



**HAL**  
open science

# Mise en oeuvre de techniques d'attaches de puces alternatives aux brasures pour des applications haute température

Amandine Masson

► **To cite this version:**

Amandine Masson. Mise en oeuvre de techniques d'attaches de puces alternatives aux brasures pour des applications haute température. Autre. INSA de Lyon, 2012. Français. NNT : 2012ISAL0005 . tel-00759411

**HAL Id: tel-00759411**

**<https://theses.hal.science/tel-00759411>**

Submitted on 30 Nov 2012

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

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

Thèse

# Mise en œuvre de techniques d'attaches de puces alternatives aux brasures classiques pour des applications haute température

Présentée devant  
L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon

Pour obtenir  
le grade de Docteur

Formation doctorale : Génie Electrique  
École doctorale : École doctorale Electronique, Electrotechnique, Automatique de Lyon

**Amandine MASSON**

Master Matériaux mention Physique des Matériaux Métalliques et Multimatériaux  
Université Claude Bernard Lyon I

Soutenue le 2 Février 2012 devant la Commission d'examen

## **Jury MM.**

---

	S. AZZOPARDI	Maître de Conférence (Institut Polytechnique de Bordeaux, ENSEIRB-MATMECA, IMS, Bordeaux)
Rapporteur	J-F. BARBOT	Université de Poitiers, PHYMAT, Poitiers)
	C. BUTTAY	Chargé de recherche (INSA de Lyon, Ampère lab, Villeurbanne)
Rapporteur	Z. KHATIR	Directeur de recherche (IFSTTAR, Versailles)
	M-L. LOCATELLI	Chargé de recherche (Université Paul Sabatie, LAPLACE, Toulouse)
	H. MOREL	Directeur de recherche (INSA de Lyon, Ampère Lab, Lyon)

## **Membre invité MM.**

---

	R. MEURET	Hispano-Suiza
--	-----------	---------------

Cette thèse a été réalisée au sein du laboratoire Ampère à l'INSA de Lyon grâce au soutien financier de la Fédération Nationale de Recherche pour l'Aéronautique et l'Espace.



**INSA Direction de la Recherche - Ecoles Doctorales – Quinquennal 2011-2015**

SIGLE	ECOLE DOCTORALE	NOM ET COORDONNEES DU RESPONSABLE
<b>CHIMIE</b>	<b>CHIMIE DE LYON</b> <a href="http://www.edchimie-lyon.fr">http://www.edchimie-lyon.fr</a>  Insa : R. GOURDON	<b>M. Jean Marc LANCELIN</b> Université de Lyon – Collège Doctoral Bât ESCPE 43 bd du 11 novembre 1918 69622 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72.43 13 95 <a href="mailto:directeur@edchimie-lyon.fr">directeur@edchimie-lyon.fr</a>
<b>E.E.A.</b>	<b>ELECTRONIQUE, ELECTROTECHNIQUE, AUTOMATIQUE</b> <a href="http://edeea.ec-lyon.fr">http://edeea.ec-lyon.fr</a>  Secrétariat : M.C. HAVGOUDOUKIAN eea@ec-lyon.fr	<b>M. Gérard SCORLETTI</b> Ecole Centrale de Lyon 36 avenue Guy de Collongue 69134 ECULLY Tél : 04.72.18 60 97 Fax : 04 78 43 37 17 <a href="mailto:Gerard.scorletti@ec-lyon.fr">Gerard.scorletti@ec-lyon.fr</a>
<b>E2M2</b>	<b>EVOLUTION, ECOSYSTEME, MICROBIOLOGIE, MODELISATION</b> <a href="http://e2m2.universite-lyon.fr">http://e2m2.universite-lyon.fr</a>  Insa : H. CHARLES	<b>Mme Gudrun BORNETTE</b> CNRS UMR 5023 LEHNA Université Claude Bernard Lyon 1 Bât Forel 43 bd du 11 novembre 1918 69622 VILLEURBANNE Cédex Tél : 04.72.43.12.94 <a href="mailto:e2m2@biomserv.univ-lyon1.fr">e2m2@biomserv.univ-lyon1.fr</a>
<b>EDISS</b>	<b>INTERDISCIPLINAIRE SCIENCES-SANTE</b> <a href="http://ww2.ibcp.fr/ediss">http://ww2.ibcp.fr/ediss</a>  Sec : Safia AIT CHALAL Insa : M. LAGARDE	<b>M. Didier REVEL</b> Hôpital Louis Pradel Bâtiment Central 28 Avenue Doyen Lépine 69677 BRON Tél : 04.72.68 49 09 Fax :04 72 35 49 16 <a href="mailto:Didier.revel@creatis.uni-lyon1.fr">Didier.revel@creatis.uni-lyon1.fr</a>
<b>INFOMATHS</b>	<b>INFORMATIQUE ET MATHEMATIQUES</b> <a href="http://infomaths.univ-lyon1.fr">http://infomaths.univ-lyon1.fr</a>	<b>M. Johannes KELLENDONK</b> Université Claude Bernard Lyon 1 INFOMATHS Bâtiment Braconnier 43 bd du 11 novembre 1918 69622 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72. 44.82.94 Fax 04 72 43 16 87 <a href="mailto:infomaths@univ-lyon1.fr">infomaths@univ-lyon1.fr</a>
<b>Matériaux</b>	<b>MATERIAUX DE LYON</b>  Secrétariat : M. LABOUNE PM : 71.70 –Fax : 87.12 Bat. Saint Exupéry <a href="mailto:Ed.materiaux@insa-lyon.fr">Ed.materiaux@insa-lyon.fr</a>	<b>M. Jean-Yves BUFFIERE</b> INSA de Lyon MATEIS Bâtiment Saint Exupéry 7 avenue Jean Capelle 69621 VILLEURBANNE Cédex Tél : 04.72.43 83 18 Fax 04 72 43 85 28 <a href="mailto:Jean-yves.buffiere@insa-lyon.fr">Jean-yves.buffiere@insa-lyon.fr</a>
<b>MEGA</b>	<b>MECANIQUE, ENERGETIQUE, GENIE CIVIL, ACOUSTIQUE</b>  Secrétariat : M. LABOUNE PM : 71.70 –Fax : 87.12 Bat. Saint Exupéry <a href="mailto:mega@insa-lyon.fr">mega@insa-lyon.fr</a>	<b>M. Philippe BOISSE</b> INSA de Lyon Laboratoire LAMCOS Bâtiment Jacquard 25 bis avenue Jean Capelle 69621 VILLEURBANNE Cedex Tél :04.72.43.71.70 Fax : 04 72 43 72 37 <a href="mailto:Philippe.boisse@insa-lyon.fr">Philippe.boisse@insa-lyon.fr</a>
<b>ScSo</b>	<b>ScSo*</b>  <b>M. OBADIA Lionel</b>  Sec : Viviane POLSINELLI Insa : J.Y. TOUSSAINT	<b>M. OBADIA Lionel</b> Université Lyon 2 86 rue Pasteur 69365 LYON Cedex 07 Tél : 04.78.69.72.76 Fax : 04.37.28.04.48 <a href="mailto:Lionel.Obadia@univ-lyon2.fr">Lionel.Obadia@univ-lyon2.fr</a>

\*ScSo : Histoire, Géographie, Aménagement, Urbanisme, Archéologie, Science politique, Sociologie, Anthropologie

*A mes parents et grands-parents*

*A ma grand-mère*

*A Juliette et Gabriel*

*A tous ceux qui me sont chers*

**Quand tu traverseras les eaux, je serai avec toi,  
les fleuves ne te submergeront pas.  
Quand tu marcheras au milieu du feu, tu ne te brûleras pas,  
la flamme ne te consumera pas.  
Parce que tu as du prix à Mes yeux,  
que tu as de la valeur  
et que Je t'aime.**

*(Livre d'Isaïe, 43:2, 43-4)*

## Remerciements

Cette thèse fait partie du projet EPAHT (Etude du Packaging de composants en carbure de silicium pour des Applications en électronique de puissance Haute Température) : elle a été réalisée au laboratoire Ampère de l'INSA de Lyon grâce au soutien financier de la Fédération Nationale de Recherche pour l'Aéronautique et l'Espace.

Je tiens à remercier tout d'abord mon directeur de thèse, Hervé Morel, pour l'indépendance qu'il m'a laissée au cours de ma thèse et les précieuses corrections qu'il a apportées à mon travail final.

J'adresse mes plus sincères remerciements à mon co-directeur de thèse, Cyril Buttay, qui a eu la lourde charge d'encadrer ma thèse durant ces trois années. Je le remercie pour sa patience et sa pédagogie qui m'ont permis d'appréhender une thématique de recherche qui m'était inconnue et de devenir autonome sur mon sujet. Je le remercie aussi pour toutes les soirées et les week-ends qu'il a passé à corriger mon manuscrit et ma présentation finale. Tu as joué un grand rôle dans l'accomplissement de ce travail et je t'en suis très reconnaissante. Une page ne suffirait pas pour te remercier de ton investissement et pour te témoigner de ma gratitude, alors je ferai court : merci pour tout.

Je remercie aussi Jean-François Barbot et Zoubir Khatir, rapporteurs de ma thèse, pour les corrections qu'ils m'ont transmises et qui m'ont permis d'apporter des améliorations à mon manuscrit. Je remercie Stéphane Azzopardi, Marie-Laure Locatelli et Régis Meuret d'avoir accepté d'être membre de mon jury de thèse et d'avoir apporté leurs éclairages, académique et industriel, sur mon travail.

Je remercie l'ensemble des membres du laboratoire Ampère que j'ai croisés lors de diverses manifestations internes et plus particulièrement les personnels du site INSA que j'ai pu côtoyer de près durant cette thèse. Ce fut une grande joie de vous voir si nombreux à ma soutenance et à mon repas de thèse. Votre présence, vos coups de téléphone et vos petits mots m'ont fait grand plaisir : merci du fond du cœur.

Je remercie plus particulièrement Sandrine et Maguy pour leur aide administrative en fin de thèse. Je remercie aussi Aude pour son efficacité dans la gestion de mes relations avec le CNRS tout au long de ma thèse. J'ai aussi une pensée pour Abder et pour nos conversations « philosophiques » sur la fin de ma thèse. Merci à Pierre pour son aide précieuse sans laquelle je n'aurais peut-être pas trouvé de salle pour ma soutenance !

Je remercie l'ensemble des post-doctorants et des doctorants croisés lors de ma thèse à Ampère pour leur joie et leur bonne humeur. Je remercie plus particulièrement Khalil pour son soutien en fin de thèse (c'est bientôt ton tour !), Stan pour nos discussions scientifiques sur le frittage d'argent, Bassem pour certaines images MEB et analyses EDX, Rémi pour nos conversations politiques : merci d'avoir partagé tes idées, Benoît pour tous les bons moments partagés (et les nombreux verres vidés !) ensemble ici et surtout ailleurs : merci à toi d'être venu depuis Grenoble.

Cette thèse n'aurait pas eu la même saveur sans Jean-François : merci pour ton soutien, ton amitié fraternelle et ta présence jusqu'à la dernière seconde avant ma soutenance. Merci pour tout le temps que tu m'as accordé et pour la richesse de nos échanges (pas toujours) scientifiques qui ont si souvent contribué à me changer les idées. J'espère que tu garderas de ces moments d'aussi bons souvenirs que moi : de toute façon, tu sais comment me joindre !

Je remercie enfin mes deux co-bureaux avec lesquels j'ai eu la chance de partager mon espace de travail. Merci à Gabriel pour sa gentillesse, sa patience, son écoute et tous ses judicieux conseils qui me seront d'une grande aide j'en suis certaine : bonne chance à toi pour ta reconversion dans la tomate et la fraise bio. Je remercie enfin Nicolas pour nos discussions culinaires qui m'ont presque donné envie de me mettre à la cuisine : bon courage pour tes projets futurs.

Cette thèse a aussi été l'occasion de représenter mes pairs au sein de différentes instances de l'INSA de Lyon : je remercie les membres de l'ADIL (Association des Doctorants de l'INSA de Lyon) de m'avoir investie ainsi que tous les doctorants qui m'ont accordé leur confiance lors des élections au Conseil d'Administration puis au Conseil Scientifique. J'espère avoir répondu dignement à vos attentes en siégeant en votre nom dans les différents conseils et commissions de l'INSA de Lyon.

Au cours de ma thèse, je me suis engagée dans divers mouvements qui ont été une source d'épanouissement et qui m'ont été d'un grand soutien. Je remercie les membres du Sappel et du Valdocco qui oeuvrent sans relâche pour les enfants en souffrance. Tous les moments passés avec ces enfants sont une source de joie et d'espérance : merci à eux pour leur affection et leur gaieté.

Je remercie aussi tous les membres de l'équipe communication de la Pastorale des Jeunes du diocèse de Lyon et en particulier Claire, Lionnel, Vesna et le P Eric Mouterde, vicaire épiscopal, pour leur accueil au sein du groupe et pour tous les bons moments que nous avons passé ensemble au service de l'Eglise. Eric, merci pour ta confiance et ton dynamisme. Plus largement, j'ai une pensée pour tous ceux que j'ai eu la joie de rencontrer dans le cadre de ces activités et qui m'ont témoigné leur soutien et qui m'ont portée dans leurs prières. Merci à vous et que vos marques d'affection ne s'effacent jamais de mon cœur.

Je remercie les Jeunes Populaires du Rhône et en particulier ceux de la quatrième circonscription (Romain, Charlotte et bien d'autres) pour la confiance qu'ils m'ont accordée et pour leurs encouragements : merci pour tout ! Que de beaux souvenirs de campagne avec vous il me restera.

Je remercie enfin tous mes amis proches (Antoine, Khokha, Véronique, Virginie) pour leur écoute et pour m'avoir changé les idées tout au long de cette thèse. Merci à vous.

Je remercie ma famille pour son soutien et sa patience pendant tous ces longs mois. Je remercie tout particulièrement mes parents auxquels je voue une grande reconnaissance pour tout ce qu'ils ont fait pour moi. Je remercie aussi ma sœur Carole et Rémi, son mari, pour tous les moments heureux que nous avons partagés pendant ces trois années. J'ai enfin une pensée émue pour Juliette et Gabriel qui ont ponctué ma thèse de leurs premières fois : premiers rires, premiers pas, premiers mots... Merci à eux d'être une source de joie inépuisable et de m'avoir si souvent rendu le sourire !

Quarante jours de tentation pour Jésus, quarante ans d'errance pour le peuple hébreu, quarante mois de travail jusqu'à cette soutenance, quarante comme le nombre de l'accomplissement. Une page se tourne aujourd'hui et je remercie Dieu d'avoir toujours été pour moi un refuge dans les joies et les peines que j'ai traversées durant cette thèse. Qu'Il me donne la grâce de toujours me souvenir que son Amour est miséricordieux et qu'Il me garde dans sa joie malgré les épreuves de la vie.

Un nouveau chapitre de ma vie commence et je terminerai en remerciant tous ceux qui, d'une façon ou d'une autre sont déjà là pour m'aider à l'écrire en m'accordant toute leur confiance, leur amitié et leur soutien.





# Table des matières

<b>table des symboles</b>	<b>xiii</b>
<b>table de grandeurs physiques</b>	<b>xv</b>
<b>Introduction</b>	<b>1</b>
<b>1 Etat de l'art</b>	<b>5</b>
1.1 Electronique de puissance . . . . .	5
1.1.1 Généralités . . . . .	5
1.1.2 Intérêts des systèmes d'électronique de puissance . . . . .	9
1.1.3 Enjeux de la haute température et applications en électronique de puissance . . . . .	10
1.2 Module de puissance . . . . .	20
1.2.1 Définitions et généralités . . . . .	20
1.2.2 Les puces électroniques . . . . .	21
1.2.3 Le substrat isolant . . . . .	23
1.2.4 La semelle . . . . .	26
1.2.5 Le système de refroidissement . . . . .	27
1.2.6 Le boîtier . . . . .	27
1.2.7 L'encapsulant . . . . .	27
1.2.8 Les brasures . . . . .	29
1.2.9 Les connexions internes . . . . .	38
1.2.10 Les connexions externes . . . . .	40
1.2.11 Fiabilité des modules de puissance . . . . .	40
1.3 Le frittage d'argent . . . . .	42
1.3.1 Le frittage . . . . .	42
1.3.2 Les différentes étapes du frittage en phase solide . . . . .	43
1.3.3 Aspects thermodynamiques : la force motrice du frittage . . . . .	47
1.3.4 Les paramètres d'influence du frittage . . . . .	48
1.3.5 Le frittage de métaux . . . . .	49
1.3.6 Analyse des joints frittés . . . . .	51
1.3.7 Le frittage de micropâtes d'argent . . . . .	51
1.3.8 Le frittage de nanoparticules d'argent . . . . .	53
1.3.9 Le frittage de nanoparticules à température ambiante . . . . .	56
1.3.10 Conclusion sur le frittage . . . . .	56
1.4 La brasure en phase liquide transitoire (Transient Liquid Phase Bonding) . . . . .	57

1.4.1	Définition et Généralités . . . . .	57
1.4.2	Le substrat . . . . .	59
1.4.3	La couche d'apport . . . . .	59
1.4.4	Le mouillage . . . . .	60
1.4.5	Le mouillage en conditions réelles . . . . .	62
1.4.6	Modélisation de la solidification isotherme et de l'homogénéisation à l'état solide . . . . .	63
1.4.7	Description des différentes étapes du TLPB . . . . .	64
1.4.8	Applications aux attaches de puces . . . . .	66
1.5	Conclusion . . . . .	67
<b>2</b>	<b>Le frittage de nanopâtes d'argent</b>	<b>69</b>
2.1	Essais préliminaires . . . . .	70
2.1.1	Réalisation de véhicules de test . . . . .	70
2.1.2	Frittage de la nanopâte d'argent sans pression . . . . .	72
2.2	nanopâtes d'argent : état de l'art sur l'optimisation du frittage . . . . .	74
2.2.1	Influence des conditions expérimentales . . . . .	75
2.3	Mode opératoire . . . . .	78
2.3.1	Les puces . . . . .	79
2.3.2	Les substrats . . . . .	79
2.3.3	La machine de sérigraphie . . . . .	81
2.3.4	La presse chauffante . . . . .	81
2.3.5	Coupes métallographiques . . . . .	83
2.3.6	Le banc de cisaillement . . . . .	83
2.3.7	Réalisation des véhicules de test . . . . .	83
2.4	Optimisation du process de frittage de puces SiC . . . . .	87
2.4.1	Tenue mécanique des assemblages . . . . .	87
2.4.2	Effet du scrubbing : série A' et B . . . . .	91
2.4.3	Effet de la rugosité du substrat : série A' et E . . . . .	92
2.4.4	Effet de la nature de la métallisation : séries A', C et D . . . . .	94
2.4.5	Effet de l'épaisseur du dépôt de pâte : séries A', D, E, F, N, O et T . . . . .	97
2.4.6	Conclusion sur la réalisation d'attaches de puces 2,7×2,7 mm <sup>2</sup> . . . . .	104
2.5	Réalisation de deux attaches de puces simultanées . . . . .	105
2.6	Assemblage d'une puce 12,7×12,7 mm <sup>2</sup> sur DCB . . . . .	108
2.7	Conclusion . . . . .	112
<b>3</b>	<b>La brasure en phase liquide transitoire (Transient Liquid Phase Bonding)</b>	<b>115</b>
3.1	Description . . . . .	115
3.2	Métallisations des wafers . . . . .	116
3.2.1	Métallisation du premier run de wafers . . . . .	116
3.2.2	Métallisation du deuxième run de wafer . . . . .	118
3.3	Essais préliminaires . . . . .	124
3.3.1	Mode opératoire . . . . .	124

---

3.3.2	Analyse des résultats . . . . .	125
3.4	Influence des paramètres expérimentaux . . . . .	125
3.4.1	Influence de la température . . . . .	127
3.4.2	Influence de la pression . . . . .	129
3.4.3	Influence de la durée d'assemblage . . . . .	130
3.4.4	La surface de la préforme . . . . .	132
3.5	Conclusion sur le TLPB . . . . .	134



# Table des symboles

Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Alumine
AlN	Nitride d'aluminium
AMB	Active Metal Brazing
CALCE	Center for Advancing Life Cycle in Engineering
CO	Oxyde de carbone
CO <sub>2</sub>	Dioxyde de carbone
Co	Cobalt
CPES	Center for Power Electronics System
CTE	Coefficient of Thermal Expansion (ppm/°C)
DAB	Direct Aluminium Bonded
DCB	Direct Copper Bonded
ECPE	European Center for Power Electronics
ETRAS	Electrical Thrust Reverser Actuation System
HC	Hydrocarbures
EHA	Electronic Hydrostatic Actuators
HIMRATE	High-temperature IGBT- and Mosfet-modules for Railway traction and Automotive Electronic application
IGBT	Insulated Gate Bipolar Transistor
JFET	Junction Field Effect Transistor
Mo	Molybdène
MEB	Microscopie Electronique à Balayage
MOET	More Open Electrical Technologies
MOS	Metal Oxide Semiconductor
MOSFET	Metal Oxide Semiconductor Field Effect Transistor
NO <sub>x</sub>	Composés chimiques formés d'azote et d'oxygène
TLPB	Brasure en phase liquide transitoire (Transient Liquid Phase Bonding)
LTJT	Techniques d'attaches basse température (Low Temperature Joining Techniques)
Ni	Nickel
PBB	Polybromobiphényles
PBDE	Polybromodiphényléthers
PEEK	Polyétheréthercétone
POA	Power Optimized Aircraft
PTFE	Polytétrafluoroéthylène

RoHS	Restriction of the use of certain Hazardous Substances in electrical and electronic equipment
RTCA	Radio Technical Commission for Aeronautics
SiC	Carbure de silicium
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Nitride d'aluminium
SMI	Substrat Métallique Isolé
SO <sub>2</sub>	Dioxyde de soufre
US	Ultrasons
Viton	Polymère résistant à la chaleur
W	Tungstène

# Table de grandeurs physiques

A	Aire de la surface de diffusion ( $m^2$ )
$A_{ss}$	Aire de l'interface solide-solide ( $m^2$ )
$A_{sv}$	Aire de l'interface solide-vapeur ( $m^2$ )
$\alpha$	Angle de raccordement entre deux grains ( $^\circ$ )
$\alpha_e$	Valeur maximale de l'angle de raccordement ( $^\circ$ )
G	Enthalpie libre (J/mole)
$\gamma$	Tension superficielle ou énergie de surface ( $J/m^2$ )
$\gamma_{lv}$	Tension superficielle liquide-vapeur ( $J/m^2$ )
$\gamma_{ss}$	Tension superficielle solide-solide ( $J/m^2$ )
$\gamma_{sv}$	Tension superficielle solide-vapeur ( $J/m^2$ )
j	Densité de flux de matière (moles/ $m^2/s$ )
M	Volume molaire ( $m^3/mol$ )
p	Porosité
r	Rayon du grain (m)
$R_w$	Facteur correctif de Wenzel
S	Paramètre d'étalement ( $J/m^2$ )
t	Temps (s)
$\theta$	Angle de contact entre liquide et solide ( $^\circ$ )
V	Volume ( $m^3$ )
$V_p$	Volume des pores ( $m^3$ )
$V_{ponts}$	Volume des ponts ( $m^3$ )
$V_T$	Volume total de la pièce après frittage ( $m^3$ )
W	Travail (J)





# Introduction

## Le projet EPAHT

Les modules de puissance sont aujourd'hui présents dans de nombreux systèmes électroniques. Un des enjeux majeurs est de pouvoir étendre leur utilisation à des environnements sévères comme la haute température (à partir de 200 °C de température ambiante). En effet, la chaleur est l'une des contraintes majeures à laquelle est confronté un module de puissance car il subit des variations de température de forte amplitude (plusieurs centaines de degrés celsius) qui sont dues à la température ambiante (cyclage passif) et parfois aussi à l'échauffement des composants lors de leur fonctionnement (cyclage actif). Le développement de modules de puissance haute température a longtemps été freiné par la tenue en température des composants silicium. Depuis 2001, des composants SiC sont disponibles sur le marché et il est désormais envisageable de fabriquer des modules haute température pour répondre à des besoins dans le domaine aéronautique, automobile ou pétrolier. Le point bloquant est actuellement l'environnement de la puce (packaging) mais aussi la fiabilité des composants qui est peu connue. Le projet EPAHT (Etude du Packaging de composants SiC pour l'électronique de puissance Haute Température) a pour objectif la fabrication d'un module de puissance contenant des composants SiC et pouvant fonctionner à haute température. Il a été subdivisé en cinq fiches de lot réalisées à Ampère et au laboratoire LAPLACE, partenaire de ce projet :

1. le report de puce
2. la caractérisation des composants SiC
3. le substrat
4. l'encapsulation
5. la réalisation d'un démonstrateur

J'ai effectué ma thèse au sein de groupe EPI (Electronique de Puissance et Intégration) dont les thématiques de recherche sont orientées vers la simulation, la modélisation et la fabrication de composants d'électronique de puissance (silicium, SiC, GaN). Je me suis focalisée sur le report de puces, c'est à dire à la réalisation d'une attache entre la face arrière de la puce et le substrat. Cette étude est à l'interface entre l'électronique de puissance et le domaine des matériaux. Le travail réalisé est complémentaire de l'activité composants du groupe et va permettre à terme de maîtriser toutes les étapes de fabrication d'un module et de packager les puces produites au sein du laboratoire. Actuellement, l'intégrité de l'assemblage puce-substrat est assurée par des brasures dont la température de fusion est limitée

(moins de 300°C). Cette thèse porte sur les alternatives aux brasures classiques : la caractéristique principale de ces techniques est d'être réalisées à une température bien plus basse que leur température de fusion. Il n'y a pas de passage de l'attache à l'état liquide et la température d'assemblage limitée évite la dégradation du composant. Deux techniques, le frittage de nanopâtes d'argent ainsi que la brasure en phase liquide transitoire (Transient Liquid Phase Bonding), qui font partie des techniques d'attaches de puces basse température (Low Temperature Joining Techniques) seront particulièrement étudiées dans cette thèse.

## L'attache de puce

Cette thèse se compose de trois parties : une bibliographie puis deux chapitres détaillant la mise en œuvre des techniques retenues pour la réalisation des joints et discutant les résultats expérimentaux.

Du fait de son interdisciplinarité, cette thèse présente un état de l'art détaillé qui s'attache tout d'abord à la description de l'électronique de puissance et des modules de puissance. Cette partie décrit ensuite les challenges de l'électronique de puissance haute température et son intérêt dans les domaines industriels comme l'aéronautique, le forage pétrolier ou l'automobile. L'état de l'art sur le frittage de nanopâtes d'argent et sur le TLPB présente une approche théorique du frittage et les résultats expérimentaux déjà publiés pour cette technique. De même, la bibliographie sur le TLPB reprend des considérations théoriques (mouillage et loi de diffusion) et les principaux résultats disponibles à ce jour.

Le second chapitre aborde le travail expérimental réalisé sur le frittage de nanopâtes d'argent. Une procédure de frittage reproductible et fiable a été mise au point en utilisant des puces non-fonctionnelles (diode SiC SiCED) et en faisant varier de nombreux paramètres expérimentaux. Pour chaque jeu de paramètres, au moins six véhicules de test ont été assemblés et caractérisés (images MEB et test de cisaillement). L'objectif étant d'obtenir des attaches de puces présentant de bonnes performances (notamment aux tests de cisaillement) mais également de vérifier que la dispersion des résultats est la plus faible possible entre les échantillons d'une même série. Nous verrons en effet que certains paramètres expérimentaux ont une influence non négligeable sur la reproductibilité des résultats. Ce chapitre présente aussi une caractérisation des attaches en microscopie.

Le dernier chapitre est consacré à la brasure en phase liquide transitoire (Transient Liquid Phase Bonding). Cette méthode nécessite une préparation particulière des surfaces : il a fallu réaliser une étape préliminaire de métallisation avant de pouvoir réaliser le joint. Compte-tenu de l'impossibilité technique d'effectuer des dépôts épais sur des puces industrielles, nous avons dû métalliser un wafer de silicium complet. La principale difficulté a tout d'abord été de trouver la barrière de diffusion adaptée pour éviter la migration du silicium dans le joint puis de mettre au point une procédure de recuit efficace contre la délaminage du film métallique. La métallisation du wafer est donc un point largement décrit car la présence d'une couche épaisse d'or 10  $\mu\text{m}$  est indispensable pour la fabrication d'un joint. Tous les essais ont été menés sur des puces non-fonctionnelles réalisées au laboratoire

et l'influence des paramètres expérimentaux comme la température, la pression ou la durée du processus d'attache a été étudiée. L'impact des conditions expérimentales ainsi que la qualité de l'attache finale ont été évalués grâce à des images en microscopie optique et en microscopie électronique à balayage.



# Chapitre 1

## Etat de l'art

### 1.1 Electronique de puissance

#### 1.1.1 Généralités

L'électronique de puissance englobe tous les dispositifs électroniques qui permettent de moduler et de convertir l'énergie électrique. L'électronique de puissance s'intéresse aux composants électroniques, aux convertisseurs et à la commande de ces derniers. Pour cela, elle fait appel à de puissants outils de simulation et de caractérisation et s'appuie sur d'autres disciplines scientifiques [Ber08, All06] comme la chimie, la physique ou les mathématiques (voir figure 1.1).

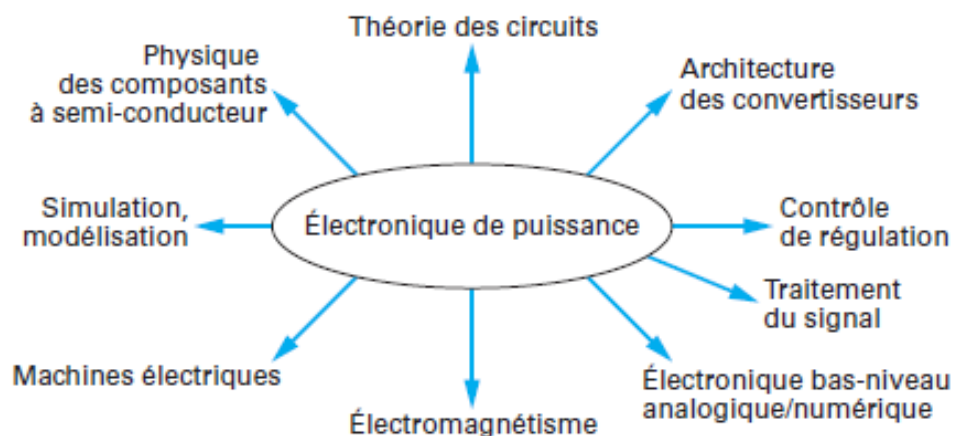


FIGURE 1.1 – Schéma général de description de l'électronique de puissance [All06].

On dispose actuellement de plusieurs types de convertisseurs (voir figure 1.2) constitués de différents composants électroniques et qui sont chacun associés à une fonction particulière que les recherches en électronique de puissance ont pour objectif d'améliorer et de rendre plus fiables.

Apparus au début du XX<sup>e</sup> siècle, les composants de puissance n'ont cessé de se développer et de se diversifier [Heu90]. On peut classer les composants de puissance en trois grandes catégories (voir figure 1.3) selon l'ordre chronologique de leur apparition :

1. les tubes à vide ;

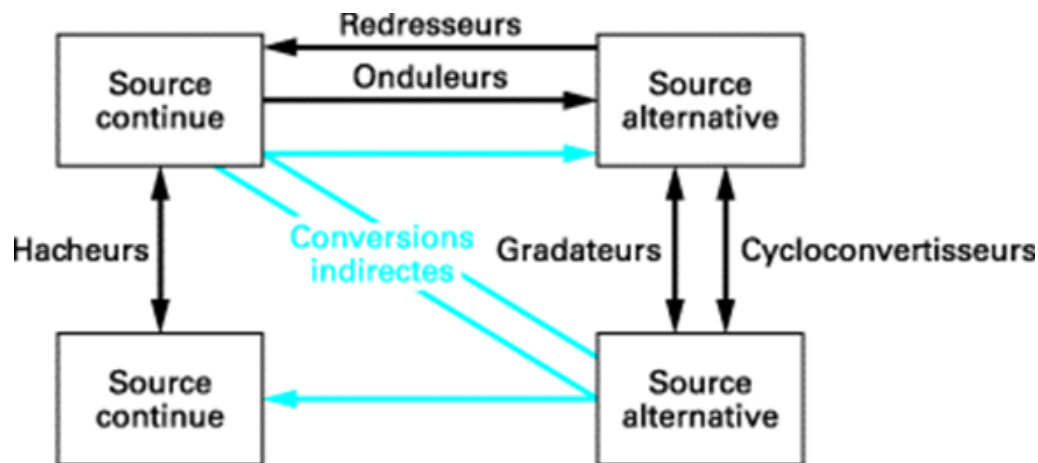


FIGURE 1.2 – Les différents types de conversion utilisés en électronique de puissance : continu-continu, continu-alternatif, alternatif-alternatif et alternatif-continu [All06].

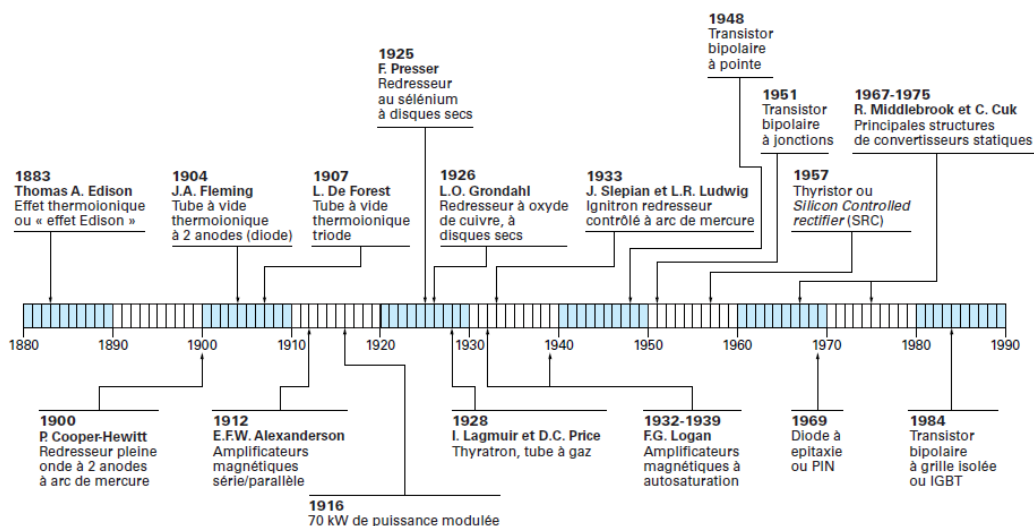


FIGURE 1.3 – Chronologie de l'évolution des composants de puissance [All06].

2. les amplificateurs magnétiques ;
3. les semi-conducteurs de puissance.

### Les tubes à vide

Les tubes à vide sont des composants électroniques actifs qui jouent le rôle de redresseurs de courant et d'amplificateurs de signal [All06]. Premiers composants d'électronique de puissance à voir le jour, ils sont apparus en 1904 et ont été supplantés par les semi-conducteurs de puissance dans la seconde partie du vingtième siècle [Hof83]. Cependant, les tubes à vide ont encore des applications marginales dans les domaines des très fortes puissances et des hyperfréquences ainsi que dans les zones présentant un champ électromagnétique élevé auquel ils sont peu sensibles. Un tube à vide se présente sous la forme d'une ampoule de verre (plus rarement de métal ou de céramique) contenant au moins une cathode et une anode : la

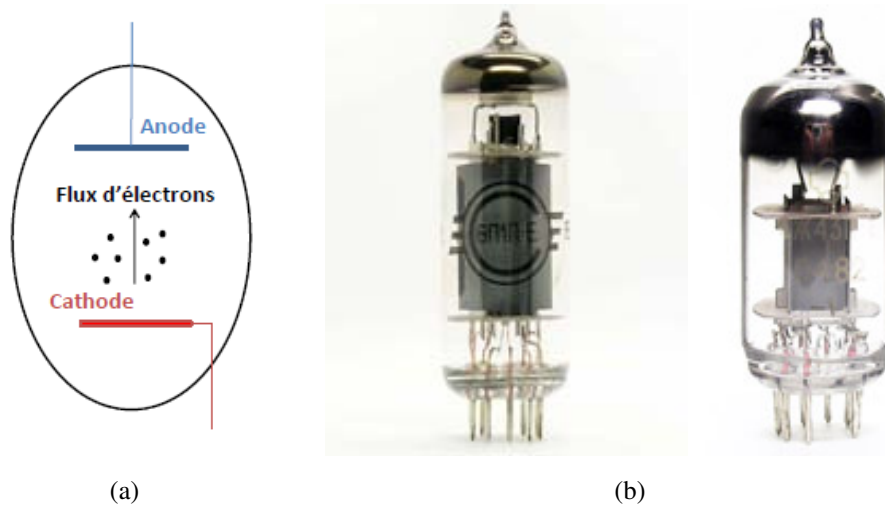


FIGURE 1.4 – Principe de fonctionnement d'un tube à vide (a) et photos d'une tétrode et d'une pentode (b).

cathode est chauffée par un filament (chauffage indirect) ou directement par le passage d'un courant alternatif (chauffage direct) afin de produire un flux d'électrons. Une fois créés, les électrons se déplacent alors vers l'anode qui est placée à l'autre extrémité du tube : les électrons ne peuvent être attirés par la cathode et le courant n'est donc conduit que dans un seul sens (voir figure 1.4(a)).

Le tube à vide le plus simple est constitué de deux plaques (cathode et anode) : c'est une diode. En 1904, le premier tube électronique est créé par Fleming : il s'agit d'une diode à chauffage indirect qui assure la fonction de redresseur de courant. La modulation du courant est par la suite obtenue par l'intercalage d'une grille métallique entre l'anode et la cathode qui limite le nombre d'électrons captés par l'anode : c'est une triode. La première triode, appelée Audion, a été mise au point en 1907 par De Forest. Différentes améliorations de la triode ont permis de limiter les phénomènes d'oscillations (par l'ajout d'une grille écran, on parle alors de tétrode) et le retour des électrons secondaires sur la cathode en utilisant une grille d'arrêt : on obtient alors une pentode (voir figure 1.4(b)).

Le principal défaut des tubes à vide est la formation d'ions parasites dus à une mauvaise étanchéité du tube ou à l'ionisation des métaux de l'anode ou de la cathode. Entre 1928 et 1933, les tubes à vapeur métalliques et à gaz ont été développés : un courant reçu par la grille provoque la formation d'un plasma dans le gaz ce qui entraîne la circulation d'un fort courant entre deux anodes. Les tubes à vapeur sont utilisés pour le redressement du courant alternatif [All06].

### Les amplificateurs magnétiques

Les amplificateurs magnétiques ont vu le jour en 1912 [Ale16], parallèlement au développement des tubes à vide. Leur principale application s'est faite dans le domaine de la radiotéléphonie. En 1916, les amplificateurs magnétiques peuvent moduler des hautes puissances jusqu'à 70 kW permettant l'établissement de la première liaison radio entre les USA et la France. Peu à peu remplacés par des tubes



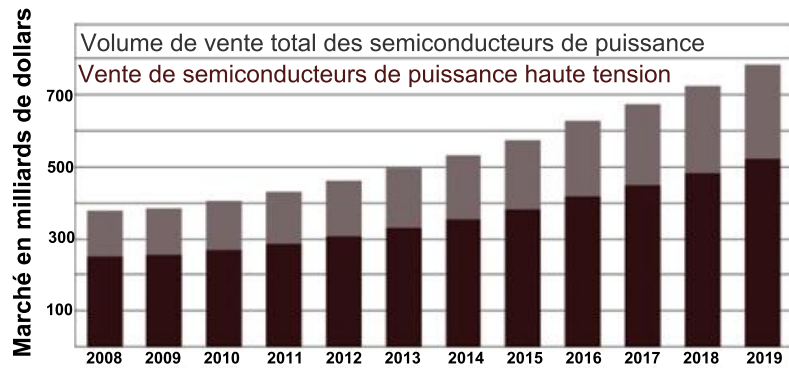


FIGURE 1.5 – Evolution du marché des semiconducteurs de puissance (en millions de dollars) et prévision des ventes pour les prochaines années [ppd10].

à vide, les amplificateurs magnétiques ont été largement utilisés à bord des bateaux de guerre lors de la seconde guerre mondiale notamment en raison de leur fragilité moindre par rapport aux tubes électroniques et grâce à l'utilisation de nouveaux matériaux magnétiques [Log48].

### Les semi-conducteurs de puissance

Les semi-conducteurs de puissance sont le dernier type de composants apparus sur le marché au sortir de la deuxième guerre mondiale rendant obsolètes les amplificateurs magnétiques et les tubes à vide [Ras01]. Un semi-conducteur est un matériau dont les propriétés électriques sont intermédiaires entre celles d'un isolant et celles d'un métal. La conduction électrique s'effectue par la formation de paires électron-trou, les trous résultant du passage d'électrons de la bande de valence à la bande de conduction. La conduction électrique peut être contrôlée en dopant le matériau semiconducteur. Les diodes, les transistors bipolaires et les thyristors en silicium, qui permettaient de contrôler des courants et des tensions élevés, sont les premiers composants de puissance commercialisés. Dans les années 1970, l'apparition de structures de type MOS (Metal-Oxyde-Semi-conducteur) aboutit à la fabrication de transistors MOSFET qui supplanteront rapidement les transistors bipolaires pour les applications à faible puissance nécessitant une miniaturisation (ordinateur portable, téléphone portable, micro-électronique). Les avancées technologiques les plus marquantes sont récentes ce qui explique l'envolée du marché des semi-conducteurs de puissance dans les depuis quelques années (voir figure 1.5). On citera par exemple la commercialisation en 1985 du premier transistor IGBT (Insulated Gate Bipolar Transistor, [Bal84]) ou du thyristor GTO (Gate Turn-Off) en 1990 (voir figure 1.3).

La recherche d'une meilleure fiabilité et d'une tenue en environnement extrême (haute température, forte puissance et haute tension) a orienté les recherches vers de nouveaux matériaux à grand gap : ainsi les premières diodes en carbure de silicium (SiC) ont été commercialisées en 2001 par Infineon et de nombreuses études sur le diamant [Civ09] sont actuellement en cours. Des recherches sont aussi menées pour fabriquer des composants à base de gallium (nitrure de gallium, GaN [Pea00]) et des composants en arséniure de gallium (GaAs) pour des applica-

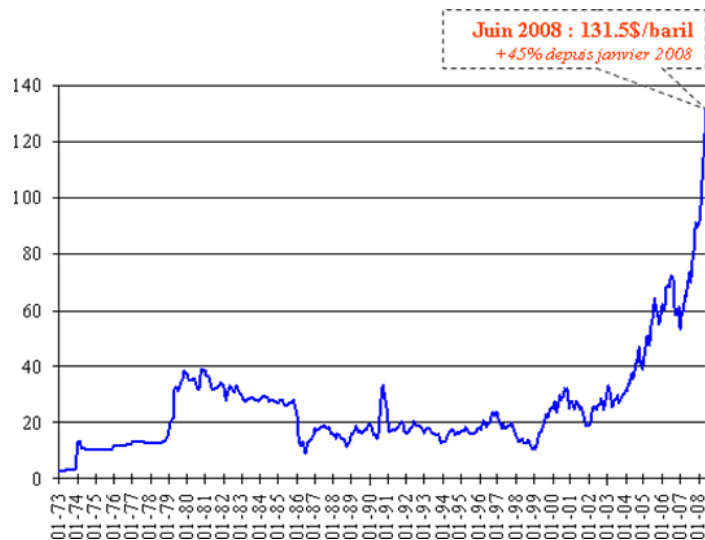


FIGURE 1.6 – Evolution du cours mondial du pétrole brut en dollars constants par baril entre 1973 et 2008 [unc08].

tions particulières comme les hyperfréquences sont commercialement disponibles. Dans la suite de cette thèse, nous ne nous intéresserons qu'aux semi-conducteurs de puissance.

### 1.1.2 Intérêts des systèmes d'électronique de puissance

L'électronique de puissance permet de convertir et de contrôler les apports d'énergie électrique : les systèmes d'électronique de puissance sont aujourd'hui largement utilisés dans l'industrie car ils sont économiques, écologiques et peu coûteux à entretenir [Bou08, Fil01]. L'augmentation régulière du prix des matières premières d'origine fossile (voir figure 1.6), associée à la raréfaction annoncée du pétrole poussent les industriels à se tourner vers d'autres types d'énergie et à utiliser de plus en plus fréquemment des dispositifs électriques pour la traction ou la commande d'auxiliaires afin de diminuer les coûts d'utilisation.

La nécessité d'utiliser des énergies alternatives au pétrole s'explique aussi par des considérations écologiques : ainsi, la France s'est engagée à diminuer ses émissions de gaz à effets de serre ( $\text{CO}$ ,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{NO}_x$ ) lorsqu'elle a ratifié le protocole de Kyoto entré en vigueur en 2005. L'objectif est de ramener en 2012 les rejets de gaz polluants en deça du niveau de 1990 considérée comme l'année de référence [unf11]. On observe d'ores et déjà une baisse des émissions de gaz à effets de serre puisque les rejets en 2010 sont inférieurs de 10,7 % à ceux de 1990 [eea11]. Bien que le protocole de Kyoto ne s'applique ni au transport aérien ni à l'armée, les entreprises aéronautiques françaises se sont engagées lors du Grenelle de l'environnement en 2008 à faire baisser de moitié leurs émissions de  $\text{CO}_2$  d'ici 2020 [gre11]. Pour cette même échéance, la recherche européenne s'est fixée des objectifs encore plus ambitieux et table sur une diminution de 50 % des émissions de  $\text{CO}_2$  et de 80 % de celles des  $\text{NO}_x$ . Dans l'automobile par exemple, l'objectif est de passer d'une émission moyenne de 176 g/km (Europe) ou de 136 g/km (France) à 130 g/km en 2012 pour les véhicules particuliers et les véhicules commerciaux lé-

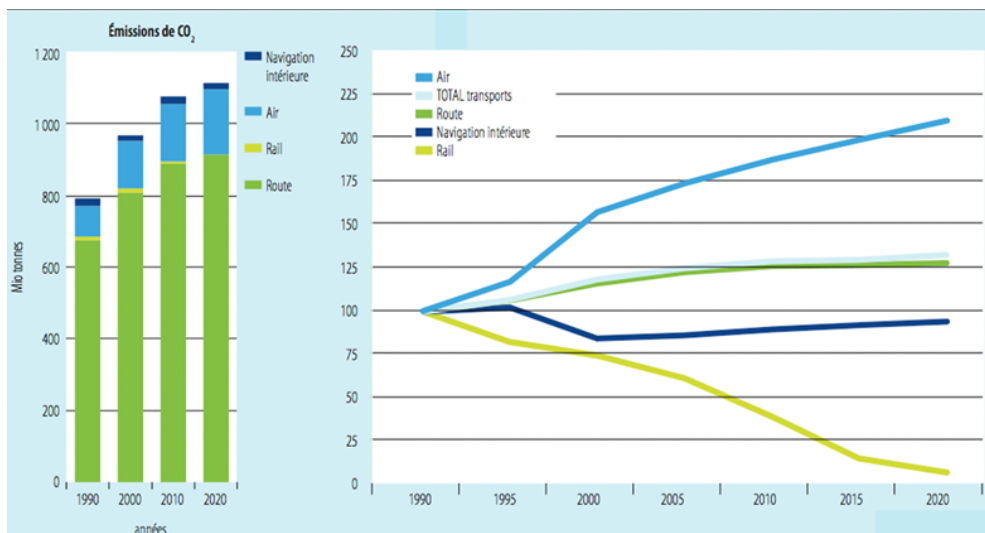


FIGURE 1.7 – Evolution des rejets de CO<sub>2</sub> en Europe en fonction du mode de transport [eea11]. On observe une augmentation constante des rejets en CO<sub>2</sub> liés au transport depuis 1990.

gers. L'effort important de réduction des émissions de gaz à effets de serre demandé au secteur automobile s'explique par la part prépondérante de ses rejets sur le total des émissions (voir figure 1.7).

L'atteinte de ces objectifs passe inévitablement par le remplacement du parc automobile et avionique par de nouveaux appareils utilisant des technologies moins consommatrices d'énergie d'origine fossile. Enfin, les systèmes d'électronique de puissance présentent une meilleure maintenabilité que les systèmes hydrauliques ou pneumatiques permettant d'améliorer la sécurité et de diminuer les coûts d'exploitation [Ros07].

### 1.1.3 Enjeux de la haute température et applications en électronique de puissance

#### La haute température

La haute température ainsi que les variations de température sont les contraintes majeures que subissent les systèmes d'électronique de puissance. En effet, ces derniers peuvent être soumis à une température ambiante très chaude et/ou à des variations de température qui risquent de les dégrader. Ces changements de température sont dus à l'environnement (cyclage passif) et à l'échauffement des composants lors de leur fonctionnement (cyclage actif) [All05]. L'une des principales difficultés dans le développement des modules de puissance réside dans la tenue à la température des différents matériaux (semi-conducteurs, métaux, polymères, céramiques, (voir figure 1.8) qui constituent un module [Won99, McC98, Che97, Sie01, Dup06, Abt00].

L'utilisation de systèmes d'électronique de puissance a été impulsée dès les années 1950 par le gouvernement américain dans le cadre de programmes spatiaux. On a observé une multiplication des programmes de recherche à la suite des chocs

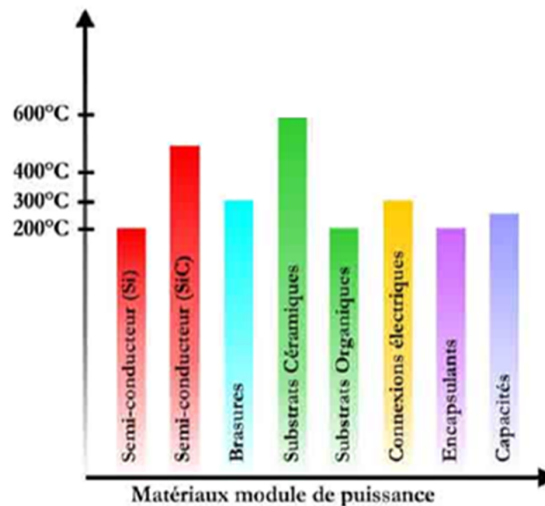


FIGURE 1.8 – Tenue en température des matériaux constituant un module de puissance classique [Dup06].

pétroliers de 1976. La dernière décennie a été très fortement marquée par un regain d'intérêt pour l'électronique de puissance et en particulier pour des applications haute température se traduisant par une recherche florissante que ce soit dans l'industrie, dans le secteur académique ou au sein de consortiums public-privé. On peut notamment citer :

- Le CPES (Center for Power Electronics Systems) qui regroupe cinq universités (dont le Virginia Tech) et environ soixante entreprises privées. Créé en 1998, ses thématiques de recherche sont notamment l'intégration à haute densité de puissance, la conception de composants de puissance et l'étude de leur vieillissement pour des secteurs comme l'automobile, l'avionique ou l'armée [cpe09] ;
- Le CALCE (Center for Advancing Life Cycle in Engineering) qui rassemble près de trente laboratoires universitaires et de nombreuses entreprises internationales est né en 1985 sous l'impulsion de l'armée américaine. Ce centre de recherche s'intéresse principalement à la fiabilité des composants électroniques et leur intégration avec un intérêt particulier pour les technologies sans plomb. Ses domaines de recherches couvrent tous les secteurs industriels : automobile, avionique, aérospatial, informatique, industrie pétrolière et gazière, armée, télécommunications [cal09] ;
- L'ECPE (European Center for Power Electronics) : créé en 2003, ce centre est constitué d'un groupement de laboratoires de recherche européens et d'industriels [ecp11]. L'objectif est le transfert de connaissances dans tous les domaines de l'électronique de puissance en Europe. Les principales thématiques de recherches sont les systèmes d'électronique de puissance et leur intégration notamment en environnements sévères (haute température et haute tension).

Ce nouvel engouement pour l'électronique de puissance appliquée à la haute température s'explique par deux facteurs majeurs [Ros07] :

- la volonté de diminuer les coûts de fonctionnement en limitant la consom-

Type d'application	Exemples	Température maximale (°C)
Moteur	Unité de contrôle du moteur, système d'injection électronique de carburant	850
Sécurité	ABS, Airbag	110
Confort	Contrôle de la climatisation, sièges et vitres électriques	85
Télécommunications	Radio, GPS, lecteur CD	80
Démarrage	Batterie, alternateur	150

TABLE 1.1 – Exemple de systèmes électroniques dans l'automobile, d'après [Joh04b].

tion d'énergie fossile ;

- les progrès réalisés dans le domaine des semi-conducteurs avec notamment l'apparition sur le marché de composants en SiC adaptés à des températures élevées et à la montée en fréquence.

Outre la température, d'autres facteurs comme les chocs, les vibrations ou la sensibilité aux ondes électromagnétiques diminuent la fiabilité d'un module d'électronique de puissance et doivent être prises en compte lors de sa conception.

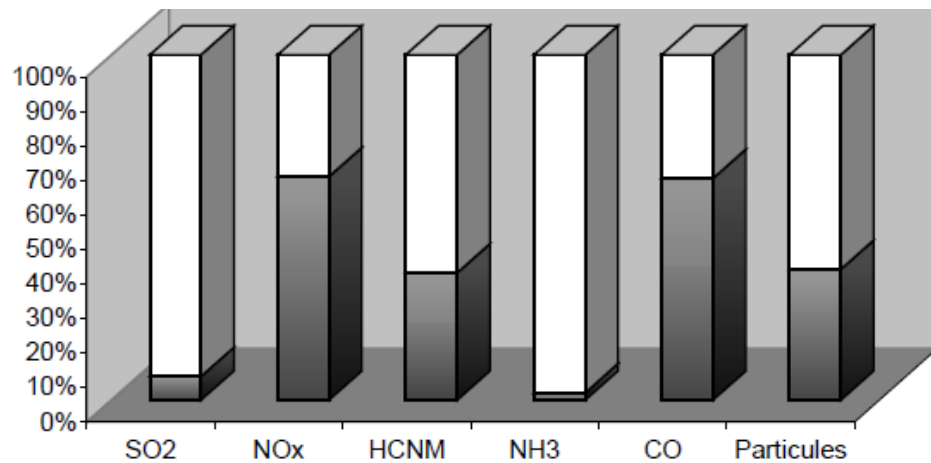
### Applications à l'automobile

Le nombre de voitures dans le monde est estimé à 550 millions d'unités dont plus de 32 millions en France. L'émergence de nouveaux pays comme la Chine ou l'Inde ne font qu'accroître le nombre de véhicules en circulation et de ce fait, la pollution atmosphérique. Les rejets automobiles sont multiples : oxydes d'azote ( $\text{NO}_x$ ), monoxyde de carbone (CO), hydrocarbures non entièrement brûlés (HC), dioxyde de carbone ( $\text{CO}_2$ ) et suies [Pin04].

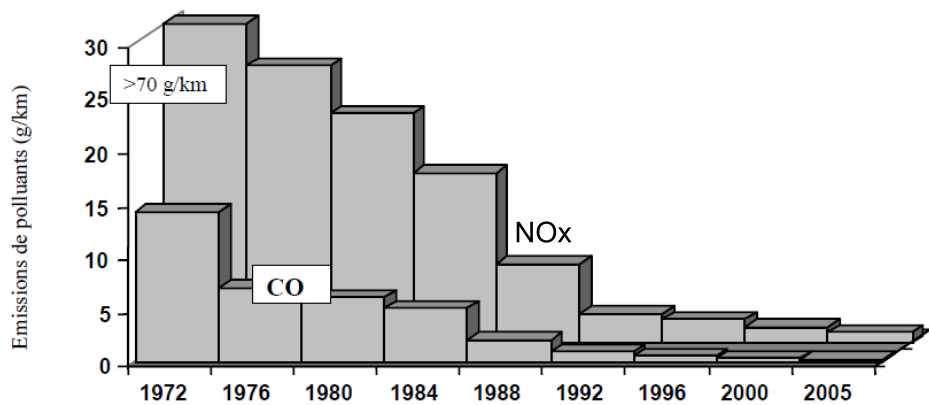
La chute des émissions de  $\text{NO}_x$  et de CO entre 1990 et 2005 a été spectaculaire (voir figure 1.9) et s'explique par des avancées technologiques comme la généralisation sur les nouveaux modèles de filtres à particules, de pots catalytiques ou l'amélioration des carburants. Le  $\text{CO}_2$  constitue maintenant la principale source de pollution atmosphérique : la diminution des rejets de  $\text{CO}_2$  passe inévitablement par une baisse de la consommation de carburant liée à l'intégration massive de systèmes électroniques dans les véhicules [Cha97, Mil99].

Si des systèmes électroniques sont présents dans les voitures depuis la fin des années soixante-dix, l'augmentation de la puissance embarquée nécessite de pouvoir placer les dispositifs électroniques dans des zones de plus en plus chaudes (voir tableau 1.1).

De nombreux programmes de recherches portant sur la haute température (à partir de 125 °C [Sch00]) ont été menés dans la dernière décennie, on peut citer par exemple le projet HIMRATE (High-temperature IGBT- and MOSFET-modules for Railway traction and Automotive Electronic application) portant sur la fiabilité de modules contenant des composants en silicium pour des applications ferroviaire ou automobile. Outre la température extérieure (cyclage passif) [Johue], les composants sont aussi soumis à du cyclage actif qu'il est difficile d'évaluer et de modéliser



(a)



(b)

FIGURE 1.9 – Part du transport (grisé) dans le total des émissions de différents polluants en Europe en 2001 (a) et évolution des rejets en CO et NO<sub>x</sub> (b) [Pin04].

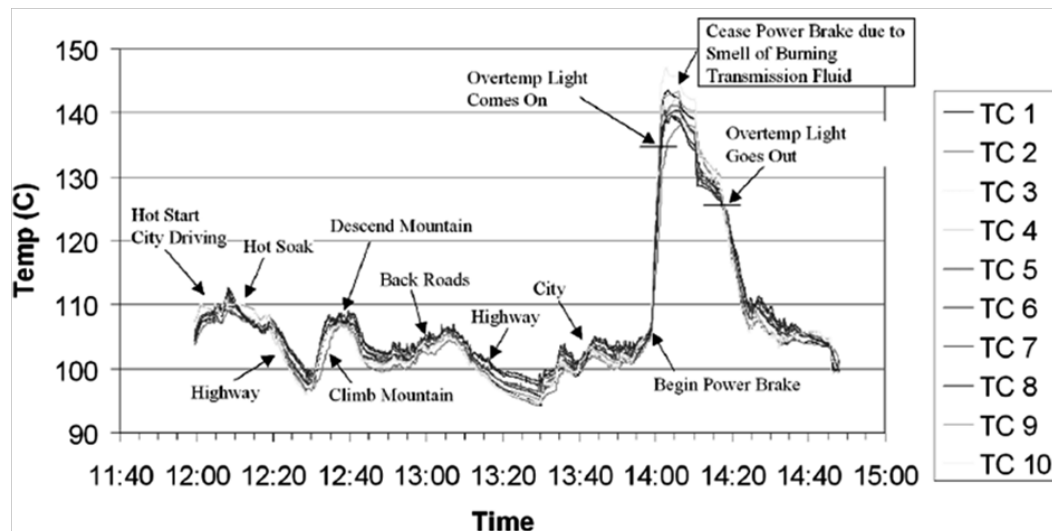


FIGURE 1.10 – Profil de température lors d'un cycle routier [Joh04b]. La température est mesurée grâce à dix thermocouples (notés TC). On remarque que les variations de température sont importantes : les mesures ont dû être interrompues à cause d'une odeur de brûlé lors de l'essai.

en raison des facteurs dont il dépend comme le type de conduite, le trafic routier ou le type de routes empruntées. En association avec l'université d'Auburn, Daimler Chrysler a mené une étude sur la température au niveau de la transmission pour un cycle de conduite alternant différents types de conditions routières (voir figure 1.10). Il apparaît que les variations de température sont assez élevées puisque la température oscille entre 95 et 145 °C. Même si dans la plupart des cas, la température ne devrait pas dépasser 150 °C, il existe certaines applications (notamment le remplacement des actionneurs électromécaniques) pour lesquelles la température de fonctionnement atteint 200 °C : l'utilisation de solutions haute température semble donc inévitable pour la plupart des utilisations de l'électronique dans le secteur automobile.

Enfin, les systèmes d'électronique de puissance subissent aussi des dégradations dues à la présence de gaz corrosifs, de solutions salines, de carburants, de liquides organiques [Kas01].

Outre les recherches sur la généralisation des systèmes d'électronique de puissance pour les véhicules à moteur thermique, de nombreux programmes visant la production de voitures hybrides et de voitures électriques ont abouti à la mise sur le marché de la EV1 de General Motors (électrique) en 1996 et de la Prius de Toyota (hybride) en 1997 par exemple. On peut aussi citer l'arrivée sur le marché anglais d'un camion électrique de la marque Smith Newton doté d'une charge utile de 3,4 tonnes et d'une autonomie de 80 km. A la fin de l'année 2010, deux voitures électriques sont commercialisées sur le marché grand public : la LEAF de Nissan et la Chevrolet Volt de General Motors. Des objectifs ambitieux de ventes de voitures électriques sont visés : 1 million de véhicules en 2015 aux Etats Unis et 25 % des voitures neuves vendues dans le monde en 2050. Cependant, des obstacles techniques comme le temps de charge de la batterie, l'autonomie du véhicule, le manque d'infrastructures de charges, l'encombrement des batteries ou l'absence

de normes pour les prises électriques sont autant d'obstacles à l'expansion de la voiture électrique.

### Applications à l'aéronautique

Face à l'augmentation continue du trafic aérien [iat08], l'industrie aéronautique tend à remplacer les circuits pneumatiques, hydrauliques et mécaniques présents dans les avions par des systèmes électroniques [Lan05, Tou07a] pour les applications autre que la propulsion. L'objectif à terme est de remplacer tous les circuits utilisant des fluides par des dispositifs électriques [Ros07] (voir figure 1.11).

De nombreux programmes européens de recherches sur l'avion plus électrique sont menés, on peut citer :

- le programme Power Optimized Aircraft (2002-2006) qui réunit dix industriels (dont Hispano-Suiza et Labinal) et l'université de Kassel a pour objectif de diminuer de 5 % la consommation en carburant et d'augmenter la fiabilité des systèmes embarqués ;
- le programme More Open Electrical Technologies (2006-2009) qui fait suite au programme POA rassemble 62 partenaires (46 industriels et 16 centres de recherches publics et universités) et a pour but l'intégration de systèmes électriques dans les avions et la proposition d'une architecture pour l'avion plus électrique ;
- le programme européen Innovative Technological Platform for Compact and Reliable Electronic integrated in Actuators and Motors (débuté en 2010) qui a pour thème de recherche les actionneurs électromécaniques et en particulier leur fiabilité en environnement extrême (température supérieure à 200 °C) : il réunit dix pays et un grand nombre de partenaires industriels du secteur ;
- le programme Clean Sky (débuté en 2008) qui est cofinancé à parts égales par la communauté européenne et l'industrie aéronautique dont le but est de proposer des solutions technologiques permettant de limiter l'impact du transport aérien sur l'environnement. L'objectif est de diminuer les émissions de CO<sub>2</sub> de 50% et de 80% celles de NO<sub>x</sub>. Ce programme s'intéresse aussi à la limitation de la pollution sonore due aux avions [saf11].

L'objectif du passage à un avion plus électrique est de diminuer les coûts d'exploitation de 10 % en agissant sur trois points :

- remplacer les réseaux pneumatiques et hydrauliques par un réseau électrique afin de réduire de 20 % le poids des appareils ;
- limiter la pollution en diminuant la consommation d'énergie fossile et de fluides hydrauliques ;
- augmenter la maintenabilité.

En cinquante ans, la puissance embarquée à bord des avions a été multipliée par 20 et atteint 850 kW pour l'A380 et 1400 kW pour le B787, les deux derniers gros porteurs mis sur le marché [Lan05].

Parmi les avancées les plus marquantes vers l'avion tout électrique, on peut citer les commandes de vol électriques Electronic Hydrostatic Actuators [Gar08] présentes sur l'A320 depuis 1984, l'inverseur de poussée ETRAS (Electrical Thrust Reverser Actuation System) (voir figure 1.12) d'Hispano Suiza qui équipe l'A380



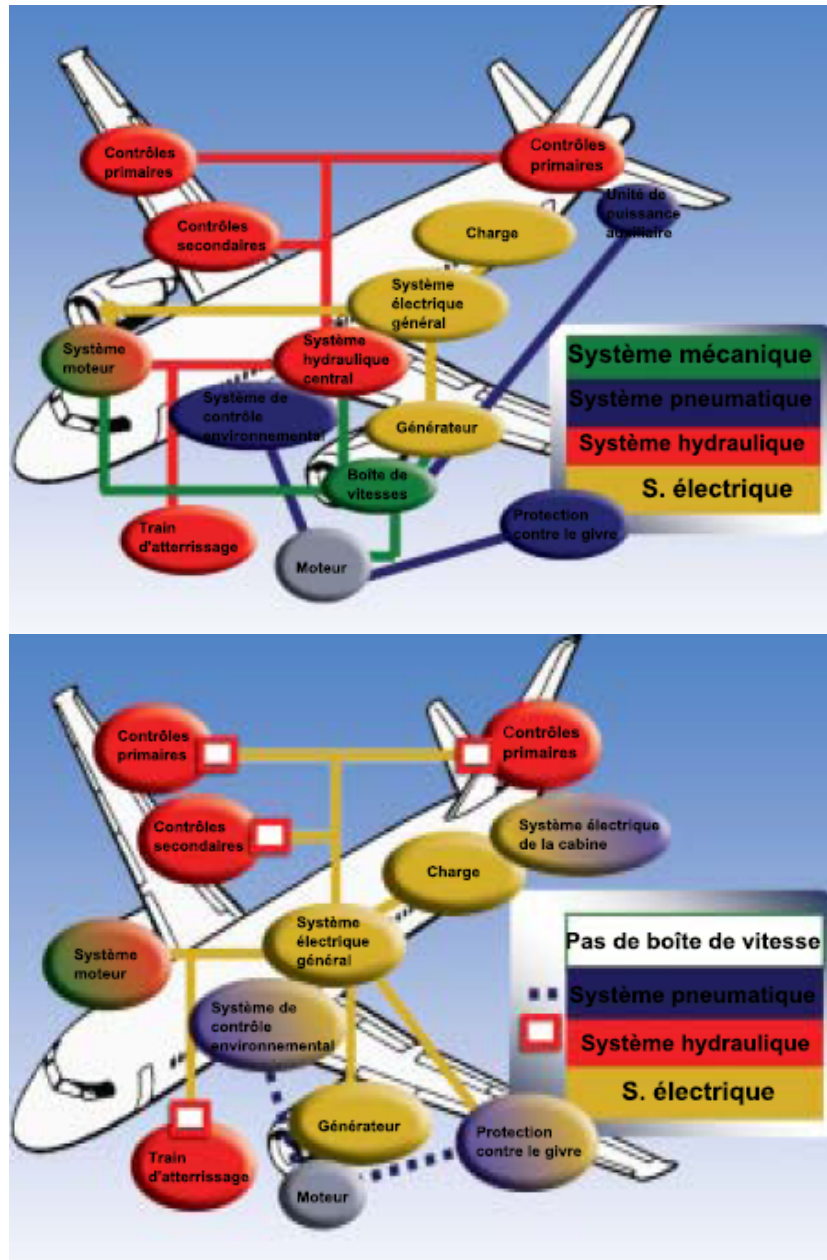


FIGURE 1.11 – Schéma des différents systèmes présents dans un avion actuel (en haut) et exemple d'architecture d'un avion plus électrique (en bas), d'après [aia11]. On remarque que dans le schéma de l'avion plus électrique, le réseau électrique véhicule la plus grande partie de l'énergie.



FIGURE 1.12 – Schéma de fonctionnement de l'ETRAS et photo de l'ETRAS en situation sur un A380 [his11].

ou le calculateur électronique EBAC (Electrical Brake Actuation Controller) qui contrôle l'asservissement des freins du Boeing 787.

Le principal frein à la généralisation des systèmes électriques reste la température puisque selon la recommandation DO 160 de la RTCA (Radio Technical Commission for Aeronautics [rtc11, Cia05]), un avion civil doit pouvoir voler durant 50 000 heures en toute sécurité dans des conditions sévères (cyclage thermique, haute température, vibrations). Le cyclage des composants de puissance présents dans un avion est lié aux variations de température ambiante (par exemple au sol ou en altitude), ainsi qu'aux régimes de fonctionnement périodiques de ces composants (à l'atterrissage pour une commande de frein, au décollage et à l'atterrissage pour les systèmes proches du réacteur). Il existe différentes modélisations d'un profil de vol : le profil moyen sur lequel se base la norme DO 160 et deux profils extrêmes (pour des températures ambiantes très chaudes ou au contraire très froides). Ainsi, lors d'un vol classique, la température extérieure va varier entre -55 et +200 °C. C'est donc principalement au challenge de la tenue en cyclage de grande amplitude avec des températures maximales élevées auquel est confrontée l'industrie aéronautique pour mener à terme le projet d'avion plus électrique.

### Applications au forage pétrolier

Le pétrole est une source d'énergie fossile épuisable et non-renouvelable. Dans les années 1940, le physicien Marion King Hubbert a proposé une courbe de type gaussienne modélisant l'exploitation pétrolière (voir figure 1.13).

L'estimation de Ryman prend en compte le pétrole déjà extrait et permet d'affiner le modèle d'Hubbert : selon cette estimation, les quantités de pétrole disponibles seraient moins importantes que ce qui était attendu. L'étude de la production mondiale de pétrole depuis 1900 (voir figure 1.14) montre que nous serions au sommet du pic pétrolier actuellement et les gisements devraient se tarir entre 2010 (Texas) et 2050 (mer du Nord) [Joh04a]. Néanmoins, la limite est régulièrement repoussée avec la découverte de nouveaux champs pétrolifères, les avancées technologiques (qui permettent de creuser plus profondément et d'améliorer le rendement de production) ou l'extraction de pétrole de qualité moindre comme l'exploitation des schistes bitumineux au Canada (à partir desquels il est possible de produire du pétrole par pyrolyse). L'utilisation massive de systèmes d'électronique de puissance pour l'exploitation pétrolière permettrait le développement plus important de sys-

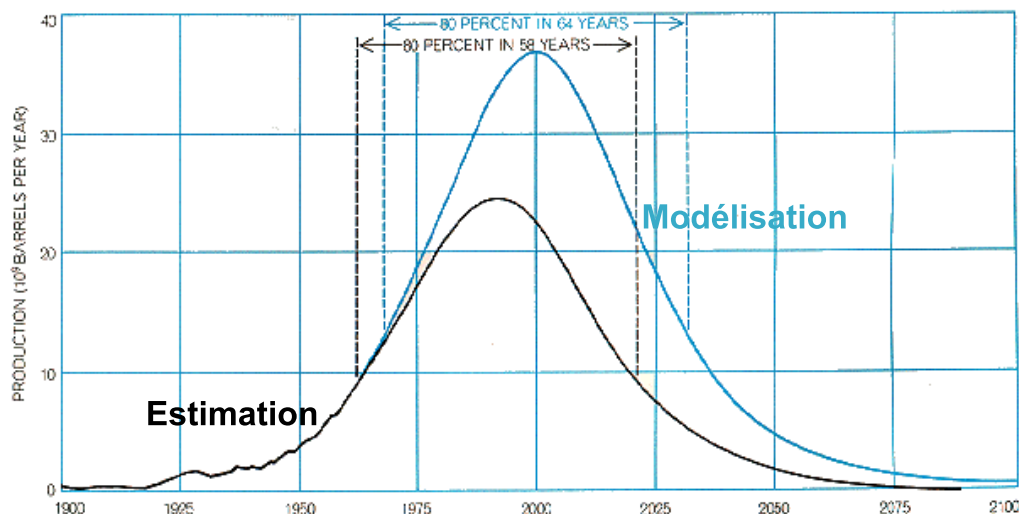


FIGURE 1.13 – Le pic d'Hubbert : modélisation de la production pétrolière [HK71] en bleu et estimation de Ryman (en noir) basée sur les gisements déjà explorés.

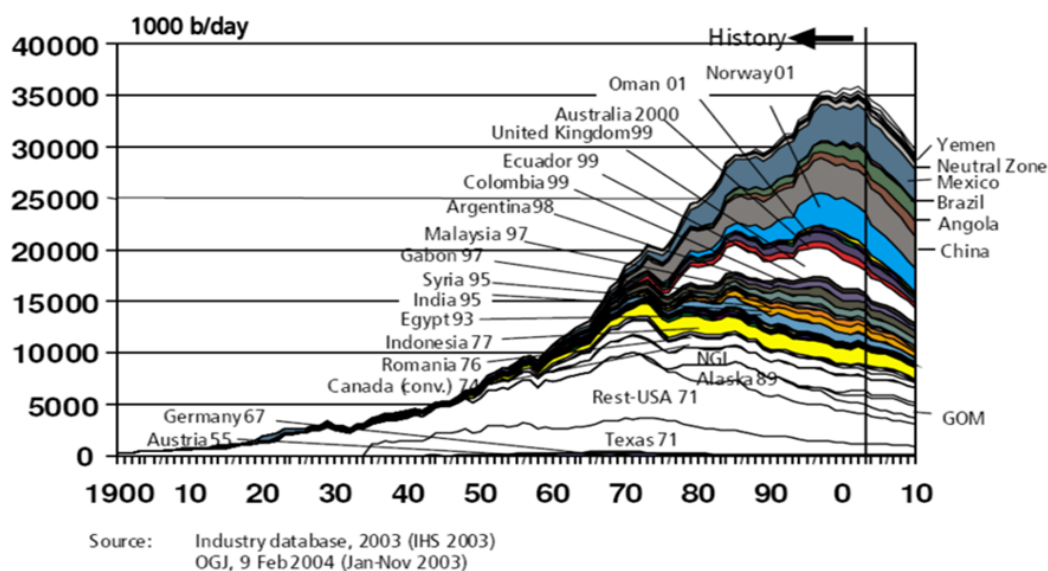


FIGURE 1.14 – Evolution de la production mondiale de pétrole depuis 1900 [Joh04a].

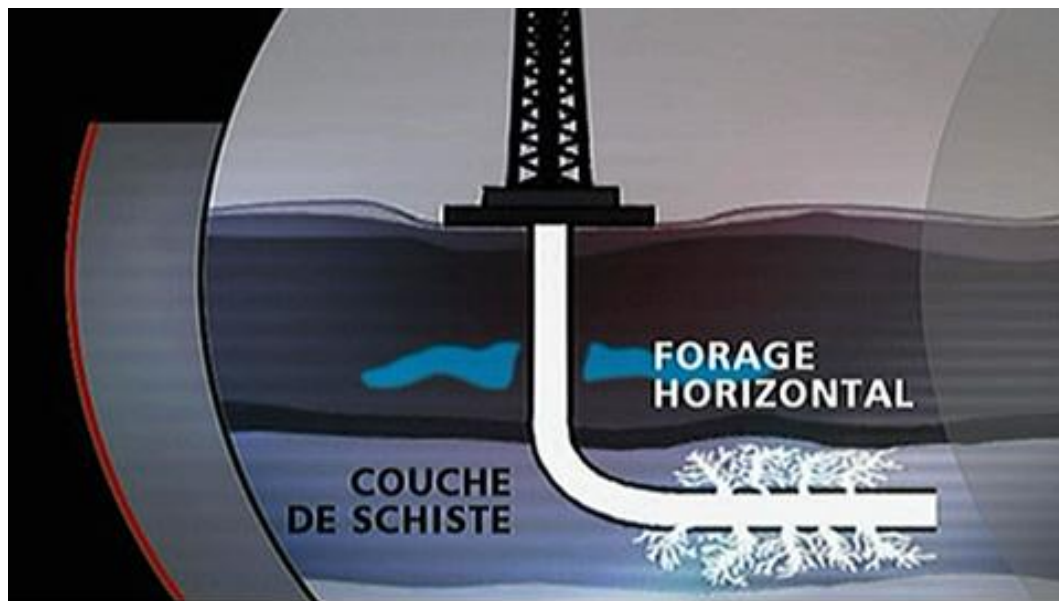


FIGURE 1.15 – Schéma d'un puits de forage horizontal en "arrêtes de poisson" [eco11].

tème de forage à l'horizontal en utilisant des modules de puissance pour le contrôle des actionneurs et le déplacement de la tête de forage Le forage horizontal est une technique utilisée depuis 1990 qui s'effectue à partir d'un unique puits vertical qui s'incline à dix kilomètres de profondeur (voir figure 1.15). Ce procédé est décrit comme plus écologique que le forage classique à la verticale car plusieurs têtes de forage partent à partir d'un seul puits vertical et il n'est donc plus nécessaire de creuser plusieurs puits côte à côte. Économiquement parlant, ce procédé est plus cher à mettre en œuvre (25 à 300 %) mais devient rapidement rentable du fait du volume de réserves pétrolières exploitables par chaque puits horizontal. En effet, le bras horizontal peut se déplacer jusqu'à 2 km ce qui permet d'explorer de grandes étendues géologiques. Un puits horizontal permet de produire jusqu'à quinze fois plus de barils/jour qu'un puits vertical [Kin93]. Néanmoins, même si sa durée d'utilisation est faible (de l'ordre de 5000 heures), l'environnement d'un tel équipement est très sévère et les modules de puissance doivent répondre à un cahier des charges très strict : résistance aux chocs et aux vibrations, à la chaleur (plus de 200 °C d'ambiante) et une faible taille (les têtes de forage ne devant pas dépasser 50 cm de diamètre) [Gin00].

### Besoins pour la géothermie

Face à l'augmentation croissante des besoins en énergie et à l'épuisement des ressources pétrolières, de nombreuses recherches sont menées sur des sources d'énergie alternatives dont fait partie la géothermie. La géothermie permet d'utiliser l'énergie présente dans le sous-sol terrestre mais la détection et l'exploitation des gisements géothermiques s'avère difficile en raison des conditions environnementales. L'équipement utilisé doit pouvoir fonctionner à des températures atteignant 600 °C et sous une pression de 700 bars : l'utilisation de modules de puissance solides et fiables est donc indispensable [Nor11].

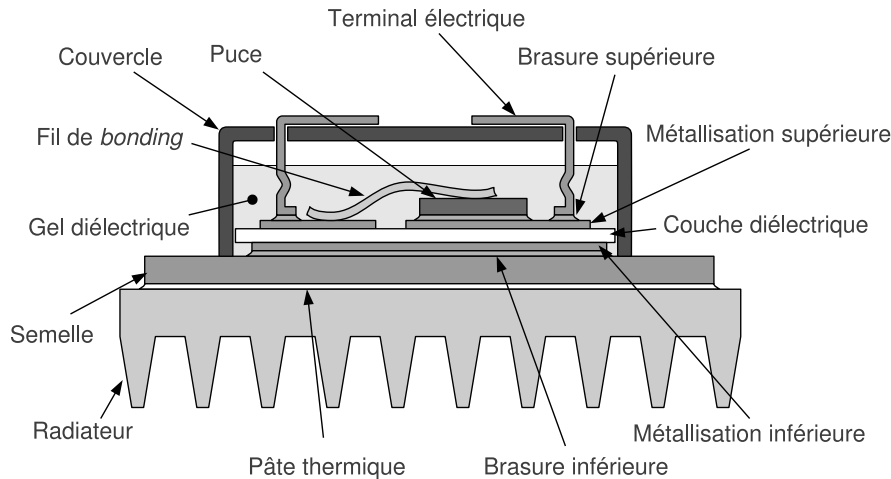


FIGURE 1.16 – Représentation schématique d'un module de puissance.

## 1.2 Module de puissance

### 1.2.1 Définitions et généralités

Un module de puissance est un dispositif contenant des composants électroniques reliés entre eux et dont le fonctionnement s'apparente à celui d'un ou plusieurs interrupteurs.

Un module de puissance contient différents éléments (voir figure 1.16) :

1. les semiconducteurs ou puces (diode, JFET, IGBT) ;
2. le substrat isolant (le plus souvent une céramique métallisée), un module pouvant en contenir plusieurs ;
3. la semelle (en cuivre ou AlSiC, un alliage d'aluminium et de carbure de silicium) dans le cas de fortes puissances,
4. l'encapsulant ;
5. le boîtier ;
6. les connexions internes et externes (fils de bonding ou câblage, brasures).

Une fois les différents constituants du module assemblés, celui-ci est boulonné à un système de refroidissement, afin de dissiper la chaleur produite en fonctionnement, puis relié par des fils aux actionneurs qu'il commande. Les principaux paramètres à prendre en compte lors de la fabrication industrielle d'un module de puissance sont les facteurs thermiques (conductivité thermique, puissance dissipée), électriques (tension de claquage), mécaniques (détérioration de l'interface, dégradation des matériaux), chimiques (diffusion des espèces au cours du temps) ainsi que le coût des constituants. Cependant, le prix d'une technologie n'est pas fixe et diminue fortement avec le temps [Mog05] : ainsi l'amélioration des technologies de fabrication du SiC a permis de produire des plaquettes (plaquettes) de plus en plus grands permettant de diminuer le coût unitaire des composants en SiC [Fri09].

## 1.2.2 Les puces électroniques

Le terme de puce désigne l'ensemble des éléments actifs présents dans un module de puissance. Les puces sont brasées sur un substrat céramique métallisé tandis que les connexions internes sont assurées par des fils de bonding. Les puces doivent posséder des caractéristiques thermiques, mécaniques et électriques particulières ce qui limite le nombre de matériaux adaptés à leur fabrication. Le plus souvent, plusieurs dizaines de composants sont réalisés sur un même plaquette et leur fabrication nécessite une succession d'étapes technologiques complexes [Zel06] :

- dopage (type n et p) du matériau lors de l'épitaxie ou par implantation ionique ;
- réalisation des motifs d'alignement afin d'assurer un bon centrage des différents masques ;
- dépôt de l'oxyde de grille et des métallisations de grille par oxydation ou évaporation ;
- création de jonctions localisées ;
- dépôt de la passivation primaire ;
- réalisation des contacts ohmiques par métallisation ;
- dépôt de la passivation secondaire (polymère le plus souvent) afin de protéger le composant ;

Outre les performances intrinsèques du matériau, la technologie (croissance, nettoyage, dépôts, dopage) doit être suffisamment mature pour permettre une production à grande échelle de composants sans défaut. Actuellement, le silicium est très largement utilisé pour la réalisation de composants de puissance dont la production industrielle est maîtrisée depuis plusieurs décennies [All06]. Cependant en raison de son champ de claquage limité et de sa faible largeur de bande interdite, le silicium ne peut pas être utilisé pour des applications très haute température ou très haute tension : de nouveaux matériaux ont donc été étudiés pour répondre à ces besoins particuliers [Tou07b, Civ09]. Le diamant apparaît comme le matériau idéal pour des applications haute température ou haute tension car il possède d'excellentes propriétés de conductivités thermique et électrique ainsi qu'un champ de claquage élevé. Néanmoins, l'impossibilité actuelle de réaliser des plaquettes sans défauts ainsi que des difficultés liées au dopage de type n ne permettent pas encore le passage du stade expérimental au stade industriel [Koi02]. D'autres matériaux à base de gallium comme le nitrure de gallium sont aussi étudiés mais ses propriétés semblent insuffisantes pour réaliser des composants de puissance haute température [Pea99]. Compte tenu des spécificités requises pour la réalisation de composants haute température, le carbure de silicium (SiC) se présente aujourd'hui comme un candidat intéressant pour la fabrication de composants haute tension ou haute température [Bro04, Joh07], notamment grâce à ses propriétés électriques appropriées (valeurs données pour le SiC-4H à 25 °C) :

- une large bande interdite ( $E_g = 3,2$  eV) induisant un champ de claquage élevé et une concentration de porteurs intrinsèques plus faible que celle du Si ce qui permet l'utilisation du SiC à haute température (600 °C) ;
- une bonne conductivité thermique ( $\lambda$  de l'ordre de 400 W/m.K) favorisant la dissipation rapide de la chaleur du composant ce qui facilite la montée en

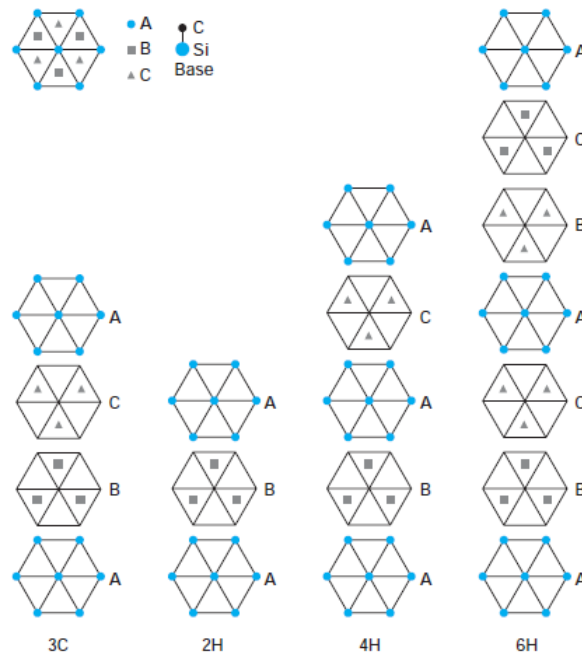


FIGURE 1.17 – Représentation de différents polytypes de SiC [Tou07b].

puissance et en fréquence

- une bonne stabilité thermique (Coefficient of Thermal Expansion ou coefficient de dilation thermique de  $2,2 \cdot 10^{-6} \text{ ppm}/^\circ\text{C}$  à  $20^\circ\text{C}$ ) ;
- une bonne résistance mécanique ;
- une bonne stabilité face aux agents chimiques et radioactifs.

Il existe environ 200 variétés de SiC appelés polytypes classés selon la nomenclature de Ramsdell qui est basée sur la géométrie de l'empilement des couches de silicium et de carbone. Chaque polytype possède des caractéristiques cristallographiques particulières et donc des propriétés qui lui sont propres. L'électronique de puissance s'intéresse principalement à trois types de SiC qui sont les seuls à pouvoir être produits sous forme stable, c'est à dire sous la forme d'un matériau entièrement monocristallin (voir figure 1.17) :

- le SiC 3C (forme cubique) ;
- le SiC-4H (forme hexagonale), avec lequel sont réalisés la plupart des plaquettes en SiC actuels ;
- le SiC-6H (forme hexagonale)

Connu et étudié par Berzélius depuis 1824, le SiC naturel provient de fragments de météorites et n'existe pas sur Terre. Le SiC synthétique a été produit dès 1892 par Acheson. A partir de 1955, la fabrication du SiC se fait par la méthode Lely [Lel55] qui permet d'obtenir un matériau monocristallin de qualité électronique. Cependant, le SiC ainsi produit était porteur de nombreux défauts comme les micropores [Hof99] (absence de matière liée à un défaut de croissance) ou les dislocations [Blu03]. Avec le développement de la méthode Lely modifiée [Tai78] de nombreuses recherches ont été menées principalement en France, aux Etats Unis et au Japon afin de réaliser des plaquettes de grands diamètres (afin que la production de composants soit économiquement viable) et avec le moins de défauts possible [Tou07b], ces derniers ayant une influence sur les propriétés électriques

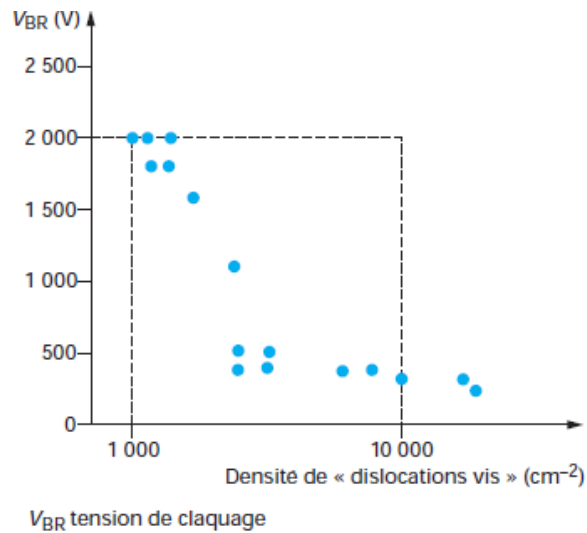


FIGURE 1.18 – Tension de claquage en fonction de la densité de dislocations [Tou07b].

Type	Tension (V)	$T_j$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	Intensité (I)
Diode Schottky	1200	175	20
MOSFET	1200	155	50

TABLE 1.2 – Caractéristique de quelques composants commerciaux en SiC (source CREE).

du composant final : on remarque par exemple que plus la densité de dislocations augmente, plus la tension de claquage d'une diode, c'est à dire sa tenue à la tension diminue (voir figure 1.18).

Aujourd'hui, des plaquettes SiC de quatre pouces de diamètre sans défaut majeur sont produits industriellement, le plus souvent par sublimation d'une poudre de SiC à 2000  $^{\circ}\text{C}$  [Tou07b] et des puces fonctionnelles (voir tableau 1.2) sont disponibles (MOSFET, JFET) sur le marché depuis 2001 avec la commercialisation des diodes Schottky. D'autres composants en SiC, comme les thyristors, sont actuellement en cours de développement dans les laboratoires universitaires.

### 1.2.3 Le substrat isolant

Le substrat est placé entre les semi-conducteurs et la semelle. Son rôle est d'assurer une isolation électrique entre les composants électroniques et la semelle ainsi que d'évacuer la chaleur des puces vers l'extérieur du module. Il existe différents types de substrats dont la structure et la composition diffèrent. On peut par exemple citer (voir figure 1.19) :

- le substrat céramique métallisé par du cuivre (Direct Copper Bonded) ou de l'aluminium (Direct Aluminium Bonded) ;
- le substrat céramique brasé (Active Metal Brazing) ;
- le Substrat Métallique Isolé (SMI ou IMS) ;
- le film épais.



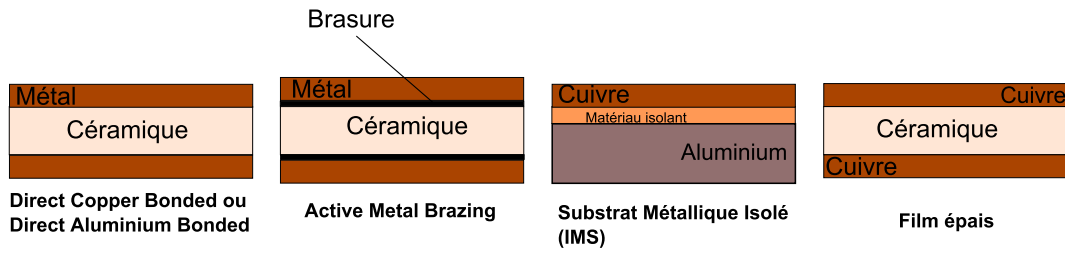


FIGURE 1.19 – Schéma des différents types de substrats isolants.

Electriques	Mécaniques	Thermiques	Chimiques
Résistivité élevée (> 10 <sup>12</sup> ohm/cm)	Résistance en traction élevée (> 200 MPa)	Conductivité thermique élevée (> 30 W/m/K)	Résistance aux agents chimiques usuels
Constante di-électrique faible (< 15)	Résistance à la torsion élevée (> 200 MPa)	CTE proche de celui des puces	Toxicité faible
Rigidité di-électrique élevée	Facilement usinable	Résistance à des températures élevées (1000 °C)	Inerte

TABLE 1.3 – Caractéristiques minimales de l'isolant utilisé pour la fabrication du substrat d'un module de puissance, d'après [She05].

La plupart des substrats sont constitués de l'association d'un métal et d'un isolant dont les caractéristiques minimales sont indiquées dans le tableau 1.3.

Les matériaux isolants les plus fréquemment utilisés pour réaliser des substrats (voir tableau 1.4) sont l'alumine (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), le nitrure d'aluminium (AlN) [Har98], le nitrure de silicium (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) [She05]. L'oxyde de beryllium (BeO) qui présente d'intéressantes propriétés isolantes ne peut plus être utilisé en raison de sa toxicité. Des études sont actuellement en cours sur le diamant mais son prix reste prohibitif pour une utilisation à grande échelle.

### Le "Direct Copper Bonded"

Le DCB est le substrat isolant le plus utilisé dans les modules de puissance : il est constitué d'une céramique métallisée (300 à 635 μm d'épaisseur) sur chacune de ses faces par une couche de cuivre de 150 à 300 μm. La céramique utilisée est soit de l'alumine soit de l'AlN [She05].

Matériau	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	AlN	BeO	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
CTE (ppm/°C)	7,2	4,1	8	2,8-3,6
Conductivité thermique (W/m/°C)	25	200	250	16-33
Permittivité relative	9,4	8,9	7	7,5
Tenue diélectrique (kV/mm)	15	15	10	100
Résistivité électrique (ohm.m)	10 <sup>14</sup>	10 <sup>14</sup>	10 <sup>14</sup>	10 <sup>13</sup> -10 <sup>14</sup>

TABLE 1.4 – Comparaison entre les propriétés des céramiques usuelles utilisées pour la fabrication de DCB, d'après [She05]

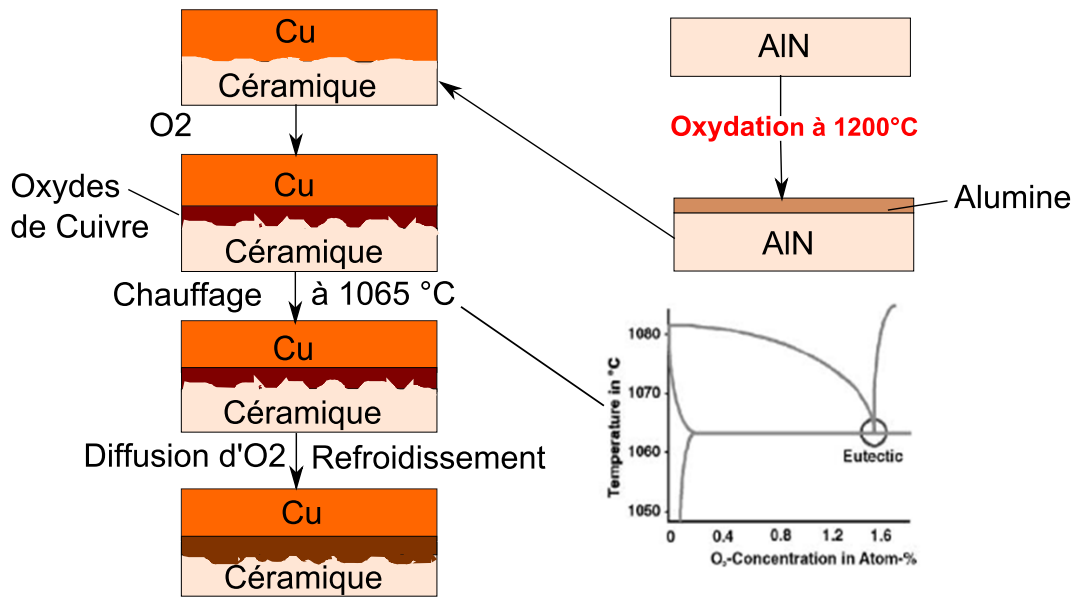


FIGURE 1.20 – Procédé de fabrication d'un DCB d'après [SH00]

On remarque que le principal atout de l'alumine est son faible coût : cependant, sa faible conductivité thermique limite son utilisation à des applications de faible puissance. Le nitrure d'aluminium a une bonne conductivité thermique et présente aussi un CTE de proche de celui du silicium et du SiC ce qui permet de limiter les contraintes thermo-mécaniques lors du cyclage : l'AlN est donc particulièrement adapté à des applications haute température nécessitant des puces en SiC.

La technique de fabrication des DCB est aujourd'hui bien maîtrisée [SH00, SH03b] : dans le cas de l'AlN, la céramique est préalablement oxydée à 1200 °C : une fine couche d'alumine (1 à 3  $\mu\text{m}$ ) se forme en surface de l'AlN. La suite du processus est commune à l'AlN et à l'alumine. La céramique et le cuivre sont chauffés sous oxygène à 1065 °C, température de l'eutectique Cu-O<sub>2</sub> car la présence d'une couche d'oxyde à la surface du cuivre est nécessaire pour permettre une forte adhésion entre la céramique et le cuivre. Lorsque la céramique du DCB est de l'alumine, l'étape d'oxydation n'est pas nécessaire (voir figure 1.20).

### Le "Direct Aluminium Bonded"

Le DAB a une structure similaire à celle du DCB : le cuivre qui recouvre la céramique est remplacé par de l'aluminium. Les propriétés électriques et thermiques sont proches de celles du DCB. Les DAB sont plus adaptés au cyclage en raison de leur plasticité plus élevée ce qui rend leur fiabilité à haute température plus grande que celle des DCB [Cia02].

### Le Substrat Métallique Isolé

Le substrat métallique isolé est constitué d'un matériau diélectrique d'épaisseur de 50 à 100  $\mu\text{m}$  dont la face inférieure est recouverte d'une couche épaisse d'aluminium de 1 à 3 mm tandis que sa face supérieure est recouverte d'une couche de cuivre [She05]. Le matériau diélectrique peut être de nature variée : on trouve des

Matériau	Cu	AlSiC	Cu-W	CuMo	Fe-Ni-Co
CTE (ppm/°C)	17	7,5-12	6,5-8,3	7-8	5,2
Conductivité thermique (W/m/°C)	398	180	180-200	160-170	11-17
Module de Young (MPa)	330	450	1172		

TABLE 1.5 – Caractéristiques des matériaux utilisés pour la fabrication des semelles, d'après [She05].

résines époxy, des résines chargées céramique ou des polyimides. Cependant, en raison de la présence dans la structure d'un polymère (époxy ou polyimide), son utilisation ne peut s'étendre à des modules haute température. En effet, pour des température proches de 150°C, on observe une chute des propriétés mécaniques, thermiques et électriques du SMI. La conductivité thermique du diélectrique étant faible et le CTE global du substrat proche de celui de l'aluminium, un système de refroidissement performant doit être utilisé.

### Le substrat céramique brasé (Active Metal Brazing)

Le substrat céramique brasé est constitué d'une céramique sur les faces de laquelle sont brasées des couches métalliques (aluminium ou cuivre) de 300 à 400  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. La différence entre le substrat céramique et le DCB ou DAB réside dans la technique d'attache entre la céramique et la couche métallique car il est nécessaire d'utiliser un métal d'apport du type 72Ag/28Cu/3TiH<sub>2</sub>/3Zr pour réaliser une brasure entre les deux types de matériaux [She05]. Le titane permet une meilleure adhérence entre la céramique et le métal et améliore la tenue en cyclage thermique. Le substrat céramique brasé présente une bonne conductivité thermique qui peut être diminuée par diffusion de l'O<sub>2</sub> interfacial lors du brasage.

### Le film épais

Ce type de substrat est constitué de couches métalliques minces obtenues par évaporation suivie d'une croissance électrolytique : une couche de céramique permet de réaliser l'isolation de l'ensemble. L'intérêt de ces deux couches métalliques est d'améliorer la dissipation de la chaleur [God97].

## 1.2.4 La semelle

La semelle se situe entre la partie inférieure du substrat et le système de refroidissement [She05], son rôle est d'évacuer la chaleur produite par l'échauffement des puces lors de leur fonctionnement (cyclage actif) : elle doit donc posséder de bonnes propriétés mécaniques et thermiques (voir tableau 1.5).

Principalement réalisée en cuivre ou en AlSiC, on utilise aussi des alliages de cuivre (Cu-W et Cu-Mo) ou du Kovar (Fe-Ni-Co) pour la fabrication des semelles. Les principaux avantages du cuivre sont son faible coût et sa conductivité thermique élevée qui permet une dissipation rapide de la chaleur.

### 1.2.5 Le système de refroidissement

Le système de refroidissement est vissé sur la semelle : l'ajout d'une fine interface thermique à l'interface permet d'améliorer le contact entre la semelle et le système de refroidissement. Il existe différents types de systèmes de refroidissement comme les radiateurs ou les systèmes à eau. Certains modules de puissance ne disposent pas d'une semelle : le système de refroidissement est alors directement mis en contact avec la partie inférieure du substrat [Dup06].

### 1.2.6 Le boîtier

Une fois l'assemblage réalisé, celui-ci est en placé dans un boîtier qui lui assurera une protection contre les agents environnementaux ainsi qu'un soutien mécanique. Le boîtier est réalisé dans un matériau polymère comme le Téflon ou le PEEK ou en métal pour les applications haute température.

### 1.2.7 L'encapsulant

Le boîtier est rempli d'un encapsulant dont le rôle est de protéger les puces et l'assemblage d'agents extérieurs nocifs (humidité, produits chimiques, gaz) pouvant provoquer des phénomènes de corrosion limitant la durée de vie du module. Il est à noter que l'encapsulant doit mis en œuvre dans un environnement sain afin d'éviter que les contaminants éventuels ne restent au contact des puces. L'encapsulant joue aussi un rôle de protection électrique grâce à ses propriétés isolantes.

Les principales caractéristiques d'un encapsulant sont les suivantes [She05] :

- une grande pureté
- une faible perméabilité aux gaz, aux agents chimiques et à l'humidité ;
- une bonne tenue thermique dans la gamme -50 à +200 °C ;
- de bonnes propriétés d'isolation électrique ;
- une grande facilité de mise en œuvre.

**Le silicone** est un polymère synthétique inorganique constitué d'une chaîne Si-O qui peut être fonctionnalisée grâce à l'ajout de différents groupements chimiques. Les gels silicone sont les types d'encapsulants les plus utilisés dans les modules d'électronique de puissance en raison notamment de leurs excellentes propriétés mécaniques qui leur permettent d'absorber les contraintes résultant des différences de CTE des matériaux de l'assemblage. Il existe une grande variété de gels silicone, chacune ayant des spécificités lui permettant d'être utilisé dans un environnement particulier comme la haute température ou en présence d'agents chimiques. Cependant, la mise en œuvre s'avère parfois difficile car des bulles peuvent se former dans le matériau qui devront être éliminées sous basse pression avant la polymérisation du gel. De plus, le gel silicone ne peut ni être réparé ni être remplacé en cas de détérioration lors du fonctionnement du module.

**Le parylène** est un polymère organique bio-compatible constitué d'atomes de carbone et d'hydrogène dont l'unité de base, de formule  $C_8H_8$ , contient un cycle

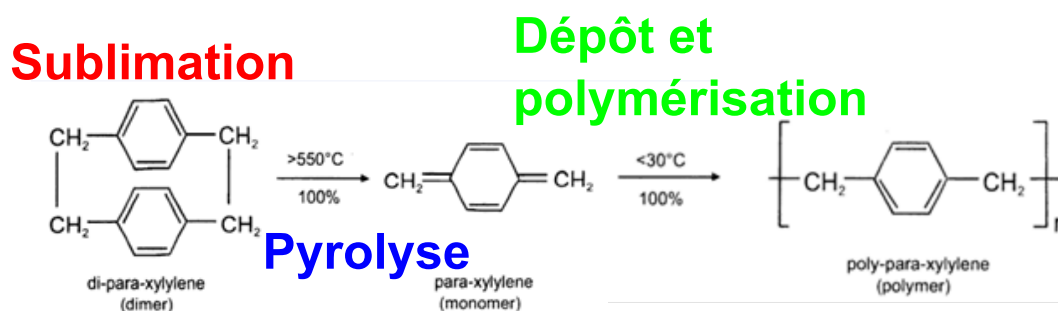


FIGURE 1.21 – Représentation schématique de la polymérisation du Parylène-N [For04].

aromatique (voir figure 1.21).

Le parylène a été découvert en 1948 par Szwarc [Szw48] et ses applications (biomédical, électronique) n'ont cessé de s'étendre compte tenu de ses nombreux atouts comme ses excellentes propriétés diélectriques, une grande résistance aux solvants, une stabilité thermodynamique élevée ainsi qu'une faible perméabilité. Le parylène est déposé sous la forme d'un film mince d'épaisseur variable sur les surfaces qu'il doit protéger : le dépôt se fait sous vide en quatre étapes selon le procédé simplifié de Gorham [Gor66] :

- sublimation du précurseur, le paracyclophane ;
- pyrolyse du paracyclophane aboutissant à la formation de xylylène ;
- adsorption du xylylène sur le support ;
- formation d'un film mince de parylène par polymérisation radicalaire.

Divers types de parylène sont aujourd'hui disponibles dont seule une variété, fluorée, est adaptée à la haute température : cette dernière apparait donc comme un matériau intéressant pour des applications en électronique de puissance. Cependant, il est à ce jour impossible de réaliser les dépôts de parylène haute température au sein des laboratoires car il est protégé par un brevet : les échantillons à recouvrir sont à envoyer à l'entreprise qui commercialise le matériau.

**Le polyuréthane** est un polymère organique constitué de monomères d'uréthane : chaque unité d'uréthane est constituée de deux groupes fonctionnels et d'atomes de carbone, d'oxygène et d'hydrogène. La grande variété de groupes fonctionnels possibles permet de former un grand nombre de polyuréthanes différents adaptés à des applications particulières. Ayant une bonne résistance aux agents chimiques et à l'humidité ainsi que des propriétés électriques satisfaisantes, le polyuréthane est un matériau intéressant pour l'encapsulation des modules. Le dépôt de polyuréthane se fait sous forme d'un film mince : il faudra veiller à l'absence d'air dans le matériau final. Le polyuréthane ne peut pas être utilisé en association avec du silicone [She05]. La température de transition vitreuse (c'est à dire la température à partir de laquelle le polymère devient visqueux) des polyuréthanes est variable et dépend de la nature de ses groupes fonctionnels.

**L'époxy** est un polymère cyclique composé d'atomes d'oxygène, d'hydrogène et de carbone. Ses propriétés (sauf la dureté) sont comparables à celles des autres

polymères comme le silicone. L'époxy est utilisé pour sa grande tenue aux agents chimiques et sa résistance à des températures qui peuvent atteindre 180 °C.

D'autres polymères comme le polyimide ou l'acrylique sont aussi utilisés comme encapsulants dans les modules de puissance.

### 1.2.8 Les brasures

Le maintien des différents éléments de l'assemblage est réalisé à l'aide de brasures qui doivent avoir une bonne conductivité électrique et thermique ainsi qu'une bonne tenue mécanique. La brasure doit être réalisée en présence d'additifs afin de faciliter le mouillage, de prévenir l'oxydation et d'éviter la formation de composés intermétalliques.

#### Classification des brasures

Il existe une grande variété de brasures qui peuvent être classées en deux catégories selon leurs propriétés mécaniques. On distingue les brasures dures et les brasures tendres :

- les brasures dures : de type AuSn ou AuGe, leur point de fusion est inférieur à 400 °C. Ces brasures vont transmettre à la puce de fortes contraintes (200 à 300 MPa) en refroidissant ce qui risque de provoquer une détérioration des puces et de l'attache. Cependant, elles se déforment plastiquement ce qui les rend très fiables en cyclage. Ces brasures sont aussi bien adaptées à la haute température. Les alliages à base d'or sont utilisés pour les brasures entre la puce et le substrat : les deux principales brasures sont l'AuSn et l'AuGe dont les températures de fusion sont respectivement de 232 °C et de 356 °C.
- les brasures tendres : de type PbSn, PbAg et SAC (SnAgCu), leur point de fusion est inférieur à 300°C. Très ductiles, ces brasures subissent de nombreuses déformations au refoiissement ce qui les rend peu fiables en cyclage (voir figure 1.22).

#### La brasure classique Sn63Pb37

Les brasures tendres les plus courantes en électronique de puissance sont les brasures de type étain-plomb dont il existe plusieurs alliages en fonction de leur teneur relative en étain et en plomb. La brasure PbSn la plus utilisée est la brasure Sn63Pb37 dont la température de fusion est de 183 °C.

La mise en œuvre de cette brasure se fait en trois étapes :

- dépôt par sérigraphie de la pâte à braser sur les éléments à braser ;
- chauffage et refusion de l'alliage à une température légèrement supérieure à sa température de liquidus afin d'éviter la formation de composés intermétalliques ;
- refroidissement lent jusqu'à température ambiante.

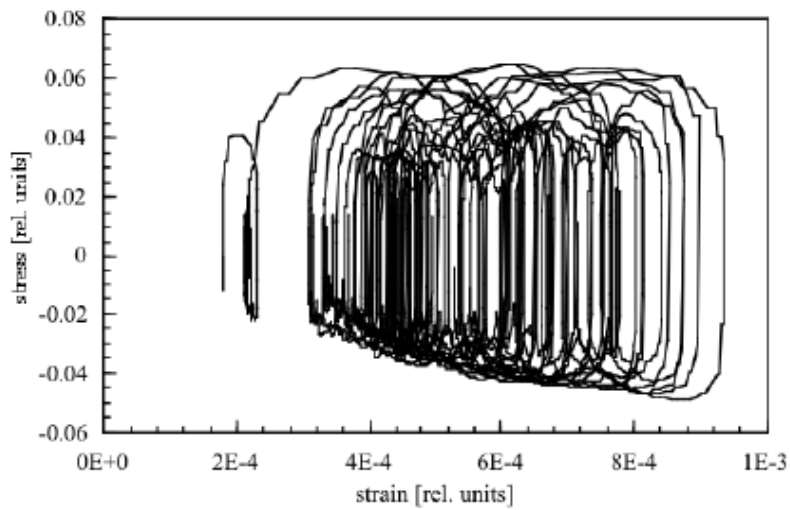


FIGURE 1.22 – Exemple de courbe contrainte-déformation d'une brasure classique PbSn lors d'un cyclage entre 0 et 60 °C [Cia05]. On retrouve la contrainte en abscisse et la déformation sur l'axe des ordonnées. Toutes les valeurs sont données en unités relatives.

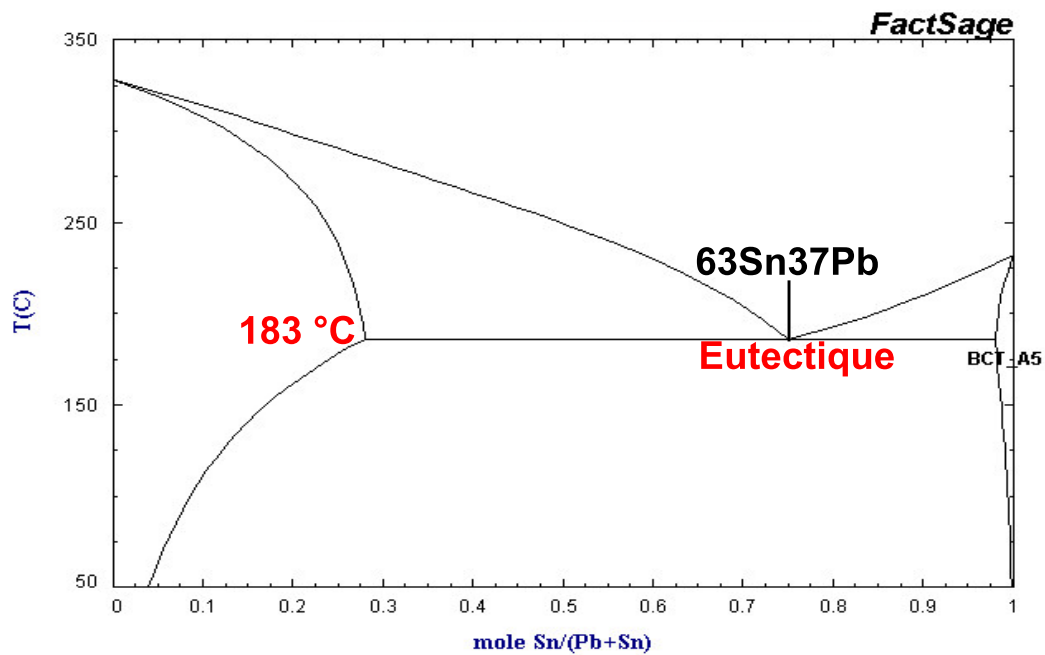


FIGURE 1.23 – Diagramme d'équilibre entre phases de l'alliage 63Sn37Pb [pbs11].

## La température homologue

La chaleur est un facteur important de dégradation d'une brasure : à partir d'une certaine température, ses caractéristiques se modifient et ses propriétés diminuent. Une brasure conserve donc son intégrité que jusqu'à une certaine température qui est bien inférieure à sa température de fusion : cette température maximale d'utilisation se définit par rapport à la température de fusion du matériau. Le rapport (1.1) entre la température d'utilisation ( $T_u$ ) et la température de fusion ( $T_f$ ) est appelé température homologue ( $T_h$ ). Pour les applications en électronique de puissance, ce rapport a été arbitrairement fixé à 0,8 maximum [Dup06].

$$T_h = \frac{T_u[K]}{T_f[K]} \quad (1.1)$$

Il est à noter que les températures s'expriment en Kelvin, ce qui lors de la conversion en degrés Celsius, diminue fortement la température d'utilisation maximale du matériau. Par exemple, une brasure dont la température de fusion est de 300 °C (573,15 K), la température limite d'utilisation de la brasure est de 458,5 K soit 185 °C.

La température de fusion de l'alliage Sn63Pb37 est de 183 °C et sa température d'utilisation est de 90 °C ce qui est bien trop bas pour pouvoir utiliser cette brasure pour des applications haute température.

## Les solutions haute température

Depuis dix ans, des puces haute température en SiC sont disponibles sur le marché. Cependant, la brasure courante Sn63Pb37 n'est pas adaptée à des applications haute température et des solutions alternatives doivent être étudiées. Les principales caractéristiques que doivent remplir les attaches de puces haute température sont les suivantes [She05, Man11, Lal02, Lee05] :

- un coût proche de l'alliage Sn63Pb37, c'est à dire ne dépassant pas 20 USD/kg ;
- une disponibilité des métaux en quantité suffisante afin de proposer une solution pérenne ;
- une bonne résistance à la corrosion
- une bonne mouillabilité ;
- une fiabilité en cyclage
- de bonnes propriétés mécaniques (résistance mécanique élevée, limite élastique élevée, faible module d'élasticité qui permet de compenser les différences de CTE) ;
- un point de fusion entre 200 et 310 °C pour l'attache puce/métallisation et entre 160 et 270 °C pour la brasure métallisation/semelle (du point de vue technique, la brasure haute température puce/métallisation est réalisée en premier) ;
- une conductivité thermique élevée ;
- une résistivité électrique faible ;
- une faible toxicité pour l'homme et l'environnement (excluant donc la présence de métaux comme le cadmium ou le plomb) ;



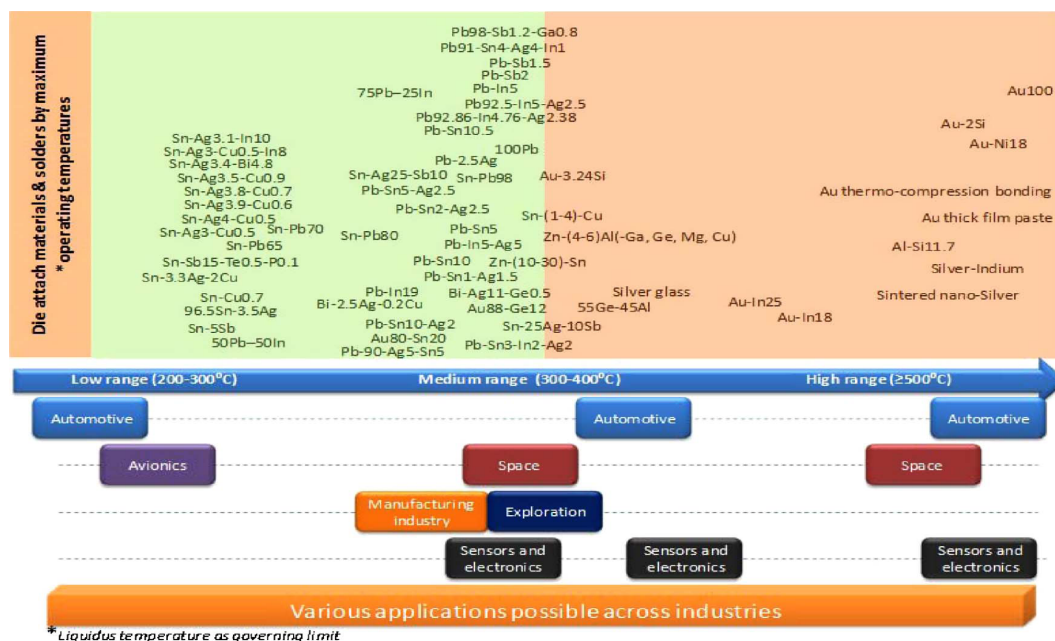


FIGURE 1.24 – Vue d'ensemble des différentes solutions d'attaches de puces pour des applications haute température. Sur l'axe des abscisses, on trouve un intervalle de température et les secteurs concernés par cet intervalle. En ordonnées, les différentes attaches sont classées par température d'utilisation croissante (de bas en haut) [Man11].

– un CTE < 29 ppm/ °C pour limiter les contraintes entre la puce et le substrat.

Différentes solutions d'attaches de puces haute température (voir figure 1.24) sont aujourd'hui disponibles [Ble10, Man11] :

1. les brasures à base de plomb (Pb)
2. les brasures à base d'or (Au)
3. les brasures à base de zinc (Zn)
4. les alliages à base de bismuth (Bi)
5. la thermocompression d'or
6. les colles conductrices
7. les verres chargés argent
8. les rubans adhésifs
9. le frittage
10. le Transient Liquid Phase Bonding

**Les brasures à base de plomb (Pb)** Les brasures haute température à base de plomb sont courantes en électronique. La température de fusion de ces brasures est variable (voir tableau 1.6) et dépend du métal d'alliage utilisé (les plus courants sont l'étain, l'argent et l'indium) et de la teneur en plomb [Man11]. Les brasures haute température à base de plomb ont une température de fusion supérieure à l'eutectique classique Pb63Sn37 (183 °C), généralement comprise entre 200 et 300 °C :

Composition	Température de fusion ( °C)
Pb88-Sn10-Ag2	290
Pb92,5-Sn5-Ag2,5	296
Pb90-Sn10	301
Pb95,5-Sn2-Ag2,5	304
Pb97,5-Ag1,5-Sn1	309
Pb90-In5-Ag5	310
Pb95-Sn5	312

TABLE 1.6 – Température de fusion de différents alliages usuels à base de plomb utilisés comme brasures pour des applications haute température [Man11].

elle augmente avec la teneur en plomb de la brasure (voir figure 1.25). Cependant, une teneur en plomb élevée est préjudiciable pour la qualité de la brasure qui présente des zones de vides et des fissures en raison d'un temps de refusion important. Ces brasures sont largement utilisées car elles possèdent de nombreux atouts (voir figure 1.26) comme une grande ductilité, un coût modéré, une mise en œuvre maîtrisée, une grande disponibilité commerciale ou encore une conductivité thermique en adéquation avec la plupart des applications courantes en électronique [Yam06].

Les alliages à base de plomb utilisés pour la réalisation de brasures bénéficient d'une dérogation pour les applications militaires, aéronautiques et spatiales. En effet, le plomb fait partie des six substances (plomb, chrome hexavalent, mercure, cadmium, PBB, PBDE) concernées par la directive européenne RoHS pour *Restriction of the use of certain Hazardous Substances in electrical and electronic equipment* de 2006, modifiée en mars 2008 qui restreint l'utilisation de ces éléments. Le plomb a été interdit à cause de sa toxicité d'autant plus élevée que les brasures au plomb sont très riches en plomb et qu'il est manipulé à des températures élevées. La dérogation prendra fin en 2013 pour tous les secteurs d'activité : les brasures haute température à base de plomb sont donc vouées à disparaître ce qui ne permet pas d'envisager leur utilisation dans le futur. De plus, leur température d'utilisation est aussi trop basse (200 °C maximum) pour être considérée comme une solution d'attache de puce fiable pour l'application visée dans ce travail de thèse.

**Les brasures à base d'or (Au)** L'or se présente comme un excellent métal de brasure car il possède une grande résistance à l'oxydation et d'excellentes propriétés de conduction thermique (317 W/m/K) et électrique. Les brasures à base d'or [Man11] ont une concentration en or très importante (80 % au minimum) par rapport à la proportion de métal d'alliage (strontium, germanium, indium, silicium et nickel). Les températures de fusion de ces brasures sont très variables et s'échelonnent entre 280 et 950 °C (voir tableau 1.7).

L'alliage à base d'or le plus courant est l'eutectique Au-Sn20 : il possède une bonne résistance à la fatigue et à la corrosion. Cependant, cet alliage est peu fiable comme brasure de puce à cause de la formation d'intermétalliques lors de sa mise œuvre. Ces composés intermétalliques conduisent à une délamination et à la formation de fractures dans l'attache lors d'utilisations à haute température [Ive98]. On remarque aussi la formation de défauts (voir figure 1.27) dans la brasure lors de

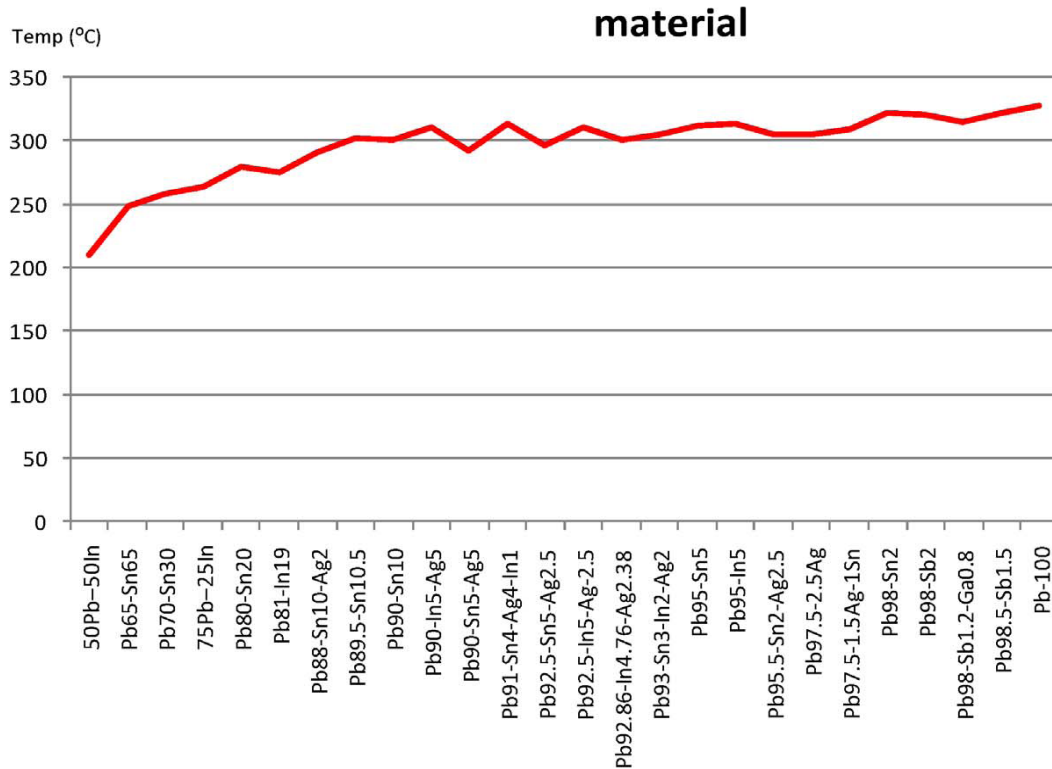


FIGURE 1.25 – Evolution de la température de fusion de différents alliages à base de plomb en fonction de leur teneur en plomb. On constate que l'augmentation de la concentration en plomb induit une augmentation de la température de fusion de la brasure [Man11].

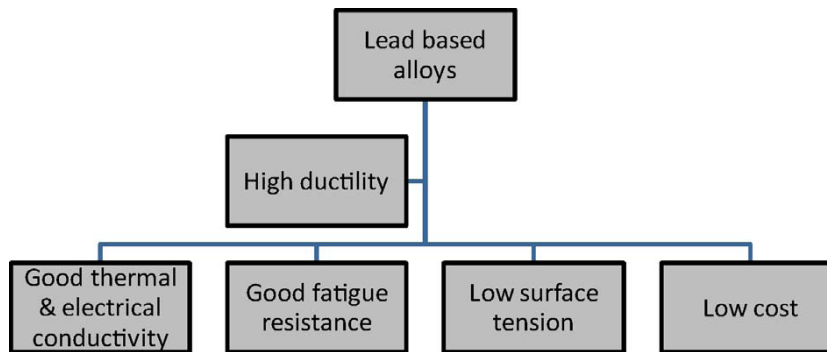


FIGURE 1.26 – Principales propriétés des alliages à base de plomb utilisés comme brasures pour des applications haute température [Yam06].

Composition	Température de fusion ( °C)
Au-Sn20	280
Au-Ge12	356
Au-Si3	363
Au-In18	461
Au-Si2	800
Au-Ni18	950

TABLE 1.7 – Température de fusion de différents alliages usuels à base d'or utilisés comme brasures pour des applications haute température [Man11].

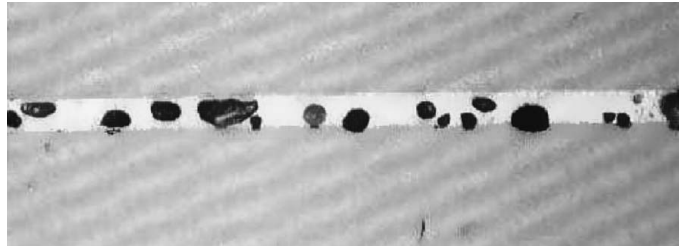


FIGURE 1.27 – Image en microscopie optique d'un joint AuSn de composition eutectique réalisé entre deux substrats AsGa métallisé or [Hum89]. On constate la présence de nombreux vides qui apparaissent en noir dans l'attache.

l'attache de composants AsGa9 : l'arsenic présent dans le composant s'évapore et les bulles de gaz restent emprisonnées dans la brasure [Hum89].

L'utilisation d'un alliage Au-In pour la réalisation de brasures de composants GaAs semble être une solution appropriée puisqu'on ne rapporte pas de défauts dans l'attache [Chi93]. Il est parfois décrit une légère dissolution du GaAs dans l'attache au niveau des zones périphériques sans que cela ne soit préjudiciable pour la qualité de la brasure. Cependant, les réserves en indium sont limitées et la brasure Au-In n'apparaît pas comme une solution pérenne.

Des études sur les alliages Au-Si2 [Nai98] ont montré une amélioration du mouillage et de la qualité de l'attache lors de la réalisation de brasures de composants SiC qui s'explique par un enrichissement de la brasure par du silicium provenant du composant. Cependant, les études ont été réalisées à très haute température (1500 °C) ce qui est incompatible avec la réalisation d'attaches de composants fonctionnels.

En dépit des nombreuses qualités intrinsèques de l'or, les alliages dont il est le principal constituant ne sont pas adaptés pour la réalisation d'attaches de puces SiC. En effet, compte-tenu de la durée d'assemblage, les brasures or très haute température (Au-Si2, Au-In18, Au-Ni18 par exemple) ne peuvent être utilisées sans risque d'endommager la puce durablement. La brasure eutectique, Au-Sn20 a, quant à elle une température d'utilisation (170 °C) trop limitée pour des applications haute température.

**Les brasures à base de Zinc (Zn)** Différents alliages à base de zinc [Sug06] ont été étudiés pour la réalisation de brasures de puces. On peut citer les trois types principaux :

- Zn-Sn [Lee05] ;
- Zn-In [Lee07] ;
- Zn-Al [Ret02]. Des variantes de cet alliage contenant du magnésium (Mg) et du gallium (Ga) utilisés comme dopants ont été étudiés.

Les alliages à base de zinc ont été envisagés pour remplacer les brasures or. Cependant, les nombreuses études réalisées à ce jour ont montré que des points bloquants subsistent pour l'utilisation d'alliages zinc comme brasures de puces haute température (voir tableau 1.8).

Le zinc est un métal qui s'oxyde facilement, quel que soient les éléments d'alliage utilisés ce qui rend les brasures à base de zinc difficilement utilisables pour

Type	Avantages	Limites
Zn-Sn	Peu coûteuse	Formation d'intermétalliques Cu-Zn
	Bonne tenue en shear-test	Faible résistance au cyclage à cause de Cu-Zn
	Bonnes propriétés de conduction	Métallisation des puces pour éviter la diffusion
Zn-In		Facilement oxydable en milieu chaud (85 °C)
Zn-Al-Mg-Ga	Propriétés mécaniques adaptées	Faible tenue en cyclage actif
Zn-Al-Cu	Excellentes propriétés mécaniques	Faible résistivité électrique
	Adapté à la très haute température	Nécessite de nombreux développements

TABLE 1.8 – Résumé des caractéristiques principales des brasures zinc, d'après [Man11].

Composition	Conductivité thermique (W/K/cm)	$T_{fusion}$ (°C)
Bi-Ag2,6	0,07	263
Bi-Ag11	0,11	360

TABLE 1.9 – Comparaison des propriétés thermiques de deux alliages courants Bi-Ag, d'après [Tsc02].

des applications en environnement sévère. L'utilisation d'aluminium en tant que protection du zinc contre l'humidité permet de renforcer sa résistance à l'oxydation. Cependant, utilisé en faible quantité, l'aluminium est peu efficace et s'il est présent en concentration trop forte dans l'alliage, on constate une chute des propriétés thermiques et électriques ainsi qu'une diminution de la tenue en cyclage de la brasure [Man11]. Les brasures à base de zinc ne se présentent actuellement pas comme un candidat fiable pour remplacer les brasures à l'or.

Enfin, compte-tenu de la température de fusion limitée des alliages zinc (368 °C maximum soit une température d'utilisation de 240 °C), on remarque que ce type de brasures n'est pas adapté pour la réalisation d'attaches de puces haute température qui font l'objet de ce travail de thèse.

**Les brasures au bismuth (Bi)** Les brasures à base de bismuth sont le plus souvent des alliages Bi-Ag dans lesquels des dopants peuvent être ajoutés pour améliorer certaines propriétés [Man11]. Les brasures Bi-Ag ont des propriétés de conduction qui augmentent lorsque la concentration en argent augmente [Tsc02] tout comme leur température de fusion (voir tableau 1.9). L'ajout d'argent au bismuth permet aussi d'améliorer la ductilité de l'attache. Cependant, les brasures Bi-Ag sont peu résistantes au cyclage : on constate au cours des cycles la présence de lacunes dans la brasure et la délaminage des zones périphériques de la puce (voir figure 1.28).

Le bismuth est un métal possédant un pouvoir mouillant limité notamment sur le nickel : l'ajout de l'étain, de césium, de cuivre ou de germanium permet d'améliorer la mouillabilité de l'alliage sur les surfaces [Man11].

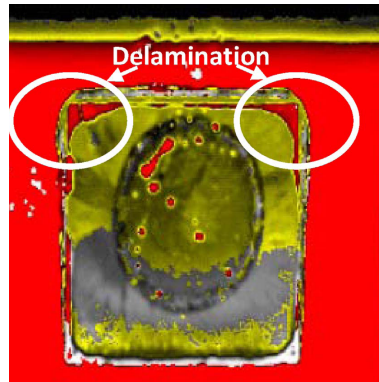


FIGURE 1.28 – Scan acoustique d'un assemblage puce-substrat avec une brasure Bi-Ag<sub>2,6</sub> après 750 cycles entre - 45 et + 150 °C [Tsc02].

Le bismuth est un métal à bas point de fusion moyen (270 °C) : l'amélioration de ses propriétés de conduction et de sa mouillabilité est obtenue en formant un alliage avec de l'argent et rajoutant des dopants. Cependant, la température de fusion des alliages classiques Bi-Ag (360 °C) ne permet pas de les qualifier pour la réalisation d'attaches de composants SiC pour des applications haute température.

L'étude des différents types brasures (plomb, or, zinc, bismuth) montre que le brasage n'est pas adapté pour la réalisation d'attache de puces SiC car la technique choisie doit être mise en oeuvre à une température bien inférieure à la température de fusion de l'attache finale. Les techniques qui seront envisagées dans la suite de ce mémoire seront donc des techniques alternatives aux brasures haute température.

**La thermocompression d'or** La thermocompression consiste à assembler sous pression et à une température élevée (autour de 400 °C) deux surfaces recouvertes d'une couche d'or. Il en résulte un joint en or pur qui possède donc toutes les propriétés de ce métal. Cette technique est peu utilisée pour la réalisation d'attaches de puces car la pression à appliquer est élevée ce qui conduirait à l'endommagement des composants lors de l'assemblage [Man11].

**Les colles conductrices** Les colles conductrices utilisées pour la réalisation d'attaches puce-substrat sont de type époxydes (thermodurs) chargées à l'argent. Ce type de colles possède de bonnes propriétés mécaniques, une bonne adhérence, une bonne tenue jusqu'à 150 °C, un retrait limité, un coût de production faible et sont bien adaptées à des utilisations haute fréquence. Cependant, leur résistivité est plus élevée et leur conductivité thermique plus faible que les brasures dures. Ces colles ne sont en outre stables qu'à des températures inférieures à 150 °C qui limitent leur utilisation à des modules contenant des puces en silicium [Ble10].

**Les verres chargés argent** Des verres borosilicatés chargés de particules d'argent (sous forme de flocons) sont commercialisés par ITME Poland, Du Pont et par 3M. Leur CTE est comparable à celui de l'argent fritté mais leurs propriétés de conduction thermique sont limitées. En outre, la mise en oeuvre de ces verres est longue et complexe (étape de pré-séchage variant de 2 à 10h, paramètres de frittage peu

connus, mise en oeuvre allant de 450 à 600 °C) ce qui exclut pour le moment leur utilisation à l'échelle industrielle [Ngu03]. Dans le cadre de ce travail, les verres chargés argent ne se présentent pas non plus comme une solution appropriée en raison de leur température de fusion limitée (200 °C) et de leur température de frittage trop élevée.

**Les rubans adhésifs** Des rubans adhésifs sont commercialisés par 3M (référence VHB [3M012]) : il s'agit de rubans double face en polymères (acrylate) qui présentent une grande résistance à l'humidité, à la fatigue et au temps. Ces rubans sont présentés comme particulièrement fiables et adaptés à des environnements sévères. Cependant, il n'existe pas d'études académiques sur cette solution d'attaches de puces et les données techniques fournies par le fabricant n'indiquent pas de résultats au-delà de 110 °C. A cause de leur température d'utilisation limitée, les rubans adhésifs ne sont pas utilisables dans le cadre de cette thèse.

**Le frittage d'argent** Le frittage est une technique qui permet d'obtenir un matériau massif à partir d'une pâte chauffée en-dessous du point de fusion du matériau. Le matériau obtenu par frittage possède des propriétés comparables à celles du matériau massif. Pour les attaches de puces, des pâtes commerciales de particules d'argent sont disponibles sur le marché. Elle sont mises en oeuvre en-dessous de 300 °C et le joint obtenu a les propriétés de l'argent massif et possède donc un point de fusion élevée (960 °C). Cette solution est parfaitement adaptée au travail à réaliser lors de cette thèse : elle est donc sélectionnée et sera abordée dans la suite de ce chapitre.

**Le Transient Liquid Phase Bonding** Le TLPB (brasure en phase liquide transitoire) consiste à faire diffuser une petite quantité d'un métal à bas point de fusion dans un métal à température de fusion élevée. On obtient un alliage final contenant une proportion très faible de métal à bas point de fusion : les propriétés du joint et en particulier sa température de fusion sont celles du métal à haut point de fusion. Cette technique sera étudiée dans cette thèse et sera décrite en détail dans ce chapitre.

## 1.2.9 Les connexions internes

Les connexions entre les différents composants actifs du module sont réalisées grâce à des bondings en or, en aluminium, en argent ou en cuivre dont la section est variable (125 à 500  $\mu\text{m}$ ) selon l'intensité du courant qui traverse le fil. Si les premiers fils de bonding étaient en or, ils ont peu à peu été remplacés par des fils d'aluminium qui présentent une bonne conductivité électrique et un coût bien plus faible. L'utilisation d'un ruban à la place de plusieurs fils de bonding permet de diminuer les inductances parasites, d'améliorer la productivité du process et de réduire les coûts [Cia02]. Cependant, le procédé de soudure des rubans est plus délicat car il nécessite que les puces soient alignées et qu'elles puissent supporter une certaine pression. Certains rubans métalliques sont réalisés en aluminium dopé nickel ou en aluminium recouvert de cuivre [sil11].

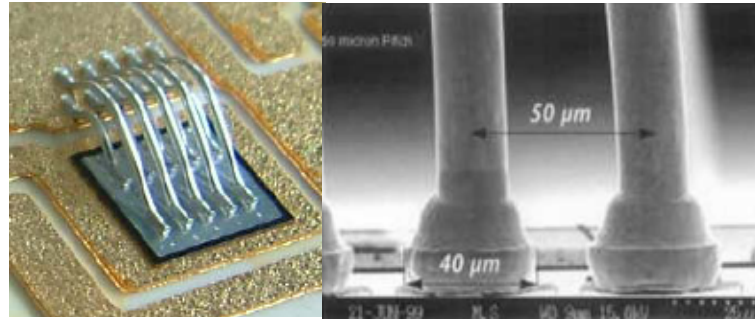


FIGURE 1.29 – Photo de fils d’aluminium dopé nickel assemblé par *wedge bonding* [Amr06] à gauche et d’un fil d’or assemblé par *ball bonding* [sil11] à droite.

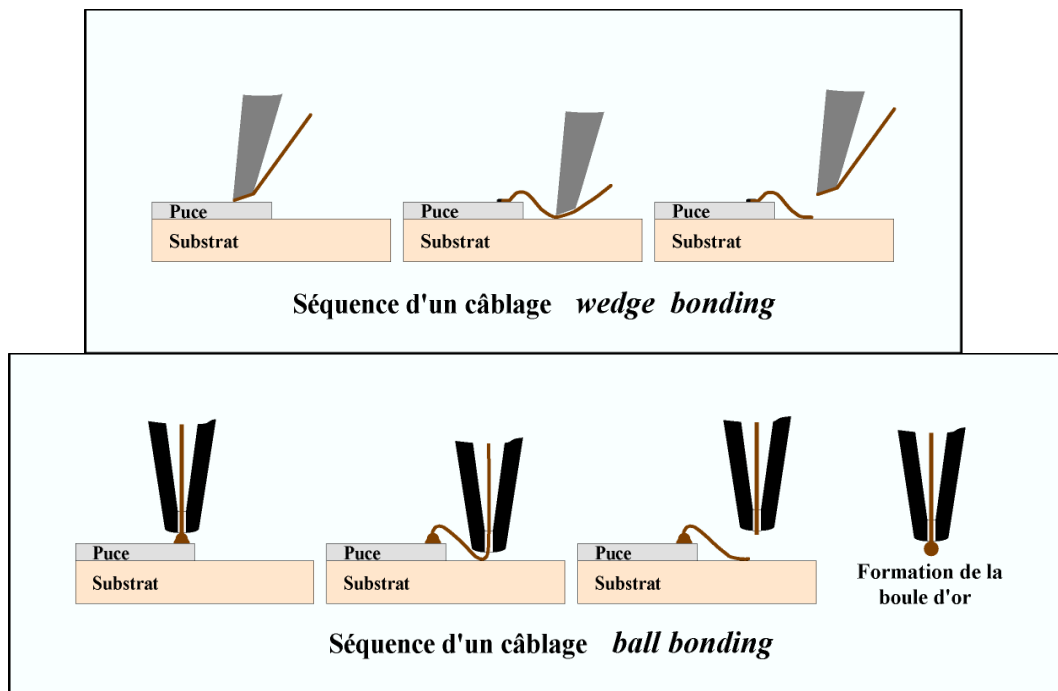


FIGURE 1.30 – Schéma de la technique de *wedge bonding* (en haut) et de *ball bonding* (en bas) [esi11]

Il existe deux techniques de soudure différentes qui permettent de réaliser des fils de bonding (voir figures 1.29 et 1.30) :

- le *wedge bonding* : c’est la technique la plus répandue en électronique de puissance et l’unique procédé permettant de réaliser des connexions internes avec de l’aluminium. Un fil de métal est placé sur le composant par un stylet : le fil est soudé à froid sur le semiconducteur grâce à l’action combinée d’ultrasons et d’une pression à température ambiante. L’autre extrémité du fil est soudée de la même façon puis le fil restant est coupé ;
- le *ball bonding* : c’est un procédé utilisé pour les fils d’or. Le fil passe à travers un capillaire et l’extrémité du fil est chauffée ce qui aboutit à la formation d’une boule. La soudure est réalisée par thermocompression ou par soudure thermosonique. Le capillaire est ensuite déplacé pour réaliser la seconde soudure.



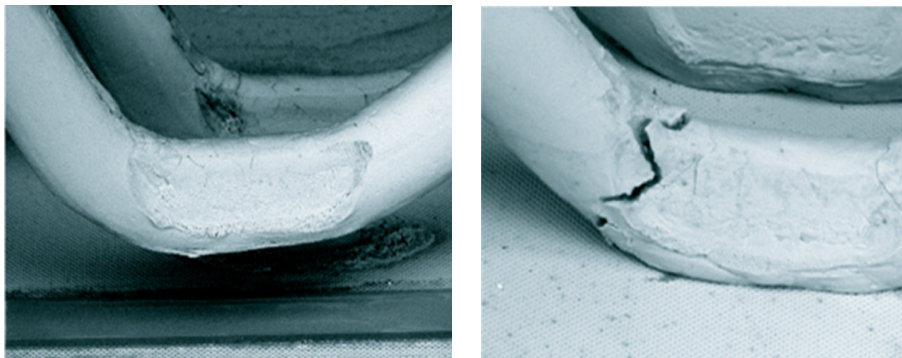


FIGURE 1.31 – Dégradation en cyclage d'un fil de bonding : soulèvement du fil (à gauche) et fissuration du fil (à droite) [Wen99].

### 1.2.10 Les connexions externes

Le module est le plus souvent relié à l'extérieur grâce à des connecteurs brasés sur la couche métallique supérieure du substrat. Afin d'éviter les brasures, sources de défaillances, on trouve aussi des contacts externes intégrés à la métallisation du substrat. Plus rarement, la métallisation du substrat est reliée à l'extérieur du boîtier par des fils de bonding [sil11].

### 1.2.11 Fiabilité des modules de puissance

L'aspect thermique est l'un des critères les plus importants à prendre en compte car l'échauffement du module lors de son fonctionnement est à l'origine de nombreuses défaillances. De ce fait, le choix des matériaux des différents constituants du module doit être réalisé avec rigueur. En effet, un module est formé d'un empilement de matériaux de nature différente (céramiques, métaux divers [Won99, McC98]) qui possèdent tous un coefficient de dilatation thermique (CTE) qui leur est propre. Les changements de température sont donc à l'origine de contraintes mécaniques en raison de la différence de dilatation des différents constituants du module. Les variations de température auxquelles sont soumis les modules s'expliquent par les phénomènes de cyclage passif (lié à la température ambiante) et de cyclage actif (qui s'expliquent par l'échauffement des composants en fonctionnement). La défaillance d'un des différents constituants (voir figures 1.31 et 1.32) d'un module de puissance conduit à la défaillance du module entier qui doit être remplacé.

Les principales dégradations liées au cyclage d'un module se retrouvent au niveau des puces, des brasures, du substrat et des connexions internes [Bou10]. Les deux principales dégradations qu'on observe sur les puces lors du cyclage sont la déformation plastique de la métallisation aluminium qui conduit à une déformation structurale de la surface et la modification de l'oxyde de grille à l'origine de l'apparition d'un courant de fuite local. Le dépôt d'une fine couche de polyimide permet de protéger la métallisation de la puce [Bou10]. La détermination des propriétés mécaniques des brasures [Sta01] comme la résistance au cisaillement et l'étude de coupes après cyclage [The03] permettent de mettre en évidence les détériorations qui se sont formées au sein des brasures comme les fissures (voir figure 1.33).

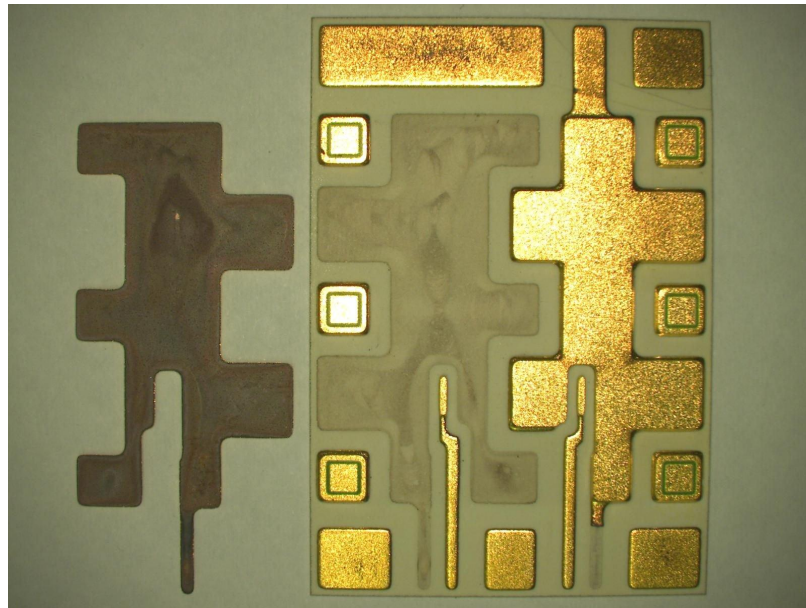
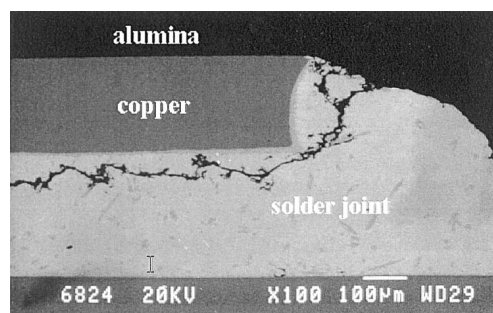
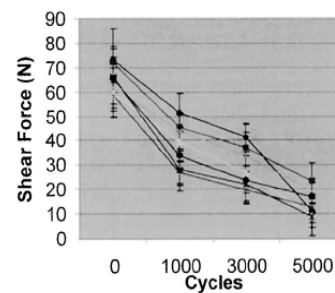


FIGURE 1.32 – Décollement de la métallisation d'un substrat suite à la propagation d'une fissure dans la céramique, Université de Nottingham.



(a)



(b)

FIGURE 1.33 – Dégradation d'une brasure au plomb après cyclage (a) [The03] et évolution de la tenue en cisaillement en fonction du nombre de cycles (b) [Sta01].

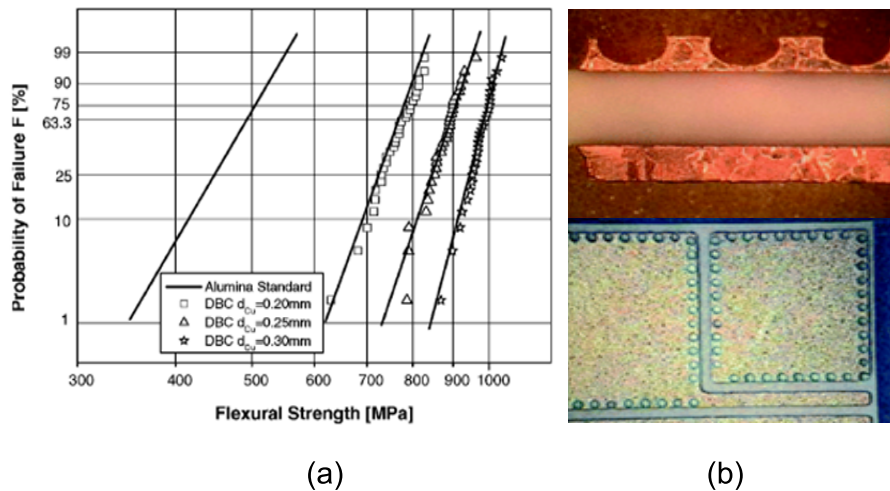


FIGURE 1.34 – Résistance à la flexion de différents substrats DCB en fonction de l'épaisseur de céramique du substrat (a) et nouveau design de DCB permettant de diminuer les contraintes par la formation de dimples (b) [SH03a].

La dégradation la plus fréquente du substrat est localisée à l'interface céramique-métallisation : on observe un décollement de la métallisation (voir figure 1.32) qui s'explique par la propagation de fissures conchoïdales dans la céramique. Pour limiter l'impact des différences de CTE, de nouveaux designs de substrats ont été développés avec une métallisation cuivre plus fine que pour les DCB classiques (voir figure 1.34(a)). Le cyclage thermique est aussi à l'origine de la défaillance des connexions internes soit par le décollement des fils de bonding soit par la fissuration du fil. La levée des fils peut être limitée par l'enrobage du fil par du polyimide ou par l'ajout d'une interface fine de molybdène entre le fil et le composant [Ham01].

## 1.3 Le frittage d'argent

### 1.3.1 Le frittage

Le frittage se définit comme la consolidation d'un matériau (par exemple une poudre), obtenue en minimisant l'énergie du système grâce à un apport d'énergie (thermique, mécanique, avec un laser...) mais sans fusion d'au moins l'un des constituants (norme ISO 5755/2001). Le frittage est une méthode utilisée depuis des siècles pour la fabrication de poteries et de céramiques. Son utilisation s'est ensuite élargie aux métaux au cours du vingtième siècle et dernièrement, aux polymères de type PEEK ou PTFE [int11]. Cette partie s'intéressera plus particulièrement au frittage de nanopâtes d'argent pour des applications en microélectronique. La température de frittage doit rester inférieure à la température de fusion du matériau et la cohésion de la pièce finale s'explique par la formation de liaisons entre les différents grains et par la diminution de la porosité. Le frittage s'accompagne donc le plus souvent d'un retrait (diminution des dimensions) et d'une densification (réduction du volume) : il est donc indispensable de tenir compte de ces paramètres

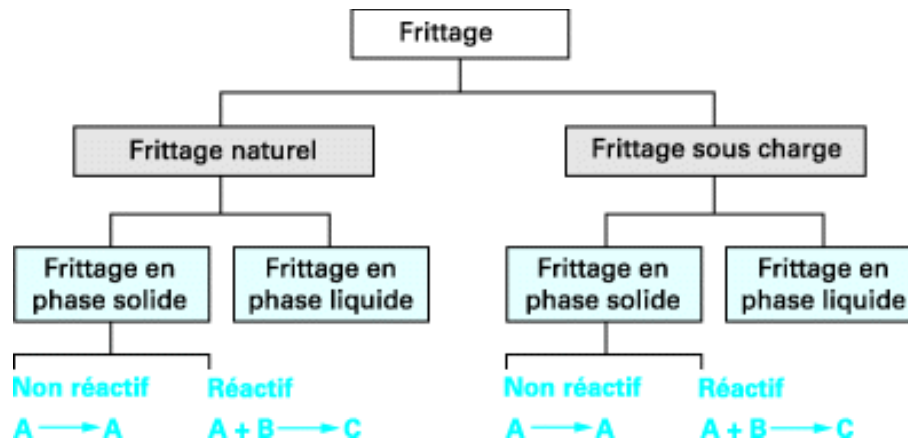


FIGURE 1.35 – Schéma des différents types de frittage [Ber05].

lors du dimensionnement d'une pièce. Il est cependant à noter que dans le cas d'alliages métalliques, il est possible que le frittage s'accompagne d'une augmentation de volume de la pièce liée à la formation d'un nouvel alliage plus volumineux que les atomes indépendants [Ber93]. Les différents paramètres d'influence du frittage sont : la température (qui doit rester limitée pour éviter la fusion des grains), la taille initiale des grains et la pression à appliquer. Plusieurs classifications du frittage (voir figure 1.35) sont utilisées selon qu'on s'intéresse aux paramètres physicochimiques du matériau (frittage en phase solide, en phase liquide, vitrification), aux conditions expérimentales du frittage (frittage sous charge ou non) ou à la composition de la pièce frittée (identique ou différente de celle de la poudre).

On parle de frittage en phase solide lorsque que la poudre reste à l'état solide lors du frittage : le frittage est obtenu par la formation de liaisons entre les grains et peut être accéléré par la présence d'additifs. Ce type de frittage permet d'obtenir des pièces frittées ayant de bonnes qualités thermomécaniques. Le frittage visqueux ou vitrification est décrit lorsqu'une phase vitreuse apparaît lors du frittage et bouche les pores entre les grains. Ce type de frittage est dit polyphasé car l'un des constituants du mélange initial doit passer à l'état liquide alors que les autres composés demeurent à l'état solide. Dans le frittage en phase liquide, le liquide permet de rapprocher les grains et de créer des liaisons entre eux. La nécessité d'effectuer le frittage sous charge dépend des paramètres expérimentaux comme la température ou la taille de grains. On parle enfin de frittage non-réactif lorsque la composition de la poudre est conservée dans l'objet fritté et de frittage réactif dans le cas contraire. Le frittage réactif est plus rare et ne peut se produire qu'en présence d'un mélange de poudres [Ber05].

### 1.3.2 Les différentes étapes du frittage en phase solide

Le frittage est un processus qui peut être décomposé en trois phases successives : chacune d'elles correspond à une variation du volume de l'échantillon qu'il est possible de suivre par dilatométrie (voir figure 1.36).

Les trois étapes du frittage sont :

1. le déliantage ;

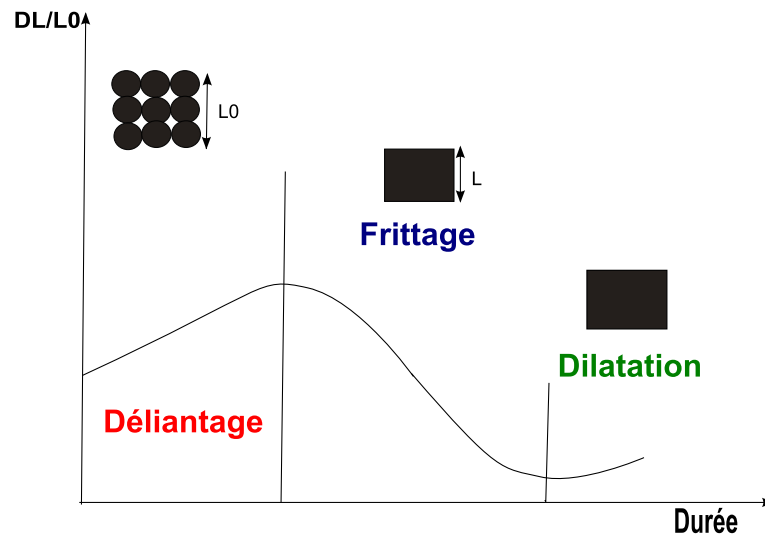


FIGURE 1.36 – Suivi des variations de volume d'un échantillon lors du frittage d'après [Ber05]. Les dimensions ( $L$ ) de la pièce finale après sont plus faible que celles ( $L_0$ ) des poudres utilisées pour sa fabrication. Dans de rares cas (pour les alliages métalliques par exemple), le frittage est suivi d'une phase de dilatation limitée.

2. le frittage ;
3. la dilatation de l'échantillon.

### Le déliantage

Le déliantage est une étape préliminaire au frittage qui permet l'évacuation des différents composés organiques (liant, diluant, dispersants, additifs) qui enrobent les particules à fritter. La volatilisation de ces substances chimiques doit s'effectuer à une température légèrement supérieure à leur température d'évaporation respective [Abd97, Ber05]. Cette étape est primordiale pour préparer le frittage car elle évite la formation de défauts graves dans la pièce frittée dus à l'emprisonnement dans les pores de gaz provenant des composés présents initialement dans l'échantillon [Agn92]. La vitesse du déliantage est elle aussi à adapter en fonction des solvants présents car une élimination trop rapide de ces derniers peut conduire à la création de fissures dans la pièce finale.

### Le frittage

Après l'élimination des solvants organiques, commence l'étape de frittage à proprement parler qui permet d'obtenir une pièce massive dont le volume des pores est variable. La qualité du frittage est mesurée grâce à la porosité et à la densité [Ber03, Agn92] de la pièce finale. La porosité ( $p$ ) (1.2) se définit comme le rapport entre le volume des pores ( $V_p$ ) et le volume total ( $V_T$ ) de la pièce après frittage tandis que la densité relative ( $\rho$ ) (1.3) est le rapport entre le volume de matière ( $V_T - V_p$ ) et le volume total de la pièce.

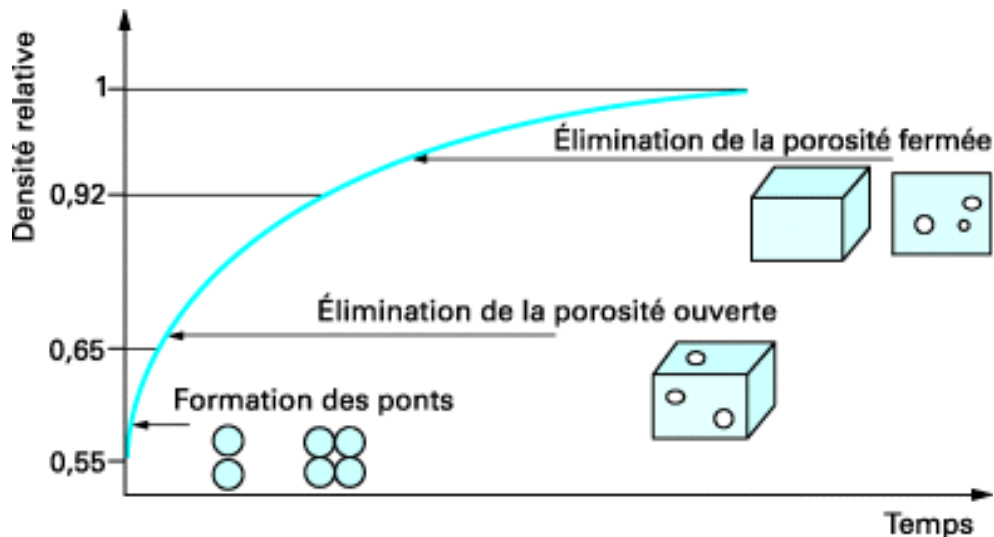


FIGURE 1.37 – Schématisation des différents stades du frittage [Ber05]. Les particules dispersées se soudent à l'aide joints de grains, les pores ouverts sur l'extérieur sont éliminés en premier tandis que les pores fermés s'éliminent ensuite par diffusion à travers les grains.

$$p = \frac{V_p}{V_T} \quad (1.2)$$

$$\rho = \frac{V_T - V_p}{V_T} \quad (1.3)$$

d'où

$$p = 1 - \rho \quad (1.4)$$

L'étape de frittage correspond à une phase de grossissement des grains et de coalescence des pores qui s'éliminent par migration à la surface de l'échantillon (voir figure 1.37). Le frittage a lieu à une température bien inférieure à la température de fusion du matériau mais à une température supérieure à celle de la phase de déliantage.

On observe tout d'abord une étape de réarrangement des grains favorisé par l'évacuation des additifs lors de la phase de déliantage. Puis, les grains se rapprochent pour constituer une armature grâce à la formation de ponts : à ce stade, la densité est approximativement de 65 % (voir figure 1.38).

Les ponts entre les grains s'expliquent par une différence de gradient de matière dans le système : la concentration de matière sous la surface en compression des grains est supérieure à la concentration en matière sous la surface en tension des joints. Sous l'action de ces gradients de matière, la matière va circuler des joints de grains et de la surface des grains vers les ponts (1.5).

$$\frac{\Delta V_{ponts}}{\Delta t} = j.A.M \quad (1.5)$$

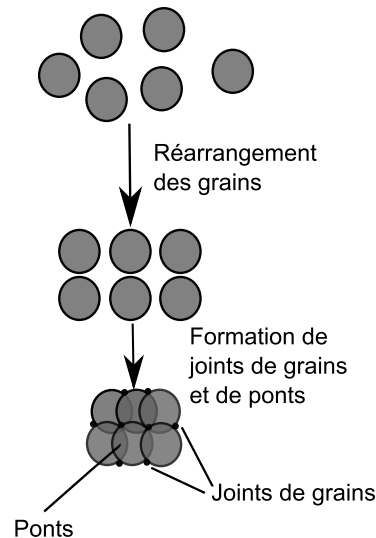


FIGURE 1.38 – Représentation schématique du frittage : formation de ponts et de joints de grains.

Type de transport	Source de matière	Puits de matière	Type de consolidation
Transport gazeux	Surface des grains	Pont	Non-densifiante
Diffusion en volume	Surface de grains	Pont	Non-densifiante
Diffusion en volume	Joints de grains	Pont	Densifiante
Diffusion aux joints de grains	Joints de grains	Pont	Densifiante
Dislocation	Volume	Pont	Densifiante

TABLE 1.10 – Description des différents types de flux de matières conduisant à la formation de ponts ou de joints de grains et leur conséquence sur le type de densification.

$V_{ponts}$  est le volume des ponts (en  $m^3$ ),  $j$  est la densité de flux de matière arrivant en un point (en moles/ $m^2/s$ ),  $A$  l'aire de la surface par laquelle diffuse le flux (en  $m^2$ ) et  $M$ , le volume molaire du matériau considéré (en  $m^3/mole$ ).

Il existe différents mécanismes de formation de ponts entre les grains selon le type de transport de la matière et son origine (voir tableau 1.10).

Une fois soudés grâce aux ponts, les grains continuent à grossir et on observe la diminution du volume des pores externes au profit de la formation de pores fermés : c'est l'étape d'élimination de la porosité ouverte qui se termine lorsque la densité de la pièce atteint 92 %. La porosité ouverte se définit comme l'ensemble des pores qui traversent les joints de grains et qui sont reliés à l'extérieur. Le frittage se termine par l'élimination des pores piégés dans la pièce frittée (porosité fermée) par diffusion à travers les grains pour obtenir une densification le plus proche possible de 100 % [Ber05]. Il est néanmoins difficile de différencier chacune des étapes car les phénomènes se recouvrent partiellement et qu'une porosité nulle ne peut se décrire que pour un modèle idéal [Agn92]. Les conditions expérimentales du frittage ont une grande importance sur la qualité de la pièce finale : la taille initiale des particules, la pression et la température sont les trois principaux facteurs d'influence du frittage.

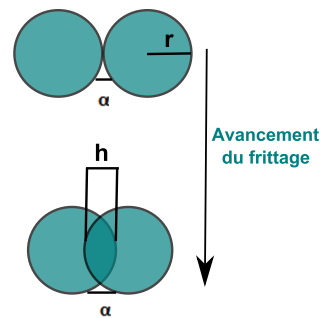


FIGURE 1.39 – Evolution de l'angle  $\alpha$  au cours du frittage. Le rayon du grain reste constant malgré le déplacement  $h$  des grains et l'augmentation de la valeur de l'angle de raccordement  $\alpha$ .

### La dilatation

Une dilatation de l'échantillon qui correspond à une réorganisation des atomes peut intervenir à l'issue de la phase de frittage dans certains alliages métalliques suite à la formation de nouvelles liaisons atomiques [Ber05].

### 1.3.3 Aspects thermodynamiques : la force motrice du frittage

L'étude des aspects thermodynamiques du système permet de savoir si la réaction étudiée est possible et de connaître les conditions expérimentales (pression, température) nécessaires. Tout système évolue spontanément vers une diminution de son enthalpie libre  $G$  ( $\Delta G < 0$ ) pour une réaction à température et pression constantes. Dans le cas du frittage, c'est la diminution de la surface d'interfaces solide-vapeur ( $A_{sv}$ ) au profit d'interfaces solide-solide ( $A_{ss}$ ) (1.6) qui permet de diminuer l'enthalpie libre [Ber93]. A chaque type d'interface correspond une énergie de surface ( $\gamma$ ) ou tension superficielle qui dépend uniquement du matériau considéré : les interfaces  $A_{ss}$  sont associées à  $\gamma_{ss}$  et les interfaces  $A_{sv}$  à  $\gamma_{sv}$ .

$$\Delta G = (\Delta A_{sv} \cdot \gamma_{sv}) + (\Delta A_{ss} \cdot \gamma_{ss}) \quad (1.6)$$

La baisse de la tension superficielle d'un matériau pulvérulent peut être obtenue grâce à deux mécanismes (voir figure 1.40) :

- le mûrissement d'Ostwald : la baisse de l'énergie de surface est obtenue par coalescence des grains : leur nombre diminue et ils deviennent plus gros : on a donc  $\Delta A_{ss} > 0$  et  $\Delta A_{sv} < 0$  et  $\Delta G = 0$  ;
- le frittage : les interfaces solide-gaz sont remplacées par des interfaces solide-solide par soudure des grains les uns aux autres.

Ces deux processus sont en compétition lors du chauffage de l'échantillon ce qui nécessite une bonne connaissance des conditions de frittage du matériau afin d'éviter que le phénomène de mûrissement d'Ostwald ne supplante le frittage. Au



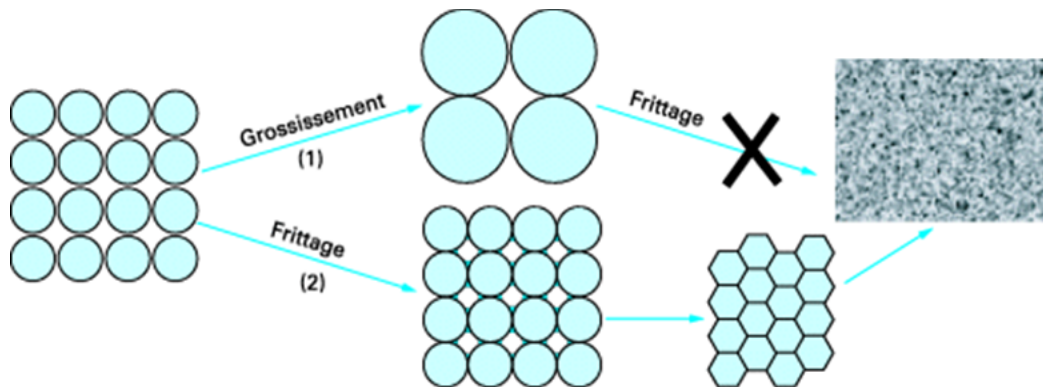


FIGURE 1.40 – Schéma des deux types de réaction en compétition lors du frittage [Ber05]. Le mûrissement d'Ostwald (en haut) est un mécanisme qui aboutit au regroupement de grains sans élimination de la porosité. Le frittage conduit à une réorganisation des grains et à une élimination de la porosité aboutissant à une réduction des dimensions de la pièce finale.

début du frittage et jusqu'à une densité comprise entre 65 et 77 % environ, on observe que le frittage est prédominant, ensuite, on décrit un phénomène très lent de grossissements de grains [Lan89] non densifiant. L'évolution de la microstructure (coalescence ou frittage) dépend de l'origine du puits de matière nécessaire à la formation de pont : par exemple lorsque la matière vient de la surface des grains, on observe le phénomène de coalescence. Une bonne uniformité du matériau de départ ainsi que l'application d'une pression permettent de limiter la croissance de grains et d'augmenter la vitesse de densification [Lan84].

Lors du frittage, les interfaces solide-gaz (entre les particules et l'extérieur) sont remplacées par des interfaces solide-solide (entre différents grains) : on a donc  $\Delta A_{sv} < 0$  et  $\Delta A_{ss} > 0$ . Comme  $\gamma_{ss} \ll \gamma_{sv}$  [Ber05],  $\Delta G$  est toujours négatif en cas de frittage. Au fur et à mesure de l'avancement du frittage, la valeur de l'angle de raccordement  $\alpha$  augmente jusqu'à une valeur limite  $\alpha_e$  (voir figure 1.39) : c'est l'angle d'équilibre du système. Lorsque  $\alpha = \alpha_e$ ,  $\Delta G = 0$  [Lan89] et le frittage s'arrête (1.7).

$$\gamma_{ss} = 2\gamma_{sv} \cdot \cos \cdot 0,5\alpha \quad (1.7)$$

### 1.3.4 Les paramètres d'influence du frittage

Au cours de l'avancement de la réaction de frittage, plusieurs mécanismes ont lieu successivement et simultanément (lorsque l'origine de la matière est la même). Différentes études théoriques sur les aspects cinétiques du frittage ont été menées afin de modéliser la vitesse de la réaction, car à chaque type de déplacement de matière, correspond une cinétique qui lui est propre. Cependant, la cinétique du frittage peut être simplifiée en s'intéressant uniquement au phénomène le plus rapide : on parle de la théorie du processus prédominant ou régulateur de frittage. Le prédominance de chacun des phénomènes de consolidation (frittage ou grossissement des grains) dépend des conditions expérimentales comme la granulométrie, la température ou la durée du frittage.

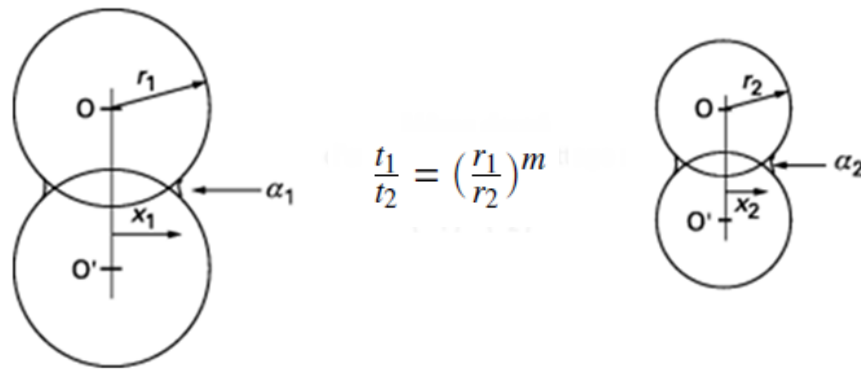


FIGURE 1.41 – Illustration de la loi de Herring : la vitesse du frittage est d'autant plus rapide que la diamètre des grains est petit [Ber05].

**La taille des particules** L'influence de la granulométrie sur la cinétique du frittage suit la loi de similitude de Herring (1.8) : l'exposant  $m$  dépend du type de déplacement de matière et varie de 1 à 4.

$$\frac{t_1}{t_2} = \left(\frac{r_1}{r_2}\right)^m \quad (1.8)$$

Les temps  $t_1$  et  $t_2$  correspondent à la durée nécessaire pour atteindre le même avancement (même angle  $\alpha$ ) pour deux systèmes ayant des tailles de grains initiales  $r_1$  et  $r_2$  (voir figure 1.41) et suivant le même mode de diffusion.

Compte tenu de la valeur de  $m$ , l'influence de la taille initiale des poudres est très importante. Ainsi, si on considère deux tailles de particules tel que  $r_1 = 10.r_2$ , pour un état d'avancement  $x$  donné et pour une diffusion de surface ( $m = 3$ ), alors  $t_2 = 10^{-3}t_1$ .

**La température de frittage** Il existe différents types de transport de matière (voir tableau 1.10) : à chacun d'eux correspond une énergie d'activation qui est fonction de la température. La température de frittage a donc une action sur la vitesse (cinétique) de la réaction mais elle influence aussi l'un ou l'autre des transports de matière (voir figure 1.42).

A chaque type de diffusion correspond une énergie d'activation  $E_a$  : cette dernière est plus faible pour la diffusion de surface que pour les autres types de diffusion comme la diffusion aux joints de grains [Ber05]. On remarque donc qu'aux basses températures, c'est la diffusion de surface qui est favorisée : la température permet de favoriser l'un ou l'autre des modes de consolidation.

### 1.3.5 Le frittage de métaux

Très utilisé pour les céramiques, le frittage s'est peu à peu étendu à d'autres matériaux comme les métaux tels que le fer, le cobalt, le nickel, le cuivre

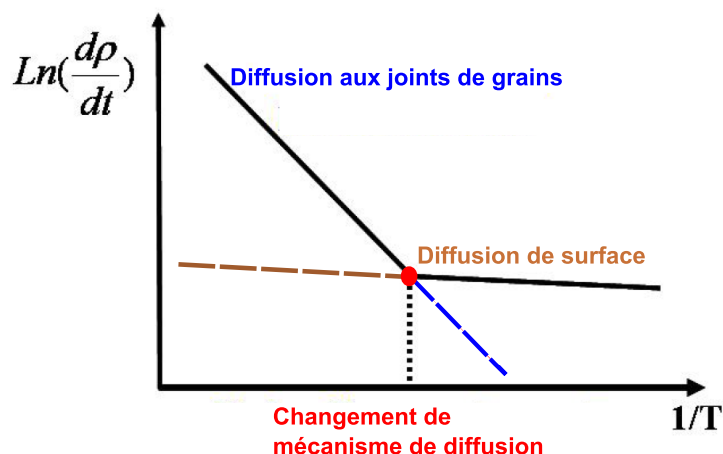


FIGURE 1.42 – Influence de la température sur le type de diffusion en fonction de l'avancement du frittage, d'après [Bai05a]. La pente de chacune des droites est  $-E_a/R$  et le phénomène favorisé est celui pour lequel l'énergie d'activation est la plus faible.

Métal	Diamètre <sub>poudres</sub> (nm)	T <sub>frittage</sub> (°C)	Pression (MPa)	Durée (s)	Taille <sub>grains</sub> (μm)
Fe	20-50	697	0	1800	0,5-1,5
Fe	20-50	367	200		0,15
Fe	20	317	400		0,08
Cu	20-50	797	0	3600	0,5-1,5
Cu	50	177	400		0,4
Co	20	367	400		0,21
Ni	20	177	400		0,12
Ag	30	285	4,5	3600	15-20

TABLE 1.11 – Influence des conditions expérimentales sur le frittage de poudres métalliques, d'après [Hay89a, Hay89b, Bai05a, Bai05b].

et l'argent (voir tableau 1.11) mais aussi le molybdène, le titane ou le palladium [Hay89a, Hay89b, Bai05a, Bai05b].

Si de nombreux métaux peuvent être frittés [Hay89a], seuls l'argent [Bai05a] et l'or sont utilisés pour des applications de report de puces. Ces deux métaux possèdent des propriétés bien adaptées à la réalisation d'attaches de puces car ils ont un point de fusion élevé, de bonnes propriétés de conduction thermique et électriques. Ce sont aussi des métaux nobles qui résistent à l'oxydation et à la corrosion.

Les résultats expérimentaux déjà publiés [Hay89a, Bai05b] sont en accord avec les données théoriques sur les paramètres d'influence du frittage. Il faut donc trouver le meilleur compromis entre les différents paramètres expérimentaux pour réaliser un frittage de qualité. Si de nombreux métaux sont frittés, la seule solution technologique actuellement commercialisée pour réaliser des joints entre une puce et un substrat est une pâte qui contient des particules d'argent. Différentes entreprises en commercialisent : celle utilisée dans cette thèse est une pâte développée au CPES

et commercialisée par le NBETech [nbe11]. Ce métal est utilisé pour la fabrication d'attaches de puces en raison de ses bonnes propriétés thermiques et électriques, de sa résistance à la corrosion et à l'oxydation, de sa bonne tenue à la fatigue et de son coût modéré par rapport aux brasures à base d'or. La réalisation d'attaches puce-DCB à partir du frittage de nanoparticules d'argent à des températures proches de 300°C est un procédé très étudié au CPES qui a donné lieu à de nombreuses publications [Wan07, Lei10, Bai05a, Bai05b, Bai05c, Bai06, Bai07, Lu04, Zha04, Zha02], ce type de frittage sera décrit en détail plus loin.

### 1.3.6 Analyse des joints frittés

Différents types de tests sont utilisés pour caractériser les joints frittés :

- la tenue en cisaillement (shear-test), l'imagerie, la résistance à la traction et le cyclage, la mesure de la  $R_{th}$  et de la  $Z_{th}$  : ce sont des analyses destructives ;
- le scan acoustique : c'est une analyse non-destructive.

Les caractérisations les plus courantes sont le shear-test, l'imagerie (optique ou électronique) et le cyclage. Le shear-test permet de mesurer la résistance en cisaillement : pour cela une force est appliquée sur l'attache jusqu'à ce qu'elle cède. L'imagerie optique permet d'étudier l'aspect global du joint tandis que la microscopie électronique permet d'obtenir des images des grains d'argent et d'évaluer avec précision la densité de l'attache ainsi que l'homogénéité des grains frittés. Le scan acoustique permet de détecter la présence de défauts comme les défauts internes (vides, fissures).

### 1.3.7 Le frittage de micropâtes d'argent

Le frittage de micropâtes d'argent est antérieur au frittage de nanoparticules d'argent [Sch91]. L'utilisation de micropâtes d'argent a été largement étudiée par le secteur industriel comme l'entreprise Semikron [Sch08] tandis que la recherche académique s'est plutôt focalisée sur les nanopoudres en raison d'une procédure plus facile à mettre en œuvre (températures et pressions limitées). Cependant, face aux risques potentiels sur la santé des nanoparticules et au coût très élevé des pâtes contenant des nanopoudres d'argent, de nombreuses entreprises (comme Bosch ou Heraeus) développent des procédés mettant en jeu des microparticules. Ces pâtes sont optimisées en utilisant par exemple de nouveaux additifs pour diminuer la température de frittage ou limiter la pression à appliquer. En effet, l'enjeu est de réaliser des joints sans détériorer la puce lors de l'application de la pression par une presse chauffante, ce qui est un point bloquant important notamment lors de l'utilisation de puces fragiles en silicium.

La pâte d'argent contient des additifs (solvants, liant, diluant) et des particules d'argent (de taille inférieure à 10  $\mu m$ ) : celle-ci est déposée sous forme d'une couche d'épaisseur de 40 à 100  $\mu m$ . La phase de déliantage a ensuite lieu durant trois ou quatre heures [Frü10] puis le frittage de la pâte commence : celui-ci a lieu sous une pression de 40 MPa ce qui permet de limiter la température du process à 240 °C. Des études menées chez Bosch [Frü10] ont montré que les impuretés contenues dans les pâtes comme le potassium, le sodium ou le cuivre, n'ont, dans une certaine

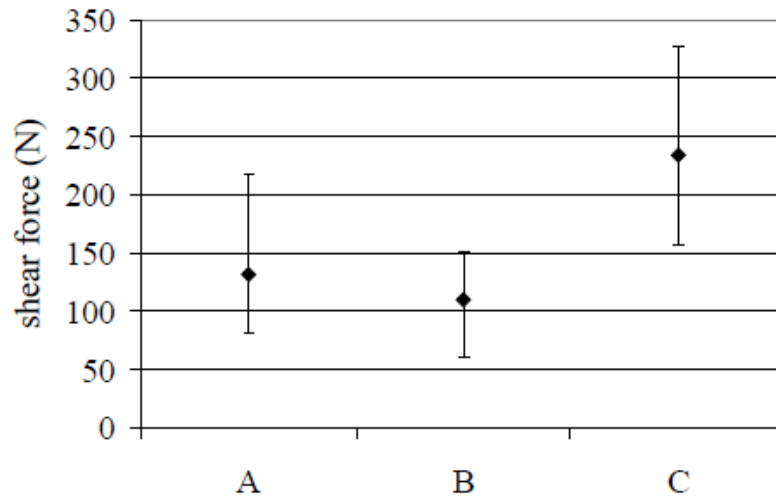


FIGURE 1.43 – Comparaison de la tenue en cisaillement (shear-test) de plusieurs joints réalisés sous pression à partir de micropâtes de morphologie différentes. La série A est réalisée à partir de flocons d'argent, la série B avec un mélange de flocons et de particules sphériques et la série C à partir de particules sphériques [Frü10]. Le shear-test permet de mesurer la force à appliquer sur l'attache de puce pour qu'elle cède : cette valeur doit être aussi élevée que possible.

limite (2700 ppm), pas d'effet sur la tenue de l'attache. Par contre, la morphologie (sphère ou flocon) et la taille des particules d'argent ont une importance sur la qualité de l'attache dont la tenue est d'autant meilleure que les particules sont petites et sphériques (voir figure 1.43). Cette influence s'explique par un enrobage par les additifs plus inhomogènes pour les flocons que pour les particules sphériques.

Heraeus [Sch10] s'intéresse plus particulièrement aux effets des additifs sur le frittage des micropâtes et plusieurs études ont été menées en faisant varier différents paramètres expérimentaux comme la température de frittage, la durée de la réaction et l'interface entre la presse et la puce. Pour tous les tests, un dépôt de pâte de  $50 \mu\text{m}$  a été réalisé sur un DCB nickel-or et l'attache a été réalisée avec une puce en silicium de  $18 \text{ mm}^2$ . Une phase de déliantage rapide de la pâte de l'ordre de 5 minutes à  $75 \text{ }^\circ\text{C}$  a été effectuée. Les résultats de caractérisation montrent que la conductivité électrique des attaches provenant du frittage de micropâtes est meilleure que celle des attaches réalisées avec des nanopoudres de même que leur tenue en shear-test. Les meilleures propriétés mécaniques (tenue en shear-test de l'ordre de 20 MPa) sont obtenues pour une pâte contenant des micropâtes d'argent qui ont été frittées sans pression à  $200 \text{ }^\circ\text{C}$  durant trente minutes, la métallisation nickel-palladium-or du substrat améliore aussi sensiblement la tenue du joint (voir figure 1.44).

Les mêmes essais réalisés sur de grandes puces (IGBT de  $100 \text{ mm}^2$ ) ont montré que la zone centrale de l'attache n'avait pas fritté et qu'elle présentait des traces d'additifs. Cela démontre que le déliantage ne peut s'effectuer de façon convenable pour les grandes puces et qu'un design différent doit être utilisé pour le dépôt afin de permettre la volatilisation des solvants sous toute la surface de la puce. Il est aussi difficile de déterminer l'influence du type d'additifs sur le frittage car la composition des pâtes Heraeus n'est pas divulguée dans l'étude. Les premiers résultats ob-

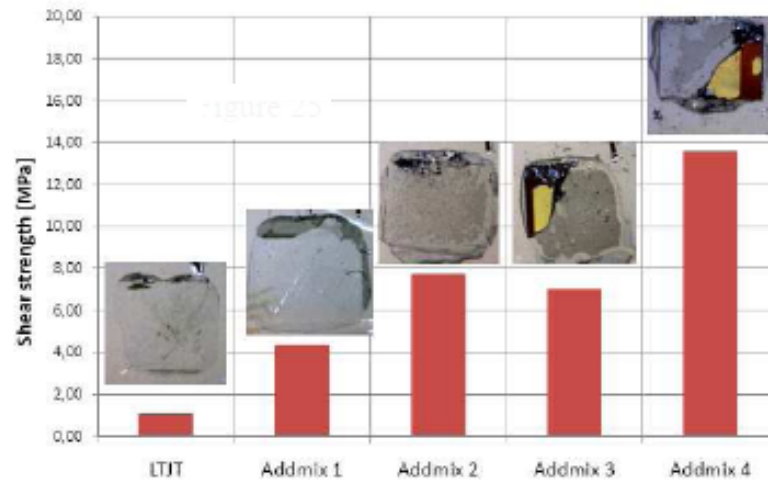


FIGURE 1.44 – Comparaison de la tenue en cisaillement (shear-test) d'assemblages réalisés avec des micropâtes d'argent. La pâte classique est appelée LTJT et les autres séries correspondent à des pâtes développées par Heraeus de composition inconnue [Sch10].

tenus sur le frittage de micropâtes d'argent montrent que certaines pâtes permettent d'obtenir des attaches plus résistantes que celles réalisées avec des nanopoudres d'argent. Ces résultats sont d'autant plus intéressants que les procédures expérimentales sans pression et à faible température (200 °C) donnent les meilleurs résultats pour certains types de pâtes. Cependant, certains paramètres expérimentaux (état de surface des interfaces, composés organiques, morphologie des particules) ne sont pas précisés. De plus, le nombre d'attaches satisfaisantes réalisées n'est pas non plus indiqué. Enfin, la micropâte sans pression utilisée par Heraeus n'en est qu'au stade expérimental et n'est pas encore commercialisée. Il n'existe actuellement sur le marché que des micropâtes à fritter sous pression ce qui explique que nous n'ayons pas fait le choix de ce type de pâte.

### 1.3.8 Le frittage de nanoparticules d'argent

La réalisation d'attaches de puce à partir de microparticules d'argent présente l'inconvénient de devoir appliquer une pression sur l'assemblage au risque d'endommager la puce. Une technique d'attache de puces utilisant des nanoparticules d'argent sans pression (pour les assemblages de petites puces) a été développée par le Virginia Tech. L'intérêt de la nanopâte est donc d'avoir une mise en oeuvre facilement industrialisable puisque l'assemblage a lieu sans pression. Le frittage sans pression permet aussi d'éviter l'endommagement de la puce lors de la mise en oeuvre de la pâte. La pâte contenant des nanopoudres permet aussi de réaliser des dépôts fins ce qui permet d'obtenir des joints de faible épaisseur limitant ainsi la formation de fractures dans l'attache. Cette pâte a été choisie car elle est disponible commercialement et que ses paramètres de mise en oeuvre sont connus grâce à de nombreuses recherches académiques menées notamment au CPES et aux données techniques facilement disponibles puisque la pâte est brevetée.

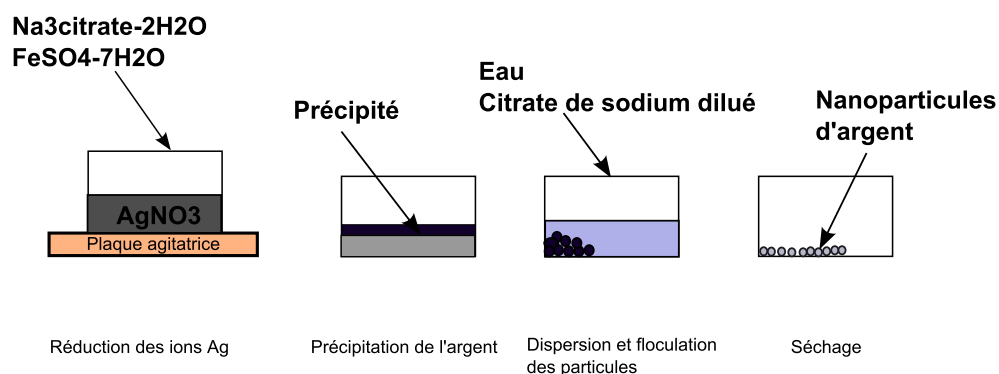


FIGURE 1.45 – Schématisation du procédé Carey Lea appliqué à la fabrication de particules d'argent.

Type	Composition	Fonction
Dispersant	Chaîne hydrocarbonée et fonction acide	Empêche la formation d'agglomérats de particules
Liant	Polymère à longue chaîne hydrocarbonée	Evite la dispersion non homogène des particules
Diluant	Polymère à courte chaîne hydrocarbonée	Contrôle la viscosité de la pâte

TABLE 1.12 – Description des additifs contenus dans la pâte NanoTach du NBE-Tech, d'après [Bai05a].

### Description de la nanopâte d'argent

La pâte Nanotach produite et commercialisée par le NBEtech contient un mélange d'additifs et des nanoparticules d'argent produites soit par la voie chimique au NBEtech (procédé Carey Lea modifié [Mel94]) soit par déposition en phase (solution commercialement disponible). Le procédé Carey Lea [CL89] permet d'obtenir une variété allotropique d'argent très pur dont l'aspect est blanc et très brillant, la méthode a été adaptée à la production de nombreux autres métaux comme le palladium, le cuivre, l'or, le nickel et le chrome entre autre. Pour fabriquer des nanoparticules d'argent, deux solutions sont nécessaires : une solution réductrice contenant du citrate de sodium hydraté et du sulfate de fer hydraté est ajoutée sous vive agitation à une solution de nitrate d'argent. Le précipité de couleur sombre est récupéré puis dispersé et floculé dans une solution d'eau puis de citrate de sodium diluée avant d'être séché (voir figure 1.45). Trois additifs sont ensuite rajoutés à l'argent [Bai05a, Wan07] (voir tableau 1.12) afin de former une pâte stable. Les additifs sont tout d'abord mélangés à un solvant puis les particules d'argent sont ajoutées. Le mélange est agité durant trois heures grâce à des ultrasons afin d'obtenir un bon mouillage des additifs autour des particules et d'obtenir une pâte homogène. L'ultime étape consiste à évaporer les solvants contenus dans la pâte. Après fabrication, la pâte est conservée à une température de 5 °C. Après ouverture, la pâte se garde à température ambiante pendant un an.

La fonction acide COOH du dispersant va se fixer sur les particules de métal afin d'éviter la formation d'agglomérats qui auraient une incidence néfaste sur le

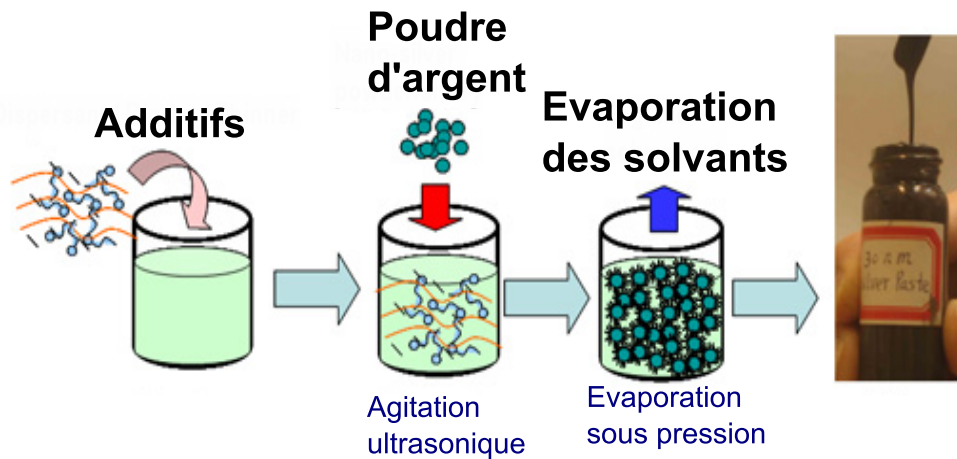


FIGURE 1.46 – Représentation schématique de la fabrication de la pâte d'argent NanoTach d'après [Bai05a].

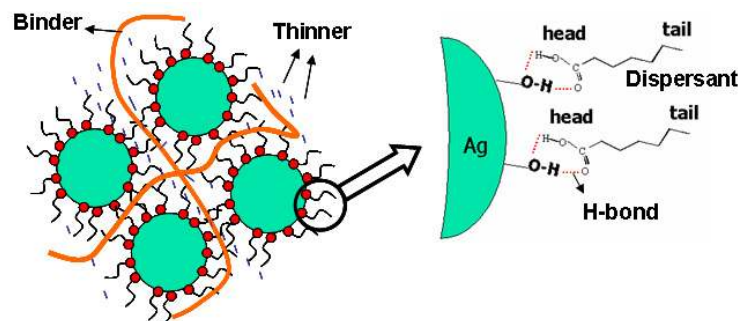


FIGURE 1.47 – Schéma de l'action des additifs lors de la fabrication de la pâte d'argent [Bai05a].

frittage. Le liant va quant à lui s'insérer entre les particules d'argent hydratées afin de les maintenir à distance égale les unes des autres (voir figure 1.47).

La pâte commerciale utilisée pour le frittage a une concentration massique comprise entre 71 et 78,5 % d'argent et a une consistance visqueuse.

### Les conditions expérimentales

Le frittage de nanoparticules d'argent a été largement étudié et sera détaillé dans le chapitre 2. Les conditions expérimentales optimales pour la réalisation d'attaches de puces sont : une rampe de température de 20 °C/min, un palier de frittage de 60 minutes à 285 °C. Ces conditions ont été déterminés au CPES : l'optimisation des conditions de frittage n'étant pas le sujet de cette thèse, il a été décidé d'utiliser les paramètres définis par le CPES.

### Les propriétés des joints d'argent fritté

Différentes études [Bai05a, Zha02] ont permis de définir précisément les propriétés physiques des attaches de puces réalisées en argent fritté (voir tableau 1.13).

Les propriétés des joints frittés sont meilleures que celles des brasures classiques haute température (voir tableau 1.13). On remarque aussi que les conductivités ther-



Propriétés	Brasure classique	Joint d'argent fritté	Argent massif
Type de process	Refusion	Frittage	
Température de process (°C)	214	285	
Température maximale d'utilisation (°C)	117	714	714
Composition	Sn37Pb63	Ag	Ag
$T_{fusion}$ (°C)	214	961	961
Conductivité électrique ( $\Omega^{-1}/cm$ )	$0,69 \cdot 10^5$	$2,6 \cdot 10^5$	$6,30 \cdot 10^5$
Conductivité thermique (W/K/m)	51	240	429
CTE (ppm/°C)	25	19	18

TABLE 1.13 – Comparaison des propriétés des joints frittés en argent, d'une brasure PbSn haute température et de l'argent massif d'après [Bai05a, Zha02].

miques et électriques des joints frittés sont élevées mais qu'elles restent néanmoins plus faibles que celle de l'argent massif : cela s'explique par la présence de pores dans le matériau fritté.

### 1.3.9 Le frittage de nanoparticules à température ambiante

D'autres recherches plus récentes [Wak08, Wak09, Wak10] se sont intéressées à du frittage de particules d'argent à température ambiante dont l'objectif est de pouvoir réaliser des attaches de puces sans avoir besoin de chauffer l'assemblage et donc sans risque de dégradation pour le composant. On utilise des particules de taille nanométrique (7 à 8 nm de diamètre) dispersées dans une solution d'éthanol contenant une amine de type dodécylamine ( $NH_2C_{12}H_{25}$ ). Le mélange particule et dispersant est ensuite porté à une température de 40°C puis les solvants sont solubilisés dans du méthanol puis éliminés. Les résultats obtenus ont montré que le frittage n'a été que partiel et on observe une grande dispersion de tailles de grains. Certaines zones sont frittées, pour d'autres, on observe une coalescence des grains. Cette technique qui demande à être améliorée ne donne pas de résultats satisfaisants pour l'instant.

### 1.3.10 Conclusion sur le frittage

L'argent est un métal qui présente une excellente conductivité thermique ainsi qu'une température de fusion élevée (960 °C) ce qui fait de lui un très bon candidat pour la réalisation d'attaches de puces haute température. Cependant, les techniques classiques de brasures ne sont pas adaptées à la réalisation d'une attache car à la température de fusion de l'argent, on observerait une dégradation irréversible des puces. Le frittage se présente donc comme une solution idéale pour la fabrication d'attaches de puces haute température car la diminution du diamètre des particules ainsi que l'application d'une pression permet de limiter drastiquement la température du process qui se situe en-dessous de 300 °C. La température de frittage est donc comparable à la température de process des brasures classiques. Le frittage de particules d'argent présente différentes variantes comme la température de process et la taille des particules. Le frittage de nanoparticules à température ambiante n'est

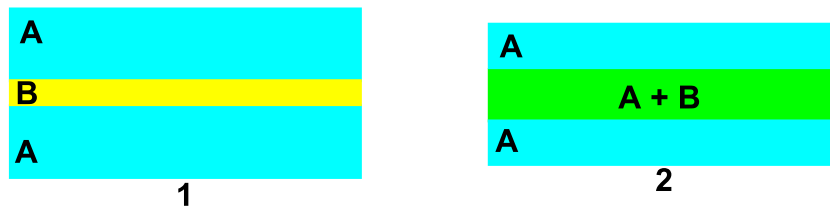


FIGURE 1.48 – Schéma de principe du TLPB : on place une préforme (B) entre deux couches de substrat (1). Joint formé après diffusion de B dans A (2).

pas une technique encore bien maîtrisée et les résultats obtenus ne sont pas encore satisfaisants. Le frittage de micropâte d'argent est étudié par les industriels (Semikron, Heraeus, Bosch) pour réaliser des attaches de petites puces et des modules de puissance utilisant ce procédé d'attaches sont disponibles commercialement. Cependant, la pression à appliquer est très élevée (plusieurs dizaines de MPa) ce qui risque d'endommager la puce lors de l'assemblage.

Le frittage de pâte d'argent contenant des nanopoudres à 285 °C sans pression est un procédé largement étudié dans le milieu académique (notamment au CPES) et facile à mettre en œuvre puisque la pâte est commercialement disponible. La pâte produite par le NbeTech est la plus répandue car c'est celle qui a été produite en premier et qui est utilisée pour les études du CPES. Actuellement, d'autres fournisseurs de nanopâte d'argent sont présents sur le marché. Dans cette thèse, le frittage de nanoparticules d'argent est une des techniques étudiées : elle a été choisie en raison de la grande disponibilité de la pâte ainsi que de la possibilité de réaliser des attaches sans pression pour les puces en SiC que contiendra le module final. Le deuxième chapitre décrira la mise en œuvre de la nanopâte d'argent et présentera les caractéristiques des attaches de puces réalisées dans différentes conditions expérimentales.

## 1.4 La brasure en phase liquide transitoire (Transient Liquid Phase Bonding)

### 1.4.1 Définition et Généralités

La brasure en phase liquide transitoire (TLPB) est un procédé d'assemblage par diffusion largement utilisée dans le secteur de la métallurgie depuis des décennies [Duv74] notamment pour les alliages de nickel [Gal04]. Le TLPB qui dérive des techniques de brasures sous pression haute température comme le procédé SLID (Solid Liquid Interdiffusion) [Owc62, Ber66] consiste à faire diffuser dans un métal parent (A), un métal d'apport (B) (voir figure 1.48).

Les surfaces du métal parent et du métal d'apport doivent être similaires et les interfaces doivent être desoxydées et dégraissées au préalable [She85]. L'assemblage peut être réalisé sous vide afin d'éviter la formation d'oxydes aux interfaces et les modes de chauffages utilisés sont variés (induction, infrarouge, chauffage radiant). Le métal d'apport (B) se présente généralement sous la forme d'une préforme ou film mince de plus faible épaisseur que celle du métal dans lequel il va diffuser.

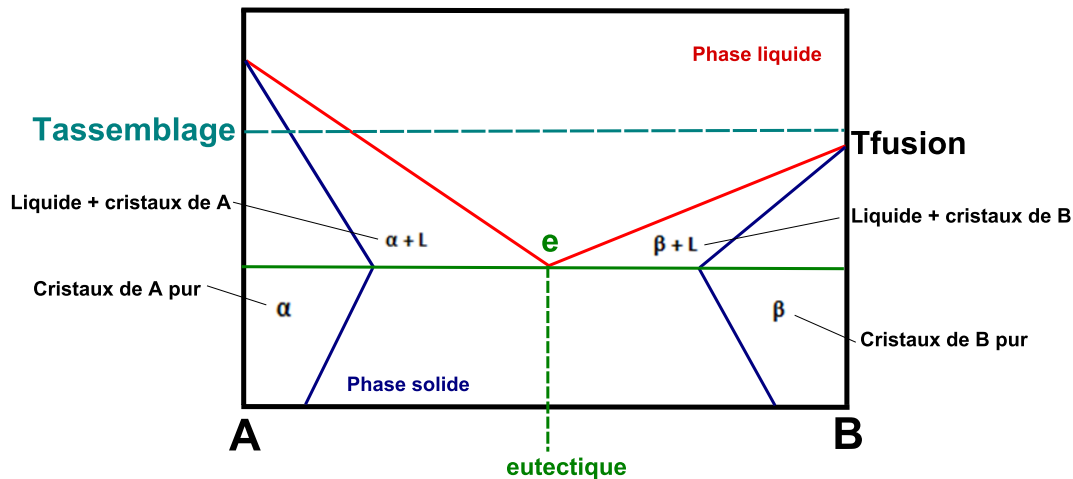


FIGURE 1.49 – Diagramme de phase schématisant la diffusion d'un métal B dans un substrat A. Sur l'axe des abscisses, trouve la composition du mélange et les limites de solubilité des phases solide et liquide l'une dans l'autre. Sur l'axe des ordonnées, les températures extrêmes correspondent aux températures de fusion des corps purs A et B. La température  $T_{assemblage}$  correspond à la température de process d'après [McDnu].

L'empilement est ensuite chauffé à une température comprise entre la température de fusion de B, pour qu'il passe à l'état liquide, et la température de fusion de A qui doit lui rester solide (voir figure 1.49).

Cette diffusion aboutit à la formation d'un nouvel alliage (AB) dont la température de fusion est très largement supérieure à celle du métal d'apport. La solidification du nouvel alliage se fait lors d'une phase de solidification isotherme. En conditions idéales, la préforme passe entièrement à l'état liquide lors du chauffage et diffuse intégralement dans la couche épaisse. Le joint formé conserve les propriétés cristallographiques et mécaniques du substrat compte tenu de la faible quantité de métal d'insertion présente dans l'alliage final. La réalisation du joint se fait en conditions isothermes, sauf pour certains systèmes pour lesquels un gradient de température améliore la qualité de la brasure. Il est aussi possible d'utiliser un alliage (AB) de composition eutectique comme préforme : la température d'assemblage doit être dans ce cas supérieure à celle de l'eutectique. La température de l'eutectique étant très inférieure à la température de fusion des métaux A et B, l'utilisation d'un tel alliage permet de diminuer la température du process. L'avantage de ce type de joint est de permettre l'assemblage des différents éléments du module dans l'ordre souhaité, sans se préoccuper de la température de fusion du joint final qui est très supérieure à la température nécessaire pour réaliser l'attache. Les mécanismes d'action du TLPB sont très étudiés mais difficilement modélisables ce qui explique que le nombre d'étapes soit différent selon les auteurs (trois pour Duvall [Duv74] et quatre pour Mc Donald [McD92]). Les caractéristiques majeures de la technique sont présentées dans le tableau 1.14.

Avantages	Inconvénients
Joint ayant les propriétés du substrat	Réaction très longue (plusieurs heures)
Joint homogène	Bonne connaissance des métaux utilisés
Formation d'intermétallique évitée	Diffusion intersticielle préférable
Réaliser de grands joints en une étape	Chauffage devant être l'assemblage rapide
Pression limitée	Réalisation sous atmosphère protectrice

TABLE 1.14 – Principaux avantages et inconvénients du TLPB d'après [McDnu].

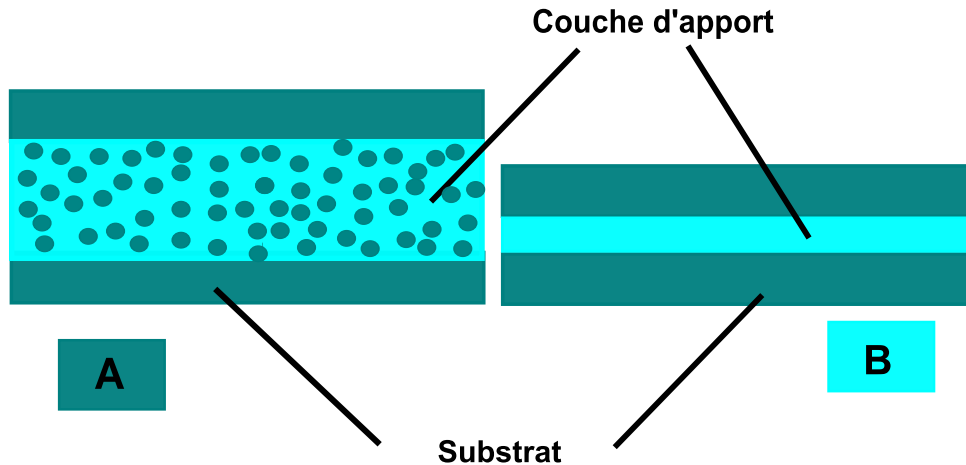


FIGURE 1.50 – Représentation de différentes morphologies de couche d'apport : à gauche un composite et à droite un film mince de métal pur.

### 1.4.2 Le substrat

Le substrat ou métal parent est le composé dans lequel va diffuser le métal d'insertion : il doit présenter une température de fusion élevée.

### 1.4.3 La couche d'apport

Il existe une grande variété de couche d'apport que l'on peut classer selon leur composition et leur morphologie. La couche d'insertion peut être un métal pur B, une structure multicouche ou un alliage composé de A et de B (alliage homogène ou composite pour les joints épais, voir figure 1.50) dont la température de fusion est très inférieure à la température de fusion du substrat [Gal04]. L'intérêt des composites est d'augmenter la surface de contact entre les composés A et B permettant un meilleur mouillage de A par B ce qui aboutit à une meilleure diffusion du liquide dans le solide.

L'épaisseur de métal B pur doit être trois à quatre fois inférieure à celle du substrat et elle conditionne la durée des étapes de solidification isotherme et d'homogénéisation [McD92]. Cependant, l'épaisseur de la préforme peut être bien plus importante lorsqu'on utilise un alliage car sa concentration en composé B est généralement faible. L'épaisseur maximale du joint peut être estimée grâce à un diagramme TeTiG (Temperature Time in Gap, voir figure 1.51) qui prend en compte l'épaisseur de la préforme, la température du process et la durée de l'as-

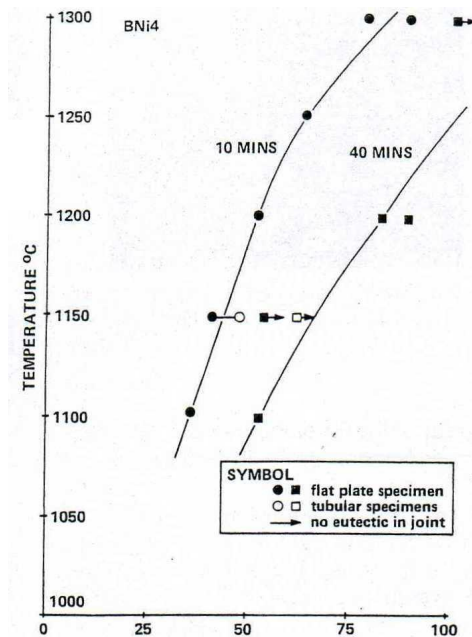


FIGURE 1.51 – Exemple de diagramme TeTiG d'un alliage chrome-molybdène [Joh81]. Sur l'axe des ordonnées se trouve la température de process en °C tandis que l'axe des abscisses indique l'épaisseur du joint en microns.

semblage [Joh80, Joh81].

Si la couche d'apport se présente généralement sous forme d'une couche de métal B (préforme, poudre, dépôts par sputtering [Lug01]), le composé B peut aussi résulter d'une modification des surfaces de contact ou d'une réaction entre différents constituants présents à l'interface [Hol91]. Le métal B doit être soluble dans le substrat, avoir une vitesse de diffusion rapide pour limiter la durée de l'assemblage et posséder des propriétés physiques proches de celles du substrat A.

## 1.4.4 Le mouillage

### Aspects thermodynamiques

Les deux premières étapes du TLPB se modélisent facilement en utilisant les lois classiques du mouillage. Le mouillage peut se définir comme le comportement d'un liquide déposé à la surface d'un solide : il s'explique par l'action des forces de Van Der Waals. Le mouillage consiste à créer une interface solide-liquide et une interface liquide-vapeur à la place de l'interface solide-vapeur initialement présente entre le solide et l'environnement extérieur [Bér05]. La qualité du mouillage se mesure grâce au calcul du paramètre d'étalement  $S$  (1.9). Les tensions de surfaces s'expriment en  $N \cdot m$ .

$$S = \gamma_{sv} - (\gamma_{sl} + \gamma_{lv}) \quad (1.9)$$

En fonction de la valeur de  $S$  (règle d'Antonov) et de la valeur de l'angle de contact  $\theta$  (voir figure 1.52), on peut caractériser la qualité du mouillage (voir figure 1.53).

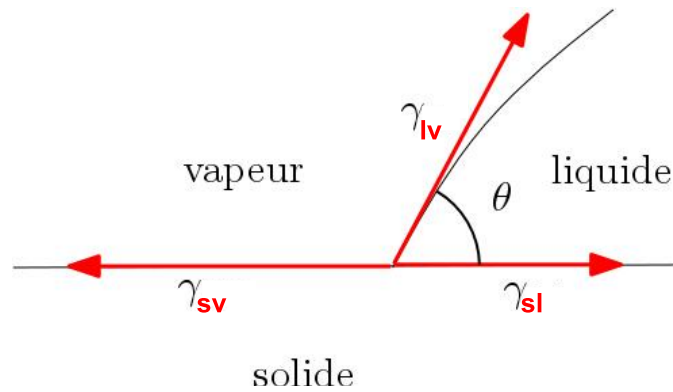


FIGURE 1.52 – Schématisation des tensions de surface qui s'exercent sur un liquide déposé sur une surface plane [fut11].

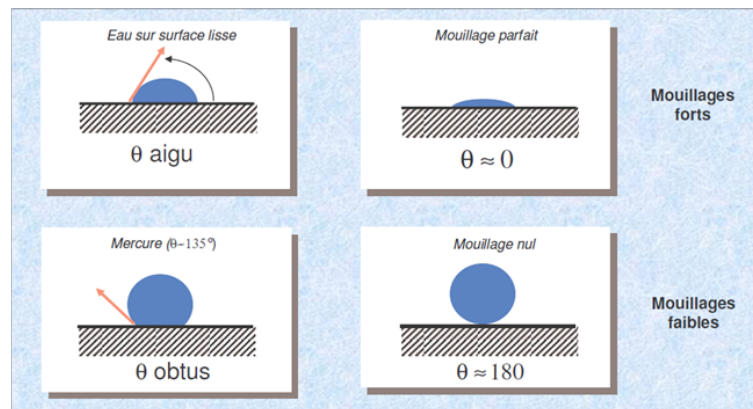


FIGURE 1.53 – Schématisation des différents types de mouillage d'un liquide par sur une surface plane [auc11].

- mouillage partiel bon si  $S < 0$  et  $\theta < 90^\circ$ , le liquide forme une goutte qui s'étale partiellement au contact du solide
- mouillage partiel mauvais si  $S < 0$  et  $90^\circ < \theta < 180^\circ$
- mouillage total si  $S > 0$  :  $\theta = 0$ , le liquide forme un film mince en surface du solide
- mouillage nul si  $S = 0$  :  $\theta = 180^\circ$ , le liquide forme une goutte totalement indépendante du solide

Le mouillage peut se modéliser en s'intéressant soit aux énergies de surface (modèle de Gibbs) soit aux tensions de surface (Young-Dupré) [Qué03]. Lors du TLPB, on observe un mouillage partiel du liquide B sur le solide A : trois phases sont en équilibre (solide, liquide et vapeur). La loi de Young, basée sur les tensions de surface du système, permet d'exprimer la valeur de l'angle de contact statique  $\theta$  lors du mouillage d'une goutte de liquide déposée sur un substrat solide en équilibre avec une phase vapeur (1.10). A l'équilibre, la valeur de l'angle  $\theta$  est fixée : elle définie par la ligne triple.

$$\gamma_{lv} \cdot \cos\theta = \gamma_{sv} - \gamma_{sl} \quad (1.10)$$

Le travail à fournir pour séparer le liquide et le solide s'exprime par l'équation (1.11). Le travail ( $W$ ) à fournir s'exprime en Joules et se définit pour une unité

de surface donnée.

$$W_{sl} = \gamma_{sv} - \gamma_{sl} + \gamma_{lv} \quad (1.11)$$

### Aspects cinétiques

La cinétique du mouillage est généralement modélisée en prenant en compte le déséquilibre des tensions de surface et la viscosité du liquide : lorsque les tensions de surface s'équilibrent, l'angle de mouillage est à sa valeur maximale. De nombreux modèles sont proposés, on peut par exemple citer celui de Yin [Yin69] qui donne la vitesse de diffusion en fonction de l'aire des zones mouillées.

### 1.4.5 Le mouillage en conditions réelles

Les différents modèles théoriques sont adaptés à un système parfait et négligent les conditions expérimentales : le principal facteur d'influence du mouillage est l'état de surface du substrat ou de la préforme.

#### La rugosité des surfaces

La rugosité des couches est un facteur dont l'impact peut être important : l'équation de Wenzel (voir 1.12) permet de prendre en compte son impact sur le mouillage en se basant sur la loi de Young (voir 1.10). La loi de Wenzel [Wen36] rajoute un facteur correctif  $R_w$  que l'on appelle le facteur de Wenzel (voir 1.13) qui permet de calculer la valeur réelle de l'angle de contact. On suppose que la rugosité de la surface est très faible devant les dimensions de la goutte.

$$\gamma_{lv} \cdot \cos\theta = (\gamma_{sv} - \gamma_{sl}) \cdot R_w \quad (1.12)$$

$$R_w = \frac{A_{reelle}}{A_{apparente}} \quad (1.13)$$

Le calcul de  $R_w$  à partir de la détermination de la surface (A) apparente de la goutte et sa surface réelle permet d'obtenir la valeur de l'angle  $\theta_r$  (angle de contact entre la goutte et le plan solide) à partir de  $\theta$  car  $R_w \cdot \cos\theta = \cos\theta_r$ .

#### Inhomogénéité des interfaces

Dans de nombreux cas, la composition de la surface n'est pas représentative de celle du matériau massif ce qui induit une modification des énergies de surface. Cette modification des interfaces s'explique par le phénomène de ségrégation qu'on rencontre dans les alliages. Lors du refroidissement du mélange, certaines espèces chimiques cristallisent plus rapidement : ainsi, on retrouve une composition de l'alliage différente au coeur et en surface du matériau [Lar79]. La surface peut aussi être modifiée par l'adsorption de contaminants présents dans l'enceinte sous vide conduisant à la formation d'une fine couche d'impuretés. Bien que l'épaisseur de cette couche soit faible (quelques couches atomiques), elle peut modifier les réactions à l'interface et diminuer drastiquement le mouillage [Sie77].

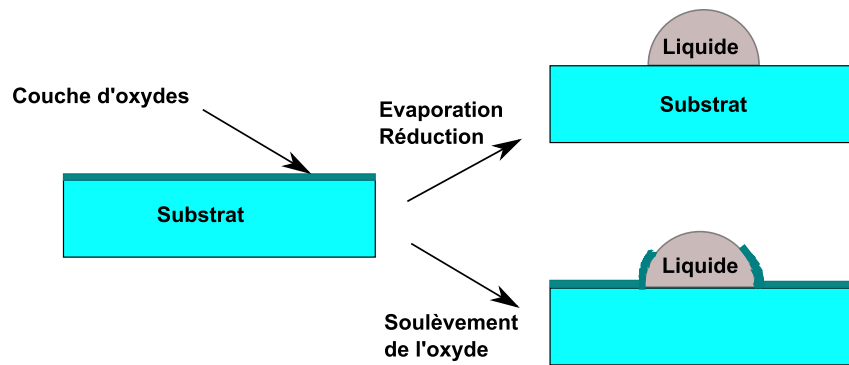


FIGURE 1.54 – Principe de la desoxydation du substrat pour le TLPB.

### Oxydation de la couche d'apport

La formation d'une couche d'oxydes à la surface du composé B peut avoir deux conséquences sur le mouillage. Soit l'oxyde empêche le mouillage du substrat en agissant comme une barrière de diffusion. Soit la présence d'oxydes modifie les énergies de surface et les réactions interfaciales provoquent une pression suffisante pour entraîner la rupture de la barrière d'oxydes et pour permettre le phénomène de diffusion [Gal91]. Une fois que la couche d'oxydes est rompue, le mouillage du liquide et sa diffusion dans le substrat peut avoir lieu de façon habituelle.

### Oxydation du substrat

L'oxydation du substrat est plus problématique car les liquides ne mouillent pas les zones oxydées empêchant la diffusion des éléments d'apport. Cependant, deux mécanismes permettent de réaliser le TLPB malgré l'oxydation du substrat (voir figure 1.54). Tout d'abord, la desoxydation peut résulter d'une réaction chimique à l'interface : à température élevée (autour de 920 °C), on observe l'évaporation des oxydes tandis qu'à plus basses températures, des réactions de réduction ont été décrites dans des alliages comme l'acier [Lug82]. Le deuxième phénomène permettant de réaliser le mouillage sur le substrat oxydé est le soulèvement de la couche d'oxydation qui se fait en deux étapes : l'initiation et la propagation. Le soulèvement de la couche d'oxydes se produit à cause de défauts dans la barrière [Bro84] ou grâce à une réaction entre le substrat et son oxyde [Coh81]. Lors de l'étape de propagation, le liquide diffuse entre le substrat et l'oxyde.

## 1.4.6 Modélisation de la solidification isotherme et de l'homogénéisation à l'état solide

La modélisation du TLPB ne s'intéresse qu'aux dernières phases de la réaction : la solidification isotherme et l'homogénéisation à l'état solide. L'étape de diffusion est mieux connue car elle suit les lois classiques du mouillage. La modélisation des deux dernières phases peut se faire par deux approches différentes : l'approche analytique [Tua88, Nak90, McD98] et l'approche numérique [Nak91]. L'approche



analytique est basée sur les solutions des équations de diffusion de Fick ce qui rend les phénomènes facilement explicables mais la concordance entre le modèle et la réalité est parfois limitée. L'approche numérique quant à elle utilise des méthodes de simulation comme les éléments finis qui donnent des résultats plus fiables mais la définition de tous les paramètres d'influence peut s'avérer ardue. Les modèles plus aboutis et les plus proches de la réalité sont des modèles hybrides qui combinent approche analytique et numérique. Cependant, la modélisation du TLPB se heurte au manque de données comme les coefficients de diffusion de certains alliages commerciaux constituant la couche d'apport ou le substrat. Les données physiques peuvent aussi être peu fiables dans le cas de certains systèmes (notamment la diffusion du bore dans des alliages à base de nickel) voire inexistantes [Gru84].

### 1.4.7 Description des différentes étapes du TLPB

Le TLPB se décrit en trois ou quatre étapes successives (voir figure 1.55) au cours desquelles le métal (ou alliage) d'apport diffuse à l'état liquide dans un substrat solide sans fusion de tous les constituants de la brasure finale :

1. fusion du métal d'apport lors du chauffage de l'assemblage (phase décrite par Mac Donalds et Niemann et Garret [Gal04], phase a) ;
2. dissolution d'une partie du métal parent et diffusion dans les couches de substrat solide (phase b) ;
3. solidification isotherme de la phase liquide (phases c et d) ;
4. homogénéisation du joint (phases e et f).

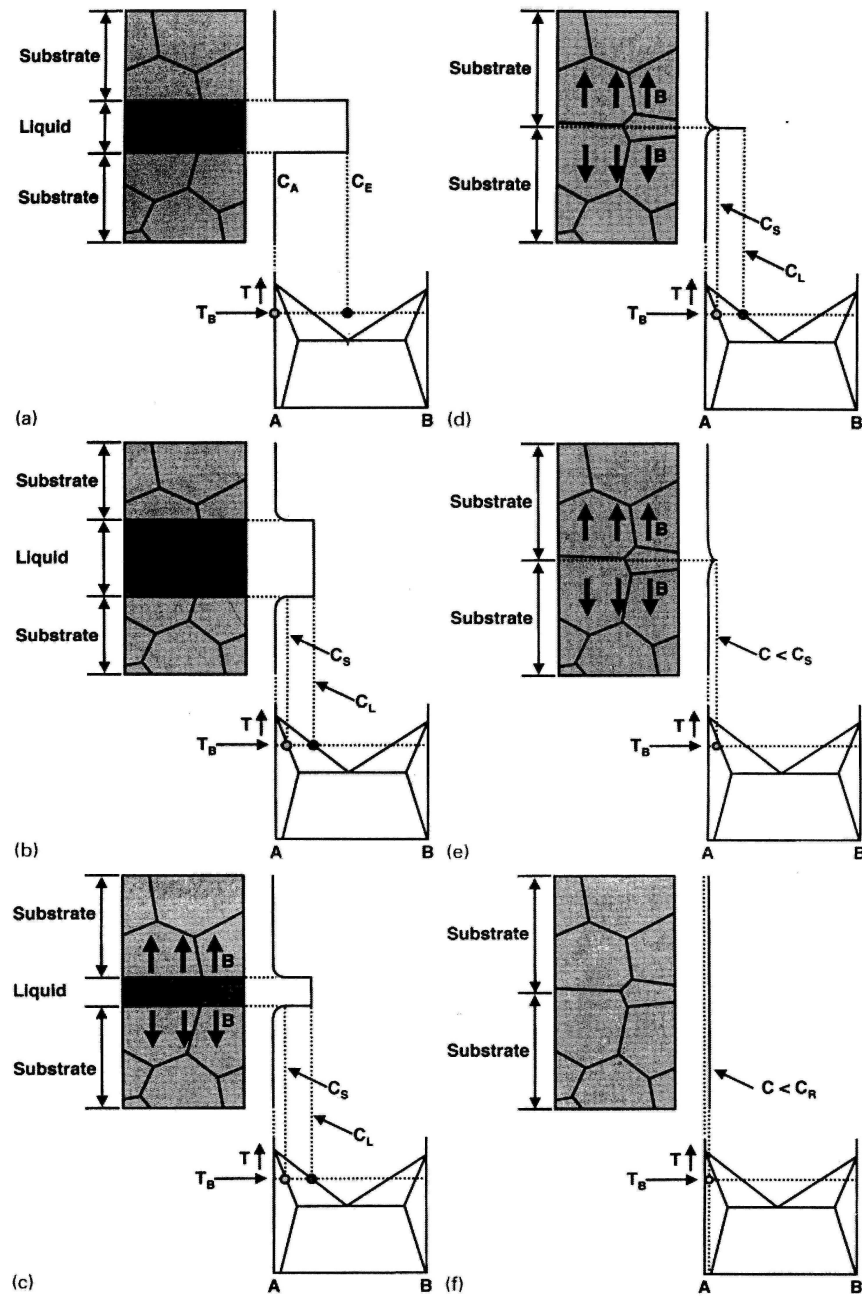
Les différentes étapes du TLPB ne peuvent se passer en parallèle et ont lieu à la température de fusion de la couche d'apport ce qui empêche la formation d'intermétalliques dans le joint.

#### Première étape

Cette étape est caractérisée par le passage de la température ambiante à une température  $T_B$  supérieure à celle de l'eutectique AB (ou du péritectique dans le cas d'alliages complexes). Durant le chauffage, on observe une modification de l'interface préforme-substrat et le métal d'apport commence à mouiller le substrat et à diffuser. Lors du chauffage de l'assemblage, la rampe de température doit être adaptée à l'épaisseur de la préforme pour obtenir un joint de bonne qualité. Plus la préforme est mince, plus la vitesse de chauffe doit être élevée. A  $T_B$ , la concentration du liquide est  $C_E$  et celle du substrat est  $C_A$ .

#### Deuxième étape

A ce stade, la préforme est à l'état liquide et on observe une dissolution partielle du substrat et une augmentation de la largeur de la zone liquide. On observe une modification de la composition du liquidus et du solidus. Lorsque la composition du liquide et de la zone solide adjacente au liquide sont identiques, la dissolution du substrat s'arrête.



*a* initial condition; *b* dissolution; *c* isothermal solidification; *d* completion of isothermal solidification; *e* solid state diffusion; *f* final condition

FIGURE 1.55 – Evolution de la microstructure et des compositions des phases solides et liquides au cours du temps [Gal04].

### Troisième étape

La température est maintenue à  $T_B$  le liquide se solidifie à température constante. Trois phases distinctes sont alors présentes dans le système : des cristaux  $\alpha$  et  $\beta$  et du liquide. Au fur et à mesure de l'avancement de la réaction, le volume de liquide diminue et le substrat s'enrichit en métal B. Cette étape peut être longue (plusieurs heures) en fonction de la solubilité de B dans A et de la quantité du métal B qui doit diffuser : la durée de la solidification isotherme détermine la durée du TLPB. Les compositions des phases solide et liquide sont constantes mais la quantité de liquide à l'interface diminue.

### Quatrième étape

La dernière étape consiste en une homogénéisation du joint formé à une température  $T_B$ . On observe que le liquide a diffusé de façon homogène dans le solide où il s'est solidifié. Il n'y a plus de phase liquide et la phase solide a une composition  $C_R$  : on peut considérer que le joint n'est formé que des cristaux de  $\alpha$  compte tenu de la faible concentration en B. A la fin de la réaction, le joint obtenu est homogène et présente la microstructure du substrat (phase  $\alpha$ ) et sa température de fusion est celle de A pur.

## 1.4.8 Applications aux attaches de puces

La réalisation d'attaches de puces par TLPB est relativement récente et s'est intensifiée dans ces dernières années. L'application du TLPB à la fabrication d'attaches de puces dérive de la technique SLID (Solid-Liquid Inter-Diffusion) utilisée dès 1966 par Bernstein pour réaliser des brasures de semi-conducteurs [McD92, Ber66]. Ce procédé consiste à réaliser une brasure en formant des composés intermétalliques dont le point de fusion est supérieur à la température de mise en œuvre. La principale difficulté reste le dépôt d'une épaisse couche d'or sur l'arrière de puce : les alliages AuSn ou AuGe sont privilégiés car l'or étant très résistant à l'oxydation, l'attache de puce peut être réalisée sous air. Pour contourner cette difficulté, des essais de TLPB ont été menés en réalisant un dépôt d'étain sur l'arrière de la puce [Tol11] : la fine épaisseur du métal d'apport permettant de limiter l'épaisseur des couches de substrat. Les résultats obtenus montrent que les attaches réalisées avec une préforme d'or-étain ont une meilleure tenue en cisaillement après cyclage et qu'elles ne présentent pas de fissures contrairement aux attaches réalisées avec de l'étain évaporé [Tol11]. D'autres alliages comme le cuivre-étain [Tol11], l'or-indium ou l'or-silicium (le silicium étant apporté par la puce qui n'a pas de métallisation en face arrière) sont aussi utilisables pour la réalisation d'attaches de puce haute température. La diffusion de l'étain dans le cuivre aboutit à la formation d'un intermétallique stable de composition  $Cu_3Sn$  dont le point de fusion est élevé (676 °C). Ce type d'attache a un coût modéré mais elle est peu résistante à l'oxydation : la présence d'oxygène dans le joint conduit à sa fragilisation et son inhomogénéité. L'or-étain est particulièrement bien adapté à la réalisation d'attaches de puce haute température [Tol11] en raison de sa grande résistance à l'oxydation mais son coût est élevé. Les attaches en or-indium présentent une bonne tenue au

cyclage passif [Gru11] pour des assemblages réalisés sous vide. Quelle que soit la composition de l'attache, on peut conclure que le TLPB est une méthode adaptée à la réalisation d'attaches haute température mais qu'une optimisation des conditions d'assemblage est nécessaire.

## 1.5 Conclusion

L'électronique de puissance est utilisée dans de nombreux domaines industriels et des besoins en haute température se font aujourd'hui ressentir dans des secteurs particuliers comme l'automobile, le forage pétrolier et surtout l'aéronautique. Pour cette dernière application, l'objectif est de remplacer les réseaux pneumatiques et hydrauliques par des modules de puissance afin de réduire le poids des avions de 20% et donc de diminuer leur consommation de carburant. L'emploi massif de systèmes d'électronique de puissance nécessite donc de pouvoir les placer dans des zones de plus en plus chaudes. Actuellement, les boîtiers contenant des puces en silicium ne peuvent être utilisés pour des applications haute température mais les composants SiC, sont eux capables de fonctionner en ambiance chaude. L'un des principaux points bloquants pour la réalisation de modules constitués de composants SiC est l'attache de puce. En effet, celle-ci doit pouvoir résister à une température élevée tout en n'exigeant pas une température de process déraisonnable et compatible avec la résistance des puces à la chaleur. Les techniques de brasure traditionnelles ne sont donc pas adaptées à la réalisation d'attaches de puces et des alternatives doivent être étudiées comme le frittage ou le TLPB. Le frittage est une technique qui a été largement étudiée : l'assemblage par nanopoudres d'argent est un procédé dont certaines conditions expérimentales optimales ont été mises en évidence. Des micropâtes d'argent sont aussi utilisées pour la fabrication d'attaches et des boîtiers contenant des attaches réalisées sous pression sont déjà disponibles sur le marché. Des études sont menées dans le secteur industriel (Bosch, Heraeus) pour produire des micropâtes permettant de réaliser des attaches sans pression. La brasure en phase liquide transitoire (TLPB) est un procédé qui consiste à faire diffuser un métal à bas point de fusion dans des couches de substrat épaisses. L'utilisation du TLPB pour la fabrication d'attaches de puces haute température n'en est qu'à ses débuts et les attaches sont le plus souvent réalisées en or-étain ou or-indium. Bien que ces procédés d'assemblage soient basés sur des phénomènes physiques connus et modélisés, les conditions expérimentales ont une très forte influence sur la qualité de l'attache finale. L'optimisation du process doit donc se faire pour chacun des types d'assemblages en fonction de la puce et du substrat utilisés. Les paramètres de mise en œuvre ainsi que les résultats complets obtenus pour la réalisation d'attaches par frittage d'argent et par TLPB seront détaillés respectivement dans les chapitres 2 et 3.



## Chapitre 2

# Le frittage de nanopâtes d'argent

L'objectif de cette thèse est de réaliser des attaches de puces haute température mais qui doivent être mises en œuvre à une température bien plus basse que leur température de fusion. Les brasures haute température ne sont donc pas adaptées car soit leur température d'utilisation est trop faible, soit leur température de fusion est trop élevée ce qui risquerait d'endommager la puce lors de la réalisation de l'attache. L'une des solutions retenues est le frittage d'une pâte contenant des particules d'argent. Le frittage en phase solide est un procédé utilisable pour tous les types de matériaux qui permet d'obtenir une pièce dense à partir d'une poudre pressée en dessous de la température de fusion du matériau. Il n'y a pas de passage à l'état liquide et les propriétés de la pièce frittée sont comparables à celle du matériau massif. Deux types de pâte contenant des particules d'argent (de taille nanométrique ou micrométrique) sont actuellement disponibles sur le marché. L'argent a été choisi car il s'agit d'un métal particulièrement adapté à la haute température en raison notamment de sa bonne conductivité thermique ( $429 \text{ W/m}^2/\text{K}$ ) et de sa température de fusion élevée ( $960 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Comme présenté en détail dans l'état de l'art, différents paramètres ont une influence sur le frittage tels que la température de frittage, la durée du frittage ou la taille des particules. La nanopâte a été choisie car elle permet de réaliser des assemblages sans pression évitant une dégradation de la puce lors de l'assemblage. La bibliographie importante ainsi que les travaux sur le CPES nous ont permis de déterminer les paramètres de frittage (vitesse, durée du palier et température) les plus adaptés pour la réalisation d'attaches de puces. Cependant, nous nous sommes rendu compte de l'importance de certains paramètres expérimentaux (taille de la puce, nettoyage des substrats, pression, rugosité des surfaces) dont l'influence n'avait pas encore été déterminée. Il est apparu que pour chaque type d'attache à réaliser, une optimisation devrait être faite à partir des connaissances générales acquises grâce aux travaux menés par d'autres laboratoires. Ce chapitre décrit le cheminement suivi pour aboutir à l'établissement d'un protocole reproductible et fiable d'attache de puce sur substrat pour des puces de différentes tailles (puces SiC de  $2,7 \times 2,7 \text{ mm}^2$  et puces silicium de  $12,7 \times 12,7 \text{ mm}^2$ ) et pour différentes configurations d'assemblage (type de substrats et nombre de puces). Cette thèse n'avait pas pour objectif d'étudier les paramètres fondamentaux du frittage mais d'optimiser une technique existante pour une application particulière et de lancer une activité nouvelle de packaging au laboratoire Ampère afin de pouvoir y réaliser des modules fonctionnant à haute température.

Traitement	Durée (min)	Remarques
CARO	10	
BOE	1	si plasma
Plasma O <sub>2</sub>	15	
BOE	5	si plasma
BOE	10	si pas de plasma
Acétone	5	chaude
Acétone	5	froide + US
Ethanol	5	US

TABLE 2.1 – Description de la procédure de nettoyage des wafers SiC (US : ultrasons).

## 2.1 Essais préliminaires

Afin d'étudier le frittage de nanopâtes d'argent, il a été nécessaire de réaliser des véhicules de test ayant une finition argent. Cette partie décrit les différentes étapes qui ont été suivies, depuis la métallisation des wafers jusqu'à la caractérisation des premiers véhicules de tests.

### 2.1.1 Réalisation de véhicules de test

La première étape vers la réalisation de véhicules de tests a été de réaliser des wafers avec une finition argent. L'objectif étant de découper ces wafers en puces de taille différentes pour optimiser le process de frittage pour chacune des tailles. La réalisation des puces au laboratoire permet aussi de maîtriser l'épaisseur des dépôts ainsi que l'état de surface final. Trois wafers en SiC de trois pouces ont été utilisés pour mettre au point la procédure de métallisation. Avant métallisation, les wafers ont subi un nettoyage chimique (voir tableau 2.1) : ils ont été plongés successivement dans de l'acide de Caro (mélange d'acide sulfurique et d'eau oxygénée), du BOE (Buffered Oxide Etch, solution tamponnée d'acide fluorhydrique), acétone chaude, acétone froide et éthanol.

L'acide de Caro (H<sub>2</sub>SO<sub>5</sub>) est un oxydant puissant qui va réagir avec les particules de silicium en formant du dioxyde de silicium (SiO<sub>2</sub>). Le BOE a pour rôle de désoxyder les faces du wafer et notamment de dissoudre le dioxyde de silicium formé lors de l'étape précédente. L'acétone et l'éthanol sont deux solvants utilisés pour enlever les traces organiques éventuellement présentes sur le wafer. Pour certains essais, une étape de plasma oxygène a été rajoutée : la surface du wafer est bombardée par des atomes d'oxygène qui vont former différents oxydes avec les impuretés présentes sur les wafers. Ces oxydes seront solubilisés lors du rinçage dans la solution de BOE. Après le nettoyage chimique, trois dépôts métalliques (voir tableau 2.2) ont été réalisés sur le wafer par évaporation sous vide : quelques grammes du métal à déposer sont placés dans un creuset de graphite et le wafer est fixé en haut de la chambre de l'évaporateur (voir figure 2.1).

Un puissant faisceau d'électrons est ensuite focalisé sur le creuset qui chauffe et le métal qu'il contient va s'évaporer et se déposer sur le wafer. Le titane est déposé

Essai	Epaisseur Titane (nm)	Epaisseur Nickel (nm)	Epaisseur Argent (nm)	Remarques
1	10	20	500	
2	10	20	500	Plasma
3	50	200	500	Plasma
4	50	500	500	Plasma + Recuit à 900 °C
5	50	500	500	Plasma + Recuit à 450 °C
6	50	100	500	Plasma

TABLE 2.2 – Description de la procédure de métallisation des wafers SiC.

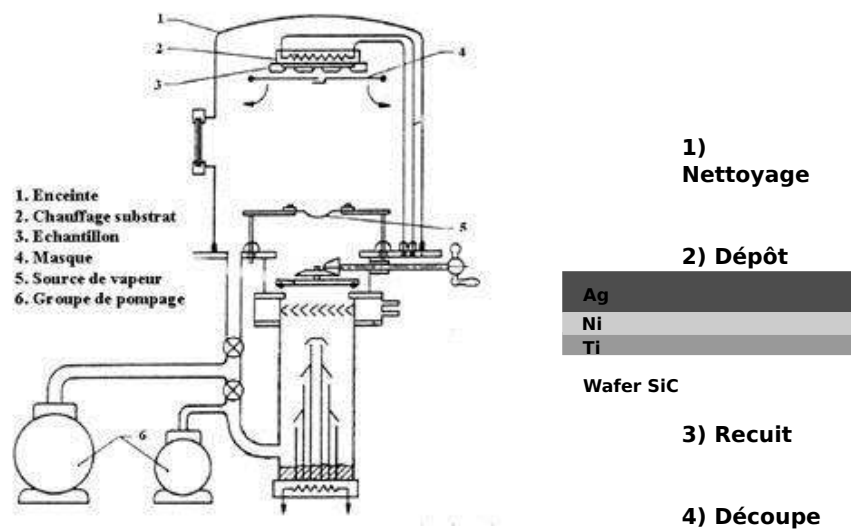


FIGURE 2.1 – Représentation schématique d'un évaporateur magnétique à gauche [eva11] et de la procédure de métallisation des wafers SiC à droite.



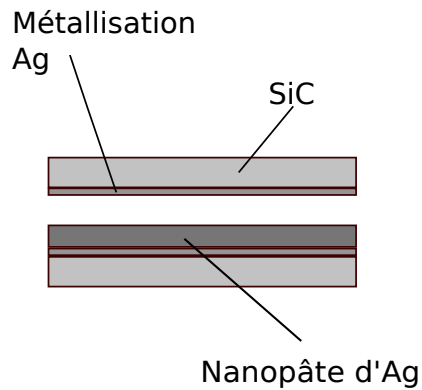


FIGURE 2.2 – Schéma de l'assemblage réalisé entre deux puces d'essais.

en premier sur le wafer : il a pour fonction d'améliorer l'adhérence des dépôts sur le substrat SiC. La couche de nickel joue le rôle de barrière de diffusion entre le titane et la métallisation finale en argent de 500 nm d'épaisseur. Après métallisation, le wafer a été découpé en quart en utilisant une scie de marque Disco. La découpe a mis en évidence un problème de délaminage du film métallique : différentes solutions comme le nettoyage au plasma oxygène ou le recuit après dépôt ont été tentées sans succès. Le plasma oxygène permet d'améliorer le nettoyage du SiC et le recuit permet de relâcher les contraintes et d'augmenter l'adhérence des dépôts sur la surface du wafer. Certaines puces ne présentant pas de zones endommagées ont été utilisées pour les essais préliminaires sans pression.

## 2.1.2 Frittage de la nanopâte d'argent sans pression

### Réalisation d'assemblages sans pression

D'après la notice de la pâte, il est possible de réaliser des attaches sans pression lorsque la surface de la puce est inférieure à  $3 \times 3 \text{ mm}^2$ . Des puces non-fonctionnelles réalisées à partir de wafers métallisés au laboratoire ont été utilisées pour réaliser un assemblage entre deux puces (voir figure 2.2).

L'objectif de ces premiers essais est de vérifier la faisabilité du process en utilisant les moyens disponibles au laboratoire : la pâte a été déposée sur l'une des deux puces à la spatule et le frittage de l'assemblage a été réalisé dans un four à convection de marque Nabertherm (modèle N30). Compte-tenu de l'inertie du four, il n'a pas été possible d'effectuer une rampe de température rapide entre la phase de déliantage (à  $125 \text{ °C}$ ) et le frittage (à  $275 \text{ °C}$ ) : c'est une rampe de  $1,6 \text{ °C/min}$  qui a été suivie (voir figure 2.3).

La conséquence de cette rampe de température relativement lente est un frittage inhomogène de la pâte dont toutes les particules ne frittent pas en même temps. Sans pression, on a constaté qu'il n'était pas possible de réaliser d'assemblages : lors de la phase de déliantage, la volatilisation des composés organiques de la pâte a conduit au soulèvement de la puce supérieure. Une deuxième série de tests a été réalisée sous faible pression dans le four : pour cela des blocs d'innox de 500 g et 1 kg (pression de 2 et 4 MPa) ont été placés sur l'assemblage et une attache a été réalisée. Les images MEB de ces attaches montrent que si un joint a bien été formé

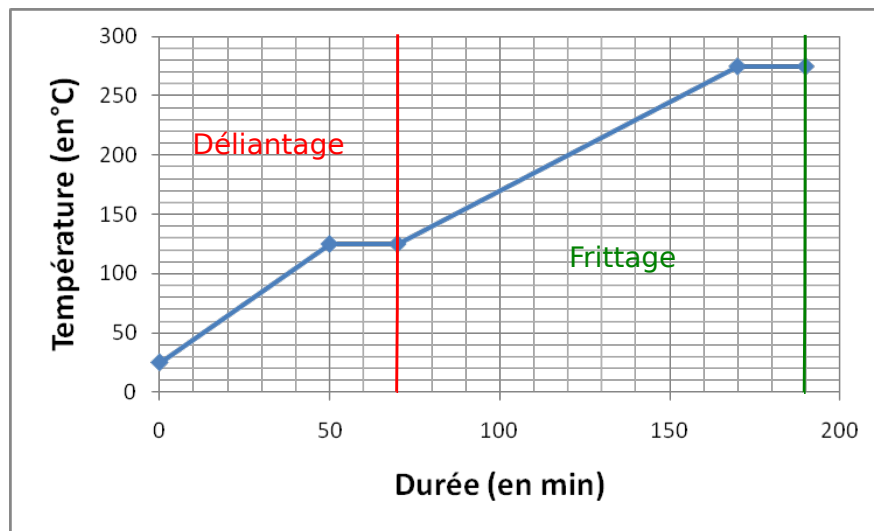


FIGURE 2.3 – Profil de température suivi pour le frittage du joint des essais préliminaires.

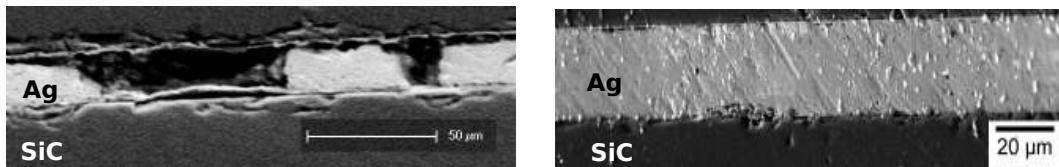


FIGURE 2.4 – Images en microscopie MEB de deux zones d'une même attache. On remarque que le joint est peu homogène car certaines zones présentent de larges vides (à gauche). En revanche, on constate la présence de zones correctement frittées (à droite).

(voir figure 2.4), il présente une densité assez irrégulière (voir figure 2.5).

Les tests préliminaires ont montré que la réalisation d'une attache de puces était possible avec de la nanopâte d'argent, on peut cependant tirer différentes conclusions :

1. l'épaisseur de la pâte déposée doit être reproductible et connue ce qui n'est pas possible lorsqu'on dépose la pâte avec une spatule ;
2. l'application d'une pression est nécessaire même pour des petites puces ;
3. le four ne permet pas de réaliser des rampes rapides ce qui entraîne un frittage inhomogène de la pâte et la présence de défauts dans le joint ;
4. la microscopie ne permet d'avoir qu'une vision parcellaire de la qualité du joint, une caractérisation mécanique des attaches est indispensable ;
5. les puces réalisées au laboratoire ne sont pas utilisables en raison de problèmes de délaminage, les assemblages à venir devront être effectués avec des puces commerciales.

L'optimisation de la procédure de frittage passe par l'utilisation d'une machine de sérigraphie dont l'épaisseur des masques permettra de contrôler l'épaisseur du dépôt de pâte et par la fabrication d'une presse chauffante capable de réaliser des rampes de température très rapides et d'appliquer une pression sur l'assemblage.

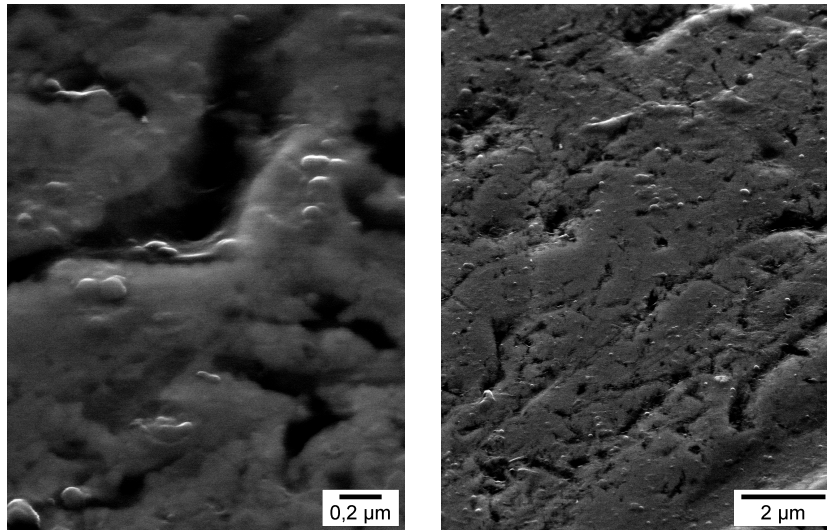


FIGURE 2.5 – Images MEB du joint d'argent à différents grossissements. On remarque la présence de zones de vide qui apparaissent en noir et dont la répartition est irrégulière..

Pour ces nouveaux essais, seules des puces commerciales dont on connaît les caractéristiques vont être utilisées. L'inconvénient majeur est que nous ne pourrions tester que des puces  $2,7 \times 2,7 \text{ mm}^2$  en SiC et que nous devons utiliser des puces en silicium pour réaliser les essais sur les grandes puces ( $12,7 \times 12,7 \text{ mm}^2$ ). Enfin, la caractérisation morphologique des assemblages doit être complétée par des tests mécaniques : un banc d'essai de tenue en cisaillement (cisaillement) doit donc être monté. Toutes les caractérisations ont été réalisées à température ambiante ( $20 \text{ }^\circ\text{C}$ ) après le refroidissement de l'attache. Les caractérisations électriques, prévues en début de thèse, n'ont pas été réalisées en raison de la phase d'optimisation qui a été plus longue que prévue. Les véhicules de tests sont prêts à être testés : ils ont été fabriqués dans les mêmes conditions que les assemblages de la série E (cuivre poli et pression de 6 MPa) et les fils de bonding ont été réalisés. Les résultats présentés devront être complétés par des caractérisations effectuées après cyclage. En effet, les études menées sur l'évolution des attaches de puces réalisées par frittage d'une nanopâte montrent que le frittage se poursuit lors du cyclage et que la tenue mécanique du joint augmente au cours du temps [Kno10].

## 2.2 nanopâtes d'argent : état de l'art sur l'optimisation du frittage

Les essais préliminaires ont été effectués en suivant les préconisations du fabricant de la pâte (NBETech). Cette pâte a été particulièrement étudiée au CPES et a fait l'objet de nombreuses publications [Bai05a, Wan07] qui ont permis de fixer certaines conditions expérimentales. Pour cette partie sur l'optimisation, j'ai donc utilisé les paramètres définis par les dernières études menées au CPES ce qui explique que certains paramètres soient différents de ceux utilisés pour la réalisation des véhicules de test préliminaires.

Vitesse (°C/min)	$T_{frittage}$ (°C)	Durée $frittage$ (min)	Tenue (MPa) sur Ni/Ag	Tenue (MPa) sur Ag
10	270	60	13,47	14,32
10	285	60	17,11	17,52
10	300	60	17,65	17,43
10	325	60	18,56	17,49

TABLE 2.3 – Influence de la température de frittage sur la tenue en cisaillement (cisaillement) pour deux types de métallisations du DCB [Wan07].

Vitesse (°C/min)	$T_{frittage}$ (°C)	Durée $frittage$ (min)	Tenue (MPa) sur Ni/Ag	Tenue (MPa) sur Ag
1	285	60	11,53	12,68
10	285	60	16,72	13,52
20	285	60	17,79	18,57
instantanée	285	60	13,39	14,13

TABLE 2.4 – Influence de la vitesse de chauffe sur la tenue en cisaillement pour deux types de métallisations sur DCB [Wan07].

### 2.2.1 Influence des conditions expérimentales

Comme décrit précédemment dans la partie théorique (voir 1.3.5), les principaux facteurs d'influence sont la température de frittage, la pression et le diamètre des poudres. Cependant, différentes études ont été menées afin de déterminer l'influence d'autres paramètres [Wan07] tels que : la température, la vitesse de chauffe, le type de métallisation du DCB, et la durée de frittage. Dans ces études, les assemblages ont été réalisés sans pression.

Ces trois expériences montrent que la fiabilité de l'attache augmente lorsque la température augmente, l'augmentation de température a une influence sur la morphologie des joints frittés (voir figure 2.6).

La plus faible tenue à l'arrachement à 270 °C s'explique par la présence d'une grande porosité et d'une faible croissance de grains à l'intérieur du joint fritté. A 285 °C, la porosité est largement diminuée et on obtient des grains uniformes d'environ 1  $\mu\text{m}$  de diamètre ce qui améliore grandement la tenue à l'arrachement (voir tableau 2.3). A partir de 300 °C, on constate que la densification n'est pas améliorée par rapport au frittage à 285 °C et on observe une dispersion du diamètre des grains frittés ce qui entraîne une inhomogénéité du joint et donc une faible amélioration des propriétés mécaniques par rapport à un frittage à 285 °C. Compte-tenu du faible gain de tenue mécanique et de la dispersion de la taille des grains frittés pour des températures de frittage supérieures à 285 °C, la température de 285 °C est la plus appropriée pour l'application visée.

Différentes rampes de température ont été étudiées : lors du frittage, la vitesse de chauffe doit être suffisamment rapide pour assurer un frittage simultané de toutes les particules. Cependant, la vitesse de frittage doit permettre la volatilisation de tous les composés organiques avant que ne débute le frittage des particules.

La tenue en cisaillement (cisaillement) augmente lorsque la vitesse de frittage

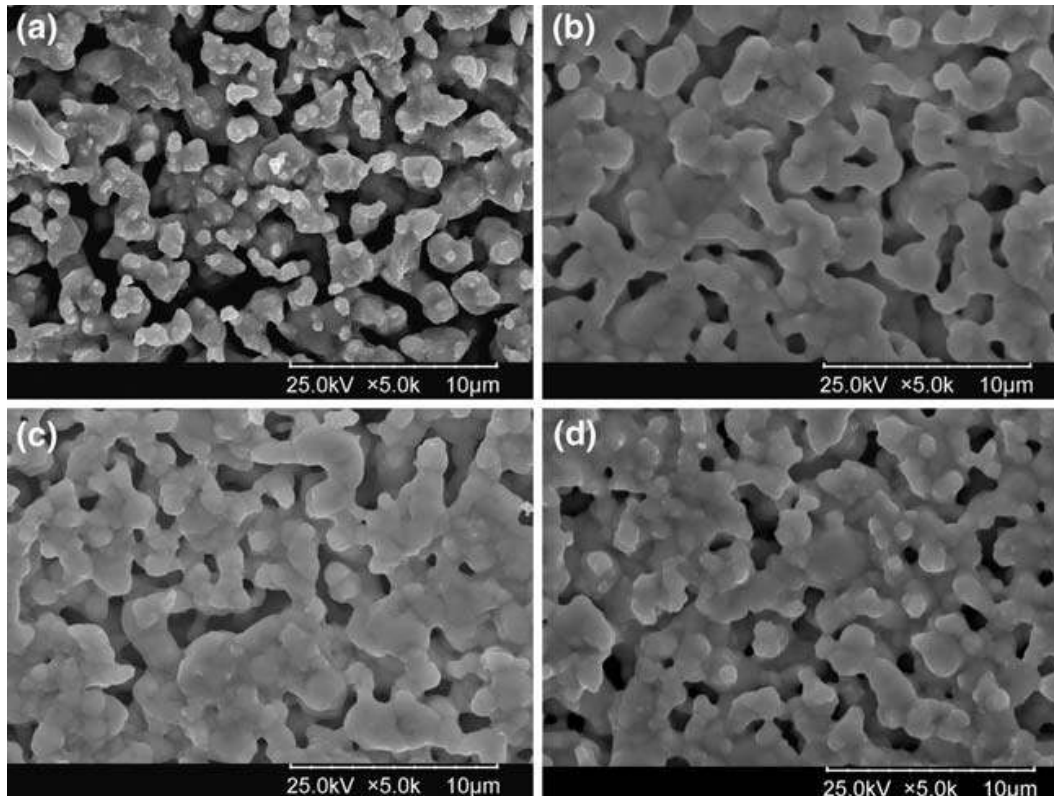


FIGURE 2.6 – Effet de la température de frittage sur la morphologie des attaches de puces pour un frittage d'une heure à 270 °C (a), 285 °C (b), 300 °C (c), 325 °C (d) [Wan07]. On remarque une grande différence entre les particules frittées à 270 °C et les particules frittées à des températures plus élevées. A 270 °C, on remarque que la porosité est importante et que la morphologie des particules n'est pas homogène.

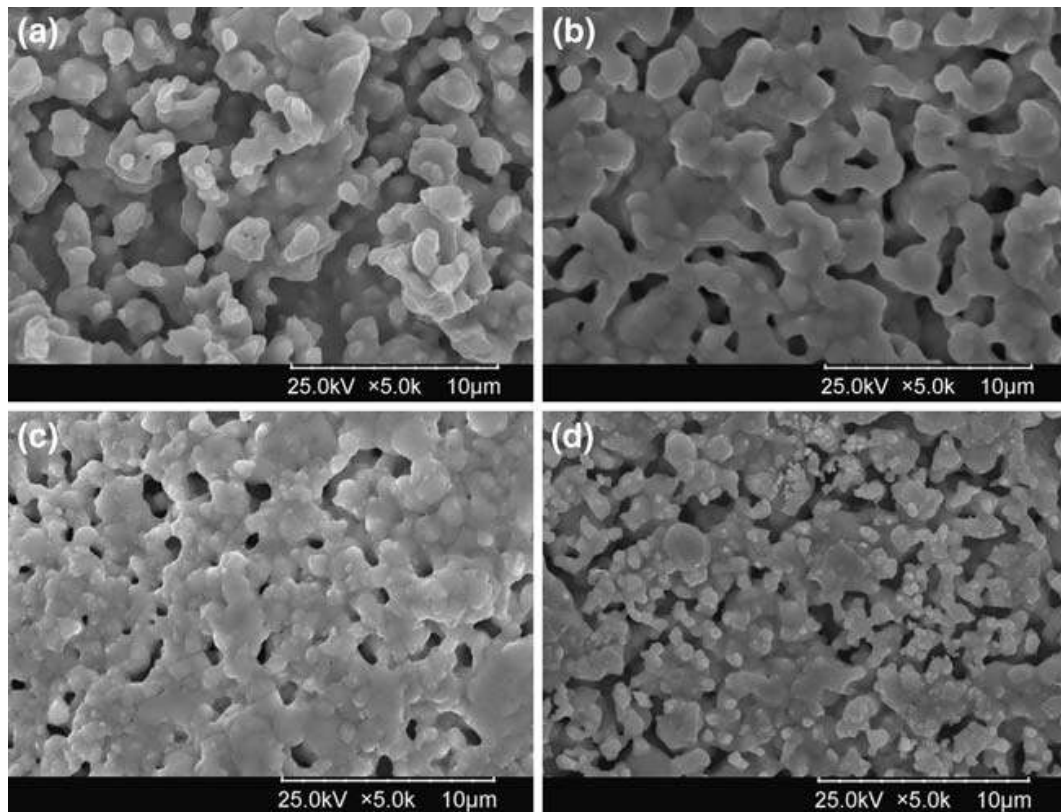


FIGURE 2.7 – Influence de la vitesse de la rampe sur le frittage durant 60 minutes à 285 °C pour des vitesses de 1 °C/min (a), 10 °C/min (b), 20 °C/min (c) et une montée en température instantanée (d), [Wan07].

augmente (voir tableau 2.4) : cependant, les propriétés mécaniques du joint diminuent lors des montées en température sont instantanées. L'augmentation de la tenue en cisaillement s'explique par l'augmentation du nombre de joints de grains et une structure plus dense de l'attache. A l'inverse, une vitesse lente va consommer la force motrice du frittage entraînant une croissance des grains au lieu d'une densification : les pièces obtenues sont poreuses et leurs propriétés mécaniques sont faibles (voir figure 2.7). La vitesse optimale de la rampe est donc de 10 °C/min. D'autres études menées au Fraunhofer Institute montrent aussi qu'une densité élevée de l'attache est un facteur d'influence améliorant la tenue mécanique de l'attache [Kno10].

Après la rampe de chauffe, les échantillons sont maintenus à la température de frittage pendant une durée fixée. La durée de frittage doit être suffisante pour obtenir un joint dense présentant peu de défauts. Différentes durées de frittage ont été étudiées [Bai05a, Wan07] afin de mettre en évidence le temps de frittage optimal.

Plus la durée du frittage augmente, plus la tenue en cisaillement augmente. Au bout de 60 minutes, on peut considérer que le frittage est terminé : le gain en fiabilité n'est pas suffisant pour doubler la phase de frittage.

Les recherches réalisées au CPES [Bai05a, Wan07] ont permis de définir les paramètres expérimentaux optimaux pour la réalisation de joints frittés d'argent : une rampe de 10 °C/min, une température de frittage de 285 °C et une durée de 60 minutes. Il n'a pas été mis en évidence d'influence notable de la nature de la

Vitesse (°C/min)	$T_{frittage}$ (°C)	Durée $frittage$ (min)	Tenue (MPa) sur Ni/Ag	Tenue (MPa) sur Ag
10	285	10	12,39	10,13
10	285	20	13,14	12,66
10	285	40	15,93	16,24
10	285	60	17,11	17,52
10	285	120	19,97	18,41

TABLE 2.5 – Influence de la durée du frittage sur la tenue en cisaillement pour deux types de métallisations sur DCB.

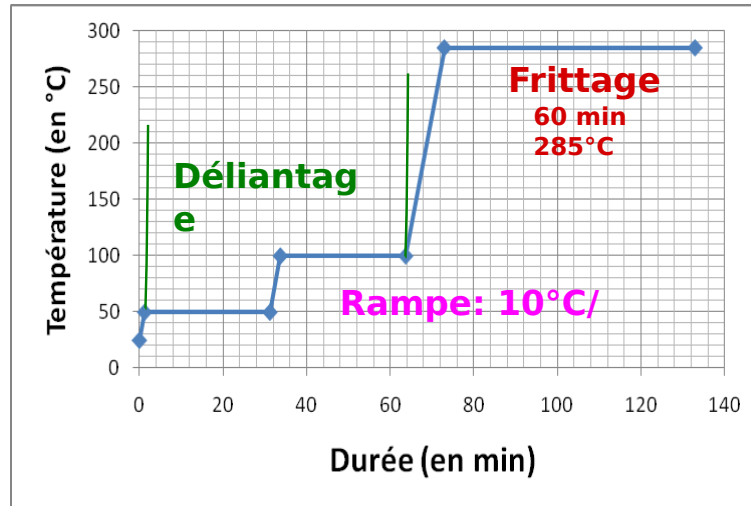


FIGURE 2.8 – Profil optimisé utilisé pour le frittage de nanopâtes d'argent.

métallisation sur la tenue en cisaillement.

Le frittage de la pâte NanoTach se fait en deux étapes : on distingue tout d'abord deux paliers à une température de 50 °C et 100 °C qui correspondent au déliantage puis un dernier palier légèrement en dessous de 300 °C durant lequel a lieu le frittage des particules d'argent (voir figure 2.8). On remarque que le déliantage a lieu à une température modérée ce qui est un paramètre à prendre en compte lors du choix des additifs : ceux-ci devront avoir une température de vaporisation inférieure à 100 °C.

Après dépôt de la pâte sur le substrat, la puce est placée sur la pâte d'argent puis la procédure de frittage (déliantage puis frittage à proprement parler) commence. En fonction de la surface de la puce, la pression est nécessaire ou non. Pour des composants de taille supérieure à  $3 \times 3 \text{ mm}^2$ , l'utilisation d'une presse chauffante est nécessaire [Zha04, Bai05a, Mas11, But11]. La presse chauffante permet de réaliser le profil de température nécessaire au frittage ainsi que d'appliquer une pression sur l'assemblage.

## 2.3 Mode opératoire

L'optimisation de la procédure de frittage s'est faite grâce à la réalisation d'attache entre une puce et un substrat. De nouveaux équipements (machine de séri-

Abrasif	Durée (min)	Vitesse du plateau (t/min)
Disque diamant 30 $\mu\text{m}$	jusqu'à disparition des rayures visibles	150
Disque diamant 15 $\mu\text{m}$	3	150
Suspension diamantée 6 $\mu\text{m}$	2	150
Suspension diamantée 3 $\mu\text{m}$	2	150
Suspension de silice colloïdale 0.05 $\mu\text{m}$	1	150

TABLE 2.6 – Description du protocole de polissage manuel.

graphie, presse chauffante, banc de cisaillement) ont été utilisés pour permettre une reproduction fiable des essais d'attaches de puces.

### 2.3.1 Les puces

Les puces utilisées pour la réalisation de véhicules de tests ont une finition argent en face arrière, ce sont soit des diodes mécaniques SiC SiCED ( $2,7 \times 2,7 \text{ mm}^2$ ) soit des diodes silicium ( $12,7 \times 12,7 \text{ mm}^2$ ). Pour éviter de dégrader les métallisations présentes sur la face avant, la puce est seulement nettoyée aux ultrasons dans un bain d'éthanol chaud durant trois minutes pour enlever les éventuelles traces organiques. Avant d'être placée sur le dépôt de pâte, la puce est séchée à l'azote.

### 2.3.2 Les substrats

#### Description des substrats

Le plus courant des substrats est le DCB (Direct Copper Bonded) qui est très largement utilisé en raison de son faible coût : il présente cependant un état de surface très irrégulier de sa métallisation cuivre et une rugosité qui peut être élevée ( $R_a$  de l'ordre de 2,3  $\mu\text{m}$ , voir figure 2.9). Afin de fixer le paramètre rugosité, certains véhicules de tests ont été réalisés sur DCB poli : il s'agit d'un substrat classique qui a été poli avec une polisseuse manuelle en suivant la procédure décrite dans la tableau 2.6. D'autres substrats avec une finition or sont aussi utilisés en électronique de puissance : des substrats des marques Denka ( $\text{Si}_3\text{N}_4$  avec finition nickel-or) et Curamik (DCB nickel-or) ont été utilisés pour l'optimisation du frittage. La principale différence entre ces deux substrats avec une finition or est leur état de surface : les substrats Denka ayant une rugosité ( $R_a = 230 \text{ nm}$ ) beaucoup plus faible que celle des substrats Curamik ( $R_a = 930 \text{ nm}$ ). Les caractéristiques de tous les substrats employés pour le report de puces sont indiquées dans le tableau 2.7 et les profils de surface sont présentés sur la figure 2.9.

#### Préparation du substrat

Les substrats se présentant sous forme de plaques (DCB cuivre ou DCB or) ont au préalable été découpés en carrés de  $2,5 \times 2,5 \text{ cm}^2$  avant d'être d'être nettoyés. Ils ont été plongés dans un bain d'acide sulfurique ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) durant 5 minutes pour



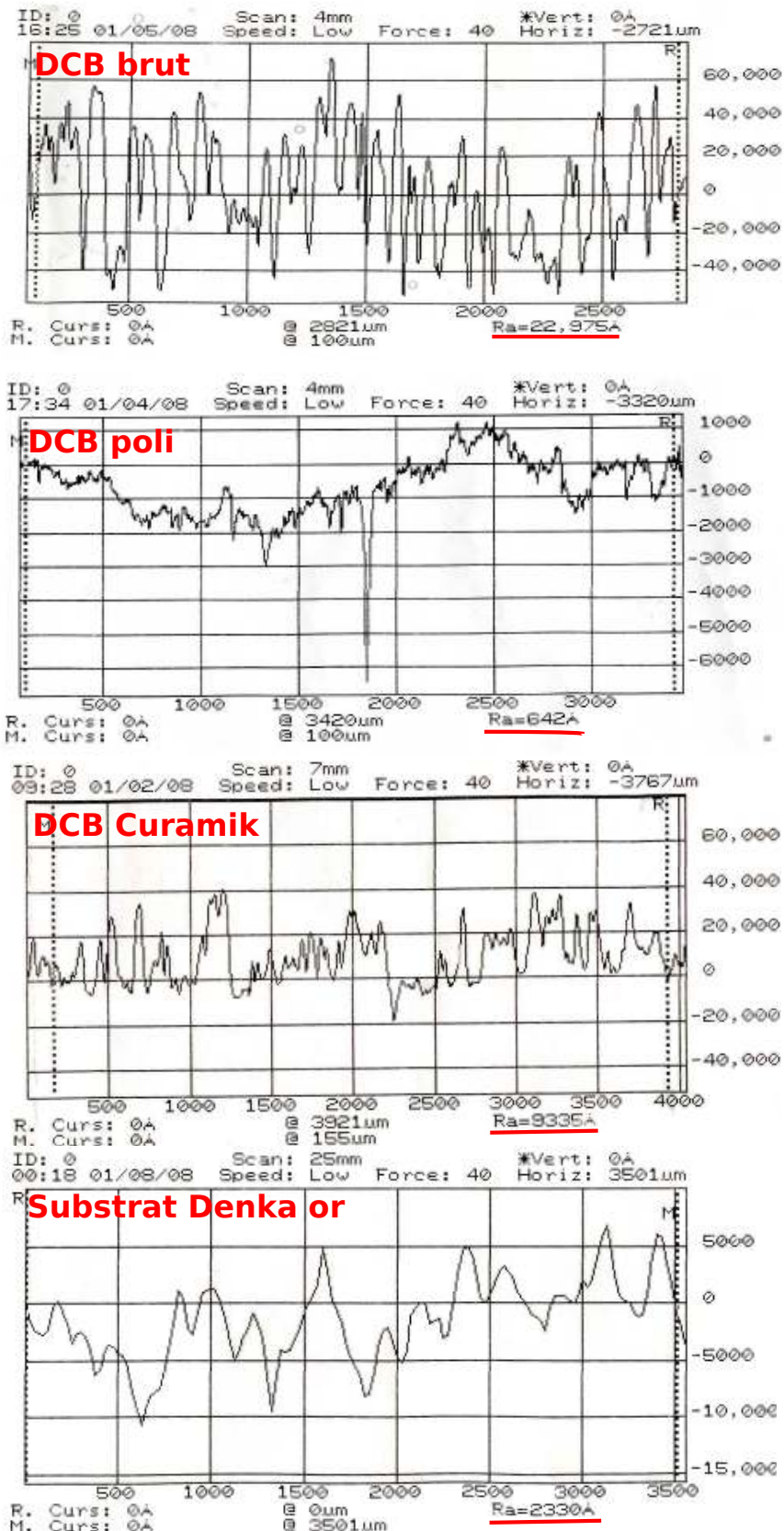


FIGURE 2.9 – Profil de la surface des quatre substrats utilisés pour la réalisation de véhicules de tests mesurés au profilomètre Dektat 3030. L'échelle horizontale est en  $\mu\text{m}$  et l'échelle verticale est en angstrom. Ces profils sont représentatifs de la rugosité de tous les substrats utilisés pour la réalisation d'assemblage par frittage.

Type de substrat	Céramique	Métallisation finale	Rugosité
DCB Curamik	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (600 μm)	Cuivre (300 μm)	2,3 μm
DCB Curamik	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (600 μm)	Cuivre (300 μm)	64 nm(poli)
DCB Curamik	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (600 μm)	Nickel-Or	1 μm
DCB Denka	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Nickel-Or (50 nm d'or)	230 nm

TABLE 2.7 – Description des substrats utilisés pour le report de puces.

enlever les éventuelles traces d'oxydation présentes en surface de la métallisation. Après rinçage dans l'eau déionisée, tous les substrats ont été placés dans un bain d'éthanol où un nettoyage aux ultrasons a été effectué durant 3 minutes afin de dissoudre les matières organiques résiduelles. Chaque substrat est ensuite séché à l'azote puis placé sur le socle de la machine de sérigraphie où s'effectue le dépôt.

### 2.3.3 La machine de sérigraphie

Afin de réaliser des dépôts de pâte reproductibles et d'épaisseur connue, l'utilisation d'une machine de sérigraphie est indispensable. Une série de masques de sérigraphie en métal (présentant des motifs de taille variée) de 50 μm et de 100 μm d'épaisseur 9. \*dont les motifs ont été fabriqués. Le masque de 50 μm a été utilisé afin de réaliser des attaches de puces de faible épaisseur mais son coût est élevé et il est fragile ce qui le rend délicat à manipuler. Le masque de 100 μm permet de réaliser des dépôts plus épais : l'utilisation de ce masque devrait pouvoir permettre d'obtenir des joints épais. Différentes tailles de motifs ont été prévues afin de pouvoir réaliser des assemblages avec des petites et des grandes puces. Pour les grandes puces, le motif présente un design particulier : celui-ci est subdivisé en petits carrés et possède des canaux permettant l'évacuation des solvants lors de la phase de déliantage ce qui favorise l'obtention d'un joint homogène [Bai05a]. Sans la présence de canaux, il a été montré que la pâte située au centre du dépôt n'était pas frittée (voir figure 2.10).

Une machine de sérigraphie manuelle (voir figure 2.11) a été utilisée pour réaliser le dépôt de la pâte d'argent :

- le substrat nettoyé [Frü10] est placé sur le socle de la machine de sérigraphie ;
- le motif du masque est centré sur la face supérieure du substrat ;
- un dépôt de pâte est effectué sur le masque grâce à une spatule (voir figure 2.12).

Une fois le dépôt effectué, l'excédent de pâte présent sur le masque et sur la spatule est nettoyé avec un papier absorbant sec puis avec de l'éthanol.

### 2.3.4 La presse chauffante

Après avoir réalisé le dépôt sur le substrat, la puce est déposée sur la pâte et l'ensemble est placé sur la plaque inférieure (chauffée par trois lampes de 1000 W chacune) de la presse chauffante. Les essais préliminaires ont démontré la nécessité d'utiliser une presse chauffante afin de pouvoir appliquer une pression lors du frittage et de pouvoir réaliser des variations de températures rapides (10 °C/min)

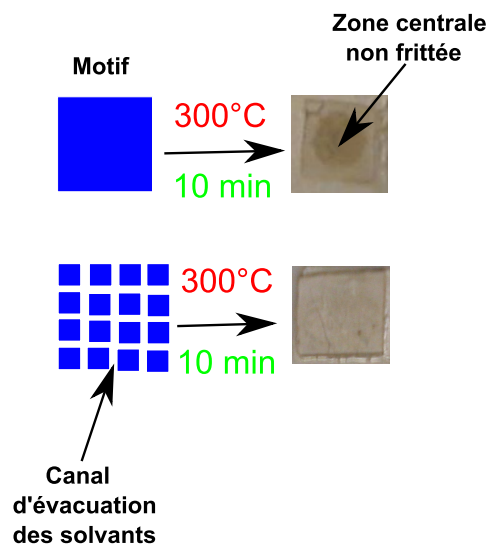


FIGURE 2.10 – Comparaison de l'avancement du frittage après 10 minutes à 300 °C pour deux typologies de motifs de sérigraphie, photos de [Bai05a].

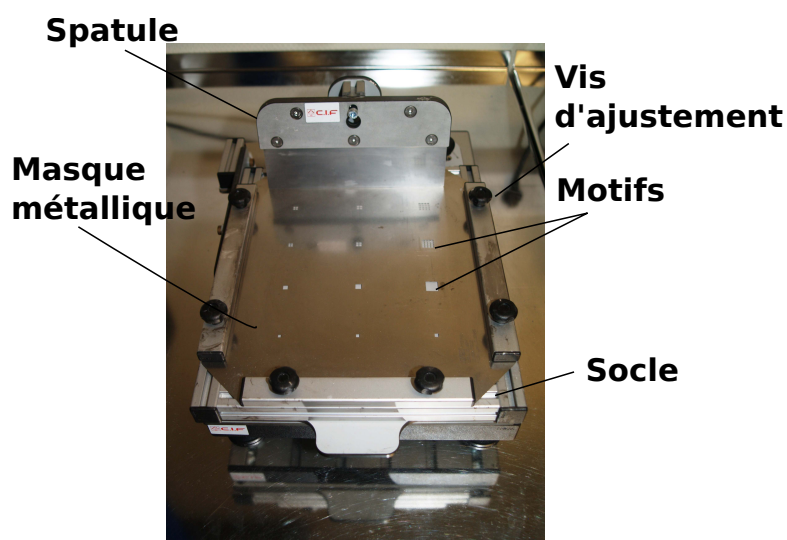


FIGURE 2.11 – Photographie de la machine de sérigraphie utilisée pour le dépôt de nanopâte.

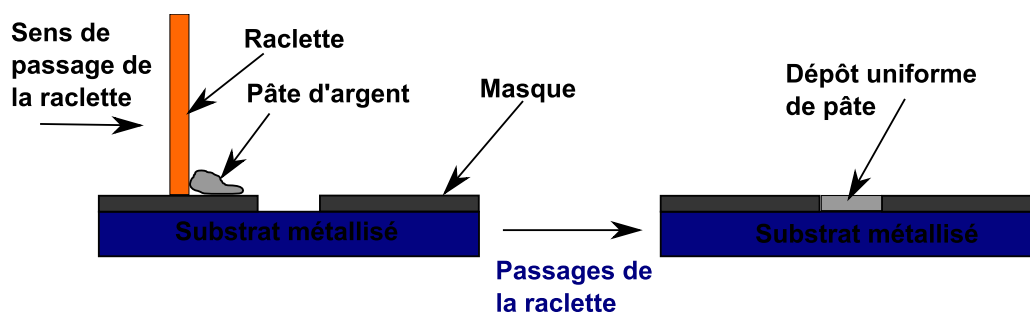


FIGURE 2.12 – Schéma du dépôt de pâte avec une machine de sérigraphie manuelle.

ce qui évite le frittage inhomogène. La presse utilisée au laboratoire (voir figure 2.13) est constituée de deux plaques chauffantes et d'un vérin pneumatique. Les plaques chauffantes peuvent être programmées de façon indépendante ou synchronisée grâce à des contrôleurs de température. Les deux plaques ont une puissance maximale de 750 W chacune mais leur mode de chauffage est différent : la plaque inférieure est chauffée par une série de lampes alors que la plaque supérieure contient des résistances. La force appliquée sur l'assemblage est variable (entre 0 et 6 bars) et réglable grâce à un manomètre relié à une arrivée d'air comprimé. Les mouvements du vérin (montée et descente) sont commandés par le contrôleur de la plaque supérieure et peuvent être programmés à n'importe quel moment du cycle d'assemblage.

### 2.3.5 Coupes métallographiques

La morphologie des attaches de puce est déterminée grâce à des images optiques et MEB (Microscopie Electronique à Balayage). Pour cela les échantillons doivent être enrobés dans une résine à froid (résines Buehler Varidur ou Variklear), découpés à la micro-tronçonneuse (lame diamantée Buehler LC entre 550 et 600 tours/min) puis polis (voir tableau 2.6) avec une polisseuse manuelle.

Les assemblages qui sont analysés en microscopie électronique nécessitent une préparation particulière en raison de la présence de parties isolantes dans l'échantillon (céramique) : la surface est recouverte d'une fine couche de noir de carbone afin de la rendre entièrement conductrice.

### 2.3.6 Le banc de cisaillement

La tenue mécanique de l'attache est une caractéristique importante pour évaluer sa qualité. Un banc de cisaillement (voir figure 2.14) a été monté afin de réaliser des tests d'arrachement de la puce. L'assemblage est placé sur le plateau de l'appareil et le capteur (force maximale de 200 N) est placé au niveau de l'attache, la force nécessaire à l'arrachement de la puce est mesurée et constitue la tenue en cisaillement du joint. Pour chaque série d'échantillons, au moins cinq assemblages ont été caractérisés afin de pouvoir évaluer la reproductibilité de la technique d'assemblage.

### 2.3.7 Réalisation des véhicules de test

Différentes séries d'assemblages ont été réalisées (voir tableau 2.8) afin d'évaluer l'influence des paramètres expérimentaux sur la qualité de l'attache. L'objectif est de déterminer les paramètres optimaux pour réaliser une attache de puce sur substrat (voir figure 2.15) fiable et reproductible. Pour cela, au moins six échantillons ont été réalisés pour chaque jeu de paramètres : un échantillon a été enrobé, les autres étant caractérisés en cisaillement.

Les paramètres étudiés sont :

1. le mouillage : avec ou sans scrubbing. Le scrubbing consiste à améliorer le mouillage de la pâte en appuyant sur la puce tout en lui faisant faire de petits mouvements ;

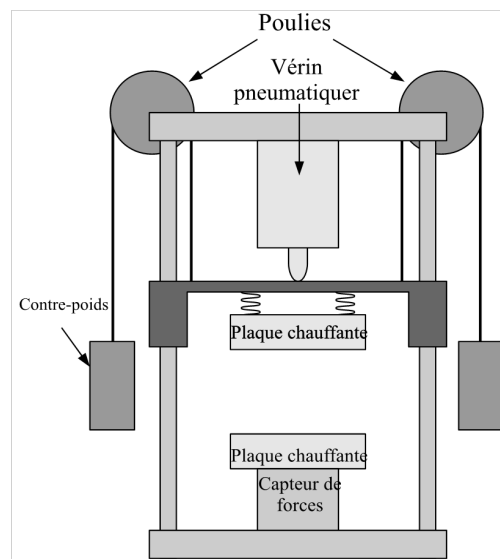
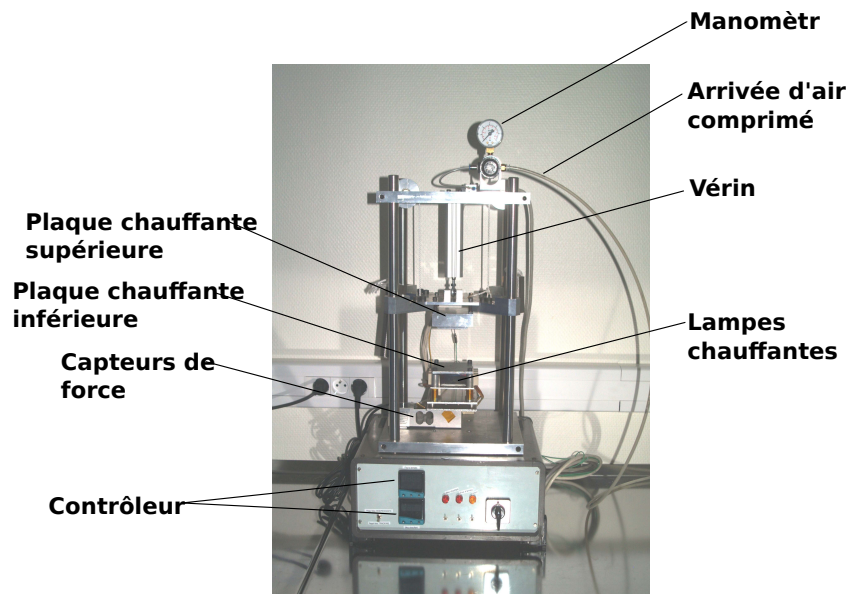
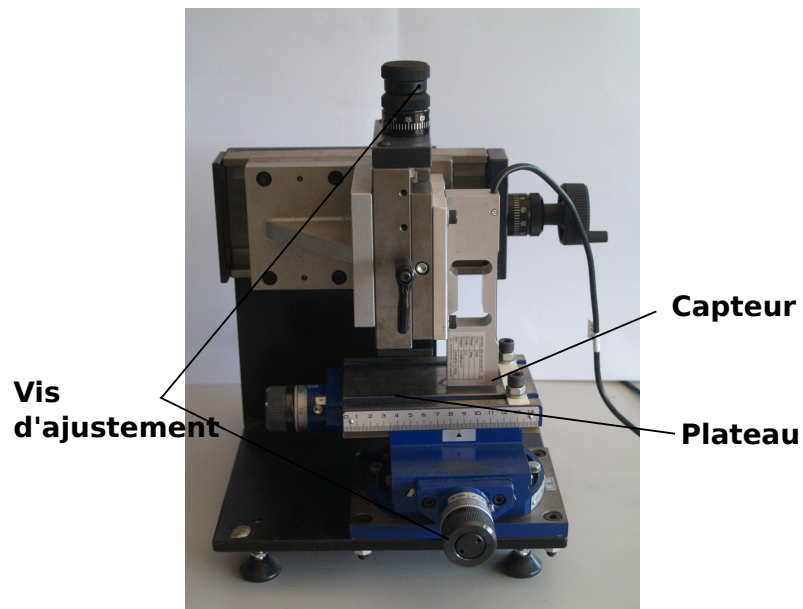
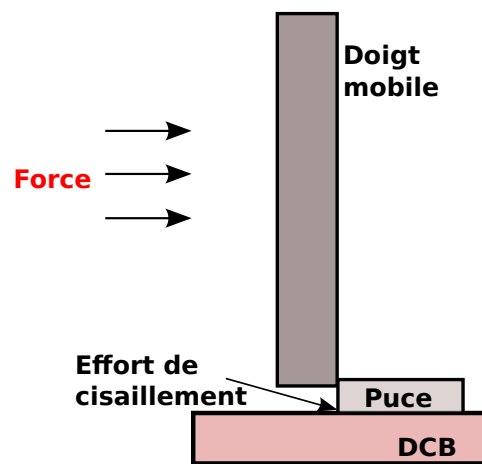


FIGURE 2.13 – Photo et schéma de la presse utilisée pour l'optimisation du frittage de nanopâte.



(a)



(b)

FIGURE 2.14 – Photo du banc de cisaillement utilisé au laboratoire pour la caractérisation des joints d'argent fritté (a) et schéma de principe (b).

Série	Epaisseur	Type de substrat	Pression	Remarques
A'	50 $\mu\text{m}$	DCB non poli	6 MPa	nettoyage US
B	50 $\mu\text{m}$	DCB non poli	6 MPa	scrubbing
C	50 $\mu\text{m}$	DCB avec métallisation finale Au	6 MPa	DCB Curamik
D	50 $\mu\text{m}$	$\text{Si}_3\text{N}_4$ avec métallisation Au	6 MPa	Substrat Denka
E	50 $\mu\text{m}$	DCB poli	6 MPa	
F	100 $\mu\text{m}$	DCB non poli	6 MPa	
J	50 $\mu\text{m}$	DCB non poli	0,7 MPa	
N	50+50 $\mu\text{m}$	DCB non poli	6 MPa	deux couches
O	50+50 $\mu\text{m}$	DCB poli	6 MPa	deux couches
P	50 $\mu\text{m}$	DCB poli	6 MPa	Viton, assemblage de 2 puces
Q	50 $\mu\text{m}$	DCB poli	6 MPa	PTFE, assemblage de 2 puces
T	50+50 $\mu\text{m}$	$\text{Si}_3\text{N}_4$ avec métallisation Au	6 MPa	Substrat Denka

TABLE 2.8 – Description des conditions expérimentales suivies pour la réalisation d'attaches de petites puces SiC sur un substrat.

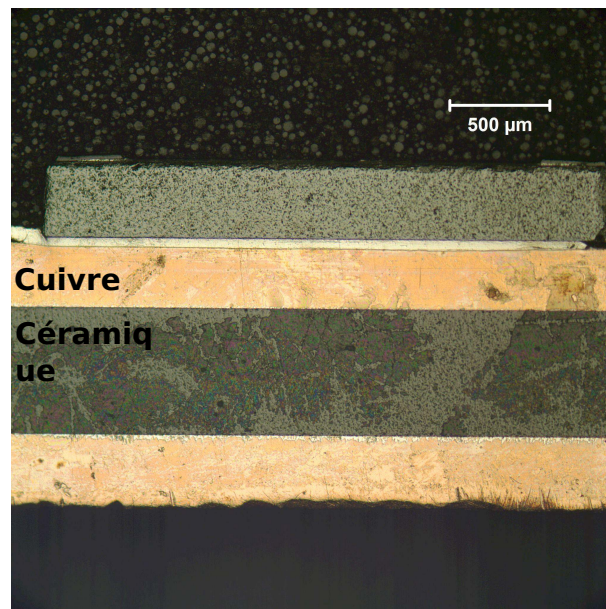


FIGURE 2.15 – Structure des assemblages puce-substrat : exemple d'un assemblage de la série T.

2. la nature de la métallisation : on utilise des substrats avec une finition cuivre ou nickel-or ;
3. la rugosité du substrat : DCB cuivre brut ou poli, DCB fini or et céramique avec finition or dont les rugosités vont de 64,2 nm à 2,2 $\mu$ m ;
4. la pression appliquée : entre 0,7 MPa et 6 MPa
5. l'épaisseur du dépôt de pâte : 50 ou 100  $\mu$ m ;
6. le nombre de dépôt de pâte : un ou deux dépôts successifs (méthode recommandée pour les assemblages de grandes puces) ;
7. le report simultané de deux puces : utilisation d'une couche d'interface.

Le profil de température suivi pour le frittage (voir figure 2.16b) se divise en deux étapes :

- le déliantage (jusqu'à 100 °C) ;
- le frittage (plateau à 285 °C).

Pour certaines séries (N, O et T), deux dépôts de pâte ont été réalisés : le premier dépôt a été uniquement séché (voir figure 2.16b) jusqu'à 180 °C tandis que le second était fritté normalement. Le second dépôt a été réalisé sur la pâte séchée. Tous les essais réalisés ont conduit à un assemblage puce-substrat : les résultats expérimentaux sont présentés et discutés dans la section suivante.

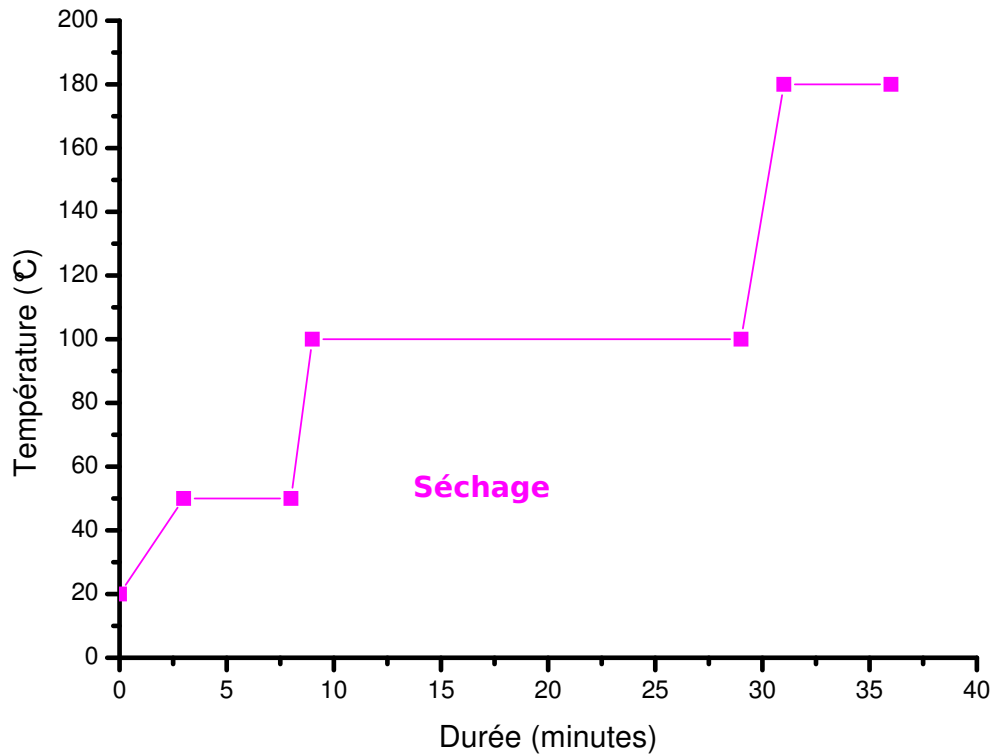
## 2.4 Résultats expérimentaux et optimisation du process de frittage de puces SiC 2,7 $\times$ 2,7 mm<sup>2</sup>

### 2.4.1 Tenue mécanique des assemblages

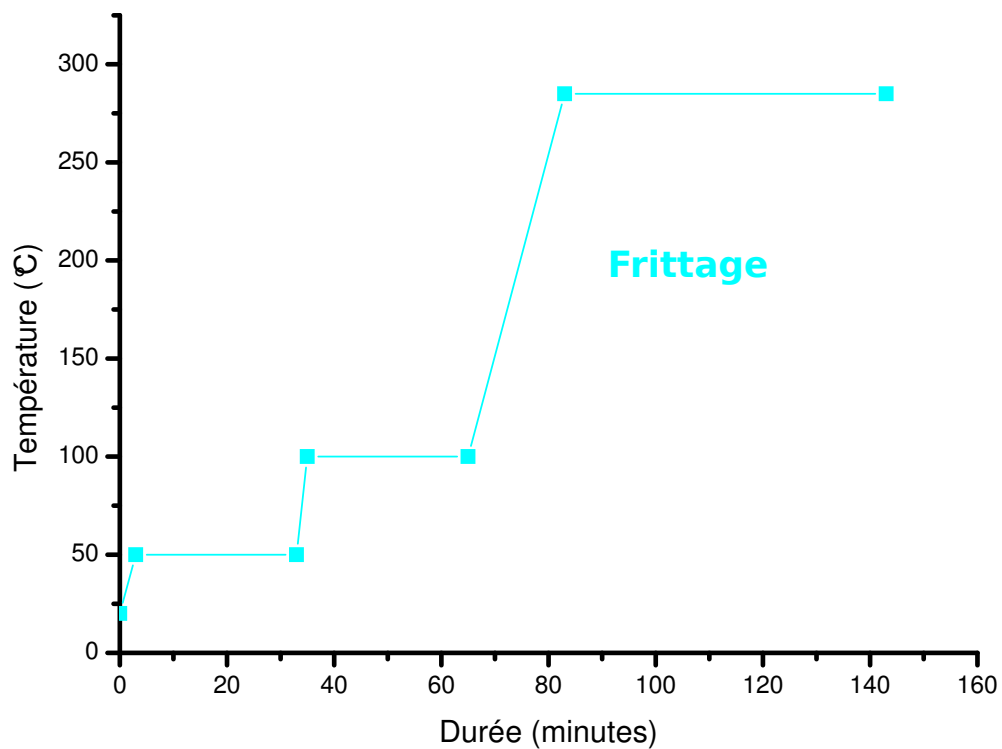
La tenue mécanique des assemblages a été déterminé par des essais de cisaillement (voir figure 2.17).

Les résultats de toutes les séries sont présentés sous la forme d'une représentation dite boîte à moustache (ou box and whiskers plot) : les bornes de chacun des segments correspondent aux valeurs extrêmes (minimum et maximum), le rectangle englobe tous les résultats compris entre le premier et le troisième quartile et la droite qui le coupe en deux correspond à la médiane de tous les résultats. Ce type de représentation permet non seulement d'évaluer la qualité du joint (grâce aux valeurs extrêmes) mais aussi d'estimer la fiabilité et la reproductibilité du process (grâce à la hauteur de l'ensemble). La figure 2.18 résume l'ensemble des résultats obtenus pour l'assemblage de petites puces : la colonne qualification correspond à la qualification à la norme américaine militaire MIL-STD-883G concernant les spécifications minimales des systèmes électroniques militaires et aérospatiaux. Pour les assemblages de petites puces étudiés dans cette partie, la tenue minimale requise est de 3,5 MPa. On considérera qu'une série est qualifiée si au moins quatre assemblages atteignent cette valeur. Pour la série T, seul un échantillon a pu être caractérisé car la tenue des autres joints était hors des limites du capteur (70 MPa) ce qui explique que quatre joints aient la même tenue : on ne pourra donc pas conclure sur la reproductibilité des échantillons de cette série.





(a)



(b)

FIGURE 2.16 – Profils de température suivis pour le séchage (a) et le frittage de la nanopâte d'argent (b) dans le cas d'un dépôt de deux couches.

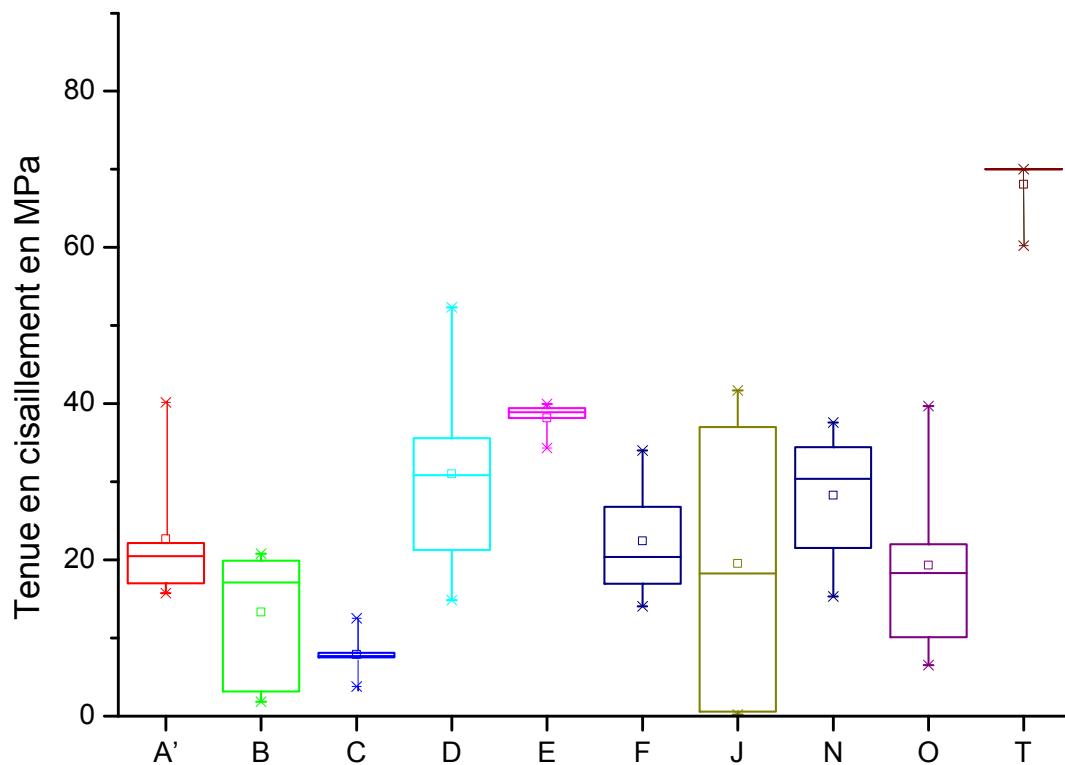


FIGURE 2.17 – Représentation en "whiskers plot" (ou boîte à moustaches) de la tenue en cisaillement des assemblages des différentes séries. Ce type de représentation permet d'évaluer facilement la dispersion des résultats et de comparer les séries entre elles. Pour la série T, seul un échantillon a pu être caractérisé, les tenues des autres assemblages étant hors de la plage de mesure du capteur.

Série	Nombre d'échantillons	Tenue en shear-test (MPa)			Ecart-type	Qualification	Remarques
		Minimale	Maximale	Moyenne			
A'	7	15,70	40,15	22,70	8,10	OUI	
B	5	1,80	20,80	13,30	33,40	NON	Scrubbing
C	5	3,70	12,50	7,80	2,30	OUI	DCB or
D	5	14,80	52,30	31	12,90	OUI	Alumine or
E	6	34,30	40	38,10	2,20	OUI	DBC poli
F	6	14	34	22,40	7,20	OUI	Dépôt 100 µm
J	6	0,20	41,67	19,50	17,50	NON	Pression 0,7 MPa
N	7	15,30	37,60	26,50	8	OUI	Dépôt 2*50 µm
T	5	62	70 MPa	-	-	OUI	Dépôt 2*50 µm sur alumine or

FIGURE 2.18 – Résumé des tenues en cisaillement des différentes séries d'assemblages avec petites puces.

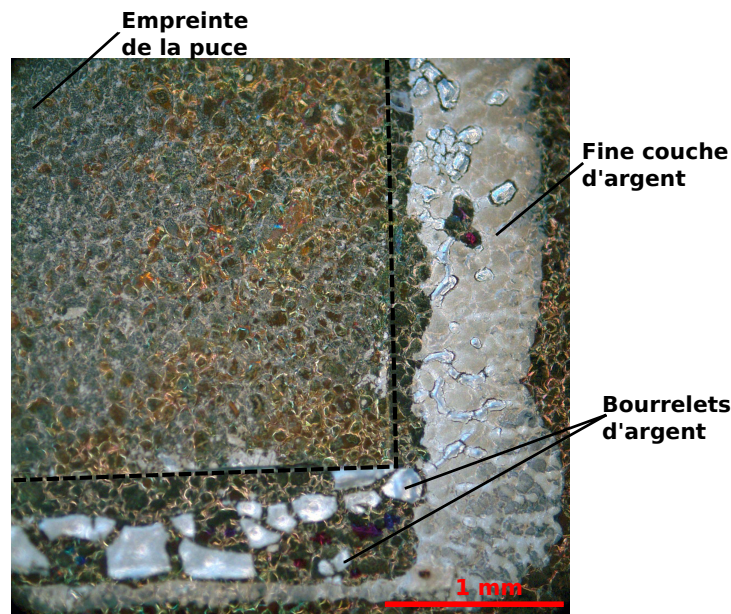


FIGURE 2.19 – Effet du scrubbing sur l'étalement de la pâte sur le substrat pour l'assemblage B5 (tenue = 1,8 MPa). Image en microscopie optique en fond noir.

## 2.4.2 Effet du scrubbing : série A' et B

L'objectif du scrubbing est d'améliorer le contact entre la pâte et la puce par de légers mouvements circulaires. Le scrubbing a été effectué manuellement pour la série B, il ne permet pas d'améliorer la tenue de l'attache. La dispersion des résultats est bien plus élevée pour la série B (entre 1,8 MPa et 17,9 MPa) que pour la série A' (tenue de 19,5 MPa à 40,2 MPa) et la tenue mécanique des échantillons ayant subi un scrubbing est bien plus faible que pour ceux de la série de référence A'. Cela peut s'expliquer par le fait que lors du scrubbing, une partie de la pâte est étalée sur le substrat ce qui diminue l'épaisseur de la pâte réellement présente sous la puce. On constate effectivement qu'une quantité importante de pâte frittée reste présente sur le substrat après cisaillement sous forme d'une fine couche d'argent et de bourrelets d'argent localisés à l'extérieur de l'empreinte de la puce (voir figure 2.19).

Compte-tenu de la viscosité de la pâte, le terme de mouillage peut être utilisé pour caractériser son étalement sur le substrat et sur l'arrière de puce. On peut établir une corrélation entre la tenue en cisaillement de l'attache et le mouillage des surfaces. Si on compare les valeurs extrêmes de tenue en cisaillement de la série A' (40,2 MPa) et la série B (1,80 MPa), on constate un bon mouillage de la puce et du substrat pour l'échantillon de la série A' : la couche d'argent est relativement uniforme sur les deux interfaces et on peut apercevoir les grains de cuivre sous la fine couche d'argent (voir figure 2.20). Il apparaît donc que la couche d'argent restant sur le substrat après les tests mécaniques est très faible. On ne remarque pas de traces d'oxydation sous la pâte frittée alors que le reste du substrat est oxydé ce qui est normal puisque l'assemblage est réalisé sous air.

En revanche, sur le substrat B5 (tenue = 1,80 MPa), on remarque une répartition très inhomogène de la pâte que ce soit sur le substrat ou sur la puce (voir figure 2.21). On voit aussi que le substrat est très oxydé ce qui s'explique par la

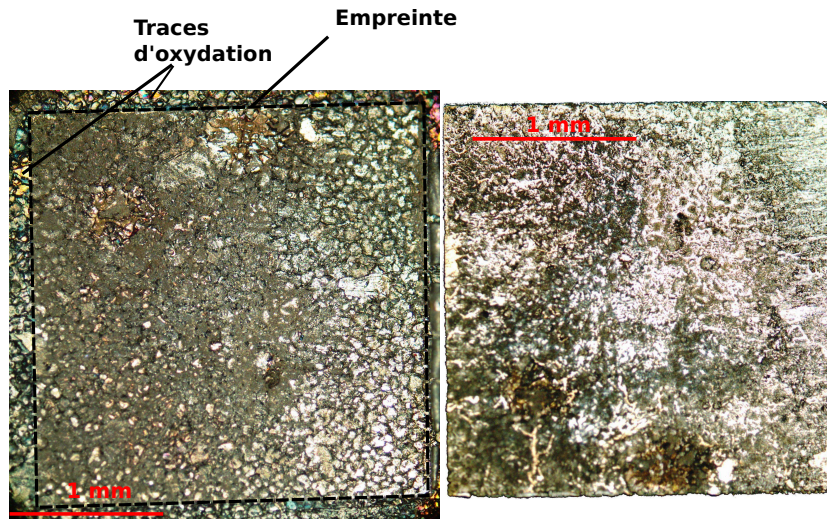


FIGURE 2.20 – Etat de surface du substrat (à gauche) et de l'arrière de la puce (à droite) A'12 (tenue = 40,15 MPa) après cisaillement. Images en microscopie optique en fond clair.

faible quantité de pâte présente à l'interface qui n'a pas pu mouiller tout le substrat : les zones oxydées sont celles qui n'ont pas été recouvertes par la pâte. L'arrière de la puce présente aussi un mouillage inégal avec certaines zones où la métallisation argent de la face arrière est visible en raison de l'absence de pâte (voir figure 2.22).

On peut en conclure que le scrubbing ne permet pas un meilleur mouillage de la pâte sur les interfaces : il favorise au contraire un étalement de la pâte sur le substrat entraînant une répartition inhomogène des surfaces, un mauvais mouillage des interfaces ce qui conduit à un joint irrégulier de faible épaisseur. En revanche, les assemblages réalisés sans scrubbing présentent eux un bon mouillage des interfaces et une tenue en cisaillement meilleure que ceux de la série B.

### 2.4.3 Effet de la rugosité du substrat : série A' et E

Les assemblages des séries A' et E ont été réalisés sur un substrat DCB Curamik : un dépôt de pâte de  $50\ \mu\text{m}$  a été effectué sur un substrat brut (série A') ou sur un substrat poli (série E). On remarque que la tenue moyenne à l'arrachement est bien meilleure pour la série E que pour la série A' et on constate aussi que l'écart-type est très faible pour la série E (tenue comprise entre 34,3 MPa et 40 MPa). Les images en microscopie optique permettent de voir que lorsque le substrat est poli ( $R_a = 64,2\ \text{nm}$ , série E), le joint d'argent obtenu est d'épaisseur uniforme comprise entre 9 et  $11\ \mu\text{m}$  (en moyenne de  $10\ \mu\text{m}$ ), sans vide et que ses bords sont réguliers (voir figure 2.23). La faible épaisseur du joint par rapport à l'épaisseur du dépôt initial s'explique par le fait que lors du pressage de l'assemblage, une partie de la pâte est chassée vers l'extérieur où elle forme un bourrelet autour de la puce (voir figure 2.24) ainsi que par l'évaporation des additifs lors du déliantage (on estime qu'environ 50% du volume de la pâte est constituée par des solvants). En revanche, l'attache réalisée sur un substrat non poli ( $R_a = 2,29\ \mu\text{m}$ , série A') présente une grande irrégularité (épaisseur comprise entre 0 et  $22\ \mu\text{m}$ ) ainsi que des zones de vide

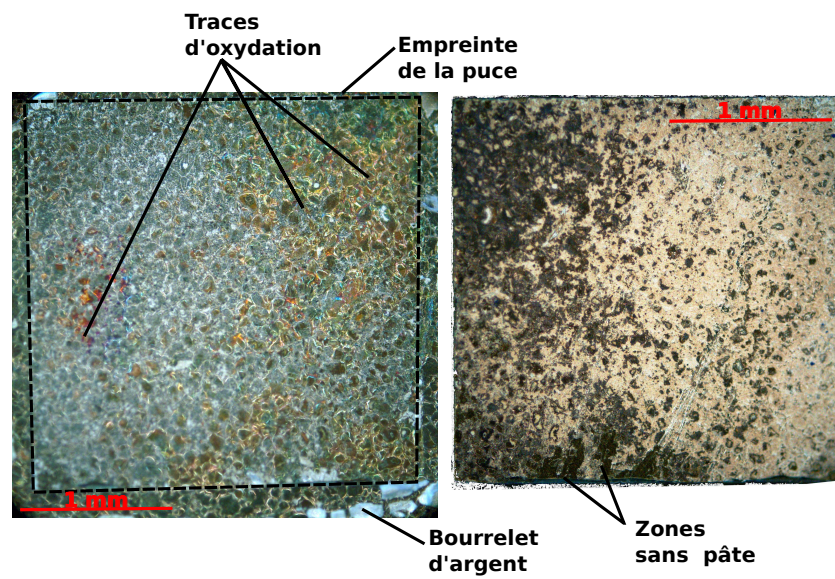


FIGURE 2.21 – Etat de surface du substrat (à gauche) de l'arrière de la puce (à droite) B5 (tenue = 1,80 MPa). Images en microscopie optique en fond sombre : les zones de vide apparaissent en noir.

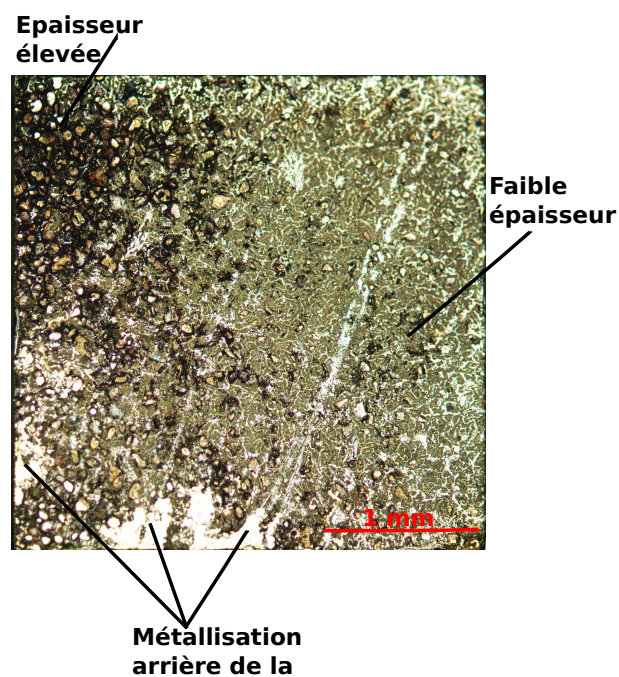


FIGURE 2.22 – Etat de surface de l'arrière de la puce B5 après cisaillement. Image en microscopie optique en fond clair.

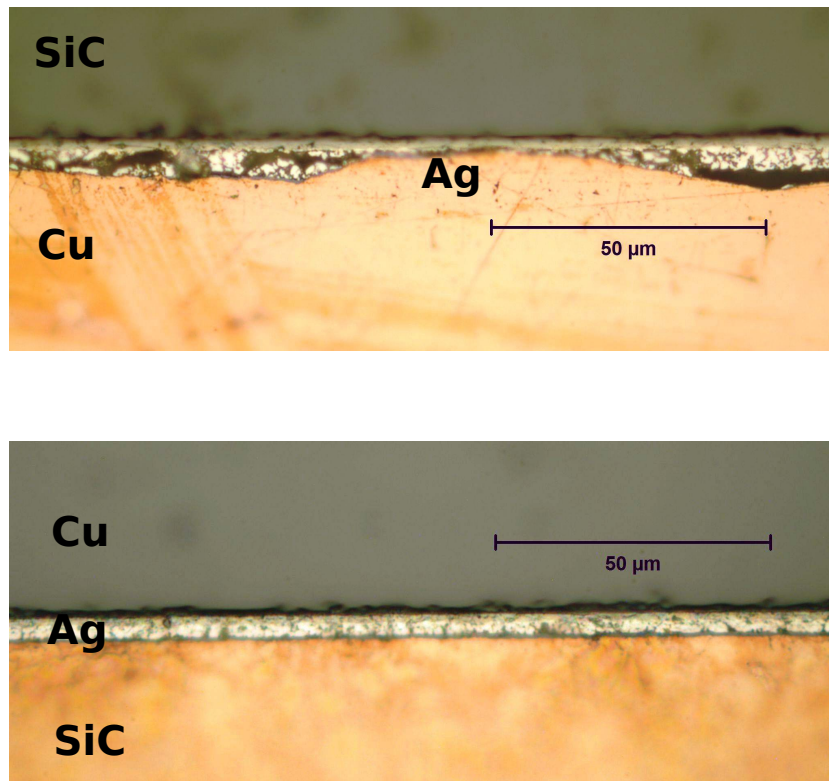


FIGURE 2.23 – Comparaison entre le joint de la série A' réalisé sur DCB brut (en haut) et le joint de la série E réalisé sur DCB poli (en bas).

où on note l'absence de pâte d'argent entre le cuivre et la puce (voir figure 2.23). Compte-tenu de la grande rugosité du substrat non-poli (série A'), la pâte n'a dans certaines zones, eu comme rôle que de remplir les aspérités du cuivre sans pouvoir mouiller la face arrière de la puce (voir figure 2.20). On constate enfin qu'il reste peu d'argent sur le substrat de la série E après le cisaillement. La majeure partie de la pâte se retrouve sur la face arrière de la puce : c'est donc un bon mouillage des surfaces qui permet d'obtenir une bonne tenue de l'attache (voir figure 2.25). On remarque que le cuivre a été arraché du substrat et qu'on le retrouve sur l'arrière de la puce : ce n'est donc pas l'attache qui a cédé lors de la caractérisation en cisaillement des échantillons de la série E. On constate aussi la présence de stries blanches sur l'arrière de la puce qui correspondent à la volatilisation des composés organiques lors du déliantage ainsi qu'au retrait de la pâte.

L'étude des assemblages des séries A', B et E montrent l'importance de l'état de surface du substrat et de l'épaisseur du joint sur la qualité du joint et sur sa tenue mécanique. Nous avons donc cherché, dans les essais qui suivent, à étudier l'influence de la métallisation nickel-or du substrat.

#### 2.4.4 Effet de la nature de la métallisation : séries A', C et D

L'effet de la métallisation du substrat sur la tenue de l'attache a été évalué grâce aux essais effectués sur des substrats bruts cuivre (série A') et nickel-or (séries C et D).

Les assemblages des séries C et D ont été effectués sur des substrats recouverts

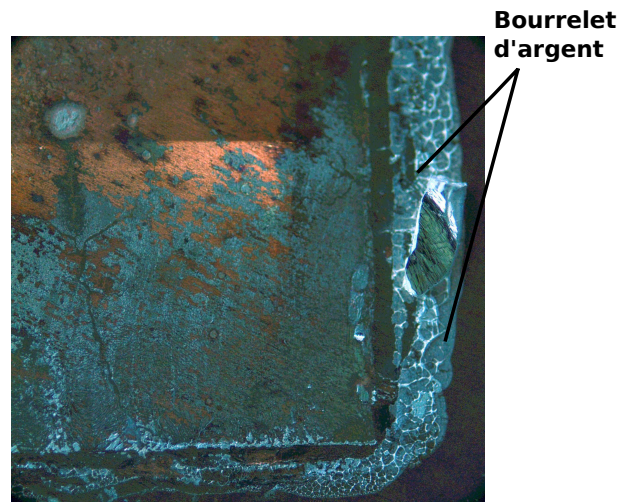


FIGURE 2.24 – Substrat de l'échantillon E2 après cisaillement. Image en microscopie optique en champ sombre.

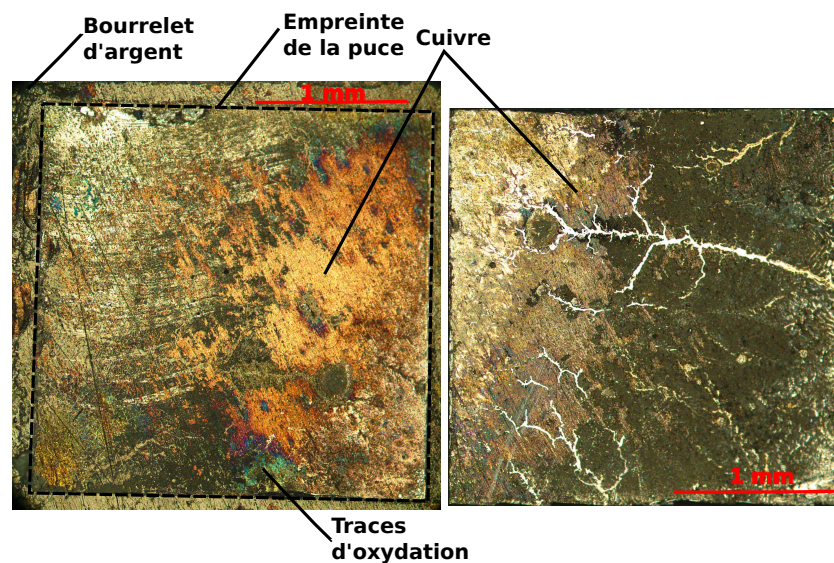


FIGURE 2.25 – Etat de surface de la puce (à droite) et du substrat (à gauche) après cisaillement sur un échantillon E2. Images en microscopie optique en champ clair.

Série	Epaisseur	Type de substrat	Pression	Remarques
A'	50 $\mu\text{m}$	DCB cuivre non poli	6 MPa	
C	50 $\mu\text{m}$	DCB avec métallisation finale Au	6 MPa	DCB Curamik
D	50 $\mu\text{m}$	$\text{Si}_3\text{N}_4$ avec métallisation Au	6 MPa	Substrat Denka

TABLE 2.9 – Description des conditions expérimentales suivies pour la réalisation d'attaches de petites puces SiC sur un substrat nickel-or.



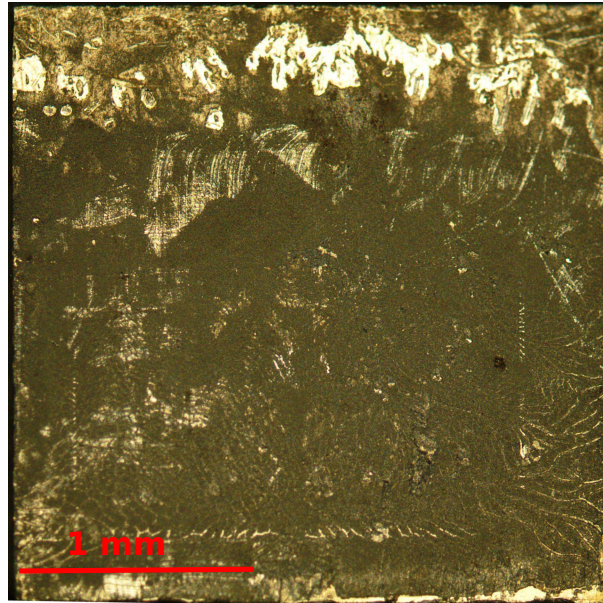


FIGURE 2.26 – Image en microscopie optique en champ clair de l'arrière de la puce de l'assemblage D1.

de nickel-or de rugosité différente (respectivement 930 nm et 230 nm). Un dépôt de 50  $\mu\text{m}$  a été réalisé et une pression de 6 MPa a été appliquée. Tous les essais réalisés sur ces deux substrats nickel-or ont conduit à la formation d'attaches de puces. On remarque une meilleure tenue à l'arrachement des échantillons de la série D ( $\text{Si}_3\text{N}_4$  métallisée avec une finition nickel-or substrat de la marque Denka) par rapport à ceux de la série C (substrat Curamik DCB avec métallisation finale nickel-or). Les résultats de cisaillement de la série D sont dispersés mais l'assemblage D1 présente une excellente tenue au cisaillement (52,30 MPa) : on constate une excellente tenue mécanique de l'attache puisque c'est la métallisation qui a cédé lors du cisaillement (voir figure 2.26). Si on compare les substrats des séries C et D, on voit qu'il reste une couche épaisse d'argent sur le substrat C (voir figure 2.27) : c'est donc l'attache elle-même qui a cédé. La comparaison des résultats en cisaillement des échantillons des séries A' et C (la rugosité du DCB brut est deux fois plus élevée que celle du DCB nickel-or) ne permet pas de conclure à un effet positif de la métallisation nickel-or par rapport au cuivre brut pour des substrats de rugosité voisine. En effet, on remarque que les tenues en cisaillement des assemblages de la série C est bien plus faible que celle des échantillons de la série A'. Lorsqu'on compare les séries C et D, on remarque que les tenues en cisaillement sont meilleures pour les attaches réalisées sur un substrat nickel-or peu rugueux (série D).

Même si la finition des substrats des séries C et D (nickel-or) est de la même nature (nickel-or) nous ne connaissons pas les conditions de dépôt ni la qualité de l'or déposé ce qui explique la grande différence de tenue sur des substrats ayant pourtant une métallisation de la même nature. Il est donc difficile de conclure sur l'influence de la métallisation.

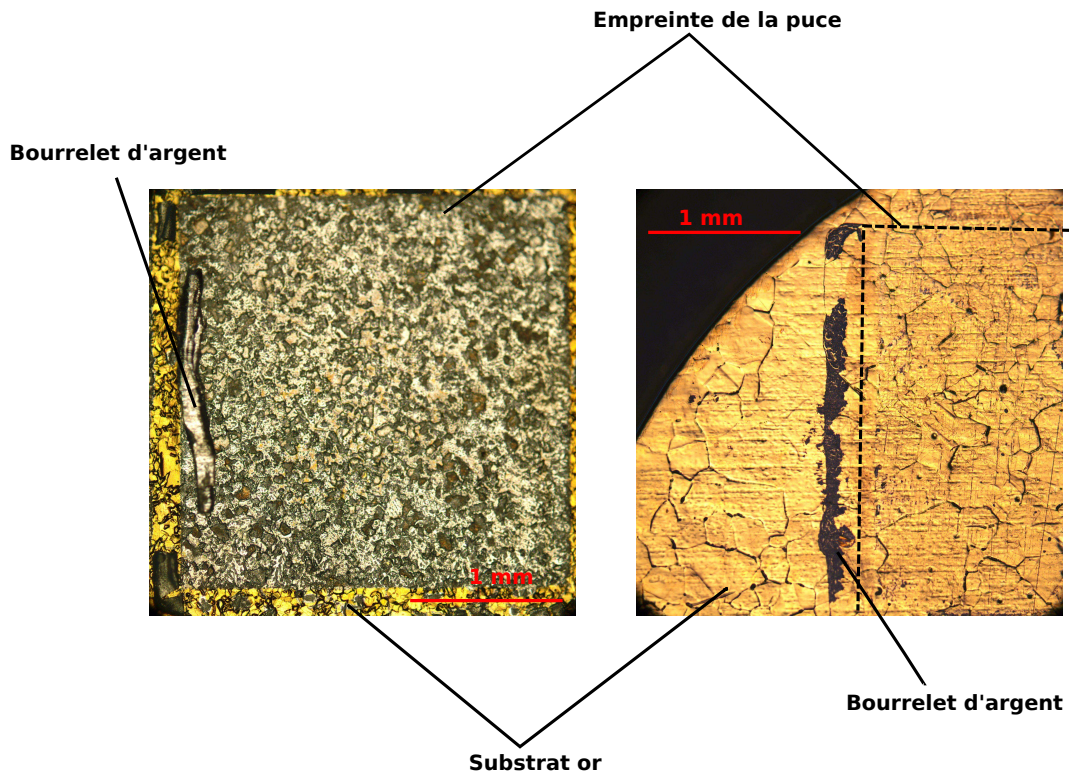


FIGURE 2.27 – Images en microscopie optique de la zone de rupture d'un échantillon de la série C (à gauche) et de la série D (à droite).

#### 2.4.5 Effet de l'épaisseur du dépôt de pâte : séries A', D, E, F, N, O et T

L'influence de l'épaisseur de pâte sur la qualité de l'attache a été étudiée en faisant varier l'épaisseur du dépôt mais aussi le nombre de dépôts (un dépôt unique de  $100\ \mu\text{m}$  ou deux dépôts de  $50\ \mu\text{m}$ ) sur des substrats présentant des états de surface différents (voir tableau 2.10). Le frittage a été réalisé sous une pression de 6 MPa pour tous les assemblages.

Un dépôt de pâte de  $50$  ou  $100\ \mu\text{m}$  a été réalisé sur des substrats Curamik bruts et polis ainsi que sur un substrat fini or de la marque Denka. Les assemblages des séries N, O et T ont été effectués sous pression après le dépôt de deux couches de

Série	Epaisseur	Type de substrat	Pression	Remarques
A'	$50\ \mu\text{m}$	DCB non poli	6 MPa	
D	$50\ \mu\text{m}$	Substrat Curamik or	6 MPa	
E	$50\ \mu\text{m}$	DCB poli	6 MPa	
F	$100\ \mu\text{m}$	DCB non poli	6 MPa	
N	$50+50\ \mu\text{m}$	DCB non poli	6 MPa	deux couches
O	$50+50\ \mu\text{m}$	DCB poli	6 MPa	deux couches
T	$50+50\ \mu\text{m}$	Substrat Curamik poli	6 MPa	deux couches

TABLE 2.10 – Description des conditions expérimentales suivies pour la réalisation d'attaches de petites puces SiC sur un substrat : variations de l'épaisseur de pâte déposée.

pâte sur le substrat. Lorsqu'on réalise deux dépôts de pâte successifs, on fait d'abord sécher la première couche de pâte puis on réalise le second dépôt sur la première empreinte : on place alors la puce sur les deux couches d'argent et on place l'ensemble sous pression dans la presse pour réaliser l'assemblage (voir figure 2.16).

### Essais sur DCB bruts : séries A', F et N

Les assemblages de la série F ont été réalisés sur un substrat DCB brut sur lequel  $100\ \mu\text{m}$  de pâte ont été déposés en une seule fois. L'objectif étant de combler la rugosité de surface et de réaliser un joint épais. On constate que les tenues à l'arrachement présentent une dispersion importante (tenue en cisaillement comprise entre 14,4 et 34 MPa). Les images en microscopie optique du substrat de la série F après cisaillement montrent un arrachement inégal de la pâte sous la puce (voir figure 2.28) ainsi qu'une épaisseur de l'attache (comprise entre 2 et  $9\ \mu\text{m}$ ) qui est très inhomogène (voir figure 2.29) et plus faible que l'épaisseur de l'attache de la série E. On remarque aussi la présence de larges zones oxydées sur le substrat des assemblages de la série F quelle que soit la tenue en cisaillement de l'assemblage. Si on compare les tenues en cisaillement ainsi que la reproductibilité des joints de la série F avec la série A', on ne constate pas de différences majeures. Pour obtenir un état de surface plus régulier sur cuivre brut, il a été décidé de réaliser deux dépôts de pâte de  $50\ \mu\text{m}$  d'épaisseur (série N). L'objectif est de combler les rugosités du substrat avec le séchage (voir figure 2.16a) de la première couche de pâte et d'avoir un meilleur mouillage du second dépôt d'argent sur l'argent déjà séché. Cette procédure est celle qui est plutôt préconisée pour les grandes puces.

Les assemblages de la série N ont été réalisés sous pression (6 MPa) et sur DCB brut. Un premier dépôt de pâte de  $50\ \mu\text{m}$  a été déposé puis séché jusqu'à  $180\ ^\circ\text{C}$  afin d'évaporer les solvants sans fritter les particules d'argent. Le second dépôt, lui aussi de  $50\ \mu\text{m}$ , a été réalisé au même endroit que le premier dépôt. C'est sur ce second dépôt de pâte que la puce est placée avant que l'assemblage ne soit réalisé sous une pression de 6 MPa. On remarque que la tenue à l'arrachement est bonne mais que les résultats présentent une certaine dispersion (tenue comprise entre 15,3 MPa et 37,50 MPa). Sur les images en microscopie optique, on constate que le cuivre présente une oxydation importante pour les assemblages N1 et N5 qui ont une tenue moindre. Cette oxydation a probablement eu lieu lors du séchage de la première couche de pâte. En revanche, pour les échantillons N2, N3 et N4 (ayant une tenue proche de 40 MPa), on ne remarque que quelques zones d'oxydation sporadiques. L'attache de puce est très homogène ( $23\ \mu\text{m}$  d'épaisseur) et ne contient pas de vides, ses bords sont parallèles et réguliers (voir figure 2.30).

Si on compare les valeurs extrêmes et la dispersion des tenue en cisaillement des séries A', F et N, on ne constate pas de différences notables. L'épaisseur du dépôt ne semble pas avoir d'influence sur la fiabilité et la reproductibilité de l'attache puce sur substrat brut. Le dépôt d'une couche unique de  $100\ \mu\text{m}$  (série F) conduit à un étalement de la pâte lors de l'assemblage tandis que le double dépôt de  $50\ \mu\text{m}$  (série N) on remarque une oxydation du substrat importante ce qui empêche un bon mouillage des dépôts.

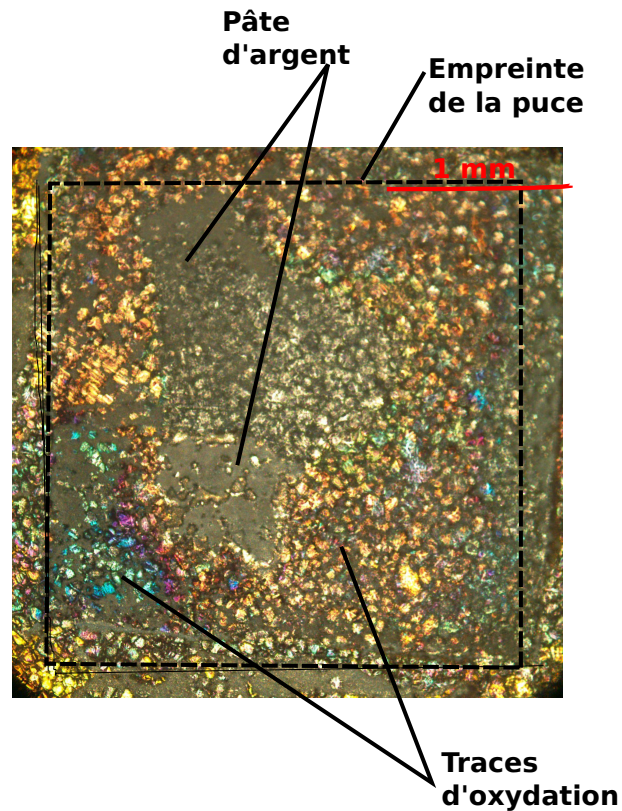


FIGURE 2.28 – Etat de surface du substrat après cisaillement du joint F2. Image en microscopie optique à fond clair.

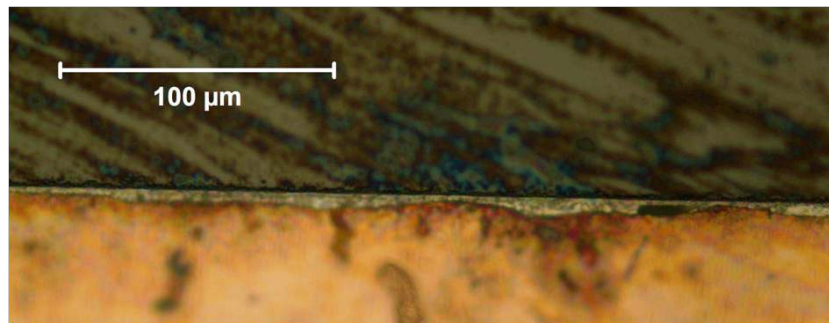


FIGURE 2.29 – Attache de puce d'un joint de la série F. Image en microscopie optique à champ clair.

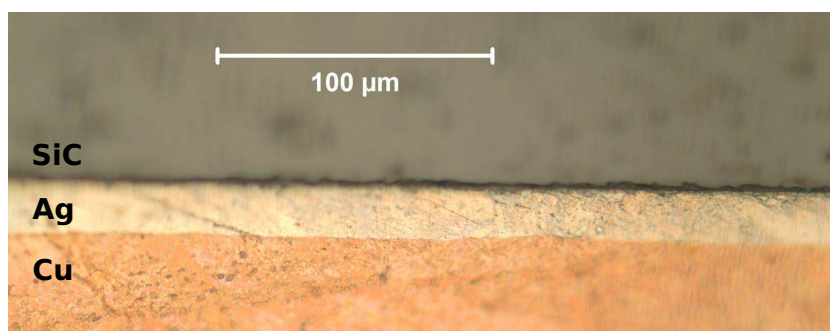


FIGURE 2.30 – Attache de puce d'un assemblage de la série N. Image en microscopie optique à fond clair.

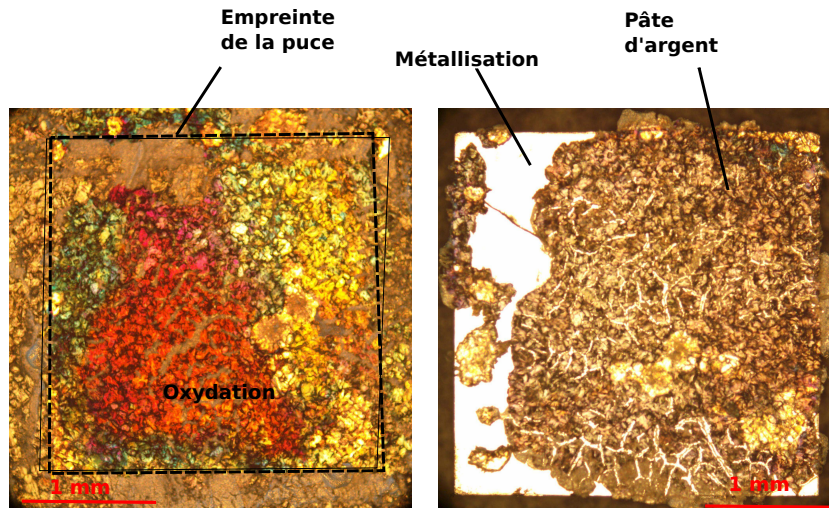


FIGURE 2.31 – Etat de surface de la puce (à droite) et du substrat (à gauche) pour l'assemblage O5. Images en microscopie optique en champ clair.

### Essais sur des substrats cuivre polis : série E et O

Les résultats de cisaillement les plus reproductibles ayant été obtenus sur un DCB poli, les assemblages de la série O (mêmes conditions expérimentales que la série N) ont été effectués sur substrat poli. On constate que le dépôt de deux couches successives (série O) donne des résultats plus dispersés (compris entre 7,9 MPa et 36,7 MPa) que pour les échantillons réalisés avec un dépôt unique de 50  $\mu\text{m}$  (série E). Il est probable que l'application de la pression a conduit à un étalement de la pâte conséquent lors du second dépôt en raison d'un mauvais mouillage de la zone séchée. Il est donc difficile d'estimer l'épaisseur de pâte qui a été réellement frittée. Le substrat de la série O présente lui une surface oxydée très importante due au séchage de la pâte. L'oxydation importante de la surface du substrat a empêché un bon mouillage des dépôts de pâte expliquant l'arrachement total de l'argent sur le substrat pour les assemblages peu fiables (voir figure 2.31). On constate aussi une épaisseur de joint de la série O de l'ordre de 60  $\mu\text{m}$  qui s'explique par le fait que le second dépôt a une épaisseur supérieure à 50  $\mu\text{m}$  : il ne faut pas trop appuyer la raclette sur la première couche qui est seulement séchée et très friable.

Sur DCB poli, comme sur DCB brut, on remarque qu'un dépôt plus épais que 50  $\mu\text{m}$  n'a pas pour conséquence d'améliorer la qualité du joint. En cas de dépôts successifs, on constate que le séchage de la première couche de pâte favorise l'oxydation du cuivre ce qui fragilise l'attache car le second dépôt mouille mal le cuivre oxydé. Afin de s'affranchir des problèmes d'oxydation, l'influence de l'épaisseur du dépôt de pâte a aussi été évaluée sur un substrat nickel-or. La série de référence pour ces assemblages est la série D car c'est celle qui montre une grande fiabilité par rapport aux assemblages de la série C.

### Essai sur des substrats Denka or : séries D et T

Comme l'augmentation de l'épaisseur du dépôt induit un joint plus épais et une meilleure résistance en cisaillement, les assemblages de la série T ont été réalisés

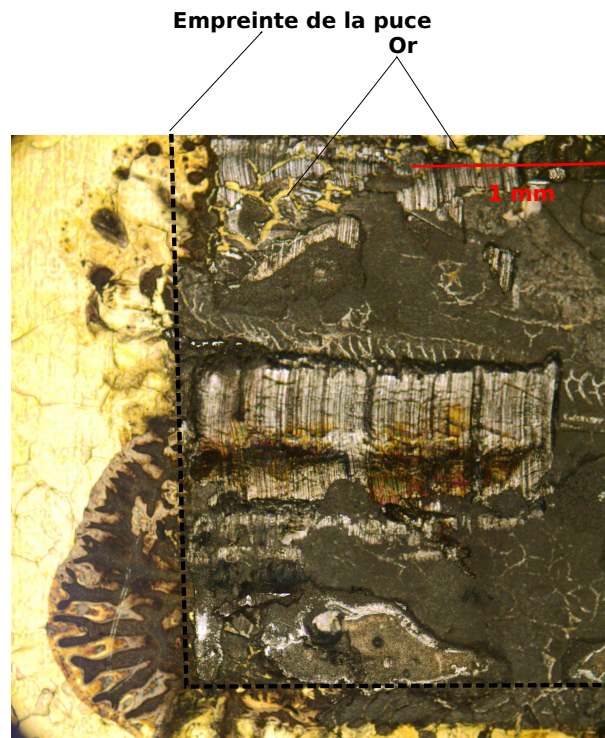


FIGURE 2.32 – Etat de surface d'un substrat nickel-or de la série T après cisaillement. Image en microscopie optique à fond clair.

sur un substrat Denka nickel-or (identique à celui de la série D) et deux dépôts de pâte de  $50\ \mu\text{m}$  ont été effectués. Contrairement aux difficultés rencontrées lors du second dépôt sur DCB cuivre (arrachement du premier dépôt avec la raclette de sérigraphie), on remarque que la pâte séchée lors du premier dépôt a une très bonne tenue sur la métallisation or. Les tenues en cisaillement des attaches de la série T sont excellentes : seule une attache a pu être caractérisée ( $60,20\ \text{MPa}$ ), la tenue des autres joints étant hors de la plage de mesure du capteur de forces (supérieure à  $70\ \text{MPa}$ ). On constate que l'attache a d'excellentes propriétés mécaniques puisque c'est la métallisation or du substrat qui a été arrachée (voir figure 2.32) : on constate aussi qu'il reste un peu de pâte d'argent sur le substrat. L'analyse des coupes micrographiques montre que l'épaisseur du joint est très régulière et plus importante que celle des autres assemblages puisqu'elle atteint  $45\ \mu\text{m}$  (voir figure 2.33). Le joint obtenu est homogène (voir figure 2.34) et on ne peut pas distinguer la présence de deux couches sur les images. On ne constate pas de présence de vides ou de craquelures ni de cassures de la puce. Après le cisaillement, il reste un peu de pâte d'argent sur le substrat or même si une grande partie du dépôt et de la métallisation ont été arrachée lors du cisaillement. Le mouillage du substrat et de la puce sont donc très bons puisque le cisaillement conduit à un arrachement partiel de l'or du substrat sur l'unique échantillon où la puce a pu être arrachée. On remarque que pour les autres assemblages, l'essai de cisaillement a conduit à une dégradation de la puce qui s'est effritée sans que l'attache ne soit endommagée (voir figure 2.35).

L'analyse des résultats des séries A', D, F, J, N, O et T montre qu'un dépôt épais ( $100\ \mu\text{m}$ ) sur cuivre brut n'a aucun effet sur l'épaisseur du joint final puisque l'excès de pâte est rejeté vers l'extérieur de l'attache lors de l'assemblage. On constate

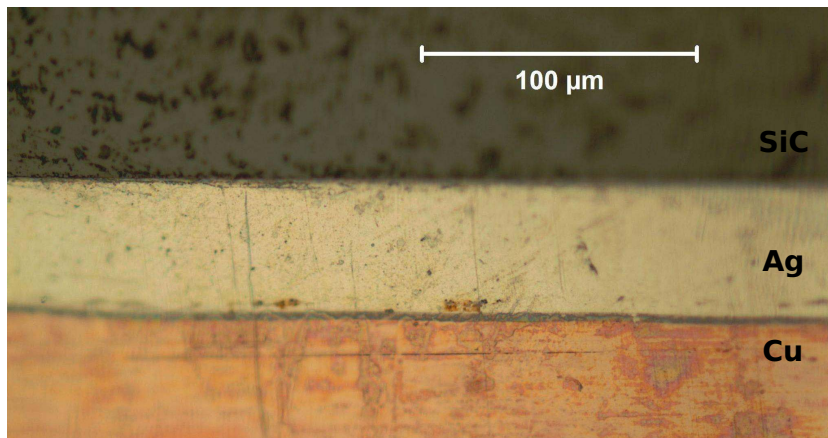


FIGURE 2.33 – Attache de puce d'un échantillon de la série T. Image en microscopie optique à champ clair.

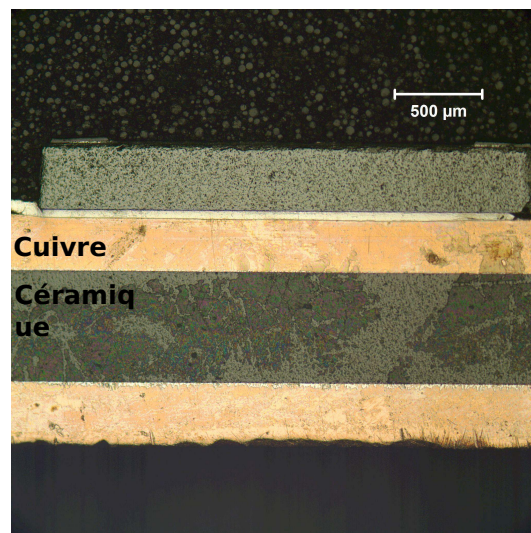


FIGURE 2.34 – Assemblage complet d'un échantillon de la série T : le joint est homogène sur toute sa longueur. Image en microscopie optique à fond clair.

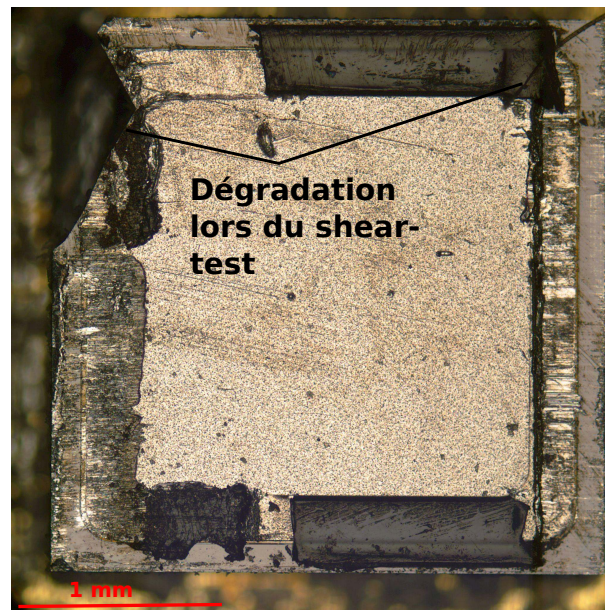


FIGURE 2.35 – Etat de surface d'une puce après cisaillement : le joint n'a pas pu être arraché et la puce a été endommagée. Image en microscopie optique à fond clair.

aussi que deux dépôts successifs (de  $50\ \mu\text{m}$ ) permet d'obtenir un joint d'épaisseur bien supérieure à la rugosité du substrat mais la tenue mécanique des joints est très dispersée en raison de l'oxydation du cuivre. Sur le substrat Denka nickel-or, on remarque que la tenue de pâte séchée sur le substrat est bonne, probablement car l'or résiste bien à l'oxydation. Le second dépôt (série T) adhère très bien à la couche séchée et après frittage, le joint obtenu est homogène, son épaisseur est constante et sa tenue en cisaillement est excellente. Sur les substrats Denka nickel-or, on remarque que l'augmentation du nombre de couches déposées se traduit par une augmentation de l'épaisseur du joint et de sa tenue au cisaillement.

### Effet de la pression : séries A' et J

Les échantillons de la série J ont été produits sous une pression faible pour éviter que la pâte ne soit rejetée hors de la zone d'attache comme cela a été mis en évidence lors du frittage sous une pression de 6 MPa. La série J a été réalisée sous faible pression (0,7 MPa) sur un substrat brut DCB et un dépôt de pâte de  $50\ \mu\text{m}$  a été effectué. Compte-tenu de la taille des puces utilisées pour les véhicules de tests ( $2,7 \times 2,7\ \text{mm}^2$ ), il a été décidé de réaliser une série d'échantillons sur DCB poli avec une faible pression (série D) : un poids de 0,5 kg a été utilisé (le vérin étant déconnecté) afin de maintenir le contact entre la puce et le substrat tout au long du frittage. En effet, les essais préliminaires avaient démontré que lorsque la pression est nulle, la puce se désolidarise du substrat lors de la phase de déliantage à cause de l'évacuation des composés organiques présents dans la pâte. On remarque que les tenues à l'arrachement des échantillons de la série J (DCB brut et  $P = 0,7\ \text{MPa}$ ) sont plus faibles que celles des échantillons de la série E (DCB poli et  $P = 6\ \text{MPa}$ ). On constate surtout une très grande dispersion des résultats pour les assemblages de



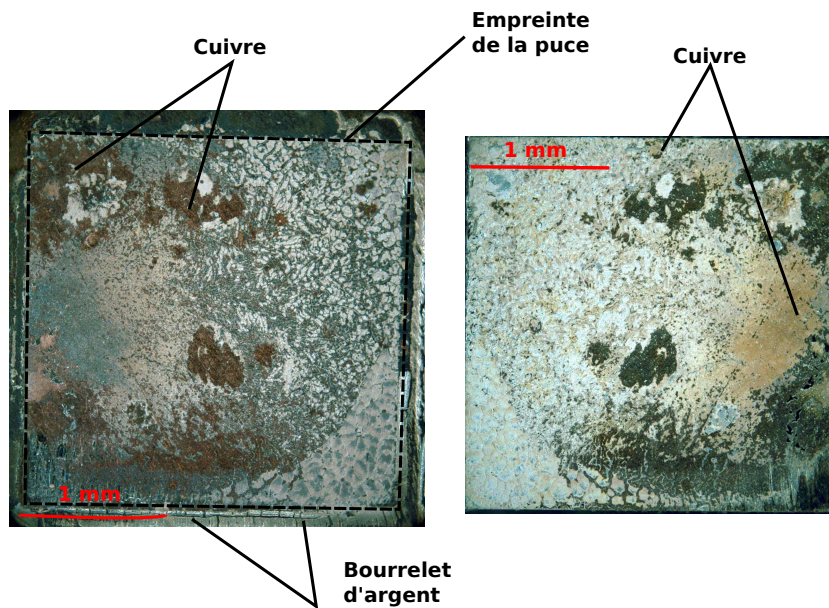


FIGURE 2.36 – Etat de surface du substrat (à gauche) et de la puce (à droite) de l'échantillon J5 après cisaillement. Images en microscopie optique en champ sombre.

la série J (tenue entre 0,18 MPa et 37 MPa) ce qui permet de conclure que cette procédure expérimentale sous faible pression n'est pas adaptée car non reproductible. Après cisaillement, les interfaces de l'échantillon J5 (tenue = 37 MPa) présentent les mêmes caractéristiques que les interfaces des autres échantillons de tenue comparable (D1, E1, E2, E3, E4, E5 ...): c'est la métallisation du substrat qui a en partie cédé. On trouve donc du cuivre sur l'arrière de la puce et on remarque qu'il ne subsiste qu'une fine couche d'argent en surface du substrat (voir figure 2.36). L'arrière de la puce ainsi que la surface du substrat après cisaillement de l'assemblage J3 ont un aspect identique: une couche épaisse d'argent est encore présente sur le substrat indiquant une mauvaise qualité de l'attache (voir figure 2.37). On constate aussi la présence de nombreuses craquelures aux interfaces dus à l'évacuation des solvants lors du déliantage: une trop grande porosité de l'attache et un mauvais mouillage de l'arrière de la puce favorisent une faible tenue du joint. Cette série corrobore l'hypothèse qu'un bon mouillage de la puce est essentiel pour réaliser une attache fiable. L'analyse des résultats de cette série montre qu'une pression suffisamment élevée est nécessaire même pour la réalisation d'assemblages avec de petites puces. Le frittage sous faible pression ne permet pas non plus d'empêcher l'éjection de la pâte hors du joint et on obtient une attache dont l'épaisseur est comprise entre 3 et 8  $\mu\text{m}$ .

#### 2.4.6 Conclusion sur la réalisation d'attaches de puces 2,7×2,7 mm<sup>2</sup>

La réalisation d'un grand nombre de séries d'attaches de puces a permis de proposer une procédure reproductible d'attache de puces SiC sur substrat.

L'influence d'un grand nombre de paramètres expérimentaux sur la tenue de

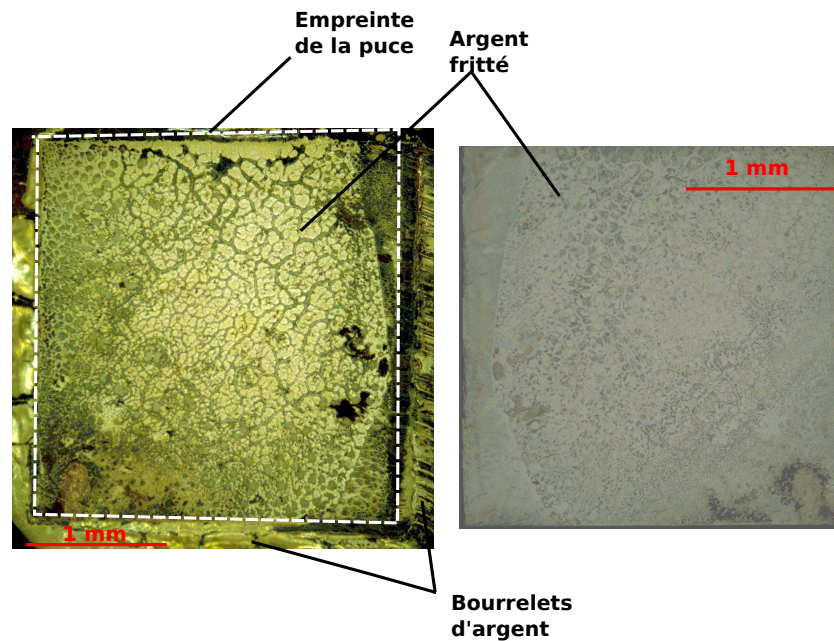


FIGURE 2.37 – Etat de surface de l’arrière de la puce (à droite) et du substrat (à gauche) et de l’assemblage J3 après cisaillement. Images en microscopie optique en champ sombre.

l’attache a été étudiée et différentes conclusions peuvent être tirées. L’épaisseur du joint final doit être bien plus importante que la rugosité du substrat. L’oxydation du substrat cuivre lors du séchage ou du frittage de la pâte a un effet néfaste sur la fiabilité de l’attache : la finition or est mieux adaptée que le cuivre pour la réalisation d’attaches épaisses. Les dépôts de  $100\ \mu\text{m}$  réalisés en un seul passage de raclette sur DCB brut ne permettent pas de combler la rugosité du substrat et d’obtenir un joint plus épais qu’avec un dépôt de  $50\ \mu\text{m}$ . Les assemblages les plus solides ont été réalisés sous une pression de  $6\text{MPa}$  sur substrat nickel-or de marque Denka peu rugueux ( $R_a = 230\ \text{nm}$ ) sur lequel deux dépôts de  $50\ \mu\text{m}$  de pâte ont été effectué. Les assemblages obtenus ont une tenue minimale de  $60,2\ \text{MPa}$  et l’épaisseur du joint, qui est régulier et homogène, est de  $45\ \mu\text{m}$ . En fonction de l’épaisseur de joint souhaitée, on utilisera un substrat différent : pour un joint de faible épaisseur ( $9\text{-}10\ \mu\text{m}$ ), un substrat peu rugueux (comme le DCB cuivre poli) est parfaitement adapté. L’avantage est que l’attache est réalisée en une seule étape. Par contre, pour obtenir des attaches de puces plus épaisses, il convient de réaliser l’assemblage sur un substrat peu rugueux et résistant à l’oxydation (comme le substrat nickel-or Denka) et de réaliser plusieurs dépôts de pâte successifs. Il faudra alors effectuer deux dépôts de pâte successifs ce qui augmente la longueur du process.

## 2.5 Réalisation de deux attaches de puces $2,7 \times 2,7\ \text{mm}^2$ simultanées

Après avoir déterminé le process optimal pour réaliser un assemblage puce-substrat, il a été décidé de réaliser plusieurs assemblages même temps sur un unique

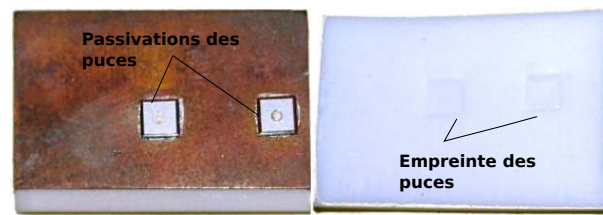


FIGURE 2.38 – Vue de dessus d'un assemblage de deux puces et d'une feuille interfaciale de PTFE après frittage.

substrat. Compte-tenu de la durée d'un cycle de frittage-refroidissement (3h à 3h30) il est indispensable de pouvoir réaliser plusieurs assemblages simultanément afin de pouvoir produire un grand nombre d'échantillons plus rapidement. De plus, l'assemblage de plusieurs puces sur un même substrat ne peut se faire qu'en une unique étape car il est impossible de réaliser des attaches sur un substrat déjà assemblé avec une puce : le substrat n'étant plus plan, on ne peut plus réaliser de dépôt de pâte d'épaisseur contrôlée. L'objectif de cette étude est d'arriver à réaliser deux joints en même temps tout en ayant une bonne planéité des joints. La principale difficulté est d'appliquer une pression uniforme et égale sur chacune des deux puces : pour cela, deux polymères (le PTFE ou Téflon et le Viton) ont été utilisés comme matériaux d'interface entre la presse et la puce.

Le DCB cuivre étant le substrat le plus courant en électronique de puissance, nous avons décidé de réaliser deux attaches de puces simultanées sur ce type de substrat. Le substrat utilisé est un DCB de la marque Curamik qui a été poli puisque nous avons montré dans la partie précédente (voir 2.4.3) qu'une faible rugosité du substrat améliorerait substantiellement les qualités mécaniques et la fiabilité de l'attache. Le nettoyage des substrats et des puces est identique à celui utilisé pour le frittage d'une puce unique sur un substrat ( $H_2SO_4$  puis éthanol). Un dépôt de pâte de  $50\ \mu m$  a ensuite été réalisé sur le substrat et une pression de 6 MPa a été appliquée. Afin que la pression soit identique sur chacune des puces et de compenser les différences de hauteur entre les puces, une feuille de Viton (série P) ou de PTFE (série Q) a été intercalée entre la puce et la plaque supérieure de la presse chauffante. Le PTFE se présente sous la forme d'une feuille de plastique rigide tandis que le Viton est un matériau beaucoup plus malléable qui se déforme facilement. Après le frittage, on remarque que deux attaches ont été réalisées. On constate aussi que la puce s'est enfoncée assez profondément dans la couche interfaciale (Viton ou PTFE) où elle a laissé une empreinte profonde (voir figure 2.38). On remarque enfin qu'un bourrelet de pâte s'est formé autour de la puce suite à l'application de la pression sur l'assemblage, ces bourrelets adhèrent peu au substrat et au polymère et peuvent facilement être détachés.

Une cartographie en 3D des assemblages a été effectuée grâce à un profilomètre Dektat 150 : pour cela, la pointe de l'appareil a balayé toute la surface du substrat cuivre. D'après le profil réalisé sur les assemblages P et Q (voir figures 2.39 et 2.40), on remarque que l'utilisation d'un polymère à l'interface entre la puce et la plaque de la presse permet d'appliquer une pression uniforme sur toute la surface du composant car les deux assemblages sont plans.

On remarque que pour l'assemblage P réalisé avec du Viton, une grande quantité

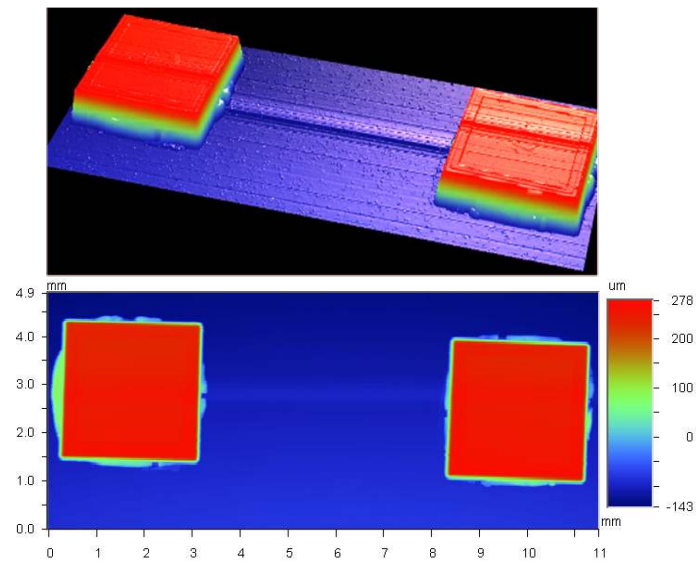


FIGURE 2.39 – Profil de l'assemblage substrat DCB poli et puce SiC réalisé avec du téflon (série P). Les variations de hauteur sont en  $\mu\text{m}$ , les autres échelles sont en mm. Les couleurs varient en fonction de la hauteur mesurée.

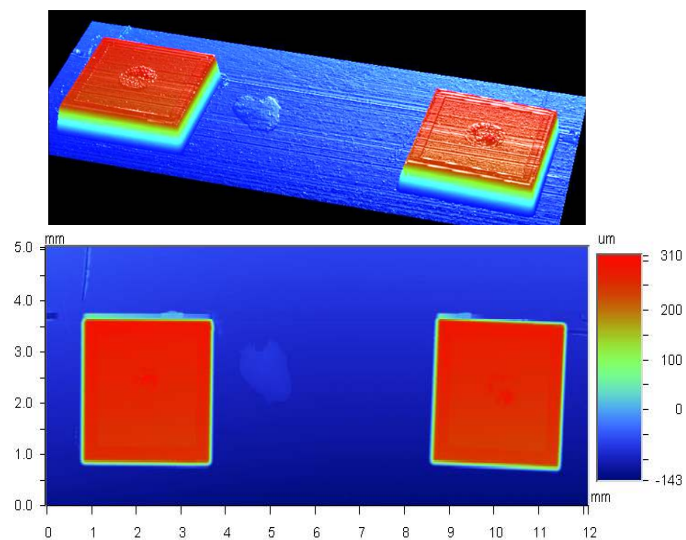


FIGURE 2.40 – Profil de l'assemblage substrat DCB poli et puce SiC réalisée avec du PTFE. Les variations de hauteur sont en  $\mu\text{m}$ , les autres échelles sont en mm.

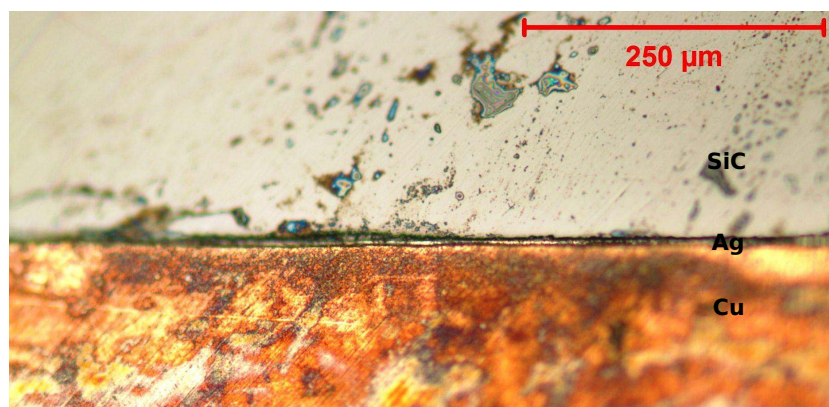


FIGURE 2.41 – Image en microscopie optique d'un joint de l'assemblage P. Image en microscopie optique à champ clair.

d'argent se retrouve sur le bord des puces ce qui explique la faible épaisseur du joint ( $4\ \mu\text{m}$ ). Ce dernier est cependant régulier et homogène (voir figure 2.41). On constate aussi la présence d'une rayure sur toute la longueur de l'assemblage : il s'agit d'un artefact de reconstruction.

On voit que les deux assemblages de la série Q (réalisé avec du PTFE) ont la même hauteur (voir figure 2.40) ce qui montre que la pression est appliquée de façon uniforme sur les deux puces. Le joint formé est régulier et son épaisseur est de  $6\ \mu\text{m}$  : cependant, on remarque que la puce présente des fissures (voir 2.42).

Si on compare les profils des séries P et Q (voir figure 2.43), on remarque que la hauteur des puces est légèrement plus faible (de l'ordre de  $4\ \mu\text{m}$ ) lorsque l'interface utilisée est du PTFE. Cette constatation corrobore le fait que le PTFE est plus rigide et qu'il se déforme moins que le Viton.

La réalisation de deux assemblages simultanément sur un même substrat est possible : le joint obtenu a une épaisseur régulière et l'utilisation d'une feuille de Viton comme interface permet de protéger la puce. Le téflon est plus rigide que le Viton ce qui peut expliquer que l'interface, lorsqu'elle est en téflon, se déforme moins et transmette plus de contraintes aux puces conduisant à leur détérioration. La dégradation des polymères d'interface (présence de l'empreinte des puces et d'argent) lors de l'assemblage ne permet pas de les réutiliser ce qui augmente le coût de la technique.

## 2.6 Assemblage d'une puce $12,7 \times 12,7\ \text{mm}^2$ sur DCB

Cette étape a pour but de proposer une procédure d'assemblage de grandes puces ( $12,7 \times 12,7\ \text{mm}^2$ ) à partir du protocole expérimental optimisé pour le frittage de petites puces ( $2,7 \times 2,7\ \text{mm}^2$ ) sur DCB fini cuivre. Les puces utilisées sont des diodes non fonctionnelles en silicium ayant une métallisation argent en face arrière. Ce sont des puces plus fines que les puces SiC qui sont donc beaucoup plus fragiles. Les puces choisies sont en silicium car il n'existe pas de puces en SiC de cette surface. Différentes séries de tests ont été réalisées en appliquant une pression de 1 MPa, la pression maximale de notre presse chauffante. Le dépôt est réalisé grâce à un masque métallique de  $50\ \mu\text{m}$  d'épaisseur constitué de petits motifs et de

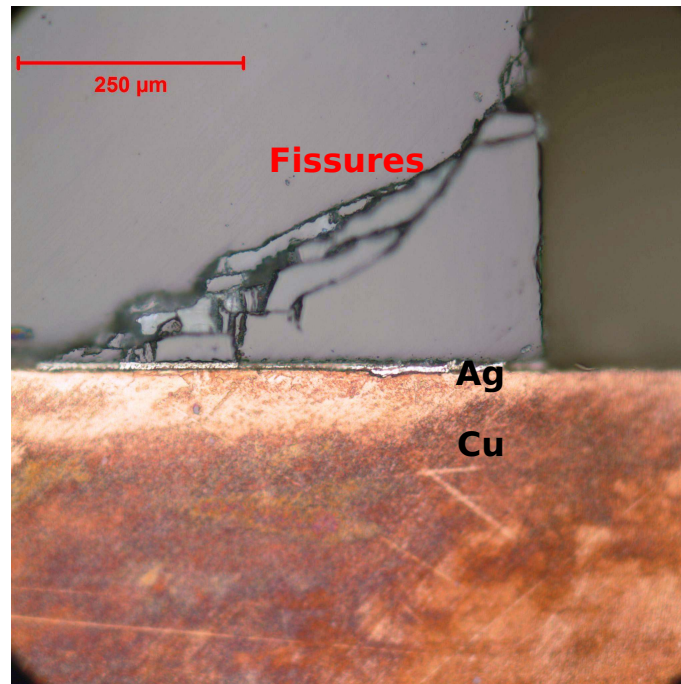


FIGURE 2.42 – Image optique du joint de l'assemblage Q. On remarque que la puce est dégradée.

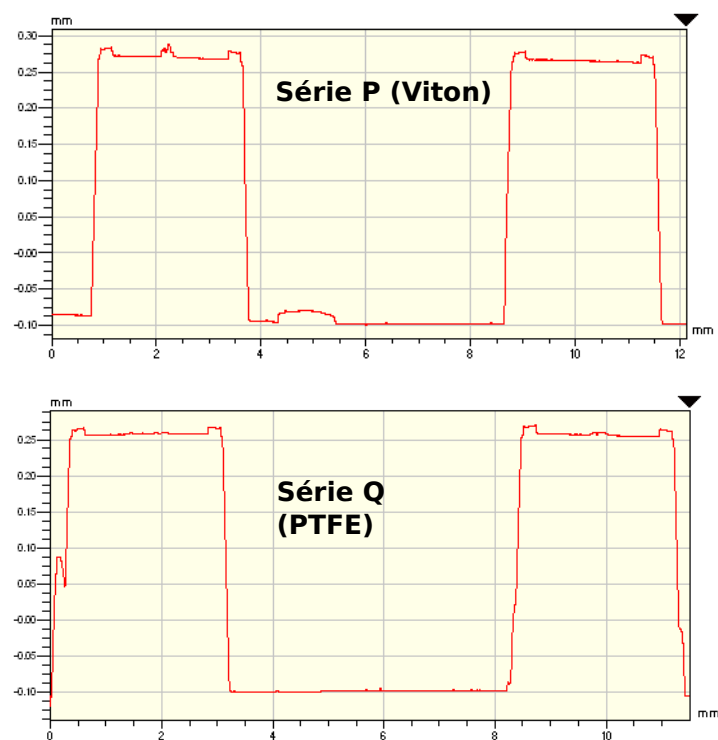


FIGURE 2.43 – Profils réalisés au profilomètre des assemblages de la série P et Q. On constate un enfoncement des puces moins important lorsqu'une interface de Viton est utilisée.

Nom	Epaisseur	DCB	Pression	Remarques
I	50 $\mu\text{m}$	brut	1 MPa	Pas d'interface
K	50 $\mu\text{m}$	poli	1 MPa	Silicone à l'interface
R	50 $\mu\text{m}$	poli	1 MPa	PTFE à l'interface
S	50 $\mu\text{m}$	poli	1 MPa	Viton à l'interface

TABLE 2.11 – Description des attaches de puces silicium sur DCB.

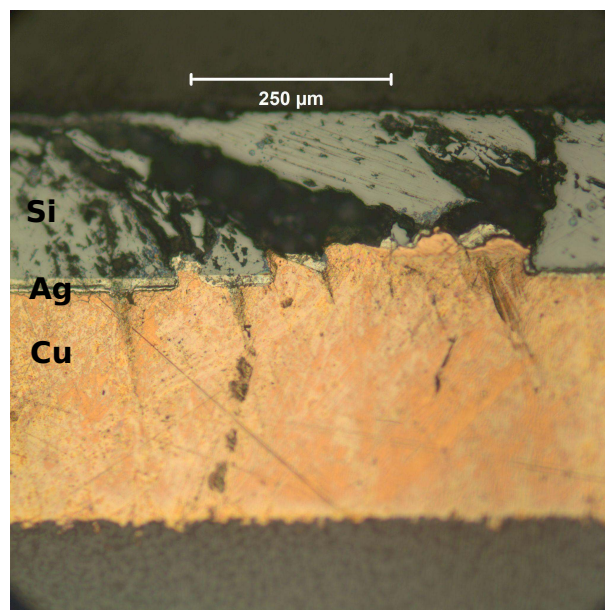


FIGURE 2.44 – Image du joint I : on remarque que la puce présente de nombreuses fissures.

canaux permettant une évacuation homogène des additifs et permet un frittage homogène de la pâte en tous points de la puce. Pour les grandes puces, il est préconisé de réaliser plusieurs dépôts de pâte mais l'étude sur les petites puces a démontré que l'épaisseur donnant les résultats optimaux est de 50  $\mu\text{m}$ . L'évaluation de la qualité de l'attache est obtenue par l'analyse de coupes car les essais de cisaillements ne peuvent être réalisés compte tenu de la force trop importante à appliquer pour des puces de cette surface (161 mm<sup>2</sup>). Quatre assemblages ont été réalisés (voir tableau 2.11) : pour trois de ces assemblages un matériau d'interface placé entre la puce et la plaque chauffante de la presse a été utilisé.

Après observation des coupes des échantillons de la série I (voir figure 2.44), il a été clairement mis en évidence la nécessité d'utiliser une interface dont le rôle est de répartir la pression sur toute la surface de la puce pour éviter de l'endommager.

En raison de la présence de passivations en polyimide sur les bords de la puce, sa partie supérieure n'est pas plane (voir 2.45) et l'application de la pression n'est pas uniforme ce qui crée des contraintes dans la puce et conduit à des fissures dans le silicium.

L'assemblage K a ensuite été réalisé en utilisant une feuille de silicone : cependant, le matériau a en partie fondu sur la puce et il n'a pas été possible de nettoyer complètement la puce. Les traces de silicone empêchant le bon fonctionnement du composant, le silicone a été abandonnée au profit de deux polymères résistant mieux

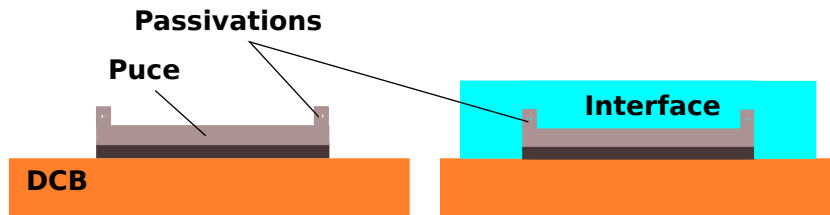


FIGURE 2.45 – Schéma d'un assemblage sans interface (à gauche) et avec une interface (à droite).

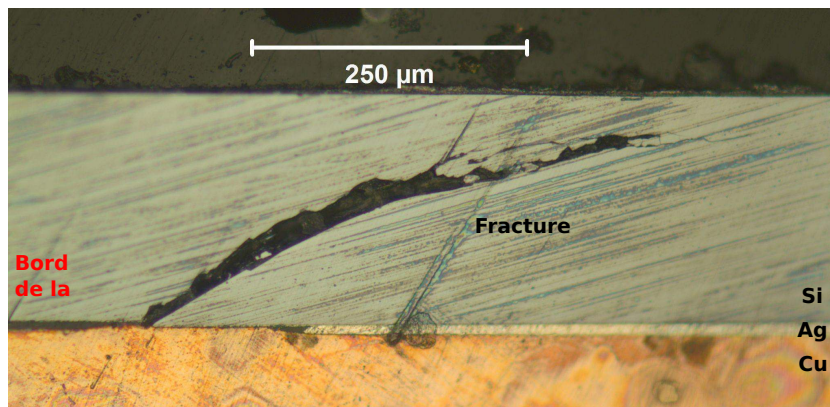


FIGURE 2.46 – Image en microscopie optique à champ clair d'un assemblage puce silicium sur cuivre poli avec une interface en PTFE. On remarque la présence de dégradations sur la puce.

à la chaleur : le PTFE et le Viton. Ces deux polymères ont déjà été utilisés avec succès pour le frittage simultané de deux petites puces. L'étude des coupes micrographiques montre que l'utilisation d'une feuille de PTFE ne permet pas de réaliser un joint homogène : l'attache produite présente les mêmes caractéristiques que le joint de la série I. On constate la présence de fissures de la puce, particulièrement sur ses bords (voir figure 2.46). La pression appliquée sur la puce exerce de trop fortes contraintes et le composant a tendance à se bomber lors de l'assemblage ce qui est à l'origine d'un joint irrégulier et de cassures aux extrémités de la puce. Le PTFE n'apparaissant pas comme un matériau d'interface adapté à l'assemblage de grandes puces, un essai de frittage a été effectué avec du Viton (assemblage S). L'utilisation du Viton conduit à un joint de bonne qualité, d'épaisseur constante ( $13 \mu\text{m}$ ) et on remarque aussi que la puce n'a pas été détériorée durant l'assemblage (voir figure 2.47).

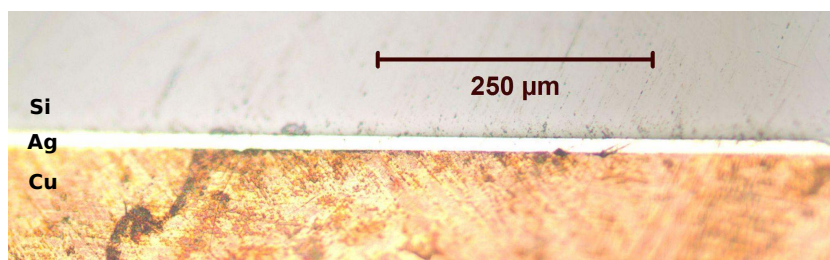


FIGURE 2.47 – Image en microscopie optique à champ clair d'un joint de la série S.



On peut donc conclure que le frittage de la nanopâte NanoTach sur un substrat DCB poli conduit à une attache régulière seulement si la puce silicium est protégée par un matériau suffisamment élastique.

## 2.7 Conclusion

L'objectif de ce chapitre était tout d'abord d'étudier la reproductibilité de la technique d'attaches de puces par frittage de nanopâtes en suivant le mode d'emploi fourni avec la pâte commerciale Nano Tach. La seconde étape de ce travail a été de faire varier certains paramètres expérimentaux pour mettre en place un protocole adapté aux substrats et aux composants qui seront utilisés pour réaliser le module du projet final. Afin de pouvoir faire varier la taille des puces facilement, nous avons décidé de métalliser plusieurs wafers en SiC puis de les découper. Nous nous sommes heurtés à un problème important de délaminage qu'il n'a pas été possible de résoudre malgré un nettoyage au plasma d'oxygène et un recuit. Des essais préliminaires ont cependant été réalisés avec des puces non détériorées provenant des wafers métallisés au laboratoire. Les dépôts d'argent ont été réalisés à la spatule et l'assemblage a été effectué dans un four à convection. Il est apparu que quelle que soit la taille des puces, la pression était indispensable pour réaliser une attache entre une puce et un DCB. Afin de pouvoir réaliser des attaches dans des conditions reproductibles, différents équipements ont dû être utilisés. La machine de sérigraphie permet de déposer une épaisseur de pâte connue et régulière sur le substrat et la presse chauffante permet de réaliser des assemblages sous pression avec un contrôle très précis de la température. Le profil de température de frittage qui a été suivi est celui qui a été mis en évidence comme optimal lors d'études antérieures. Dans cette thèse, j'ai recherché à optimiser le frittage de la nanopâte d'argent en étudiant l'influence de l'état de surface du substrat, de la taille de la puce, de la pression et de l'épaisseur de pâte. Tous les essais ont mené à des assemblages dont la tenue, évaluée en cisaillement, varie de 0,18 à plus de 70 MPa. Plusieurs types d'assemblages (puce  $2,7 \times 2,7 \text{ mm}^2$ , assemblage simultané de deux puces  $2,7 \times 2,7 \text{ mm}^2$ , puce  $12,7 \times 12,7 \text{ mm}^2$ ) ont été réalisés dans des conditions expérimentales différentes. Pour chaque type d'assemblage, une procédure optimisée de frittage a été déterminée : elle permet de réaliser un joint homogène et d'épaisseur régulière. Pour les petites puces, il a été montré qu'une pression suffisante (6 MPa) est nécessaire pour réaliser un assemblage. L'état de surface du substrat (métallisation et rugosité) tient un rôle prépondérant dans le mouillage de la pâte et donc dans la tenue de l'attache. L'épaisseur du dépôt (sur un substrat peu rugueux) est liée à la tenue en cisaillement de l'attache : plus le joint est épais, plus ses propriétés mécaniques sont améliorées. Cependant, lorsqu'on réalise deux dépôts de pâte successifs sur un DCB cuivre (brut ou poli), l'oxydation du substrat empêche un bon mouillage de la seconde couche ce qui ne permet pas d'obtenir une attache de bonne qualité. L'augmentation de l'épaisseur du dépôt est corrélée à l'augmentation de l'épaisseur de l'attache uniquement sur les substrats nickel-or. Pour les assemblages de deux puces  $2,7 \times 2,7 \text{ mm}^2$  et ceux de grandes puces  $12,7 \times 12,7 \text{ mm}^2$  qui ont été réalisés dans les mêmes conditions (substrat DCB cuivre poli, dépôt de  $50 \mu\text{m}$ , matériau

d'interface, pression), on constate que seul le Viton empêche la dégradation de la puce lors de l'assemblage. Pour cette dernière taille de puces, il n'a pas été possible de réaliser de caractérisation en cisaillement en raison des limites du banc cisaillement. Les différents essais réalisés avec la nanopâte d'argent ont montré qu'il était possible de réaliser des attaches fiables et reproductibles entre une (des) puce(s) et un substrat.



# Chapitre 3

## La brasure en phase liquide transitoire (Transient Liquid Phase Bonding)

### 3.1 Description

La brasure en phase liquide transitoire ou TLPB est une technique alternative aux brasures haute température qui permet de réaliser des joints à une température bien plus basse que leur température de fusion. Pour cela, on utilise une préforme (métal pur ou alliage) dont la température de fusion est très inférieure à celle du substrat. La préforme et le substrat sont portés à une température légèrement supérieure à la température de fusion de la préforme qui devient alors liquide et qui diffuse dans la couche de substrat qui demeure solide durant tout le processus d'assemblage. L'attache ainsi obtenue possède toutes les caractéristiques du substrat comme ses propriétés morphologiques ou thermiques. La préforme peut être un corps pur ou un alliage eutectique, ce dernier étant souvent préféré en raison de sa température de fusion qui est bien plus faible que celle de ses constituants. Le TLPB est une technique qui peut être réalisée avec différents métaux pourvu que leur température de fusion soit très éloignée, qu'ils présentent des propriétés cristallographiques proches et que la préforme diffuse facilement dans le métal substrat. Il existe différents alliages qui peuvent être réalisés par TLPB :

- les alliages à bases d'indium (Au-In ou Ag-In) qui n'ont pas été retenus en raison des ressources limitées en indium ce qui rend ce type de solutions peu pérennes [Gru11] ;
- l'alliage Cu-Sn qui n'a pas été sélectionné en raison de la faible résistance à l'oxydation du cuivre [To11]
- les alliages à base d'or (Au-Ge, Au-In et Au-Sn) : ce sont ces alliages qui ont été choisis pour réaliser les attaches de puces par TLPB de ce projet car l'or présente une grande résistance à l'oxydation et un point de fusion élevé [She05].

Après avoir métallisé avec de l'or les surfaces à attacher, on fait diffuser une préforme or-germanium (Au-Ge), or-étain (Au-Sn) ou de l'étain pur. Les diagrammes d'équilibres entre phases de ces différents alliages sont connus (voir figure 3.1) ce

qui permet de fixer les conditions expérimentales.

Cette technique nécessite que le substrat ait une épaisseur trois à quatre fois plus importante que celle de la préforme afin d'obtenir une concentration en métal d'apport très faible dans le joint final qui possèdera alors uniquement les propriétés du substrat initial. L'objectif de cette étude est de réaliser un joint d'or-étain et de déterminer les paramètres expérimentaux optimaux. L'alliage choisi dans cette thèse est l'alliage or-étain car la température de l'eutectique Au-Sn20 (281 °C) et la température de fusion de l'étain pur (232 °C) sont faibles ce qui permet de mettre en oeuvre cette technique à une température plus faible que le TLPB Au-Ge. Pour cela, nous avons utilisé deux préformes différentes : une feuille d'étain (épaisseur de 6  $\mu\text{m}$ ) et un ruban d'Au<sub>20</sub>Sn d'épaisseur 12,7  $\mu\text{m}$ . Compte-tenu de l'épaisseur des préformes, la couche d'or doit être de 10  $\mu\text{m}$  au moins sur chacune des interfaces. L'épaisseur de la métallisation en or des puces commerciales étant insuffisante (quelques centaines de nm), il a tout d'abord fallu réaliser des puces avec une métallisation épaisse en or afin de produire les assemblages. Ce chapitre sur la brasure en phase liquide transitoire (TLPB) présente tout d'abord la fabrication des puces de tests et le mode opératoire suivi pour réaliser les joints. Les assemblages sont formés de deux puces dos à dos avec une métallisation épaisse en or dans laquelle va diffuser une préforme d'étain ou d'or-étain.

Une fois les attaches réalisées, leur caractérisation a permis de mettre en évidence l'influence des paramètres expérimentaux sur la diffusion de la préforme.

## 3.2 Métallisations des wafers

Différents wafers ont été métallisés au CNM<sup>1</sup> de Barcelone. L'équipement d'électrodéposition disponible au CNM ne permet la réalisation de métallisations que sur des wafers de quatre pouces. C'est donc pour une raison technique qu'il a été choisi de métalliser des wafers silicium et non des wafers SiC puisque les substrats de quatre pouces en SiC ne sont pas disponibles. L'influence du substrat est négligeable sur l'attache puisque la préforme ne diffuse que dans la métallisation or électrodéposée du wafer et ne parvient pas jusqu'au substrat. Après métallisation, les substrats ont ensuite été découpés en puces non-fonctionnelles de 5×5 mm<sup>2</sup>.

### 3.2.1 Métallisation du premier run de wafers

Un premier lot de substrats a été réalisé : deux wafers ont été nettoyés et métallisés au CNM puis découpés à Ampère. Les trois premières métallisations (titane, nickel et or) sont déposées par évaporation tandis que la couche finale d'or est électrodéposée en raison de son importante épaisseur (10  $\mu\text{m}$ ) : c'est dans cette couche que va diffuser le métal d'apport. L'épaisseur des couches de titane (5 nm) et de nickel (100 nm) sont très faibles devant l'épaisseur de la couche d'or et celle de la préforme. Les métallisations ont pour but d'améliorer l'adhérence sur le substrat (titane) et d'empêcher la diffusion (nickel) du silicium vers le joint. Lors de la découpe

---

1. Centro Nacional de Microelectronica

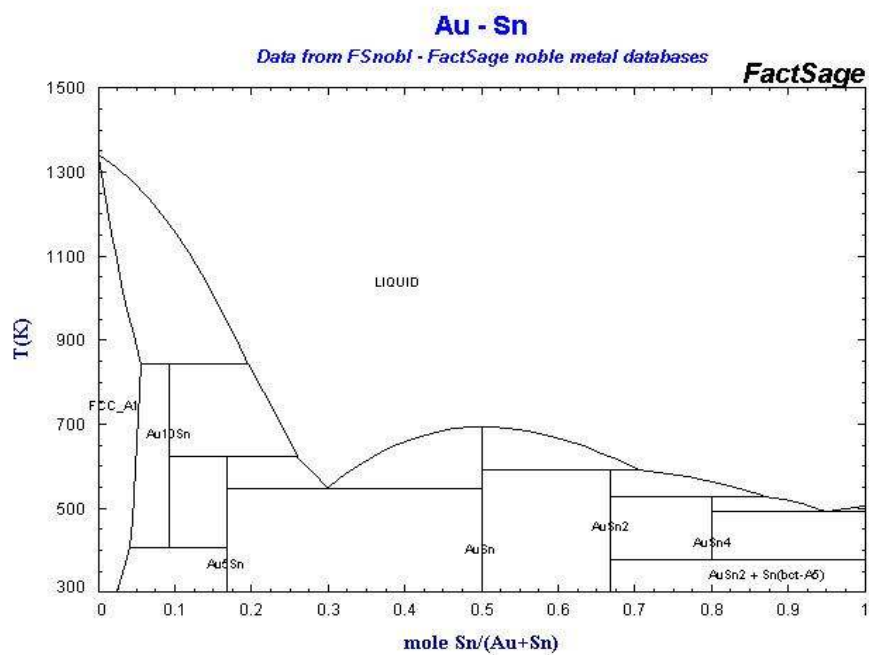
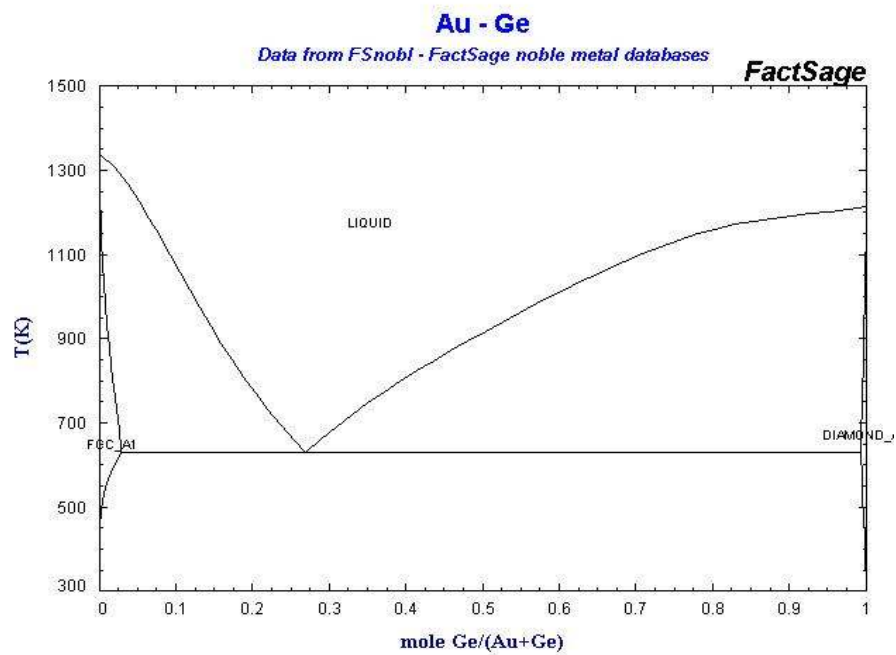


FIGURE 3.1 – Diagramme de phase de l'alliage Au-Ge (a) [aug11] et de l'alliage Au-Sn (b) [aus11].

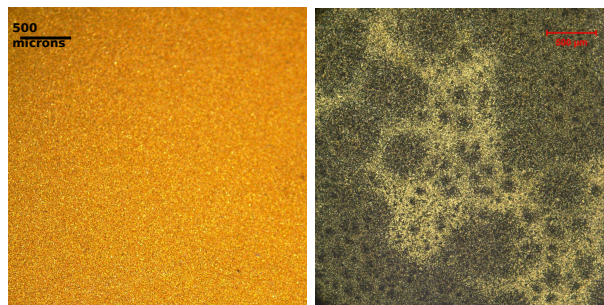


FIGURE 3.2 – Etat de surface d’un wafer silicium du premier run (titane-nickel-or) à gauche et état de surface du même wafer après recuit à 420 °C (à droite). Les zones sombres correspondent à de l’or-silicium.

en petites puces, on a observé un décollement partiel de la métallisation, dû vraisemblablement aux contraintes dans la couche d’or épais. Des recuits à différentes températures (420 à 620 °C) ont été réalisés : ils ont conduit à une modification de la surface des échantillons qui a pris un aspect granuleux (voir figure 3.2).

Les analyses EDX réalisées sur les wafers montrent qu’il y a eu un passage du silicium à travers les couches de titane et de nickel lors du recuit (sous azote) et la formation du composé eutectique or-silicium ( $T_f = 281$  °C). Le nickel, sensé jouer le rôle de barrière de diffusion, n’a clairement pas joué sa fonction lors des recuits. Le nickel avait été utilisé pour servir de barrière de diffusion à l’or durant les assemblages en TLPB : il n’était donc pas prévu que les températures dépassent 360 °C. Or, les problèmes de délaminage rencontrés lors de la découpe du wafer nous ont contraint à réaliser des recuits à des températures pour lesquelles on décrit (à partir de 450 °C) une diffusion du nickel dans l’or [Bon06]. Il s’agit d’une diffusion en deux temps : d’abord une diffusion interstitielle puis une diffusion lacunaire des atomes de nickel dans les mailles de silicium. Compte-tenu de la faible température de fusion de l’eutectique or-silicium, une autre barrière de diffusion doit être substituée à la couche de nickel. Les barrières de diffusion habituellement utilisée pour des applications haute température sont le tungstène (W), le tantale et ses dérivés (TaN), le titane ou encore le chrome [Tin83].

### 3.2.2 Métallisation du deuxième run de wafer

Un second lot de wafers silicium a été métallisé, la désoxydation a été renforcée par l’utilisation du retro-sputtering et une couche de tungstène a été utilisée comme barrière de diffusion. Deux dépôts métalliques de tungstène (200 à 300 nm) et d’or (50 à 100 nm) ont été réalisés par sputtering et une couche épaisse de 10  $\mu\text{m}$  d’or a été déposée par électrodéposition. L’ensemble de la procédure (nettoyage et dépôt) a été réalisée au CNM. Un wafer du deuxième run a été découpé et on a de nouveau constaté une délaminage sur certaines puces. Différents traitements thermiques ont été effectués sur des bandes du wafer (voir tableau 3.1) : la présence de silicium (en très faible quantité) a été mise en évidence par l’analyse EDX.

Le silicium présent en surface provient probablement de poussières qui se sont déposées lors de la découpe du wafer. Les premiers recuits ont été réalisés sous vide à haute température et avec une rampe élevée (20 °C/min) : on remarque la présence

Nom	Vitesse (°C/min)	Température (°C)	Plateau (minutes)	Tenue	Remarques
W1	20	640	30	Oui	Modification de la surface
W2	20	680	0	Oui	Modification de la surface
W3	20	750	0	Oui	Modification de la surface

TABLE 3.1 – Description des conditions expérimentales suivies pour le recuit du wafer silicium-tungstène-or.

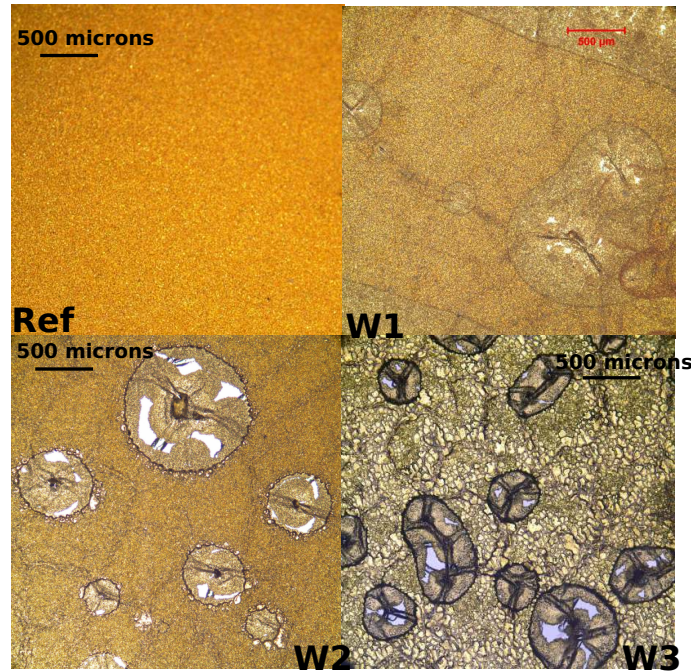


FIGURE 3.3 – Comparaison de l'état de surface d'un quart de wafer avant recuit (noté Ref) et après recuit à différentes températures (W1 = 640 °C, W2 = 680 °C et W3 = 750 °C). On constate une modification de surface importante de la zone avec or électrodéposée avec l'apparition de grains de tungstène pour tous les échantillons recuits.

de plissements de la couche d'or ainsi que l'apparition de grains gris à la surface de l'or qui correspondent à des particules de tungstène (voir figure 3.3). On constate que plus la température de recuit est élevée plus les grains de tungstène sont gros et nombreux.

On remarque aussi une modification de surface de la zone périphérique du wafer sur laquelle il n'y a pas d'or électrodéposé (voir figure 3.4).

Après recuit des quarts de wafer W1, W2 et W3, on remarque que la métallisation a une très bonne tenue sur le wafer mais la présence d'une importante quantité de tungstène en surface et la modification de la rugosité du wafer ne permet pas d'utiliser ce substrat pour réaliser des assemblages.

Pour éliminer les poussières de silicium potentiellement présentes en surface, deux quarts de wafer ont subi un nettoyage à l'acide de CARO (mélange  $H_2O_2$  et  $H_2SO_4$ ) afin de former d'oxyder les particules de silicium (formation de  $SiO_2$ ) qui pourraient se trouver à la surface du wafer. L'oxyde a ensuite été dissous dans une



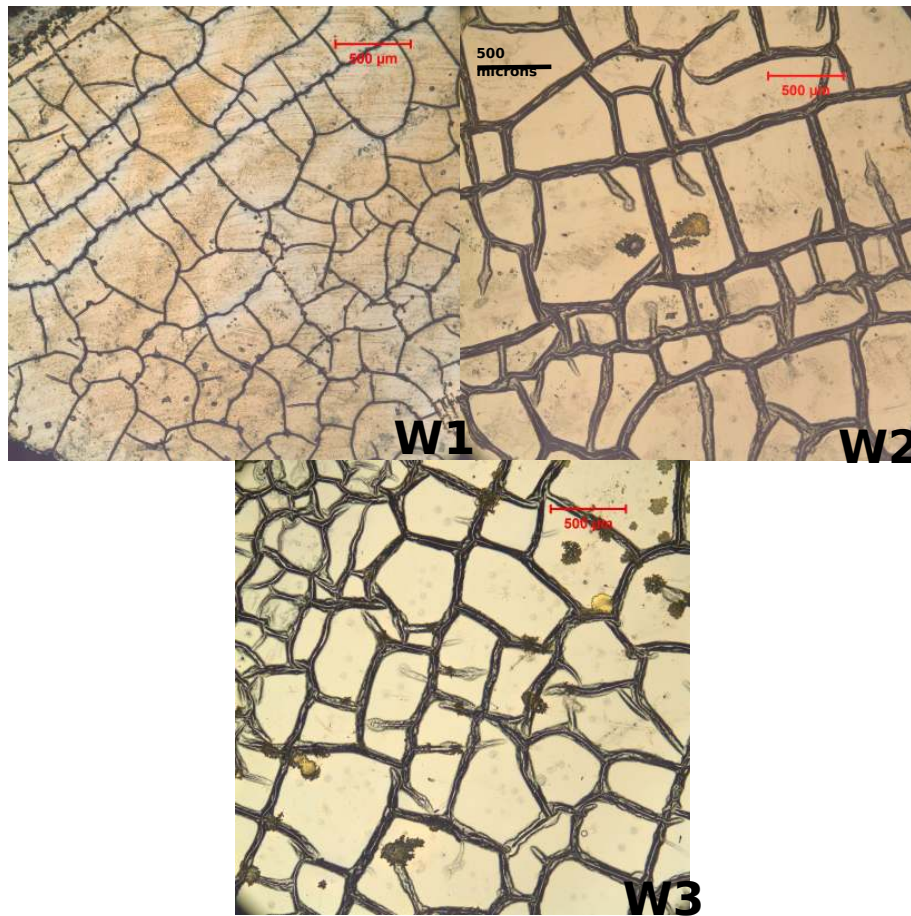


FIGURE 3.4 – Etat de surface de la zone externe des différents quarts de wafer non recouverte d'or électrodéposé.

Nom	Vitesse (°C/min)	Température (°C)	Plateau (minutes)	Tenue	Remarques
W4	1,5	420	30	Non	Pas de modification de la surface
W5	1,5	480	60	Non	Pas de modification de la surface
W6	1,5	510	60	Oui	Plis en surface
W7	1,5	540	60	Oui	Grains de tungstène en surface
W8		620		Oui	Plis et grains de tungstène en surface

TABLE 3.2 – Description des conditions expérimentales suivies pour le recuit des échantillons du wafer silicium-tungstène-or (W4 à W8).

solution diluée d'acide fluorhydrique. Puis, les substrats ont été rincés dans de l'acétone et séchés à l'éthanol. Les échantillons W4 à W8 proviennent des quarts de wafer qui ont subi un nettoyage chimique avant recuit. Afin de relâcher les contraintes mécaniques, une nouvelle série de recuits (voir tableau 3.2) a été effectuée en choisissant des rampes de montée en température très lentes. Des essais ont aussi été réalisés à basse température.

On constate qu'à 420 °C et 480 °C, il n'y a pas de modification de la surface de l'échantillon que ce soit sur le pourtour ou sur l'or électrodéposé. On remarque aussi qu'il n'y a pas d'amélioration de l'adhérence du dépôt sur le silicium pour ces échantillons. Pour les échantillons à 510 °C et 540 °C, on remarque la présence de plis correspondant à une rétraction du film métallique et la présence importante de tungstène en surface. La modification de surface s'observe sur tout l'échantillon y compris sur le pourtour (voir figures 3.5 et 3.6). Les images en microscopie optique montrent aussi que la structure morphologique de la surface du wafer a changé à 540 °C : l'aspect granuleux caractéristique de l'or électrodéposé a laissé place à une organisation sous forme de gros cristaux. Il semblerait qu'à partir de 510 °C, le film d'or se fissure, puis se rétracte pour laisser apparaître la couche de tungstène.

On constate que l'adhérence du dépôt sur le wafer est excellente pour les échantillons W6 et W7. Les recuits des échantillons W1 à W7 ont permis de conclure qu'une température de recuit élevée (W6 et W7) conduit à une modification de la surface du wafer et à une bonne adhérence du film métallique sur le wafer. Au contraire, à basse température (W4 et W5), on n'observe pas de modification de surface et pas d'amélioration de la tenue des dépôts sur le wafer. Le dernier échantillon (W8) a d'abord été recuit à 420 °C puis jusqu'à 620 °C en plusieurs étapes afin de relâcher les contraintes :

- rampe à 1,5 °C/min jusqu'à 300 °C
- plateau à 300 °C durant une heure
- rampe à 2 °C/min jusqu'à 620 °C
- plateau à 620 °C durant une heure

A la fin du recuit, on remarque que la surface de l'échantillon est modifiée : de gros grains de tungstène sont apparus. On remarque sur l'image la présence de tâches sombres ce qui montre que le film d'or s'est fissuré laissant apparaître le dé-

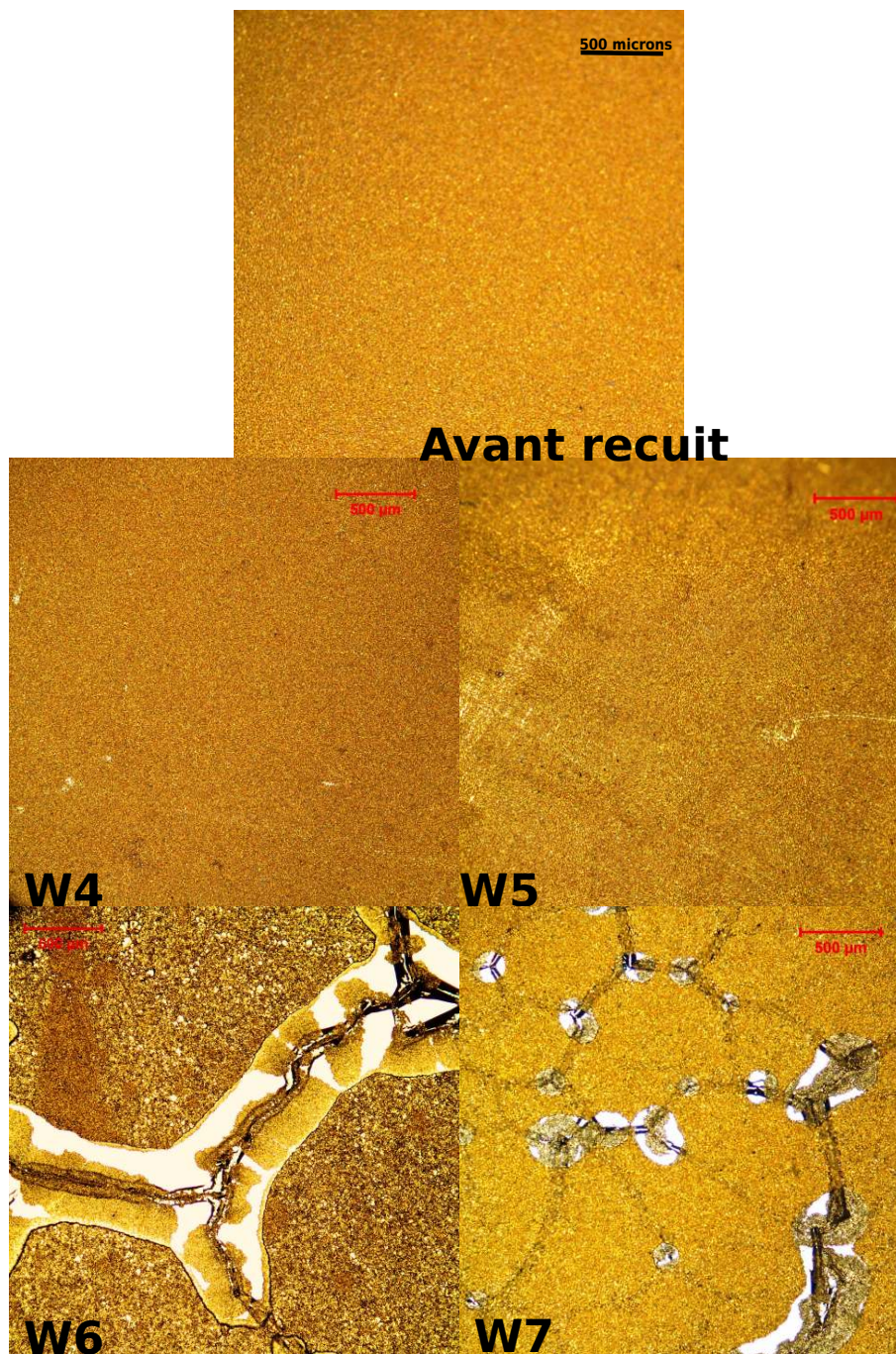


FIGURE 3.5 – Comparaison des états de surface des différents échantillons (W4 = 420 °C, W5 = 480 °C, W6 = 510 °C et W7 = 540 °C) avec l'état de surface du wafer silicium-tungstène-or après recuit. Image en microscopie optique en fond clair. Grossissement  $\times 5$ .

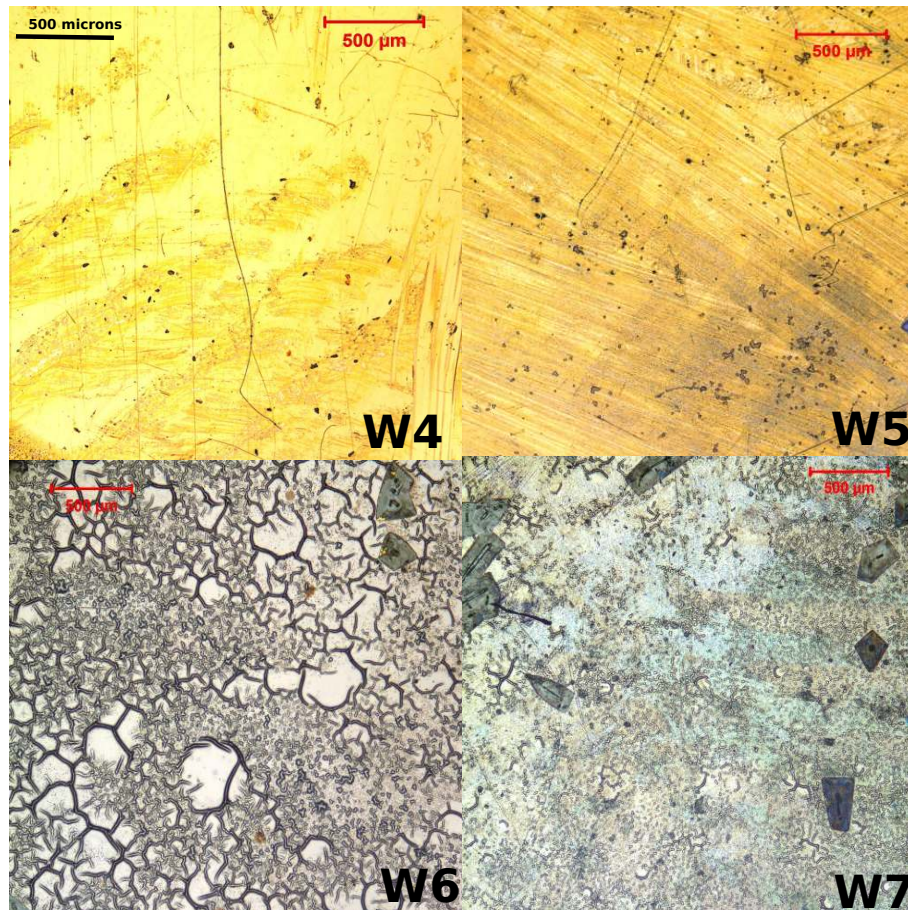


FIGURE 3.6 – Etat de surface de la partie externe (sans or électrodéposé) des différents échantillons après recuit. On ne constate pas plissements sur cette zone externe des wafers mais on remarque une modification de la surface. Images en microscopie optique à champ clair.

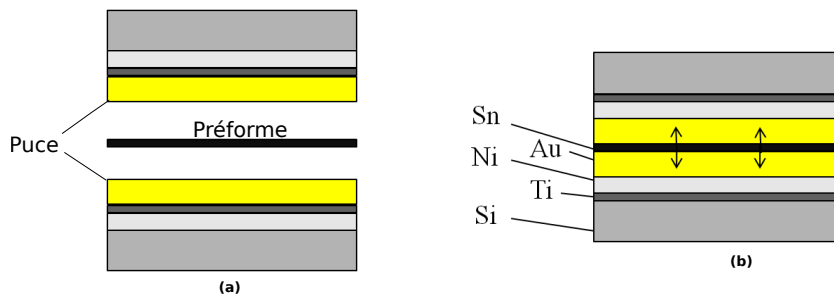


FIGURE 3.7 – Exemple de la réalisation d’un assemblage or-étain (a) avec diffusion d’une préforme d’étain (b) dans les couches d’or des deux puces.

Nom	Préforme	Epaisseur	Vitesse (°C/min)	Température finale (°C)	Plateau (minutes)
AuSn3	AuSn	6 $\mu\text{m}$	50	360	60
Sn40	Sn	12 $\mu\text{m}$	50	360	60

TABLE 3.3 – Description des conditions expérimentales suivies pour réaliser un joint d’or-étain.

pôt de tungstène. L’échantillon W8 a été découpé en puces de  $5 \times 5 \text{ mm}^2$  : celles qui ne présentaient pas de défauts de surface ont été utilisées pour réaliser des assemblages or-étain.

Il n’a pas été possible de déterminer une procédure fiable de dépôts d’or sur un wafer silicium. Le principal problème auquel nous nous sommes heurtés est la délaminage du film métallique qui s’explique par l’épaisseur importante de la dernière couche d’or. L’association tungstène-or permet d’éviter la diffusion du silicium vers l’or lors des recuits ou des assemblages. Cependant, il n’a pas été possible de trouver les paramètres de recuit adéquats pour obtenir une bonne adhérence du film métallique sur le wafer sans en modifier son état et sa composition de surface qui s’explique par une fissuration du film d’or.

### 3.3 Essais préliminaires

#### 3.3.1 Mode opératoire

Pour les premiers essais, nous avons utilisé des puces provenant du wafer silicium-nickel-titane-or (premier run). Avant de réaliser le joint, les puces ont été nettoyées dans de l’éthanol durant trois minutes puis séchées à l’azote afin d’enlever tous résidus organiques de leur surface. Les ultrasons n’ont pas été utilisés afin de ne pas fragiliser la métallisation. Les préformes d’étain et d’or-étain sont découpées à la taille des puces ( $5 \times 5 \text{ mm}^2$ ) : l’empilement puce-préforme-puce (voir figure 3.7) est assemblé avec la presse.

Deux assemblages ont été réalisés dans les mêmes conditions expérimentales (voir tableau 3.3) avec une préforme d’étain et d’or-étain.

La température de 360 °C a été choisie car elle se situe bien en-dessus des températures de fusion des deux préformes (la  $T_{fusion}$  de l’étain est de 232 °C et celle

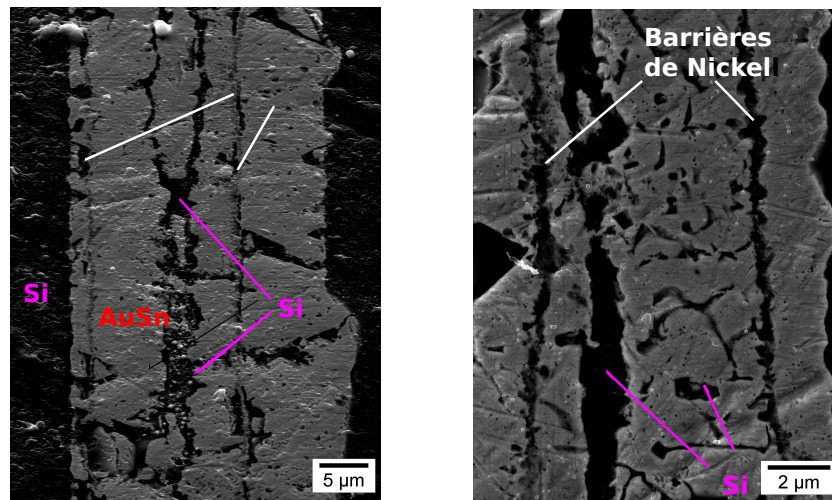


FIGURE 3.8 – Images MEB de deux joints réalisés à 360 °C avec une préforme d’or-étain à gauche et une préforme d’étain à droite.

de l’or-étain est de 281 °C) et le plateau d’une heure a semblé adapté pour que la diffusion puisse avoir lieu et que la durée d’assemblage soit acceptable.

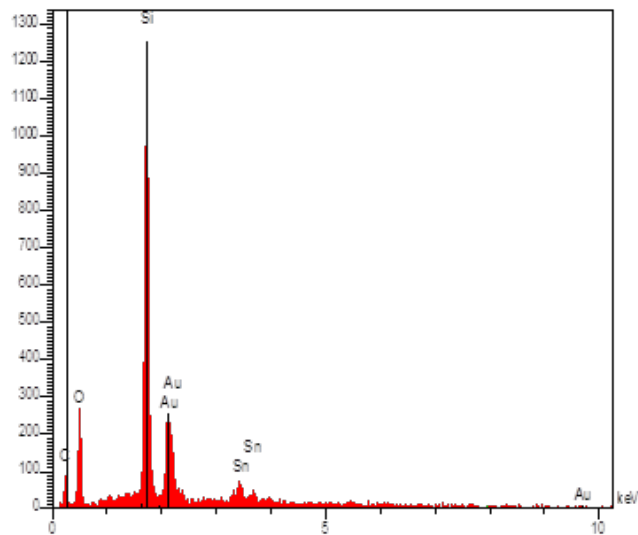
### 3.3.2 Analyse des résultats

Pour les deux types de préformes utilisées (étain et or-étain  $Au_{20}Sn$ ), on constate qu’un joint a été formé à l’issue de l’essai à 360 °C. Les images MEB ainsi que l’analyse EDX (voir figure 3.8 et 3.9) mettent en évidence la rupture de la barrière de nickel, la déformation des interfaces et la diffusion de silicium dans le joint qui apparaît en noir sur les images. On remarque aussi la présence importante d’oxygène dans l’assemblage réalisé avec une préforme d’étain qui s’explique par l’oxydation du métal par l’air lors de son stockage ou lors de l’assemblage. Les assemblages fabriqués avec une préforme d’or-étain ne présentent eux pas de trace d’oxydation.

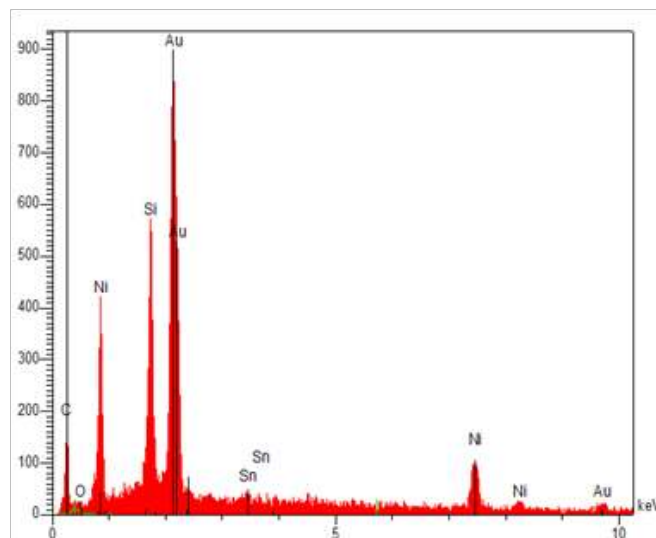
Les essais de recuit du wafer silicium-titane-nickel-or avait mis en évidence la diffusion de silicium à travers les deux couches métalliques. Les essais préliminaires ont montré que cette diffusion est due à la rupture de la couche de nickel et qu’elle se produit aussi lors de la réalisation d’assemblages. Deux nouveaux wafers ont été métallisés : les couches de titane et de nickel ont été remplacées par du tungstène. Les essais préliminaires ont permis de démontrer la faisabilité du process que ce soit avec une préforme d’étain ou d’or-étain. L’étape suivante a été de faire varier les conditions d’assemblage pour évaluer leur influence sur l’homogénéité de l’attache.

## 3.4 Influence des paramètres expérimentaux

Les paramètres de l’assemblage jouent un rôle déterminant dans l’épaisseur de l’attache produite (voir 1.4). Afin de déterminer les conditions expérimentales optimales pour réaliser une attache de puce par brasure en phase liquide transitoire, nous avons étudié l’influence de quatre paramètres :



**Sn40**



**AuSn 3**

FIGURE 3.9 – Analyse EDX du joint AuSn3 et du joint Sn40. On constate une forte concentration de silicium dans les deux attaches et la présence d’oxygène dans le joint réalisé avec une préforme d’étain. La surface des pics dépend du numéro atomique et de la concentration de la substance recherchée dans l’échantillon.

Nom	Pression (MPa)	Durée (minutes)	Température finale (°C)	Surface de préforme (mm <sup>2</sup> )	Barrière
Sn1	3,5	60	360	5×5	Nickel
Sn6	3,5	5	360	2,5×2,5	Nickel
Sn9	3,5	60	300	5×5	Nickel
Sn12	3,5	60	235	5×5	Nickel
Sn25	3,5	5	360	5×5	Nickel
Sn33	3,5	5	360	5×5	Tungstène
Sn40	1,75	60	360	5×5	Tungstène
Sn41	0	60	360	5×5	Tungstène
Sn43	3,5	240	360	5×5	Tungstène
AuSn3	1,75	60	360	5×5	Nickel
AuSn5	0	60	360	5×5	Tungstène
AuSn6	3,5	5	360	5×5	Tungstène
AuSn7	3,5	5	360	5×5	Tungstène
AuSn8	3,5	5	360	2,5×2,5	Tungstène
AuSn9	3,5	60	235	5×5	Tungstène
AuSn10	3,5	60	300	5×5	Tungstène
AuSn11	3,5	60	360	5×5	Tungstène
AuSn12	3,5	240	360	5×5	Tungstène

TABLE 3.4 – Description des conditions expérimentales suivies pour la réalisation des joints d'or-étain à partir des préformes d'étain (échantillons Sn) et d'or-étain (échantillons AuSn).

- la température de l'assemblage ;
- la pression ;
- la durée du palier final ;
- la surface de la préforme ;

Pour chacun de ces paramètres, un joint a été réalisé avec une préforme d'étain et d'or-étain afin de comparer la diffusion de chacune des préformes dans les couches d'or. Les assemblages réalisés avec une préforme d'étain ont été effectués avec des puces provenant du premier run de wafers car nous n'avions pas à ce moment là mis en évidence (recuit et images MEB) la détérioration de la couche barrière et la diffusion de silicium dans le joint. Les assemblages à base d'or-étain (sauf AuSn3) ont eux été réalisés à partir de puces provenant d'un wafer du second run (silicium-tungstène-or). Les conditions expérimentales d'assemblage des différents échantillons sont résumées dans le tableau 3.4.

### 3.4.1 Influence de la température

La température d'assemblage est un facteur important car la vitesse de diffusion augmente lorsque la température augmente. La température d'assemblage doit être choisie pour que la durée du process soit compatible avec une production industrielle. Six assemblages (voir tableau 3.5) ont été réalisés pendant une heure sous une pression de 3,5 MPa et avec une rampe de 50 °C/min. Trois températures ont été étudiées entre la température de fusion de l'étain et celle de l'eutectique



## 128 La brasure en phase liquide transitoire (Transient Liquid Phase Bonding)

Préforme	235 °C	300 °C	360 °C
Sn	Sn12	Sn9	Sn1
AuSn	Sn9	Sn10	Sn11

TABLE 3.5 – Description des différents assemblages réalisés entre 235 °C et 360 °C avec une préforme d'étain ou d'or-étain.

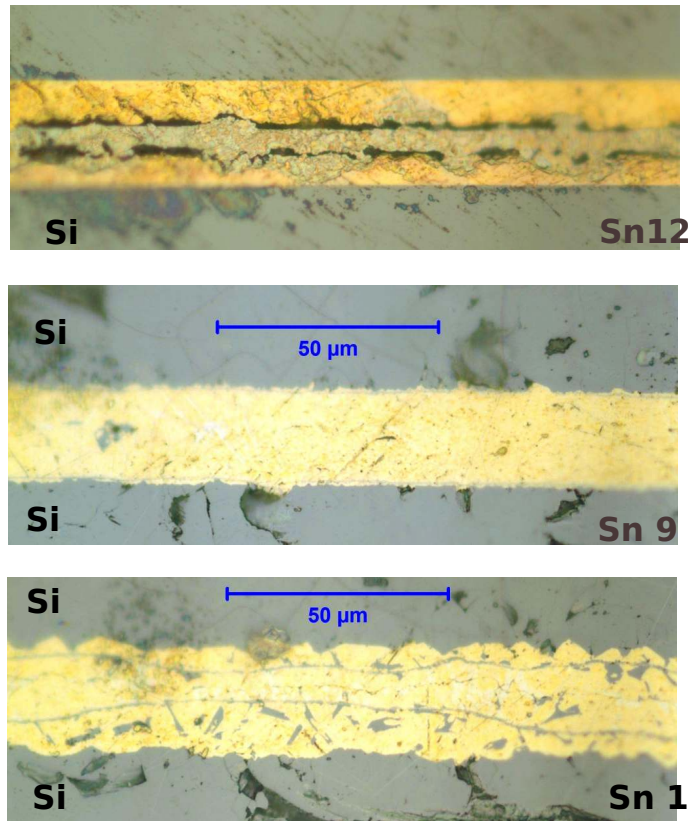


FIGURE 3.10 – Images des joints formés pour différentes températures d'assemblage entre 235 et 360 °C (de haut en bas). On remarque que la préforme n'est pas complètement fondue à 235 °C et que le silicium commence à diffuser dans l'attache à 300 °C.

or-étain : 235 °C, 300 °C et 360 °C.

L'étude des assemblages 1, 9 et 12 (voir figure 3.10) réalisés à partir d'une préforme d'étain pur montre que pour toutes les températures d'assemblages, un joint a été formé et que les puces présentent des cassures.

A 235 °C, on constate que les interfaces entre la préforme et les couches d'or sont très visibles : la préforme n'est pas dissoute entièrement. A 300 °C, on voit que les interfaces sont déformées et que des particules de silicium sont présentes sur certaines zones du joint. A 360 °C, on remarque dans le joint des zones sombres correspondant à de l'or-silicium (les assemblages Sn1, Sn9 et Sn12 ont été réalisés avec des puces silicium-titane-nickel-or) ce qui était prévisible d'après les résultats obtenus sur les assemblages préliminaires et sur les recuits du wafer silicium-titane-nickel-or. Le tableau 3.6 résume les résultats obtenus pour les assemblages avec une préforme d'étain.

Nom	Température (°C)	Barrière de diffusion	Remarques
Sn12	235	Nickel	Puces cassées, fusion partielle de l'étain
Sn9	300	Nickel	Puces cassées, interfaces déformées, fusion complète de l'étain
Sn1	360	Nickel	Puces cassées, interfaces déformées, présence d'or-étain et d'or-silicium

TABLE 3.6 – Résultats des différents assemblages réalisés entre 235 °C et 360 °C avec une préforme d'étain.

Nom	Température (°C)	Barrière de diffusion	Remarques
AuSn9	235	Tungstène	Assemblage réalisé, pas de fusion de l'AuSn
AuSn10	300	Tungstène	Assemblage réalisé, pas de fusion de l'AuSn
AuSn11	360	Tungstène	Joint d'AuSn formé, présence de tungstène dans le joint

TABLE 3.7 – Résultats des différents assemblages réalisés entre 235 °C et 360 °C avec une préforme d'or-étain.

Avec la préforme d'or-étain, on constate qu'un assemblage a été formé à toutes les températures (voir tableau 3.7).

Cependant, à 235 °C, la préforme n'a pas fondu et il n'est pas possible d'estimer la résistance mécanique de l'attache qui doit être très limitée en dessous de 281 °C, température de fusion de la préforme. A 300 °C, la diffusion de l'étain a conduit à la formation d'un joint. A 360 °C, la préforme a fondu et l'étain a diffusé dans les couches d'or (voir figure 3.11) : on remarque la présence d'une zone claire centrale correspondant au joint d'or-étain (la préforme est gris métallisé). Enfin, la barrière de diffusion est efficace puisqu'on ne remarque qu'une petite zone de rupture de la métallisation.

On remarque que lorsque l'assemblage a lieu à une température très proche de la température de fusion des préformes, ces dernières ne fondent que partiellement. A 360 °C, les deux préformes ont fondu et un joint d'or-étain a été obtenu : on remarque aussi que le tungstène est une barrière de diffusion efficace puisque le joint de l'assemblage AuSn11 a des bords parallèles sur la presque totalité de sa longueur. La température de 360 °C est donc la plus adaptée pour réaliser des assemblages homogènes que ce soit avec une préforme d'étain ou avec une préforme d'or-étain. Le second paramètre étudié est la pression : l'objectif est de vérifier que l'application d'une pression qui permet un meilleur contact des interfaces a une influence sur la qualité de l'attache.

### 3.4.2 Influence de la pression

Comme nous l'avons conclu dans le paragraphe précédent, à 360 °C, les préformes d'étain et d'or-étain sont entièrement fondues. Six assemblages (voir tableau 3.8) ont été réalisés à une température de 360 °C avec une rampe de 50 °C/min et

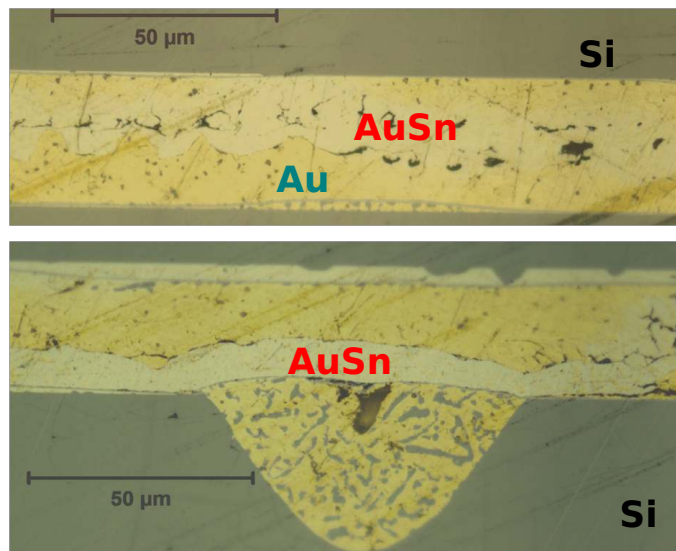


FIGURE 3.11 – Image en microscopie optique du joint de l’assemblage AuSn11 réalisé à 360 °C avec une préforme d’or-étain. On remarque la présence d’une petite zone de rupture de la métallisation.

Préforme	0 MPa	1,75 MPa	3,5 MPa
Sn	Sn41	Sn40	Sn1
AuSn	AuSn5	AuSn3	AuSn11

TABLE 3.8 – Description des différents assemblages réalisés entre 0 et 3,5 MPa à 360 °C.

un plateau d’une heure. Les pressions appliquées ont varié de 0 à 3,5 MPa.

On remarque que sans pression, il n’y a aucun assemblage qui a été formé que ce soit avec la préforme d’étain ou d’or-étain, la préforme adhère très légèrement à la puce inférieure et n’a pas mouillé la puce supérieure (voir figure 3.12).

La réalisation d’un assemblage nécessite l’application d’une pression, que ce soit avec une préforme d’étain ou d’or-étain. Si on s’en réfère au mouillage de la pâte d’argent, il apparait qu’une pression suffisante doit être appliquée pour que le mouillage soit satisfaisant. Cela est confirmé lorsqu’on s’intéresse à l’assemblage réalisé avec une préforme d’étain à 360 °C sans pression qui n’a pas conduit à la formation d’un joint (voir figure 3.12). Il n’a pas été possible de faire une corrélation entre la pression appliquée et la dégradation des puces constatée puisque pour une pression de 3,5 MPa, seuls certains assemblages présentaient des cassures (voir tableaux 3.6 et 3.7).

### 3.4.3 Influence de la durée d’assemblage

Les précédents essais ont permis de montrer qu’un joint était formé à 360 °C sous une pression de 3,5 MPa quelle que soit la préforme (étain ou or-étain utilisée). La durée d’assemblage est aussi un des paramètres primordiaux de la brasure en phase liquide transitoire puisqu’il s’agit d’un des paramètres pris en compte lors de la réalisation de diagramme TeTiG (voir 1.51). Plus la durée d’assemblage est

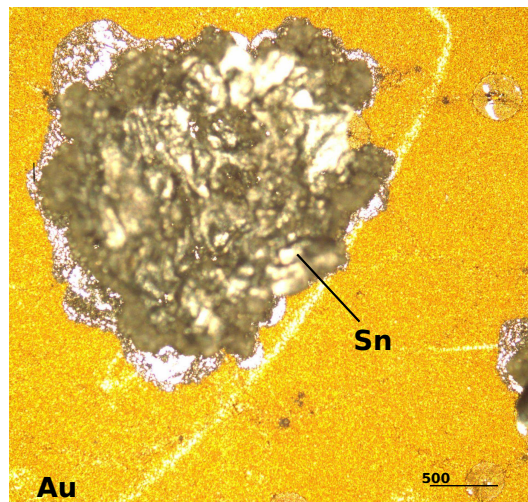


FIGURE 3.12 – Image de la surface de la puce inférieure après un essai d'assemblage à 360 °C sans pression.

Préforme	5 minutes	30 minutes	60 minutes	240 minutes
Sn	Sn25	Sn33	Sn1	Sn43
AuSn	AuS6	AuSn7	AuSn11	AuSn12

TABLE 3.9 – Description des différents assemblages réalisés à 360 °C sous une pression de 3,5 MPa entre 5 minutes et quatre heures.

longue, plus la largeur de diffusion est importante. Huit échantillons ont été réalisés pour des durées d'assemblages allant de 5 minutes à quatre heures (voir tableau 3.9).

Quelle que soit la préforme utilisée, il y a eu formation d'un joint d'or-étain à toutes les durées. Pour les joints réalisés avec une préforme d'étain, on remarque que cinq minutes suffisent pour provoquer la rupture de la couche de nickel et la formation d'or-silicium (zone sombres) dans le joint. On remarque la présence de larges zones noires qui semblent être de l'or-silicium dans tous les joints réalisés (voir figure 3.13) dans ces conditions avec une préforme d'étain ce qui s'explique par l'utilisation d'un wafer silicium-titane-nickel-or. Il a depuis été mis en évidence l'inefficacité du nickel comme barrière de diffusion dès la température de fusion de l'eutectique or-silicium.

Cette série réalisée avec une préforme d'étain et des puces silicium-titane-nickel-or permet néanmoins de conclure sur la faisabilité du process aux temps courts.

Pour les assemblages de la série or-étain réalisés à partir de puces du wafer silicium-tungstène-or, on constate là aussi la formation d'un joint à toutes les températures d'assemblage. On remarque une dégradation localisée des interfaces pour les durées d'une heure et de quatre heures. On ne remarque pas la formation d'or-silicium (voir figure 3.14) dans le joint. On remarque que plus la durée d'assemblage augmente, meilleure est la dissolution de la préforme. Le tungstène apparaît comme une barrière de diffusion bien adaptée pour la réalisation de joints à 360 °C. Par contre, on ne constate pas une augmentation importante de la largeur de diffusion

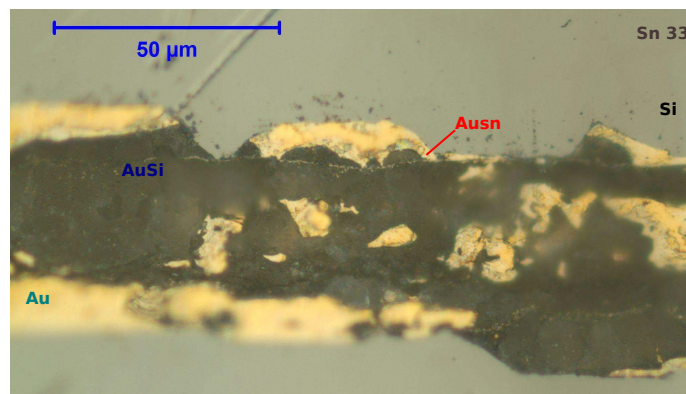


FIGURE 3.13 – Image du joint Sn33 réalisé à 360 °C sous une pression de 3,5 MPa pour une durée d’assemblage de trente minutes.

Préforme	2,5×2,5 mm <sup>2</sup>	5×5 mm <sup>2</sup>
Sn	Sn6	AuSn1
AuSn	Sn8	AuSn11

TABLE 3.10 – Description des différents assemblages réalisés à 360 °C sous une pression de 3,5 MPa pour différentes tailles de préforme.

entre une heure et quatre heures.

La réalisation de ces huit assemblages pour des durées d’assemblage variant de cinq minutes à quatre heures a montré qu’un joint se forme aux temps courts et que la formation d’or-étain est visible dès cinq minutes. Les assemblages réalisés avec une préforme d’or-étain sont de bonne qualité même s’ils présentent parfois des ruptures de métallisations qui s’expliquent probablement par la mauvaise adhérence des dépôts. Il semble que la durée d’une heure permette d’obtenir un joint plus homogène avec une diffusion dans les deux couches d’or. L’assemblage réalisé durant quatre heures avec une préforme d’or-étain conduit à un joint d’or-étain plus épais mais il semble que la diffusion ait été inhomogène, la préforme aurait diffusé dans une seule des couche d’or. Avec les puces silicium-tungstène-or, on ne remarque pas la présence de silicium dans le joint. La durée d’une heure sera choisie pour les échantillons suivants car cette durée est compatible avec un process industriel.

### 3.4.4 La surface de la préforme

La quantité de métal d’apport est le troisième des paramètres d’influence décrit dans un diagramme TeTiG : comme l’épaisseur de la préforme utilisée est fixe, j’ai décidé d’utiliser une surface de préforme de 2,5×2,5mm<sup>2</sup>. Les assemblages ont été effectués entre deux puces de 5×5 mm<sup>2</sup> et une préforme de 2,5×2,5 mm<sup>2</sup>. Les paramètres d’assemblage sont une vitesse de 50 °C/min, une durée d’une heure, une pression de 3,5 MPa et une température de 360°C (voir tableau 3.10).

On remarque que, pour les préformes d’étain ou d’or-étain, le joint réalisé avec une préforme de la taille des puces est plus régulier et bien visible en microscopie optique. Lorsqu’on utilise une préforme plus petite que la taille des puces, on re-

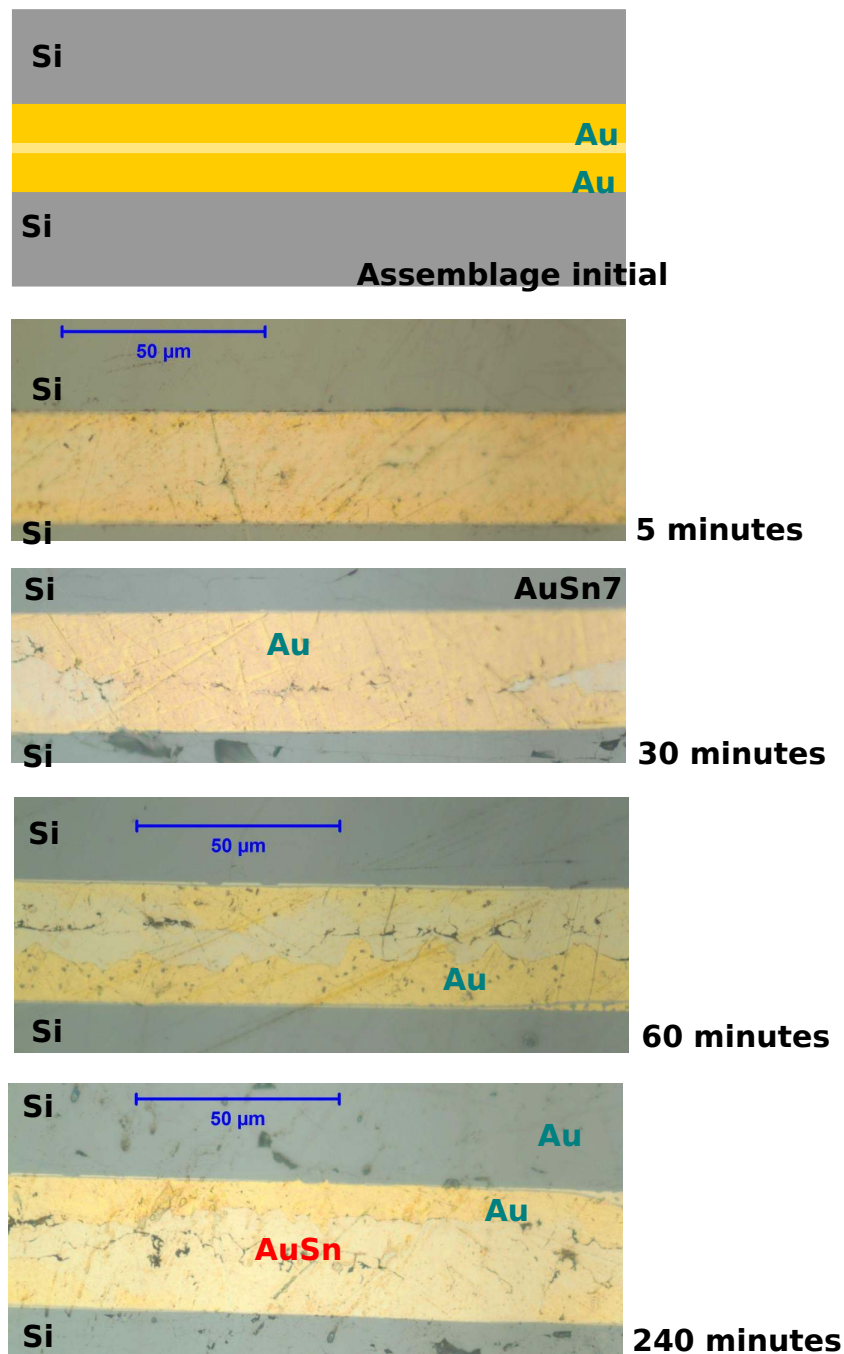


FIGURE 3.14 – Evolution de la diffusion de la préforme d'or-étain pour un assemblage réalisé à 360 °C de cinq minutes à quatre heures.

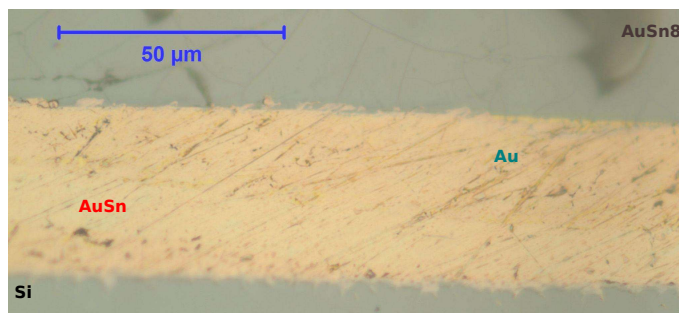


FIGURE 3.15 – Image de la zone centrale d’un joint réalisé à 360 °C durant une heure avec une préforme d’or-étain de 2,5×2,5 mm<sup>2</sup>. Un joint ne s’est formé que dans la zone au contact de la préforme.

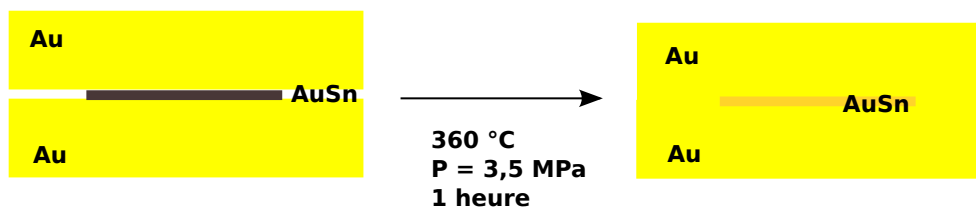


FIGURE 3.16 – Schématisation de la réalisation d’un joint formé avec une préforme d’or-étain de 2,5×2,5 mm<sup>2</sup>. La diffusion de la préforme ne se fait pas sur les zones qui n’étaient pas en contact avant le chauffage .

marque que la préforme ne mouille pas toute la surface des puces : on obtient donc un joint inhomogène formé d’or-étain en son centre (voir figure 3.15) et d’or sur ses bords. La tenue mécanique de cet assemblage est probablement réduite car les deux couches d’or n’ont été assemblées que par compression (voir figure 3.16).

On peut conclure que la quantité de métal d’apport ajouté lors de l’assemblage a une grande importance : si la surface de la préforme est inférieure à celle des puces, il n’y a pas de mouillage de toute l’interface et on obtient un joint de composition irrégulière.

### 3.5 Conclusion sur le TLPB

La réalisation d’attaches de puces par brasure en phase liquide transitoire (TLPB) s’est révélée possible en utilisant la presse chauffante. La principale difficulté rencontrée est la préparation des échantillons (puces découpées dans un wafer silicium) qui doivent être recouverts d’une épaisse couche d’or de plusieurs microns d’épaisseur. L’épaisseur du substrat est déterminée par celle des préformes puisque la couche de substrat doit être trois à quatre fois plus épaisse que celle du métal d’apport. Les essais de recuits des wafers silicium-titane-nickel-or et la réalisation des assemblages avec une préforme d’étain ont montré l’inefficacité du nickel comme barrière de diffusion. Un second essai de métallisation sur wafer silicium a montré que le tungstène était particulièrement adapté pour jouer le rôle de barrière de diffusion pour toutes les températures d’assemblage testées (de 235 à 360 °C). Cependant, l’épaisseur du dépôt d’or est à l’origine d’une très forte contrainte à l’interface métallisation-wafer qui provoque un délaminage lors de la découpe du wafer. Cette

contrainte est aussi à l'origine de la fissuration et de la rétractation du film d'or lors des recuits ou de certains assemblages. Les différentes séries d'échantillons réalisées ont permis de montrer que l'or-étain est une préforme mieux adaptée pour fabriquer un joint que l'étain qui s'oxyde facilement (lors du stockage ou de l'assemblage) conduisant à une forte teneur en oxygène dans certaines attaches. L'étude des différentes températures d'assemblage montrent qu'il est possible de former un joint dès la température de fusion de la préforme atteinte même si à cette température, la préforme n'est que faiblement dissoute. Les joints doivent être réalisés sous pression : sans aucune pression extérieure, on observe que la puce supérieure n'a pas été mouillée et qu'aucun joint ne s'est formé. La diffusion la plus régulière avec une préforme d'or-étain est obtenue pour une durée d'assemblage d'une heure et l'épaisseur de la zone de diffusion la plus importante est mesurée au bout de quatre heures. Enfin, l'utilisation d'une préforme de surface inférieure aux puces à assembler ne permet pas d'obtenir un joint régulier sur toute la longueur de l'assemblage : aux extrémités du joint, la préforme n'a ni mouillé ni diffusé. Pour terminer sur les conditions d'assemblage, il apparaît que de nombreuses puces ont été cassées lors de la réalisation du joint : il serait souhaitable d'utiliser une interface de type Viton afin de les protéger.

Cette partie sur la fabrication d'attaches de puce haute température par TLPB met en évidence la difficulté de réaliser des dépôts épais sur des wafers. Cette étape est pourtant indispensable puisque l'épaisseur des dépôts d'or requise pour le TLPB n'est pas standard. Différentes solutions comme un nettoyage à l'acide fluorhydrique et des recuits à différentes températures n'ont pas permis d'obtenir une accroche convenable des dépôts métalliques tout en préservant l'état de surface initial des wafers. Cette étape de métallisation des puces présente donc un frein à la réalisation d'assemblages par TLPB au laboratoire Ampère. En attendant que des puces de bonne qualité puissent être produites, il est possible de continuer les travaux sur la brasure en phase liquide transitoire en étudiant la diffusion d'une préforme d'or-étain entre deux feuilles d'or.





# Conclusion générale et Perspectives

L'électronique de puissance s'est développée de façon rapide dans les trente dernières années, les systèmes d'électronique de puissance sont aujourd'hui présents dans de nombreux secteurs industriels. L'utilisation des modules de puissance a longtemps été limitée à 175 °C car ils contenaient des composants en silicium. Avec l'arrivée sur le marché en 2001 de composants SiC fiables à haute température et les besoins grandissants pour des applications au-delà de 200 °C, de nombreuses recherches ont été menées sur le packaging de la puce. En effet, si les puces haute température sont aujourd'hui disponibles commercialement, tout l'environnement (polymères, brasures, système de refroidissement) est à transformer. Cette thèse a pour objectif de proposer des solutions pour réaliser des attaches de puces haute température, de déterminer une procédure expérimentale d'assemblage pour chacun des procédés envisagés et de caractériser les attaches.

Les deux techniques retenues pour la réalisation d'une attache puce-substrat sont le frittage d'argent et la brasure en phase liquide transitoire (Transient Liquid Phase Bonding). Ces deux procédés font partie des techniques d'attaches basse température (Low Temperature Joining Techniques) c'est à dire que l'assemblage est réalisé à une température bien plus faible que la température de fusion du joint final. Il n'y a pas de passage de l'ensemble du joint à l'état liquide et la température d'assemblage doit être aussi faible que possible pour éviter l'endommagement de la puce lors de l'assemblage.

La première technique étudiée est le frittage d'une nanopâte d'argent : la mise en œuvre est facile puisque la pâte commerciale est prête à être utilisée. Plusieurs séries d'assemblages ont cependant dû être réalisées afin de mettre au point une procédure fiable et reproductible d'attache de puces. Il apparaît que le dépôt doit être effectué par sérigraphie afin de connaître précisément l'épaisseur déposée qui doit être très faible (50 à 100  $\mu\text{m}$ ) : un dépôt trop épais risque d'empêcher une bonne évacuation des solvants ce qui créerait des zones de vide dans l'attache. Même pour de petites puces, la pression est indispensable pour réaliser un assemblage et les rampes de températures doivent être suffisamment rapides pour éviter le frittage partiel des grains d'argent : ces deux contraintes rendent indispensables l'utilisation d'une presse chauffante. Pour la tenue mécanique de l'attache, c'est l'état de surface qui est primordial : la tenue en shear-test est améliorée sur de l'or et une bonne reproductibilité des joints est obtenue sur des substrats peu rugueux. L'utilisation d'une interface de Viton a permis la réalisation simultanée de deux joints entre deux puces SiC ( $2,7 \times 2,7 \text{ mm}^2$ ) et un substrat cuivre poli : l'interface a permis une répartition uniforme de la pression sur les deux composants. Le Viton a aussi été utilisé avec succès pour la réalisation d'un joint entre une puce silicium ( $12,7 \times 12,7 \text{ mm}^2$ )

et un substrat DCB comme protection afin d'empêcher la dégradation du composant. Cette thèse a permis de déterminer les conditions expérimentales optimales pour réaliser un joint fiable et reproductible entre une puce et un substrat. Ce travail doit être complété par une caractérisation électrique des composants en cyclage actif et par une étude en cyclage passif.

La brasure en phase liquide transitoire (TLPB) est une technique qu'il a été plus difficile à mettre en œuvre notamment à cause de l'absence de puces et de substrats commerciaux adaptés pour l'application visée. Les différents essais de métallisation et de recuits réalisés sur des wafers silicium quatre pouces ont permis de déterminer la nature des métallisations à déposer sur le wafer pour éviter les problèmes de diffusion. Cependant, malgré de nombreux essais, il n'a pas été possible de réaliser un wafer ne présentant pas de délamination après découpe. Le décollement du film métallique s'explique par les nombreuses contraintes qui s'exercent à l'interface entre le silicium et le premier dépôt métallique. Les recuits réalisés sur les wafers silicium-tungstène-or montrent que l'amélioration de l'adhérence des dépôts est obtenue à partir de 510 °C : mais à cette température, la couche d'or se fissure et se rétracte laissant apparaître des grains de tungstène à la surface du wafer. Les attaches de puces ont été réalisées dans des zones du wafer ne présentant pas de dégradations. Plusieurs séries d'échantillons ont été réalisées et il a été montré qu'il était préférable d'utiliser une préforme d'or-étain plutôt que d'étain pur. En effet, ce dernier s'oxyde très rapidement au contact de l'air et, compte tenu de son épaisseur, la préforme ne peut être nettoyée avant l'assemblage : on retrouve donc de l'oxygène (avec des concentrations parfois importantes) à l'intérieur du joint. Pour obtenir un joint homogène, il faut réaliser l'assemblage à une température supérieure à la température de fusion de la préforme, réaliser un plateau d'une heure et sous pression. L'obtention d'un joint régulier nécessite d'utiliser une préforme de la même surface que l'attache à réaliser. Cette thèse a permis de mettre en évidence certains paramètres expérimentaux importants pour réaliser ce type de joints par diffusion. Il semblerait intéressant d'augmenter la durée de diffusion car si le joint obtenu au bout d'une heure d'assemblage est le plus homogène, la diffusion a été plus importante pour le joint réalisé en quatre heures. Enfin, l'assemblage de puces en silicium nécessite l'utilisation de Viton à l'interface puce-presse afin d'éviter l'endommagement des composants qui se produit même sur avec de petites puces.

A l'échelle industrielle, les brasures au plomb ainsi que les brasures de type SAC (étain-argent-cuivre) sont largement utilisées pour la réalisation de brasures de puces en silicium et leur mise en œuvre est maîtrisée. Ces deux types de brasures ne sont pas adaptés au fonctionnement de modules haute température contenant des puces en SiC en raison de leur température d'utilisation limitée (la température d'utilisation correspond à 80% de la température de fusion de la brasure). Pour la fabrication de modules haute température constitués de composants SiC, les industriels se tournent aujourd'hui vers les deux alternatives étudiées dans cette thèse : le frittage d'argent et le Transient Liquid Phase Bonding. Même si des modules commerciaux réalisés avec ces deux techniques sont d'ores et déjà disponibles sur le marché, de nombreuses optimisations restent à étudier.

Des pâtes d'argent réalisées à partir de micropoudres et de nanopoudres sont commercialisées par plusieurs fournisseurs comme Heraeus, NBETech ou encore

Henkel. Ainsi, des modules de puissance contenant des attaches frittées réalisées à partir de micropâte sont disponibles depuis plusieurs années (2008) chez Semikron. L'arrivée sur le marché de module haute température renfermant des joints frittés à partir de nanoparticules est annoncée pour 2012 chez Infineon et Semikron. Le principal intérêt des pâtes contenant des particules nanométriques est de pouvoir réduire la pression et la température d'assemblage par rapport aux pâtes constituées de micropoudres. Cependant, face aux craintes suscitées par l'utilisation de nanoparticules, de nombreuses recherches sont actuellement en cours, notamment chez Heraeus ou Bosch, pour modifier la composition des additifs et la morphologie des particules présents dans la pâte. L'objectif est de produire une nouvelle pâte contenant des microparticules dont les conditions de mise en œuvre seraient comparables à celles des nanopâtes (température et pression plus faibles que pour les pâtes actuelles contenant des microparticules).

Cette thèse a permis d'amorcer les recherches sur le packaging au laboratoire Ampère : les résultats obtenus ont démontré l'influence de différents paramètres comme l'état de surface du substrat, l'épaisseur du dépôt ou la pression sur la qualité de l'attache produite. Pour les assemblages de petites puces, un protocole expérimental a été proposé. Le frittage des puces, quelle que soit leur taille est un procédé long (plusieurs heures) : il semble indispensable d'étudier le frittage aux temps courts afin de proposer un protocole d'attaches de puces rapide. La répétabilité des essais de frittage va aussi être améliorée grâce aux équipements nouvellement acquis par le laboratoire comme un die-bonder (qui permet de placer la puce sur le dépôt de pâte de façon automatique) ou un four RTA (qui permet d'effectuer des rampes de température rapides sous vide). Les thèses actuellement en cours au laboratoire sur le frittage d'argent ainsi que sur le frittage de molybdène devrait pouvoir permettre des avancées rapides dans une meilleure connaissance de l'influence des additifs sur les conditions de frittage ainsi que sur l'automatisation des techniques d'assemblage.

Le TLPB (Transient Liquid Phase Bonding ou brasure en phase liquide transitoire) est une technique très étudiée par la recherche académique qui se heurte à des difficultés techniques de métallisations des surfaces. Des modules de puissance (XT. Technology) sont produits à l'échelle industrielle par Infineon depuis la fin 2010 : les surfaces (arrière de puce et substrat) sont métallisées par du cuivre puis une des interfaces est recouverte d'une fine couche d'étain, l'attache réalisée est du cuivre-étain. Cependant, le joint formé contient beaucoup de composés intermétalliques qui peuvent être à l'origine de défaillances de l'attache. Le TLPB nécessite une préparation des surfaces particulières (dépôt d'or ou de cuivre sur les métallisations classiques) : les fabricants de puces sont les plus aptes pour l'instant à réaliser des composants spécialement adaptés au TLPB et à produire des modules de puissance utilisant cette technique. La mise sur le marché de composants présentant des métallisations épaisses permettrait de donner un nouvel essor aux recherches sur le TLPB. En attendant de pouvoir faire des essais sur des puces commerciales, il est possible de continuer l'étude de la diffusion de l'étain dans l'or au laboratoire en utilisant des feuilles d'or dans lesquelles on peut faire diffuser une préforme d'étain ou d'or-étain. Il me semble que le TLPB or avec une préforme d'or-étain est la technologie à favoriser car les problèmes d'oxydation lors de l'assemblage sont

## **140 La brasure en phase liquide transitoire (Transient Liquid Phase Bonding)**

inexistants ce qui permet de réaliser les attaches sous air, contrairement au TLPB cuivre-étain qui nécessite des équipements plus lourds puisque les attaches doivent être effectuées sous vide. Il conviendra aussi d'étudier l'influence du cyclage sur la stabilité de l'attache car lors de pics de température, la diffusion risque de continuer et de modifier les propriétés du joint.

# Bibliographie

- [3M012] [http://http://solutions.3m.com/wps/portal/3M/en\\_US/3M-Industrial/Adhesives/Product/Bonding-Tapes/VHB-Tape/](http://http://solutions.3m.com/wps/portal/3M/en_US/3M-Industrial/Adhesives/Product/Bonding-Tapes/VHB-Tape/)», Rapport technique, 2012.
- [Abd97] H. ABDIZADEH, *Elaboration et caractérisation de composites duplex " Composites tri-couches à base d'alumine"*, Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 1997.
- [Abt00] M. ABTEW et G. SELVADURAY, «Lead-free solders in microelectronics», *Materials Science & Engineering Reports*, tome 27, n° 5-6, p. 95–141, 2000.
- [Agn92] Y. AGNIEL, *Rôle des propriétés des granules pour la fabrication de pièces de poudres céramiques sans défaut de compaction*, Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 1992.
- [aia11] [http://aiaa.org/aerospace/images/articleimages/pdf/AA\\_Sept05\\_FAL.pdf](http://aiaa.org/aerospace/images/articleimages/pdf/AA_Sept05_FAL.pdf)», Rapport technique, 2011.
- [Ale16] S.P. ALEXANDERSON, E.F.W. NIXDORFF, «A magnetic amplifier for radio telephony», dans «Proceedings of IRE», 1916.
- [All05] G. ALLARD, B. AND COQUERY, L. DUPONT, Z. KHATIR, M. LAZAR, S. LEFEBVRE, R. MEURET, H. MOREL et D. PLANSON, «Composants à semi-conducteur de puissance pour des applications à haute température de fonctionnement», *J3eA*, tome 4, p. 0, 2005.
- [All06] B. ALLARD, «L'électronique de puissance : Bases, perspectives et guide de lecture», *Techniques de l'ingénieur*, tome D3060, p. 1–10, 2006.
- [Amr06] R. AMRO, J. LUTZ, J. RUDZKI, R. SITTIG et M. THOBEN, «Power cycling at high temperature swings of modules with low temperature joining technique», *Proceedings of the 18th International Symposium On Power Semiconductor Devices & Ics*, tome 1, p. 217–220, 2006.
- [auc11] [http://poc.obs-mip.fr/auclair/Enseignement/MECA\\_FLU/Trans\\_Tension.pdf](http://poc.obs-mip.fr/auclair/Enseignement/MECA_FLU/Trans_Tension.pdf)», Rapport technique, 2011.
- [aug11] [http://www.crct.polymtl.ca/fact/phase\\_diagram.php?file=Au-Ge.jpg&dir=FSnobl](http://www.crct.polymtl.ca/fact/phase_diagram.php?file=Au-Ge.jpg&dir=FSnobl)», Rapport technique, 2011.
- [aus11] [http://www.crct.polymtl.ca/fact/phase\\_diagram.php?file=Au-Sn.jpg&dir=FSnobl](http://www.crct.polymtl.ca/fact/phase_diagram.php?file=Au-Sn.jpg&dir=FSnobl)», Rapport technique, 2011.
- [Bai05a] GUOFENG BAI, *Low-Temperature Sintering of Nanoscale Silver Paste for Semiconductor Device Interconnection*, Thèse de doc-

- torat, Virginia Polytechnic Institute and State University, Blacksburg, Virginia, oct 2005, URL [\url{http://scholar.lib.vt.edu/theses/available/etd-10312005-163634/unrestricted/Dissertation-GBai05.pdf}](http://scholar.lib.vt.edu/theses/available/etd-10312005-163634/unrestricted/Dissertation-GBai05.pdf).
- [Bai05b] J. G. BAI, Z. Z. ZHANG, J. N. CALATA et G. Q. LU, «Low-temperature sintering of nanoscale silver pastes for high-performance and highly-reliable device interconnection», *Electronic and Photonic Packaging, Integration and Packaging of MICRO/NANO/Electronic Systems*, p. 415–424, 2005.
- [Bai05c] J. G. BAI, Z. Z. ZHANG, J. N. CALATA et G. Q. LU, «Low-temperature sintering of nanoscale silver pastes for high-performance and highly-reliable device interconnection», *Electronic and Photonic Packaging, Integration and Packaging of MICRO/NANO/Electronic Systems*, p. 415–424, 2005.
- [Bai06] J. G. BAI, Z. Z. ZHANG, J. N. CALATA et G. Q. LU, «Low-temperature sintered nanoscale silver as a novel semiconductor device-metallized substrate interconnect material», *Ieee Transactions On Components and Packaging Technologies*, tome 29, n° 3, p. 589–593, 2006, doi :10.1109/TCAPT.2005.853167.
- [Bai07] J. G. BAI, J. N. CALATA et G. Q. LU, «Processing and characterization of nanosilver pastes for die-attaching SiC devices», *Ieee Transactions On Electronics Packaging Manufacturing*, tome 30, p. 241–245, 2007, doi : 10.1109/TEPM.2007.906508.
- [Bal84] B. J. BALIGA, M. S. ADLER, R. P. LOVE, P. V. GRAY et N. D. ZOMMER, «The Insulated Gate Transistor - A New 3-terminal Mos-controlled Bipolar Power Device», *Ieee Transactions On Electron Devices*, tome 31, n° 6, p. 821–828, 1984.
- [Ber66] L. BERNSTEIN, «Semi-conductor joining by the Solid Liquid Interdiffusion (SLID) process», *Journal of Applied Physics Electrochemical Society*, tome 113, p. 1282–1288, 1966.
- [Ber93] D. BERNACHEASSOLLANT, *Chimie-physique du frittage*, Hermès sciences publication, 1993.
- [Ber03] D. BERNACHEASSOLLANT, *Aspects physico-chimiques du frittage*, Hermès, 2003.
- [Ber05] D. BERNACHEASSOLLANT et J.P. BONNET, «Frittages : aspects physico-chimiques», *Techniques de l'ingénieur*, tome AF6620, p. 1–10, 2005.
- [Ber08] F. BERNOT, «Electronique de puissance : Introduction», *Techniques de l'ingénieur*, tome E3958, p. 1–9, 2008.
- [Ble10] V. BLEY, B. ALLARD et L. MÉNAGER, «Conditionnement des modules de puissance», *Techniques de l'ingénieur*, tome E3385, p. 1–10, 2010.
- [Blu03] A. T. BLUMENAU, R. JONES, S. OBERG, P. R. BRIDDON et T. FRAUENEHEIM, «Basal plane partial dislocations in silicon carbide», *Physica*

- B-condensed Matter*, tome 340, p. 160–164, 2003, doi :10.1016/j.physb.2003.09.046.
- [Bon06] H.P. BONZEL, «Diffusion of Nickel in silicon», *Physica status solidi*, tome 20, p. 493–504, 2006.
- [Bou08] M. BOUARROUDJ, *Etude de la fatigue thermomécanique de modules électroniques de puissance en ambiance de températures élevées pour des applications de traction de véhicules électriques et hybrides*, Thèse de doctorat, ENS Cachan, 2008.
- [Bou10] M. BOUARROUDJ et L. DUPONT, «Fatigue des composants électroniques de puissance : physique de défaillance», *Techniques de l'ingénieur*, tome D3126, p. 1–5, 2010.
- [Bér05] G. BÉRANGER et H MAZILLE, «Approches scientifiques des surfaces. Caractérisation et propriétés.», *Techniques de l'ingénieur*, tome M1425, p. 1–10, 2005.
- [Bro84] A. D. BROOKER, J. E. CASTLE, COHEN J. M. et M. B. WALDRON, «Influence of Interdiffusion With Substrate On Spreading of Molten Au-18ni Braze Alloy», *Metals Technology*, tome 11, n° FEB, p. 66–70, 1984.
- [Bro04] P. BROSSELDARD, *Conception, Réalisation et Caractérisation d'interrupteurs (thyristors et JFETs) haute tension (5kV) en carbure de silicium*, Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 2004.
- [But11] C. BUTTAY, A. MASSON, J. LI, M. JONHSON, M. LAZAR, C. RAYNAUD et H. MOREL, «Die Attach of Power Devices Using Silver Sintering – Bonding Process Optimisation and Characterization», dans «Hiten», 2011.
- [cal09] «<http://calce.umd.edu>», Rapport technique, 2009, URL calce.umd.edu.
- [Cha97] C. C. CHAN et K. T. CHAU, «An overview of power electronics in electric vehicles», *Ieee Transactions On Industrial Electronics*, tome 44, n° 1, p. 3–13, 1997.
- [Che97] V. E. CHELNOKOV et A. L. SYRKIN, «High temperature electronics using SiC : Actual situation and unsolved problems», *Materials Science and Engineering B-solid State Materials For Advanced Technology*, tome 46, n° 1-3, p. 248–253, 1997.
- [Chi93] Y. W. CHIN, C. L. CHEN et G. MATIJASEVIC, «Au-In bonding below the eutectic temperature», *IEEE Trans. Compon. Hybrids, Manuf. Technol.*, tome 16, p. 311–316, 1993.
- [Cia02] M. CIAPPA, «Selected failure mechanisms of modern power modules», *Microelectronics Reliability*, tome 42, n° 4-5, p. 653–667, 2002.
- [Cia05] M. CIAPPA, «Lifetime prediction on the base of mission profiles», *Microelectronics Reliability*, tome 45, n° 9-11, p. 1293–1298, 2005, doi : 10.1016/j.microrel.2005.07.060.
- [Civ09] G. CIVRAC, *Vers la réalisation de composants haute tension, forte puissance sur diamant CVD. Développement des technologies associées*, Thèse de doctorat, INP Toulouse, 2009.



- [CL89] M. CAREY LEA, «Sans titre», *American Journal of Science*, tome 37, p. 476–491, 1889.
- [Coh81] J. M. COHEN, J. E. CASTLE et M. B. WALDRON, «High-temperature Observations of Braze Alloy Spreading By Oxide Penetration», *Metal Science*, tome 15, n° 10, p. 455–462, 1981.
- [cpe09] <<http://www.cpes.vt.edu/public/NSF/>>, Rapport technique, 2009, URL [cpes.vt.edu](http://www.cpes.vt.edu).
- [Dup06] L. DUPONT, *Étude de modules à semi-conducteurs de puissance dans une ambiance chaude pour des applications de transports aériens et automobiles*, Thèse de doctorat, ENS Cachan, 2006.
- [Duv74] D.S. DUVALL, A.W. OWCZARSKI et D.F. PAULONIS, «TLP Bonding : a new method for joining heating resisting alloys», *Welding journal*, tome 53, p. 203–214, 1974.
- [eco11] <[http://www.econov.eu/100901schiste-forage-horizontal\\_8/](http://www.econov.eu/100901schiste-forage-horizontal_8/)>, Rapport technique, 2011.
- [ecp11] <<http://ecpe.org>>, Rapport technique, 2011, URL [ecpe.org](http://ecpe.org).
- [eea11] <<http://www.eea.europa.eu/publications/european-union-greenhouse-gas-inventory-2011>>, Rapport technique, 2011, URL [eea.europa.eu](http://eea.europa.eu).
- [esi11] <<http://www.esiee.fr/~vasseurc/boitiers.pdf>>, Rapport technique, 2011.
- [eva11] <<http://n.bauduin.free.fr/french/chapitre1.html>>, Rapport technique, 2011.
- [Fil01] G. FILLIAU, A. BONDU et L. MAZODIER, «Le bateau tout électrique», *Techniques de l'ingénieur*, tome D5620, p. 1–7, 2001.
- [For04] J.B. FORTIN et T-M. LU, *Chemical vapor deposition polymerization : the growth and properties of Parylene thin films*, Kluwer Academic Publisher, 2004.
- [Frü10] C. FRÜH, M. GÜNTHER, M. RITTNER, A. FIX et M. NOWOTTNICK, «Characterisation of silver particles used for the Low Temperature Joining Technology», dans «ESTC Berlin», 2010.
- [Fri09] PETER. FRIEDRICHS, «SiC : Perspectives for New Power Semiconductor Devices», dans «ECPE, Furth», 2009.
- [fut11] <<http://forums.futura-sciences.com/physique/146910-angle-de-mouillage.html>>, Rapport technique, 2011.
- [Gal91] W. F. GALE et E. R. WALLACH, «Influence of Isothermal Solidification On Microstructural Development In Ni-si-b Filler Metals», *Materials Science and Technology*, tome 7, n° 12, p. 1143–1148, décembre 1991.
- [Gal04] W.F. GALE et D.A. BUTTS, «Transient Liquid Phase Bonding», *Science and technology of welding and joining*, tome 9, p. 283–300, 2004.

- [Gar08] A. GARCIA, J. CUSIDO, J. A. ROSERO, J. A. ORTEGA et L. ROMERAL, «Reliable electro-mechanical actuators in aircraft», *Ieee Aerospace and Electronic Systems Magazine*, tome 23, n° 8, p. 19–+, 2008.
- [Gin00] B. L. GINGERICH, P. G. BRUSIUS et I. M. MACLEAN, «Reliable electronics for high-temperature downhole applications», *Journal of Petroleum Technology*, tome 52, n° 7, p. 56–57, 2000.
- [God97] C.V. GODBOLD, V.A. SANKARAN et J.L HUDGINS, «Thermal analysis of high power modules», *IEEE Transactions on Power E*, tome 12, p. 1–7, 1997.
- [Gor66] W. F. GORHAM, «A new general synthetic method for the preparation of linear poly-p-xylylene», *J. Polym. Sci*, tome 4, p. 3027–3039, 1966.
- [gre11] <<http://www.legrenelle-environnement.gouv.fr/>>, Rapport technique, 2011, URL `\url{http://www.legrenelle-environnement.gouv.fr/}`.
- [Gru84] B. GRUSHKO et B. Z. WEISS, «Structure of Vacuum Brazed Bni-5 Joint of Inconel-718», *Metallurgical Transactions A-physical Metallurgy and Materials Science*, tome 15, n° 4, p. 609–620, 1984, doi : 10.1007/BF02644192.
- [Gru11] B. GRUMMEL, «Comparison of Au-In Transient Liquid Phase Bonding Designs for SiC Power Semiconductor Device Packaging», dans «HITEN», 2011.
- [Ham01] A. HAMIDI, S. KAUFMANN et E. HERR, «Increased lifetime of wire bonding connections for IGBT power modules», *Apec 2001 : Sixteenth Annual Ieee Applied Power Electronics Conference and Exposition, Vols 1 and 2*, tome 1, p. IEEE ; IEEE, Power Electr Soc ; IEEE Ind Applicat Soc ; Power SourceEOLEOLManufacturers Assoc, 2001.
- [Har98] J. H. HARRIS, «Sintered aluminum nitride ceramics for high-power electronic applications», *Jom-journal of the Minerals Metals & Materials Society*, tome 50, n° 6, p. 56–60, 1998.
- [Hay89a] K. HAYASHI et H. ETO, «Pressure Sintering of Iron, Cobalt, Nickel and Copper Ultrafine Powders and the Crystal Grain-size and Hardness of the Compacts», *Materials Transactions Jim*, tome 30, n° 11, p. 925–931, 1989.
- [Hay89b] K. HAYASHI, H. ETO et H. KIHARA, «Pressure-sintering of Fe+co and Fe+ni Mixed Ultrafine Powders and the Properties of the Compacts», *Journal of the Japan Institute of Metals*, tome 53, n° 7, p. 723–728, 1989.
- [Heu90] K. HEUMANN, «Power Electronics : State of the Art», dans «Power Electronics Conference», 1990.
- [his11] <<http://www.hispano-suiza-sa.com/spip.php?rubrique48>>, Rapport technique, 2011.
- [HK71] M. HUBBERT KING, *Energy and power*, Scientific American, 1971.
- [Hof83] R.G. HOFT, «Power electronics : historical review, present status and futures prospects», dans «IEEE Power Electronics Specialits Conference», 1983.

- [Hof99] D. HOFMANN, E. SCHMITT, M. BICKERMANN, M. KOLBL, P. J. WELLMANN et A. WINNACKER, «Analysis on defect generation during the SiC bulk growth process», *Materials Science and Engineering B-solid State Materials For Advanced Technology*, tome 61-2, p. 48–53, 1999.
- [Hol91] J. B. HOLT et S. D. DUNMEAD, «Self-heating Synthesis of Materials», *Annual Review of Materials Science*, tome 21, p. 305–334, 1991, doi : 10.1146/annurev.matsci.21.1.305.
- [Hum89] G. HUMPSTON et D.M JACOBSON, «Gold in gallium arsenide die-attach technology», *Gold bulletin*, tome 22, p. 79–81, 1989.
- [iat08] «[http://www.iata.org/whatwedo/economics/Pages/traffic\\_analysis.aspx](http://www.iata.org/whatwedo/economics/Pages/traffic_analysis.aspx)», Rapport technique, 2008.
- [int11] «<http://www.intercarat.com/FR/index.php?rub=adherisation>», Rapport technique, 2011.
- [Ive98] D.G. IVEY, «Microstructural characterization of Au/Sn solder for packaging in optoelectronic applications», *Micron*, tome 29, p. 281–287, 1998.
- [Joh80] R. JOHNSON, M. BARON et A. C. F. WILLIAMSON, «Tetig Diagrams Help Optimize Brazed Joints», *Welding and Metal Fabrication*, tome 48, n° 8, p. 553–558, 1980.
- [Joh81] R. JOHNSON, «The Use of Tetig Diagrams In High-temperature Brazing», *Welding Journal*, tome 60, n° 10, p. S185–S193, 1981.
- [Joh04a] H.R. JOHNSON, P.M. CRAWFORD et J.W. BUNGER, «Strategic Significance of America's Oil Shale Resource», Rapport technique, Office of Naval Petroleum and Oil Shale Reserves U.S. Department of Energy, Washington, D.C., 2004.
- [Joh04b] R. W. JOHNSON, J. L. EVANS, P. JACOBSEN, J. R. R. THOMPSON et M. CHRISTOPHER, «The changing automotive environment : High-temperature electronics», *Ieee Transactions On Electronics Packaging Manufacturing*, tome 27, n° 3, p. 164–176, 2004, doi :10.1109/TEMP.2004.843109.
- [Joh07] R. W. JOHNSON, C. WANG, Y. LIU et J. D. SCOFIELD, «Power device packaging technologies for extreme environments», *Ieee Transactions On Electronics Packaging Manufacturing*, tome 30, n° 3, p. 182–193, 2007.
- [Johue] C. JOHNSTON, «High Temperature Electronics in Europe», Rapport technique, Oxford University, Inconnue.
- [Kas01] J. G. KASSAKIAN et D. J. PERREAULT, «The future of electronics in automobiles», *Ispds'01 : Proceedings of the 13th International Symposium On Power Semiconductor Devices & Ics*, tome 1, p. 15–19, 2001.
- [Kin93] R.F. KING, «Drilling Sideways : A Review of Horizontal Well Technology and Its Domestic Application», Rapport technique, Energy Information Administration, 1993.

- [Kno10] S. KNOERR, M. KRAFT et A. SCHLETZ, «Reliability Assessment of Sintered Nano-Silver Die Attachment», dans «Electronics Packaging Technology Conference», 2010.
- [Koi02] S. KOIZUMI, K. WATANABE, M. HASEGAWA et H. KANDA, «Formation of diamond p-n junction and its optical emission characteristics», *Diamond and Related Materials*, tome 11, n° 3-6, p. 307–311, 2002.
- [Lal02] N. F. LALENA, J. N. DEAN et M. W. WEISER, «Ge-doped Ag-B : A new Pb-free power die attach solder», dans «Proc. Honeywell Electron. Mater., 131th Annu. TMS Meet. Exhibit.», 2002.
- [Lan84] F. F. LANGE et M. M. HIRLINGER, «Hindrance of Grain-growth In Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> By ZrO<sub>2</sub> Inclusions», *Journal of the American Ceramic Society*, tome 67, n° 3, p. 164–168, 1984.
- [Lan89] F. F. LANGE et KELLETT B. J., «Thermodynamics of Densification .2. Grain-growth In Porous Compacts and Relation To Densification», *Journal of the American Ceramic Society*, tome 72, n° 5, p. 735–741, 1989.
- [Lan05] O. LANGLOIS, E. FOCH, X. ROBOAM et H. PIQUET, «De l'avion plus électrique à l'avion tout électrique : état de l'art et prospective sur les réseaux de bord», *J3eA*, tome 4, p. 1–20, 2005.
- [Lar79] D. T. LARSON, «Surface Analytic Techniques In Corrosion Science», *Corrosion Science*, tome 19, n° 10, p. 657–673, 1979, doi :10.1016/S0010-938X(79)80066-9.
- [Lee05] J. E. LEE, K. S. KIM, K. SUGANUMA, J. TAKENAKA et K. HAGIO, «Interfacial properties of Zn-Sn alloys as high temperature lead-free solder on Cu substrate», *Mater. Trans.*, tome 46, p. 2413–2418, 2005.
- [Lee07] J. E. LEE, K. KIM, K. S. AND SUGANUMA, M. INOUE et G. IZUTA, «Thermal properties and phase stability of Zn-Sn and Zn-In alloys as high temperature lead-free solder», *Mater. Trans.*, tome 48, p. 584–593, 2007.
- [Lei10] THOMAS GUANGYIN LEI, JESUS NOEL CALATA, GUO-QUAN LU, XU CHEN et SHUFANG LUO, «Low-Temperature Sintering of Nanoscale Silver Paste for Attaching Large-Area (>100mm<sup>2</sup>) Chips», *IEEE Transaction on Components and Packaging Technology*, tome 33, n° 1, p. 98–104, mar 2010, doi :10.1109/TCAPT.2009.2021256.
- [Lel55] J.A. LELY, «Darstellung von einkristallen von silizium carbide und beherrschung von arte und menge der eingebauten verunreinigungen», *Ber. Deut. Keram. Ges.*, tome 32, p. Inconnu, 1955.
- [Log48] F.G LOGAN, «Saturable reactors and magnetic amplifiers», *Electronics*, tome 21, p. 104–109, 1948.
- [Lu04] G. Q. LU, J. N. CALATA, Z. Y. ZHANG et J. G. BAI, «Lead-free, low-temperature sintering die-attach technique for high-performance and high-temperature packaging», *Proceedings of the Sixth Ieee Cpmt Conference On High Density Microsystem Design and Packaging and Component Failure Analysis (hdp'04)*, p. 42–46, 2004.

- [Lug82] E. LUGSCHEIDER, K. D. PARTZ et R. LISON, «Thermal and Metallurgical Influences On Aisi-316 and Inconel-625 By High-temperature Brazing With Nickel-base Filler Metals», *Welding Journal*, tome 61, n° 10, p. S329–S333, 1982.
- [Lug01] E. LUGSCHEIDER, K. BOBZIN et M. K. LAKE, «Deposition of solder for micro-joining on MEMS components by means of magnetron sputtering», *Surface & Coatings Technology*, tome 142, p. 813–816, juillet 2001, doi :10.1016/S0257-8972(01)01182-3.
- [Man11] V.R. MANIKAM et K.Y CHEONG, «Die Attach Materials for High Temperature Applications», *Components, Packaging and Manufacturing Technology, IEEE Transactions*, tome 1, p. 457–478, 2011.
- [Mas11] A. MASSON, C. BUTTAY, H. MOREL, C. RAYNAUD, S. HASCOET et L. GREMILLARD, «High-Temperature Die-Attaches for SiC Power Devices», dans «EPE», 2011.
- [McC98] P. MCCLUSKEY, R. R. GRZYBOWSKI, L. CONDRA, D. DAS, J. FINK, J. JORDAN et T. TORRI, «Reliability concerns in high temperature electronic systems», *1998 High-temperature Electronic Materials, Devices and Sensors Conference*, tome 1, p. 199–206, 1998.
- [McD92] W. D. MCDONALD et T. W. EAGAR, «Transient Liquid-phase Bonding», *Annual Review of Materials Science*, tome 22, p. 23–46, 1992.
- [McD98] W. D. MCDONALD et T. W. EAGAR, «Isothermal solidification kinetics of diffusion brazing», *Metallurgical and Materials Transactions A-physical Metallurgy and Materials Science*, tome 29, n° 1, p. 315–325, janvier 1998, doi :10.1007/s11661-998-0183-1.
- [McDnu] W.D. MCDONALD et T.W. EAGAR, «Transient Liquid Phase Bonding processes», Rapport technique, Massachusetts Institute of Technology, Inconnu.
- [Mel94] F. C. MELDRUM, N. A. KOTOV et J. H. FENDLER, «Utilization of Surfactant-stabilized Colloidal Silver Nanocrystallites In the Construction of Monoparticulate and Multiparticulate Langmuir-blodgett-films», *Langmuir*, tome 10, n° 7, p. 2035–2040, 1994.
- [Mil99] J. M. MILLER, A. EMADI, A. V. RAJARATHNAM et M. EHSANI, «Current status and future trends in more electric car power systems», *1999 Ieee 49th Vehicular Technology Conference, Vols 1-3*, tome 1, p. 1380–1384, 1999.
- [Mog05] N. A. MOGUILNAIA, K. V. VERSHININ, M. R. SWEET, O. I. SPULBER, M. M. DE SOUZA et E. M. S. NARAYANAN, «Innovation in power semiconductor industry : Past and future», *Ieee Transactions On Engineering Management*, tome 52, n° 4, p. 429–439, 2005, doi : 10.1109/FEM.2005.856571.
- [Nai98] V. NAIDICH, Y. V. ZHURAVLEV et N. KRASOVSKAYA, «The wettability of silicon carbide by Au-Si alloys», *Mater. Sci. Engineer*, tome 2, p. 293–299, 1998.

- [Nak90] Y. NAKAO, K. NISHIMOTO et K. SHINOZAKI, *Joining of advanced materials*, London, Chapman and Hall, 1990.
- [Nak91] H. NAKAGAWA, C. H. LEE et T. H. NORTH, «Modeling of Base-metal Dissolution Behavior During Transient Liquid-phase Brazing», *Metallurgical Transactions A-physical Metallurgy and Materials Science*, tome 22, n° 2, p. 543–555, février 1991, doi :10.1007/BF02656822.
- [nbe11] <<http://nbetech.com/products.shtml>>, Rapport technique, 2011.
- [Ngu03] M. Y. N. NGUYEN, «Low stress silver-glass die attach material», *IEEE, Trans. Compon. Hybrids Manuf. Technol.*, tome 3, p. 478–483, 2003.
- [Nor11] R. NORMANN, «Report on High Temperature Tools Technology Needs from International Partnership for Geothermal Technology», dans «HITEN», 2011.
- [Owc62] W.A. OWCZARSKI, «Eutectic brazing of Zircaloy 2 to type 204 stainless steel», *Welding journal*, tome 42, p. 78–83, 1962.
- [pbs11] <[http://www.crct.polymtl.ca/fact/phase\\_diagram.php?file=Pb-Sn.jpg&dir=FSlead](http://www.crct.polymtl.ca/fact/phase_diagram.php?file=Pb-Sn.jpg&dir=FSlead)>, Rapport technique, 2011.
- [Pea99] S. J. PEARTON, J. C. ZOLPER, R. J. SHUL et F. REN, «GaN : Processing, defects, and devices», *Journal of Applied Physics*, tome 86, n° 1, p. 1–78, 1999.
- [Pea00] S. J. PEARTON, F. REN, A. P. ZHANG et K. P. LEE, «Fabrication and performance of GaN electronic devices», *Materials Science & Engineering R-reports*, tome 30, n° 3-6, p. 55–212, 2000.
- [Pin04] P. PINCHON, «Futures évolutions des motorisations dans l'automobile», Rapport technique, IFP, 2004.
- [ppd10] <<http://www.pddnet.com/news-report-yole-developpment/-the-power-electronics-market-is-booming-at-all-voltage-ranges-030810/>>, Rapport technique, 2010.
- [Qué03] D. QUÉRÉ, «Lois du mouillage et imprégnation», *Techniques de l'ingénieur*, tome J2140, p. 1–8, 2003.
- [Ras01] M.H. RASHID, *Power Electronics Handbook*, Academic Press Inc, 2001.
- [Ret02] M. RETTENMAYR, P. LAMBRACHT et C. KEMPF, B. AND TSCHUDIN, «Zn-Al based alloys as Pb-free solders for die attach», *J. Electron. Mater.*, tome 31, p. 278–285, 2002.
- [Ros07] J. A. ROSERO, J. A. ORTEGA, E. ALDABAS et L. ROMERAL, «Moving towards a more electric aircraft», *Ieee Aerospace and Electronic Systems Magazine*, tome 22, n° 3, p. 3–9, 2007.
- [rtc11] <[http://www.rtca.org/downloads/List%20of%20Available%20Docs%20-%20June%202011%20rev%207-5.htm\\_Toc297121696](http://www.rtca.org/downloads/List%20of%20Available%20Docs%20-%20June%202011%20rev%207-5.htm_Toc297121696)>, Rapport technique, 2011, URL [rtca.org](http://www.rtca.org).
- [saf11] <<http://www.safran-group.com/site-safran-en/innovation-429/major-research-programs/clean-sky-and-european-programs/>>, Rapport technique, 2011.

- [Sch91] H. SCHWARZBAUER et R. KUHNERT, «Novel large area joining technique for improved power device performance», *Industry Applications, IEEE Transactions on*, tome 27, n° 1, p. 93–95, jan. 1991, ISSN 0093-9994, doi :10.1109/28.67536.
- [Sch00] H. P. SCHONER et P. HILLE, «Automotive power electronics - New challenges for power electronics», *Pesc 2000 : 31st Annual Ieee Power Electronics Specialists Conference, Vols 1-3*, tome 1, p. 6–11, 2000.
- [Sch08] P. SCHEUERMANN, U. BECKEDAHL, «The Road to the Next Generation Power Module 100% Solder Free Design», dans «CIPS, Nuremberg», 2008.
- [Sch10] W. SCHMITT, «New silver contact pastes from high pressure sintering to low pressure sintering», dans «ESTC Berlin», 2010.
- [SH00] J. SCHULZ-HARDER, «DBC substrates as a base for power MCM's», *Proceedings of 3rd Electronics Packaging Technology Conference*, tome 1, p. 315–320, 2000.
- [SH03a] J. SCHULZ-HARDER, «Advantages and new development of direct bonded copper substrates», *Microelectronics Reliability*, tome 43, n° 3, p. 359–365, 2003, doi :10.1016/S0026-2714(02)00343-8.
- [SH03b] J. SCHULZ-HARDER et K. EXEL, «Recent developments of direct bonded copper (DBC) substrates for power modules», *Fifth International Conference On Electronic Packaging Technology, Proceedings*, tome 1, p. 491–496, 2003.
- [She85] G.E SHEWARD, *High temperature brazing in controlled atmospheres*, Pergamon Press, 1985.
- [She05] W.W. SHENG et R.P COLINO, *Power electronics modules : design and manufacture*, CRC press, 2005.
- [Sie77] T.A. SIEWERT, R.W. HEINE, C.M. ADAMS et J.R. WILLIAMS, «The akd8b brazing», *Welding journal*, tome 56, p. 291–300, 1977.
- [Sie01] T. A. SIEWERT, D. R. SMITH, S. LIU et J. C. MADENI, «Database on lead-free solders», *51st Electronic Components & Technology Conference*, tome 1, p. 1312–1314, 2001.
- [sil11] «<http://www.siliconfareast.com/wirebond.htm>», Rapport technique, 2011.
- [Sta01] F. A. STAM et E. DAVITT, «Effects of thermomechanical cycling on lead and lead-free (SnPb and SnAgCu) surface mount solder joints», *Microelectronics Reliability*, tome 41, n° 11, p. 1815–1822, novembre 2001, doi :10.1016/S0026-2714(01)00087-7.
- [Sug06] K SUGANUMA, «Zn based solder alloy», Rapport technique japan patent 2004-237375, japan, 2006.
- [Szw48] M. SZWARC, «The C-H bond in toluene and xylenes», *J. Chem. Phys*, tome 16, p. 128–136, 1948.

- [Tai78] Y. M. TAIROV et V. F. TSVETKOV, «Investigation of Growth Processes of Ingots of Silicon-carbide Single-crystals», *Journal of Crystal Growth*, tome 43, n° 2, p. 209–212, 1978.
- [The03] J. M. THEBAUD, E. WOIRGARD, C. ZARDINI, S. AZZOPARDI, O. BRIAT et J. M. VINASSA, «Strategy for designing accelerated aging tests to evaluate IGBT power modules lifetime in real operation mode», *Ieee Transactions On Components and Packaging Technologies*, tome 26, n° 2, p. 429–438, juin 2003, doi :10.1109/TCAPT.2003.815112.
- [Tin83] M. TING, C.Y WITTMER, «The use of titanium-based contact barrier layers in silicon technology», *Thin solid films*, tome 96, p. 327–345, 1983.
- [Tol11] T.A. TOLLEFSEN, «Au-Sn SLID bonding for high temperature applications», dans «HITEN», 2011.
- [Tou07a] D. TOURNIER, «Composants de puissance en SiC : Applications», *Techniques de l'ingénieur*, tome D3122, p. 1–9, 2007.
- [Tou07b] D. TOURNIER, «Composants de puissance en SiC : Technologie», *Techniques de l'ingénieur*, tome D3120, p. 1–9, 2007.
- [Tsc02] C. TSCHUDIN, O. HUTIN, S. ARSALANE, F. BARTELS, P. LAMBRACHT et M. RETTENMAYR, «Lead free soft solder die attach process for power semiconductor packaging», *Proc. Semicon.*, tome 1, p. 1–6, 2002.
- [Tua88] I. TUAHPOKU, M. DOLLAR et T. B. MASSALKI, «A Study of the Transient Liquid-phase Bonding Process Applied To A Ag-cu-ag Sandwich Joint», *Metallurgical Transactions A-physical Metallurgy and Materials Science*, tome 19, n° 3, p. 675–686, mars 1988, doi :10.1007/BF02649282.
- [unc08] «<http://unctad.org/Templates/Search.asp?intItemID=2068&lang=1&frmSearchStr=oil+price+evolution&frmCategory=all&section=wholepage>», Rapport technique, 2008, URL unctad.org.
- [unf11] «[http://unfccc.int/portal\\_francophone/essential\\_background/kyoto\\_protocol/items/3274.php](http://unfccc.int/portal_francophone/essential_background/kyoto_protocol/items/3274.php)», Rapport technique, 2011.
- [Wak08] D. WAKUDA, K. S. KIM et K. SUGANUMA, «Room Temperature Sintering of Ag Nano-scale particles with drying of the solvent», dans «2008 Ieee Conference On Polymers and Adhesives In Microelectronics and Photonics and 2008 Ieee Interdisciplinary Conference On Portable Information Devices», p. 215–220, 2008.
- [Wak09] D. WAKUDA, K. S. KIM et K. SUGANUMA, «Room-Temperature Sintering Process of Ag Nanoparticle Paste», *Ieee Transactions On Components and Packaging Technologies*, tome 32, n° 3, p. 627–632, 2009, doi :10.1109/TCAPT.2009.2015874.



- [Wak10] DAIDUKE WAKUDA, KEUN-SOO KIM et KATSUAKI SUGANUMA, «Ag Nanoparticle Paste Synthesis for Room Temperature Bonding», *IEEE Transaction on Components and Packaging Technology*, tome 33, n° 1, p. 1–6, mar 2010, doi :10.1109/TCAPT.2009.2031680.
- [Wan07] TAO WANG, XU CHEN, GUO-QUAN LU et GUANG-YIN LEI, «Low-Temperature Sintering with Nano-Silver Paste in Die-Attached Interconnection», *journal of electronic materials*, tome 36, n° 10, p. 1333–1340, 2007, doi :DOI:10.1007/s11664-007-0230-5.
- [Wen36] R.N WENZEL, «Inconnu», *Ind. Eng. Chem*, tome 28, p. 988, 1936.
- [Wen99] S. WEN, *Thermal and thermo-mechanical analyses of wire bond vs. Three-dimensionally packaged power electronics modules*, Thèse de doctorat, Virginia Polytechnic Institute and State University, 1999.
- [Won99] W. WONDRAK, «Physical limits and lifetime limitations of semiconductor devices at high temperatures», *Microelectronics Reliability*, tome 39, n° 6-7, p. 1113–1120, 1999.
- [Yam06] Y. YAMADA, Y. TAKAKU, Y. YAGI, Y. NISHIBE, I. OHNUMA, Y. SUTOU, R KAINUMA et K. ISHIDA, «Pb-free high temperature solders for powerdevice packaging», *Microelectron. Reliability*, tome 6, p. 1932–1937, 2006.
- [Yin69] T.P. YIN, «Kinetics of spreading», *The Journal of Physical Chemistry*, tome 73, p. 2413–2417, 1969.
- [Zel06] S. ZELMAT, *Etude des propriétés électriques d'un matériau polyimide à haute température : applications à la passivation de composants de puissance en carbure de silicium*, Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier, 2006.
- [Zha02] Z. ZHANG et G. Q. LU, «Pressure-assisted low-temperature sintering of silver paste as an alternative die-attach solution to solder reflow», *Ieee Transactions On Electronics Packaging Manufacturing*, tome 25, n° 4, p. 279–283, 2002, doi :10.1109/TEPM.2002.807719.
- [Zha04] Z. Y. ZHANG, J. N. CALATA, J. G. BAI et G. Q. LU, «Nanoscale silver sintering for high-temperature packaging of semiconductor devices», *Surfaces and Interfaces In Nanostructured Materials and Trends In Liga, Miniaturization, and Nanoscale Materials*, tome 1, p. 129–135, 2004.