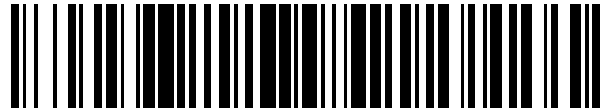


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 477 866**

51 Int. Cl.:

B22F 3/105 (2006.01)

B29C 67/00 (2006.01)

B22F 7/04 (2006.01)

H01L 41/083 (2006.01)

B05D 1/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.06.2006 E 06744109 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.07.2014 EP 1893372**

54 Título: **Proceso para fabricar un material compuesto**

30 Prioridad:

06.06.2005 GB 0511460

12.12.2005 GB 0525212

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

18.07.2014

73 Titular/es:

RENISHAW PLC (100.0%)

New Mills

**Wotton-under-Edge Gloucestershire GL12 8JR,
GB**

72 Inventor/es:

SUTCLIFFE, CHRISTOPHER y

CHALKER, PAUL RAYMOND

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 477 866 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Proceso para fabricar un material compuesto

La presente invención se refiere a un proceso para fabricar un sustrato/cuerpo funcional compuesto.

5 El advenimiento de los sistemas micro-electromecánicos basados en silicio (MEMS) fue confirmado en gran medida por los procesos desarrollados para la fabricación de circuitos integrados esencialmente bi-dimensionales (2D). Con el fin de ampliar las tecnologías MEM a aplicaciones tri-dimensionales tales como válvulas microfluidas, boquillas para chorro de tinta, micro-espejos proyectores, se desarrollaron técnicas de patronaje de elevada relación de aspecto tales como "LIGA" o procesado fotoresistente de rayos-x [véase por ejemplo M.J. Madou, Capítulo 6 en "Fundamentals of Microfabrication", CRC Press, Boca Raton, FL, 1967].

10 La fusión de láser selectiva (SLM) es un proceso convencionalmente utilizado para la fabricación de componentes complejos tri-dimensionales a partir de materias primas poliméricas en forma de polvo. Se ha usado el proceso para fabricar componentes complejos que exhiben una elevada densidad y homogeneidad tal como troqueles para herramientas e implantes médicos (véase por ejemplo el documento EP-A-1418013).

15 La presente invención está basada en el reconocimiento de que se puede emplear la fusión selectiva para la fabricación de materiales compuestos heterogéneos. Más particularmente, la presente invención se refiere a un proceso mejorado para fabricar un cuerpo/sustrato funcional compuesto por medio de fusión selectiva usando un haz de energía.

20 "Stereolithography of lead zirconate titanate ceramics for MEMs applications", Olivier, Dufraud, Hervé L Gall, Serge Corbel, PROC SPIE INT SOC OPT ENG, Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering 2003, Vol. 5116I, páginas 28-37, describe la estereolitografía de películas de PZT depositadas sobre sustratos metálicos y obleas de silicio.

El documento US 2004/184700 A1 describe la deposición láser tal como revestimiento, colada y soldadura de una estructura metálica formada por acero inoxidable, níquel, hierro o titanio.

El documento WO 98/2457A describe la realización de una fusión con láser selectiva sobre acero, titanio o aluminio.

25 El documento EP 1 419 836 describe un método de detección para el uso en estereolitografía o sinterización en forma de polvo.

El documento 2004/108398 A describe un aparato para la fabricación capa-sobre-capas de objetos conformados tri-dimensionales.

30 El documento EP 1 418 013 A1 describe un método de conformación de una parte porosa que adopta una forma de capa a capa. Los materiales que se pueden usar son titanio, aleaciones de titanio, acero inoxidable, aleaciones de cromo y cobalto, tántalo y niobio.

La presente invención proporciona una fusión selectiva con haz de energía de acuerdo con la reivindicación 1.

De manera ventajosa, el proceso de la invención abre nuevas vías para la fabricación de micro-máquinas "inteligentes" y mecanismos para el uso de micro-sistemas y tecnologías de laboratorio sobre chip.

35 El haz de energía dirigido puede ser un haz de láser o un haz de electrones. Se prefiere un haz de láser y la etapa de fusión selectiva es una etapa de fusión selectiva con láser (SLM).

El sustrato puede ser una capa de sustrato. El cuerpo funcional puede ser una capa funcional. Alternativamente, el cuerpo funcional puede ser tri-dimensional (por ejemplo una estructura o construcción 3D compleja o de tipo pilar o columnar). La construcción del material funcional puede ser una capa de material funcional.

40 Preferentemente, el cuerpo/sustrato funcional compuesto es un material compuesto tridimensional, de forma particularmente preferida un material compuesto tri-dimensional con elevada relación de aspecto. Una relación de aspecto típica (anchura del material compuesto o dimensión del material compuesto en X-Y dividido entre la altura desde la base) es superior a 1000, lo que no se encuentra disponible por medio de procesos convencionales que están basados en proyección y generan materiales compuestos de 2,5D.

45 El sustrato puede ser un dieléctrico. El sustrato puede ser un semiconductor. El sustrato puede ser un sustrato electrónico. El sustrato electrónico puede comprender una o más partes electrónicas, dispositivos o estructura. Por ejemplo, el sustrato electrónico puede ser un circuito impreso con conexiones sobre el cual se montan componentes electrónicos o un troquel de semiconductor sobre el cual se fabrican dispositivos electrónicos.

50 En el proceso de la invención, el sustrato puede ser o contener silicio y/o dióxido de silicio. Normalmente, el sustrato es o contiene silicio. El sustrato puede incluir una capa aislante (por ejemplo, una capa aislante de dióxido de silicio). Por ejemplo, en el proceso de la invención se puede someter una capa de silicio a oxidación (por ejemplo oxidación

térmica) para producir una capa aislante de dióxido de silicio. El sustrato puede ser agua.

5 Preferentemente, el sustrato se metaliza con una capa de contacto metálica (por ejemplo, con una capa de contacto de níquel, titanio o aluminio tal como una capa de contacto de película fina de aluminio). Por ejemplo, el proceso de la invención puede comprender además metalizar el sustrato con una capa de contacto de aluminio (por ejemplo con una capa de contacto de película fina de aluminio). El proceso además puede comprender el patronaje de la capa de contacto de aluminio. El patronaje se puede llevar a cabo por medio de un proceso de ataque químico en húmedo.

El cuerpo funcional exhibe memoria de forma. El cuerpo funcional está formado por una aleación con memoria de forma de níquel-titanio. La aleación con memoria de forma puede ser una aleación de Ti:Ni 50:50 tal como NITINOL.

10 En el proceso de la invención, la localización del material funcional sobre el sustrato puede colocarlo en estrecha proximidad o en contacto. Por ejemplo, se puede aplicar el material funcional (por ejemplo, se puede revestir o dispersar) a la superficie del sustrato.

Preferentemente, el sustrato está provisto (por ejemplo revestido) de un material de interfaz. Preferentemente, el proceso además comprende:

aplicar un material de interfaz al sustrato antes de localizar el sustrato con el material funcional.

15 Normalmente, un material de interfaz puede favorecer la adhesión del cuerpo funcional. Normalmente, un material de interfaz puede evitar el daño al sustrato. De manera ventajosa, el material de interfaz puede favorecer la transferencia de calor que, de forma particularmente útil, se explota cuando el cuerpo funcional es susceptible de gestión térmica y el sustrato es un sustrato electrónico.

20 Preferentemente, el material de interfaz es un material que contiene un metal. Por ejemplo, el material de interfaz puede ser una capa que contiene un metal tal como una película que contiene un metal (por ejemplo, una película metálica). El material de interfaz que contiene un metal puede contener una o más especies metálicas (por ejemplo, un metal elemental, compuestos metálicos, materiales compuestos metálicos, aleaciones metálicas, cerámicas metálicas o sustancias organometálicas). Preferentemente, las especies metálicas son especies de metal de transición.

25 Preferentemente, el material de interfaz que contiene metal es capaz de adherirse al sustrato y al cuerpo funcional. Preferentemente, el material de interfaz que contiene metal tiene una baja resistencia térmica. Preferentemente, el material de interfaz que contiene metal es susceptible de pasivación para minimizar la reflexión del haz de energía dirigido (por ejemplo láser).

30 Materiales de interfaz que contienen metal preferidos son elementos o aleaciones (por ejemplo, elementos o aleaciones de metal transición). Los materiales de interfaz que contienen metal particularmente preferidos son Ti, Cr, Ni y acero inoxidable. Otros materiales de interfaz que contienen metal pueden resultar preferidos, dependiendo de la naturaleza del material funcional. El material de interfaz que contiene metal se puede aplicar al sustrato por medio de deposición de vapor, pulverización por plasma, revestimiento por centrifugación, pulverización dinámica con gas frío o fusión selectiva con láser.

35 En la etapa de fusión selectiva, el sustrato y la construcción de material funcional pueden ser estáticos o pueden estar en movimiento (por ejemplo, en movimiento rotatorio). En la etapa de fusión selectiva, el haz de energía dirigido puede estar estático o en movimiento. Preferentemente, el sustrato y la construcción de materiales funcionales se rota y la fuente del haz de energía dirigido (por ejemplo, láser) se mueve radialmente en sentido de vaivén. De manera ventajosa, esto produce un cuerpo funcional con una configuración espiral que define trayectorias que podrían normalmente transportar fluidos disimilares (por ejemplo, refrigerantes).

Se puede fabricar el cuerpo funcional con canales, conductos, vías o cámaras para el fluido. El cuerpo funcional puede estar formado por una estructura reticular regular, aleatoria o pseudo-aleatoria. El proceso de la invención puede estar controlado por medio de un soporte lógico para obtener la estructura de retícula requerida o para introducir canales, conductos, vías o cámaras.

45 La etapa de fusión selectiva en el proceso de la invención generalmente se lleva a cabo en un entorno sustancialmente libre de oxígeno (por ejemplo, un entorno de argón).

Preferentemente, la etapa de fusión selectiva en el proceso de la invención se lleva a cabo de manera que las características químicas del material funcional permanezcan sustancialmente inalteradas.

50 Normalmente, la etapa de fusión selectiva en el proceso de la invención se lleva a cabo usando un láser convencional. Por ejemplo, el láser puede ser un láser IR (por ejemplo, un láser de IR próximo). Normalmente, el láser es un láser ajustable.

Normalmente, la longitud de onda del haz de energía dirigido (por ejemplo, un láser) es de 700 nm o más, preferentemente una longitud de onda dentro del intervalo de 700-5000 nm, de forma particularmente preferida una longitud de onda dentro del intervalo de 900-1200 nm, más preferentemente una longitud de onda dentro del

intervalo de 1000-1100 nm. La etapa de fusión selectiva se puede llevar a cabo con un láser de fibra de iterbio, un láser de haz de electrones de Nd:YAG o un láser de CO₂. Un ejemplo específico de un láser preferido es un láser de fibra de iterbio que puede operar en el intervalo 1068:1095 nm.

5 Preferentemente, la etapa de fusión selectiva en el proceso de la invención se lleva a cabo fuera de eje (es decir, con un ángulo con respecto a la normal de la superficie del sustrato). Ventajosamente, esto compensa las retro reflexiones negativas.

10 El rendimiento de energía, la corriente, el tiempo de exposición y los parámetros de enfoque (por ejemplo, el tamaño de punto del haz) de la fuente del haz de energía dirigido (por ejemplo, un láser) se pueden seleccionar por parte del experto en la técnica de acuerdo con los requisitos (por ejemplo, para garantizar que las características químicas del material funcional permanezcan sustancialmente inalteradas).

Preferentemente, la etapa para permitir que el material funcional fundido forme el cuerpo funcional del sustrato/cuerpo funcional compuesto comprende enfriar el material funcional compuesto. Esto puede ocurrir de manera natural o por medio de exposición a un medio de enfriamiento. La etapa para permitir que el material funcional fundido forme el cuerpo funcional del sustrato/cuerpo funcional compuesto puede provocar adhesión.

15 La etapa de fusión selectiva en el proceso de la invención se puede llevar a cabo de manera conveniente en un MCP Realizer disponible comercialmente en MCP Tolling Technologies (Stone Reino Unido) o sistemas fabricados por Triumph, EOS, Concept Laser GmbH y Arcam. El documento WOA-A2004/08398 describe una máquina para llevar a cabo el proceso de la invención.

20 El proceso además puede comprender aplicar fibras de carbono o materiales compuestos de carbono al sustrato/cuerpo funcional compuesto. Esto se puede llevar a cabo por medio de formación de enlace o consolidación ultrasónica.

25 En el método de la invención, el sustrato puede estar formado por silicio y/o dióxido de silicio. Normalmente, el sustrato es o contiene silicio. El sustrato puede incluir una capa aislante (por ejemplo, una capa aislante de dióxido de silicio). Por ejemplo, en el método de la invención, se puede someter una capa de silicio a oxidación (por ejemplo, oxidación térmica) para producir una capa aislante de dióxido de silicio. El sustrato puede ser una oblea.

Los ejemplos y figuras adjuntos, en los cuales:

La Figura 1 es una representación esquemática de un procesado de oblea de silicio;

La Figura 2 es una representación esquemática de un Realizer MCP;

30 La Figura 3 es una representación esquemática de un dispositivo de micro-posicionamiento fabricado para determinar las propiedades del material compuesto fabricado;

Las Figuras 4a-c muestran micro-fotografías ópticas de cuerpos de acero fabricados por SLM;

La Figura 5 ilustra la correlación entre la potencia del láser, tiempo de exposición y longitud focal óptica del láser;

La Figura 6 es una espectro-fotografía de Raman que ilustra el efecto de las condiciones SLM sobre las características químicas de polvo de PVDF sometido a un proceso; y

35 La Figura 7 ilustra un sustrato/película de fina de PVDF de material compuesto fabricado,

no están de acuerdo con la invención, no obstante son útiles para comprenderla.

Patronaje de oblea

Se procesó una plataforma de oblea de silicio (véase la Figura 1a) usando etapas convencionales de espacio limpio:

40 - En primer lugar se metalizaron obleas (1) de silicio (100) con una capa (2) aislante de SiO₂ sometida a crecimiento térmico (10 horas a 1000 °C) con una película fina de Al (500 nm) evaporada a vacío para producir una capa de contacto de Al (3).

- se sometió a patronaje una película revestida por centrifugación de material foto-resistente positivo en la oblea con un exposición UV de 20 segundos y se desarrolló

- se sometió a patronaje el Al protegido de la oblea usando un ataque químico húmedo de HCl/H₂O₂/H₂O de 8:1:1.

45 Fusión selectiva con láser

La Figura 2 es una representación esquemática de un Realizer MCP y muestra capas sucesivas de polvo 103 que se depositan (la primera capa se deposita sobre el sustrato 102) y se dispersan de manera uniforme por medio de un mecanismo 100 de deposición de polvo y elemento de frotación. Para ello, una mesa portante 104 que porta el

5 sustrato 102 cae de manera sincronizada con la acción del mecanismo 100 de deposición de polvo y elemento de frotación. Un láser 101 de fibra de iterbio de 100 W (longitud de onda de 1068-1095 nm) funde las capas sucesivas de polvo 103 de acuerdo con un patrón generado por ordenador. El polvo 106 de componente individual particular 106 se funde parcial o completamente por medio de un haz de láser a medida que
5 saca el diseño sobre las capas sucesivas de energía 103. El espesor de la estructura puede ser tan elevado como 200 μm por paso. Posteriormente, se solidifica el material fundido y la fabricación resultante 105 es completamente densa.

10 Las ópticas de enfoque variable son lentes Sill de longitud focal de 300 mm, que producen un tamaño de punto de haz enfocado de 60 μm de diámetro y una energía de 80 vatios. Debido a que las capas de polvo 103 sucesivas se someten a fusión durante el proceso, resulta imperativa la protección de las partes procesadas con SLM frente a la oxidación. De este modo, todo el procesado de polvo tiene lugar en una atmósfera de Argón con no más que 0,2 % de O_2 . Se controló el proceso usando un soporte lógico Fusco de control apropiado.

Ejemplo 1

15 Se han logrado estructuras SLM 3D de elevada relación de aspecto sobre obleas (1) de Si metalizado (100) usando polvo de acero que tenía un tamaño medio de grano de 50 μm . Las Figuras 4a-c muestran microfotografías ópticas de cuerpos de acero SLM. En la Figura 4a, se muestra un conjunto de pilares de acero (véase en la inserción de figura particular). Las Figuras 4b y 4c muestran un cuerpo más complejo. El tiempo de fabricación para dicho cuerpo de acero es de aproximadamente 10 minutos. La Figura 5 ilustra la correlación entre la potencia del láser, el tiempo de exposición y la longitud focal óptica del láser requeridos para las estructuras de acero de SLM satisfactorias
20 sobre el sustrato (1) de Si metalizado.

Una estructura SLM satisfactoria sobre obleas de Si metalizado (100) requiere que la estructura se lleve a cabo "fuera de eje" en el Realizer MCP, es decir, que las estructuras se construyan con un ángulo con respecto a la normal de las ópticas de láser/superficie de sustrato. Esto es para compensar la "retro reflexión" generada por las ópticas de láser MCP cuando se producen pulsos sobre la superficie de Si/Al altamente reflectante.

Ejemplo 2

25 En un segundo proceso, se ha demostrado el uso de poli(fluoruro de vinilideno) (PVDF - módulo piezoeléctrico, $d_{33} \sim 23 \text{ pm/V}$ [véase IEEE 5th International Symposium on Micro Machine and Human Science proceedings, Nagoya, Oct. 1994, 75]) A tal fin, se fabricó un dispositivo de micro-posicionamiento (figura 3). Generalmente, el micro-posicionamiento comprende accionadores gemelos 10, una pata estacionaria 11 y contactos 13/14 eléctricos tierra/polarización. Los accionadores gemelos 10 consisten en elementos piezoeléctricos 16. Cuando se accionan, se puede establecer el movimiento del brazo deflector 15 con un microscopio móvil.

30 Se llevó a cabo un estudio de espectroscopia de Raman en un intervalo de condiciones de SLM con el fin de determinar si tuvieron lugar algunos cambios químicos en el PVDF durante la etapa de fusión de láser. La Figura 6 muestra los resultados. Los picos del espectro demuestran una presencia gráfica a medida que aumenta la potencia del láser, culminando en un espectro de Raman (figura 6e) desprovisto de cualquier pico de PVDF de traza únicamente con características de grafito presentes. La Figura 6 destaca las condiciones SLM óptimas (equivalente una corriente de láser de 10A, punto de láser desenfocado) para fusión con láser de PVDF (indicado por medio de las similitudes entre el espectro Raman de la figura 6b y el espectro obtenido a partir de polvo PVDF no fundido (véase la figura 6a)).

40 El espesor de la capa activa de PVDF es un factor significativo en la función piezoeléctrica del dispositivo de micro-posicionamiento. La región activa más fina que se puede conseguir en el proceso de la estructura SLM depende del diámetro de los granos de polvo PVDF (es decir, 100 μm en el presente experimento).

Ejemplo 3

45 Se sometió un láser PVDF a patronaje para dar lugar una película fina (4) durante el patronaje de la oblea. En primer lugar, las etapas adicionales (véase figuras 1b-d) necesarias para lograr esto incluyeron disolver el polvo de PVDF en un disolvente de N,N-dimetilformamida (DMF) (15-20 % en peso de PVDF). Se revistió por centrifugación la disolución de PVDF sobre la oblea sometida a patronaje produciendo una película (4) fina de PVDF que tenía un espesor de (3-5) μm . Posteriormente, se sometió la oblea cubierta con PVDF a una segunda etapa de fotoresistencia/metalización con Al (idéntica a la primera metalización descrita anteriormente en la presente memoria) para producir un soporte (5) de contacto de Al. A continuación, se transfirió el patrón a la película fina de PVDF por medio de ataque (6) químico seco con plasma anisotrópico de O_2 , plasma con acoplamiento inductivo (ICP), usando el soporte (5) de contacto de Al como estarcido de ataque químico (véase las figuras 1d y 7). Se intercala la película (4) fina de PVDF activa entre la capa (3) de contacto de Al y el soporte (5) de contacto de Al. Se pueden fabricar cuerpos de acero sobre el soporte de contacto Al sometido a patronaje.

REIVINDICACIONES

- 1.- Un proceso de fusión selectiva con haz de energía para fabricar un sustrato/cuerpo funcional compuesto que comprende:
- 5 una pluralidad de etapas secuenciales de localización de una estructura de un material susceptible de fusión por medio de un haz de energía dirigido sobre un sustrato;
- una pluralidad de etapas secuenciales de fusión selectiva de la estructura de material con el haz de energía dirigido en el que las etapas secuenciales de localización de una estructura de material se alternan con las etapas secuenciales de fusión selectiva de la estructura de material con el haz de energía dirigido; y
- 10 permitir que el material fundido forme el cuerpo del sustrato/cuerpo funcional compuesto, caracterizado por que el material es una aleación de níquel-titanio.
- 2.- Un proceso como el de la reivindicación 1, en el que el haz de energía dirigido está seleccionado entre el grupo que consiste en un haz de láser y un haz de electrones.
- 3.- Un proceso como el de la reivindicación 1 ó 2, en el que el sustrato/cuerpo funcional compuesto es un material compuesto tri-dimensional de elevada relación de aspecto.
- 15 4.- Un proceso como el de cualquier reivindicación anterior que además comprende la etapa de: metalizar el sustrato con una capa de contacto metálica.
- 5.- Un proceso como el de cualquier reivindicación anterior, en el que la aleación de níquel-titanio se localiza sobre el sustrato como sólido en forma de partículas.
- 20 6.- Un proceso como el de cualquier reivindicación anterior en el que, durante la etapa de fusión selectiva de la estructura de níquel-titanio con el haz de energía dirigido, bien el sustrato y la estructura de níquel-titano o bien el haz de energía dirigido se encuentran en movimiento.
- 7.- Un proceso como el de cualquier reivindicación anterior en el que la etapa de fusión selectiva de la estructura de aleación de níquel-titanio se lleva a cabo fuera del eje.
- 25 8.- Un proceso como el de cualquier reivindicación anterior en el que la etapa de permitir que la aleación de níquel-titanio fundida forme el cuerpo funcional del sustrato/cuerpo funcional compuesto comprende enfriar la aleación fundida de níquel-titanio.

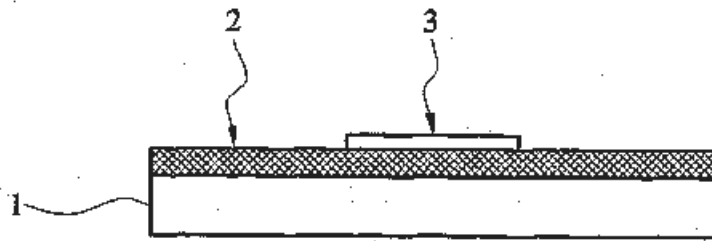


FIG. 1a

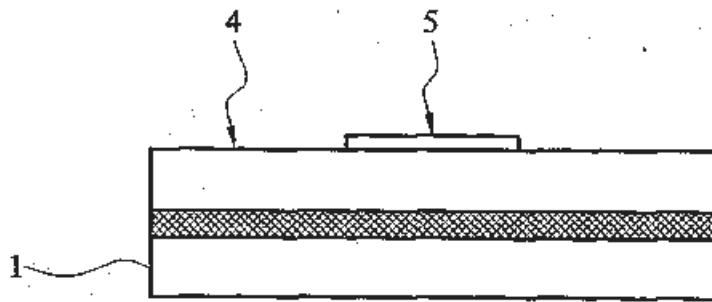


FIG. 1b

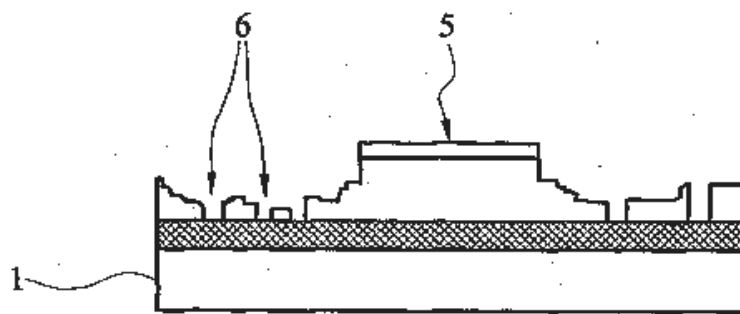


FIG. 1c

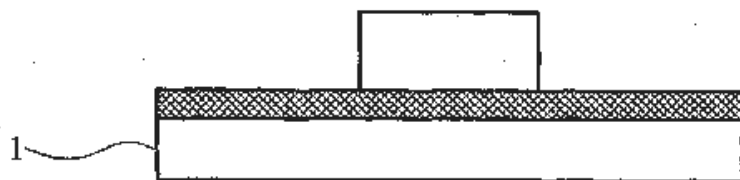


FIG. 1d

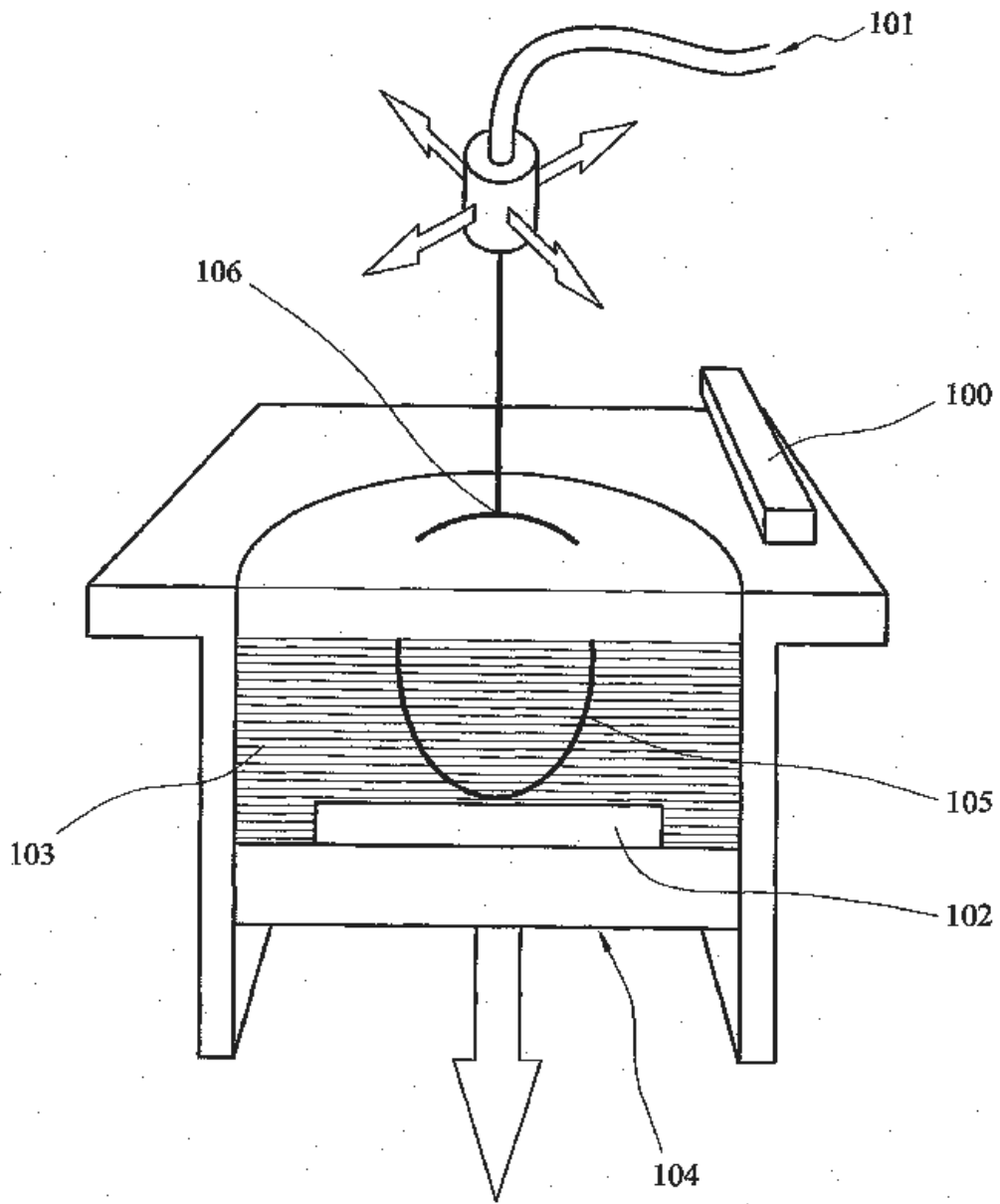


FIGURA 2

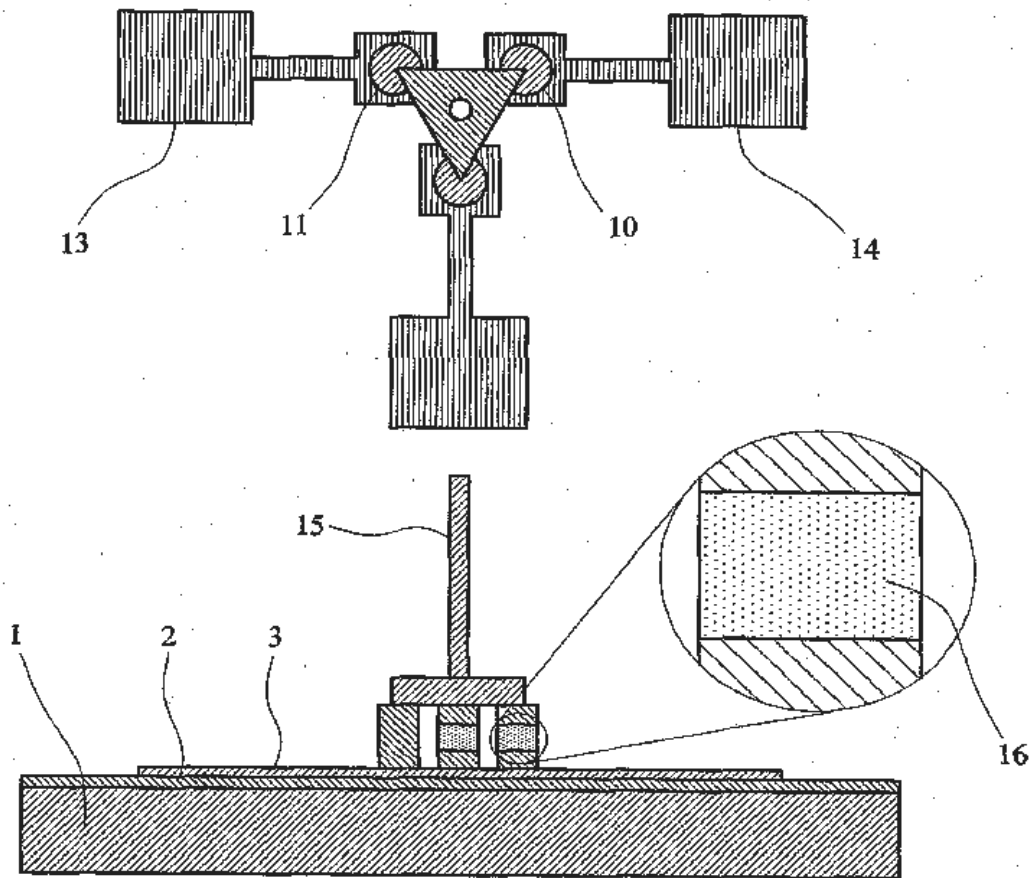


FIGURA 3

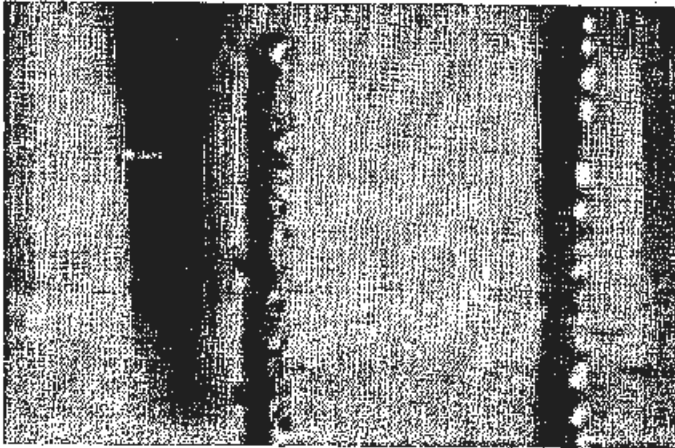


FIG. 4a

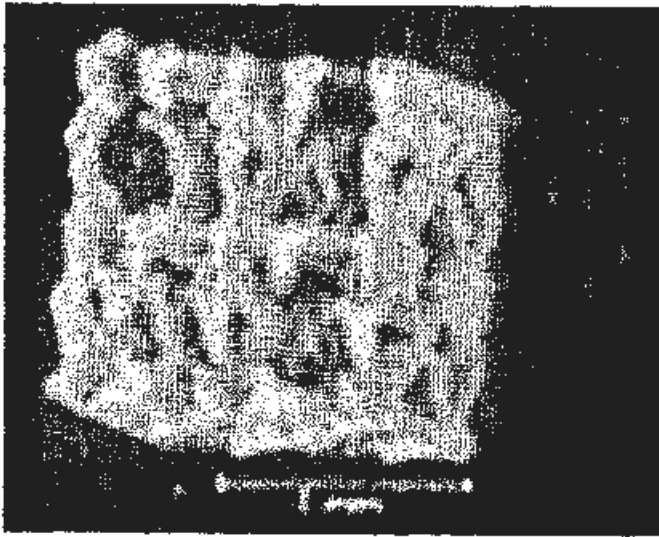


FIG. 4b

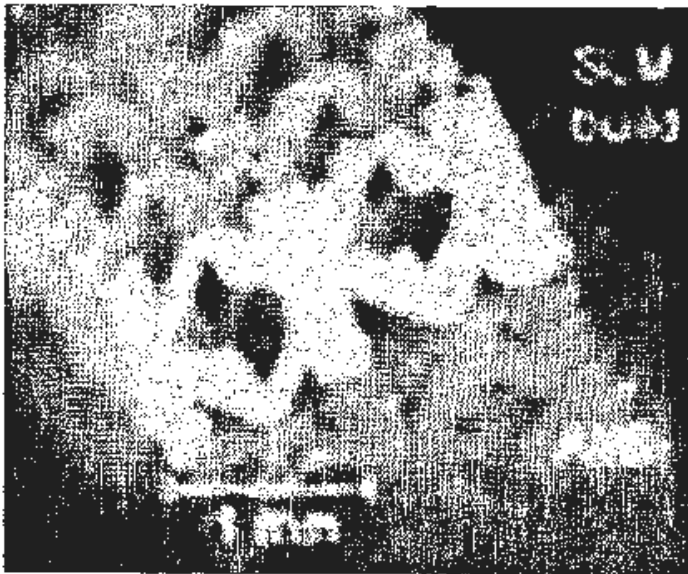


FIG. 4c

Condiciones SLM de Realiser MCP para estructuras de acero sobre Al/Si

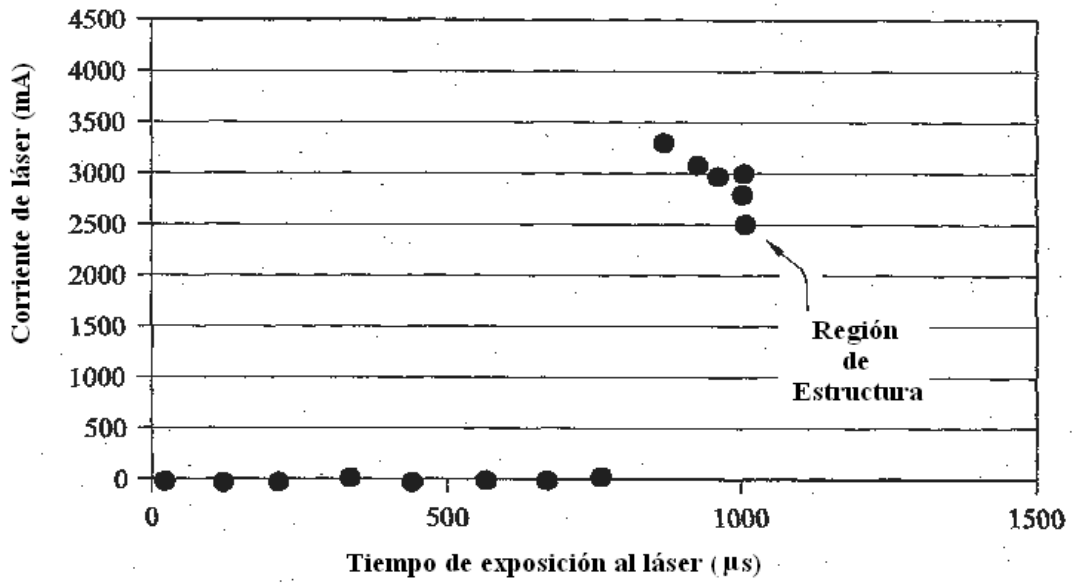


FIGURA 5

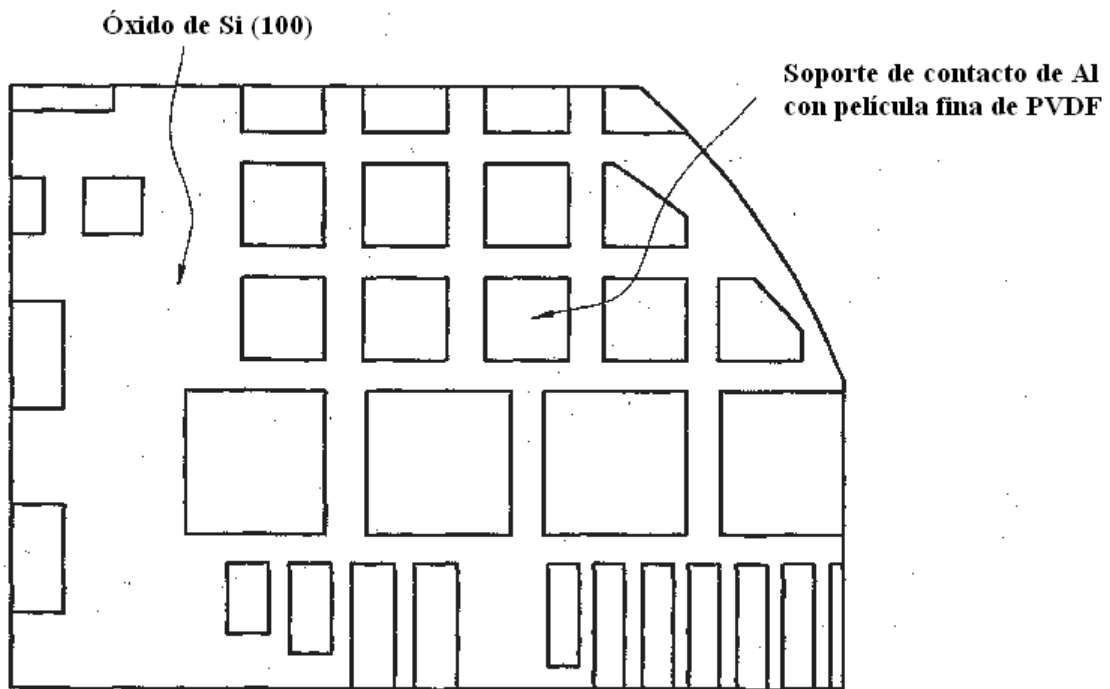


FIGURA 7

Efecto de las condiciones de proceso de láser en el espectro Raman de polvo de PVDF SLM

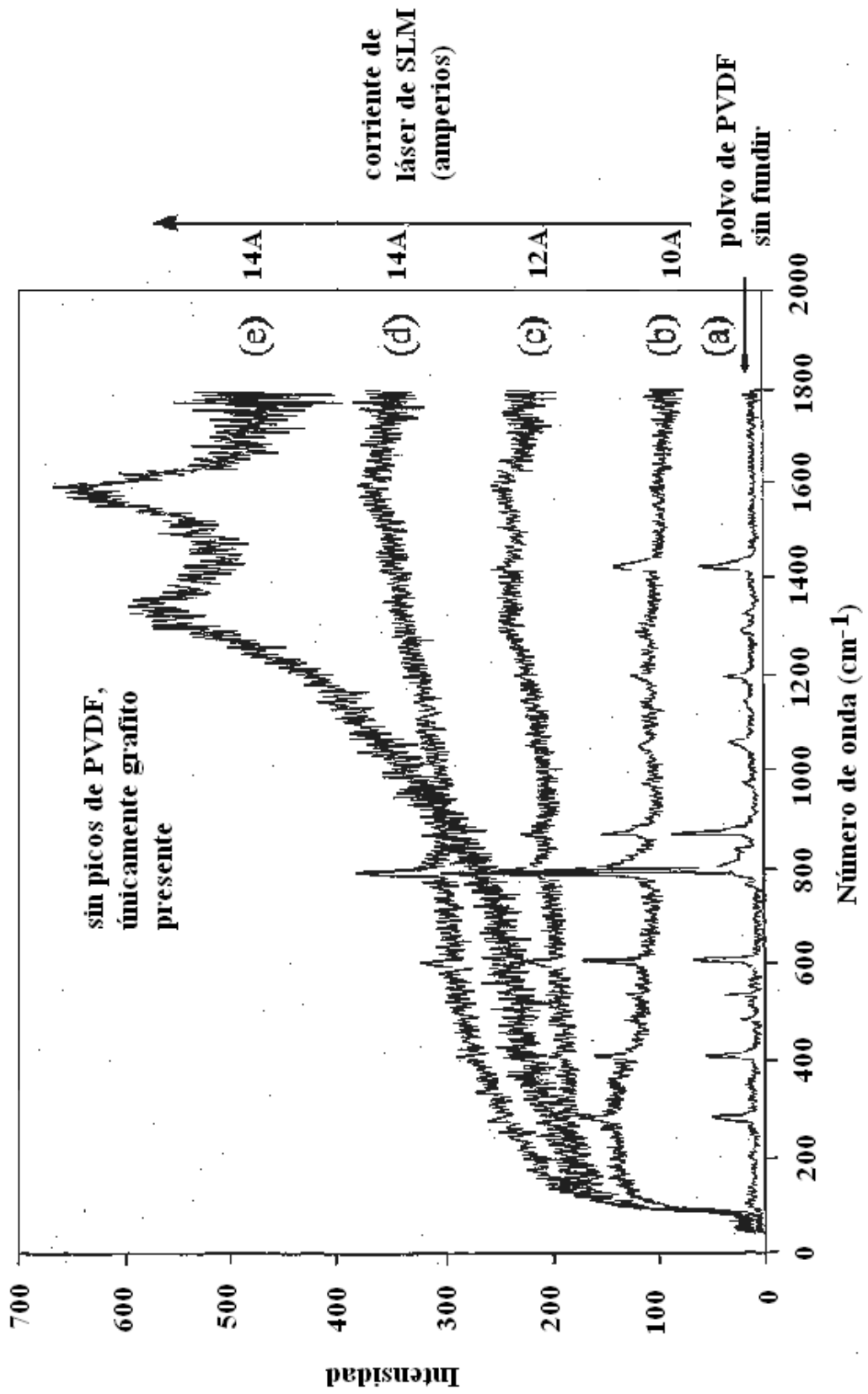


FIGURA 6