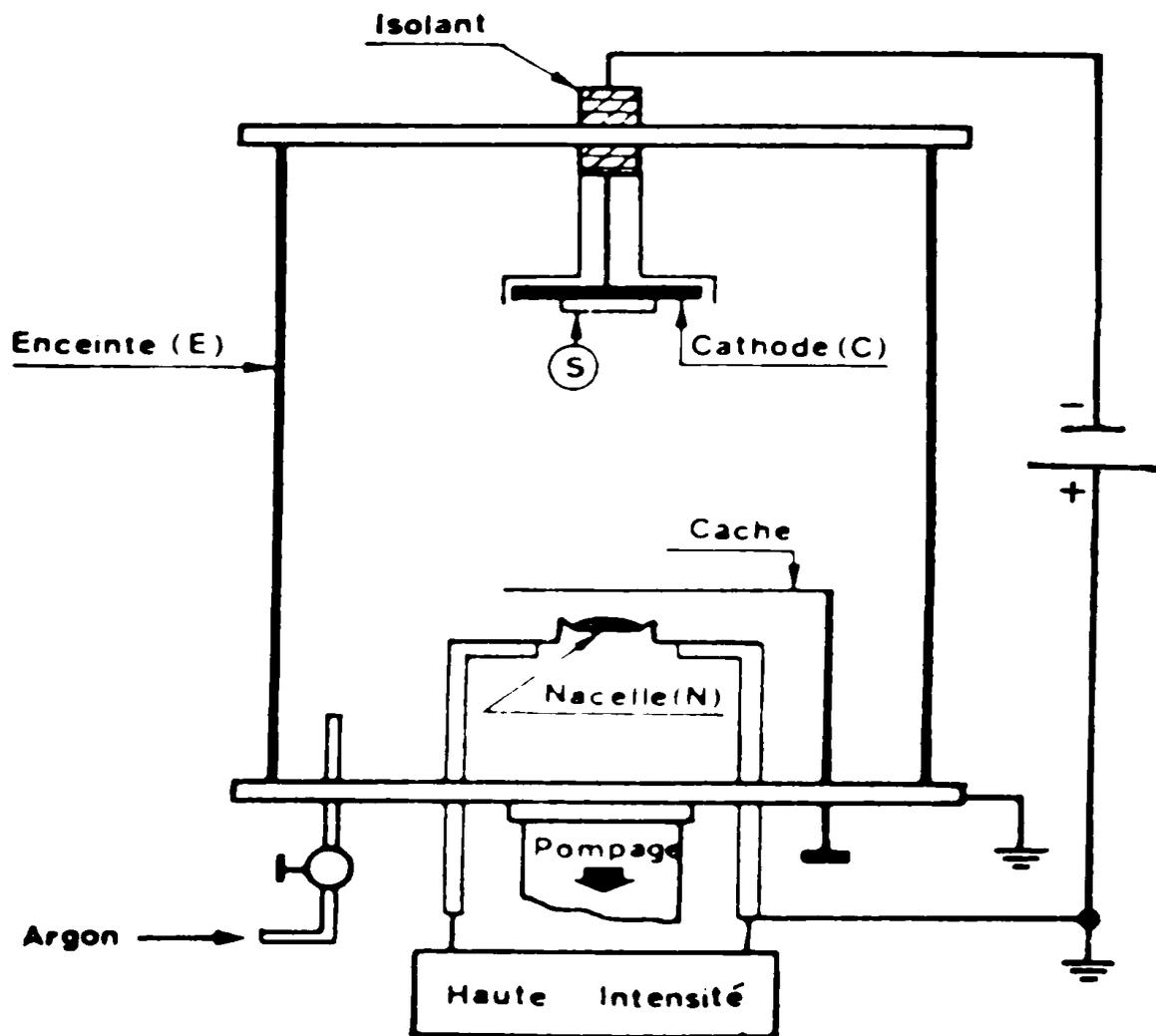


Fig. I.2 : Schéma de principe des dépôts ioniques

La mise en phase vapeur du matériau à déposer peut être réalisée de différentes manières (8) :

- . par évaporation thermique,
- . par pulvérisation cathodique

Dans le cas de l'évaporation thermique l'énergie peut être fournie par effet Joule, par bombardement électronique (9), par chauffage haute fréquence.

b - La décharge électrique :

Cette décharge joue un rôle fondamental en dépôt ionique. Elle est obtenue en appliquant une tension négative à la cathode, à une pression suffisante. Cette décharge électrique luminescente est de type anormal, c'est-à-dire que le courant de décharge croît quasi-linéairement avec la tension appliquée à la cathode (10).

Compte tenu des conditions de pressions et des distances cathode-anode, seules les zones cathodiques (zone sombre et zone de lumière négative) peuvent être observées.

c - Conséquences de la pulvérisation :

Dans le cas où on introduit un gaz inerte chimiquement (argon) seuls les ions jouent un rôle important (effet de pulvérisation). Dans le cas où on introduit un gaz réactif les ions ont toujours un rôle de pulvérisation, mais les particules excitées, en général très réactives, peuvent jouer un rôle important pour la réalisation de dépôts composés.

Ainsi, parmi les effets de la pulvérisation, suivant les différentes étapes du dépôt, on peut citer :

- la préparation de la surface du substrat avant dépôt,
- la formation d'une interface où se mélangent les atomes du substrat et ceux du matériau à déposer, au début du dépôt,
- la pulvérisation de la couche en croissance pendant le dépôt.

En ce qui concerne la préparation de la surface du substrat, les ions pulvérisent ce dernier et peuvent le débarrasser de ses impuretés de surface (vapeur d'eau, oxyde, etc...). Ce nettoyage permet d'obtenir une sur-

face propre. Ceci est particulièrement vrai dans le cas des substrats métalliques. Dans le cas des isolants, et surtout dans celui des matériaux polymères, les phénomènes sont plus complexes.

Des études précédentes (9) ont montré qu'il peut y avoir en plus du phénomène de nettoyage que nous venons de voir, cassure des chaînes moléculaires en surface et dégradation du matériau. Pour atténuer cet effet, il est nécessaire d'introduire avec l'argon un gaz réactif (11).

Sans interrompre le processus précédent, on commence la mise en phase de la vapeur du matériau à déposer. L'action de pulvérisation des ions continue toujours. Elle va entraîner la formation d'une interface où il y a mélange intime du substrat et du corps à déposer. En effet une partie des atomes du substrat qui sont pulvérisés retombent sur ce dernier. Ces atomes se mélangent donc avec ceux du corps évaporé. Il apparaît aussi dans la décharge des ions du corps à déposer. Ces ions sont accélérés dans l'espace sombre cathodique et peuvent pénétrer plus ou moins profondément dans le substrat (une dizaine d'angströms) (12).

Quand le dépôt atteint une certaine épaisseur, les ions n'atteignent plus le substrat. Ils continuent à pulvériser le dépôt en cours de croissance. L'élévation de la température du dépôt provoquée par l'impact des particules énergétiques favorise la diffusion des atomes déposés (13). L'apport énergétique provoque également une multiplication des sites de croissance et donc une diminution de la porosité.

d - Cas particulier des isolants :

Nous avons vu dans les paragraphes précédents que le substrat était soumis à un bombardement ionique. Il est nécessaire que ce soit un conducteur électrique afin d'évacuer les charges et d'éviter l'apparition d'arcs électriques.

Dans le cas des isolants, on utilise une polarisation radiofréquence (r.f.) délivrant un signal alternatif de fréquence 13,56 MHz. Le signal r.f. est représenté sur la figure I.3.a.

Pendant l'alternance positive ce sont les électrons qui sont attirés sur le substrat et pendant l'alternance négative, ce sont les ions positifs

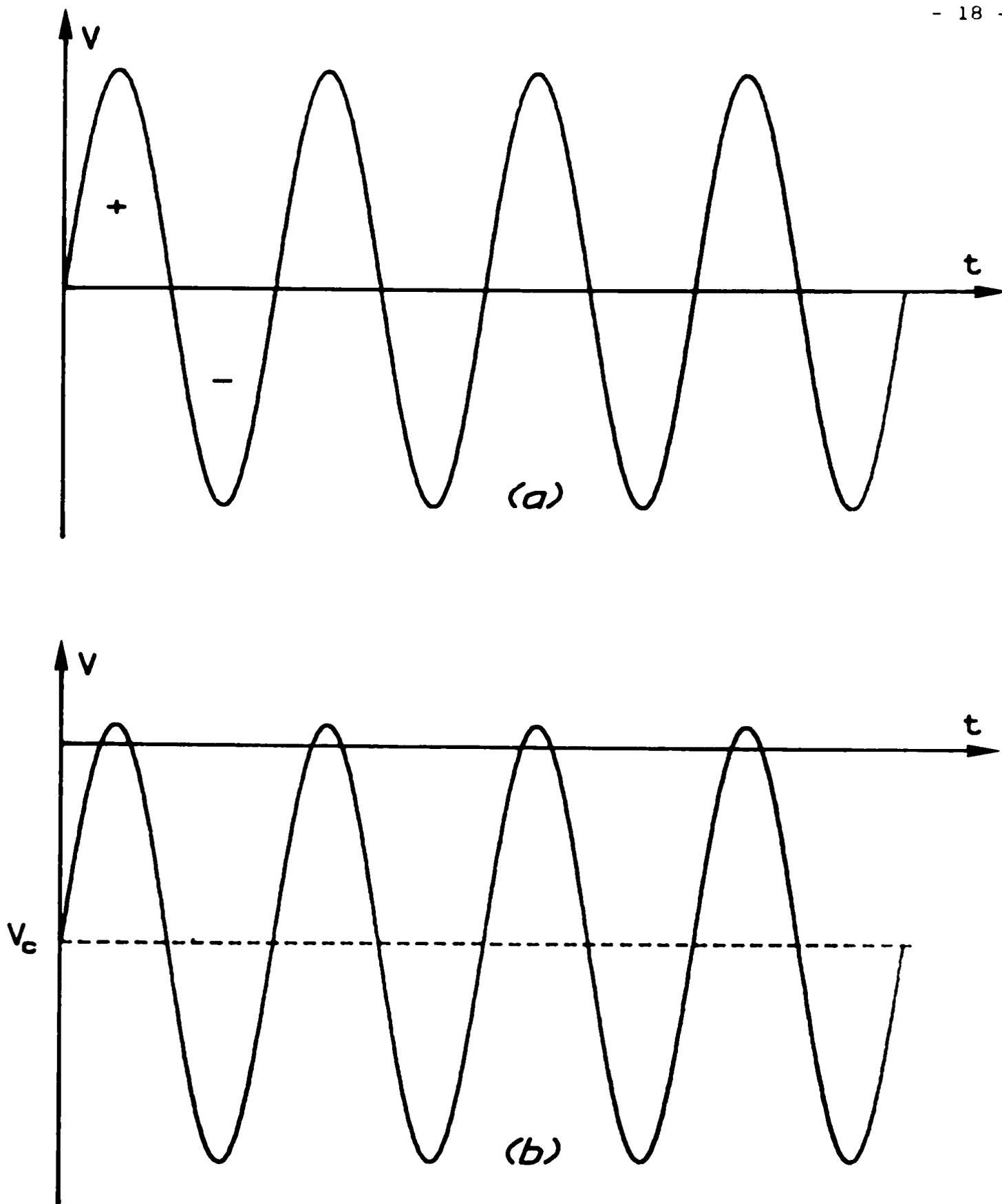


Fig. I.3 : Allure du potentiel d'une cathode polarisée en r.f., l'anode étant reliée à la masse

qui viennent neutraliser la charge négative qui s'est constituée pendant l'alternance précédente. Or, comme les ions sont moins mobiles que les électrons, il tombe moins d'ions que d'électrons sur le substrat pendant une période. Il apparaît alors un potentiel continu négatif  $V_c$  sur la cathode. Cette tension s'appelle tension d'autopolarisation. Elle dépend principalement de la puissance r.f.,  $P$ , dissipée dans la décharge. La figure I.3.b, représente le potentiel instantané de la cathode. On a (14)

$$V_c = k \sqrt{P}$$

où  $k$  est une constante.

Les substrats à revêtir subissent encore dans ce cas l'influence du bombardement ionique et les propriétés liées à ce bombardement : bonne adhérence, faible porosité des dépôts, subsistent généralement.

Il est donc possible, par dépôt ionique, de réaliser des dépôts adhérents sur substrats isolants (15).

Remarque : les ions sont insensibles au champ r.f. ; par contre les électrons qui ont une masse faible oscillent dans le champ r.f. ce qui augmente la longueur de leur trajectoire et donc l'ionisation. Ceci permet de maintenir la décharge à des pressions plus basses que dans le cas de décharges obtenues en continu.

e - Principales qualités des couches minces obtenues par dépôt ionique.

- Une bonne adhérence qui est due au nettoyage avant le dépôt et à la formation de l'interface dépôt-substrat où se mélangent les atomes du substrat et ceux du matériau à déposer.

- Un bon pouvoir de recouvrement qui est dû au fait que les particules du matériau à déposer diffusent à travers le gaz support de la décharge et arrivent sur le substrat suivant des directions quelconques.

- Dépôt en général dense et de faible porosité. Ceci est dû au bombardement ionique continu de la couche en croissance. Ce bombardement provoque la pulvérisation des atomes mal intégrés dans la couche en croissance.

Il entraîne aussi la diffusion latérale des sites de croissance ce qui évite la croissance en colonnes souvent rencontrée en évaporation simple et même en pulvérisation (16).

- Possibilité de réaliser des dépôts de matériaux composés. Ceci est dû à la production de particules excitées très réactives dans la décharge.

## **CHAPITRE II**

### **DESCRIPTION ET MISE EN OEUVRE DES DISPOSITIFS DE DEPOT**

## CHAPITRE II

### DESCRIPTION ET MISE EN OEUVRE DES DISPOSITIFS DE DEPOT

#### II.1. INTRODUCTION

Les revêtements étudiés sont des dépôts de cuivre et d'aluminium.

Nous avons utilisés deux techniques pour réaliser ces dépôts sous vide :

- dépôt ionique,
- pulvérisation cathodique.

Dans cette partie, nous allons décrire les dispositifs expérimentaux et le mode opératoire pour réaliser les dépôts.

#### II.2. DISPOSITIF DE DEPOT IONIQUE

Le dispositif de dépôt ionique que nous avons utilisé pour métalliser les substrats est représenté sur la figure II.1. Il comprend :

- . une enceinte à vide et son installation de pompage,
- . un dispositif d'introduction de gaz,
- . un dispositif d'évaporation par effet Joule,
- . une cathode porte-substrats,
- . un générateur r.f. et son adaptateur d'impédance,
- . un dispositif de contrôle in-situ de la vitesse de dépôt.

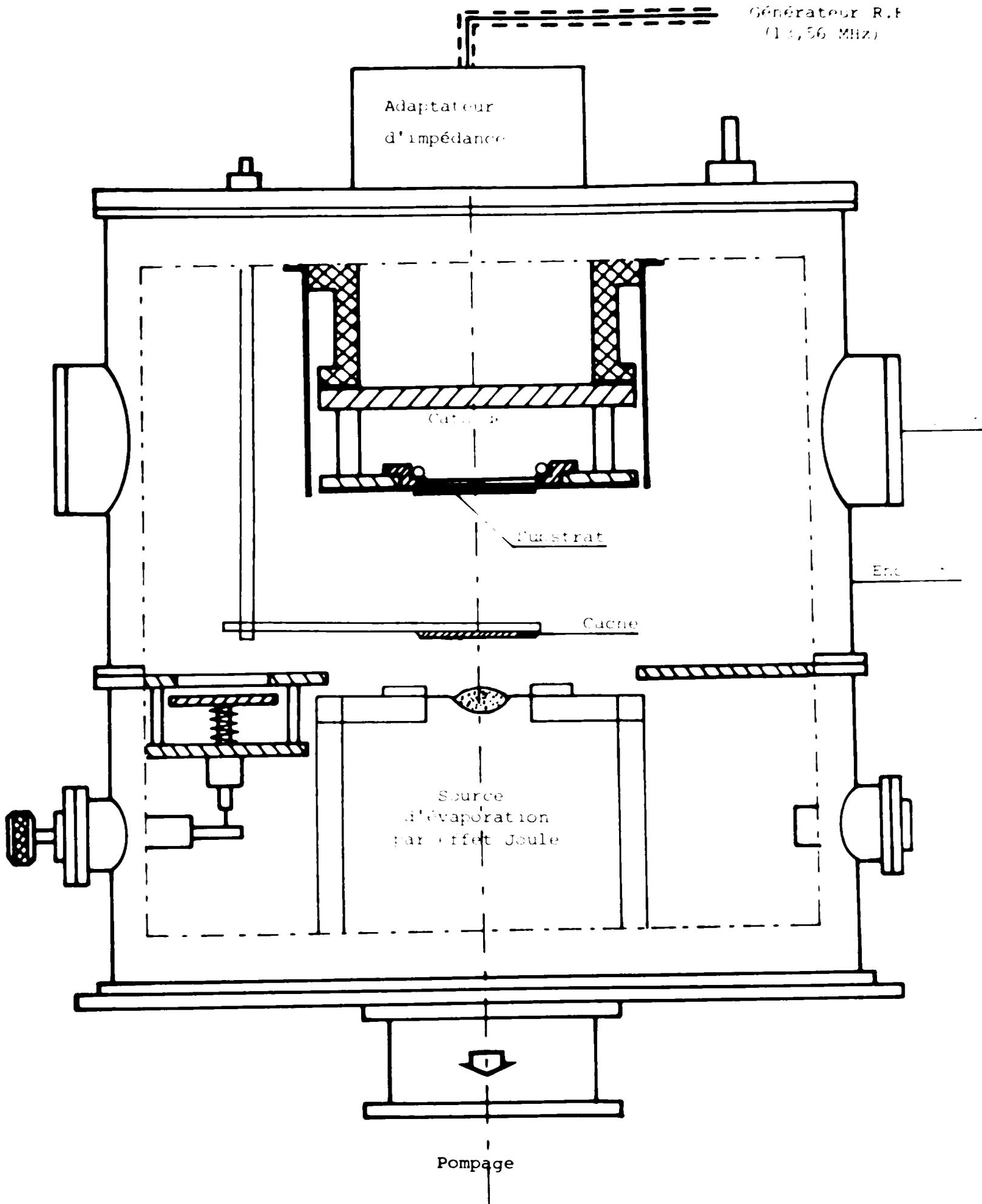


Fig. II.1 : Dispositif expérimental de dépôt sur isolants par dépôt ionique

### II.2.1. Dispositif de vide

a - L'enceinte à vide :

Réalisée en acier inoxydable, elle est de forme cylindrique de diamètre 560 mm et de hauteur 626 mm.

Elle est posée sur une platine de base qui sert également de support à la pompe à diffusion. Elle est séparée en deux parties par une platine en acier inoxydable qui peut servir de support à un canon à électrons. Elle est équipée de trois hublots :

- deux permettent de voir de l'extérieur le déroulement du dépôt,
- le troisième est utilisé comme passage optique pour le contrôle in-situ de la vitesse d'évaporation.

b - Le groupe de pompage :

Le vide est réalisé par un groupe de pompage comprenant :

- une pompe à palettes ( $35 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ ),
- une pompe à diffusion d'huile ( $1200 \text{ l} \cdot \text{s}^{-1}$ ), située sous l'enceinte.

c - Le dispositif d'introduction du gaz :

Pour provoquer une décharge dans l'enceinte, la pression doit être supérieure à 0,1 Pa. Pour faire remonter la pression, on introduit un gaz ou un mélange gazeux.

L'introduction du gaz dans l'enceinte est faite grâce à une vanne micrométrique manuelle.

Dans le cas d'une décharge dans un mélange gazeux, le deuxième gaz est introduit par un système analogue situé en aval d'un débitmètre qui permet de contrôler le débit du gaz (en général un gaz réactif).

### II.2.2. Dispositif de mise en phase vapeur (effet Joule)

C'est grâce à ce dispositif que le matériau à déposer est évaporé. Il est composé :

- . de deux passages étanches haute intensité, refroidis par une circulation d'eau,
- . des supports en cuivre de la nacelle,

. de la nacelle en tungstène ou en molybdène qui, lorsqu'elle est parcourue par un courant est portée à haute température ce qui permet de vaporiser le matériau qu'elle contient.

### II.2.3. Cathode porte-substrats

#### a - Description de la cathode :

La cathode est représentée sur la figure II.2. Elle est fixée à la platine supérieure. Elle est circulaire et son diamètre est égal à 20 mm. Elle est constituée par :

- un support isolant (1) en téflon,
- une plaque en cuivre (2) qui assure l'étanchéité grâce à un joint,
- une deuxième plaque en cuivre (3) qui est refroidie par un serpentin et qui assure l'évacuation de l'énergie thermique fournie par la décharge,
- une plaque en acier inoxydable (4) sur laquelle sont fixés les substrats à métalliser,
- un écran cylindrique (5) d'un diamètre supérieur de 10 mm à celui de la cathode et relié à la masse. Son rôle est de limiter la décharge à la partie de la cathode qui se trouve en regard du dispositif d'évaporation.

#### b - Générateur radio-fréquence (r.f.) :

La cathode décrite ci-dessus est reliée à un générateur radio-fréquence PLASMA THERM, type H.F.S. 500 E qui délivre une tension alternative de fréquence égale à 13,56 MHz.

La puissance maximale délivrée par le générateur sur 50  $\Omega$  est 500 W. Par la suite nous avons utilisé des puissances comprises entre 0 et 300 W, ce qui correspond à une densité de puissance variant de 0 à 1 W/cm<sup>2</sup>.

L'impédance de la décharge étant variable et généralement différente de 50  $\Omega$ , il faut adapter l'impédance de l'ensemble cathode + décharge à celle du générateur. Pour cela, nous avons inséré un adaptateur d'impédance manuel entre le générateur et la cathode.

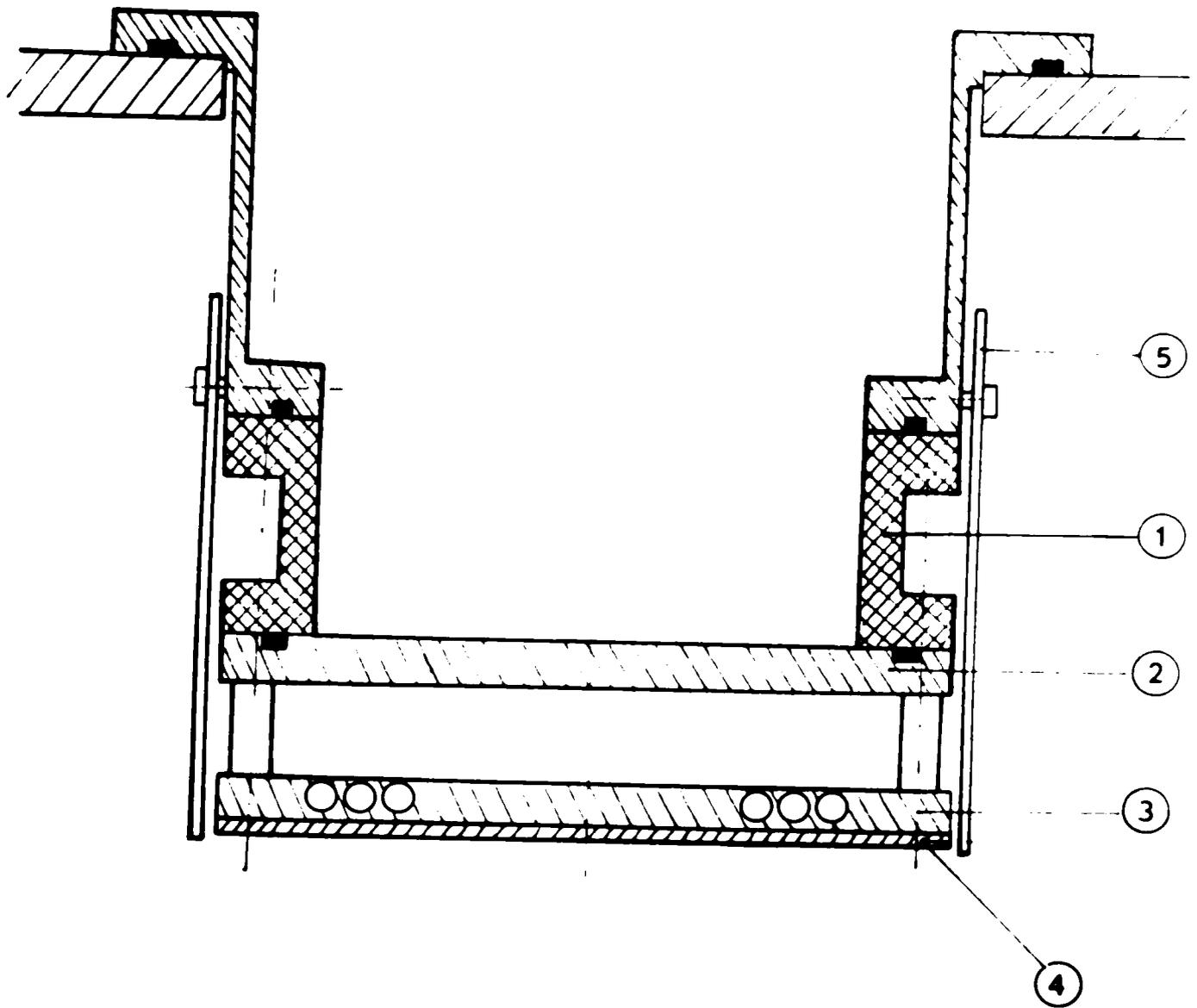


Fig. II.2 : Schéma de la cathode porte-substrats

c - L'adaptateur d'impédance :

Plusieurs types de circuits d'adaptation à constantes localisées sont possibles.

Le montage de base du circuit d'adaptation utilisé est un circuit en L comme l'indique la figure II.3. Il comprend deux condensateurs variables à air et une bobine d'inductance propre L.

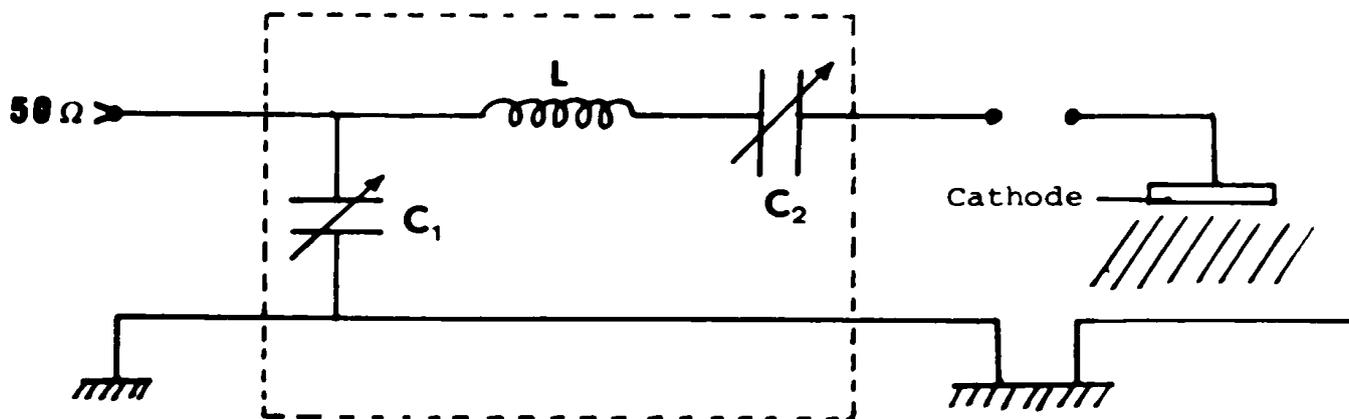


Fig. II.3 : Circuit d'adaptation en L

Les capacités des condensateurs  $C_1$  et  $C_2$  peuvent être ajustées par conséquent jusqu'à ce que l'impédance de charge du générateur soit sensiblement égale à  $50 \Omega$ . Ce réglage est relativement difficile car l'impédance de la décharge dépend de nombreux facteurs : pression du gaz support de la décharge, vitesse d'évaporation, etc...

#### II.2.4. Dispositif de contrôle, in-situ, de la vitesse de dépôt

Il existe plusieurs méthodes pour contrôler l'épaisseur des dépôts. Parmi ces méthodes, on peut citer l'utilisation d'une balance à quartz dans les systèmes classiques de dépôts sous vide.

Du fait de la polarisation de la cathode et donc de l'existence de la décharge électrique dans les systèmes de dépôts ioniques, cette méthode ne peut pas être utilisée.

Nous avons contrôlé la vitesse de dépôt en faisant une analyse de la

lumière émise par les atomes évaporés excités dans la décharge. En effet, les atomes du matériau évaporé, en passant dans la zone de lumière négative, entrent en collision avec des électrons et se trouvent dans un état excité. En revenant à leur état fondamental, ils émettent de la lumière. Ce rayonnement lumineux contient un certain nombre de longueurs d'onde caractéristiques du matériau déposé. L'intensité de ces raies dépend du nombre d'atomes excités par unité de volume (18). Ce nombre dépend lui-même du nombre d'atomes neutres,  $N$ , par unité de volume. La vitesse de dépôt étant directement fonction de  $N$  (19), (20), (21), il existe donc une relation entre la vitesse de dépôt et l'intensité  $I_\lambda$  de la raie choisie. La connaissance de cette relation par étalonnage permet, en mesurant l'intensité d'une raie au cours du dépôt de contrôler la vitesse de croissance du dépôt.

Le dispositif de mesure de l'intensité lumineuse est schématisé sur la figure II.4. La raie choisie ( $\lambda = 5682 \text{ \AA}$  pour le cuivre) est sélectionnée par un monochromateur JOBIN YVON, type H 25. Le signal optique formé est transmis à un photomultiplicateur HAMMAMATSU, type R 456, qui le transforme en un courant électrique qui sera lu sur un picoampèremètre.

### II.3. DISPOSITIF DE PULVERISATION MAGNETRON

Ce dispositif est schématisé sur la figure II.5. Il est composé par une enceinte mise sous vide par un groupe de pompage. Les substrats sont disposés sur une plaque refroidie, mais non polarisée, placée en regard de la cathode magnétron. Cette dernière comporte une cible en aluminium portée par un disque plan de 10 cm de diamètre et de 0,8 cm d'épaisseur. La cathode est polarisée négativement par un générateur continu de puissance maximale 5 kW (1 kV, 5 A).

La distance entre la cible et les substrats est variable et peut prendre des valeurs comprises entre 6 et 12 cm.

Pour métalliser les substrats, on fait un vide de l'ordre de  $10^{-4}$  Pa dans l'enceinte. On introduit de l'argon pour faire remonter la pression jusqu'à une valeur comprise entre  $10^{-1}$  et 1 Pa. La cathode magnétron est alors polarisée par une tension négative, ce qui provoque une décharge électrique.

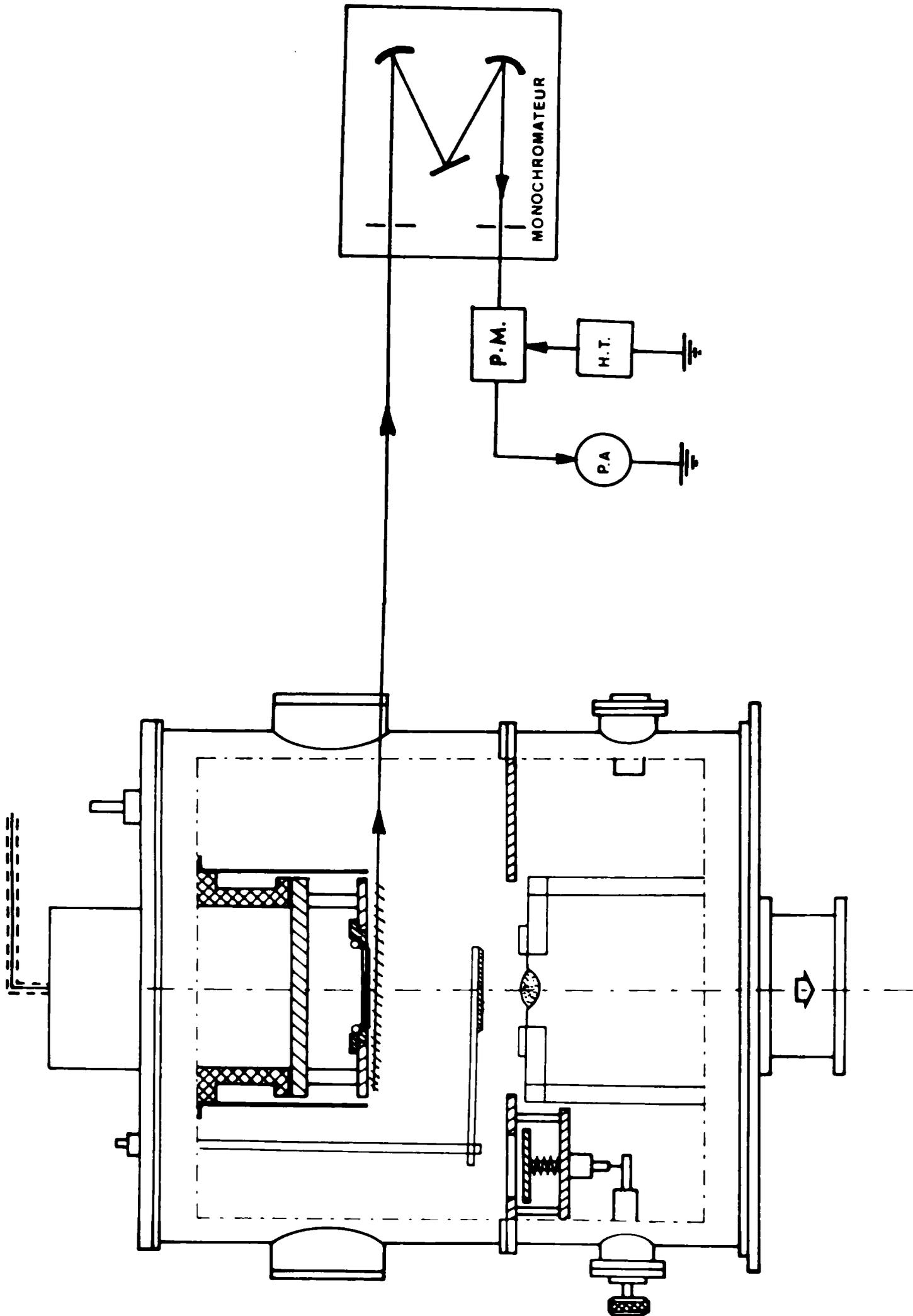


Fig. II.4 : Schéma de principe de la mesure in-situ de la vitesse de dépôt

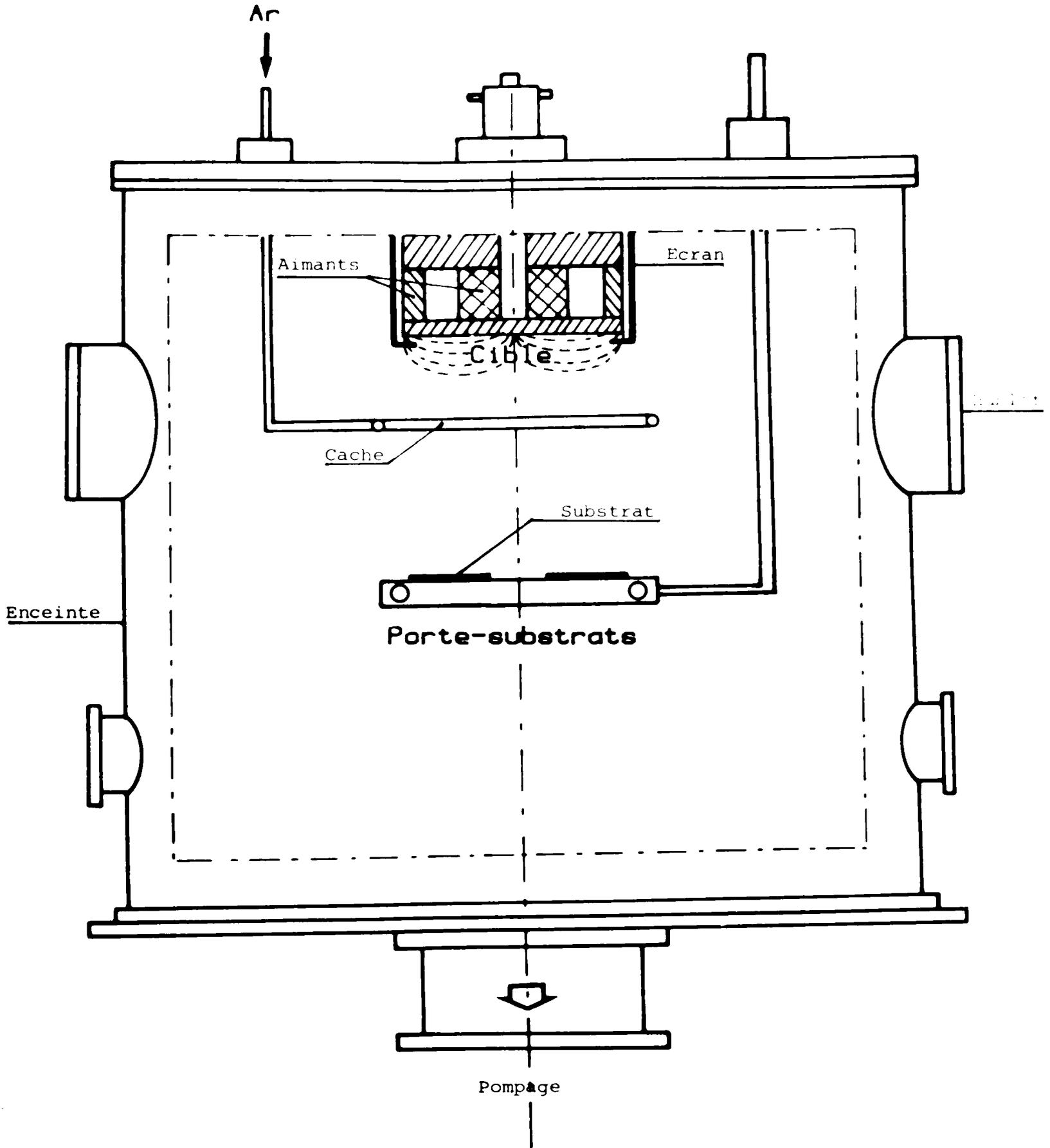


Fig. II.5 : Dispositif expérimental de dépôt par pulvérisation magnétron

Il est à noter que les substrats ne sont pas polarisés et ne sont donc pas soumis à un bombardement ionique.

Les paramètres de dépôt sont les suivants :

- pression du gaz support de la décharge,
- puissance fournie à la cible,
- durée du dépôt.

#### II.4. DEPOTS DE CUIVRE SUR EPOXY, POLYIMIDE, ALUMINE

La réalisation d'un dépôt comporte quatre étapes :

- nettoyage à l'acétone des plaques substrats,
- mise sous vide et préfusion du cuivre,
- nettoyage in-situ des substrats,
- phase de dépôt.

Les substrats utilisés sont de l'époxy, du polyimide ou de l'alumine. Ils sont dégraissés et nettoyés par immersion dans un bain à ultra-son d'acétone pendant quelques minutes.

Après avoir été séchés, les substrats sont introduits dans l'enceinte à vide et disposés sous la cathode. Le matériau à déposer (cuivre) est placé dans la nacelle. L'enceinte est mise sous vide. La pression atteinte est de l'ordre de  $10^{-4}$  Pa. Le lingot est fondu sous un cache placé au-dessus de la nacelle. Lors de la préfusion la pression dans l'enceinte augmente et atteint des valeurs de  $10^{-3}$  à  $10^{-2}$  Pa. Cette élévation est due au dégazage du cuivre. Après cette préfusion, nous attendons que la pression revienne à sa valeur initiale.

La phase de nettoyage peut commencer. On introduit un gaz inerte (argon) ou un mélange gazeux (argon + oxygène) jusqu'à atteindre la pression voulue. En faisant varier l'ouverture de la vanne d'étranglement située entre la base de l'enceinte et la pompe à diffusion d'huile, on peut avoir toujours le même débit de gaz introduit.

On applique la polarisation r.f. pour amorcer la décharge. Sous l'influence du bombardement ionique la couche superficielle du substrat est pulvérisée. La durée de cette phase est appelée temps de nettoyage.

Les paramètres contrôlés pendant cette phase sont :

- la nature et la pression du gaz support de la décharge,
- la puissance délivrée par le générateur r.f.,
- la tension continue apparaissant sur la cathode,
- la durée du nettoyage.

Après cela, la phase de dépôt débute. Sans interrompre le processus de la décharge électrique, on commence à chauffer la nacelle en augmentant l'intensité du courant qui la traverse jusqu'à obtenir l'évaporation du cuivre (le passage en phase vapeur du cuivre est mis en évidence par l'apparition d'une couleur verte dans la décharge). On règle l'intensité du courant de chauffage de manière à obtenir une intensité de raie qui corresponde à la vitesse de dépôt souhaitée.

Les paramètres à contrôler sont les mêmes que ceux du nettoyage. Avant l'ouverture de l'enceinte et sa remise à l'air libre, on laisse le système se refroidir sous vide pour qu'il n'y ait pas de réaction éventuelle (oxydation) avec l'air.

## II.5. DEPOTS D'ALUMINIUM SUR LE POLYPROPYLENE

L'aluminium est difficile à évaporer par chauffage par effet Joule dans une nacelle en tungstène car il mouille la nacelle et il a tendance à former à la longue un amalgame avec le tungstène. Pour éviter ce phénomène on préfère placer l'aluminium sur un filament et réaliser une évaporation ultra rapide (quelques secondes) appelée évaporation flash.

Le dispositif expérimental est le même que celui décrit dans le paragraphe II.2. On remplace le creuset par un filament en tungstène sur lequel des fils d'aluminium sont enroulés en spirales. Le filament est chauffé par effet Joule au moyen d'un courant de forte intensité (60 A).

Le mode opératoire, les paramètres de nettoyage et du dépôt sont les mêmes que ceux décrits dans le paragraphe II.4.

Nous avons aussi utilisé la pulvérisation magnétron (paragraphe II.3) pour réaliser quelques dépôts et les comparer à la méthode précédente.

Après avoir décrit les dispositifs de dépôts et leur mise en oeuvre, nous allons dans le chapitre suivant présenter les techniques de caractérisation de l'adhérence employées et donner les résultats expérimentaux.

## CHAPITRE III

### DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX DE LA CARACTERISATION DE L'ADHERENCE

## CHAPITRE III

### DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX DE LA CARACTERISATION DE L'ADHERENCE

Dans ce chapitre nous allons rappeler le principe des techniques de caractérisation d'adhérence que nous avons utilisées et leur mise en oeuvre.

#### III.1. INTRODUCTION

L'adhérence peut être définie comme étant la force nécessaire à l'arrachement d'une surface de dépôt connue. Elle caractérise aussi la liaison entre deux matériaux.

Il est très difficile de mesurer l'adhérence intrinsèque d'un dépôt sur un substrat. En effet, quel que soit le système employé, il exerce toujours un certain nombre de contraintes extérieures au dépôt et modifie ainsi la propre résistance à l'arrachement de ce dernier. De plus, le principe même de la mesure intervient dans la sollicitation du dépôt.

On peut par exemple chercher à décoller le dépôt en bloc sur une surface connue ou bien essayer de le peler, ou encore de lui imposer des contraintes telles, qu'il s'écaille.

C'est pour toutes ces raisons que nous ne parlerons pas de "mesure" de l'adhérence mais de "caractérisation" de l'adhérence. Notre but sera de comparer des résultats obtenus par un même test et non de donner une valeur absolue de l'adhérence.

De nombreuses techniques ont été proposées et utilisées en vue de résoudre le problème de la caractérisation de l'adhérence.

### III.2. LES DIFFERENTES METHODES DE CARACTERISATION DE L'ADHERENCE

Nous allons décrire les deux dispositifs de caractérisation de l'adhérence que nous avons utilisés :

- dispositif de traction latérale,
- le test du scotch.

#### III.2.1. Dispositif de traction latérale

##### III.2.1.1. Généralités

Cette méthode entre dans le cadre général des méthodes de traction. Ces dernières consistent à arracher un bloc de dépôt après l'avoir rendu solidaire d'un plot rigide, généralement par collage ou éventuellement par soudage.

La méthode la plus simple à réaliser consiste à coller un plot cylindrique de section connue sur le dépôt puis à exercer une force de traction d'intensité croissante suivant l'axe du plot comme l'indique la figure III.1.

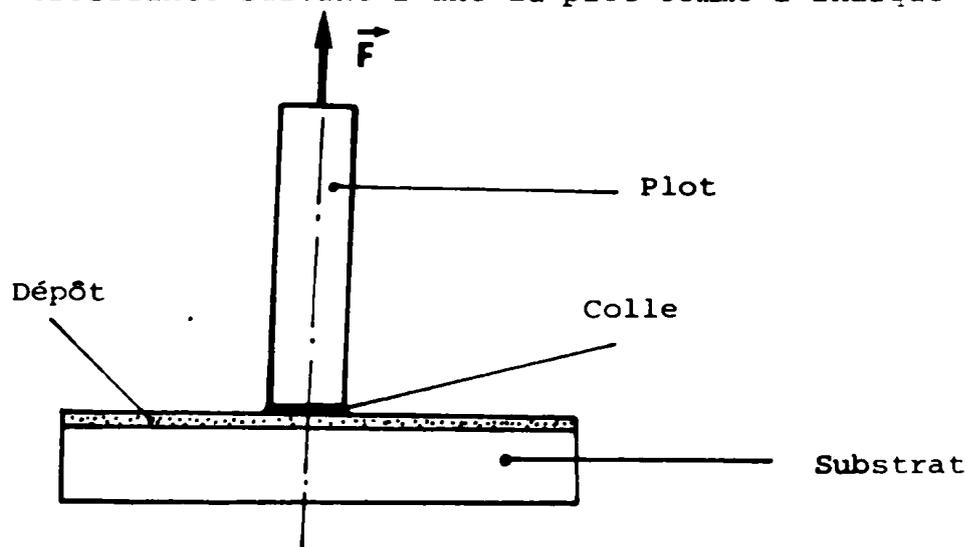


Fig. III.1 : Principe de la caractérisation de l'adhérence par traction directe

La force d'adhérence notée " $\sigma$ " est définie par la force rapportée à l'unité de surface exercée sur le plot au moment de la rupture :

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (1)$$

Dans le cas de la rupture de la colle, on n'obtient qu'une valeur minimale de l'adhérence.

Remarque : Pour des adhérences voisines de  $3.10^7 \text{ N.m}^{-2}$  et avec un plot cylindrique de 10 mm de diamètre, la force nécessaire à l'arrachement est de l'ordre de 2300 N. C'est donc une force importante. Il faut donc utiliser des machines de traction importante. Pour éviter ceci nous avons préféré utiliser la méthode de traction latérale.

### III.2.1.2. Principe de la méthode de traction latérale

Cette méthode est plus connue dans la littérature étrangère sous le nom de "tope test" (22), (23), (24).

Le principe est le suivant :

On colle un plot cylindrique de dimensions connues sur le dépôt, mais la force dans ce cas est appliquée au sommet du plot dans une direction perpendiculaire à l'axe du plot comme le montre la figure III.2.

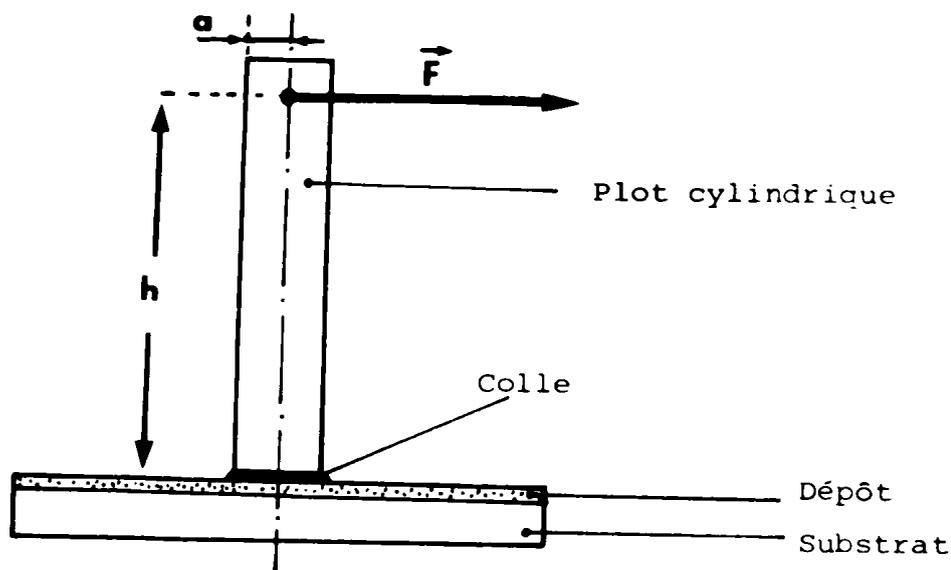


Fig. III.2 : Principe de la caractérisation de l'adhérence par traction latérale

Le principal avantage de cette technique par rapport à la traction directe est qu'elle demande, pour une même adhérence, des forces beaucoup plus faibles du fait de l'effet de bras de levier. En outre, le problème d'alignement est moins critique.

Le principe de calcul de l'adhérence est le suivant :

Pour évaluer l'adhérence, notée  $\sigma$ , du dépôt sur un substrat à partir de la force  $\vec{F}$  appliquée lors de la rupture (voir figure III.2), on suppose le plot ainsi que la colle et le dépôt parfaitement élastiques d'un point de vue mécanique. Le phénomène est alors similaire à celui de la flexion plane d'une poutre cylindrique. Sous l'action de la force  $\vec{F}$ , la poutre tend à se déformer. Certaines fibres s'allongent par contre, d'autres se raccourcissent.

Le calcul montre que la résistance à l'arrachement  $\sigma$  est donnée par (25) :

$$\sigma = \frac{4}{\pi} \cdot \frac{h \cdot F}{a^3} \quad (2)$$

avec :

$h$  : hauteur du plot entre le dépôt et le fil d'arrachement,

$F$  : intensité de la force,

$a$  : rayon du plot.

### III.2.1.3. Mise en oeuvre de la traction latérale

#### a - Collage du plot

Nous avons utilisé des plots cylindriques en laiton. Le choix du laiton est dû au fait que ce matériau est facile à usiner. La surface destinée à être collée sur le dépôt doit être propre, lisse et perpendiculaire à l'axe du plot. Pour cela, la surface à coller est usinée après chaque utilisation.

Dans une première étape, nous avons utilisé une colle appelée ARALDITE AW 136 HY 994. Elle est composée d'une résine et d'un durcisseur. La durée de durcissement minimale à 20°C est 24 heures. Par contre, elle n'est que de 5 mn à 120°C.

On constate que sa prise est lente. La couche de colle n'est pas fine et les joints de colle ont des bourrelets assez importants, ce qui entraîne des erreurs lors de la mesure de l'adhérence.

Pour toutes ces raisons, nous avons préféré utiliser une autre colle. Cette colle est un adhésif cyanoacrylate : IS 496 de LOCTITE. Elle a une

prise rapide : (environ 20 s) et une bonne résistance à l'arrachement : environ  $6.10^7 \text{ N.m}^{-2}$  dans de bonnes conditions.

Il y a un certain nombre de précautions à prendre lors du collage :

- . il faut que la répartition de la colle soit uniforme et la pellicule aussi fine que possible,
- . il faut exercer une pression constante sur toute la surface collée durant la prise de colle.

Cette deuxième condition n'est pas facile à réaliser manuellement. En effet, il est très difficile de tenir le plot parfaitement perpendiculaire au plan du dépôt durant la prise de colle. La pression appliquée n'est pas la même sur toute la surface en contact avec le plot, ce qui entraîne une grande dispersion de la résistance à l'arrachement du joint de colle.

Pour éviter ce problème, nous avons utilisé le dispositif schématisé sur la figure III.3. Le plot est maintenu perpendiculairement au plan du dépôt par trois tiges horizontales dans lesquelles sont taillées trois encoches en forme de V. Deux de ces tiges (1) et (3) sont fixes, la troisième (2) est mobile. Un levier permet par l'intermédiaire de l'axe (T) collissant dans la douille à bille (D) et du ressort de tarrage (R), d'appliquer une pression constante pendant 30 secondes sur le plot à coller.

Dès que cette opération est terminée, on laisse sécher la colle pendant environ 24 heures.

#### b - Traction

On utilise le dispositif expérimental représenté par la figure III.4. La force  $\vec{F}$  est exercée sur le plot par l'intermédiaire d'un fil souple en acier. Ce dernier est relié à un noyau de fer doux plongé dans le champ magnétique créé par une bobine. La bobine est parcourue par un courant d'intensité  $I$  lentement croissante. On obtient ainsi une force dont l'intensité croît de manière régulière ( $12 \text{ N.mn}^{-1}$ ).

Lorsqu'on atteint la force nécessaire à la rupture, le plot s'arrache, le noyau de fer doux en tombant au fond de la bobine commande un interrupteur qui arrête le balayage en courant.

On peut alors lire, sur un enregistreur placé aux bornes d'une résis-



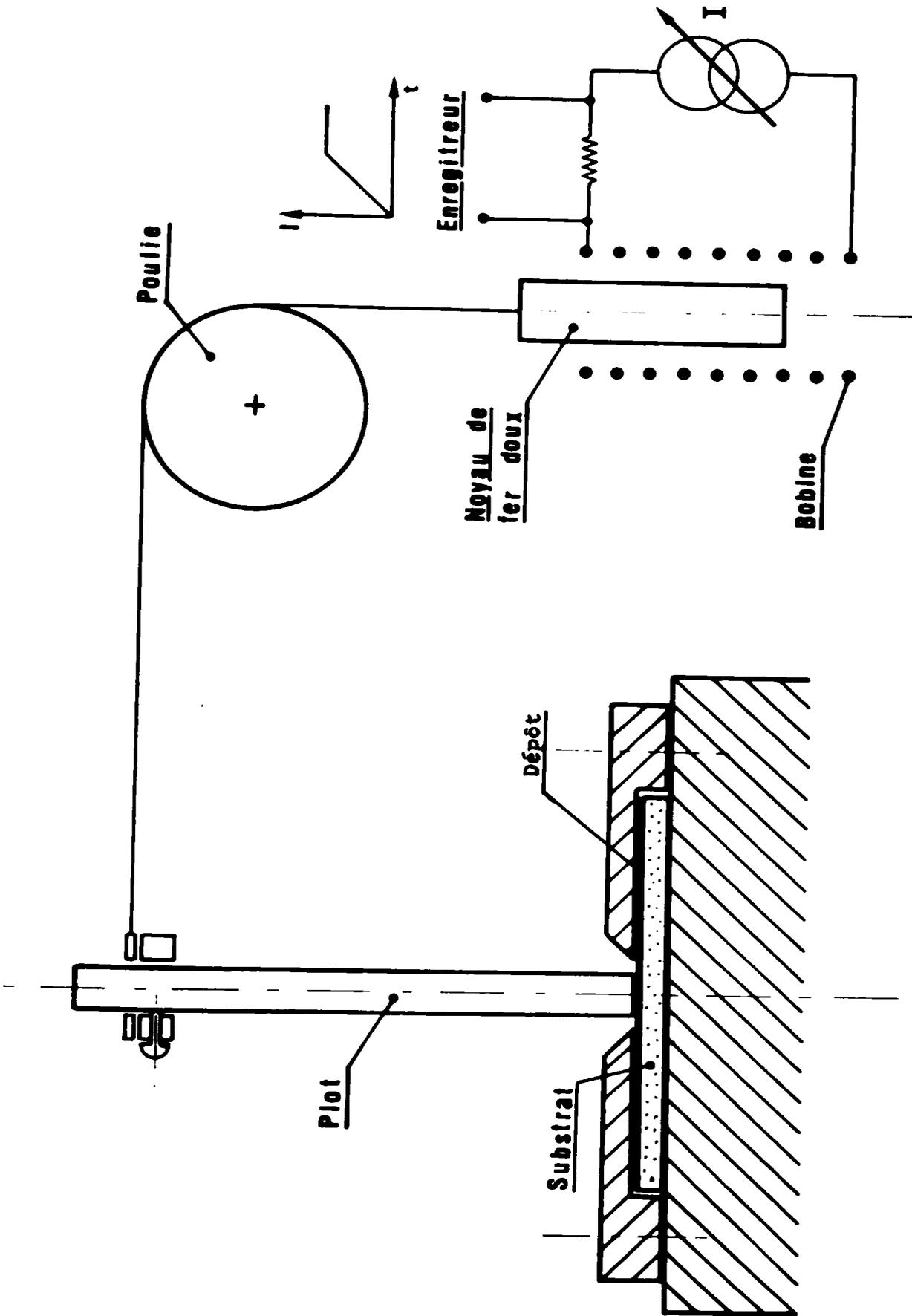


Fig. III.4 : Dispositif expérimental de caractérisation de l'adhérence par traction latérale

tance insérée en série dans le circuit, une tension qui est directement proportionnelle au courant I à la rupture.

Grâce à un étalonnage préalable (figure III.5) on peut alors déterminer la force qui provoque l'arrachement du plot.

Les dimensions géométriques des plots utilisés sont les suivantes :

$$h = 80 \text{ mm}$$

$$a = 4 \text{ mm.}$$

c - Evaluation de l'incertitude relative sur  $\sigma$

On a vu que :

$$\sigma = 4 \frac{h \cdot F}{\pi a^3}$$

L'incertitude relative sur l'adhérence est :

$$\frac{\Delta\sigma}{\sigma} = 3 \cdot \frac{\Delta a}{a} + \frac{\Delta h}{h} + \frac{\Delta F}{F}$$

$\Delta h$  est de l'ordre de 1 mm

d'où :

$$\frac{\Delta h}{h} = 1,25 \%$$

De la même manière, l'erreur relative sur la force est faible. Elle est estimée lors de l'étalonnage de la bobine et vaut :

$$\frac{\Delta F}{F} = 3 \%$$

Par contre l'erreur relative sur le rayon du plot a une grande importance du fait du coefficient 3. D'autre part, lors du collage du plot, la colle déborde un peu autour de ce dernier, ce qui augmente son diamètre. Souvent cette augmentation dépasse 0,4 mm, ce qui produit une erreur relative, en ne considérant que le rayon du plot :

$$\frac{\Delta a}{a} = 5 \%$$

Ceci produit sur le calcul de l'adhérence une erreur relative :

$$\frac{\Delta\sigma}{\sigma} = 20 \%$$

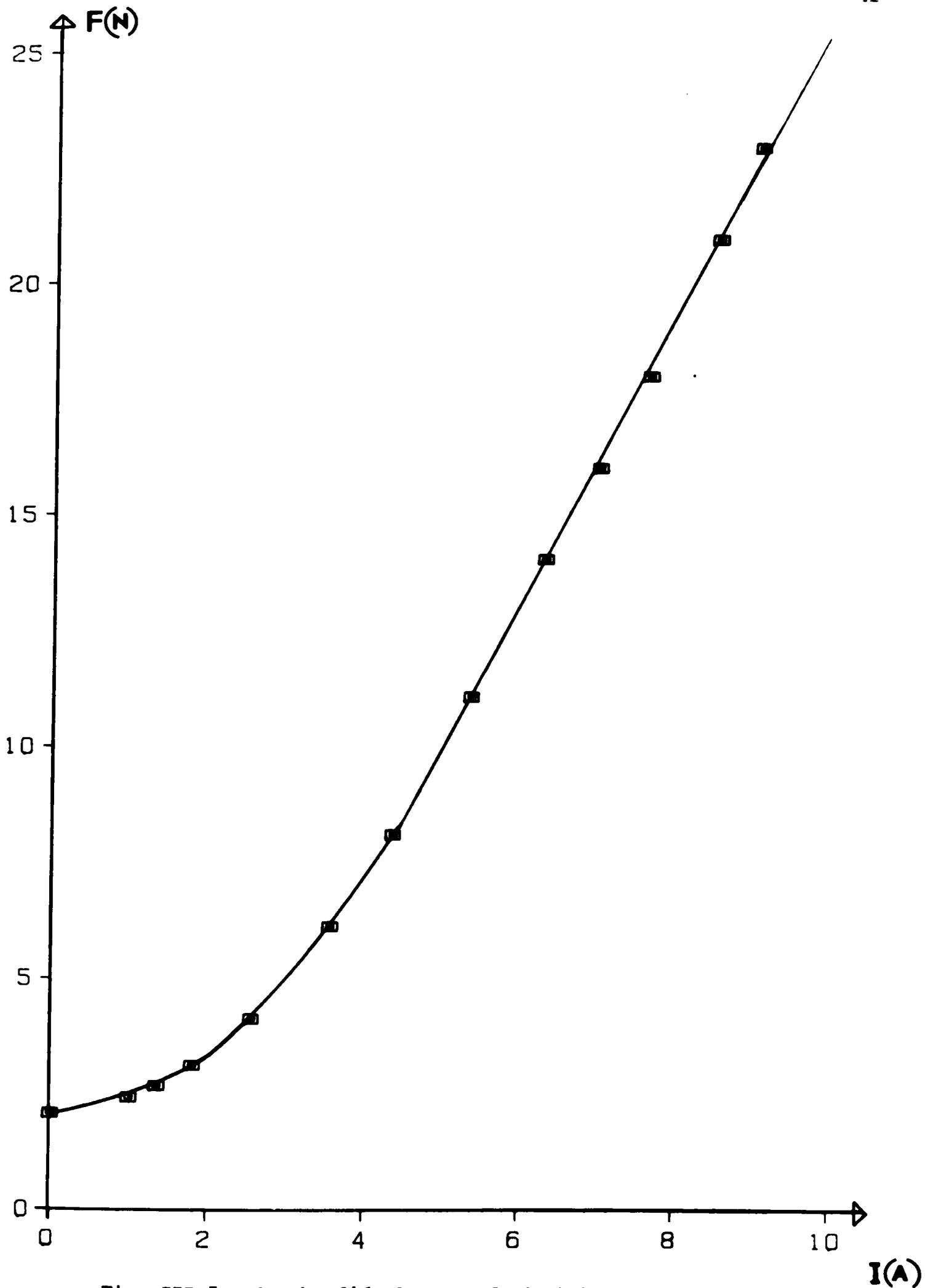


Fig. III.5 : Courbe d'étalonnage de la bobine de traction

On remarque que  $\frac{\Delta a}{a}$  est primordiale. Ceci nous a amenés, après chaque traction, à mesurer le nouveau diamètre du plot. (Diamètre du plot + bonnet relet de la colle - dépôt).

Les mesures ont été faites à l'aide d'un pied à coulisse. Compte tenu de la précision de cette mesure, que l'on peut estimer à 0,1 mm pour un rayon de 4 mm, l'erreur relative sur le rayon du plot est ramenée à 2,5 %. D'où la nouvelle valeur de l'erreur relative sur l'adhérence :

$$\frac{\Delta \sigma}{\sigma} \approx 12 \%$$

Cette incertitude est calculée uniquement à partir des paramètres intervenant dans l'expression (2). A cela s'ajoute la dispersion due à la non-homogénéité de l'adhérence dépôt-substrat.

### III.2.2. Test du scotch

Ce test a été utilisé pour caractériser les dépôts d'aluminium sur les différents types de polypropylène étudiés. Le choix de ce test est dû au fait que les couches sont moins épaisses (inférieures à 0,2  $\mu\text{m}$ ) et poreuses, ce qui provoque le passage de la colle lors de l'utilisation de la méthode précédente et les mesures enregistrées sont erronées.

#### III.2.2.1. Principe

C'est une variante de la méthode de pelage. Le test consiste à coller un ruban adhésif sur le dépôt puis à l'arracher et voir si on a décollé ou non le dépôt du substrat.

C'est un test "tout ou rien" qui ne donne qu'une idée qualitative sur l'adhérence. On note cependant qu'on peut améliorer la qualité du test en effectuant des rayures croisées dans le dépôt ce qui permet d'éliminer l'erreur due à la résistance du film et d'augmenter la sélectivité du test.

#### III.2.2.2. Mise en oeuvre

Le test est simple à mettre en oeuvre et ne demande pas de matériels compliqués.

L'essai consiste à inciser le revêtement à tester jusqu'au support au moyen d'une griffe. Cette griffe est formée de 11 lames de cutter espacées de 1 mm qui sont fixées à une poignée. La surface à tester doit être propre. On incise cette surface suivant deux directions perpendiculaires de façon à former un quadrillage de 100 carrés de 1 mm de côté. On vérifie ensuite si les lames ont bien pénétré jusqu'au support.

Après cela on applique un morceau de ruban adhésif (réf. 267 MASKING Tape 3M) qui possède une résistance au pelage de 650 g/cm, c'est-à-dire que son décollement nécessite une force de 650 g pour peler une bande d'un centimètre de largeur. On frotte légèrement avec le doigt de telle sorte qu'il n'y ait plus de bulles d'air entre le ruban et le revêtement. On appuie ensuite plus fortement sur le ruban en exerçant une pression égale sur toute la surface. Le ruban est alors arraché vigoureusement d'un mouvement rapide et continu dans une direction faisant un angle de 90° par rapport à la surface de l'échantillon. On examine le revêtement et on lui attribue selon l'aspect l'une des cotes suivantes :

Cote 10 : 100 % de carrés adhérents, bords des incisions parfaitement lisses.

Cote 8 : 75 % de carrés adhérents ou bien écaillage du revêtement aux points d'intersection des lignes du quadrillage.

Cote 6 : 50 % de carrés adhérents ou bien écaillage du revêtement aux points d'intersection des lignes de quadrillage et le long des lignes.

Cote 4 : 25 % de carrés adhérents ou bien décollement du revêtement au moment de l'incision.

Cote 2 : Aucun carré adhérent.

Cote 0 : Décollement complet du revêtement au moment de l'incision.

Remarque : ce test est réalisé 2 à 3 fois sur un même revêtement pour s'assurer de la reproductibilité du résultat et confirmer ainsi la valeur obtenue.

Après avoir exposé les dispositifs expérimentaux appliqués à la caractérisation de l'adhérence, nous allons dans le chapitre suivant donner les résultats expérimentaux.

## CHAPITRE IV

### RESULTATS EXPERIMENTAUX DE L'ADHERENCE DES DEPOTS METALLIQUES SUR MATERIAUX POLYMERES

## CHAPITRE IV

### RESULTATS EXPERIMENTAUX DE L'ADHERENCE DES DEPOTS METALLIQUES SUR MATERIAUX POLYMERES

Dans cette partie, nous avons caractérisé l'adhérence des dépôts de cuivre sur verre époxy et verre polyimide qui sont destinés à la réalisation des circuits imprimés. Nous avons ensuite caractérisé les dépôts d'aluminium sur le polypropylène qui sont destinés à la fabrication de phares de voitures.

#### IV.1. ETUDE DE L'INFLUENCE DES PARAMETRES DE DEPOTS SUR L'ADHERENCE DES COUCHES DE CUIVRE SUR VERRE EPOXY ET VERRE POLYIMIDE

Notre but était de réaliser des supports de circuits imprimés. Pour ceci nous avons utilisé la technique des dépôts ioniques pour déposer une couche conductrice de quelques microns sur le support en verre époxy ou en verre polyimide. Or, les supports de circuits imprimés nécessitent des épaisseurs plus importantes, d'où la nécessité de faire une recharge galvanique.

Nous allons caractériser l'adhérence des dépôts après l'ion plating et après la recharge galvanique.

##### IV.1.1. Caractérisation de l'adhérence des dépôts après ion plating

#### IV.1.1.1. Résultats concernant le verre époxy

Les résultats sont regroupés dans le tableau IV.1. Seul, le dépôt réalisé en évaporation simple, sans décharge électrique (échantillon n° 1) présente une adhérence suffisamment faible pour être mesurée par la traction latérale. Dès que l'on soumet le substrat à un bombardement ionique dans la décharge, l'adhérence devient importante (échantillons 2 à 9).

Dans le cas des échantillons (2) à (4), le nettoyage a été effectué dans l'argon pur, mais la puissance de nettoyage est variable. Dans celui des échantillons (5) à (7), le nettoyage a été réalisé en présence d'un mélange argon + oxygène (50 % argon, 50 % oxygène). Pour les échantillons (8) et (9), le nettoyage a été effectué dans un mélange argon + oxygène, mais cette fois-ci, c'est le temps de nettoyage qui est variable.

Les valeurs données pour l'adhérence correspondent dans tous les cas à la rupture de la colle. On peut donc dire que l'adhérence du dépôt est supérieure aux valeurs indiquées. La dispersion des résultats correspond au fait qu'il est difficile d'effectuer d'une manière reproductible des collages identiques (épaisseur de la colle, répartition de la colle, pression exercée au moment du collage, etc...).

Le nettoyage du verre époxy dans une décharge amorcée dans un mélange réactif argon + oxygène, n'a pas montré de différence significative par rapport à un nettoyage non réactif.

De même, on ne peut pas affirmer que la variation de la puissance ou la variation du temps de nettoyage augmente l'adhérence. La caractérisation étant limitée par la colle.

#### IV.1.1.2. Résultats concernant le verre polyimide

Les résultats sont indiqués dans le tableau IV.2. Comme dans le cas du verre époxy, le nettoyage a été effectué dans une décharge réalisée dans l'argon pur ou dans un mélange gazeux argon + oxygène. Les échantillons (1) et (2) sont obtenus sans nettoyage dans une décharge électrique. Pour l'échantillon (1) le dépôt est réalisé en évaporation simple. Pour l'échantillon (2), la phase de dépôt est effectuée en présence de la dé-

N°	Gaz de nettoyage Pression (Pa)	Puissance pendant le nettoyage (W)	Durée de nettoyage (mn)	Puissance pendant le dépôt (W)	Durée de dépôt (mn)	e ( $\mu\text{m}$ )	Adhérence ( $\text{N.cm}^{-2}$ )			Moyenne $\text{N.cm}^{-2}$
							1000	1500	1700	
1	Pas de netto- yage				10	2,5	1000	1500	1700	1400
2	Argon 1 Pa	100	10	50	10	2,8	2863	2890	2593	2264
3		200	10	50	10	2,4	3265	2258	2890	3489
4		300	10	50	10	2,1	2922	3312	4776	2916
5	50 % Argon + 50 % Oxygène 1 Pa	100	10	50	15	2,5	2216	2113	3061	2612
6		200	10	50	10	2,4	2258	2890	3265	2328
7		300	10	50	12	2,4	3265	3179	3097	3591
8	50 % Argon + 50 % Oxygène 1 Pa	100	10	50	15	1,4	1175	2705	2813	1703
9		100	13	50	15	1,8	3406	3359	2735	3115

Tableau IV.1 : Valeurs de l'adhérence des dépôts de cuivre sur verre époxy

N°	Gaz de nettoyage Pression (Pa)	Puissance pendant le nettoyage (W)	Durée de nettoyage (mn)	Puissance pendant le dépôt (W)	Durée de dépôt (mn)	e (µm)	Adhérence (N.cm <sup>-2</sup> )			Moyenne (N.cm <sup>-2</sup> )
1	Pas de netto- yage				10	2,5	320	400		360
2	Pas de netto- yage			50	15	4,8	420	380		400
3	Argon 1 Pa	100	10	50	10	2,8	2863	2890	2593	2782
4		200	10	50	10	2,4	3265	2890	3489	3214
5		300	10	50	10	2,1	3312	2916	2922	3050
6	50 % Argon + 50 % Oxygène 1 Pa	100	10	50	15	2,8	2505	3590	2113	2736
7		150	10	50	10	2,4	2096	2058	1834	1996
8		300	10	50	12	2,8	3591	3265	3179	3345

Tableau IV.2 : Valeurs de l'adhérence des dépôts de cuivre sur verre polyimide

charge électrique. Dans les deux cas l'adhérence des dépôts est faible. Les valeurs indiquées correspondent à l'arrachement effectif du dépôt. Les dépôts correspondant aux échantillons (3) à (8) ont été obtenus après nettoyage des substrats dans une décharge réalisée, soit dans l'argon pur, soit dans un mélange argon-oxygène. Dans tous les cas, il n'y a pas décollement du cuivre du polyimide. La dispersion des résultats doit correspondre à des résistances à l'arrachement du film polyimide différentes car la résistance intrinsèque du film varie d'un point à l'autre sur le substrat ce qui limite la caractérisation de l'adhérence.

En résumé, comme dans le cas du verre époxy, le nettoyage réactif ou non du substrat avant dépôt, permet d'améliorer très nettement l'adhérence des dépôts.

#### IV.1.1.3. Interprétation de l'adhérence des dépôts sur époxy et polyimide

Il existe plusieurs théories pour expliquer les mécanismes de l'adhérence d'un matériau sur un autre. Elles sont fondées, soit sur des études expérimentales de dépôts sur un substrat donné, soit à partir de considérations générales sur les colles.

Les mesures d'adhérence que nous avons effectuées montrent bien que les dépôts de cuivre sur verre époxy et polyimide deviennent adhérents lorsque le dépôt est précédé d'un bombardement ionique effectué dans un gaz inerte chimiquement ou dans un mélange argon + oxygène.

On peut supposer que l'origine de la bonne adhérence des dépôts est due à un effet mécanique du bombardement ionique sur le substrat. En effet, le verre époxy et le verre polyimide sont naturellement rugueux mais avec des rugosités de l'ordre de quelques micromètres. Des études (25) ont montré qu'après nettoyage l'amplitude des rugosités semble diminuer. Par contre, leur nombre paraît plus grand. Un tel aspect favorise l'accrochage mécanique.

Afin de vérifier que l'état de surface influe beaucoup sur l'adhérence, nous avons métallisé des substrats en verre époxy après les avoir soumis

à un décapage chimique dans un bain sulfochromique. Les échantillons sont ensuite neutralisés dans une solution de bisulfite de sodium. Les dépôts sont ensuite réalisés comme précédemment après un nettoyage, in-situ dans une décharge réalisée dans l'argon.

Au cours de la traction, la rupture a lieu dans le joint-colle, pour des valeurs élevées de force (résistance de l'ordre de  $4\ 300\ \text{N.cm}^{-2}$ ).

On a aussi fait un dépôt de cuivre par ion plating sur le verre époxy cuivré par la méthode classique, un autre dépôt sur le verre époxy qui a été cuivré par la méthode classique, puis décuivré et nous avons caractérisé l'adhérence de chacun d'eux et nous l'avons comparée à celle d'un dépôt de cuivre obtenu par voie chimique. Le tableau IV.3 regroupe les différents résultats. Les valeurs données pour l'adhérence correspondent dans tous les cas à la cassure de la colle. On ne peut donc pas en déduire de résultats concernant l'adhérence des dépôts sur le substrat.

On suppose aussi que la bonne adhérence est due à l'oxydation superficielle du substrat, Burkstrand (26 à 28) étudie le problème de l'adhérence de métaux sur matériaux polymères, en particulier la formation d'une interface métal-oxygène-polymère. Il montre que l'adhérence du métal sur polymère est produite par des liaisons covalentes.

#### IV.1.2. Caractérisation de l'adhérence des dépôts après recharge galvanique

Les mesures ont été faites sur les substrats métallisés par ion plating puis rechargés par voie galvanique.

##### IV.1.2.1. Méthode de caractérisation de l'adhérence

Après la recharge, un ruban de cuivre a été découpé à l'aide d'un scapel. Puis l'extrémité de ce ruban a été soulevée et on a exercé une force normale au plan du substrat (technique de pelage).

Remarque : la caractérisation de l'adhérence après recharge galvanique a été faite par le laboratoire R.T.C. Circuits Imprimés, Evreux.

N°	Gaz de nettoyage Pression (mbar)	Puissance de nettoyage (W)	Durée de nettoyage (mn)	Puissance de dépôt (W)	Durée de dépôt (mn)	e (µm)	Adhérence (N.cm <sup>-2</sup> )			
1	Dépôt par voie chimique	,	,	,	,	,	2300	2100	1550	2900
2	Argon 1 Pa	200	10	100	12	4	1820	2180	2350	2120
3	Argon 1 Pa	200	10	100	12	4,4	2670	3500	1870	

Tableau IV.3 : Valeur de l'adhérence des dépôts de cuivre sur verre époxy

(1) : dépôt par voie chimique sans recharge

(2) : dépôt par voie chimique rechargé par ion plating

(3) : dépôt sur verre époxy décuvré

#### IV.1.2.2. Résultats

L'adhérence est faible. Elle s'est dégradée. Dans le meilleur des cas, elle ne dépasse pas 3 à 4 N.cm<sup>-1</sup>.

Pour expliquer cette différence relevée dans la caractérisation de l'adhérence avant et après recharge galvanique, nous avons d'abord mis en cause les conditions de dépôt, en particulier les conditions de nettoyage, in-situ, du substrat dans la décharge. Nous avons alors refait de nombreuses séries de mesures en modifiant les conditions de nettoyage dans la décharge.

Dans tous les cas, nous avons obtenu une adhérence correcte avant recharge.

Par contre, après recharge, on assiste toujours à une dégradation importante de cette adhérence.

Dans une deuxième approche, nous avons considéré que l'état de la surface du matériau à recouvrir devait jouer un rôle important. Nous avons cherché à faire une étude systématique de cet état de surface.

Les photos 1 et 2 de la planche IV.1, montrent des vues de la surface d'un verre époxy (grossissements respectifs G = 100 et G = 200). On voit que cette surface présente une rugosité importante avec de nombreux trous relativement profonds et des fibres de verre en relief. La photo 1 de la planche IV.2, met en évidence le même phénomène.

Dans ces conditions, lorsqu'on effectue un dépôt de cuivre de quelques microns d'épaisseur, on ne recouvre pas tous ces trous comme on peut le voir sur la photo 2 de la planche IV.2. Cette photo représente la surface d'un dépôt de cuivre sur verre époxy. Elle montre clairement l'apparition de porosités importantes dans le dépôt. Ce résultat permet d'expliquer pourquoi l'adhérence des dépôts est bonne avant recharge galvanique et se dégrade après cette recharge. En effet la recharge est précédée d'une série de traitements dans les bains acides. Au cours de ces traitements, les différentes solutions pénètrent dans les porosités. Elles attaquent alors le cuivre à l'interface dépôt-substrat en provoquant évidemment la dégradation de l'adhérence.

#### IV.1.2.2. Résultats

L'adhérence est faible. Elle s'est dégradée. Dans le meilleur des cas, elle ne dépasse pas 3 à 4 N.cm<sup>-1</sup>.

Pour expliquer cette différence relevée dans la caractérisation de l'adhérence avant et après recharge galvanique, nous avons d'abord mis en cause les conditions de dépôt, en particulier les conditions de nettoyage, in-situ, du substrat dans la décharge. Nous avons alors refait de nombreuses séries de mesures en modifiant les conditions de nettoyage dans la décharge.

Dans tous les cas, nous avons obtenu une adhérence correcte avant recharge.

Par contre, après recharge, on assiste toujours à une dégradation importante de cette adhérence.

Dans une deuxième approche, nous avons considéré que l'état de la surface du matériau à recouvrir devait jouer un rôle important. Nous avons cherché à faire une étude systématique de cet état de surface.

Les photos 1 et 2 de la planche IV.1, montrent des vues de la surface d'un verre époxy (grossissements respectifs G = 100 et G = 200). On voit que cette surface présente une rugosité importante avec de nombreux trous relativement profonds et des fibres de verre en relief. La photo 1 de la planche IV.2, met en évidence le même phénomène.

Dans ces conditions, lorsqu'on effectue un dépôt de cuivre de quelques microns d'épaisseur, on ne recouvre pas tous ces trous comme on peut le voir sur la photo 2 de la planche IV.2. Cette photo représente la surface d'un dépôt de cuivre sur verre époxy. Elle montre clairement l'apparition de porosités importantes dans le dépôt. Ce résultat permet d'expliquer pourquoi l'adhérence des dépôts est bonne avant recharge galvanique et se dégrade après cette recharge. En effet la recharge est précédée d'une série de traitements dans les bains acides. Au cours de ces traitements, les différentes solutions pénètrent dans les porosités. Elles attaquent alors le cuivre à l'interface dépôt-substrat en provoquant évidemment la dégradation de l'adhérence.

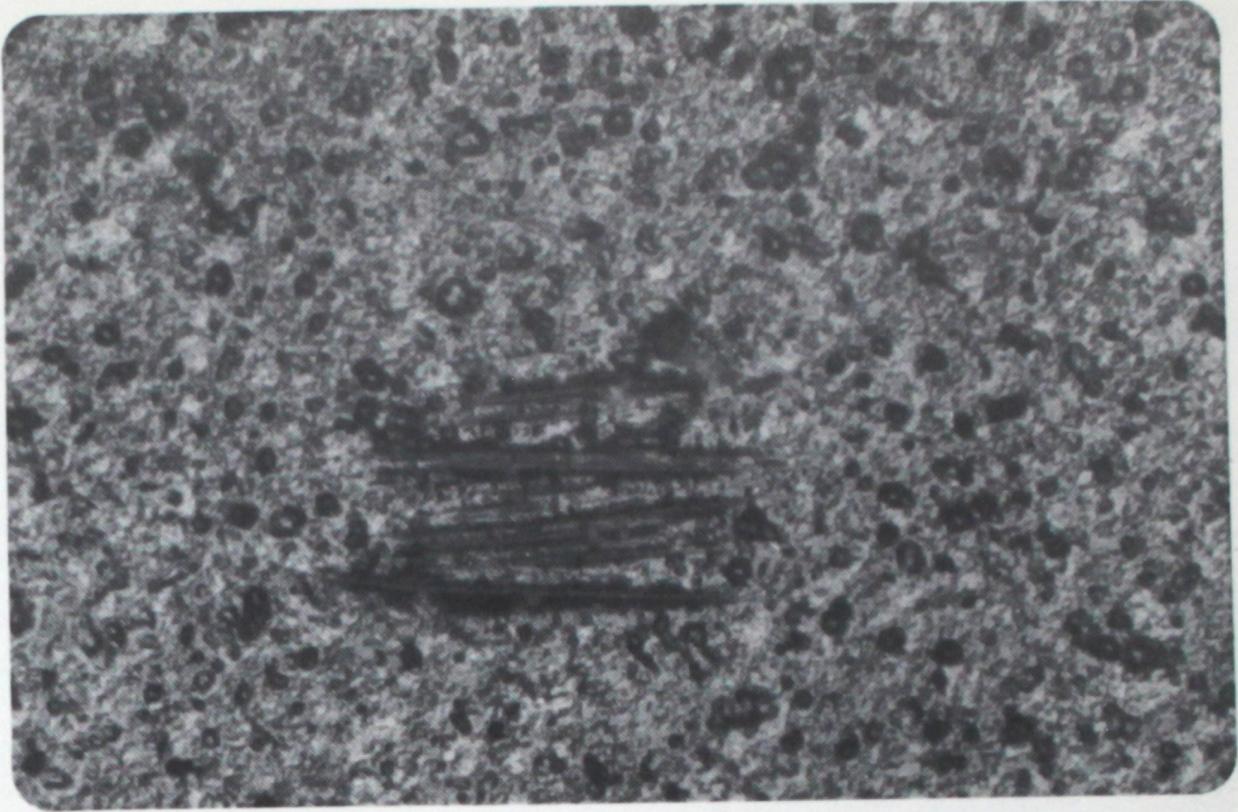


Photo 1 : Surface verre époxy observée en microscopie optique (G = 100)

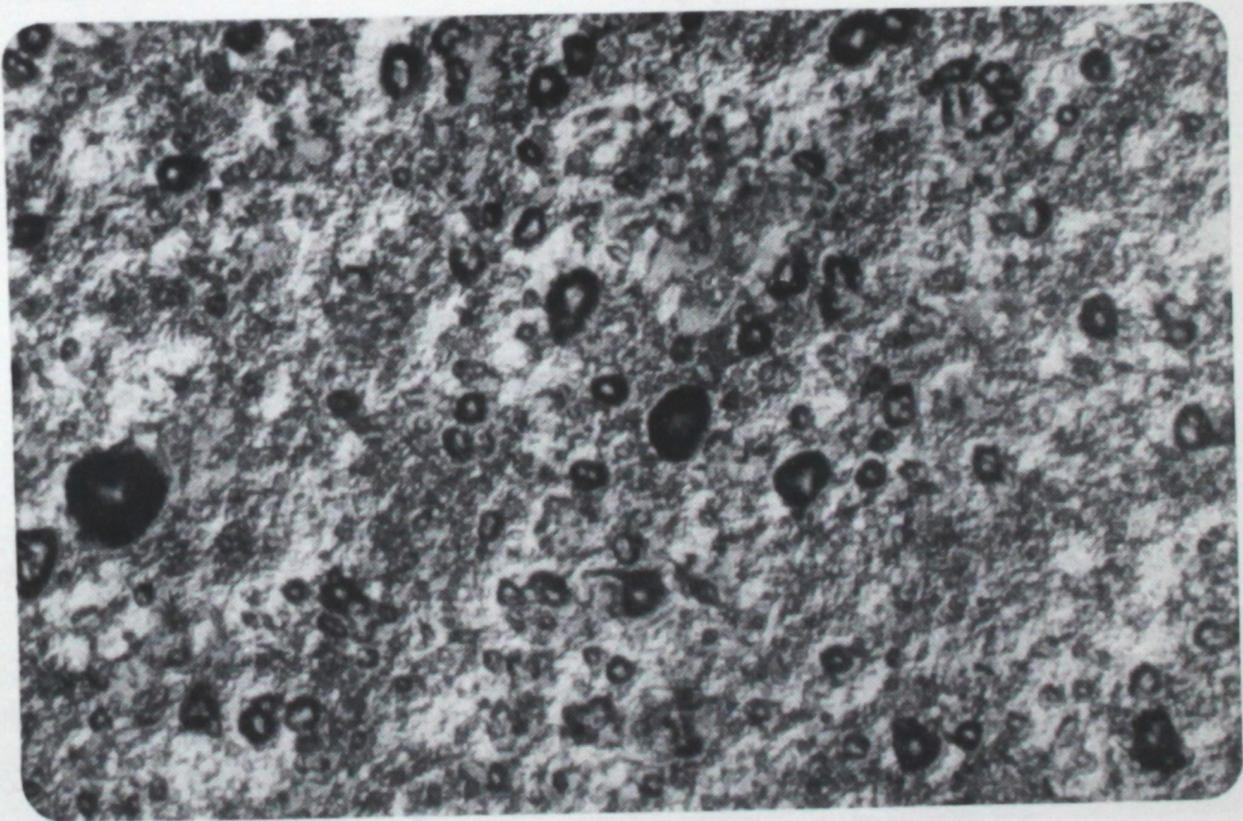


Photo 2 : Surface verre époxy observée en microscopie optique (G = 200)

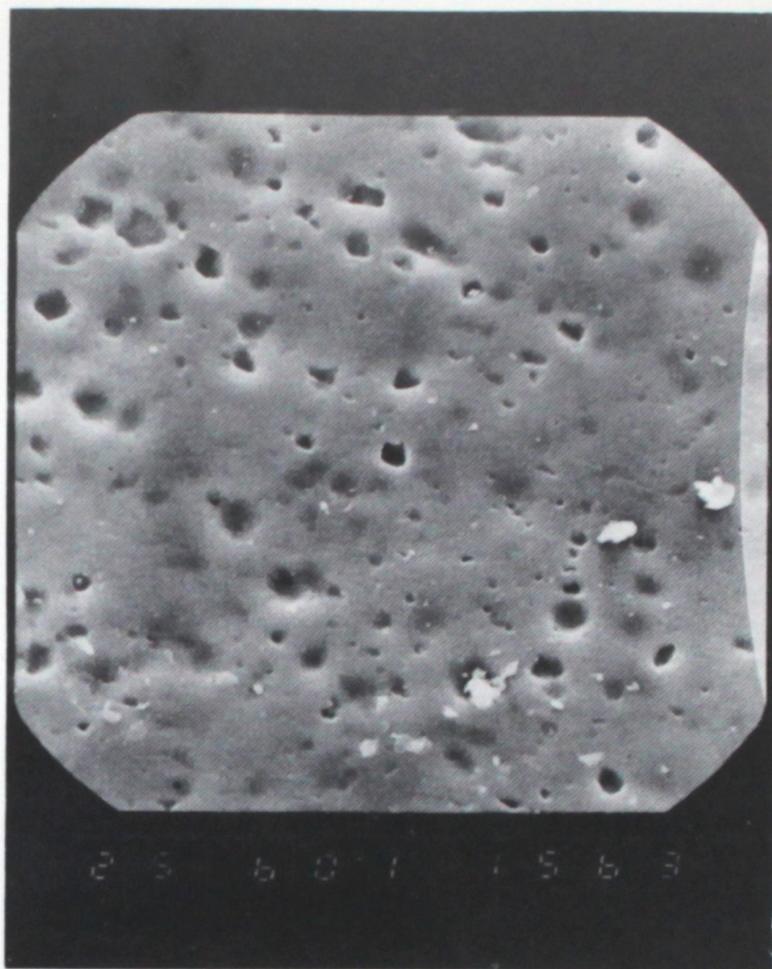


Photo 1 :

Surface verre époxy,  
observée au micros-  
cope électronique  
(G = 600)

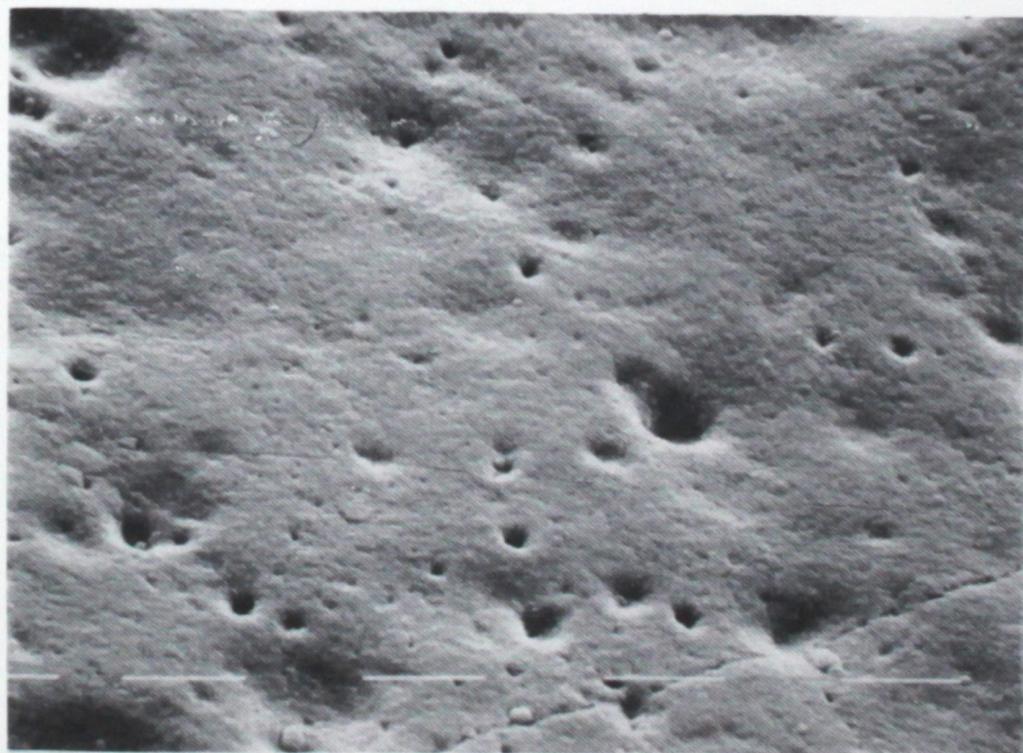


Photo 2 :

Dépôt de cuivre  
obtenu par ion plating  
sur verre époxy  
recouvert d'un pré-  
imprégné de même  
nature  
(G = 1250)

Pour vérifier ceci, nous avons réalisé des dépôts de cuivre sur verre époxy ou verre polyimide. Nous avons vérifié que l'adhérence était bonne (2 900 N.cm<sup>-2</sup> pour l'époxy, 2 200 N.cm<sup>-2</sup> pour le polyimide sans arrachement du dépôt). Nous avons ensuite plongé ces mêmes échantillons dans une solution d'acide sulfurique à 10 % pendant 30 s. Nous avons remesuré l'adhérence. Dans les deux cas le dépôt est arraché. Les valeurs d'adhérence relevées sont 1 600 N.cm<sup>-2</sup> pour le cuivre sur verre époxy et 750 N.cm<sup>-2</sup> dans le cas du cuivre sur verre polyimide.

Si nous expliquons ainsi la dégradation de l'adhérence sur époxy et polyimide traités dans différents bains acides, il faut aussi comprendre pourquoi les métallisations chimiques classiques présentent une bonne adhérence.

Pour ceci nous avons repris des échantillons de verre époxy ou polyimide cuivrés par les méthodes classiques. Nous les avons décuivrés et nous les avons observés au microscope optique ou électronique. Sur la planche IV.3, les photos 1 et 2 représentent les surfaces de verre époxy décuivrées prises respectivement au microscope optique (G = 200) et au microscope électronique (G = 600). On ne voit plus comme sur les photos des planches IV.1 et IV.2 de trous importants. On constate au contraire la formation d'une microrugosité d'amplitude faible et beaucoup plus régulière. Ces résultats sont confirmés par une analyse au rugosimètre de la surface comme on peut le voir sur la figure IV.1. Sur cette figure on voit que les matériaux qui n'ont pas été cuivrés présentent une rugosité irrégulière avec une très grande amplitude (supérieure à plusieurs  $\mu\text{m}$ ) alors que ceux qui ont été cuivrés puis décuivrés présentent une rugosité d'amplitude plus faible et beaucoup plus régulière.

Nous avons montré que cette modification dans l'état de surface du matériau est due à la préparation dans les différents bains avant le cuivrage. La photo 1 de la planche IV.4, représente la surface d'un verre époxy non cuivré initialement après un tel traitement. On peut se rendre compte que l'aspect est identique à celui de la photo 1 de la planche IV.3 qui représente la vue d'un verre époxy décuivré.

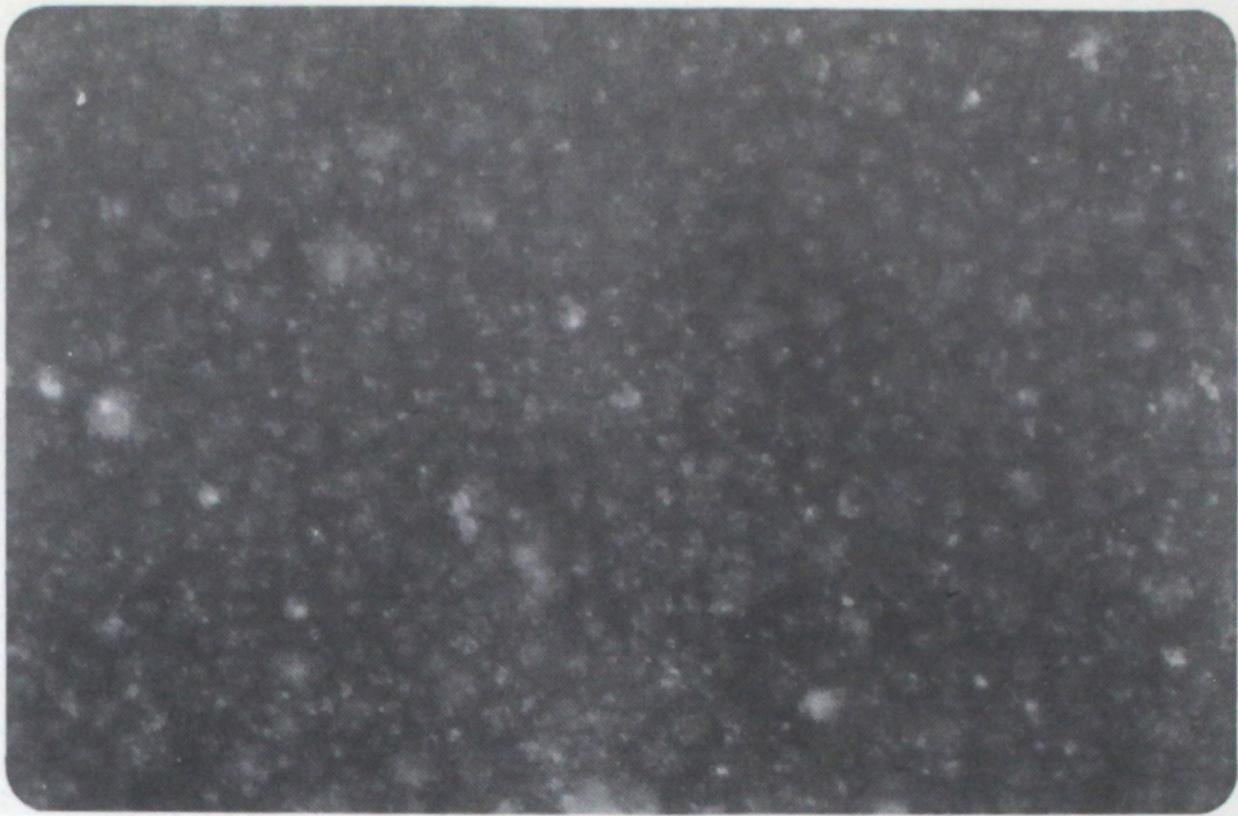


Photo 1 :  
Surface verre  
époxy décuivré  
(G = 200)

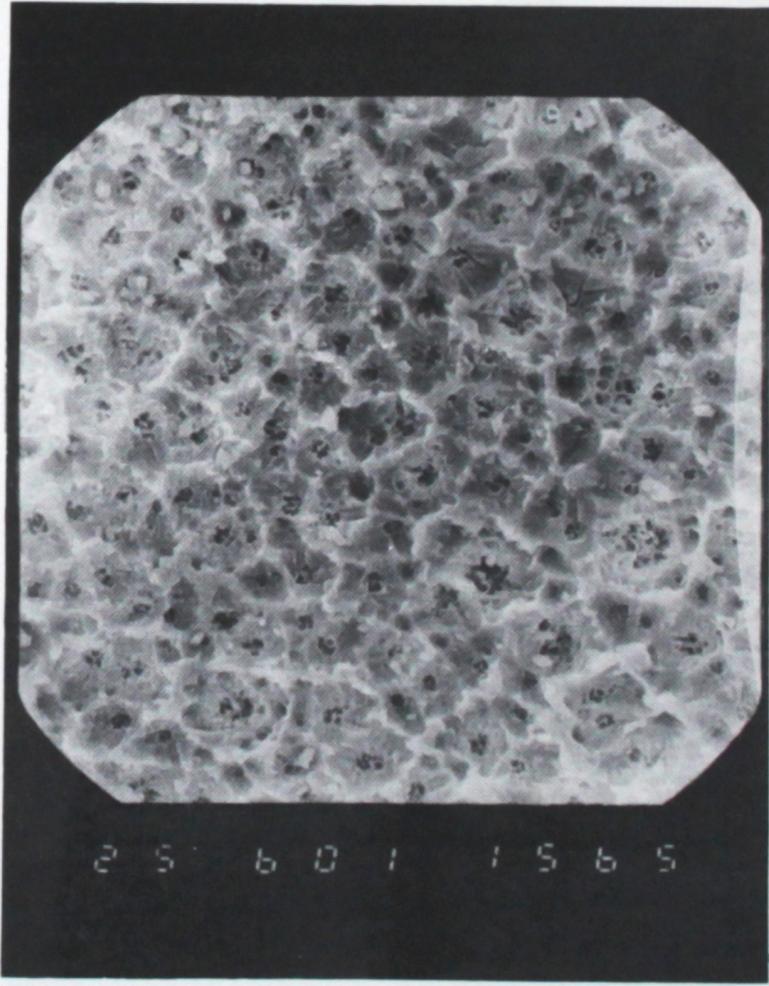
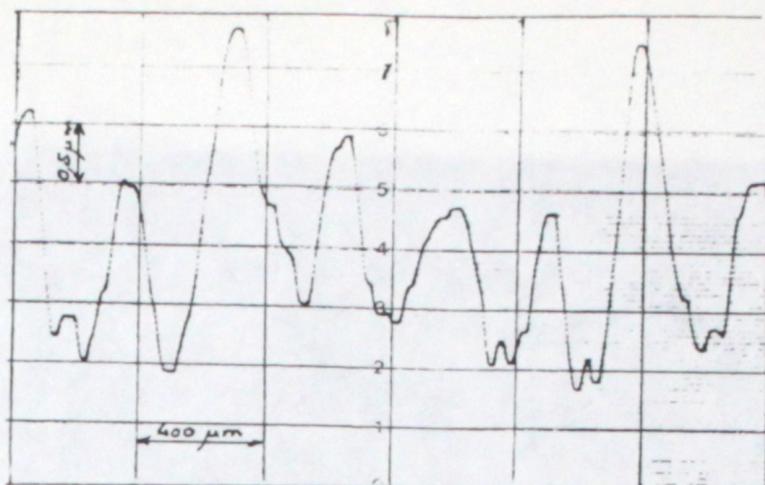
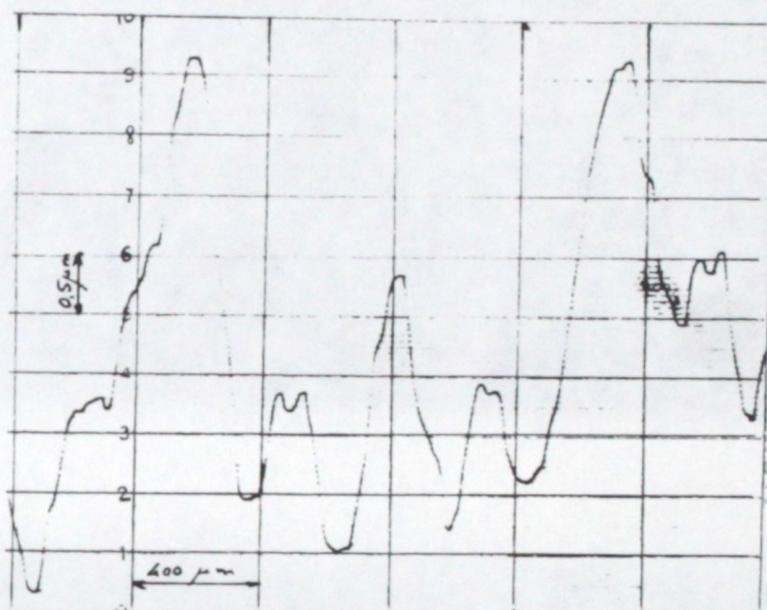


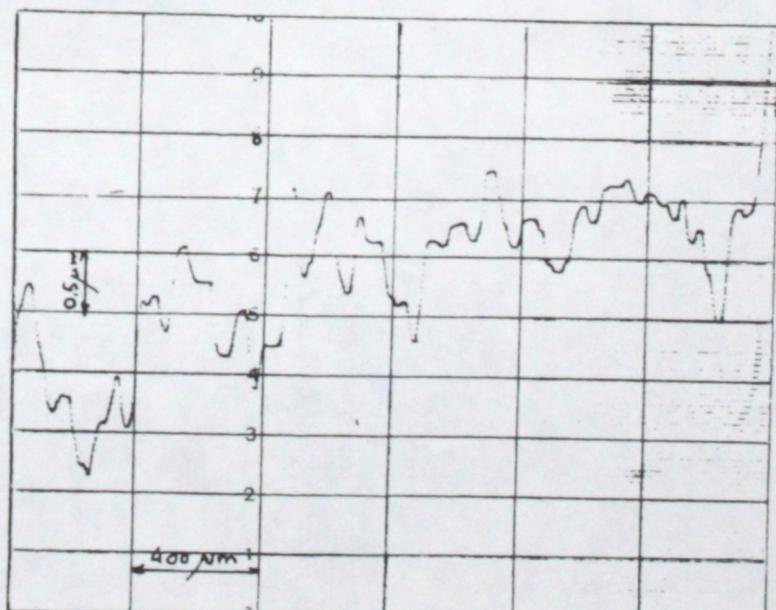
Photo 2 :  
Surface verre  
époxy décuivré  
(G = 600)



Verre polyimide non cuivré



Verre époxy non cuivré

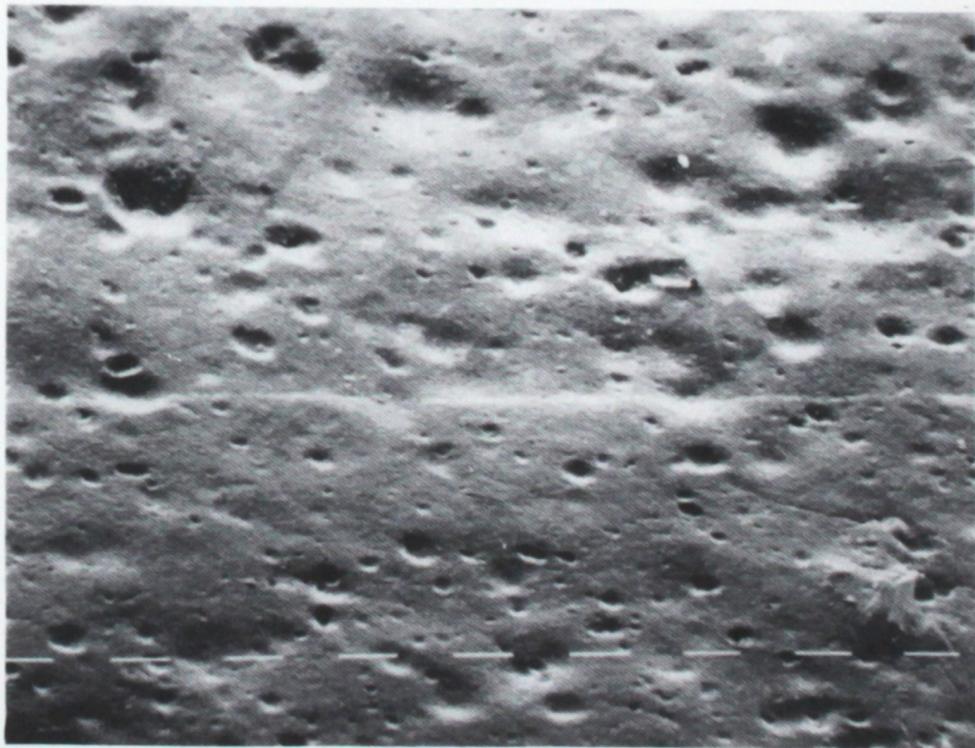


Verre époxy décuivré

Fig. IV.1 : Analyse au rugosimètre de surfaces de verres époxy et polyimide non cuivrés ou décuivrés



Photo 1 :  
Verre époxy  
non cuivré  
mais ayant  
subi le trai-  
tement chimi-  
que précédant  
le cuivrage  
(G = 200)



Partie bombardée

Photo 2 :  
Surface verre époxy  
après bombardement  
ionique  
(P = 300 W,  
t = 10 minutes)  
(G = 640)

Partie non bombardée

La photo 2 de la planche IV.4, représente l'état de surface d'un verre époxy avant (partie inférieure) et après bombardement ionique (partie supérieure). On voit que le bombardement ne modifie pas d'une manière importante la surface. Ceci est normal compte tenu des densités de puissance relativement faible utilisées ( $1 \text{ W.cm}^{-2}$ ) et des durées courtes (10 minutes). L'épaisseur pulvérisée est de l'ordre de 0,2 à 0,4  $\mu\text{m}$ . On peut difficilement augmenter ces valeurs sans risquer de détériorer les substrats par élévation de température.

En résumé, si on veut obtenir des dépôts adhérents par ion platiné qui supportent la recharge galvanique, il faudra utiliser des substrats ayant des surfaces comparables à celles obtenues avant cuivrage chimique.

## IV.2. METALLISATION DES TROUS

### IV.2.1. Caractérisation avant recharge

Les substrats comportent des trous de différents diamètres. Pour conserver la qualité de la métallisation à l'intérieur des trous, les substrats ont été découpés suivant un plan défini par l'axe et un diamètre des trous. L'observation a ensuite été faite, soit à l'oeil nu pour les diamètres les plus grands, soit au microscope optique pour les plus faibles.

On constate clairement que, pour les trous d'un diamètre supérieur à 1 mm, l'intérieur des trous est bien métallisé. La couche est continue pour un substrat recouvert sur chaque face de 2  $\mu\text{m}$  de cuivre. En ce qui concerne les trous de diamètre plus faible, notamment ceux de 0,5 mm, l'observation au microscope optique permet de constater certains défauts dans la continuité de la métallisation.

La photo 1 de la planche IV.5, montre la paroi d'un trou de 0,5 mm de diamètre vue dans sa partie centrale, comme le montre le schéma de la figure IV.2. Il s'agit ici d'un dépôt de 1,6  $\mu\text{m}$  d'épaisseur sur une seule face. On constate que le dépôt n'est pas totalement continu. Il semble que les défauts de continuité soient dus aux aspérités produites par le perçage au niveau des fibres de verre.

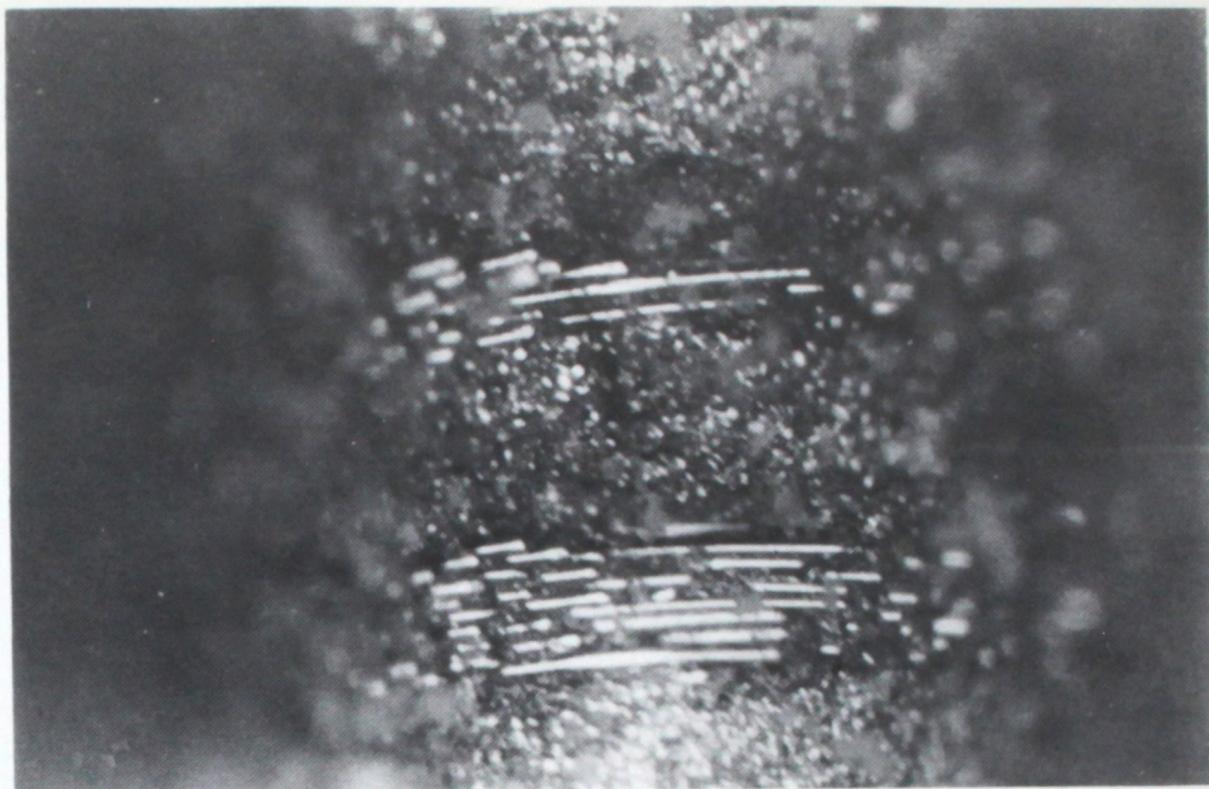


Photo 1 : Observation de la paroi interne d'un trou de 0,5 mm de diamètre : dépôt de 1,6  $\mu\text{m}$  sur une seule face (G x 150)

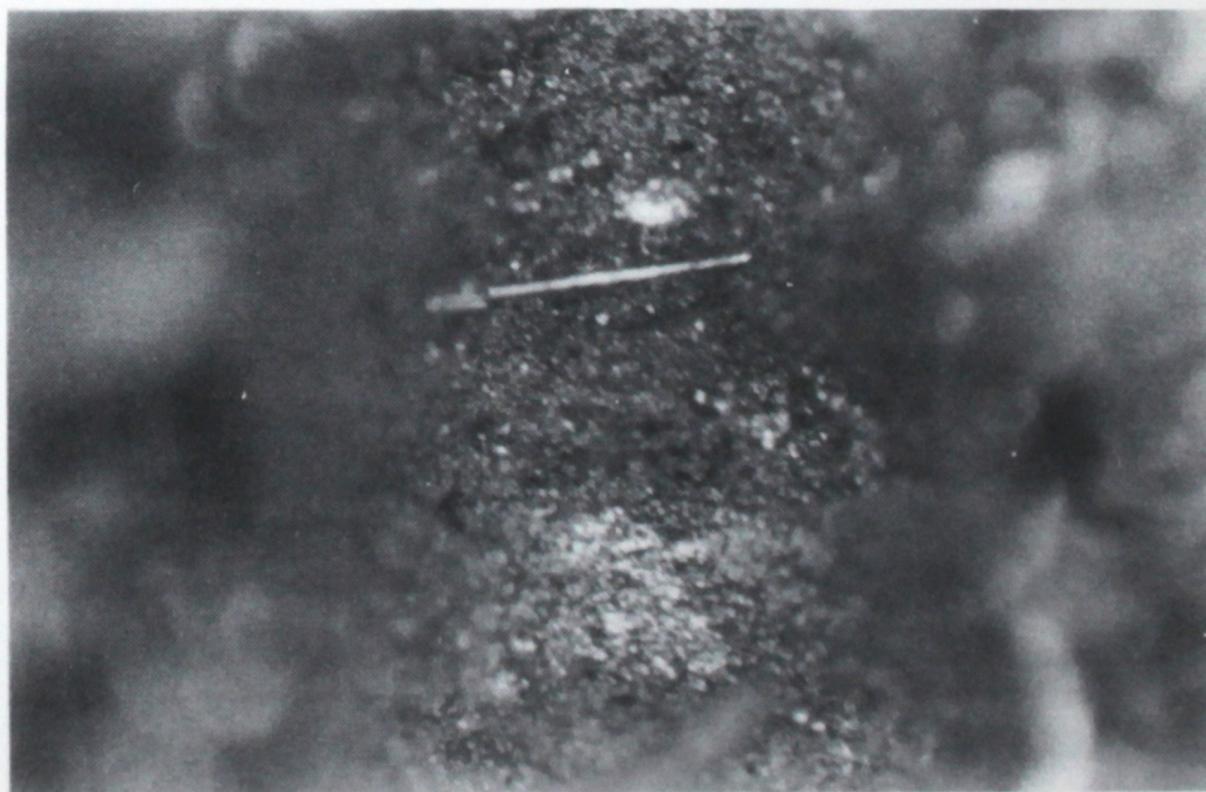


Photo 2 : Observation de la paroi interne d'un trou de 0,5 mm de diamètre : dépôt de 6  $\mu\text{m}$  sur les deux faces (G x 150)

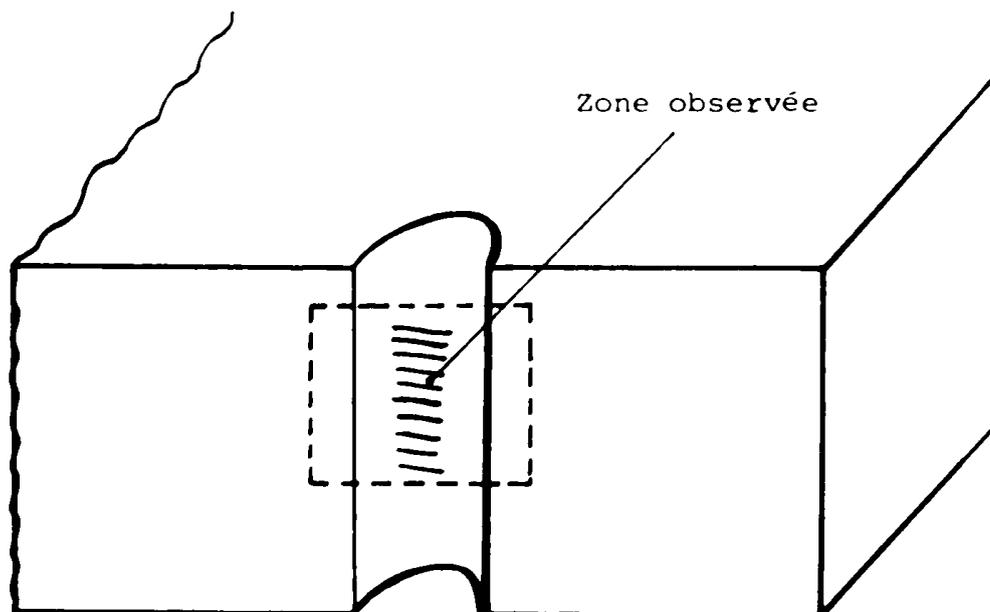


Fig. IV.2 : Représentation de la zone observée au microscope optique

La photo 2 de la planche IV.5 montre la même partie d'un autre trou de même diamètre. Dans ce cas il y a dépôt sur les deux faces et son épaisseur est égale à  $6 \mu\text{m}$ . Le dépôt à l'intérieur du trou est plus épais. Il y a bon recouvrement des parois du trou et une bonne continuité du dépôt.

Il semble donc que le principal problème, en ce qui concerne la métallisation des trous de faible diamètre, soit dû à la rugosité dans les trous. Il se produit des aspérités au niveau des fibres de verre qui provoquent un effet d'ombre comme on peut le voir sur les photos 1 et 2 de la planche IV.6.

Ces observations sont confirmées par la mesure de la résistance électrique du dépôt dans le trou. Pour effectuer ces mesures le trou à caractériser est isolé électriquement de l'ensemble de la plaque. Ensuite la résistance électrique est mesurée entre les deux faces métallisées.

Les résultats de ces mesures sont regroupés dans le tableau IV.4 suivant.

On constate que dans le cas d'une métallisation épaisse ( $6 \mu\text{m}$ ), il y a une bonne continuité électrique du dépôt dans tous les trous, y compris dans ceux de plus faible diamètre. La métallisation est suffisamment conti-



Photo 1 :  
Vue de l'intérieur  
d'un trou  
(G = x 320)

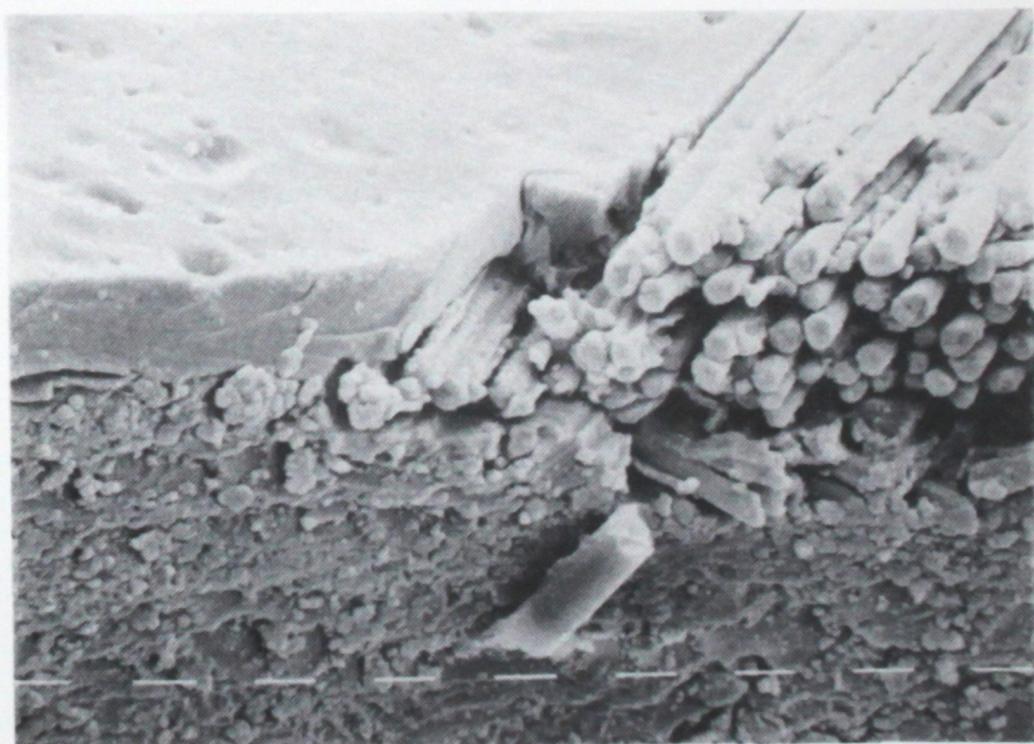


Photo 2 :  
Vue de l'intérieur  
d'un trou  
(G x 640)

Diamètre des trous (mm)	Résistances ( $\Omega$ )	
	6 $\mu\text{m}$ /6 $\mu\text{m}$	3 $\mu\text{m}$ /3 $\mu\text{m}$
0,5	1,43	$> 10^3$
0,8	0,18	1 à 2
1,1	0,12	$< 1$

Tableau IV.4 : Résultats des mesures de la résistance de la métallisation à l'intérieur des trous

nue pour permettre une recharge galvanique. La décroissance de la résistance lorsque le diamètre des trous augmente peut s'expliquer par une augmentation de la surface et donc du volume conducteur, et aussi par une légère augmentation de l'épaisseur du dépôt dans le trou.

Par contre, dans le cas de dépôts moins épais (3  $\mu\text{m}$ ) on observe des discontinuités électriques pour les trous de 0,5 mm de diamètre. Les résistances peuvent alors être supérieures à 1  $\text{k}\Omega$ .

#### IV.2.2. Caractérisation après recharge galvanique

Après recharge, on grave pour isoler les trous les uns des autres. Un test électrique permet de caractériser la continuité du dépôt dans le trou.

Pour un diamètre supérieur à 1 mm et une épaisseur de substrat de 1,6 mm, il y a continuité dans tous les trous.

Pour les trous de diamètre inférieur à 0,8 mm, la continuité est aléatoire.

Il semble bien là aussi comme dans le cas de l'étude de l'adhérence des dépôts sur les parties pleines, que les différents traitements chimiques avant recharge, entraînent une dégradation du dépôt de cuivre réalisé par ion plating.

Le comportement des métallisations aux chocs thermiques a aussi été étudié. Un choc thermique consiste en une immersion dans un bain d'huile à 260°C pendant 20 secondes. L'essai est répété 5 fois de suite. Une liaison électrique a été établie au préalable entre 2 conducteurs par l'intermédiaire de 2 trous de diamètre 1,8 mm. La résistance est mesurée par la méthode des 4 pointes. On constate qu'il n'y a pas rupture de la continuité électrique dans le trou.

### IV.3. CARACTERISATION DE L'ADHERENCE DES DEPOTS D'ALUMINIUM SUR LE POLYPROPYLENE

Après avoir étudié l'adhérence des dépôts de cuivre sur verre époxy et verre polyimide, nous allons maintenant caractériser l'adhérence des métallisations du polypropylène obtenues par ion plating (en comparaison avec les méthodes plus classiques : évaporation simple et pulvérisation magnétron).

#### IV.3.1. Etude préliminaire

Dans une première étape, nous présentons les résultats d'une étude exploratoire sur l'adhérence des couches minces d'aluminium déposées par ion plating, sur différents matériaux présentant un intérêt pour ce type d'application.

Les matériaux sont les suivants :

- polypropylène pur (noté PPU)
- polypropylène + polybitylène téréphtalate + liant Y (noté PPU + PBT + Y)
- polypropylène + polycarbonate + liant X (noté PPU + PC + X)
- polypropylène + polystyrène + liant X (noté PPU + PS + X)

Pour chaque type de substrat nous avons effectué trois dépôts différents : nous avons fait un nettoyage non réactif avec une puissance de 150 W et deux nettoyages réactifs avec des puissances respectives de 150 W et 300 W.

Les paramètres communs aux différentes manipulations sont les suivants :

- . nettoyage :
  - pression : 1 Pa
  - durée : 5 mn
  
- . dépôt :
  - gaz : argon
  - pression : 0,25 Pa
  - puissance : 150 W
  - durée : de 1 à 2 s.

Les autres paramètres de nettoyage et de dépôt ainsi que les résultats de la caractérisation de l'adhérence par le test du scotch sont regroupés dans le tableau IV.5.

On constate que, d'une manière générale, l'adhérence est meilleure lorsque le nettoyage est réactif. Il n'est pas possible de tirer davantage de conclusions à la suite d'un aussi faible nombre d'essais. Les résultats sur les matériaux composites PPU + PBT + Y et PPU + PS + X étant donnés à titre d'information, nous allons étudier plus en détail les conditions d'adhérence des couches d'aluminium sur les deux autres matériaux.

#### IV.3.2. Remarques sur la caractérisation de l'adhérence

La caractérisation de l'adhérence par traction latérale est en général toujours préférable à la méthode du test du scotch car elle est beaucoup plus facilement quantifiable. En effet, les mesures sont effectuées à l'aide d'appareils électriques alors que dans le cas du test du scotch, la note attribuée correspond à une évaluation qui peut prêter à discussion. De plus, il est difficile de dire si le scotch colle sur le dépôt toujours avec la même adhérence.

Ces différentes remarques nous ont naturellement conduit à envisager l'emploi de la traction latérale pour l'étude de l'adhérence. Cependant, il faut toujours prendre garde pour la mise en oeuvre de cette technique à la porosité des couches caractérisées. En effet, si le dépôt est poreux et insuffisamment épais pour éviter le passage de la colle au travers du dépôt, les mesures enregistrées sont totalement erronées. Or, dans le cas

MATERIAU	NETTOYAGE					DEPOT				ADHERENCE Test après dépôt note/10
	Nature du gaz	Débit d'oxygène (sccm)	Puissance (W)	Durée (mn)	Durée (s)	Puissance (W)	Durée (s)	Epaisseur (Å)		
PPU	Ar	-	150	8	150	1	700	8		
	Ar + O <sub>2</sub>	8,2	150	5	150	1	800	10		
	Ar + O <sub>2</sub>	8,5	300	5	150	2	1200	4		
PPU + PBT + Y	Ar	-	150	8	150	1	700	8		
	Ar + O <sub>2</sub>	8,5	150	5	150	1	800	10		
	Ar + O <sub>2</sub>	8,5	300	5	150	2	1200	10		
PPU + PC + X	Ar	-	150	8	150	2	900	10		
	Ar + O <sub>2</sub>	8,4	150	5	150	2	900	8		
	Ar + O <sub>2</sub>	8,4	300	5	150	2	500	10		
PPU + PS + X	Ar	-	150	8	150	2	900	6		
	Ar + O <sub>2</sub>	8,4	150	5	150	2	900	10		
	Ar + O <sub>2</sub>	8,4	300	5	150	2	500	10		

Tableau IV.5 : Adhérence de dépôts d'aluminium sur différents matériaux polymères

présent, les couches ont toujours une épaisseur inférieure à 0,2 µm. La porosité n'est pas négligeable et une partie de colle peut passer à travers vers la colle.

Afin de vérifier cette hypothèse, nous avons réalisé quelques dépôts d'aluminium sur des substrats PPU + PC + X, puis nous avons mesuré l'adhérence à l'aide des deux méthodes pré-citées.

Les conditions expérimentales sont les suivantes :

. nettoyage :

- pression : 1 Pa
- gaz : argon
- puissance : 100 W
- durée : 5 mn

. dépôt :

- pression : 0,25 Pa
- gaz : argon
- puissance : variable
- durée : de 5 à 15 s.

Dans le tableau IV.6, nous avons regroupé les résultats des mesures d'adhérence effectuées par traction latérale et par le test du scotch, en fonction de la puissance dissipée dans la décharge pendant la phase de dépôt.

N° de l'échantillon	Épaisseur du dépôt (Å)	Puissance pendant le dépôt (W)	Mesure d'adhérence				Test du scotch (note)
			Traction latérale (N.cm <sup>-2</sup> )				
1	2800	0	830	640	440	1100	0
2	2600	50	780	690	720	1100	2
3	1200	100	890	750	820	780	2
4	2800	150	680	670	670	620	4
5	1600	200	600	670		670	8
6	2000	300		1400		1160	8

Tableau IV.6 : Comparaison des résultats de mesures d'adhérence par traction latérale et par test du scotch

On constate que la caractérisation par le test du scotch montre une évolution croissante de l'adhérence en fonction de la puissance pendant le dépôt. Au contraire, les mesures par traction latérale donnent des valeurs sensiblement constantes aux incertitudes de mesures près. De plus, il faut remarquer que, dans tous les cas, on a une cassure à l'intérieur même du substrat. Or, l'adhérence directe de la colle sur ce type de substrat est très faible mais elle augmente considérablement lorsque ce dernier a reçu un bombardement ionique équivalent aux nettoyages courants. On arrache une partie du substrat pour des valeurs inférieures à  $1000 \text{ N/cm}^2$ . Pour vérifier ceci, nous avons enlevé une partie de dépôt d'aluminium sur un échantillon où l'adhérence est faible, puis nous avons collé un plot directement sur le substrat ainsi mis à nu, nous avons remarqué après traction qu'une partie du matériau s'arrache. De même pour le PPU, on a collé directement un plot sur le substrat avant le bombardement. Dès que nous accrochons le plot au fil pour tirer, il y a rupture du joint-colle, c'est-à-dire que la liaison entre le plot et le polypropylène est très faible. Après bombardement du substrat, nous avons refait l'expérience, on constate que la force de traction a augmenté.

Il semble donc que la colle diffuse au travers du dépôt lors du collage des plots, ce qui exclut l'utilisation de la méthode de traction latérale.

Par la suite, nous nous bornerons à donner les résultats des mesures obtenues par le test du scotch. De plus, pour diminuer l'incertitude sur les mesures, les échantillons subissent en général trois tests. Le résultat donné correspond à la valeur moyenne.

#### IV.3.3. Dépôts réalisés par évaporation simple et pulvérisation magnétron

A titre comparatif, nous avons réalisé des dépôts d'aluminium sur PPU + PC + X et PPU par évaporation flash sans polarisation des substrats (évaporation simple) et par pulvérisation magnétron.

##### IV.3.3.1. Evaporation simple

Les substrats sont métallisés par le dispositif expérimental décrit dans le chapitre III. Dans ce cas, les substrats ne sont pas polarisés.

il n'y a donc pas de décharge électrique et la pression dans l'enceinte demeure aussi faible que possible, c'est-à-dire de l'ordre de  $10^{-4}$  Pa.

Le test du scotch montre que l'adhérence des couches obtenues est très faible (note de 0) aussi bien sur le PPU que sur le PPU + PC + X.

#### IV.3.3.2. Pulvérisation magnétron

C'est grâce au dispositif de dépôt par pulvérisation magnétron décrit précédemment que nous avons réalisé des dépôts d'aluminium sur un échantillon de PPU et sur un de PPU + PC + X.

Les conditions de dépôt sont résumées dans le tableau IV.7.

Essai	Pression (Pa)	Puissance (kW)	Durée (mn)	Epaisseur moyenne (µm)
1	$10^{-1}$	1,8	5	1,4
2	$10^{-1}$	2,6	2	0,9
3	$2.10^{-1}$	2,5	1	0,16
4	$2.10^{-1}$	2,5	0,8	0,2

Tableau IV.7 : Conditions de dépôt des revêtements réalisés en pulvérisation magnétron

Pour les essais n° 1 et 2, on constate que les matériaux ont subi un échauffement trop important. Le dépôt est alors très peu adhérent. L'aspect des couches est sombre. En revanche, les échantillons 3 et 4 n'ont pas trop chauffé, ils présentent un aspect correctement réfléchissant à l'oeil nu.

N'ayant pas effectué les tests d'adhérence immédiatement après le dépôt, on constate qu'au bout de quelques jours les différentes colles (cyanoacrylate ou scotch) ont très peu d'adhérence sur l'aluminium qui s'est sans doute oxydé et il est alors impossible de caractériser l'adhérence.

Pour toutes ces raisons, nous avons fait un autre dépôt qui a été réalisé sous argon pur à une pression de 0,2 Pa et avec une puissance dissipée sur la cible de 2,4 kW.

L'épaisseur de la couche obtenue en 30 secondes est égale à 1600 Å. Les tests d'adhérence effectués sur ces dépôts immédiatement après l'expérience montrent que l'aluminium adhère bien sur le composé PPU + PC + X. On obtient une note égale à 10. Par contre, l'accrochage de la couche sur le PPU est moins bonne : la note au test du scotch est de 8.

#### IV.3.4. Caractérisation de l'adhérence des dépôts d'aluminium sur le polypropylène obtenus par dépôt ionique avec évaporation flash

Les substrats sont ici polarisés et donc soumis au bombardement de ions du gaz support de la décharge et ce, pendant la phase de nettoyage et pendant la phase de dépôt.

Nous avons cherché à mettre en évidence l'influence de la décharge pendant chaque phase, sur l'adhérence des films d'aluminium.

##### IV.3.4.1. Influence de la puissance r.f. pendant le dépôt (nettoyages non réactifs)

Ici le nettoyage et le dépôt se font en présence d'une décharge électrique établie dans un gaz inerte chimiquement : l'argon.

Dans une première étape, nous avons fait varier la puissance dissipée dans la décharge pendant la phase de dépôt, les autres paramètres étant fixes.

Les conditions de manipulation sont les suivantes :

. nettoyage :

- pression : 1 Pa
- gaz : argon
- puissance : 100 W
- durée : 5 mn

. dépôt :

- pression : 0,25 Pa
- gaz : argon
- puissance : variable
- durée : de 5 à 15 s.

Les résultats concernant l'adhérence sont regroupés dans le tableau IV.8.

On constate que l'adhérence de l'aluminium sur PPU + PC + X croît de manière nette lorsqu'on augmente la puissance pendant le dépôt. Cependant, on n'atteint pas la note de 10.

Epaisseur du dépôt (Å)	Puissance pendant le dépôt (W)	PPU + PC + X		PPU
		N°	Test du scotch (note/10)	Test du scotch (note/10)
2800	0	1	0	0
2000	50	2	2	0
1200	100	3	2	0
2800	150	4	4	2
1600	200	5	8	2
2000	300	6	8	2

Tableau IV.8 : Influence de la puissance dissipée dans la décharge réalisée dans l'argon pur pendant la phase de dépôt

Par contre, malgré une puissance élevée, l'adhérence des dépôts sur PPU reste nulle ou très médiocre.

#### IV.3.4.2. Influence de la puissance r.f. pendant le nettoyage (nettoyages non réactifs)

Nous avons également vérifié l'influence de la puissance pendant le nettoyage, toujours dans le cas de l'utilisation d'un gaz inerte chimiquement. Pour ceci, nous avons réalisé des dépôts sur les deux types de matériaux dans les conditions suivantes :

- . nettoyage :
- pression : 0,5 Pa
- gaz : argon
- puissance : variable

### IV.3.4.3. Influence de la puissance r.f. pendant le nettoyage (nettoyages réactifs)

Nous avons, dans une première étape, refait les séries précédentes, à savoir l'étude de l'influence de la puissance pendant le nettoyage, mais dans le cas d'un nettoyage effectué dans une décharge réalisée dans un mélange contenant 50 % d'argon et 50 % d'oxygène.

Les conditions de manipulation sont les suivantes :

. nettoyage :

- pression : 0,5 Pa
- gaz : 50 % argon + 50 % oxygène
- puissance : variable
- durée : 5 mn

. dépôt :

- pression : 0,25 Pa
- gaz : argon
- puissance : 150 W
- durée : de 5 à 8 secondes.

Remarque : l'oxygène est arrêté 1 mn avant le début du dépôt.

Le tableau IV.10 résume les résultats des mesures d'adhérence effectuées sur ces échantillons.

Epaisseur du dépôt (Å)	Puissance pendant le nettoyage (W)	PPU + PC + X			PPU	
		N°	Test après dépôt	Test après 9 mois	Test après dépôt	Test après 9 mois
2000	0	1	8	10	4	4
1600	50	2	8	10	6	2
1600	100	3	10	10	6	6
1200	150	4	10	10	4	4
1200	200	5	10	10	6	4
2000	300	6	10	10	2	2

Tableau IV.10 : Influence de la puissance dissipée dans la décharge réalisée dans un mélange argon + oxygène pendant la phase de nettoyage

En ce qui concerne le PPU + PC + X, les résultats montrent une très nette amélioration de l'adhérence qui devient parfaite (suivant ce test dès que la puissance de nettoyage atteint 100 W.

Les tests d'adhérence effectués 9 mois environ après le dépôt montrent que, dans le cas du PPU + PC + X, le vieillissement ne détériore pas les qualités d'accrochage des couches.

Dans le cas du PPU, on constate que l'adhérence est tout de même supérieure à celle obtenue dans les mêmes conditions pour un nettoyage non réactif. Cependant, on ne peut pas établir une relation entre la puissance de nettoyage et les résultats du test d'adhérence.

Les résultats obtenus après 9 mois de vieillissement ne permettent pas non plus de remarquer une évolution en fonction de la puissance de nettoyage.

#### IV.3.4.4. Influence de la puissance r.f. pendant le dépôt (nettoyages réactifs)

Nous avons également étudié l'influence de la puissance dissipée dans la décharge pendant le dépôt précédé d'un nettoyage réactif. Les conditions opératoires sont les suivantes :

. nettoyage :

- pression : 0,5 Pa
- gaz : 50 % argon + 50 % oxygène
- puissance : 150 W
- durée : 5 mn

. dépôt :

- pression : 0,25 Pa
- gaz : argon
- puissance : variable
- durée : de 2 à 3 secondes.

Remarque : ici aussi l'oxygène est coupé 1 minute avant le début du dépôt.

Les résultats de l'adhérence après le dépôt et après 6 mois, sont regroupés dans le tableau IV.11.

Puissance pendant le dépôt (W)	PPU + PC + X			PPU				
	N°	Test après dépôt	Test après 6 mois	1ère Série			2ème Série	
				N°	Test après dépôt	Test après 6 mois	N°	Test après dépôt
0	1	10	10	1'	8	8	1''	8
50	2	10	10	2'	2	0	2''	8
100	3	10	10	3'	8	8	3''	8
150	4	10	10	4'	10	8	4''	10
200	5	8	10	5'	8	8	5''	10
300	6	10	10	6'	8	8	6''	10

Tableau IV.11 : Etude de l'influence de la puissance dissipée dans la décharge pendant le dépôt après un nettoyage argon + oxygène

Les résultats des tests effectués sur les échantillons de PPU + PC + X revêtus confirment la qualité de la métallisation réalisée après un nettoyage réactif.

Les résultats obtenus sur le PPU sont meilleurs que ceux obtenus lors de l'étude de l'influence de la puissance pendant le nettoyage (tableau IV.10). Cependant, il est encore difficile de remarquer une évolution en fonction de la puissance de dépôt.

La 2ème série de dépôts sur PPU a été réalisée pour voir si le résultat concernant l'échantillon 2' était un accident ou bien pouvait présenter une certaine reproductibilité.

Les résultats de la 2ème série montrent que c'est bien un accident. En outre, ils semblent confirmer que pour des puissances dissipées dans la décharge, supérieures à 150 W, l'adhérence de l'aluminium sur PPU devient correcte.

Le test après 6 mois de vieillissement donne des résultats sensiblement analogues à ceux obtenus immédiatement après dépôt.

#### IV.3.4.5. Influence de la durée de nettoyage

Nous avons également voulu optimiser la durée de la phase de nettoyage dans le cas d'une décharge réactive. Nous avons pour ceci effectué une série de dépôts dans les conditions suivantes :

. nettoyage :

- pression : 0,5 Pa
- gaz : 50 % argon + 50 % oxygène
- puissance : 150 W
- durée : variable

. dépôt :

- pression : 0,25 Pa
- gaz : argon
- puissance : 150 W
- durée : 2 à 4 secondes.

Les résultats des tests sont donnés dans le tableau IV.12.

Epaisseur du dépôt (Å)	Durée de nettoyage (mn)	PPU + PC + X			PPU		
		N°	Test après dépôt	Test après 4 mois	N°	Test après dépôt	Test après 4 mois
2000	5	1	10	10	1'	10	
1600	3	2	10	'	2'	10	
1500	1,6	3	10	10	3'	6	

Tableau IV.12 : Influence de la durée du nettoyage réactif sur l'adhérence des couches d'aluminium

Les résultats montrent que dans le cas du PPU + PC + X on peut, en nuire à l'adhérence, diminuer la durée du nettoyage jusqu'à 1,5 mn.

Dans le cas du PPU, il semble que 3 mn soit la durée minimale pour conserver une bonne adhérence immédiatement après dépôt. Cependant, les tests d'adhérence effectués 4 mois après le dépôt, montrent une dégradation sensible de l'accrochage des couches. Il semble donc que 5 mn soit la durée minimale de nettoyage à appliquer à un échantillon de PPU dans ces conditions d'expérience.

#### IV.3.4.6. Formation d'une couche d'accrochage

Nous avons vu qu'un nettoyage en présence d'oxygène permet d'obtenir des dépôts adhérents sur le mélange polypropylène + polycarbonate, mais également sur le polypropylène pur. Des irrégularités dans l'adhérence sont tout de même constatées. Pour cela, nous avons essayé de faire des dépôts en deux étapes :

- un nettoyage dans un mélange argon + oxygène suivi du dépôt d'une fine couche d'aluminium (l'objectif était d'obtenir environ 400 Å)
- un nouveau nettoyage dont le rôle était d'éroder pratiquement la totalité du dépôt précédent, suivi du dépôt de la couche complète. Le but de ces manipulations était d'obtenir, par la repulvérisation de la première couche, une interface dépôt-substrat présentant un bon "mixage" des deux matériaux en présence et donc une bonne fixation chimique de l'oxygène absorbé lors du premier nettoyage.

Les conditions des expériences sont les suivantes :

. nettoyage :

- pression : 1 Pa
- gaz pour la 1ère étape : 50 % argon + 50 % oxygène
- gaz pour la 2ème étape : argon
- puissance : variable
- durée : 5 mn pour la première étape, 5 ou 20 mn pour la seconde étape

. dépôt :

- pression : 0,25 Pa
- gaz : argon
- puissance : variable
- durée : 1 à 3 secondes

Les résultats des tests sont donnés dans le tableau IV.13.

En ce qui concerne le PPU + PC + X, on ne note pas de différence sensible par rapport à un dépôt classique. Au contraire, les dépôts sur PPU sont moins adhérents que lors des dépôts réalisés à la suite d'un nettoyage argon + oxygène unique. La raison est peut-être une trop forte reévaporation. En effet, l'épaisseur de la couche d'accrochage est très difficile à contrôler avec un système prévu pour faire de l'évaporation flash.

Nettoyage				Dépôt		Adhérence (note/10)	
N°	N° de l'étape	Puissance (W)	Durée (mn)	Puissance (W)	Epaisseur (Å)	PPU + PC + X	PPU
1	1	100	5	100	5000	8	0
	2	100	20	100			
2	1	100	5	100	1000	10	8
	2	100	5	100			
3	1	150	5	50	8000	10	6
	2	150	5	50			
4	1	200	5	200	1500	10	2
	2	200	5	200			

Tableau IV.13 : Caractérisation de l'adhérence de dépôts réalisés en 2 étapes

Nous avons également fait un autre dépôt en deux étapes :

- un nettoyage dans un mélange argon + oxygène suivi d'un dépôt d'une fine couche de cuivre (200 Å),

- un nouveau nettoyage sous argon et dépôt d'aluminium.

On obtient une note de 10 pour le PPU + PC + X et -0- pour le PPU. Donc la couche d'accrochage du cuivre n'améliore pas l'adhérence sur le PPU.

#### IV.3.5. Interprétation des résultats

D'une manière générale, la présence d'oxygène pendant la phase de nettoyage permet d'améliorer l'adhérence des dépôts d'aluminium sur PPU et PPU + PC + X. Cependant, l'influence de la puissance dissipée dans la décharge n'est pas évidente.

Pour essayer de comprendre le phénomène intervenant lors de l'utilisation de l'oxygène, nous avons effectué un certain nombre d'expériences sur le PPU pour lequel les adhérences sont plus faibles.

Dans une première étape, nous avons cherché à mettre en évidence l'influence de l'oxygène résiduel au début de la formation de l'interface dépôt-substrat. Pour ceci, nous avons fait varier ce que nous appellerons le temps de coupure, c'est-à-dire la durée comprise entre le moment où on arrête l'introduction d'oxygène et le moment où on commence le dépôt. La décharge n'est pas interrompue.

Ces expériences ont été réalisées dans les conditions suivantes :

. nettoyage :

- pression : 0,5 Pa
- gaz : 50 % argon + 50 % oxygène
- puissance : 150 W
- durée : 5 mn

. dépôt :

- pression : 0,25 Pa
- gaz : argon
- puissance : 150 W
- durée : 2 à 3 secondes.

Les résultats des mesures d'adhérence sont donnés dans le tableau IV.14.

Epaisseur du dépôt (Å)	Temps de coupure (mn)	PPU	
		N°	Test après dépôt
600	0	1	10
600	1	2	10
800	2,5	3	4
800	5	4	2

Tableau IV.14 : Influence de la pression résiduelle d'oxygène au début du dépôt sur l'adhérence des dépôts

On constate qu'il est important, pour avoir une bonne adhérence, de conserver une pression résiduelle d'oxygène suffisante lors de la formation de la couche d'accrochage du dépôt. Cela se traduit, dans nos conditions, par la nécessité de ne pas fermer l'entrée d'oxygène, qu'une minute au plus avant le début du dépôt.

En général, la présence d'oxygène pendant le dépôt conduit à la formation d'un oxyde. D'après la théorie chimique (29) ce traitement qui oxyde la surface du polymère favorise l'adhérence au métal par formation de liaisons chimiques entre métal, oxygène et polymère. Cependant, compte tenu des vitesses de dépôt très élevées en évaporation flash ( $> 200 \text{ } \mu\text{m.h}^{-1}$ ), il est probable que la réaction ne puisse pas avoir lieu. Pour vérifier ceci, nous avons réalisé des couches sur PPU et PPU + PC + X pour lesquelles nettoyages et dépôts sont effectués en présence d'oxygène.

Les conditions opératoires sont :

- . nettoyage :
  - pression : 0,5 Pa
  - gaz : 50 % argon + 50 % oxygène
  - puissance : 150 W
  - durée : 5 mn

. dépôt :

- pression : 0,25 Pa
- gaz : 50 % argon + 50 % oxygène
- puissance : variable
- durée : de 2 à 3 secondes.

Epaisseur du dépôt (Å)	Puissance pendant le dépôt (W)	PPU + PC + X			PPU		
		N°	Test après dépôt	Test après 9 mois	N°	Test après dépôt	Test après 9 mois
1200	50	1	10	10	1'	8	4
1300	150	2	10	10	2'	6	4
1000	250	3	10	10	3'	10	10

Tableau IV.15 : Adhérence de dépôts réalisés en présence d'un mélange argon + oxygène après un nettoyage réactif

On a pu constater que les couches conservaient un aspect très réfléchissant malgré la présence d'oxygène pendant le dépôt. De plus l'adhérence ne semble pas modifiée par rapport à un dépôt réalisé sous argon pur comme on peut le voir sur le tableau IV.15.

Remarque : Nous avons effectué quelques essais de nettoyages réactifs sur des échantillons de PPU dans un mélange gazeux comprenant 50 % d'azote et 50 % d'oxygène. Pour une puissance de nettoyage et de dépôt égale à 150 W, le dépôt étant réalisé dans l'azote pur, on obtient une adhérence notée 10 au test du scotch immédiatement après dépôt. Il apparaît donc que ce mélange donne d'aussi bons résultats que le mélange argon-oxygène.

## **CHAPITRE V**

### **CARACTERISATION ELECTRIQUE**

## CHAPITRE V

### CARACTERISATION ELECTRIQUE

#### V.1. INTRODUCTION

Après avoir étudié l'adhérence des dépôts de cuivre et d'aluminium sur les matériaux polymères, il nous a paru intéressant de compléter cette étude pour voir les pertes électriques dans les couches minces obtenues par pulvérisation.

La méthode de caractérisation que nous avons utilisée est une méthode classique. Elle consiste à mesurer le coefficient de surtention d'un circuit résonant. Ce coefficient traduit l'influence des pertes, dans le diélectrique, dans la métallisation et aussi à l'interface dépôt-substrat.

Plusieurs circuits résonants sont connus : résonateur en anneau, résonateur en disque, stub quart d'onde, ligne demi-onde, etc...

Le circuit test que nous avons choisi est formé par une ligne  $50 \Omega$  de longueur  $\lambda_g/2$ . Il est relié à deux tronçons de ligne d'impédance caractéristique  $50 \Omega$ .

#### V.2. PRINCIPE DE LA CARACTERISATION

##### V.2.1. Définition du circuit

Le circuit test est schématisé par la figure V.1. Ce circuit a été réalisé sur un substrat d'alumine 96 % qui a été métallisé en cuivre par voie sèche (dépôt par pulvérisation) puis gravé par voie chimique.

Remarque : ici l'adhérence n'a pas été détériorée par les traitements chimiques.

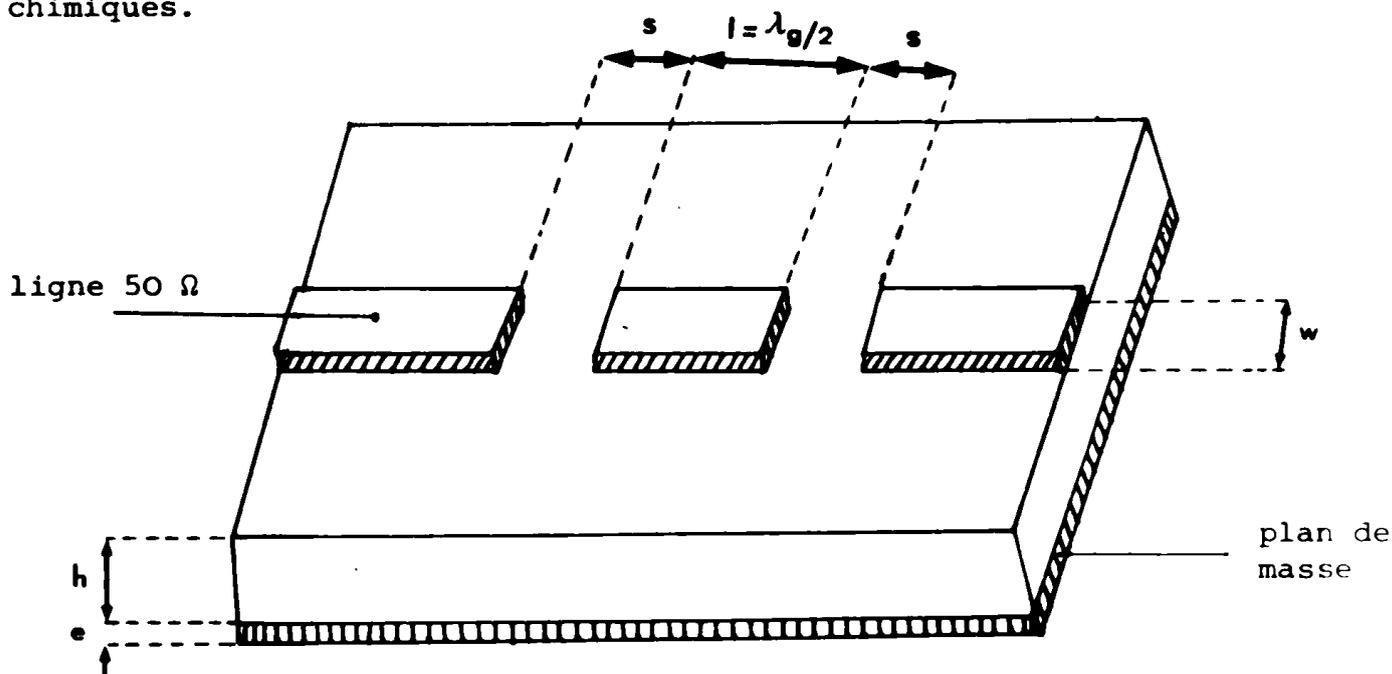


Fig. V.1 : Schéma du circuit test hyperfréquence

La ligne de longueur  $\lambda_g/2$  est couplée à la ligne principale par une simple coupure capacitive S.

### V.2.2. Calcul de la ligne 50 $\Omega$

Pour effectuer la synthèse de la ligne, permettant de déterminer le rapport  $\frac{W}{h}$  donnant une impédance caractéristique  $Z_c$ , on fait appel aux relations suivantes (30), (31) :

$$\frac{W}{h} = \frac{8 \exp A}{\exp (2A) - 2} \quad \text{si } \frac{W}{h} < 2$$

$$\frac{W}{h} = \frac{2}{\pi} \left[ B - 1 - \log (2B-1) + \frac{\epsilon_r+1}{2\epsilon_r} \left\{ \log (B-1) + 0,39 - \frac{0,61}{\epsilon_r} \right\} \right] \quad \text{si } \frac{W}{h} \geq 2$$

dans lesquelles :

$$A = \frac{Z_c}{60} \left( \frac{\epsilon_r + 1}{2} \right)^{1/2} + \frac{\epsilon_r - 1}{\epsilon_r + 1} \left( 0,23 + \frac{0,11}{\epsilon_r} \right)$$

$$B = \frac{60 \pi^2}{Z_c \sqrt{\epsilon_r}}$$

La figure V.2 représente l'évolution de  $\frac{W}{h}$  en fonction de l'impédance caractéristique  $Z_c$  d'une ligne sur un diélectrique en alumine 96 % ayant une permittivité relative égale à 8,88.

Pour obtenir une impédance caractéristique de  $50 \Omega$ , il faut que le rapport  $\frac{W}{h}$  soit égal à 1,07. Dans notre cas, l'épaisseur  $h$  du diélectrique est égale à 0,635 mm ce qui donne une largeur de ligne  $W$  égale à 0,679 mm.

### V.2.3. Calcul de la ligne $\lambda_g/2$

Ce qui nous intéresse c'est d'avoir une ligne de longueur telle que :

$$l = \frac{\lambda_g}{2}$$

où  $\lambda_g$  est la longueur d'onde guidée dans la ligne microstrip. Dans un milieu de permittivité relative  $\epsilon_r$ , la vitesse de l'onde guidée est  $V_g$  telle que :

$$V_g = \frac{c}{\sqrt{\epsilon_r}}$$

où  $c$  est la vitesse de la lumière.

Soit :

$$\lambda_g = \frac{c}{f\sqrt{\epsilon_r}}$$

or, le milieu de propagation n'est pas homogène, une partie des lignes de champ est située dans le substrat, l'autre partie dans l'air comme le montre la figure V.3. Afin de tenir compte de ce phénomène, on remplace la permittivité relative  $\epsilon_r$  du diélectrique par la permittivité effective  $\epsilon_{eff}$ .

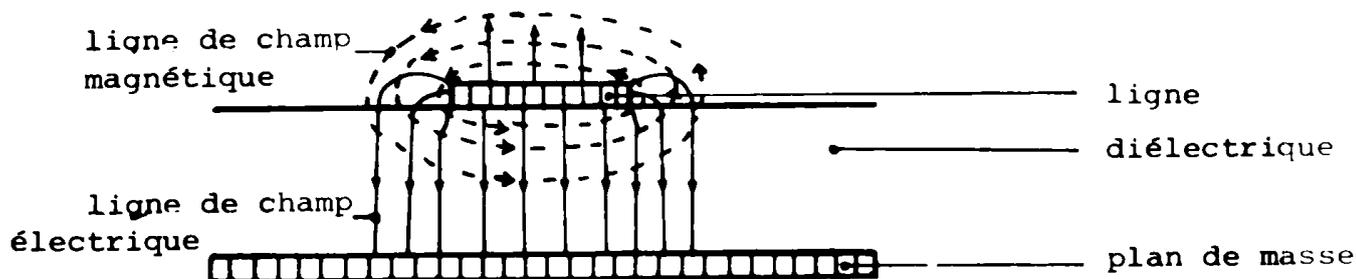


Fig. V.3 : Vue en coupe d'une ligne microstrip. Allure des lignes de champ électrique et magnétique

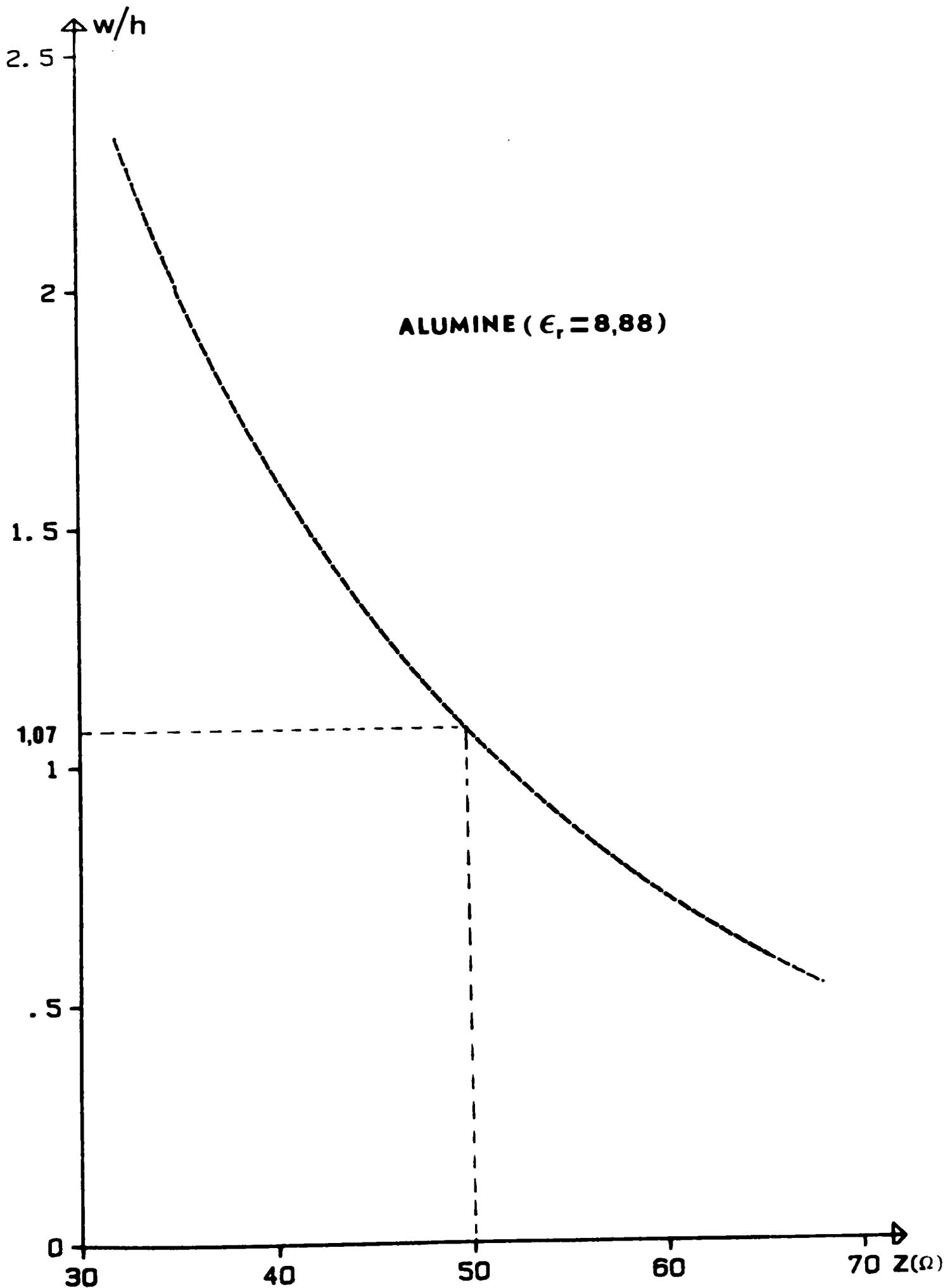


Fig. V.2 : Evolution de  $\frac{w}{h}$  en fonction de l'impédance caractéristique  $Z_c$

D'après SCHNEIDER et HAMMERSTAD (32), les expressions de la permittivité effective  $\epsilon_{\text{eff}}$  sont données par :

$$\epsilon_{\text{eff}} = \frac{\epsilon_r + 1}{2} + \frac{\epsilon_r - 1}{2} f\left(\frac{W}{h}\right)$$

avec :

$$f\left(\frac{W}{h}\right) = \left(1 + 12 \frac{h}{W}\right)^{-1/2} + 0,04\left(1 - \frac{W}{h}\right)^2 \quad \text{si } \frac{W}{h} \leq 1$$

$$f\left(\frac{W}{h}\right) = \left(1 + 12 \frac{h}{W}\right)^{-1/2} \quad \text{si } \frac{W}{h} > 1$$

L'évolution de  $\epsilon_{\text{eff}}$  est représentée par la courbe V.4 pour différentes valeurs de  $\frac{W}{h}$  et pour une permittivité relative  $\epsilon_r$  égale à 8,88.

Pour  $\frac{W}{h} = 1,07$ , la permittivité effective est égale à 6,073.

D'après l'expression  $\lambda_g = \frac{c}{f\sqrt{\epsilon_{\text{eff}}}}$  et pour la fréquence de résonance

$f_0$  choisie égale à 10 GHz, nous obtenons :

$$\lambda_{g_0} = 12,173 \text{ mm}$$

ce qui donne :

$$l = \frac{\lambda_{g_0}}{2} = 6,086 \text{ mm}$$

D'où les caractéristiques électriques et géométriques du circuit :

$\epsilon_r$	= 8,88	$W$	= 0,679 mm
$\epsilon_{\text{eff}}$	= 6,073	$h$	= 0,635
$Z_c$	= 50 $\Omega$	$l$	= 6,086 mm
$f_0$	= 10 GHz	$\lambda_{g_0}$	= 12,173 mm

### V.3. CALCUL DU FACTEUR DE QUALITE

Nous allons maintenant calculer le facteur de qualité, en supposant que les pertes sont faibles mais non négligeables.

Pour cela, nous montrerons que la ligne demi-onde ouverte à son extrémité est équivalente autour de la fréquence de résonance à un circuit basse fréquence R', L', C' parallèle à composants discrets.

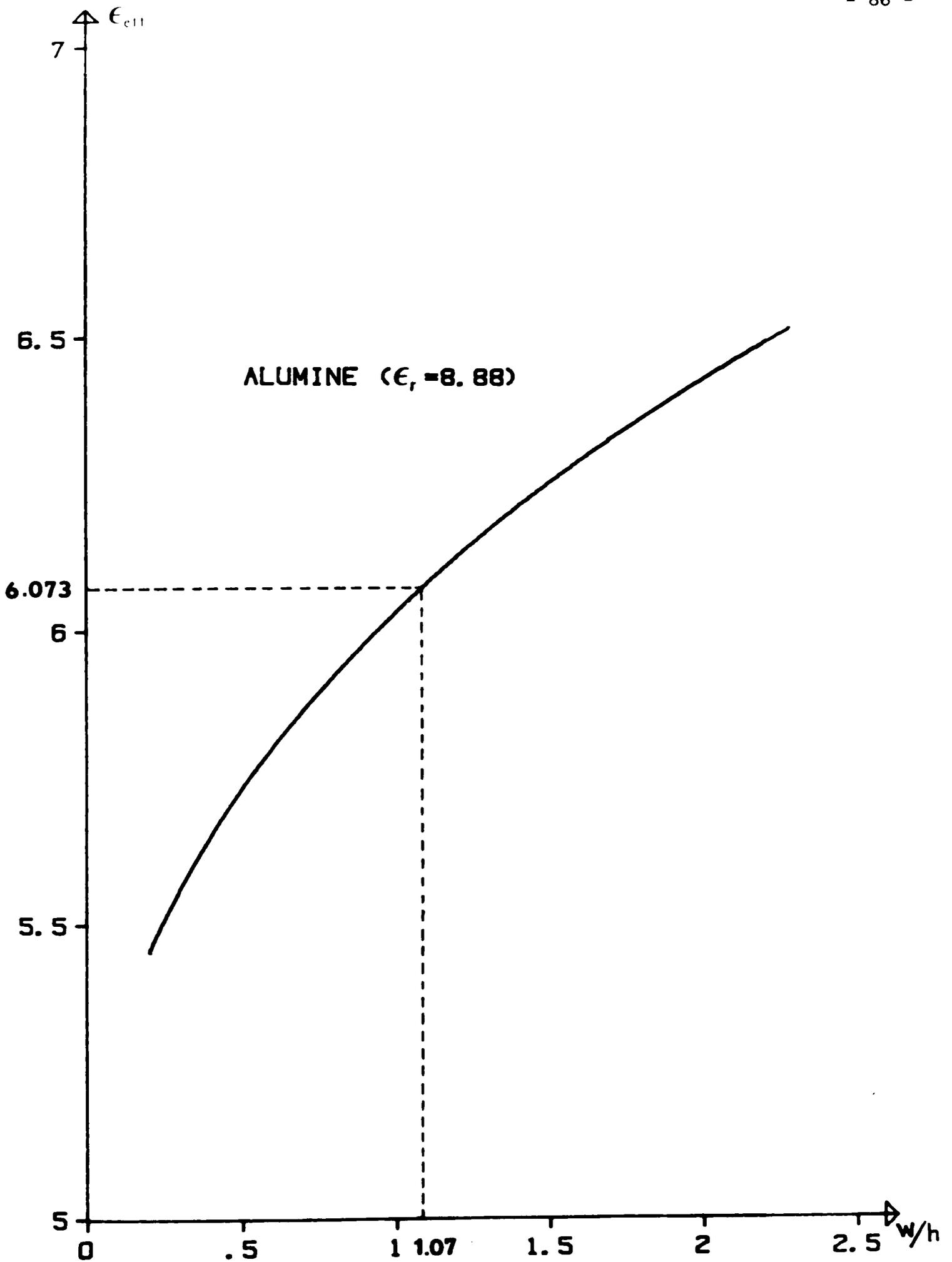


Fig. V.4 : Evolution de la permittivité effective en fonction de la caractéristique géométrique  $\frac{w}{h}$  de la ligne

### V.3.1. Admittance d'entrée de la ligne $\lambda_g/2$

Considérons une ligne de longueur  $l$  ouverte à son extrémité. L'impédance d'entrée d'une ligne quelconque s'écrit (33) :

$$Z_e = Z_c \frac{Z_L + Z_c \operatorname{th} \gamma l}{Z_c + Z_L \operatorname{th} \gamma l}$$

avec :

$Z_c$  = impédance caractéristique de la ligne

$Z_L$  = impédance de charge de la ligne

$\gamma$  =  $(\alpha + j\beta)$  constante de propagation complexe

$l$  = longueur de la ligne

On remarque que l'impédance d'entrée dépend de l'impédance caractéristique, de la longueur de la ligne ainsi que de la nature de la terminaison.

Dans notre cas, l'impédance de charge est infinie, donc l'impédance d'entrée s'écrit :

$$Z_e^o = \frac{Z_c}{\operatorname{th} \gamma l}$$

où :  $Z_e^o$  : impédance d'entrée du circuit ouvert

or :

$$\begin{aligned} \operatorname{th} \gamma l &= \operatorname{th}(\alpha + j\beta) l \\ &= \frac{\operatorname{th}(\alpha l) + j \operatorname{tg} \beta l}{1 + j \operatorname{th}(\alpha l) \cdot \operatorname{tg} \beta l} \end{aligned}$$

d'où :

$$Z_e^o = Z_c \frac{1 + j \operatorname{th}(\alpha l) \cdot \operatorname{tg} \beta l}{\operatorname{th}(\alpha l) + j \operatorname{tg} \beta l}$$

Pour comparer par la suite avec le circuit résonant parallèle, nous allons raisonner en admittance :

$$Y_e^o = Y_c \frac{\operatorname{th}(\alpha l) + j \operatorname{tg} \beta l}{1 + j \operatorname{th}(\alpha l) \cdot \operatorname{tg} \beta l} \quad (1)$$

Si on admet que les pertes sont faibles ( $\alpha$  petit) alors :

$$\text{th}(\alpha l) \approx \alpha l \quad (2)$$

la longueur  $l$  correspondante à la longueur d'onde guidée à la résonance peut s'écrire :

$$\begin{aligned} l &= \frac{\lambda_{g_0}}{2} \\ &= \frac{1}{2} \frac{c}{f_0 \sqrt{\epsilon_{\text{eff}}}} \end{aligned}$$

de plus la constante de propagation  $\beta$  est de la forme :

$$\begin{aligned} \beta &= \frac{2\pi}{\lambda_g} \\ &= 2\pi \frac{f \sqrt{\epsilon_{\text{eff}}}}{c} \end{aligned}$$

où  $\lambda_g$  est la longueur d'onde à une fréquence  $f$

d'où le produit :

$$\begin{aligned} \beta l &= \frac{2\pi f \sqrt{\epsilon_{\text{eff}}}}{c} \cdot \frac{1}{2} \frac{c}{f_0 \sqrt{\epsilon_{\text{eff}}}} \\ &= \frac{\pi f}{f_0} = \pi \frac{\omega}{\omega_0} \\ &= \pi + \pi \frac{\Delta\omega}{\omega_0} \end{aligned}$$

où :

$$\Delta\omega = \omega - \omega_0$$

La quantité  $\text{tg } \beta l$  peut s'écrire alors :

$$\begin{aligned} \text{tg } \beta l &= \text{tg}(\pi + \pi \frac{\Delta\omega}{\omega_0}) \\ &= \text{tg}(\pi \cdot \frac{\Delta\omega}{\omega_0}) \end{aligned}$$

Autour de la fréquence de résonance  $\Delta\omega \ll \omega_0$ , ce qui donne :

$$\text{tg}(\beta l) \approx \pi \frac{\Delta\omega}{\omega_0} \quad (3)$$

En reportant les expressions (2) et (3) dans l'expression (1), l'admittance d'entrée devient :

$$Y_e^o = Y_c \frac{\alpha l + j\pi \frac{\Delta\omega}{\omega_0}}{1 + j \alpha l \cdot \frac{\Delta\omega}{\omega_0}}$$

Pour faire apparaître les parties réelle et imaginaire de cette quantité on multiplie le numérateur et le dénominateur par l'expression conjuguée du dénominateur :

$$Y_e^o = \frac{Y_c \left[ \alpha l \left\{ 1 + \left( \pi \frac{\Delta\omega}{\omega_0} \right)^2 \right\} + j\pi \frac{\Delta\omega}{\omega_0} \left\{ 1 - (\alpha l)^2 \right\} \right]}{1 + \left( \alpha l \cdot \pi \frac{\Delta\omega}{\omega_0} \right)^2}$$

Si l'on tient compte des hypothèses de départ, à savoir que les pertes sont faibles, c'est-à-dire que  $\alpha$  est petit et que l'on travaille au voisinage de la résonance ( $\Delta\omega \ll \omega_0$ ), on peut faire les simplifications suivantes :

$$1 + \left( \pi \frac{\Delta\omega}{\omega_0} \right)^2 \approx 1$$

$$1 - (\alpha l)^2 \approx 1$$

$$1 + \left( \alpha l \pi \frac{\Delta\omega}{\omega_0} \right)^2 \approx 1$$

l'admittance d'entrée devient alors :

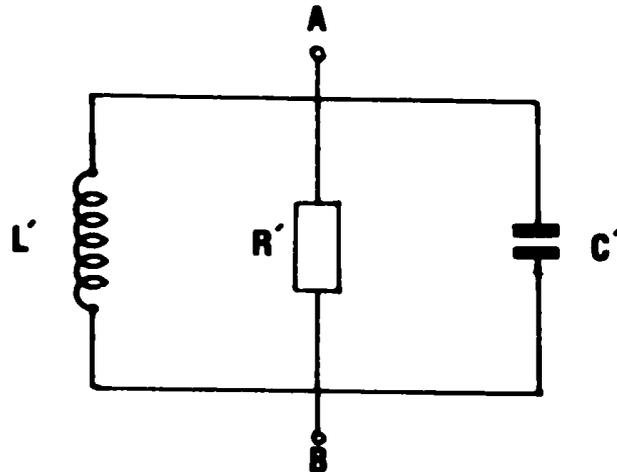
$$\begin{aligned} Y_e^o &= Y_c \left( \alpha l + j\pi \frac{\Delta\omega}{\omega_0} \right) \\ &\approx Y_c \alpha l \left( 1 + j \frac{2\pi}{\alpha \lambda_g} \cdot \frac{\Delta\omega}{\omega_0} \right) \end{aligned} \quad (4)$$

### V.3.2. Admittance du circuit R', L', C' parallèle

Le phénomène étudié ressemble à la résonance d'un circuit R', L', C' parallèle.

Rappelons la propriété d'un tel circuit R', L', C' parallèle.

Soit le schéma ci-dessous :



L'admittance équivalente entre les bornes A et B est :

$$Y = \frac{1}{R'} + jC'\omega + \frac{1}{jL'\omega}$$

$$= \frac{1}{R'} + j\left(C'\omega - \frac{1}{L'\omega}\right)$$

L'admittance Y peut s'écrire aussi autour de la fréquence de résonance

$$Y = \frac{1}{R'} \left[ 1 + j\left(R'C'\omega - \frac{R'}{L'\omega}\right) \right]$$

$$= \frac{1}{R'} \left[ 1 + j\left(R'C'\omega_0 \frac{\omega}{\omega_0} - \frac{R'\omega_0}{L\omega_0\omega}\right) \right]$$

$$= \frac{1}{R'} \left[ 1 + jQ_0 \left(\frac{\omega}{\omega_0} - \frac{\omega_0}{\omega}\right) \right]$$

d'où :

$$Y = \frac{1}{R'} \left( 1 + j 2Q_0 \frac{\Delta\omega}{\omega_0} \right) \quad (5)$$

avec :

$$Q_0 = C\omega_0 R' = \frac{R'}{L'\omega_0}$$

### V.3.3. Facteur de qualité

Le calcul du facteur de qualité de la ligne demi-onde se ramène alors au calcul du facteur de qualité du circuit résonant R', L', C' parallèle.

Par définition le coefficient de qualité s'écrit :

$$Q_0 = \omega_0 \frac{\bar{W}}{\bar{P}_d}$$

où  $\bar{W}$  est la valeur moyenne de l'énergie emmagasinée dans le circuit et  $\bar{P}_d$  est la puissance moyenne dissipée dans ce circuit.

Dans le cas du circuit résonant parallèle, le facteur de qualité est :

$$Q_0 = C R' \omega_0 = \frac{R'}{L' \omega_0}$$

Par identification des équations (4) et (5), on obtient :

$$\frac{1}{R'} = Y_c \alpha l$$

$$Q_0 = \frac{\pi}{\alpha \lambda g_0}$$

#### V.3.4. Calcul des éléments du circuit équivalent :

On a vu que les éléments du circuit équivalent étaient :

$$R' = \frac{1}{Y_c \alpha l} = \frac{2}{Y_c \alpha \lambda g_0}$$

$$Q_0 = R' C' \omega_0$$

ce qui donne :

$$C' \omega_0 = \frac{Q_0}{R'} = \frac{\pi Y_c}{2} = \frac{1}{L' \omega_0}$$

d'autre part, l'affaiblissement théorique de la ligne est donnée par (32) :

$$\alpha = \frac{1}{WZ_c} \sqrt{\frac{\pi \mu_0 f_0}{\sigma}}$$

où :

$\mu_0$  : perméabilité magnétique du vide ( $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$  H/m)

$\sigma$  : conductivité du cuivre ( $\sigma = \frac{1}{\rho} = 0,58 \cdot 10^8 \text{ } \Omega^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ )

La ligne est une microstrip en cuivre, sur alumine d'épaisseur  $h$  égale à 0,635.

Pour  $Z_c = 50 \Omega$ ,  $f_0 = 10 \text{ GHz}$ ,  $\epsilon_{\text{eff}} = 6,073$ ,  $\sigma = 0,58 \cdot 10^{8-1} \Omega \cdot \text{m}^{-1}$ ,

on obtient :

$$\alpha = 0,768 \text{ Nepers/m}$$

$$Q_0 = 336$$

$$R' = 10,7 \text{ k}\Omega$$

$$L'\omega_0 = 32 \Omega$$

$$C'\omega_0 = 0,031 \Omega^{-1}$$

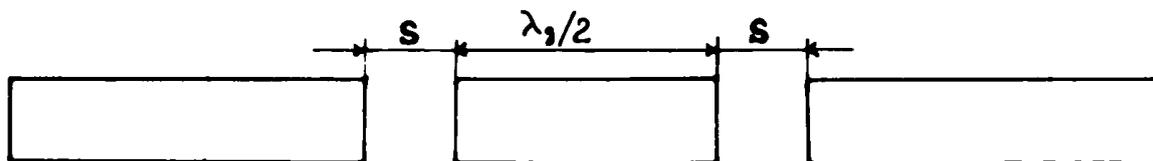
ce qui donne :

$$C' = 0,5 \text{ pF}$$

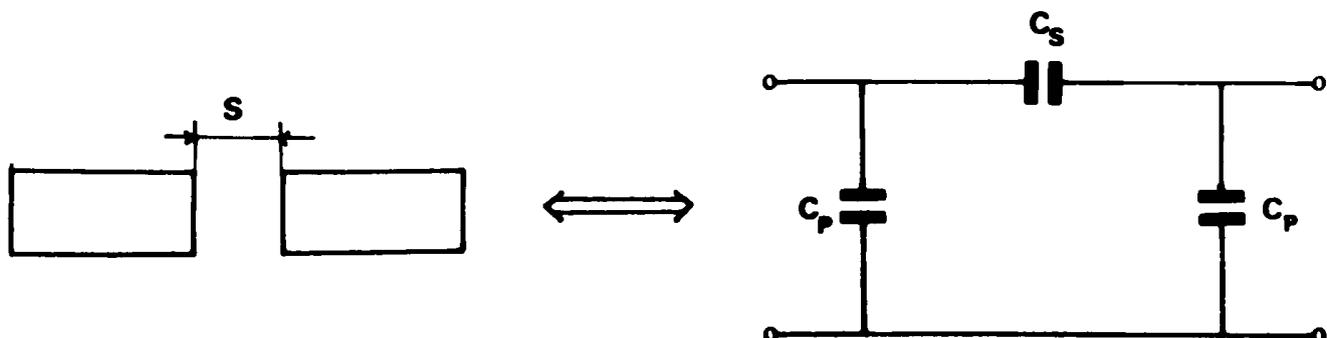
**Remarque** : nous avons fait aussi un circuit test pour une fréquence 5 GHz. Le calcul est le même que pour une fréquence 10 GHz. Les caractéristiques électriques et géométriques des deux circuits sont regroupées dans le tableau V.1.

### V.3.5. Etude de la coupure et de la modélisation

La ligne précédente est reliée au générateur et à la charge par deux tronçons de ligne de longueur  $l$  et d'impédance caractéristique  $Z_c$ . Entre ces deux tronçons et la ligne demi-onde existe deux coupures identiques "S" comme le montre la figure ci-dessous.



une coupure peut être représentée par des capacités comme l'indique la figure ci-dessous.



$f_o$ (GHz)	$\epsilon_r$	$\epsilon_{eff}$	$Z_c$ ( $\Omega$ )	$W$ (mm)	$h$ (mm)	$l$ (mm)	$\lambda_{g_o}$ (mm)	$S$ (mm)	$Q_o$	$\alpha$ Nep/m
10	8,88	6,073	50	0,679	0,635	6,086	12,173	0,1	336	0,768
5	8,88	6,073	50	6,679	0,635	12,173	24,346	0,1	237	0,543

Tableau V.1 : Caractéristiques électriques et géométriques des lignes

Les capacités  $C_p$  et  $C_s$  sont données par les relations suivantes (34) :

$$\frac{C_p}{W} \text{ (pF. m}^{-1}\text{)} = \frac{1}{2} \left(\frac{S}{W}\right)^{m_e} \cdot \left(\frac{\epsilon_r}{9,6}\right)^{0,9} \exp(K_e)$$

$$\frac{C_s}{W} \text{ (pF. m}^{-1}\text{)} = \frac{1}{2} \left[ \left(\frac{S}{W}\right)^{m_o} \cdot \left(\frac{\epsilon_r}{9,6}\right)^{0,9} \exp(K_o) - \frac{1}{2} \left(\frac{S}{W}\right)^{m_e} \cdot \left(\frac{\epsilon_r}{9,6}\right) \cdot \exp K_e \right]$$

Ces formules sont valables pour  $2,5 < \epsilon_r < 15$  et  $0,5 < \frac{W}{h} < 2$   
avec :

$$\left. \begin{aligned} m_o &= \frac{W}{h} (0,619 \log \frac{W}{h} - 0,3853) \\ K_o &= 4,26 - 1,453 \log \frac{W}{h} \end{aligned} \right\} \text{ pour } 0,1 \leq \frac{S}{W} \leq 1$$

$$m_e = 0,8675 \text{ et } K_e = 2,043 \left(\frac{W}{h}\right)^{0,12} \text{ pour } 0,1 \leq \frac{S}{W} \leq 0,3$$

$$m_e = \frac{1,565}{\left(\frac{W}{h}\right)^{0,16}} - 1 \text{ et } K_e = 1,97 - \frac{0,03}{\left(\frac{W}{h}\right)} \text{ pour } 0,3 < \frac{S}{W} \leq 1$$

Pour une coupure  $S = 0,1$  mm,  $\epsilon_r = 8,88$ ,  $W = 0,679$  mm et  $h = 0,635$  mm on trouve  $C_s = 48.10^{-3}$  pF et  $C_p = 0,5.10^{-3}$  pF.

D'où le schéma équivalent du circuit sans charge (fig. V. a).

Remarque : si on compare la capacité  $C_p$  aux capacités  $C'$  et  $C_s$  on remarque qu'elle est négligeable.

### V. 3. 6. Calcul des coefficients de transmission $S_{21}$ et de réflexion $S_{11}$

#### V.3.6.1. Définition

On définit pour un quadripôle, la matrice (S) ou matrice de dispersion telle que :

$$\begin{vmatrix} b_1 \\ b_2 \end{vmatrix} = \begin{vmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{vmatrix} \cdot \begin{vmatrix} a_1 \\ a_2 \end{vmatrix}$$

où :

$$a_i \triangleq \frac{V_i + Z_o I_i}{2 \sqrt{Z_o}}$$

$$b_i \triangleq \frac{V_i - Z_o I_i}{2 \sqrt{Z_o}}$$

$Z_o$  : impédance de normalisation (= 50  $\Omega$ ).

On peut résoudre ce système d'équation par rapport aux ondes d'entrée  $b_1$  et  $a_1$  (dans cet ordre). On obtiendra deux équations :

$$b_1 = T_{11}a_2 + T_{12} b_2$$

$$a_1 = T_{21}a_2 + T_{22} b_2$$

Ces deux équations peuvent être écrites sous forme de matrice :

$$\begin{vmatrix} b_1 \\ a_1 \end{vmatrix} = \begin{vmatrix} T_{11} & T_{12} \\ T_{21} & T_{22} \end{vmatrix} \begin{vmatrix} a_2 \\ b_2 \end{vmatrix}$$

où  $T_{ij}$  sont les coefficients d'une matrice (T) appelée matrice de chaîne.

L'intérêt de la matrice de chaîne (T) est qu'elle possède la propriété suivante que ne possède pas la matrice (S) :

Si  $(T_a)$  et  $(T_b)$  sont les matrices de deux quadripôles en cascade, la matrice (T) de l'ensemble est :

$$(T) = (T_a) (T_b) \quad (\text{dans cet ordre})$$

Il suffit d'écrire les ondes d'entrée et de sortie de chaque quadripôle et d'écrire les relations entre elles à l'aide des matrices (T).

Pratiquement, pour la mise en cascade de quadripôles, on passera des matrices (S) aux matrices (T), on fera le produit, puis on reviendra à la matrice (S) de l'ensemble par des formules de transformation.

Soient les deux matrices (S) et (T) suivantes :

$$(S) = \begin{vmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{vmatrix} \quad (T) = \begin{vmatrix} A & B \\ C & D \end{vmatrix}$$

On montre que :

$$S_{11} = \frac{A + B - C - D}{A + B + C + D} \quad S_{22} = \frac{-A + B - C + D}{A + B + C + D}$$

$$S_{12} = \frac{2(AD - BC)}{A + B + C + D} \quad S_{21} = \frac{2}{A + B + C + D}$$

V.3.6.2. Application au circuit test

Nous avons vu que les coupures "S" du circuit test peuvent être remplacées par des quadripôles en  $\pi$  ne contenant que des capacités ce qui nous donne le schéma suivant :

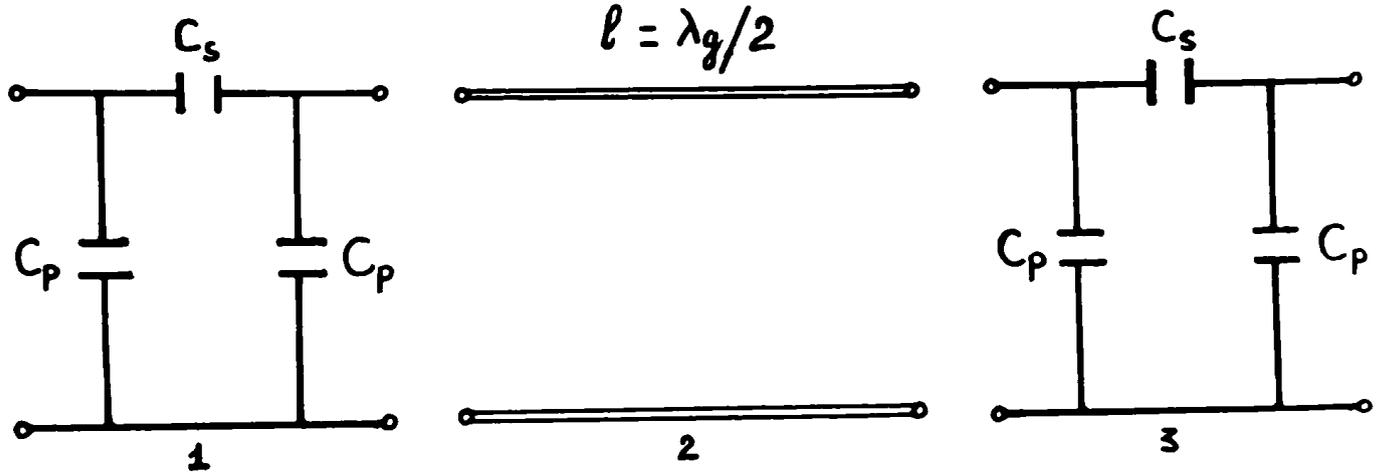


Fig. V.5 : Schéma équivalent du circuit test

On remarque qu'il y a trois quadripôles en cascade. Pour calculer les coefficients de la matrice (S) de l'ensemble, on fait le produit des matrices chaînes normalisées par rapport à  $Z_0$  choisie égale à l'impédance caractéristique  $Z_c$  des lignes d'accès et l'on revient ensuite à la matrice (S).

Remarque : Les coupures sont identiques. La matrice de chaîne du premier quadripôle est égale à celle du troisième quadripôle.

La matrice de chaîne du premier quadripôle est :

$$(T_1) = \begin{vmatrix} 1 + \frac{Y_P}{Y_S} & \frac{1}{Y_S} \\ \frac{Y_P^2 + 2 Y_P Y_S}{Y_S} & \frac{Y_P + Y_S}{Y_S} \end{vmatrix}$$

On normalise cette matrice par rapport à  $Z_c$ , on obtient :

$$(T_1)_N = \begin{vmatrix} 1 + \frac{Y_P}{Y_S} & \frac{Y_C}{Y_S} \\ \frac{Y_P^2 + 2 Y_P Y_S}{Y_C Y_S} & \frac{Y_S + Y_P}{Y_S} \end{vmatrix}$$

avec :  $Y_P = j\omega C_P$        $Y_S = j\omega C_S$        $Y_C = \frac{1}{Z_C}$

De même, la matrice chaîne d'une ligne à pertes de longueur  $l$  et d'impédance caractéristique  $Z_c$  est donnée par :

$$(T_2) = \begin{vmatrix} \operatorname{ch}\gamma l & Z_c \operatorname{Sh}\gamma l \\ \frac{\operatorname{Sh}\gamma l}{Z_c} & \operatorname{ch}\gamma l \end{vmatrix}$$

Cette matrice normalisée par rapport à  $Z_c$  est :

$$(T_2)_N = \begin{vmatrix} \operatorname{ch}\gamma l & \operatorname{Sh}\gamma l \\ \operatorname{Sh}\gamma l & \operatorname{ch}\gamma l \end{vmatrix}$$

avec :

$$\gamma = \alpha + j\beta$$

La matrice normalisée de l'ensemble est :

$$(T)_N = (T_1)_N (T_2)_N (T_3)_N$$

Pour simplifier le calcul de la matrice  $(T)_N$  on pose :

$$A = 1 + \frac{Y_P}{Y_S} = \frac{C_P + C_S}{C_S}$$

$$D = 1 + \frac{Y_P}{Y_S} = \frac{C_P + C_S}{C_S}$$

$$B = \frac{Y_C}{Y_S} = \frac{1}{j Z_c C_S \omega}$$

$$C = \frac{Y_P^2 + 2 Y_P Y_S}{Y_C Y_S} = j\omega Z_c \frac{2C_P C_S + C_P^2}{C_S}$$

$$A_1 = D_1 = \operatorname{ch}\gamma l$$

$$B_1 = C_1 = \operatorname{Sh}\gamma l$$

ce qui nous donne :

$$(T)_N = \begin{vmatrix} A & B \\ C & D \end{vmatrix} \begin{vmatrix} A_1 & B_1 \\ C_1 & D_1 \end{vmatrix} \begin{vmatrix} A & B \\ C & D \end{vmatrix}$$

Le produit de ces trois matrices donne la matrice suivante :

$$(T)_N = \begin{vmatrix} A_2 & B_2 \\ C_2 & D_2 \end{vmatrix}$$

avec :

$$A_2 = A^2 A_1 + AB_1 C + BC_1 A + BD_1 C$$

$$B_2 = AA_1 B + AB_1 D + B^2 C_1 + BDD_1$$

$$C_2 = CA_1 A + C^2 B_1 + DAC_1 + CD_1 D$$

$$D_2 = CA_1 B + CB_1 D + DC_1 B + D_1 D^2$$

Le calcul de ces coefficients et d'autres termes qui vont suivre est donné dans l'annexe.

Le quadripôle est symétrique et réciproque, ce qui donne :

$$S_{11} = S_{22} \quad \text{et} \quad S_{12} = S_{21}$$

Nous allons maintenant calculer ces coefficients.

Nous avons vu que le coefficient de transmission  $S_{21}$  est donné par la relation :

$$S_{21} = \frac{2}{A_2 + B_2 + C_2 + D_2}$$

$$S_{21} = \frac{2}{\Delta} \quad \text{avec } \Delta = A_2 + B_2 + C_2 + D_2$$

Le calcul nous donne :

$$S_{21} = \frac{2}{\Delta} \left( \frac{\text{Shal} \cdot \cos \beta l (2Z_C^2 \omega^2 (C_P + C_S)^2 - 1 - \omega^4 Z_C^4 (2C_P C_S + C_P^2)^2) - \text{chal} \cdot \sin \beta l (2Z_C \omega (C_P + C_S) (2C_P C_S + C_P^2) \omega Z_C^2 - 1)}{Z_C^2 C_S^2 \omega^2} + j \frac{(\text{Shal} \cdot \cos \beta l \cdot 2(C_P + C_S) Z_C \omega (2C_P C_S + C_P^2) \omega Z_C^2 - 1 + \text{chal} \cdot \sin \beta l (C_P + C_S) Z_C^2 \omega^2 - \omega^4 Z_C^4 (2C_P C_S + C_P^2) \omega Z_C^2 - 1)}{Z_C^2 \omega^2 C_S} \right)$$

Nous avons vu aussi que :

$$S_{11} = \frac{A_2 + B_2 - C_2 - D_2}{A_2 + B_2 + C_2 + D_2} = \frac{B_2 - C_2}{\Delta} \quad \text{car } A_2 = D_2$$

On pose :  $\Delta_1 = B_2 - C_2$  ce qui nous permet d'écrire  $S_{11} = \frac{\Delta_1}{\Delta}$

On calcule  $\Delta_1$ , on sépare partie réelle et imaginaire et on remplace dans l'expression de  $S_{11}$ , on obtient l'expression suivante :

$$\begin{aligned}
S_{11} = & (\text{Shal}.\cos\beta l(2Z_C^2\omega^2(C_P + C_S)^2 - 1 - \omega^4 Z_C^4(2C_P C_S + C_P^2)^2 - \text{chal}.\sin\beta l(2Z_C\omega(C_S + C_P)(2C_P C_S + C_P^2)\omega Z_C^2 - 1)) \\
& + j(\text{Shal}.\cos\beta l.2(C_S + C_P)Z_C\omega(2C_P C_S + C_P^2)\omega Z_C^2 - 1 + \text{chal}.\sin\beta l(C_P + C_S)^2 Z_C^2\omega^2 - \omega^4 Z_C^4(2C_P C_S + C_P^2)^2 - 1)) / \\
& (-\text{Shal}.\cos\beta l(1 + Z_C^4\omega^4(2C_P C_S + C_P^2)^2 + \text{Shal}.\sin\beta l.2(C_P + C_S)Z_C\omega(2C_P C_S + C_P^2)\omega Z_C^2 + 1 \\
& - j(2(C_P + C_S)Z_C\omega(2C_P C_S + C_P^2)\omega Z_C^2 + 1 + \text{chal}.\cos\beta l + 1 + Z_C^4\omega^4(2C_P C_S + C_P^2)^2 \text{chal}.\sin\beta l))
\end{aligned}$$

V.3.6.3. Relation entre le coefficient de qualité à vide, le coefficient de qualité en charge et le coefficient de transmission

On montre que (35) :

$$Q_o = \frac{1}{1 - |S_{21}|_{\omega = \omega_o}} Q_L$$

où :

$Q_o$  : coefficient de qualité à vide

$Q_L$  : coefficient de qualité en charge

$S_{21}/\omega = \omega_o$  : coefficient de transmission à la résonance

La détermination de  $Q_L$  et  $S_{21}$  permet d'en déduire  $Q_o$  et par la suite le coefficient de perte  $\alpha$ .

V.3.6.4. Résultats théoriques

La programmation des coefficients  $S_{21}$  et  $S_{11}$  nous donne l'évolution de ces coefficients en fonction de la fréquence.

Les courbes obtenues sont représentées sur les figures V.6 et V.7. A partir de ces courbes, on peut en déduire le coefficient de transmission  $S_{21}$  à la fréquence de résonance ainsi que le coefficient de qualité en charge  $Q_L$ . Les résultats théoriques sont regroupés dans le tableau suivant :

$f_o$ (GHz)	$\Delta f$ (GHz)	$Q_L$	$S_{21}$ (dB)	$Q_o$	$\alpha$ (Nep/m)
8,98	0,206	43	-1,17	341	0,68
4,72	0,045	103	-4,72	245	0,50

Nous allons faire la caractérisation expérimentales, comparer les résultats théoriques et expérimentaux et essayer de les interpréter.

V. 4. CARACTERISATION DES CIRCUITS PAR LA MESURE DU FACTEUR DE QUALITE

Nous avons montré que le facteur de qualité est inversement proportionnel au terme  $\alpha \lambda_{g_o}$ . On peut écrire le coefficient de pertes de la manière suivante (32) :

$$\alpha = \alpha_d + \alpha_c$$

où  $\alpha_d$  est le coefficient de pertes dans le diélectrique,  $\alpha_c$  est le coefficient de pertes ohmiques qui se divise en deux parties : les pertes dans la

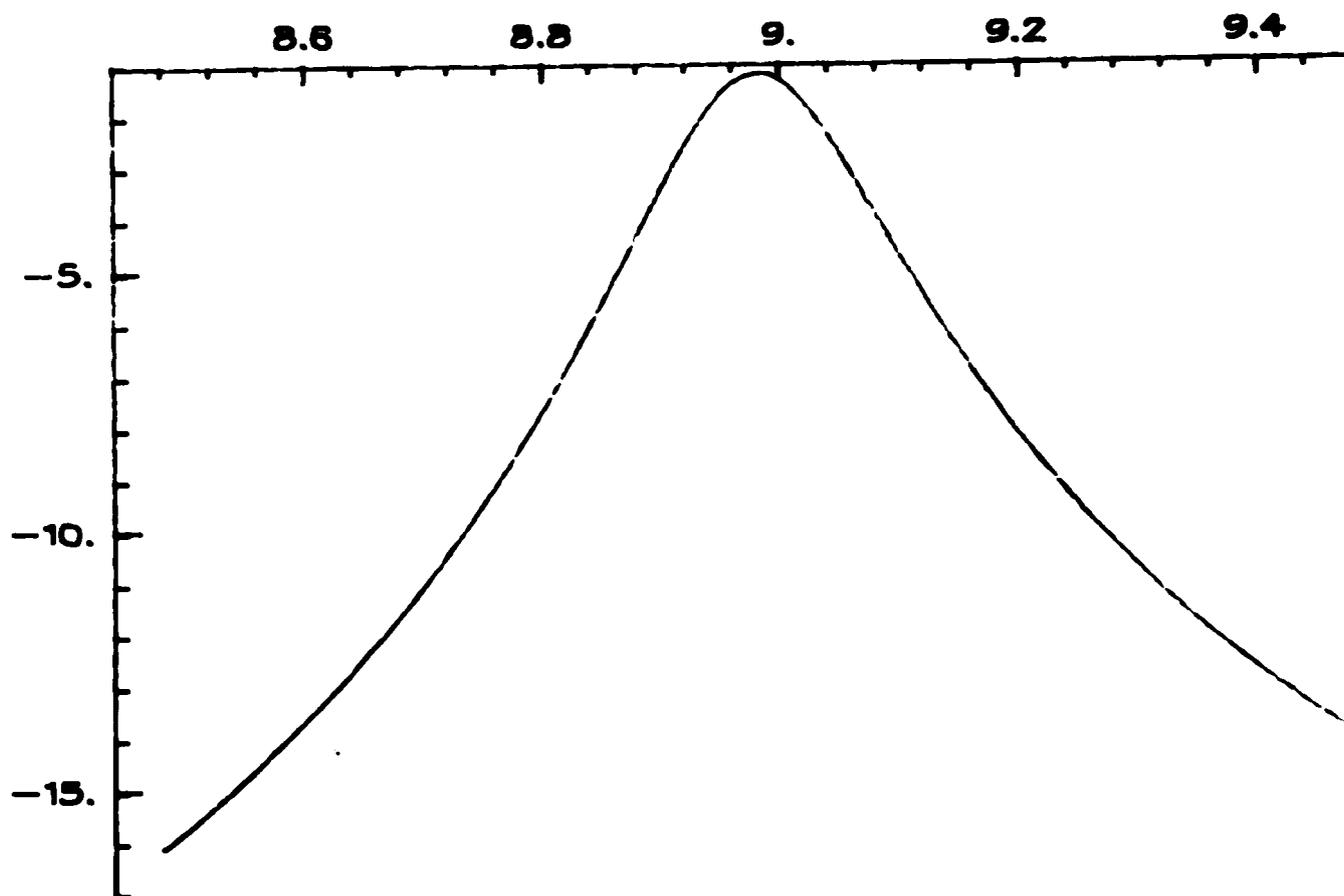
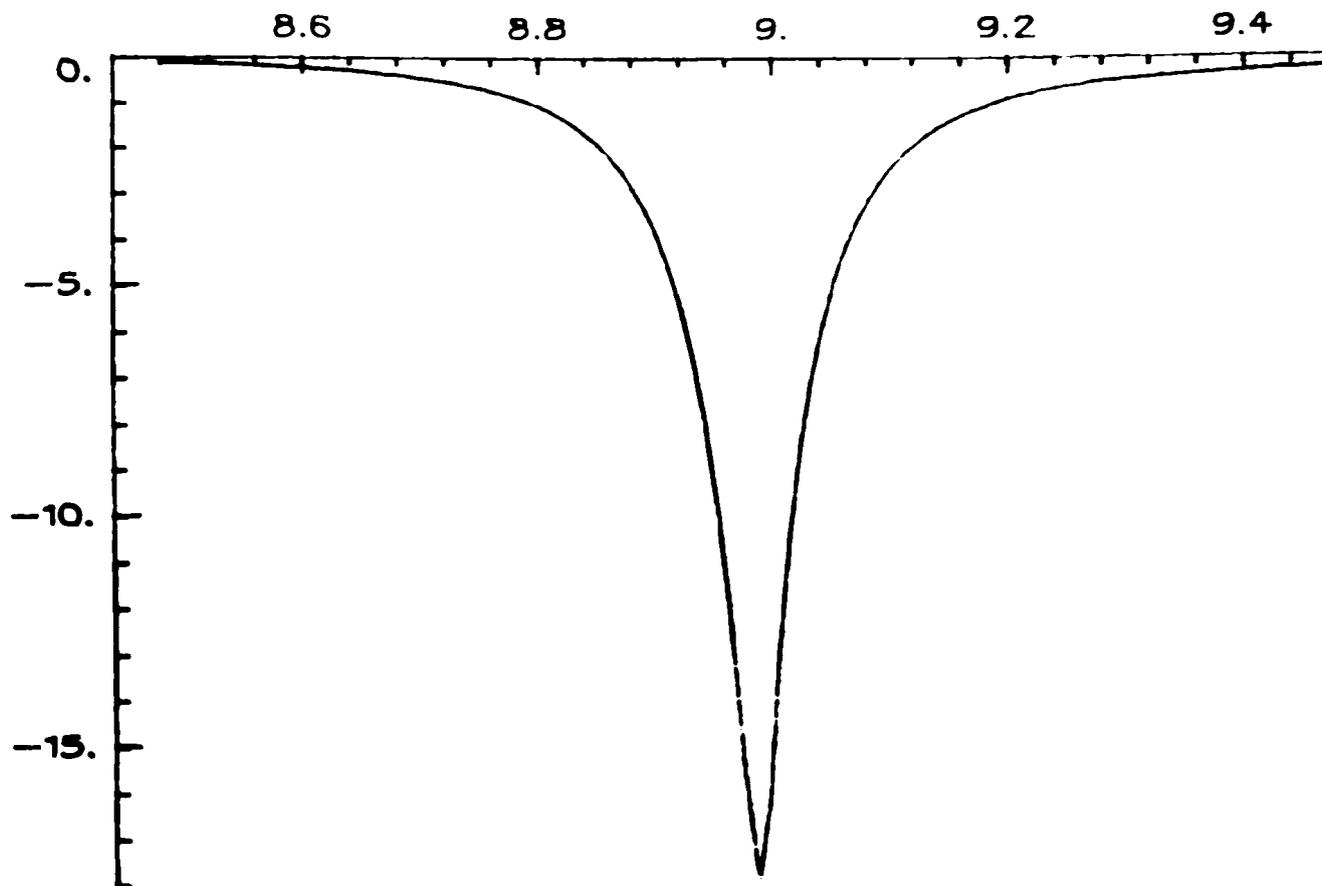


Fig. V.6 : Evolution des coefficients  $S_{11}$  et  $S_{21}$  en fonction de la fréquence ( $f_0 = 8,98$  GHz)

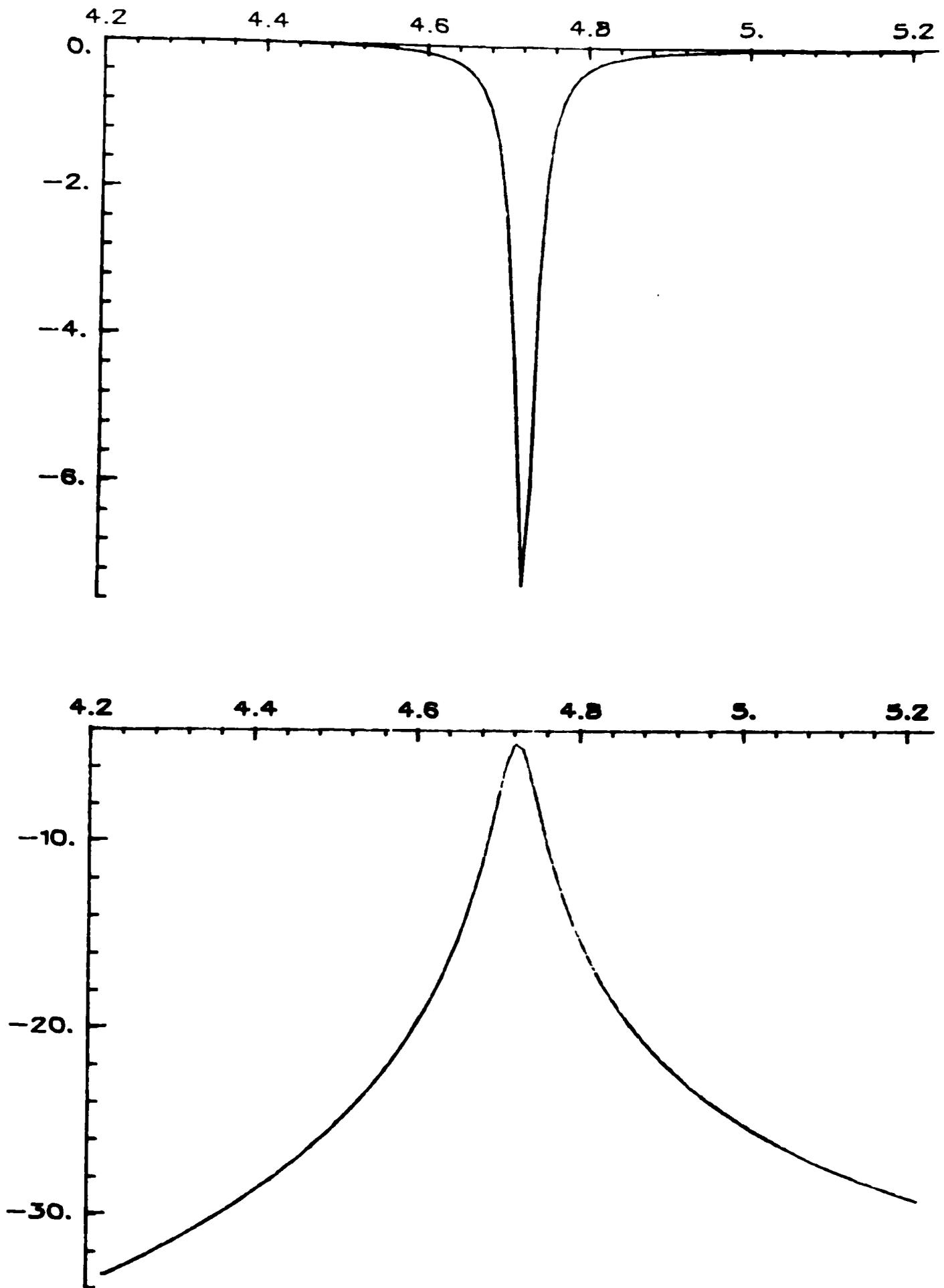


Fig. V.7 : Evolution des coefficients  $S_{11}$  et  $S_{21}$  en fonction de la fréquence ( $f_0 = 4,72$  GHz)

ligne et les pertes dans le plan de masse. Les pertes dans le diélectrique  $\alpha_d$  sont caractérisées par la tangente de perte du diélectrique  $\text{tg}\phi$ . On peut considérer que  $\alpha_d$  sera constant d'un échantillon à un autre de même nature. Les pertes ohmiques  $\alpha_c$  sont dues à la résistivité des couches conductrices. En effet l'énergie ne circule pas dans toute la section du conducteur mais uniquement dans une enveloppe externe (effet de peau) comme le montre la figure V.8. L'épaisseur de peau est notée  $\delta$ .

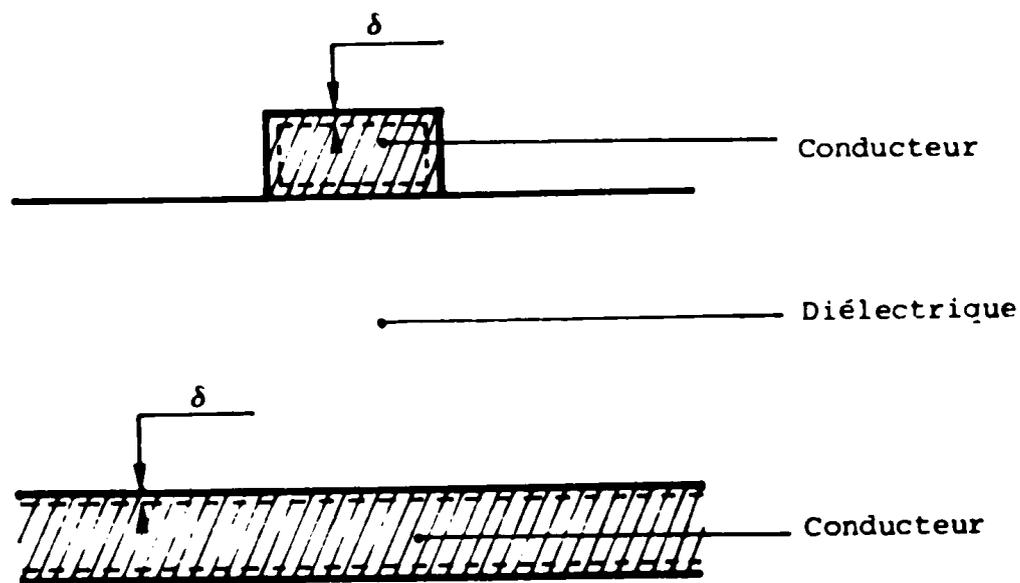


Fig. V.8 : Vue en coupe d'une ligne microstrip avec mise en évidence de l'effet de peau.

L'épaisseur de peau est donnée par la formule suivante [36] :

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\pi \mu \sigma f}}$$

où :

- $\mu$  : perméabilité magnétique du matériau
- $\sigma$  : conductivité électrique du matériau
- $f$  : fréquence du champ électromagnétique.

Pour le cuivre pur et à 10 GHz, l'épaisseur de peau est égale à 0,66  $\mu\text{m}$  par contre elle vaut 1  $\mu\text{m}$  pour 5 GHz.

Les pertes ohmiques dans le conducteur sont fonction de la pureté du métal et de sa structure.

En partant du principe que le meilleur circuit est celui qui possède

le moins de pertes, la détermination expérimentale du facteur de qualité permet la caractérisation de la qualité des métallisations d'un point de vue électrique.

## V.5. CARACTERISATION EXPERIMENTALE DES DEPOTS DE CUIVRE SUR ALUMINE

Nous avons caractérisé des dépôts de cuivre qui ont été réalisés sur des substrats d'alumine 96 % par pulvérisation magnétron.

### V.5.1. Réalisation des circuits

Le circuit décrit précédemment est gravé sur des échantillons d'alumine. La gravure comporte les étapes suivantes :

- réalisation d'un masque à l'échelle 10 qui sera réduit aux dimensions géométriques du circuit
- dépôt de résine photosensible
- sensibilisation optique de la résine à travers le masque
- attaque de la résine non insolée pour la retirer des parties à graver
- attaque du cuivre par une solution de perchlorure de fer
- retrait de la résine restant sur les parties de cuivre non gravées.

#### Remarque :

Il se forme souvent une couche d'oxyde sur le dépôt. Avant la gravure on décape la surface de la métallisation avec une poudre d'alumine pour enlever la pellicule d'oxyde.

### V.5.2. Principe de la caractérisation

L'échantillon sur lequel s'effectue les mesures est logé dans un boîtier en dural. Le plan de masse est collé sur le fond de la cavité par une peinture d'argent. Deux connecteurs coaxiaux miniatures d'impédance caractéristique égale à  $50 \Omega$  permettent d'établir la connexion entre les lignes d'arrivée et de sortie de l'analyseur et la ligne du circuit à tester. Les conducteurs centraux des connecteurs passent à travers des iris.

Le boîtier contenant le circuit à tester est inséré dans l'analyseur de réseaux automatique HEWLETT PACKARD 8510, comme le montre le schéma de la figure V.9.

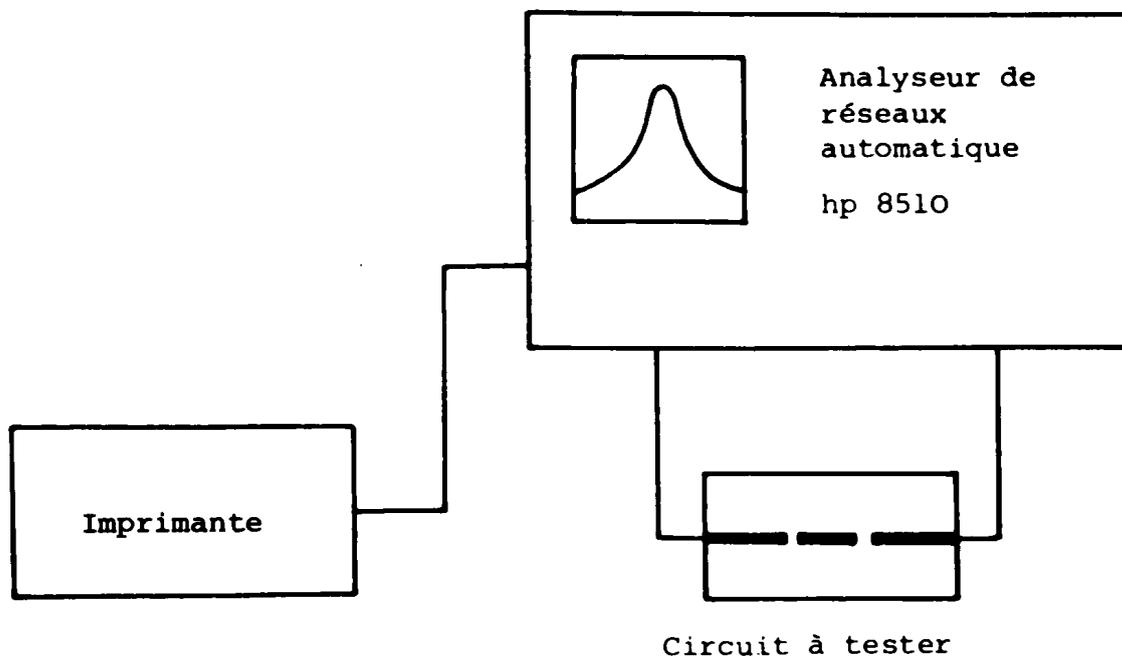


Fig. V.9 : Schéma de principe de la mesure du coefficient de qualité en charge  $Q_c$

On recherche la fréquence de résonance du circuit. Après cela, on fixe la référence de transmission à l'aide d'une ligne  $50 \Omega$  non coupée et gravée sur le même substrat. Une fois que la référence est établie à la fréquence de résonance du circuit, on fait les mesures.

### V.5.3. Résultats expérimentaux

Nous avons mesuré le facteur de qualité des circuits réalisés sur des dépôts obtenus par pulvérisation magnétron.

Les dépôts obtenus ont été réalisés à la suite d'un nettoyage des substrats dans une décharge r.f. amorcée dans de l'argon pur. La puissance pendant ce nettoyage est égale à  $100 \text{ W}$  et la durée est de  $5 \text{ mn}$ . Sans couper l'alimentation r.f., on polarise la cible avec une alimentation continue. La puissance mise en jeu est égale à  $7,5 \text{ KW}$ . Dès que le dépôt commence, on coupe l'alimentation r.f. La durée de dépôt est de  $5 \text{ mn}$ . Les dépôts

obtenus ont une épaisseur de 4,2  $\mu\text{m}$ .

Les gravures ainsi que les mesures ont été effectuées au Laboratoire de Communications Optiques et Microondes de la Faculté des Sciences de Limoges.

Les figures V.10 et V.11 donnent les courbes de transmission en échelle logarithmique et en échelle linéaire pour des fréquences de résonance expérimentales égales respectivement à 8,785 GHz et 4,619 GHz.

Ces fréquences de résonance expérimentales s'approchent des valeurs théoriques qui sont respectivement égales à 8,98 GHz et 4,72 GHz.

L'erreur relative n'est que de 2 % dans les deux cas.

Les résultats théoriques et expérimentaux sont regroupés dans le tableau V.2.

On constate que les valeurs expérimentales s'approchent des valeurs théoriques.

	$f_o$ (GHz)	$\Delta f$ (GHz)	$Q_L$	$S_{21}$ (dB)	$Q_o$	$\alpha$ (Nep/m)
Résultats	8,98	0,206	43	-1,17	341	0,68
Théoriques	4,72	0,045	103	-4,72	245	0,50
Résultats	8,785	0,130	67	-2,23	296	0,760
Expérimentaux	4,619	0,038	120	-6,83	220	0,540

Tableau V.2 : Comparaison entre les fréquences et les pertes théoriques et expérimentales

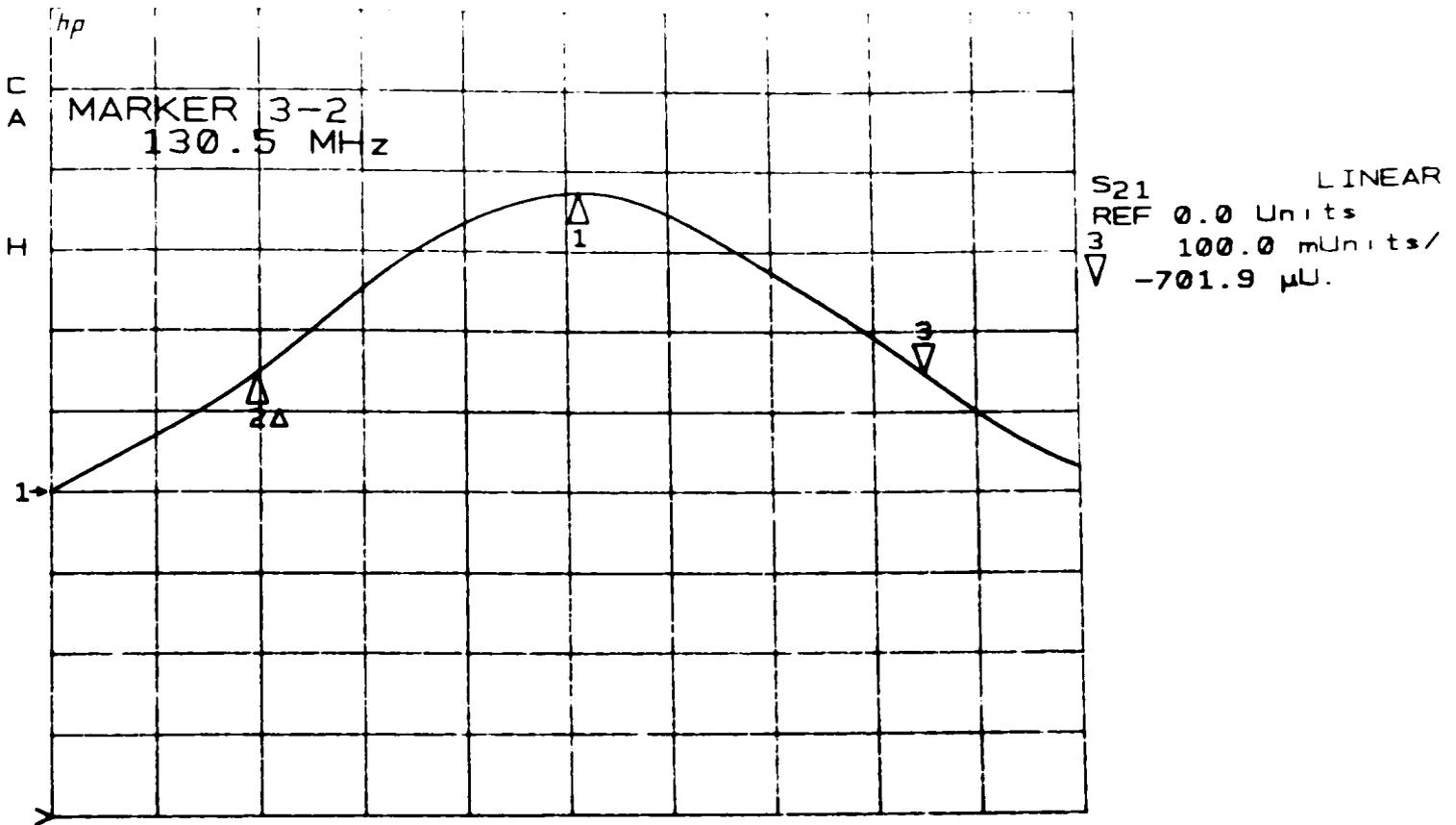
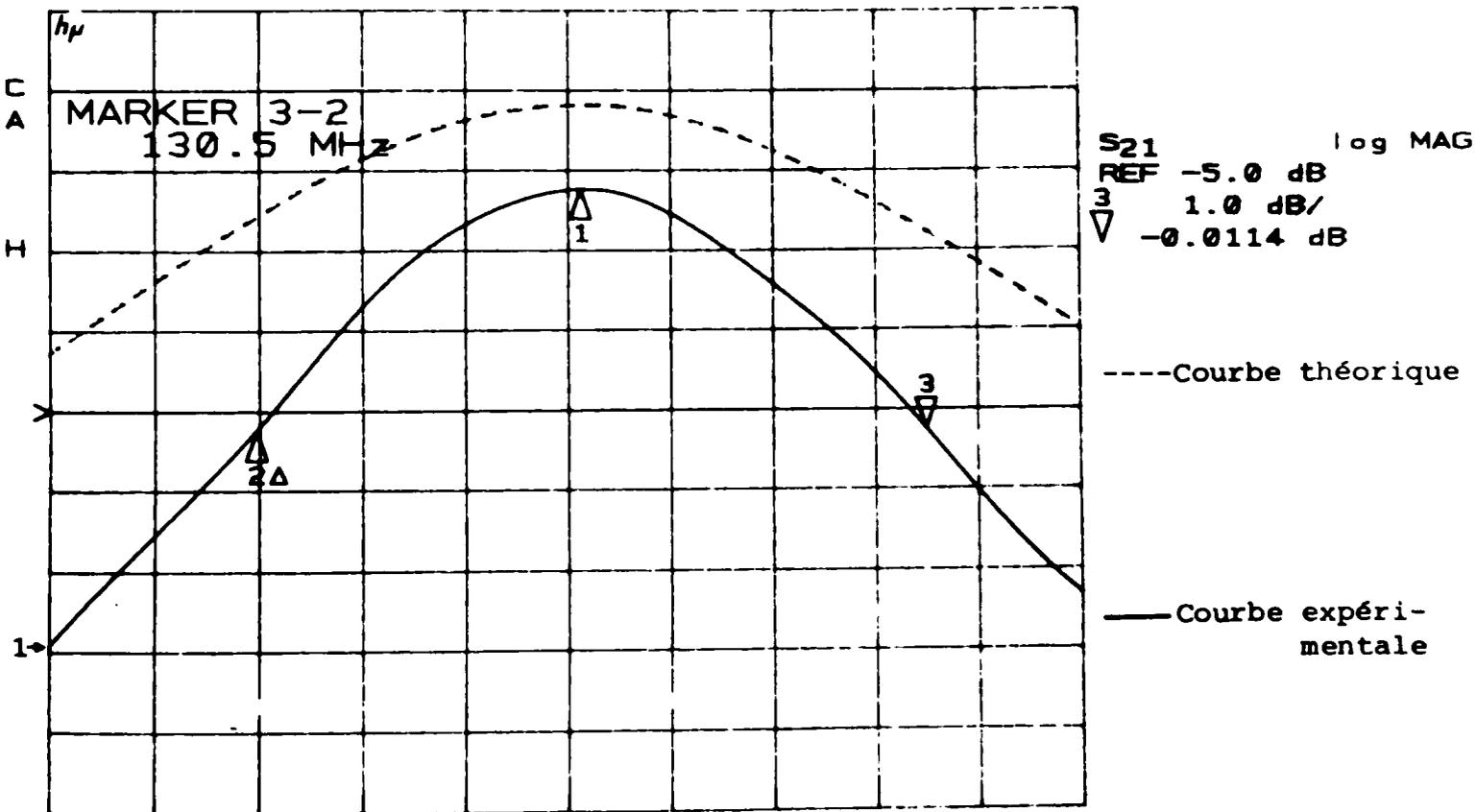


Fig. V.10 a) : Evolution de la transmission linéaire du circuit testé ( $f_0 = 8,785$  GHz)



CENTER 8.785000000 GHz  
SPAN 0.200000000 GHz

Fig. V.10 b) : Evolution de la transmission logarithmique du circuit testé ( $f_0 = 8,785$  GHz)

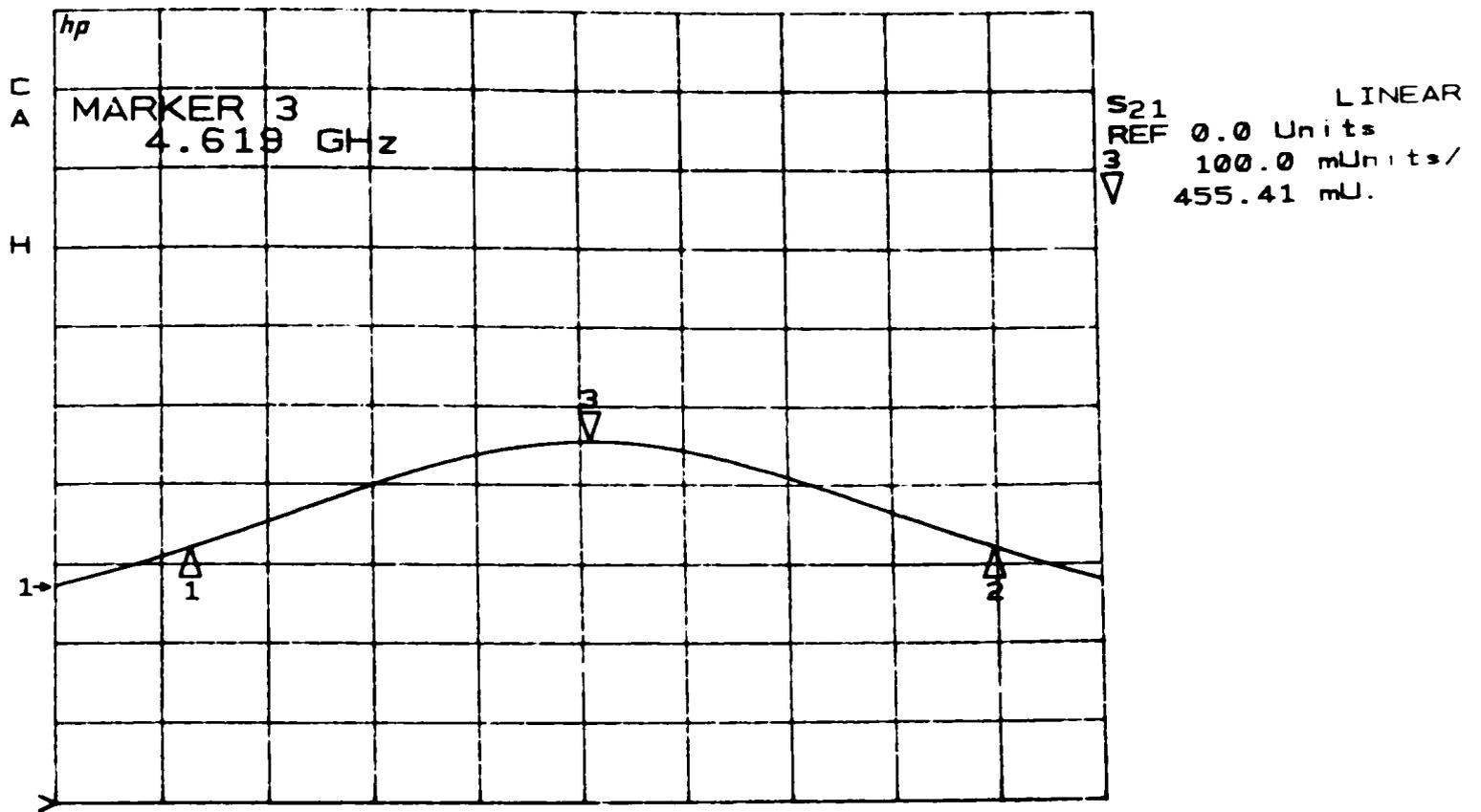


Fig. V.11 a) : Evolution de la transmission linéaire du circuit testé ( $f_0 = 4,619$  GHz)

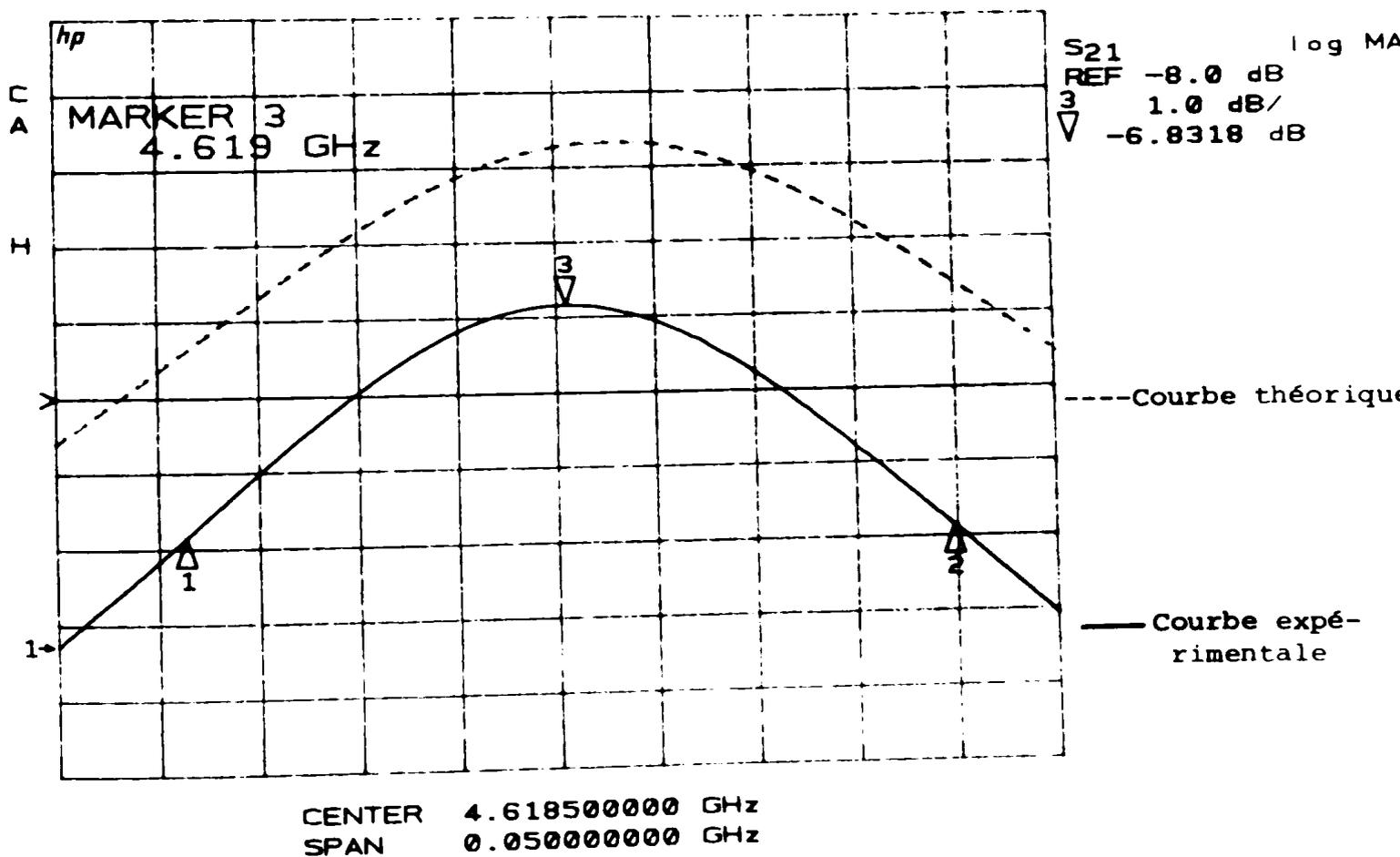


Fig. V.11 b) : Evolution de la transmission logarithmique du circuit testé ( $f_0 = 4,619$  GHz)

#### V.5.4. Interprétation des résultats

La différence dans les pertes théoriques et expérimentales est due à l'oxydation des lignes et à la diminution de l'épaisseur des conducteurs.

En effet, les substrats métallisés étaient en contact avec l'air libre pendant plusieurs jours ce qui entraîne la formation d'une couche d'oxyde de cuivre qui diminue la conduction. Cette couche oxydée fait partie de la zone de conduction définie par l'épaisseur de peau. Elle contribue donc à diminuer l'épaisseur de peau et donc on assiste à une augmentation des pertes ohmiques. De plus la gravure de la couche oxydée présente certaines difficultés. Il est donc nécessaire de nettoyer la surface des métallisations avant gravure. Pour ceci, on utilise une poudre d'alumine en suspension aqueuse. Il faut cependant remarquer que ce décapage conduit à une diminution de l'épaisseur de la couche, diminution qui peut être non négligeable dans le cas de couches très minces.

## **CONCLUSION**

## CONCLUSION

Nous avons présenté dans ce travail un certain nombre de résultats positifs concernant l'application des dépôts sous vide à la métallisation de certains matériaux polymères.

Dans une première étape nous avons montré en particulier que les dépôts de cuivre réalisés sur verre époxy et sur verre polyimide sont adhérents.

Cependant après recharge galvanique, il y a une dégradation importante de l'adhérence. Elle semble liée essentiellement à l'état de surface des substrats utilisés. La surface est irrégulière, il y a des parties lisses et d'autres avec des trous importants.

Dans ces conditions, le dépôt de cuivre réalisé par ion plating ne se répartit pas uniformément dans ces trous, il se forme alors des porosités importantes. Les différents liquides de traitement avant recharge galvanique pénètrent dans ces porosités et attaquent la liaison à l'interface dépôt-substrat. Cette attaque est à l'origine de la dégradation de l'adhérence.

Pour éviter ce phénomène, il faut réaliser des substrats dont la surface présente une rugosité régulière et de faible amplitude et revoir peut-être aussi les différents bains précédant la recharge galvanique.

La continuité de la métallisation des trous avant recharge galvanique est assurée dans tous les trous pour une métallisation épaisse (6  $\mu\text{m}$ ). Par contre, il y a des discontinuités électriques dans les trous de 0,5 mm de diamètre pour une métallisation de 3  $\mu\text{m}$ . Après une recharge galvanique, il y a une dégradation de la métallisation qui est due sans doute aux

différents traitements précédant la recharge.

Pour assurer la continuité après recharge, il faut essayer d'améliorer la qualité de perçage des trous.

Dans une deuxième étape, nous avons étudié l'adhérence des dépôts d'aluminium sur le polypropylène.

Nous avons conclu que :

- . l'évaporation simple ne permettait pas d'obtenir des métallisations adhérentes sur le polypropylène

- . l'étude réalisée sur les dépôts obtenus par ion plating montre qu'il est nécessaire d'utiliser un mélange gazeux réactif pour effectuer le nettoyage. Dans ces conditions, l'adhérence des couches sur le polypropylène chargé est bonne. Dans le cas du polypropylène pur, il est difficile d'obtenir des dépôts adhérents.

Enfin la caractérisation électrique des dépôts de cuivre sur alumine obtenus par pulvérisation magnétron nous permet de tirer les conclusions suivantes :

- . l'écart entre les fréquences de résonances théoriques et expérimentales n'est pas grand, ce qui donne une erreur relative de 2 %.

- . les coefficients de qualité à vide théoriques et expérimentaux se rapprochent

- . l'écart entre les pertes théoriques et celles déduites des mesures expérimentales est faible. Il en est respectivement de 0,08 et 0,04 pour 8,98 GHz et 4,72 GHz.

- . la comparaison entre les deux circuits montre que plus la fréquence de résonance augmente, plus les pertes augmentent.

- . l'adhérence des métallisations ne s'est pas dégradée lors de la gravure.

Ces résultats sont encourageants. Ils permettent d'envisager la métallisation de l'alumine par dépôt ionique avec mise en phase vapeur par pulvérisation magnétron.

## **BIBLIOGRAPHIE**

## BIBLIOGRAPHIE

- (1 ) CHARLES SCHNEIDER, Technique de l'Ingénieur, Plastique II, Polyimide, A 3485, PP. 1 à 13
- (2 ) J.C. DUBOIS, Technique de l'Ingénieur, E 1850, PP. 1 à 21
- (3 ) HENRI LAPEYRE, Technique de l'Ingénieur, Plastique II, PP. 1 à 5
- (4 ) JACQUES GARNIER, Technique de l'Ingénieur, E2, E 1010, PP. 1 à 4
- (5 ) L. HOLLAND, Vacuum Deposition of Thin Films, Chapman and Hall Ltd, London, 1970
- (6 ) D.M. MATTOX, Sandia Corporation, Report SC DR 63, 1963
- (7 ) D.M. MATTOX, International Conference on Ion Plating and Applied Techniques, London, 3-5 july 1979, C.E.P. Consultants, Edinburg
- (8 ) J.J. BESSOT, Les dépôts sous vide par évaporation et pulvérisation, Le Vide, Les Couches Minces, suppl. n° 217, Toulouse (F), 3-5 octobre 1983, PP. 51-75
- (9 ) J. MACHET, Le Vide, Les Couches Minces, vol. 41, n° 230, janv/fév 1986, P. 8
- (10) E. BADAREU, I. POPESCU, Gaz ionisés, Edition Dunod, Paris, 1965
- (11) A. CELERIER, J. MACHET, C.I.P. 85, 5ème Colloque International sur les plasmas et la pulvérisation cathodique, 10 au 14 juin 1985, Antibes, suppl. à la revue "Le Vide, Les Couches Minces", n° 226, mars/avril 1985, PP. 93-95
- (12) J. MACHET, Le Vide, Les Couches Minces, n° 204, 1980, PP. 303-304
- (13) W. PATZ, A. FLAMING, Thin Solid Films, 1978, PP. 297-303
- (14) J.F. BOULINEAU, J. MACHET, C.I.P. 85, Antibes, Le Vide, Les Couches Minces, suppl. n° 226, mars/avril 1985, PP. 67-71
- (15) R.E. HURLEY, E.W. WILLIAMS, Thin Solid Films, 92, 1982, PP. 99-106
- (16) J. MACHET, Dépôts Ioniques, Technique de l'Ingénieur, E2, M 1663, 1986, PP. 2-3
- (17) J.J. BESSOT, Dépôt par évaporation sous vide, Technique de l'Ingénieur M 1655, janvier 1985, P. 13

- (18) C. PECKER-WIMEL, Introduction à la Spectroscopie des plasmas, Gordon et Breach, Ed. Dunod, Paris, 1977
- (19) F. PLAS, Mémoire Ingénieur C.N.A.M., Limoges, mai 1979
- (20) F. PLAS, J. MACHET, J. GUILLE, Thin Solid Films, 71, 1980, PP. 147-155
- (21) A. BESSAUDOU, Etude de la répartition en épaisseur et de la vitesse de croissance des dépôts obtenus par Ion Plating, Thèse, Université de Limoges, 5 juillet 1985
- (22) R. JACOBSON, B. KRUSE, Thin Solid Films, vol. 15, 1973, PP. 71-77
- (23) K. KUWAHARA, S. NAKAHARA, T. NAKAGAWA, Proc. of the Intern. Conf. on the strength of metals and alloys, suppl. to trans. of the Japan Institute of metals, vol. 9, 1968, PP. 1034-1038
- (24) K. KUWAHARA, H. HIROTA, N. UMEMOTO, Adhesion, American Society for testing and materials, Philadelphia, 1978, PP. 198-207
- (25) A. CELERIER, Application de l'Ion Plating à la métallisation des isolants, Thèse Université de Limoges, 5 juillet 1985
- (26) J.M. BURKSTRAND, J. Vac. Sci. Technol., vol. 16, n° 2, march/april 1979, PP. 363-365
- (27) J.M. BURKSTRAND, J. Appl. Phys., vol. 52, n° 7, july 1981, PP. 4795-4800
- (28) J.M. BURKSTRAND, J. Vac. Sci. Technol., vol. 21, n° 7, may/june 1982, PP. 70-33
- (29) L. LAVIELLE, J. SCHULTZ, L'adhésion polymère-métal, revue Matériaux et Techniques, Centre de Recherche sur la Physicochimie des surfaces solides de Mulhouse, juin/juillet 1984, PP. 215-220
- (30) E.O. HAMMERSTAD, Proc. European Microwave Conférence, sept. 1975, Hamburg, Germany, PP. 268-272
- (31) I.J. BAHL, D.K. TRIVIDI, Microwave, may 1977, PP. 174-182
- (32) R. BADOUAL, Les Microondes, Ed. Masson, Paris, vol. 1, 1984, PP. 96-97
- (33) L. GOUSSOT, Cours d'Electronique Générale, Ed. Chiron, Paris 6ème, 1969, PP. 661-663
- (34) K.C. GUPTA, R. GARG, R. CHADHA, Computer-Aided Design of Microwave circuits, ARTECH HOSSE, INC U.S.A., 1981, PP. 189-192
- (35) Y. GARAUULT, Circuits Passifs, Cours de D.E.A., Université de Limoges, 1984
- (36) H. ABERDAM, Electronique Aide-Mémoire, Dunod, Paris, 1959, PP. 60-61

## **ANNEXE**

## ANNEXE

I Calcul des coefficients  $A_2, B_2, C_2, D_2$ .

Nous avons posé :

$$A = \frac{C_p + C_s}{C_s}$$

$$B = \frac{1}{jZ_c C_s \omega}$$

$$C = j\omega Z_c \frac{2C_p C_s + C_p^2}{C_s}$$

$$D = \frac{C_p + C_s}{C_s}$$

$$A_1 = D_1 = \operatorname{ch} \gamma l$$

$$B_1 = C_1 = \operatorname{sh} \gamma l$$

I.1 Calcul de  $A_2$ 

$$A_2 = A^2 A_1 + A B_1 C + B C_1 A + B D_1 C$$

$$A_2 = \left(\frac{C_s + C_p}{C_s}\right)^2 \cdot \operatorname{ch} \gamma l + \left(\frac{C_s + C_p}{C_s}\right) \cdot \operatorname{sh} \gamma l \cdot j\omega Z_c \frac{2C_p C_s + C_p^2}{C_s} \\ + \frac{1}{jC_s \omega Z_c} \cdot \operatorname{sh} \gamma l \cdot \left(\frac{C_s + C_p}{C_s}\right) + \frac{1}{jZ_c \omega C_s} \cdot \operatorname{ch} \gamma l \cdot j\omega Z_c \frac{2C_p C_s + C_p^2}{C_s}$$

$$A_2 = \operatorname{sh} \gamma l \left[ j \frac{C_s + C_p}{Z_c C_s^2 \omega} \left\{ (2C_p C_s + C_p^2) \omega^2 Z_c^2 - 1 \right\} \right] \\ + (\operatorname{ch} \gamma l) \cdot \left[ \frac{2C_p^2 + 4C_p C_s + C_s^2}{C_s^2} \right]$$

I.2 Calcul de  $B_2$ 

$$B_2 = A A_1 B + A B_1 D + B^2 C_1 + B D D_1$$

$$B_2 = \left(\frac{C_s + C_p}{C_s}\right) \cdot \operatorname{ch} \gamma l \cdot \frac{1}{jZ_c C_s \omega} + \left(\frac{C_s + C_p}{C_s}\right)^2 \cdot \operatorname{sh} \gamma l \\ + \left(\frac{1}{jZ_c C_s \omega}\right)^2 \cdot \operatorname{sh} \gamma l + \frac{1}{jZ_c C_s \omega} \cdot \left(\frac{C_p + C_s}{C_s}\right) \cdot \operatorname{ch} \gamma l$$

$$B_2 = (\operatorname{sh} \gamma l) \left[ \left(\frac{C_s + C_p}{C_s}\right)^2 - \left(\frac{1}{Z_c C_s \omega}\right)^2 \right] + (\operatorname{ch} \gamma l) \cdot \left[ \frac{1}{jZ_c C_s \omega} \cdot 2 \left(\frac{C_s + C_p}{C_s}\right) \right]$$

I.3 Calcul de  $C_2$ .

$$C_2 = CA_1A + C^2B_1 + DAC_1 + CD_1D$$

$$C_2 = j\omega Z_c \frac{2CpC_s + Cp^2}{C_s} \cdot \text{ch}\gamma l \cdot \frac{C_s + Cp}{C_s} + (j\omega Z_c \cdot \frac{2CpC_s + Cp^2}{C_s}) \cdot \text{sh}\gamma l$$

$$+ (\frac{C_s + Cp}{C_s})^2 \cdot \text{sh}\gamma l + j\omega Z_c \frac{2CpC_s + Cp^2}{C_s} \cdot (\frac{Cp + C_s}{C_s}) \cdot \text{ch}\gamma l$$

$$C_2 = (\text{sh}\gamma l) \left[ (\frac{Cp + C_s}{C_s})^2 - \frac{\omega^2 Z_c^2}{C_s^2} \cdot (2CpC_s + Cp^2)^2 \right]$$

$$+ (\text{ch}\gamma l) \left[ 2j\omega Z_c \cdot (\frac{Cp + C_s}{C_s}) \cdot (\frac{2CpC_s + Cp^2}{C_s}) \right]$$

I.4 Calcul de  $D_2$ .

$$D_2 = CA_1B + CB_1D + DC_1B + D_1D^2$$

$$D_2 = j\omega Z_c \left( \frac{2CpC_s + Cp^2}{C_s} \right) \cdot \text{ch}\gamma l \cdot \frac{1}{jZ_c\omega C_s} + \text{ch}\gamma l \cdot (\frac{Cp + C_s}{C_s})^2$$

$$+ j\omega Z_c \left( \frac{2CpC_s + Cp^2}{C_s} \right) \cdot \text{sh}\gamma l \cdot (\frac{Cp + C_s}{C_s}) + (\frac{Cp + C_s}{C_s}) \cdot \text{sh}\gamma l \cdot \frac{1}{jZ_c\omega C_s}$$

$$D_2 = (\text{sh}\gamma l) \cdot \left[ j \frac{Cp + C_s}{C_s^2 Z_c \omega} \{ (2CpC_s + Cp^2) Z_c^2 \omega^2 - 1 \} \right]$$

$$+ (\text{ch}\gamma l) \cdot \left[ \frac{2Cp^2 + 4CpC_s + C_s^2}{C_s^2} \right]$$

II Calcul de  $\Delta$

$$\Delta = A_2 + B_2 + C_2 + D_2$$

$$\Delta = 2\text{sh}\gamma l \cdot \left[ j \frac{C_s + Cp}{Z_c C_s^2 \omega} \{ (2CpC_s + Cp^2) \omega^2 Z_c^2 - 1 \} \right] + 2\text{ch}\gamma l \cdot \left[ \frac{2Cp^2 + 4CpC_s + C_s^2}{C_s^2} \right]$$

$$+ \text{sh}\gamma l \cdot \left[ (\frac{C_s + Cp}{C_s})^2 + \left( \frac{1}{jZ_c C_s \omega} \right)^2 \right] + \text{ch}\gamma l \cdot \left[ \frac{1}{jZ_c C_s \omega} \cdot \frac{2(C_s + Cp)}{C_s} \right]$$

$$+ \text{sh}\gamma l \cdot \left[ (\frac{Cp + C_s}{C_s})^2 - \left( \frac{2CpC_s + Cp^2}{C_s} \right)^2 \cdot Z_c^2 \omega^2 \right] + \text{ch}\gamma l \cdot \left[ 2j\omega Z_c \cdot (\frac{Cp + C_s}{C_s}) \cdot (\frac{2CpC_s + Cp^2}{C_s}) \right]$$

On regroupe les termes en  $\text{sh} \alpha l$  et  $\text{ch} \alpha l$  on obtient :

$$\Delta = \text{sh} \alpha l \cdot \left[ 2 \left( \frac{C_p + C_s}{C_s} \right)^2 - \frac{1}{Z_c^2 C_s^2 \omega^2} - \frac{\omega^2 Z_c^2}{C_s^2} (2C_p C_s + C_p^2)^2 \right. \\ \left. + j \frac{2(C_p + C_s) \{ (2C_p C_s + C_p^2) \omega^2 Z_c^2 - 1 \}}{Z_c \omega C_s^2} \right] + \text{ch} \alpha l \cdot \left[ 2 \left( \frac{2C_p^2 + 4C_p C_s + C_s^2}{C_s^2} \right) \right. \\ \left. + 2j \left( \frac{C_p + C_s}{C_s} \right) \cdot \frac{(2C_p C_s + C_p^2) \omega^2 Z_c^2 - 1}{Z_c C_s \omega} \right]$$

D'autre part on sait que :

$$\text{sh} \alpha l = \text{sh}(\alpha + j\beta) l \\ = \text{sh} \alpha l \cdot \cos \beta l + j \text{ch} \alpha l \cdot \sin \beta l$$

$$\text{ch} \alpha l = \text{ch}(\alpha + j\beta) l \\ = \text{ch} \alpha l \cdot \cos \beta l + j \text{sh} \alpha l \cdot \sin \beta l$$

Nous remplaçons ces expressions dans l'expression de  $\Delta$  et nous regroupons les parties réelles et imaginaires, nous obtenons :

$$\Delta = \frac{1}{Z_c^2 C_s^2 \omega^2} \left( \text{sh} \alpha l \cdot \cos \beta l \cdot \left[ 2 Z_c^2 \omega^2 (C_p + C_s)^2 - 1 - \omega^4 Z_c^4 (2C_p C_s + C_p^2)^2 \right] \right. \\ \left. - \text{ch} \alpha l \cdot \sin \beta l \left[ 2 Z_c \omega (C_p + C_s) \{ (2C_p C_s + C_p^2) \omega^2 Z_c^2 - 1 \} \right] \right. \\ \left. + j \left[ \text{sh} \alpha l \cdot \cos \beta l \cdot 2(C_p + C_s) Z_c \omega \{ (2C_p C_s + C_p^2) \omega^2 Z_c^2 - 1 \} \right. \right. \\ \left. \left. + \text{ch} \alpha l \cdot \sin \beta l \cdot \{ (C_p + C_s)^2 Z_c^2 \omega^2 - \omega^4 Z_c^4 (2C_p C_s + C_p^2)^2 - 1 \} \right] \right)$$

### III Calcul de $\Delta_1$

$$\Delta_1 = A_2 + B_2 - C_2 - D_2$$

Or  $A_2 = D_2$  ce qui donne :

$$\Delta_1 = B_2 - C_2$$

On remplace  $B_2$  et  $C_2$  par leurs expressions et on regroupe les termes  $\text{sh } \alpha l$  et  $\text{ch } \alpha l$  on obtient :

$$\begin{aligned} \Delta_1 &= \text{sh } \alpha l \cdot \left[ \left( \frac{C_s + C_p}{C_s} \right)^2 - \frac{1}{Z_c^2 C_s^2 \omega^2} \right] + \text{ch } \alpha l \cdot \left[ 2 \left( \frac{C_p + C_s}{C_s} \right) \cdot \frac{1}{j Z_c C_s \omega} \right] \\ &\quad - \text{sh } \alpha l \cdot \left[ \left( \frac{C_p + C_s}{C_s} \right) + \frac{\omega^2 Z_c^2}{C_s^2} (2 C_p C_s + C_p^2) \right] - \text{ch } \alpha l \cdot \left[ 2 j \omega Z_c \frac{2 C_p C_s + C_p^2}{C_s} \cdot \frac{C_p + C_s}{C_s} \right] \\ \Delta_1 &= \text{sh } \alpha l \cdot \left[ \frac{-\{1 + Z_c^4 \omega^4 (2 C_p C_s + C_p^2)^2\}}{Z_c^2 C_s^2 \omega^2} \right] + \text{ch } \alpha l \cdot \left[ -2 j \frac{C_s + C_p}{C_s} \frac{(2 C_p C_s + C_p^2) \omega^2 Z_c^2 + 1}{Z_c C_s \omega} \right] \end{aligned}$$

On remplace  $\text{sh } \alpha l$  et  $\text{ch } \alpha l$  par leurs expressions et on regroupe les parties réelles et imaginaires on obtient :

$$\begin{aligned} \Delta_1 &= \frac{1}{Z_c^2 C_s^2 \omega^2} \left( -\text{sh } \alpha l \cdot \cos \beta l \{1 + Z_c^4 \omega^4 (2 C_p C_s + C_p^2)^2\} + \text{sh } \alpha l \cdot \sin \beta l \cdot 2 (C_p + C_s) Z_c \omega \right. \\ &\quad \times \left. \{ (2 C_p C_s + C_p^2) \omega^2 Z_c^2 + 1 \} - j \left[ 2 (C_p + C_s) Z_c \omega \{ (2 C_p C_s + C_p^2) \omega^2 Z_c^2 + 1 \} \right. \right. \\ &\quad \left. \left. \times \text{ch } \alpha l \cos \beta l + \{1 + Z_c^4 \omega^4 (2 C_p C_s + C_p^2)^2\} \cdot \text{ch } \alpha l \cdot \sin \beta l \right] \right) \end{aligned}$$

#### IV Programme de $S_{21}$ et $S_{21}$

s11 et s12 de la ligne ( $\lambda_g/2 = l$ )

```

complex*8 ap,bp,cp,dp,m(7,4),a(8,4)
complex*8 s11,s12,gamal,al,b1
real h,w,Epr,f,f0,Er,s,l,r,zc,pi,Ereff,cs,cpa,alpha,beta,lamda
&,l1,d1
integer J,i,npnt
read*,w,s,l1,d1,h,Epr,f0
read*,deb,pas,npnt
call timer(120)

```

C Calcul de l'impédance caractéristique zc

```

pi=2*ASIN(1.D0)
l=l1+2*d1
r=w/h
Ereff=((Epr+1)/2)+((Epr-1)/2)/SQRT(1+12/r)
zc=(120*pi/(2*pi*SQRT(Ereff)))* LOG(8/r+r/4)

```

```

open(1,file='kuiders11')
open(2,file='kuiders12')..
f=deb
do 10 J=1,npnt

```

C Calcul de Cs

```

cs=4.5549054d-14      if(f.ge.3d9.and.f.le.7d9)then
                      endif
cs=4.502797d-14      if(f.ge.8d9.and.f.le.12d9)then
                      endif

```

C Calcul de Cp

```

cpa=5.089742d-16     if(f.ge.3d9.and.f.le.7d9)then
                      endif
cpa=5.116592d-16     if(f.ge.8d9.and.f.le.12d9)then
                      endif

```

C Calcul de gama de Cosh et de Sinh

```

Er=sqrt(Ereff)
lamda=3d11/(f*Er)
beta=2*pi/lamda
alpha=sqrt(f)*0.074755d-7
if(f.ge.8d9.and.f.le.12d9)then
alpha=sqrt(f)*0.0752943d-7
endif
gamal=alpha*l+(0.d0,1.d0)*beta*l
al=0.5*(cexp(gamal)+1/cexp(gamal))
bl=0.5*(cexp(gamal)-1/cexp(gamal))

```

```

m(1,1)=(1.d0,0.d0)*1
m(1,2)=(0.d0,1.d0)*0
m(1,3)=(0.d0,1.d0)*(cpa*pi*f*100)
m(1,4)=(1.d0,0.d0)*1

```

C

```

m(2,1)=(1.d0,0.d0)*1
m(2,2)=(0.d0,-1.d0)/(100*pi*f*cs)
m(2,3)=(1.d0,0.d0)*0
m(2,4)=(1.d0,0.d0)*1

```

C

```

m(3,1)=(1.d0,0.d0)*1
m(3,2)=(0.d0,1.d0)*0
m(3,3)=(0.d0,1.d0)*(cpa*pi*f*100)
m(3,4)=(1.d0,0.d0)*1

```

C

```

m(4,1)=(1.d0,0.d0)*a1
m(4,2)=(1.d0,0.d0)*b1*zc/50
m(4,3)=(1.d0,0.d0)*b1*50/zc
m(4,4)=(1.d0,0.d0)*a1

```

C

```

m(5,1)=(1.d0,0.d0)*1
m(5,2)=(0.d0,1.d0)*0
m(5,3)=(0.d0,1.d0)*(cpa*pi*f*100)
m(5,4)=(1.d0,0.d0)*1

```

C

```

m(6,1)=(1.d0,0.d0)*1
m(6,2)=(0.d0,-1.d0)/(100*pi*f*cs)
m(6,3)=(1.d0,0.d0)*0
m(6,4)=(1.d0,0.d0)*1

```

C

```

m(7,1)=(1.d0,0.d0)*1
m(7,2)=(0.d0,1.d0)*0
m(7,3)=(0.d0,1.d0)*(cpa*pi*f*100)
m(7,4)=(1.d0,0.d0)*1

```

C

```

a(1,1)=(1.d0,0.d0)
a(1,2)=(0.d0,0.d0)
a(1,3)=(0.d0,0.d0)
a(1,4)=(1.d0,0.d0)
      do i=1,7
a(i+1,1)=m(i,1)*a(i,1)+m(i,2)*a(i,3)
a(i+1,2)=m(i,1)*a(i,2)+m(i,2)*a(i,4)
a(i+1,3)=m(i,3)*a(i,1)+m(i,4)*a(i,3)
a(i+1,4)=m(i,3)*a(i,2)+m(i,4)*a(i,4)
      enddo

```

```

ap=a(8,1)
bp=a(8,2)
cp=a(8,3)
dp=a(8,4)

```

---

```

s11=(ap+bp-cp-dp)/(ap+bp+cp+dp)
s12=2/(ap+bp+cp+dp)
write(1,*)f/ld9,20*log10(abs(s11))
write(2,*)f/ld9,20*log10(abs(s12))
f=f+pas
continue

```



## R E S U M E

Ce travail se rapporte à l'étude de l'application des dépôts sous vide (en particulier les dépôts ioniques) à la métallisation des isolants.

Les métallisations étudiées sont :

- . les dépôts de cuivre sur époxy, polyimide et alumine,
- . les dépôts d'aluminium sur polypropylène.

L'adhérence des dépôts est caractérisée par traction latérale pour les dépôts de cuivre et par le test du scotch pour les dépôts d'aluminium.

Les dépôts sur époxy et polyimide obtenus par ion plating sont adhérents mais cette adhérence se dégrade après recharge galvanique. On montre que l'état de surface des substrats joue un rôle important dans cette dégradation.

De même, la continuité des dépôts à l'intérieur des trous d'interconnexion est bonne après dépôts ioniques, mais elle se dégrade après recharge galvanique. Cette dégradation est due aux aspérités produites par le perçage des trous.

L'adhérence des dépôts d'aluminium est bonne sur le polypropylène chargé mais il est difficile d'obtenir de bons résultats sur le polypropylène pur.

On montre qu'il y a une nette amélioration de l'adhérence sur le polypropylène pur lorsque les dépôts sont réalisés après nettoyage dans une décharge amorcée dans un mélange gazeux (argon + oxygène).

Une méthode de caractérisation électrique des couches minces de cuivre sur alumine a été mise au point.

## M O T S - C L E S

- Dépôts sous vide, ion plating.
- Evaporation flash.
- Couches minces.
- Epoxy, polyimide, polypropylène, alumine.
- Adhérence.
- Propriétés électriques des couches minces.