# Microstéréolithographie de pièces céramiques complexes

par Serge MONNERET

La microstéréolithographie permet d'obtenir rapidement et à coût réduit des pièces céramiques tridimensionnelles de formes complexes. Des objets pour applications médicales, micromécaniques ou encore microfluidiques ont été réalisés.

**Serge MONNERET** est chargé de recherche au CNRS, actuellement en poste à l'Institut Fresnel (École nationale supérieure de physique de Marseille). Ses travaux sur la microstéréolithographie ont été développés lorsqu'il travaillait au Département de chimie physique des réactions (UMR 7630 CNRS INPL), laboratoire de recherche de l'École nationale supérieure des industries chimiques (ENSIC) à Nancy, au sein de l'Institut national polytechnique de Lorraine (INPL).

# 1. Contexte

Considéré il n'y a pas si longtemps comme une révolution, le **prototypage rapide** de pièces est devenu une pratique commune pour toutes les entreprises concernées par la réduction de la durée de mise sur le marché d'un produit, de sa conception à sa production. Parmi ces techniques, la **stéréolithographie** est probablement la plus connue et la plus utilisée. Avec un chiffre d'affaires de plus de 100 millions de dollars et plus de 200 machines vendues en 2002, l'entreprise américaine 3DSystems est devenue le leader mondial incontesté sur ce marché.

L'évolution majeure de cette technique consiste maintenant à réaliser des **pièces fonctionnelles**. Pour cela, plusieurs équipes de recherche ont développé le procédé de stéréolithographie afin de permettre la mise en forme de matériaux fortement chargés en poudre (métallique ou céramique) qui vont apporter la fonctionnalité recherchée pour une application donnée. À l'issue d'une étape supplémentaire de **frittage**, on dispose d'objets tridimensionnels de formes complexes métalliques ou céramiques. Quelques pièces de démonstration en alumine, zircone, cuivre, titane, aluminium ou acier ont ainsi été fabriquées récemment avec des précisions de quelques dixièmes de millimètre, dans des centres de recherche industriels. Les procédés ne sont cependant pas encore disponibles commercialement.

En parallèle, l'autre évolution importante consiste à étendre la stéréolithographie à la **microfabrication de pièces tridimensionnelles complexes** pour des applications en microtechnologies (microrobotique et micromécanique essentiellement). Cette évolution a conduit à l'émergence d'une nouvelle technologie nommée maintenant **microstéréolithographie**, reconnue pour être une technique particulièrement efficace pour fabriquer des pièces tridimensionnelles comprenant des structures internes compliquées. En effet, la plupart des technologies de microfabrication actuelles sont issues des domaines des circuits imprimés et de la **microélectronique**. Elles sont par conséquent mal adaptées à la réalisation d'objets tridimensionnels comprenant de hauts facteurs de forme ou des surfaces courbes.

Depuis le milieu des années 1990, une des équipes de recherche du Département de chimie physique des réactions, laboratoire de recherche situé à Nancy et historiquement impliqué dans la technique de stéréolithographie [1], s'est intéressée simultanément à ces deux nouveaux axes de développement de la technique. En conséquence, elle a su élaborer un procédé spécifique de microstéréolithographie destiné à la microfabrication de pièces céramiques, qui fait l'objet principal de cet article.

Ce développement s'inscrit parfaitement dans un contexte actuel de recherche de procédés de microfabrication permettant l'emploi de matériaux variés, aux propriétés spécifiques. Les besoins récents exprimés par les utilisateurs de microsystèmes dédiés à la biologie, à la chimie ou encore au domaine médical montrent clairement l'intérêt de disposer de pièces volumiques en polymères (applications médicales, prototypes de formes) et en céramique (applications médicales et chimiques, grâce aux propriétés de biocompatibilité et/ou de résistance à la chaleur ou aux agressions chimiques). En particulier, les développements de nouveaux concepts de production (microréacteurs chimiques), d'analyse (microfluidique) ou encore de design (horlogerie, joaillerie) nécessitent des pièces prototypes fonctionnelles, de formes complexes.

# 2. Stéréolithographie

Le terme de stéréolithographie (SL) décrit un procédé qui permet en quelques heures d'obtenir sans usinage un modèle de pièce tridimensionnelle à partir des données contenues dans un système de **CFAO** [2] [3].

#### Dans les Techniques de l'Ingénieur :

Prototypage rapide. Généralités [BM 7 017] de P. Dubois, A. Aoussat et R. Duchamp Mise en forme des solides. Aspects théoriques [J 3 380] de B. Castel Polymérisation sous rayonnement. Principes [AM 3 043] de J. Verdu Polymérisation sous rayonnement UV [AM 3 044] de C. Decker Microsystèmes [E 2 305] de D. Estève et J. Simonne

**CAO** : conception assistée par ordinateur **CFAO** : conception et fabrication assistées par ordinateur

**RE 13** - 1



Figure 1 – Procédé de stéréolithographie

Le processus (figure **1**) se décompose en trois étapes. La première consiste en la **CAO** aboutissant à un modèle numérique de l'objet à construire. Ensuite vient la phase de calcul (tranchage numérique), qui conduit à définir l'objet par l'ensemble de ses sections d'épaisseur constante. Enfin, la mise en forme effective par la machine de fabrication se fait par l'empilement successif de couches de polymère conformes aux sections précédemment définies.

Ce procédé, maintenant largement industrialisé, permet de fabriquer des objets volumiques de formes complexes, généralement pour des applications de prototypage rapide. Les précisions typiques annoncées par les constructeurs de machines sont de l'ordre de 100  $\mu$ m dans les trois dimensions de l'espace.

Les matériaux utilisables au niveau industriel sont jusqu'à présent limités aux polymères, en raison du principe central de mise en forme des couches. En effet, ce dernier repose sur une réaction chimique de photopolymérisation, à savoir une réaction de polymérisation initiée par l'absorption de photons de longueur d'onde appropriée, très généralement dans le domaine de l'ultraviolet (UV) [4]. Chaque photon absorbé conduit à la création d'un centre actif radicalaire très réactif qui va réagir avec le monomère ou l'oligomère en présence pour former une chaîne polymère linéaire ou réticulée (selon la nature de la résine employée), par une réaction en chaîne.

La longueur typique des chaînes polymères formées est nettement inférieure au micromètre. En conséquence, si le milieu ne diffuse pas la lumière, alors la réaction de polymérisation reste parfaitement localisée sur les zones d'amorçage éclairées par le faisceau incident. Cette propriété est à la base du contrôle dimensionnel latéral des objets fabriqués.

En revanche, la résolution verticale du procédé, liée à la profondeur de pénétration de la lumière dans le matériau, dépend non seulement des conditions d'irradiation mais aussi des propriétés physico-chimiques et optiques de ce matériau. En conséquence, chaque résine disponible sur le marché du prototypage rapide par stéréolithographie est développée spécifiquement pour une catégorie de machines de SL.

## 3. Extension à la microstéréolithographie

La mise au point de procédés de fabrication de micro-objets solides à partir de techniques dérivées de la stéréolithographie est actuellement en forte expansion, aux niveaux académique et industriel [5] [6].

Ces développements nécessitent une remise en cause sensible du contrôle de la réaction de photopolymérisation, pour atteindre cette fois une résolution de l'ordre de 10  $\mu$ m dans les trois directions de l'espace. En conséquence, les matériaux utilisables dans les procédés de microstéréolithographie sont spécifiques à cette application et nécessitent souvent un travail de développement et de caractérisation conséquent.

Si l'on se réfère à la littérature scientifique ou au développement de machines commerciales, on peut classer les procédés de microfabrication par SL en deux familles principales. La première est basée sur une **écriture vectorielle** des objets, par translation relative du point de focalisation d'un faisceau lumineux sur la surface libre du liquide polymérisable qui se déplace sous un système optique fixe (figure **2a**). La seconde famille est basée sur **l'illumination intégrale de la résine par le motif voulu**, grâce à l'emploi de masques imagés sur la surface de résine (figure **2b**). La plupart des procédés actuels suivent ce dernier principe, qui permet la fabrication globale d'une couche en une seule illumination, avec un nombre très limité d'éléments mobiles.

#### 3.1 Microstéréolithographie à polymérisation vectorielle

Les procédés de microstéréolithographie à polymérisation vectorielle fonctionnent avec un faisceau lumineux très focalisé contribuant pour beaucoup à l'excellente résolution verticale des pièces fabriquées. En effet, leur divergence prononcée conduit à une décroissance extrêmement rapide de la densité d'énergie lumineuse dans la profondeur du matériau. Ainsi, un contrôle précis de la puissance lumineuse permet de ne déclencher la réaction de photopolymérisation qu'aux alentours immédiats du point de focalisation.

En contrepartie, la vitesse de fabrication des objets est faible. C'est pourquoi la plupart des objets réalisés suivant ce principe ont un volume nettement inférieur au millimètre cube. Les références [7] [8] [9] [10] [11] [12] [13] donnent un bon aperçu des travaux réalisés dans ce domaine.

#### 3.2 Microstéréolithographie par masque dynamique

Les procédés de microstéréolithographie par masque dynamique sont en moyenne plus récents que les procédés par balayage, car ils reposent sur des composants électroniques dont les caractéristiques en résolution ne sont devenues intéressantes pour cette application qu'à partir de la fin des années 1990.



#### Figure 2 – Microstéréolithographie

Dans ces procédés, le micro-objet est toujours fabriqué couche par couche, mais avec un durcissement global de chacune des couches, provoqué par la projection d'une image bidimensionnelle sur la surface de la résine photopolymérisable.

La résolution longitudinale est nettement moins bonne que celle proposée par les systèmes précédents, puisque seule l'absorption du matériau permet son contrôle : la profondeur de champ au niveau des images projetées est généralement nettement supérieure aux épaisseurs de couches.

La fabrication de pièces volumiques complexes par masquage nécessite un très grand nombre de masques différents, dès lors que ces pièces sont réellement volumiques et complexes. C'est pourquoi on utilise des masques dynamiques reconfigurables à volonté de manière électronique, plutôt que fabriquer des jeux de masques physiques qui rendraient le prix de revient des objets prohibitif.

Il ne reste donc dans le montage qu'un seul élément mobile, qui est la plate-forme élévatrice sur laquelle l'objet est fixé durant sa construction. La résolution latérale du procédé est alors beaucoup plus simple à contrôler, puisque les images sont parfaitement stabilisées d'une couche à l'autre. Les procédés à masque présentent aussi l'avantage non négligeable d'être plus rapides que les procédés à écriture vectorielle des couches, puisque l'irradiation d'une couche est de durée courte et indépendante du motif à polymériser. Enfin, le volume des objets fabriqués varie typiquement de quelques millimètres cubes à quelques centimètres cubes.

#### 3.2.1 Masques dynamiques à cristaux liquides

Les premiers travaux publiés relatifs à un procédé basé sur un dispositif dynamique à cristaux liquides provientent de Nancy [14] [15]. Depuis, des améliorations successives ont conduit à la fabrication d'objets en polymère pouvant atteindre une résolution transversale optimale de quelques micromètres (§ 4.2.4), à partir d'une mise en forme de matériaux photosensibles dans le domaine du visible [16] [17]. En effet, l'adoption d'une technologie basée sur l'emploi de cristaux liquides rend difficile l'utilisation de la grande majorité des résines industrielles photopolymérisables, optimisées pour l'UV, en raison de la faible transmission des masques dans ce domaine spectral. Néanmoins, quelques travaux ont été menés dans l'UV, à partir d'une transmission directe à travers des cristaux liquides [18] [19] [20], ou indirectement, grâce à l'utilisation d'un phénomène de conversion optique de fréquence par optique non linéaire [21] [22].

#### 3.2.2 Masques dynamiques à micromiroirs

L'alternative à l'utilisation de masques dynamiques à cristaux liquides est l'utilisation d'un masque à micromiroirs. Ce composant, nommé Digital Micromiror Device (DMD™, Texas Instruments), est fabriqué de façon monolithique à partir de procédés du type **CMOS** [23]. Il est constitué d'une multitude de petits miroirs carrés actionnés individuellement à partir de forces électrostatiques. En combinant le DMD™ avec une source de lumière, un système optique de mise en forme du faisceau et une lentille de projection, on peut utiliser le composant à micromiroirs comme un masque dynamique à haut contraste pour des applications de microSL [24] [25].

Depuis, plusieurs procédés basés sur l'emploi d'un DMD<sup>™</sup> sont développés par ou pour des sociétés se positionnant sur le marché du micro-prototypage rapide et de la réalisation de composants pour les biotechnologies. Ces procédés se distinguent par l'application visée, les matériaux utilisés et par le système de mise en couche de ces matériaux, qui reste un des points délicats à mettre en œuvre dès lors que l'on cherche à atteindre une échelle de précision de l'ordre de 10 µm.

#### 3.3 Mise en couche

La mise en couche d'épaisseur constante et homogène du matériau photosensible est probablement l'étape limitante dans un procédé de microstéréolithographie à haute résolution.

Jusqu'à présent, deux techniques ont été principalement utilisées pour la fabrication d'objets polymères : la mise en couche à surface contrôlée et celle à surface libre.

La **mise en couche à surface contrôlée** consiste à confiner le matériau contre une vitre de référence, puis à le polymériser en l'illuminant à travers celle-ci. Cette méthode, très efficace pour mettre en place de fines couches de matériau, trouve une contrepartie dans le fait que, une fois polymérisé, le matériau peut adhérer à cette vitre et conduire à une destruction de l'objet. Cette solution technique sera par conséquent abandonnée jusqu'à ce que les progrès enregistrés dans le domaine du traitement des surfaces apportent des solutions [26]. **CMOS** : complementary metal oxide semiconductor

© Techniques de l'Ingénieur



Figure 3 - Mise en couche par relaxation de la surface libre du matériau



Figure 4 - Fabrication de pièces composites ou frittées par stéréolithographie

La **mise en couche à surface libre** repose sur les forces de gravitation qui provoquent une relaxation naturelle de la surface libre du matériau liquide et ainsi conduisent à une épaisseur de couche homogène (figure 3). Cette technique impose cependant d'employer des matériaux de faible viscosité et allonge nettement la durée de fabrication des objets. En revanche, elle permet la réalisation de pièces fragiles, d'où son emploi régulier pour la fabrication de pièces polymères [14] [16] [22] [24].

Enfin, les procédés de microstéréolithographie les plus récents destinés à la fabrication de pièces composites nécessitent le développement de dispositifs spécifiques adaptés à une forte viscosité [27] [28] [29].

### 4. Microstéréolithographie de céramiques

Pour réaliser des pièces tridimensionnelles complexes et ayant de plus des propriétés nouvelles (résistance à la chaleur, résistance mécanique, conductivité, transparence...), on peut mettre en forme, par stéréolithographie, des **résines photosensibles fortement chargées** en poudre d'un matériau spécifique (céramique, métallique...). Les composites ainsi obtenus subissent alors deux traitements thermiques de déliantage puis de frittage, destinés à éliminer leur composante polymère par pyrolyse puis à assurer une densification du matériau résiduel.

Une telle procédure a déjà conduit à la réalisation d'objets tridimensionnels complexes céramiques et métalliques, sur des machines de SL adaptées à l'emploi de matériaux pâteux et fonctionnant avec une épaisseur de couche typique de 100  $\mu m$  [30] [31] [32] [33] [34].

Le procédé de microstéréolithographie développé à Nancy, présenté ci-après, a pour vocation d'étendre ce principe à la fabrication de pièces céramiques millimétriques, avec une résolution de l'ordre de 50  $\mu$ m. Le principal matériau utilisé pour développer le procédé est l'alumine, commercialement disponible en poudre de granulométrie submicronique.

Dans le cas de la fabrication d'objets céramiques, le milieu réactionnel n'est plus uniquement constitué d'un monomère liquide mais d'une suspension contenant de la poudre céramique, du monomère, ainsi que des additifs ayant chacun une fonction particulière. En conséquence, la mise au point du procédé (figure 4) consiste à optimiser chacune des trois étapes suivantes :

- le mélange des constituants ;
- la mise en forme par microstéréolithographie ;
- le traitement thermique.

### 4.1 Préparation de la suspension

Dans l'optique d'un traitement thermique final, plusieurs critères sont à considérer pour optimiser une suspension :

 une suspension stable et homogène conduit à une diminution des contraintes internes dans les pièces mises en forme, grâce à leur microstructure régulière ;

 une concentration élevée en céramique diminue le retrait lors du frittage et améliore la densité et la résistance mécanique du produit final. Une



Figure 5 – Montage expérimental de microstéréolithographie par masquage dynamique

concentration volumique supérieure à 50 % est préconisée dans la plupart des procédés de fabrication utilisant des suspensions de céramiques [35].

Par ailleurs, l'étape de mise en forme par un procédé de stratification tel que celui de la SL nécessite aussi une **viscosité minimale** pour permettre l'étalement de couches de suspension liquide d'épaisseur contrôlée et stable sur l'objet déjà polymérisé en cours de fabrication [31]. Ainsi, la fabrication de pièces en alumine frittée à partir d'une étape de mise en forme par SL nécessite deux propriétés contradictoires des formulations utilisées : une viscosité inférieure à quelques pascals secondes (Pa · s) et un taux de charge supérieur à 50 % en volume. En conséquence, il devient indispensable d'incorporer un **additif dispersant** dans les formulations, afin de diminuer fortement la viscosité des mélanges et d'aboutir à des suspensions chargées stables et homogènes.

Deux formulations à base de poudre d'alumine ont été mises au point à Nancy, pour des applications en microstéréolithographie [36].

La première, notée matériau A, a été développée pour la mise en forme d'objets tridimensionnels composites non destinés à un frittage ultérieur. En effet, un grand nombre d'applications ne justifient pas l'utilisation de pièces céramiques pures, mais profitent néanmoins du renforcement mécanique dû à la charge céramique incluse dans le polymère [37]. Les objets finaux sont ainsi constitués de 24 % en volume de poudre d'alumine. Le monomère choisi comme liant (HDDA, UCB Chemicals) est de viscosité très faible (9 mPa  $\cdot$  s à 25 °C). L'amorceur (Irgacure 819, Ciba Specialty Chemicals) est utilisé dans le domaine spectral compris entre 350 et 400 nm. Il est mélangé à hauteur de 5,56 % massiques dans le monomère. La viscosité finale de la suspension permet d'utiliser le système de mise en couche par relaxation de la surface libre du matériau, y compris à température ambiante [36].

Le matériau B, destiné au frittage, est plus chargé en poudre d'alumine, avec un taux de charge de 50 % en volume [36]. Le liant (mélange monomère et amorceur) est le même que celui utilisé pour le matériau A. La viscosité apparente de la suspension finale impose en revanche d'utiliser un système de mise en couche adapté à l'état pâteux du matériau (racleur).

#### 4.2 Procédé de mise en forme

Le procédé de microstéréolithographie destiné à la mise en forme d'objets composites polymère/alumine est un procédé par masquage dynamique à cristaux liquides.

#### 4.2.1 Caractéristiques

La figure **5** donne une représentation schématique du montage expérimental actuel de microsté-réolithographie par masquage dynamique.

La source lumineuse est une lampe à vapeur de mercure à haute pression, de puissance électrique 200 W. Un objectif photographique permet d'imager le masque dynamique sur la surface libre de la cuve de résine, avec un grandissement optique variable permettant le contrôle de la taille des objets fabriqués. Le rapport de contraste du masque est suffisant pour que ce dernier soit aussi utilisé comme obturateur.

Le mélange photosensible placé dans la cuve ne durcit qu'au contact de l'image projetée sur sa surface. De fines couches de résine sont ainsi polymérisées séquentiellement et empilées de bas en haut, pour constituer l'objet solide final, de forme pouvant être très complexe.

La fabrication de type « couche par couche » nécessite que la pièce en cours de fabrication soit parfaitement positionnée et stable durant l'étape de mise en forme. Cela passe par sa fixation sur une

HDDA : diacrylate d'hexanediol

plate-forme qui permettra aussi de positionner séquentiellement l'objet suivant la direction de fabrication (axe *z*). Dans le cas particulier de la microstéréolithographie, l'accroche de l'objet sur la plateforme nécessite néanmoins quelques précautions, en raison de difficultés fréquentes pour éliminer tout support en fin de fabrication.

Le masque dynamique est composé d'un modulateur spatial de lumière à cristaux liquides placé entre deux polariseurs, qui lui permettent de fonctionner en tant que modulateur d'intensité. Il est composé d'une matrice active en polysilicium de 33 mm de diagonale comprenant 1024 pixels × 768 pixels. Une interface électronique permet un pilotage direct par la sortie vidéo de l'ordinateur de commande.

#### 4.2.2 Conditions opératoires typiques

Actuellement, les paramètres typiques de fabrication pour la mise en forme de pièces à partir du matériau A sont les suivants :

- épaisseur de couche : de 10  $\mu m$  à 100  $\mu m$  suivant les applications ;

- vitesse d'empilement des couches : jusqu'à 300 couches/h ;

durée d'exposition : de 1 à 5 s.

Ces paramètres sont modifiés lorsqu'il s'agit de mettre en couche le matériau B, qui nécessite l'emploi d'un racleur, et qui est moins réactif. On arrive alors aux conditions opératoires ci-après :

— épaisseur de couche : de 20  $\mu$ m à 50  $\mu$ m suivant les applications ;

vitesse d'empilement des couches : jusqu'à 80 couches/h ;

- durée d'exposition : de 5 à 15 s.

#### 4.2.3 Chaîne informatique

Dans un premier temps, la conception et la modélisation géométrique des micro-objets souhaités s'effectuent à l'aide de logiciels conventionnels de CAO.

Une interface spécifique complète de visualisation et de tranchage a été intégrée dans le procédé. Elle permet de positionner et d'orienter le modèle par rapport à la cuve. Ensuite, des sections parallèles sont calculées perpendiculairement à la direction de fabrication : c'est le processus de *tranchage*. L'espacement des coupes correspond à l'épaisseur souhaitée des couches. Il est constant sur l'ensemble de la pièce. Après cette étape de tranchage, un dernier module définit les motifs binaires correspondant aux différentes sections tranchées. Ce sont ces motifs qui seront affichés de manière séquentielle sur le masque dynamique.

Une contrainte liée au procédé de microstéréolithographie est que les couches doivent être tenues les unes aux autres, d'où des difficultés lorsque les objets fabriqués présentent par exemple des portées : les parties non liées à un autre secteur de tracé pour une couche donnée, soumises au flux du monomère dû au mouvement de la plaque support de l'objet, risquent de se déplacer et donc de conduire à une fabrication incorrecte de l'objet (figure **6**).

Un positionnement judicieux de la maquette informatique dans l'espace peut cependant suffire à contourner cette contrainte. Les objets sont en effet généralement construits par les utilisateurs dans un repère qui leur est propre et qui ne correspond pas



Figure 6 – Optimisation de l'orientation en vue de la fabrication couche par couche

forcément à l'orientation optimale de l'objet en vue de sa fabrication par un procédé de type « couche par couche ». Dans ce cas, une meilleure orientation du modèle par rapport à l'axe de superposition des couches polymérisées permet de limiter les risques de voir des parties de l'objet flotter dans la résine. Une telle opération peut aussi conduire à optimiser le temps de fabrication en limitant la hauteur de fabrication, et donc le nombre de couches.

Par ailleurs, le phénomène d'échelle permet de construire des surplombs ou des portées sans l'ajout de support, pour des géométries qui normalement ne seraient pas réalisables par SL conventionnelle (taille supérieure).

Une fois ces étapes de préparation des données terminées, la fabrication effective de l'objet consiste principalement à assurer la synchronisation des affichages successifs des motifs avec le déplacement de la plate-forme support et le système de mise en couche éventuel (matériau B).

En résumé, la figure **7** présente les trois étapes principales de la chaîne complète de fabrication d'un objet.

#### 4.2.4 Résolution du procédé

La résolution globale du procédé est bien sûr liée à la qualité des images projetées sur le matériau photosensible, mais dépend aussi fortement des propriétés physico-chimiques de ce dernier.

En particulier, dans le cas d'une résine non chargée, la résolution horizontale est directement liée à la taille d'un pixel de l'image projetée. Les photographies de la figure **8** montrent par exemple la structure d'un objet monocouche en polymère, sur laquelle les pixels de taille  $2 \times 2 \ \mu m^2$  sont nettement visibles.

En revanche, la réactivité et la transparence du matériau mis en forme (définie par la profondeur de pénétration  $D_p$  du faisceau incident) sont deux paramètres qui limitent sensiblement la résolution verticale des pièces fabriquées.

Soit *e* l'épaisseur de couche choisie pour fabriquer une pièce. Pour assurer à celle-ci une bonne cohésion tout en optimisant sa résolution verticale, un bon choix consiste à régler l'intensité lumineuse incidente de façon à ce que l'épaisseur polymérisée  $e_p$  vérifie  $e_p = 1,5 e$ . Ainsi, les couches successives sont effectivement liées entre elles sans pour autant détériorer sensiblement la précision obtenue lors de l'étape préalable de tranchage.



Figure 7 – Étapes principales de fabrication d'une micropièce

Mais cette condition n'est pas suffisante pour assurer une bonne qualité de pièce. La profondeur de pénétration du matériau doit aussi être prise en compte, car elle peut être beaucoup plus importante que l'épaisseur de couche e, en particulier pour des polymères non chargés. Dans ce cas, une polymé-risation parasite peut modifier les dimensions de la pièce suivant l'axe vertical. En effet, si  $D_{\rm p}$  est nettement supérieur à e, le faisceau lumineux se propage sur plusieurs épaisseurs de couche dans la pièce. Il apporte ainsi une certaine quantité d'énergie additionnelle au matériau, y compris dans des zones ne devant pas être polymérisées (canaux internes, surplombs...). Cette énergie, si elle s'accumule avec les expositions successives, peut conduire à une polymérisation parasite pouvant modifier la géométrie des structures internes de la pièce en construction.

Une solution permettant d'éviter ce type de dégradation consiste d'une part à utiliser des matériaux photosensibles de très faible viscosité, et d'autre part à orienter la pièce de façon à favoriser les mouvements de résine lors de chaque étape de mise en place des couches. Ces mouvements limitent en effet les phénomènes d'accumulation d'énergie, et donc la formation de gel dans les structures internes des pièces fabriquées.

La figure **9** donne un exemple de pièce polymère obtenue à partir d'une résine non chargée présentant une profondeur de pénétration de 120  $\mu$ m. Les parties en surplomb et les évidements ne présentent pas de polymérisation parasite visible, alors que la pièce est constituée de couches de 10  $\mu$ m d'épaisseur seulement.

Ces difficultés sont globalement réduites lorsqu'il s'agit de fabriquer des pièces céramiques. Le fait de charger la résine provoque un phénomène de diffusion lumineuse sur les particules de poudre, d'autant plus importante que la différence entre les indices de réfraction du liant et de la céramique est grande. La résolution latérale n'est alors plus limitée par la taille des pixels de l'image projetée, mais par le **halo de diffusion** dû aux particules. En revanche, la profondeur de pénétration du matériau chargé en céramique non transparente décroît fortement, conduisant à des valeurs de  $D_p$  de quelques dizaines de micromètres seulement (30 µm pour le matériau A). La résolution verticale est alors nettement améliorée par rapport à celle obtenue pour des polymères non chargés.



Figure 8 - Structure en pixels des objets polymères



Figure 9 – Pièce polymère de démonstration présentant des parties en surplomb

Ainsi, les conditions de fabrication de structures délicates (murs fins, évidements ou canaux de faible diamètre) dépendent sensiblement de la géométrie globale de la pièce contenant celles-ci. En conséquence, il est en fait difficile, voire impossible, de donner une valeur unique qui définirait la résolution du procédé, y compris pour un matériau donné. Une possibilité intéressante pourrait consister à proposer une pièce de référence, complexe, qui pourrait permettre une comparaison entre procédés, ainsi que l'évaluation de formulations pour un procédé donné.

#### 4.3 Étapes thermiques pour l'obtention de pièces céramiques

Le **déliantage** correspond à la première phase du traitement thermique imposé aux pièces mises en forme par stéréolithographie en vue de l'obtention de composants constitués de céramique pure.

Il consiste à éliminer par pyrolyse la partie organique du composite. Le polymère est alors décomposé en espèces volatiles qui diffusent à travers la pièce vers sa surface. Cette opération est effectuée très lentement, de manière à ce que cette éjection de gaz ne conduise pas à détériorer l'objet. En effet, la faible taille des pièces fabriquées implique que le déliantage se produise directement dans leur volume, dans des zones ne communiquant pas encore avec l'extérieur. Le risque de déformation ou de création de bulles est alors important. De plus, le déliantage est accompagné d'une relaxation des contraintes qui conduit à un risque supplémentaire de déformation de la pièce.

Les conditions expérimentales de déliantage optimales pour la réalisation de micro-objets en alumine consistent alors à passer de la température ambiante jusqu'au début de pyrolyse du polymère (120 °C) relativement rapidement (1 °C/min), puis à élever beaucoup plus lentement la température (6 °C/h) jusqu'à 500 °C, afin de permettre une évacuation douce des gaz produits (figure **10**). En fin de déliantage, la pièce ne contient plus que de la poudre d'alumine mise en forme, qui nécessite d'être consolidée immédiatement par frittage.

Le **frittage** est un phénomène physique relativement complexe qui se définit en effet comme la consolidation sous l'action de la chaleur d'un matériau



Figure 10 – Cycle thermique des étapes de déliantage et de frittage

dispersé sans fusion totale de celui-ci. Il est accompagné le plus souvent d'une augmentation de densité qui se traduit par un retrait volumique.

Les conditions expérimentales suivies pour obtenir des objets en alumine pure sont les suivantes : dès la phase de déliantage terminée, la pièce est chauffée brutalement (15 °C/min) jusqu'à la température de frittage de 1 550 °C (cette température est généralement comprise entre la moitié et les trois quarts de la température de fusion du matériau). Un palier est alors observé, d'une durée de 5 h, puis la température est ramenée à l'ambiante par convection naturelle (figure **10**).

À l'issue du traitement thermique ainsi effectué, les pièces mises en forme à partir du matériau B subissent un **retrait volumique anisotrope**, avec une réduction dimensionnelle de 16,5 % dans le plan des couches et de 19,6 % suivant l'axe de fabrication [36]. Ce retrait est constant pour un matériau donné, ce qui permet sa compensation lors de la phase initiale de préparation des données, par opérations d'anamorphose au niveau du fichier CAO initial.

## 5. Exemples de pièces fabriquées

Nous illustrons ici la grande potentialité du procédé de microstéréolithographie adapté aux matériaux chargés en poudre céramique. Les objets présentés montrent la diversité des formes obtenues et donnent un aperçu du niveau de détail qu'il est possible d'atteindre.

# 5.1 Pièces d'intérêt médical

La figure **11***a* montre un embout de cathéter conçu pour des applications médicales, muni d'un bras de préhension. Sa hauteur est d'environ 3,5 mm, son diamètre extérieur est de 1 mm. Il est formé de 120 couches de 18  $\mu$ m d'épaisseur (matériau A) et a été fabriqué en moins d'une heure.

La figure **11**b représente un modèle de couronne dentaire à l'échelle 1, formé de 120 couches d'épaisseur 30  $\mu$ m (matériau A).





## 5.2 Application en micromécanique

La figure **12** représente un élément de microcardan créé pour une application en microrobotique. Il est constitué de 144 couches d'épaisseur 13  $\mu$ m (matériau A). La partie centrale est mobile et l'objet a été fabriqué en une seule fois, sans étape d'assemblage [38]. L'axe de rotation a un diamètre de 350  $\mu$ m.



(a) **buse** (diamètre de sortie : 120  $\mu$ m)



(b) structure de démonstration comprenant un canal droit entouré d'un canal hélicoïdal (7 rotations sur la longueur de la pièce, qui est de 6 mm environ)



Figure 13 – Pièces de démonstration pour microfluidique en matériau A

### 5.3 Applications en microfluidique

Le procédé de microstéréolithographie est particulièrement adapté à la réalisation de pièces pour les domaines de la microfluidique et de la microréaction chimiques, comprenant des canaux internes non rectilignes. Les photographies de la figure **13** présentent des pièces de démonstration en



Figure 14 – Pièce de démonstration pour microfluidique en matériau B fritté (diamètre extérieur 5,3 mm) comprenant des canaux internes et externes

matériau A illustrant les potentialités apportées par le procédé dans ces domaines.

La pièce de la figure **14** est destinée à l'analyse de molécules biologiques [39] [40], réalisée en matériau B puis frittée. Elle a été obtenue par la superposition de 93 couches de 30  $\mu$ m d'épaisseur.

### 6. Conclusion et perspectives

Le procédé présenté semble prometteur pour la réalisation de prototypes très complexes, de par sa rapidité et son faible coût. Il ne permet cependant pas la microfabrication de pièces à grande échelle. Il semble donc, pour l'instant, réservé aux applications soit de prototypage, soit de fabrication sur mesure ou en petite série, de pièces réellement tridimension-nelles de formes complexes.

Une étude de marché réalisée en novembre 2002 a montré l'intérêt des industriels pour ce type de technologie, pour les domaines de l'horlogerie, de la bijouterie et de la micromécanique essentiellement. En revanche, l'état de surface des pièces doit encore être amélioré, par une optimisation du système de mise en couche. Une épaisseur de couche de 10  $\mu$ m serait jugée beaucoup plus acceptable par les utilisateurs potentiels de la technique.

## **Bibliographie**

#### Références

- [1] ANDRÉ (J.C.), LE MEHAUTÉ (A.) et DE WITTE (O.). Dispositif pour réaliser un modèle de pièce industrielle. Brevet français 8411241 (1984).
- [2] JACOBS (P.F.). Rapid Prototyping and Manufacturing : Fondamentals of Stereolithography. The Society of Manufacturing Engineers, Dearborn, MI (1992).
- [3] ANDRÉ (J.C.) et CORBEL (S.). Stéréophotolithographie laser. Polytechnica (1994).
- [4] FOUASSIER (J.-P.). Photoinitiation, Photopolymerization and Photocuring : Fundamentals and Applications. Hanser-Gardner Publications (1995).

- [5] BERTSCH (A.), BERNHARD (P.) et RENAUD (P.). -Microstereolithography : concepts and applications. Proceedings of 8th IEEE International Conference on Emerging Technologies and Factory Automation (ETFA 2001), 2, 289-298 (2001).
- [6] VARADAN (V.K.), JIANG (X.) et VARADAN (V.V.). Microstereolithography and other fabrication techniques for 3D MEMS. John Wiley & Sons (2001).
- [7] IKUTA (K.) et IROWATARI (K.). Real Three Dimensional Micro Fabrication Using Stereolithography and Metal Molding. Proc. of IEEE International Workshop on Micro Electro Mechanical Systems (MEM'93), 42-47 (1993).
- [8] IKUTA (K.), IROWATARI (K.) et OGOTA (T.). Three dimensional micro integrated fluid systems fabricated by stereo lithography. Proc. of IEEE International Workshop on Micro Electro Mechanical Systems (MEM'94), 1-6 (1994).
- [9] YAMAGUCHI (K.) et NAKAMOTO (T.). Consideration on the optimum conditions to produce micromechanical parts by photo polymerization using direct focused beam writing. Proceedings of 6th International Symposium on Micro Machine and Human Science (MHS'95), 71-76 (1995).
- [10] NAKAMOTO (T.), YAMAGUCHI (K.), ABRAHA (P.) et MISHIMA (K.). – *Manufacturing of three-dimensional micro-parts by UV laser induced polymerization*. J. Micromech. Microeng., *6*, 240-253 (1996).
- [11] ZHANG (X.), JIANG (X.N.) et SUN (C.). Microstereolithography of polymeric and ceramic microstructures. Sensors and Actuators A, 77, 149-156 (1999).
- **[12]** SUN (C.) et ZHANG (X.). *The influences of the material properties on ceramic microstereolithography*. Sensors and Actuators A, *101*, 364-370 (2002).
- [13] IKUTA (K.), OGOTA (T.), TSUBIO (M.) et KOJIMA (S.). – Development of mass productive micro stereo lithography. Proc. of IEEE International Workshop on Micro Electro Mechanical Systems (MEM'96), 301-306 (1996).
- [14] BERTSCH (A.), ZISSI (S.), JÉZÉQUEL (J.Y.), CORBEL (S.) et ANDRÉ (J.C.). – Microstereolithography using a liquid crystal display as dynamic mask-generator. Microsyst. Techn., 3, 42-47 (1997).
- [15] BERTSCH (A.), JÉZÉQUEL (J.Y.) et ANDRÉ (J.C.). Study of the spatial resolution of a new 3D microfabrication process : the microstereophotolithography using a dynamic mask-generator technique. J. of Photochemistry and Photobiology A : Chemistry, 107, 275-281 (1997).
- [16] MONNERET (S.), LOUBÈRE (V.) et CORBEL (S.). Micro-stereolithography using a dynamic mask generator and a non-coherent visible light source. Proceedings of the SPIE, 3680, 553-561 (1999).
- [17] LOUBÈRE (V.), MONNERET (S.), LE GALL (H.) et CORBEL (S.). – Microstereolithography using a dynamic mask for microactuators fabrication. Revue Internationale de CFAO et d'Informatique Graphique, 15, 229-243 (2000).
- [18] CHATWIN (C.R.), FARSARI (M.), HUANG (S.), HEYWOOD (M.I.), BIRCH (P.M.), YOUNG (R.C.D.) et RICHARDSON (J.D.). – UV microstereolithography system that uses spatial light modulator technology. Applied Optics, *37*, 7514-7522 (1998).
- [19] FARSARI (M.), CLARET-TOURNIER (F.), HUANG (S.), CHATWIN (C.R.), BUDGETT (D.M.), BIRCH (P.M.), YOUNG (R.C.D.) et RICHARDSON (J.D.). - A novel high-accuracy microstereolithography method employing an adaptive electro-optic mask. J. Materials Proc. Technol., 107, 167-172 (2000).
- [20] FARSARI (M.), HUANG (S.), BIRCH (P.), CLARET-TOURNIER (F.), YOUNG (R.), BUDGETT (D.), BRAD-FIELD (C.) et CHATWIN (C.). - Microfabrication by use of a spatial light modulator in the ultraviolet : experimental results. Optics Letters, 24, 549-550 (1999).

- [21] DEVAUX (F.), MOSSET (A.), LANTZ (E.), MONNERET (S.) et LE GALL (H.). - Upconversion of images from the visible to the UV domain. Application to dynamic UV microstereolithography. Applied Optics, 40, 4953-4957 (2001).
- [22] MONNERET (S.), LE GALL (H.), BADÉ (V.), DEVAUX (F.), MOSSET (A.) et LANTZ (E.). – Dynamic UV microstereolithography. European Physical Journal, 20, 213-218 (2002).
- [23] HORNBECK (L.J.). Digital Light Processing<sup>™</sup> for highbrightness high-resolution applications. Proceedings of the Electronic Imaging (EI'97) – Projection displays III, San Jose, Californie, 1-14 (1997).
- [24] BERTSCH (A.), LORENZ (H.) et RENAUD (P.). 3D microfabrication by combining microstereolithography and thick resist UV lithography. Sensors and Actuators, 73, 14-23 (1999).
- [25] BERTSCH (A.), BERNHARD (P.), VOGT (C.) et RENAUD (P.). – *Rapid prototyping of small size objects*. Rapid Prototyping Journal, 6(4), 259-266 (2000).
- [26] MIZUKAMI (Y.), RAJNIAK (D.), RAJNIAK (A.) et NISHI-MURA (M.). – A novel microchip for capillary electrophoresis with acrylic microchannel fabricated on photosensor array. Sensors and Actuators B, 81, 202-209 (2002).
- [27] TSENG (A.A.) et TANAKA (M.). Advanced deposition techniques for freeform fabrication of metal and ceramic parts. Rapid Prototyping Journal, 7, 6-17 (2001).
- [28] ALLANIC (A.-L.) et SCHAEFFER (J.-P.). Rapid prototyping process and apparatus. Brevet américain nº 6110409 (2000).
- [29] HULL (C.) et NEWELL (K.). Recoating system for using high viscosity build materials in solid freeform fabrication. Brevet d'application américain nº 20020195746 (2002).
- [30] GRIFFITH (M.L.) et HALLORAN (J.W.). Freeform fabrication of ceramics via stereolithography. J. Am. Ceram. Soc., 79, 2601-2608 (1996).
- [31] HINCZEWSKI (C.), CORBEL (S.) et CHARTIER (T.). -Ceramic Suspensions Suitable for Stereolithography. J. Europ. Ceram. Soc., 18, 583-590 (1998).
- [32] HINCZEWSKI (C.), CORBEL (S.) et CHARTIER (T.). Stereolithography for the fabrication of ceramic threedimensional parts. Rapid Prototyping Journal, 4, 104-111 (1998).
- [33] DUFAUD (0.) et CORBEL (S.). Stereolithography of PZT ceramic suspensions. Rapid Prototyping Journal, 8, 83-90 (2002).
- [34] CHARTIER (T.), CHAPUT (C.), DOREAU (F.) et LOISEAU (M.). – Stereolithography of structural complex ceramic parts. Journal of Materials Science, 37, 3141-3147 (2002).
- [35] ZIMBECK (W.), POPE (M.) et RICE (R.W.). Microstructures and strengths of metals and ceramics made by photopolymer-based rapid prototyping. Proceedings of the Solid Freeform Fabrication Symposium, Austin, Texas, 411-418 (1996).
- [36] PROVIN (C.). Microstéréolithographie de céramiques. Thèse de doctorat de l'Institut national polytechnique de Lorraine (2002).
- [37] LUNGU (A.), MEJIRITSKI (A.) et NECKERS (D.C.). Solid state studies on the effect of fillers on the mecha-

nical behaviour of photocured composites. Polymer, 39, 4757-4763 (1998).

- [38] MONNERET (S.), PROVIN (C.), LE GALL (H.) et CORBEL (S.). – Microfabrication of freedom and articulated alumina-based components. Microsystem Technologies, 8, 368-374 (2002).
- [39] PROVIN (C.), MONNERET (S.), LE GALL (H.) et CORBEL (S.). – Three-dimensional ceramic microcomponents made using microstereolithography. Advanced Materials, 15, 994-997 (2003).
- [40] PROVIN (C.), MONNERET (S.), LE GALL (H.), RIGNEAULT (H.), LENNE (P.-F.) et GIOVANNINI (H.). – « New process for manufacturing ceramic microfluidic devices for microreactor and bioanalytical applications » dans *Microreaction Technology : Proceedings of the 5th International Conference on Microreaction Technology*. Springer Verlag, Berlin, 103-112 (2001).

#### Dans les Techniques de l'Ingénieur

- DUBOIS (P.), AOUSSAT (A.) et DUCHAMP (R.). *Prototypage rapide. Généralités.* [BM 7 017], traité Travail des matériaux, assemblage (2000).
- CASTEL (B.). Mise en forme des solides. Aspects théoriques. [J 3 380], traité Génie des procédés (1995).
- ESTÈVE (D.) et SIMONNE (J.). *Microsystèmes*. [E 2 305], traité Électronique (2000).
- VERDU (J.). *Polymérisation sous rayonnement. Principes.* [AM 3 043], traité Plastiques et Composites (2000).
- DECKER (C.). *Polymérisation sous rayonnement UV.* [AM 3 044], traité Plastiques et Composites (2000).

### **Constructeurs et distributeurs**

#### Envision Technologies GmbH (Allemagne)

Procédé Perfactory<sup>®</sup>, à base de photopolymérisation par masque dynamique à micromiroirs. Pièces polymères uniquement.

http://www.envisiontec.de

#### Société de service PROFORM (Suisse)

Procédé de microstéréolithographie à masque dynamique (micromiroirs) développé à l'École polytechnique fédérale de Lausanne. Pièces polymères uniquement. http://www.proform.ch

### MICROTEC (Allemagne)

Procédé RMPD<sup>®</sup>-mask à base de photopolymérisation, fabrication collective de microcomposants en moyenne série. Pièces polymères uniquement. http://www.microtec-d.com

#### SRI International (États-Unis)

Procédé DPS (Direct Photo Shaping) à base de micromiroirs. Matériaux métalliques et céramiques. http://pguerit.sri.com/SriWeb/current/DPS.html