



HAL
open science

Système d'encapsulation multicouche pour la gradation de potentiel dans les modules de puissance : apport des matériaux nanocomposites à conductivité contrôlée

Cyril Pelvillain

► **To cite this version:**

Cyril Pelvillain. Système d'encapsulation multicouche pour la gradation de potentiel dans les modules de puissance : apport des matériaux nanocomposites à conductivité contrôlée. Energie électrique. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2017. Français. NNT : 2017TOU30221 . tel-02006146

HAL Id: tel-02006146

<https://theses.hal.science/tel-02006146v1>

Submitted on 4 Feb 2019

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

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



THÈSE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par : *Université Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier)*

Présentée et soutenue le *23/01/2017* par :

CYRIL PELVILLAIN

**Système d'encapsulation multicouche pour la gradation de potentiel
dans les modules de puissance: Apport des matériaux nanocomposites à
conductivité contrôlée**

JURY

Petru NOTINGHER, Professeur à l'Université de Montpellier, Rapporteur
Cyril BUTTAY, Chargé de Recherche au CNRS, Rapporteur
Alain SYLVESTRE, Professeur à l'Université Grenoble Alpes, Examineur
Olivier LESAIN, Directeur de Recherche au CNRS, Examineur
Mathieu BERVAS, Docteur Ingénieur, DGA, Examineur
Marie-Laure LOCATELLI, Chargée de Recherche au CNRS, Examinatrice
Philippe CUSSAC, Docteur Ingénieur, CIRTEM, Encadrant
Lionel LAUDEBAT, Maître de Conférences à l'Institut National Universitaire
Champoillon, Encadrant
Zarel VALDEZ NAVA, Chargé de Recherche au CNRS, Co-directeur
Sombel DIAHAM, Maître de Conférences à l'Université Paul Sabatier, Co-directeur
Thierry LEBEY, Directeur de Recherche au CNRS, Directeur

École doctorale et spécialité :

GEET : Génie Electrique

Unité de Recherche :

Laboratoire Plasma et Conversion d'Énergie (LAPLACE) – UMR 5213

Remerciements

Cette thèse a été effectuée au sein du groupe Matériaux Diélectriques dans la Conversion d'Énergie (MDCE) du Laboratoire Plasma et Conversion d'Énergie (Laplace) de Toulouse dans le cadre d'un partenariat industriel avec l'entreprise Cirtem et soutenue par la Direction Générale de l'Armement (DGA). Tous les résultats scientifiques constituent un travail collectif et, au terme de cette aventure, il faut savoir faire part de sa gratitude envers ceux qui nous ont permis d'avancer.

Je tiens tout d'abord à remercier Monsieur Cyril BUTTAY, Chargé de recherche CNRS au laboratoire Ampère de Lyon, et Monsieur Petru NOTINGHER, Professeur à l'Université de Montpellier II, d'avoir accepté de rapporter sur mon travail de thèse.

J'aimerais également témoigner toute ma gratitude à Monsieur Olivier LESAIN, Monsieur Alain SYLVESTRE et Monsieur Mathieu BERVAS pour avoir accepté d'examiner ce travail et pour leurs questions très intéressantes.

Durant mes trois années de thèse, j'ai eu la chance de bénéficier d'un bon soutien matériel ainsi que d'un encadrement très présent et de qualité.

Je voudrais en premier lieu remercier mon directeur de thèse Thierry LEBEY pour avoir assumé le management de ce partenariat entre l'entreprise Cirtem et le laboratoire Laplace ainsi que pour ses idées qui ont fait avancer ce projet de thèse.

J'aimerais exprimer ma profonde reconnaissance envers Philippe CUSSAC de l'entreprise Cirtem sans qui cette thèse n'aurait pas eu lieu. Je le remercie de m'avoir fait confiance, de m'avoir transmis ses connaissances ainsi que son enthousiasme tout au long de ce projet.

Un immense merci à mes deux co-directeurs de thèse Sombel DIAHAM et Zarel VALEZ NAVA pour votre aide essentielle tout au long de ces années de thèse. On s'est connu avant ces années de thèse, que ce soit lors des différents enseignements de master ou durant une première immersion dans la recherche lors de mon stage en première année de master. Je n'oublierai pas toutes ces discussions jusqu'à la fermeture du laboratoire, ainsi que votre grande accessibilité.

Je n'oublie pas Marie-Laure LOCATELLI et Lionel LAUDEBAT pour le suivi de mes travaux de recherche tant sur l'étude de matériaux que pour l'apprentissage d'un nouveau logiciel de modélisation.

Durant ces années de thèse, j'ai passé la majeure partie de mon temps sur la plateforme PRIMES située à Tarbes. Pour cela, je souhaite remercier Cyrille DUCHESNE pour son accueil et son suivi tout au long de ce projet. Je tiens aussi à remercier toutes les autres personnes de la plateforme, mais plus particulièrement Philippe LASSERRE (DEEP concept), Rupert BURBIDGE (Cissoïd), Raphaël RIVA (IRT saint Exupéry), Renaud LACABANNE (aPSI3D), José FERRAO (PRIMES) avec qui j'ai passé de merveilleux moments.

Je veux aussi témoigner toute ma reconnaissance aux gens que j'ai croisés sur le site de Cirtem à Labège et qui m'ont réservé un accueil chaleureux. Je pense à Christian SAUBION, créateur de la société Cirtem, à Thierry CARITOUX pour son aide dans l'automatisation de certains bancs de test, enfin Pascale BOUZIN pour sa patience avec mes documents administratifs.

Je tiens à remercier l'ensemble du groupe MDCE pour leur accueil et toutes les discussions professionnelles ou personnelles.

Je tiens à remercier l'ensemble des services communs du Laplace qui m'ont permis de travailler dans des conditions idylliques. Je tiens à remercier tout particulièrement Benoît SCHLEGEL pour son aide précieuse dans l'élaboration de certains échantillons mais aussi pour tous ses BONBONS...

Je n'oublie évidemment pas mes compagnons de route durant toutes ces années, François, Trung, Thomas, Chafé, Cédric, Simon, Guillaume, Zenjebil, Enrico, Hélène. Une mention spéciale à Jonathan, Maylis et Ana, merci pour tous ces bons moments car sans vous cela n'aurait pas été pareil.

J'ai une pensée pour mes collègues, Christopher, Jean, Paul, Loïc, Mathieu, Aba que j'ai connu lors de mon arrivée sur Toulouse. J'ai de sacrés souvenirs de ces années d'étudiant qui resteront gravées à jamais dans ma mémoire.

Merci au groupe de course à pied, Cédric T. (dit Kenyan), Eric, Didier M., Didier F., Paulo, Benoît pour toutes ces heures de partage et de vouloir voir les autres exploser en vol pendant la pause entre midi et deux, mais aussi sur les sentiers de montagne.

Je remercie ma mère, mon père, mon frère, ma sœur pour avoir suivi ce long parcours qui a débuté par la voie professionnelle (BEP) et qui se finit par un titre de docteur en génie électrique. J'ai balayé tout le domaine du génie électrique d'ouvrier en bâtiment jusqu'à de la recherche en laboratoire.

Un infini merci à ma chérie Lucie avec qui je partage ma vie depuis 7 ans qui a toujours été à mes côtés dans les moments de doutes et de bonheurs. Merci pour ton aide, pour ta compréhension, pour ton amour au quotidien, maintenant une nouvelle page se tourne la thèse est finie et notre petite Mathilde est arrivée, à nous d'écrire une nouvelle page de notre histoire. Nous n'avons plus qu'à profiter de tous les bons moments à venir !

En écrivant ces remerciements, j'ai l'impression d'avoir commencé cette thèse hier. Aujourd'hui je suis empreint de nostalgie de tous ces bons moments passés.

Sommaire

Introduction Générale.....	9
Chapitre I : Impact de l'augmentation de la densité de puissance sur les modules de puissance	11
I. 1 Introduction	12
I. 2 Le module de puissance.....	12
I. 2. 1. Module classique.....	12
I. 2. 2. Autres structures de module de puissance.....	15
I. 2. 2. a. Press Pack.....	15
I. 2. 2. b. Modules 3D	16
I. 2. 3. Isolation dans les modules de puissance.....	19
I. 2. 3. a. Les substrats céramiques	19
I. 2. 3. b. Les polymères.....	22
I. 3 Mécanismes de défaillance dans les modules de puissance	24
I. 3. 1. Défaillances Thermomécaniques.....	25
I. 3. 2. Défaillances électriques.....	29
I. 4 Méthode de gradation de potentiel	35
I. 4. 1. Gradation de potentiel par modification géométrique des métallisations	36
I. 4. 2. Gradation de potentiel par modification des propriétés électriques des matériaux isolant.....	39
I. 4. 2. a. Stratégie mise en place	39
I. 4. 2. b. Stratégie de gradation par couches répartitrices	40
I. 4. 2. c. Stratégie de gradation par matériaux composites	42
I. 4. 3. Limites des solutions actuelles	44
I. 5 Conclusion.....	44
Chapitre II : Définition des propriétés du système d'isolation multicouche dans le module de puissance	47
II. 1 Introduction	48
II. 2 Contexte applicatif du système d'isolation.....	48
II. 3 Description du nouveau système d'isolation.....	50
II. 4 Dimensionnement du système d'isolation multicouche	51
II. 4. 1. Présentation du modèle numérique.....	51
II. 4. 2. Résultats et simulations	56
II. 4. 2. a. Influence de la conductivité.....	56
II. 4. 2. b. Influence de l'épaisseur du film	60
II. 4. 2. c. Effet de la structure d'isolation sur la tension d'apparition des décharges partielles....	63
II. 4. 3. Spécification des propriétés du système.....	66
II. 5 Choix des matériaux.....	67

II. 5. 1.	Film isolant.....	67
II. 5. 1. a.	Propriétés physico-chimiques des parylène.....	68
II. 5. 2.	Encapsulation de volume à conductivité contrôlée	70
II. 5. 2. a.	Choix de la matrice.....	70
II. 5. 2. b.	Choix des particules.....	71
II. 5. 2. c.	Graphène.....	74
Chapitre III : Propriétés thermiques et électriques des films parylène et des nanocomposites epoxy/graphène.....		79
III. 1	Introduction	80
III. 2	Caractérisations des films.....	80
III. 2. 1.	Procédé d'élaboration des films	80
III. 2. 2.	Propriétés thermiques	81
III. 2. 3.	Détermination de la permittivité complexe par spectroscopie diélectrique.....	83
III. 2. 4.	Rigidité diélectrique en fonction de l'épaisseur	85
III. 2. 4. a.	Champ de rupture AC.....	86
III. 2. 4. b.	Champ de rupture DC.....	87
III. 2. 5.	Effet du champ sur la conductivité DC	89
III. 2. 6.	Conclusion.....	93
III. 3	Développement et caractérisation du nanocomposite epoxy/graphène	93
III. 3. 1.	Procédé d'élaboration.....	93
III. 3. 2.	Propriétés thermiques	94
III. 3. 3.	Propriétés diélectriques et conductivité sous faible champ	95
III. 3. 4.	Champ de rupture AC.....	97
III. 3. 5.	Courants de polarisation et conductivité DC sous fort champ	99
III. 3. 6.	Résumé	102
III. 4	Conclusion.....	103
Chapitre IV : Application du système d'isolation multicouche pour la gradation de potentiel dans les modules de puissance.....		105
IV. 1	Introduction	106
IV. 2	Simulation de la structure avec les propriétés mesurées	106
IV. 3	Validation d'un effet gradateur au moyen de mesures du potentiel de surface.....	112
IV. 3. 1.	Présentation du potentiel de surface	112
IV. 3. 2.	Structures choisies.....	114
IV. 3. 3.	Mesures expérimentales du potentiel de surface et étude de la répartition du potentiel ...	114
IV. 3. 5.	Conclusion.....	125
IV. 4	Application du système d'isolation multicouche dans un module double face.....	125
IV. 4. 1.	Incorporation du système d'isolation dans les véhicules tests.....	126

IV. 4. 2. Mesures de décharges partielles	129
IV. 4. 2. a ... Méthode de mesure des décharges partielles.....	129
IV. 4. 2. b... Mesures préliminaires.....	132
IV. 4. 2. c. ... Mesures de décharges partielles dans les modules encapsulés.....	133
Conclusion Générale	141
Annexes	143
Références Bibliographique	153

Introduction Générale

La gestion de l'énergie entre une source et sa charge est un enjeu majeur en électronique de puissance. Le cœur de la conversion d'énergie est le convertisseur électrique qui est constitué d'un ou plusieurs module(s) de puissance pour réaliser la fonction d'interrupteur à partir des composants de type IGBT (Insulated Gate Bipolar Transistor) par exemple. L'évolution et les gains envisageables, tant au niveau du rendement que du volume embarqué, sont soumis à l'arrivée de semi-conducteurs grand gap permettant notamment une augmentation du niveau de tension. Pour garantir la fiabilité des dispositifs, il faut maîtriser l'ensemble du procédé de fabrication des convertisseurs en optimisant leur fonctionnement, puis en extraire des règles de conception pour les systèmes futurs. Une telle démarche ne peut être effectuée que dans le cadre d'une approche multidisciplinaire.

Le développement de l'intégration de puissance via l'implantation de ces nouveaux composants grands gaps se traduira par une augmentation de la densité de puissance, associée à l'augmentation du calibre en tension des composants de puissance. Ce n'est pas sans répercussions sur l'ensemble des matériaux isolants qui constituent l'assemblage de puissance. Pour conserver et améliorer la fiabilité des nouvelles structures, il était primordial de travailler sur les méthodes de réduction des contraintes au sein de ces assemblages. La réduction des contraintes électriques autour des zones de renforcements de champ électrique se nomme « gradation de potentiel ». Ces contraintes ont conduit aux travaux que nous présentons dans ce qui suit.

Dans le premier chapitre de ce mémoire, nous présentons le packaging des modules de puissance. Nous commençons par présenter les différents matériaux de l'assemblage en indiquant leurs fonctions. A l'intérieur de la structure, nous nous intéressons aux matériaux jouant le rôle d'isolant, en définissant les matériaux utilisés, ainsi que les problèmes de défaillances rencontrées. Par la suite, nous présentons les problèmes de défaillances rencontrées actuellement dans un module de puissance utilisant la technique de *bonding*. Nous présentons les structures 3D développées pour accompagner l'accroissement de la densité de puissance avec les améliorations et les inconvénients que cela entraîne. Dans la troisième partie, nous développons les différentes solutions de gradation de potentiel mises en œuvre jusqu'à aujourd'hui dans la littérature.

Le second chapitre présente une solution originale pour modifier la répartition du potentiel électrique dans une structure double face. Nous avons imaginé et développé une isolation multicouche constituée d'un matériau de volume à conductivité contrôlée qui reportera en majeure partie le potentiel électrique sur une couche isolante mince exempte de défaut qui permet de tenir le champ électrique imposé. Nous présentons les caractéristiques et propriétés électriques souhaitées (obtenues par simulations par éléments finis) pour des matériaux idéaux dans l'élaboration de la solution de gradation. Ce dimensionnement nous a permis de cibler les différents matériaux à utiliser dans cette étude : deux

polymères isolants minces de la famille des parylène et un nanocomposite époxy/graphène pour le matériau de volume à conductivité contrôlée.

Le troisième chapitre est orienté sur l'étude des propriétés thermiques et électriques des matériaux retenus. Au cours de ce chapitre, nous déterminons le choix du type et de l'épaisseur du film de parylène, ainsi que la gamme de taux de chargement du nanocomposite époxy/graphène.

Dans le quatrième chapitre, nous incorporons le système d'isolation multicouche dans des structures tests de type substrats DBC et modules de puissance double face. Le but est d'observer l'influence du système d'isolation sur la répartition du potentiel électrique et sur le seuil d'apparition de décharges partielles sur des structures représentatives d'un module de puissance. Nous concluons l'étude par l'impact de l'isolation multicouche et les améliorations qui pourront être amenées.

Chapitre I : Impact de l'augmentation de la densité de puissance sur les modules de puissance

I. 1 Introduction

La conversion d'énergie entre une source et sa charge est effectuée par des convertisseurs électriques. Les convertisseurs sont constitués de briques élémentaires que l'on appelle « modules de puissance ». Actuellement, les réseaux smart grid utilisent des procédés de génération d'énergie temporaire et/ou intermittente, et sont couplés à l'aide de convertisseurs avec des moyens de stockage. Sur ces réseaux, le bus DC actuel est de 700V, le but est de passer sur des réseaux DC de 2kV (module 3.5 kV) et 4kV (module 6.5 kV). Cela permettra de transporter autant voire plus d'énergie tout en limitant les pertes induites par les lignes de transports. Cette volonté d'augmenter la tension d'utilisation des bus DC est aussi applicable au domaine de la marine. L'objectif de ce chapitre est de présenter d'une part, les structures de module de puissance existantes et d'autre part d'exposer les solutions acceptant des contraintes électriques de plus en plus importantes, afin de familiariser le lecteur avec les possibilités de linéariser le potentiel électrique dans les modules de puissance.

La composition d'un module est tout d'abord décrite. Par la suite, nous exposons les différentes structures utilisées en électronique de puissance, de la structure classique jusqu'aux modules 3D. Nous finissons par les différents matériaux utilisés dans l'isolation électrique des modules.

Au cours de l'utilisation des modules de puissance, l'assemblage des différents matériaux est soumis à des fortes contraintes. Nous présentons les principaux modes de défaillance rencontrés dans les modules de puissance. Les modes de défaillance thermomécaniques et électriques sont les deux grandes familles de défaut répertoriées. Nous présentons les modes de défaillance dans les modules de puissance à fils de *bonding* ainsi que dans les autres structures plus intégrées.

L'évolution géométrique des structures en électronique de puissance engendre un accroissement des contraintes sur les isolants, notamment dans des zones critiques telles que le point triple. Cette zone est le point de départ de notre étude, l'endroit où nous cherchons à étaler la contrainte électrique dans le volume de l'isolation. Cette technique est appelée gradation de potentiel (GdP). Enfin, nous exposons les différentes solutions présentes dans la littérature pour réduire le renforcement de champ électrique. Deux voies sont étudiées : la première est la modification de la géométrie des métallisations, la seconde est l'adaptation des propriétés électriques de l'isolation de volume.

I. 2 Le module de puissance

I. 2. 1. Module classique

La constitution d'un module de puissance peut se diviser en deux parties : (i) la première est la partie active du module assurant la conversion d'énergie d'une forme à une autre (onduleurs,

redresseurs) dans laquelle les puces semi-conductrices effectuent cette fonction d'interrupteur dans les structures ; (ii) la seconde concerne l'environnement de la puce appelé « packaging ». Le packaging garantit la connexion et l'isolation générale de la partie active du module avec le système extérieur. Le packaging assure plusieurs fonctions vitales au module de puissance :

- La tenue mécanique en assurant le maintien de la puce.
- Une isolation de l'environnement extérieur (poussière, humidité, etc...).
- La gestion thermique de l'ensemble en conduisant la chaleur produite par la puce en fonctionnement vers l'extérieur.
- La connexion électrique permettant de transférer la densité de puissance à l'intérieur ou à l'extérieur du module.
- Une isolation électrique du système entre les différentes parties aux potentiels à l'intérieur et de l'extérieur.

Les fonctions énumérées ci-dessus sont les points limitant dans les modules de puissance dont nous aurons le loisir de discuter au cours de ce chapitre. La Figure I.1, présente une vue en coupe d'un module de puissance. Le packaging du système s'articule autour de la puce. Les IGBT (*Insulated Gate Bipolar Transistor*), les transistors MOS (*Métal Oxyde Semiconductors*), diodes, etc... sont ainsi brasés sur le substrat métallisé. Les connexions électriques sur la face avant de la puce sont assurées par des fils de câblage (*wirebonding*). Le contact en face arrière est assuré par brasage sur un substrat isolant métallisé. Le substrat est une céramique qui supporte des pistes métalliques (Cu, Cu nickelé). Nous présenterons par la suite les céramiques utilisées et les techniques utilisées pour élaborer les substrats métallisés. Les céramiques assurent une double fonction : la première est une isolation électrique avec l'extérieur, la seconde est une conduction thermique, permettant d'évacuer le flux de chaleur créé par la puce vers l'extérieur afin d'éviter son emballement thermique. La semelle est brasée en face arrière du substrat métallisé et assemblée par l'intermédiaire d'une pate thermique sur le système de refroidissement. La puce et les connectiques en face avant sont encapsulées par un matériau isolant (gel silicone, gomme, résine). L'encapsulation va renforcer l'isolation électrique et assurer la tenue thermomécanique des fils de *bonding*.

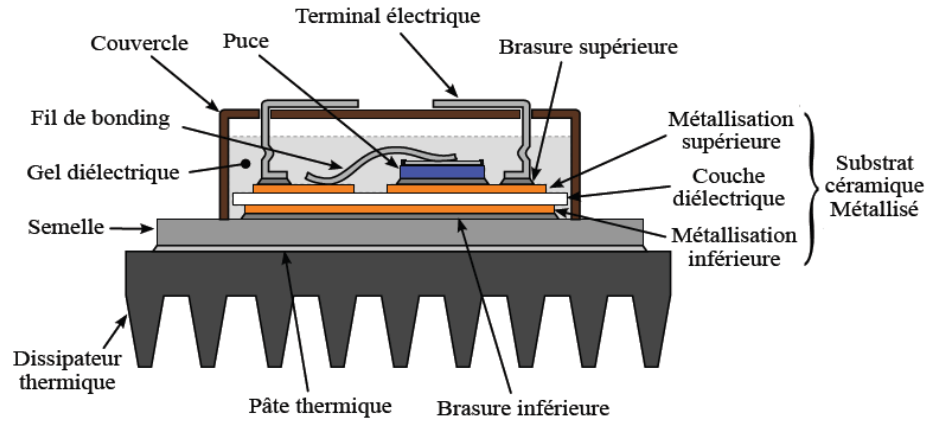


Figure I. 1: Vue en coupe d'un module de puissance 2D haute tension [1]

Comme nous avons pu le voir précédemment, la puce semi-conductrice est isolée électriquement par son packaging. Dans celui-ci, toutes les fonctions d'isolation sont réalisées principalement par deux grandes familles de matériaux : les céramiques utilisées pour les substrats métallisés et les polymères employés pour l'encapsulation de volume. Dans la suite, nous présenterons les différents types de matériaux utilisés (céramique et polymère) ainsi que les principaux modes de défaillance.

La technologie de connexion par fils de câblage est la plus répandue dans les modules de puissance actuels. Les modules basés sur cette technologie se présentent généralement sous la forme de boîtiers en polymère, avec des sorties métalliques pour les connexions électriques et une semelle métallique servant à sa fixation mécanique sur la structure de convertisseur (Figure I. 2).

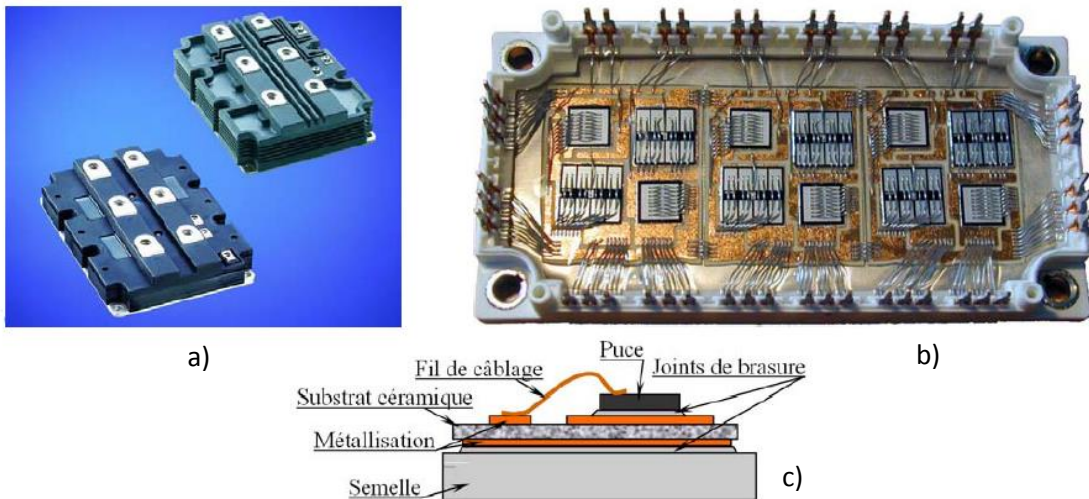


Figure I. 2: Vue d'un module de puissance avec des connexions par fils de bonding [2]

Comme illustré sur la Figure I. 2 c), ces modules consistent en un assemblage de substrats métallisés et semelles métalliques avec connexions par joints de brasures. Les plots de contact des faces supérieures des puces sont connectés entre eux et avec les métallisations des substrats à l'aide de fils de câblage en

aluminium, ou en cuivre (en microélectronique on trouve de l'or), soudés par ultrason, par thermo-compression ou à l'aide d'un procédé thermo-sonique. Deux techniques de soudure sont principalement utilisées, les techniques du "ballbonding" et du "wedgebonding".

Les procédés de réalisation des connexions ont acquis une bonne maturité en raison de leur ancienneté par rapport aux récentes approches de connexion. Ils présentent un coût relativement faible à la connexion et l'amélioration de leur durée de vie a fait l'objet de nombreux travaux de recherche [2]. Leurs modes de défaillances sont aujourd'hui relativement connus comme la fissuration ou le décollement des fils [3].

I. 2. 2. Autres structures de module de puissance

Dans le domaine des fortes puissances, les techniques de connexions ont évolué vers une amélioration de la fiabilité des dispositifs, et/ou vers une intégration plus poussée : ceci sous des contraintes de fonctionnement (électriques, thermiques, et mécanique) toujours plus sévères. Dans cette partie, les principales solutions actuellement disponibles sont présentées.

I. 2. 2. a. Press Pack

Différentes techniques et types de connexions ont été développés pour élaborer des modules de puissance. La première technique mise en œuvre est celle par contacts pressés brevetée en 1966 [4]. Cette technologie de connexion reste utilisée par différentes entreprises (Fuji, Toshiba, ABB...) pour les thyristors. Elle est destinée à des applications de fortes puissances. Elle permet de supprimer les fils de connexion, ainsi que tous les joints de brasure et autorise un refroidissement double face (Figure I. 3).

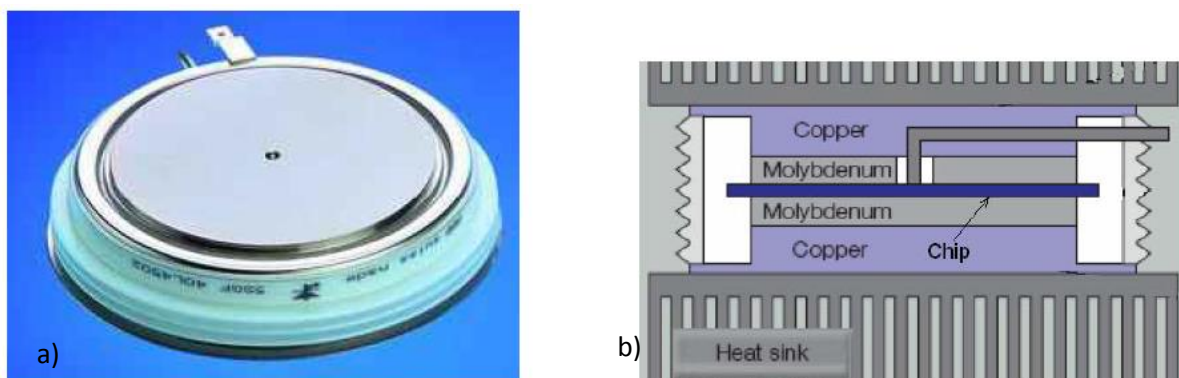


Figure I. 3: Photo (a) et vue en coupe (b) d'un module press pack [2]

Dans cet assemblage, les puces en silicium sont prises en sandwich par deux embases épaisses de molybdène ou de tungstène. Ces matériaux ont l'avantage de présenter des coefficients de dilatation thermique (CTE) suffisamment proches de celui du silicium (cf Figure I. 14) pour que les contraintes thermomécaniques exercées sur le silicium restent acceptables. Les bicouches silicium-molybdène ou

silicium-tungstène sont ensuite placées dans un boîtier dont les flasques en cuivre sont appliquées par pression aux zones de contact électrique.

I. 2. 2. b. Modules 3D

L'utilisation de fils *bonding* dans les structures 2D présentées ci-dessus peut causer des effets inductifs parasites et limite les possibilités de dissipation de la chaleur par la face avant. L'utilisation d'une dimension supplémentaire dans les structures est recherchée pour optimiser la dissipation et réduire les inductances parasites. La Figure I. 4 présente l'évolution de la structure plane vers une structure double face en explicitant les chemins conducteurs pour extraire la chaleur dans chaque type de structure.

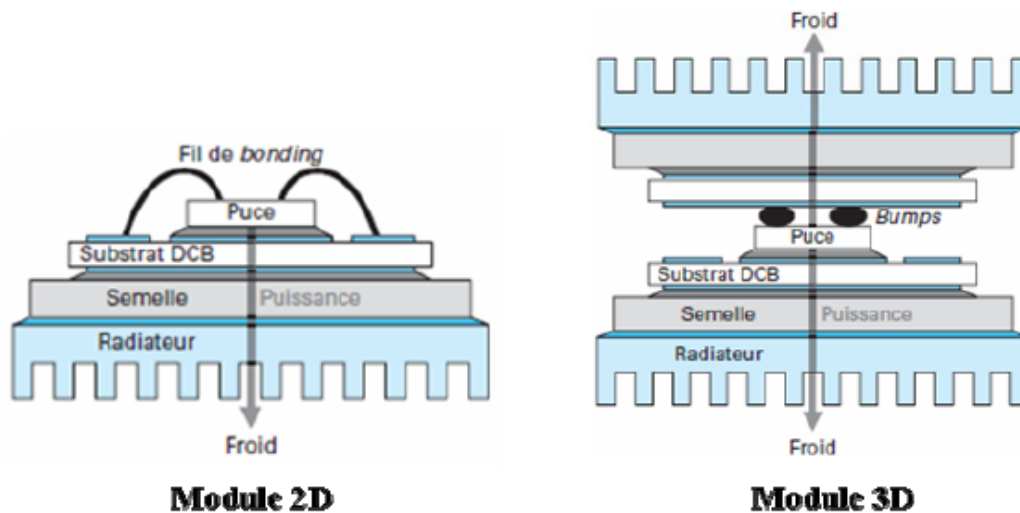


Figure I. 4: Flux thermique dans un module de puissance 2D et 3D [5]

Une seconde piste de développement concerne un assemblage avec connexions via des couches conductrices et isolantes [6]. La connexion par un dépôt métallique est une autre approche d'assemblage avec la suppression des fils de *bonding* [7]. La connectique est assurée par l'alternance des couches isolantes et conductrices sur les électrodes des composants. Ces couches métalliques, formées par des procédés chimiques, servent à la fois de conducteurs pour les connexions de puissance, de commande et pour l'interconnexion des puces. Ce mode de connexion est actuellement utilisé sous différentes formes, nous ne présentons ici que les deux principales : le "*Power OverLay*" [8] et l'"*Embedded Power*" [6].

La technique du *Power OverLay* a été proposée par General Electric en 2001 [7], comme présenté sur la Figure I. 5. Cette approche permet de remplacer sur la face supérieure des puces, les fils de connexion par une couche de cuivre (de 50 à 150 μm d'épaisseur) sur une couche de polyimide gravée suivant les connexions à réaliser. Les faces inférieures des composants sont brasées sur le substrat. La Figure I. 5 a)

présente une vue détaillée de l'assemblage sur le substrat céramique. Tandis que la Figure I. 5 b) montre l'assemblage final dans une structure avec refroidissement double face. Les performances électriques et thermiques obtenues par cette structure sont similaires à la technologie *Embedded Power*. Toutefois, la fiabilité de l'assemblage vis-à-vis des cycles thermiques reste encore à démontrer.

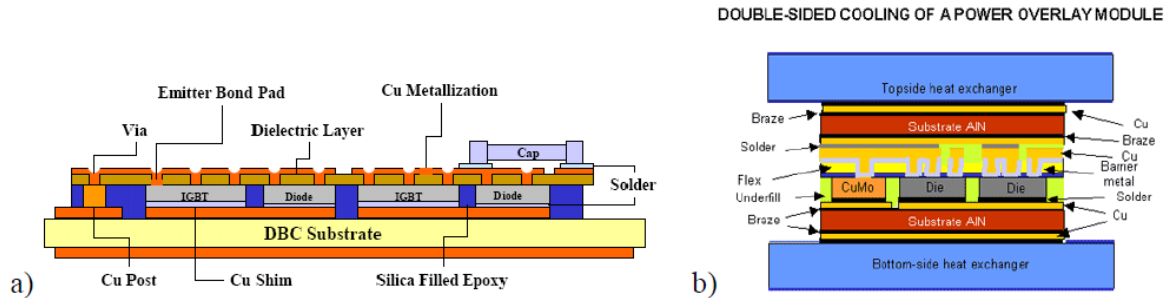


Figure I. 5: Vue en coupe de la technologie Power OverLay de General Electric [9], [10]

La technique de l'*Embedded Power* fait partie des approches proposées en 2004 par le CPES (*Center for Power Electronic Systems – Virginia Polytechnic Institute and State University*) [6]. La Figure I. 6 a) présente une description de ce type d'assemblage. Il consiste en l'encastrement par sertissage des puces dans une tranche de céramique. Les composants sont ensuite recouverts d'une couche diélectrique gravée pour laisser apparaître leurs électrodes, puis recouverts d'une couche métallique assurant les différentes connexions électriques. Les faces inférieures des composants sont brasées sur un substrat métallisé participant aux connexions électriques et à la conduction thermique vers le refroidisseur. Cet assemblage permet de se débarrasser des reports de connectiques en face avant. Les inductances parasites sont 10 fois inférieures à celle d'un module à *bonding* [11]. Mais comme pour la structure *Power Overlay*, la fiabilité de l'assemblage reste à démontrer. Compte tenu de la structure des assemblages et des différents CTE des matériaux utilisés, il y a de fortes probabilités que des défaillances thermomécaniques apparaissent.

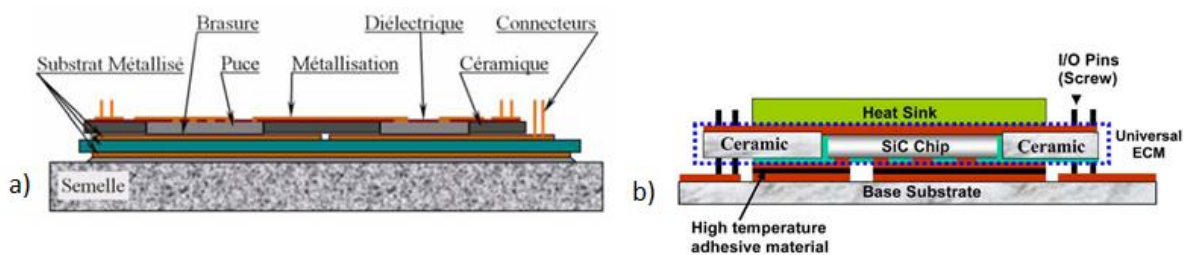


Figure I. 6: Présentation de la technologie Embedded Power [2] [12]

Les assemblages avec connexion par couches conductrices et isolantes présentent des caractéristiques électriques intéressantes. En effet, des connexions courtes réduisent les inductances parasites (> 10 fois). Elle permet une meilleure tenue en tension en séparant les métallisations inférieures et supérieures des puces par la couche diélectrique [13]. Dans cette structure refroidie par les deux faces (Figure I. 6 b)), une diminution de résistance thermique jusqu'à 40% pour un flux de liquide élevé a été obtenue en comparant avec une structure normale avec fil de bonding refroidie simple face [14]. Ces technologies

(Power Overlay et l'Embedded Power) conduisent à des densités d'intégration plus élevées par rapport aux précédentes. Toutefois, la fiabilité de ces deux structures n'a pas été rapportée. Le plus souvent, ce type de connexion est utilisé dans des assemblages hybrides, où leurs surfaces supérieures sont exploitées comme supports pour les composants du circuit de commande.

Enfin, la troisième grande catégorie concerne l'assemblage par brassage ponctuel. Dans cette famille, on retrouve différentes techniques de brasage comme la *Ball Grid Array* (BGA) [15], *Dimple Array Interconnect* (DAI) [4]. Ces deux technologies d'assemblage ont été proposées par le CPES en 2001 et 2004. La technique d'assemblage par brasage d'inserts a été proposée par le laboratoire PEARL en 2004 [11]. Ces trois méthodes d'assemblage se sont inspirées d'un procédé mis en place par IBM dans les années 1960 [4]. Celui-ci consistait en de petits blocs de brasure réalisant les différentes connexions dans les modules. Dans le cadre de notre thèse, nous nous sommes concentrés sur la technique de brasage d'inserts. Cette mise en œuvre consiste au brasage d'inserts de formes cylindriques ou sphériques (appelés *bumps*), brasés à la fois sur les électrodes des puces et sur la métallisation d'un substrat. La Figure I. 7 présente différentes vues d'un brasage d'inserts.

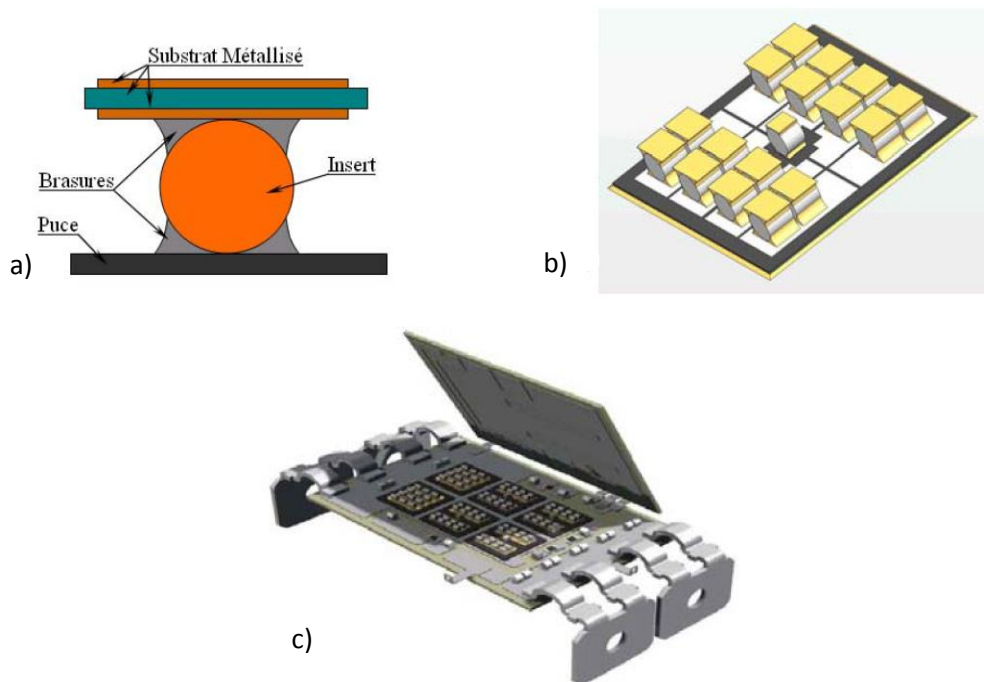


Figure I. 7: Représentation de la technique de brasage par inserts, a) Vue en coupe d'une connexion par brasage d'inserts, b) Répartition d'inserts sur une puce, et c) Vue d'un module de puissance avec connexion par brasage d'inserts [2]

La Figure I. 7 a) est un zoom sur un insert brasé entre le substrat métallisé et la puce. La Figure I. 7 b) montre la disposition des inserts sur une puce. Enfin, la Figure I. 7 c) est une vue d'ensemble de la répartition des différents inserts dans un module de puissance double face. Pour accroître la tenue du brasage, les métallisations des composants et des substrats sont recouvertes de finitions d'or et de nickel.

La connexion par brasage d'inserts présente une meilleure robustesse, malgré des dimensions plus importantes par rapport aux brasures de type BGA, mais conduit en un renforcement des contraintes mécaniques du fait de la présence de l'insert métallique [2]. Grâce à cette robustesse, la connexion par inserts métalliques a été parfois détournée comme connexion purement mécanique pour l'amélioration des assemblages. Cette technologie a permis dans un premier temps de mieux répondre à une des problématiques de l'électronique de forte puissance qui est la fiabilité, grâce à une meilleure tenue thermomécanique (fatigue des connexions). En effet, la durée de vie d'un insert est supérieure à celle d'un fil de *bonding* [11]. D'autre part, elle autorise de fortes intensités de courant en raison de sections plus importantes par rapport aux fils de câblage que l'on retrouve dans les modules classiques.

Du point de vue thermique, ces assemblages offrent la possibilité d'un refroidissement double face ainsi qu'une possibilité d'intégration multicouche tridimensionnelle. De plus, ce type de connexion conduit à de plus faibles inductances parasites (< 0.2 nH [4]). Ainsi, les faibles distances de connexion permettent de réduire le volume des assemblages, et de gagner ainsi en densité d'intégration. Lors d'une comparaison entre une structure *bonding* et par brasage d'inserts, il a été démontré une réduction de 55% du poids et 45% du volume [11]. Ce procédé d'assemblage reste toutefois délicat et son coût unitaire reste relativement élevé par rapport à un assemblage classique avec des fils de *bonding*.

En résumé, on privilégiera l'utilisation de la troisième dimension dans les modules de puissance afin d'extraire le flux de chaleur plus efficacement. L'utilisation de la troisième dimension permet aussi l'augmentation de la fiabilité des modules de puissance, la réduction des inductances et des chutes de tension, et la diminution du volume des modules. Ces structures permettent d'accompagner l'augmentation de la densité de puissance dans le domaine de l'électronique de puissance, tout en garantissant leur fiabilité.

I. 2. 3. Isolation dans les modules de puissance

I. 2. 3. a. Les substrats céramiques

En électronique de puissance, les substrats sont en général réalisés par un assemblage de céramique - piste conductrice. Sur ce substrat céramique/métal se logera la partie active (puce) du module. Cette technologie permet un compromis entre un maintien mécanique de l'ensemble, une excellente isolation électrique, et, grâce aux bonnes propriétés thermiques des céramiques utilisées, une gestion satisfaisante des flux thermiques, ce qui en fait la solution la plus utilisée dans les applications d'électronique de puissance. Le principal moyen d'extraction de la chaleur reste la conduction thermique entre la puce et le dissipateur via le substrat. Le substrat doit donc être un bon conducteur thermique afin de transférer le flux de chaleur issu des puces. Cette forte contrainte limite l'utilisation de matériaux polymères du fait de leur très faible conductivité thermique. Cependant, une méthode utilisant une couche de polymère existe (type substrat métallique isolé) mais celle-ci ne sera pas présentée dans le manuscrit. En plus de leurs fonctions de support mécanique et de conduction thermique, les céramiques doivent assurer une

isolation électrique entre la puce haute tension et le système de refroidissement à la masse. Les propriétés céramiques doivent donc présenter des champs de rupture de quelques dizaines de kV/mm, une faible conductivité électrique de volume et de surface (de manière à éviter le cheminement entre de pistes) [16].

Les matériaux les plus utilisés sont l'alumine (Al_2O_3), le nitrure d'aluminium (AlN) ou plus rarement le nitrure de silicium (Si_3N_4) et l'oxyde de béryllium (BeO). Dans le Tableau I. 1 ci-dessous, nous avons reporté les propriétés mécaniques, thermiques et électriques des céramiques les plus utilisées en électronique de puissance.

Tableau I. 1: Propriétés physiques des céramiques utilisé en électronique de puissance [17]

Propriétés	Al_2O_3	AlN	BeO	Si_3N_4
Module d'Young (GPa)	300-400	310	300-350	390-410
Contrainte à la rupture (MPa)	480-520	340-450	200-250	580-1140
Conductivité thermique (W/m.K)	13-25	140-200	200-250	30-110
Coefficient de dilatation thermique ($10^{-6}/^\circ\text{C}$)	7.5	4.8	9	3.2
Résistivité électrique à 300 K ($\Omega\cdot\text{m}$)	10^{14}	10^{14}	10^{14}	10^{13}
Permittivité (à 1MHz)	9-9.5	8.6	6.7	10.3
Pertes diélectriques (à 1MHz en 10^{-3})	0.7-2	0.5	0.2-0.4	14.3
Champ de claquage AC (kV/mm)	>22	>25	>20	>15

En comparant les propriétés mécaniques des céramiques sélectionnées, on constate que les valeurs du module d'Young de chacune sont sensiblement similaires. En revanche, pour la résistance à la rupture mécanique, les céramiques Si_3N_4 présentent les meilleurs résultats. Par opposition, les céramiques en BeO sont les moins résistantes. Concernant les propriétés thermiques, les céramiques en BeO présentent les meilleures propriétés et celles en Al_2O_3 sont les moins performantes. La conductivité thermique de l' Al_2O_3 est de 25 W/m.K avec un coefficient de dilatation thermique de $7.5 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$. Tandis que la conductivité des céramiques en BeO est de 250 W/m.K avec un coefficient de dilatation thermique de $9 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$. Les propriétés électriques des céramiques en Si_3N_4 présentent les caractéristiques les plus faibles. En effet, elles possèdent une permittivité relative et un facteur de pertes le plus élevé avec un champ de claquage inférieur. Au vu des différentes fonctions imposées aux substrats céramiques, les céramiques en BeO présentent le meilleur compromis. Toutefois, l'élaboration des céramiques en BeO est sous contrôle strict en raison de la toxicité des poudres (cancérigène). Leur industrialisation, trop contraignante, a conduit à l'utilisation d'autres matériaux. L' Al_2O_3 reste le matériau le moins onéreux, couramment utilisé dans les applications de faible puissance pour lesquelles le facteur économique est

important et où la densité de puissance dissipée par les puces est relativement faible comme dans le secteur de l'automobile [18], [19]. Le nitrure d'aluminium est utilisé dans le domaine des fortes puissances où la dissipation de chaleur par le substrat est importante comme dans le ferroviaire ou la marine. En aéronautique, les substrats Si_3N_4 sont préférés pour leurs propriétés mécaniques supérieures leur permettant de mieux supporter les contraintes induites par les fortes amplitudes de cycles thermiques.

Différents procédés d'élaboration des substrats existent. Nous nous concentrons sur les deux principaux. Le premier consiste en de l'activation de surface, cette technique est appelée « *Direct Bonding Copper* » (DBC). La Figure I. 8 représente le processus d'élaboration des substrats métallisés par cette méthode pour des céramiques Al_2O_3 (colonne de gauche). L'assemblage est réalisé par l'inter-diffusion entre l'oxyde de cuivre et la céramique. Une fine couche d'oxyde de cuivre est formée en surface du cuivre. Ensuite, l'ensemble est thermo-compressé sous N_2 à 1065°C , qui correspond à la température de l'eutectique du Cu/O pour former un joint présentant une forte adhésion. Dans le cas de l'AlN (colonne de droite) une étape préliminaire sur la céramique est nécessaire. Cette phase consiste en l'oxydation de la céramique AlN à une température de 1200°C .

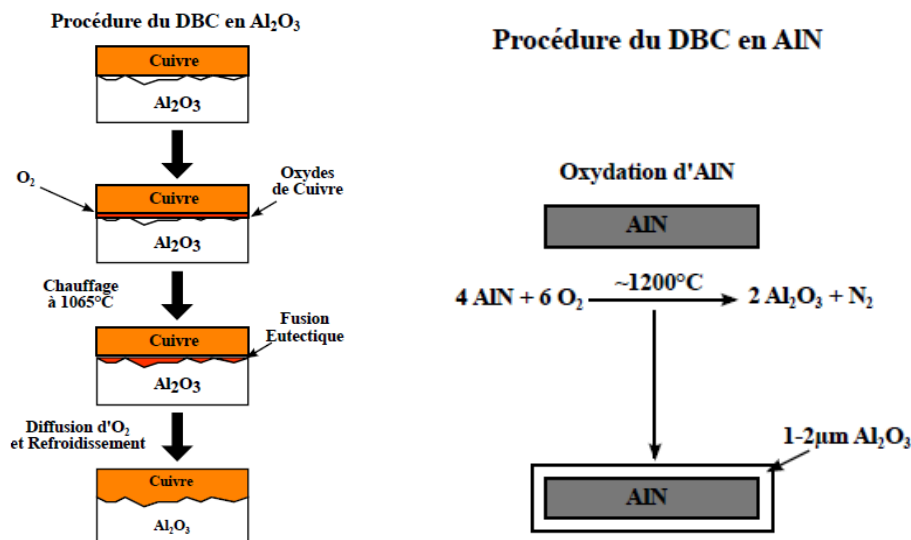


Figure I. 8 : Procédé de fabrication d'un DBC Al_2O_3 (à gauche) et AlN(à droite)[20]

La seconde technique d'assemblage consiste en l'utilisation d'une couche d'alliage à base de titanate. La Figure I. 9 représente le procédé d'élaboration d'une céramique métallisée par le procédé Active Metal Brazing (AMB) [21]. Ce procédé d'élaboration repose sur la technologie de sérigraphie. Un premier alliage composé d'argent – cuivre – titane est déposé. Ensuite les plaques de cuivre sont rapportées de part et d'autre de la céramique. L'ensemble est recuit à 900°C . Une étape de gravure sélective est ensuite réalisée à l'aide d'une résine photosensible[22]. La dernière étape de ce procédé est un dépôt de finition Nickel ou Or suivant les applications.

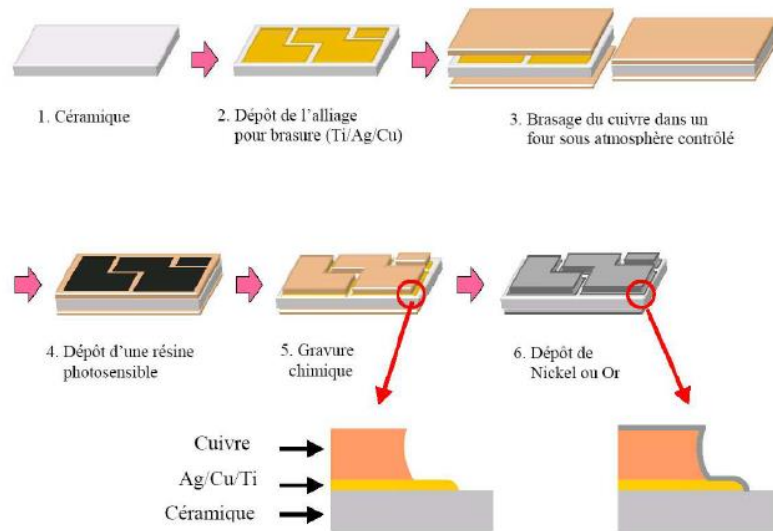


Figure I. 9 : Procédé de fabrication d'un substrat métallisé par la méthode AMB [21]

Le prix des substrats DCB AlN est plus élevé d'un facteur 2 à 3 comparé à un DCB Al₂O₃, notamment en raison de l'étape supplémentaire que constitue l'oxydation de la céramique [19]. Mais ce surcoût est compensé par leur conductivité thermique bien supérieure à celle de l'Al₂O₃, respectivement de 180 W/m.K pour l'AlN, contre 25 W/m.K pour l'Al₂O₃ [23]. Il a ainsi été démontré que son utilisation pouvait, dans certains cas, réduire de près de 50% l'excursion thermique lors d'un cyclage actif [24]. L'étape technologique supplémentaire dans la réalisation des substrats DCB AlN ne semble pas les rendre plus fragiles que les substrats DCB Al₂O₃. En effet, des tests ont montré leur bon comportement à très haute température (> 200 heures à 350°C), sans dégradation de l'attache de la métallisation [25]. L'utilisation de substrats à base de diamant commence aussi à voir le jour en laboratoire, la conductivité thermique inégalée (2000 W/m.K pour le diamant naturel et entre 700-1600 W/m.K pour le diamant synthétique CVD), permet en effet une bonne évacuation de la chaleur [26], [27].

Nous venons de voir les principales méthodes utilisées pour assembler les céramiques avec des pistes conductrices, ainsi que les différentes fonctions des substrats métallisés. Intéressons-nous maintenant à l'autre système d'isolation se situant au-dessus de la puce qui est l'encapsulation de volume.

I. 2. 3. b. Les polymères

L'encapsulation de volume a pour rôle de renforcer l'isolation électrique de la puce. Puis, de la protéger de l'humidité et de l'oxydation provenant de l'air ambiant. Les caractéristiques principales que doit présenter cette encapsulation sont : un champ de rupture de quelques dizaines de kilovolts, être capable de supporter des températures jusqu'à 200°C (voire au-delà), et de ne pas exercer de contrainte mécanique sur les différentes connectiques du module (par exemple: les fils de *bonding*). Peuvent être aussi utilisées, soit des encapsulations avec des matériaux solides [28] soit des gaz [29]. L'isolation

gazeuse présente de nombreux avantages pour l'encapsulation à très haute température ($>300\text{ °C}$) [29], mais cette technique onéreuse n'est pas utilisée pour le moment dans les modules de puissance. Dans le cas des matériaux solides, ceux qui sont le plus largement utilisés pour effectuer cette fonction d'encapsulation sont les polymères (gel silicone, époxy, ...). Les encapsulations avec des époxy rigides en sont au début de leur développement [30], [31] et pourraient représenter des avantages car elles peuvent assurer également la fonction boîtier, et cela en une seule étape de fabrication. Malheureusement, ce matériau présente un inconvénient majeur pour l'encapsulation : ce sont des matériaux rigides, il faut donc prendre en compte les coefficients d'expansion thermique des différents matériaux. Dans le milieu industriel, l'encapsulant le plus couramment utilisé reste le gel silicone.

La plupart de ces gels silicones sont soit mono, soit bi-composants et peuvent, soit polymériser à température ambiante, soit nécessiter un cycle de polymérisation. L'encapsulant silicone utilisé dans les modules de puissance se présente initialement sous forme liquide [21]. Son choix est le fait d'un compromis:

- Chimique : certains matériaux sont incompatibles car leur polymérisation peut être inhibée au contact d'autres matériaux,
- Procédés : la mise en œuvre de ces gels silicones est une étape délicate, celle-ci est représentée sur la Figure I. 10. Tout d'abord, le remplissage des modules se fait généralement à une pression de 1 mbar, afin de diminuer le nombre de bulles d'air incorporées lors du remplissage. Lors du cycle de polymérisation, l'ensemble des matériaux du module de puissance peut interagir avec le gel silicone. Pour éviter cela, il est souhaitable de dégazer auparavant les éléments mis en contact avec le gel. Enfin le cycle de polymérisation est réalisé. La maîtrise de ce procédé de fabrication est donc nécessaire afin que l'isolation présente le moins de défaut dans le volume. En effet, les bulles d'air résiduelles sont des lieux propices aux décharges partielles pouvant provoquer une réduction de la tenue en tension et un vieillissement prématuré du module de puissance. Nous reviendrons sur la définition et l'importance de ce phénomène de décharges partielles dans la suite de ce chapitre
- Thermiques : les cycles thermiques engendrent, quant à eux, la dilatation au cours du fonctionnement du module, induisant des contraintes sur les autres matériaux. Afin de pallier ce problème, les fabricants prennent soin d'utiliser des connectiques souples à l'intérieur du module afin de laisser des degrés de liberté.

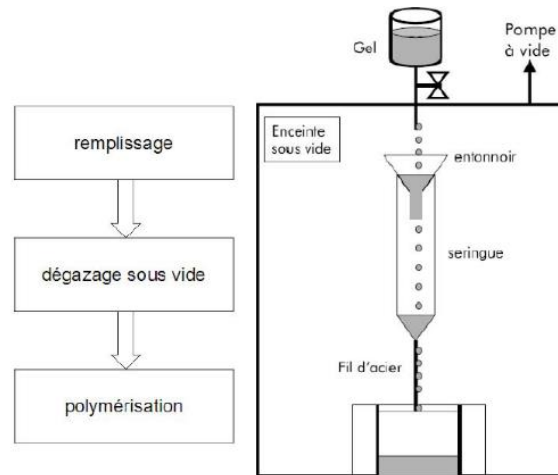


Figure I. 10: Procédé d'encapsulation des modules de puissance avec du gel silicone [32]

Dans cette section, nous venons de présenter les matériaux utilisés pour effectuer l'encapsulation de volume. Le matériau couramment utilisé est le gel silicone, dont nous avons présenté le procédé de mise en œuvre dans un module. Nous allons maintenant nous intéresser aux contraintes appliquées aux différents matériaux isolants lors du fonctionnement d'un module de puissance.

I. 3 Mécanismes de défaillance dans les modules de puissance

Avant de présenter en détails les différents mécanismes de défaillance, il est important de définir ce qu'est une défaillance. La défaillance est la fin d'une aptitude à accomplir une fonction requise ; c'est le passage de l'état de fonctionnement à l'état de dysfonctionnement. On distingue sa cause (circonstance ayant entraîné la défaillance), de son mécanisme (processus ayant entraîné la défaillance) et du mode de panne associé (un des états possibles d'une entité en panne pour une fonction requise). Ainsi, la défaillance est la conséquence d'un mécanisme de dégradation, active à partir d'un seuil critique et peut être d'origine électrique, mécanique ou encore chimique.

La Figure I. 11 donne l'évolution typique du taux de défaillance pour un système en fonction du temps de fonctionnement sous contraintes. Cette courbe est dite « en baignoire ». Elle fait apparaître trois familles de défaillance, selon la durée de fonctionnement [33] :

- défaillances précoces,
- défaillances aléatoires,
- défaillances d'usure.

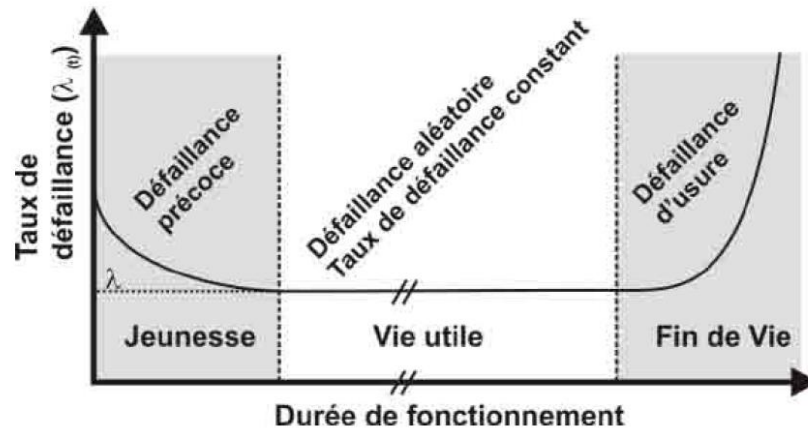


Figure I. 11: Evolution du taux de défaillance instantanée au cours de la vie d'un dispositif [33]

Les défaillances précoces caractérisent la période dite de jeunesse du dispositif. Le taux de défaillance est décroissant avec le temps d'utilisation sous contraintes. C'est le cas le plus souvent des défaillances induites par un défaut de fabrication, un mauvais transport ou une utilisation anormale du dispositif. Au cours de la vie « utile » (défaillances aléatoires), le taux de défaillance est constant. Il est donc indépendant de la durée d'utilisation sous contraintes du dispositif. Les défaillances d'usure caractérisent la fin de vie du composant. Le taux de défaillance augmente avec le temps d'utilisation sous contraintes du dispositif. C'est le cas du vieillissement du produit, correspondant à la zone de détermination de sa durée de vie.

Les modes de défaillance dans les modules de puissance peuvent être répertoriés en deux grandes familles : thermomécaniques et électriques. Nous commencerons par présenter les défaillances thermomécaniques, en expliquant l'origine des cycles thermiques induits sur l'assemblage et l'effet de la thermique sur les matériaux isolants. Puis, nous exposerons les défaillances liées à ces mécanismes de défaillance (thermomécaniques et thermiques). Enfin, comme précédemment nous présenterons l'origine des défaillances électriques notamment sur l'apparition de décharges partielles. Nous illustrerons nos propos en montrant des études effectuées sur les assemblages.

I. 3. 1. Défaillances thermomécaniques

Intéressons-nous d'abord aux raisons conduisant aux différents modes de défaillance thermomécaniques. Les défaillances thermomécaniques sont dues à des cycles thermiques actifs (fonctionnement de la puce) ou passifs (température d'environnement du module). La Figure I. 12 représente les pertes à l'ouverture et à la fermeture de la puce. Pour maximiser le rendement de conversion, les puces fonctionnent en commutation. Toutefois, les semi-conducteurs n'étant pas parfaits, ceux-ci vont engendrer des pertes, lors des phases de conduction et de commutation (chute de tension à l'état passant, commutations non instantanées responsables de pertes par commutation). Ces pertes vont avoir pour conséquence l'augmentation de la température de la puce et pas par suite des autres éléments

du module. Les modules de puissances étant actuellement noyés dans un gel d'encapsulation mauvais conducteur thermique, le principal moyen d'extraction des calories reste la conduction thermique entre les puces et le dissipateur via le substrat.

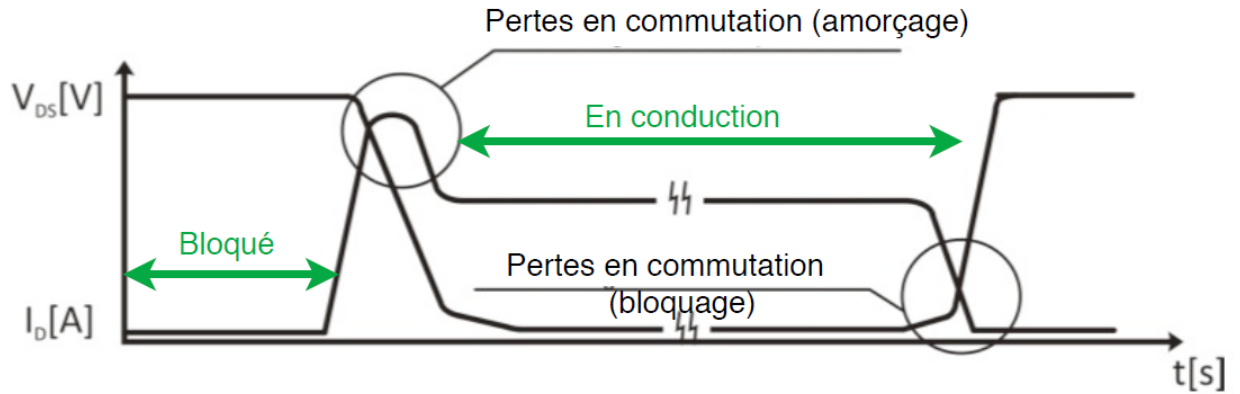


Figure I. 12: Pertes en commutation à l'état bloqué et passant d'une puce [34]

Le second type de cyclage thermique est dû à l'environnement d'utilisation. La Figure I. 13 représente un cycle d'utilisation d'un convertisseur (<5kW) placé sur le réacteur d'un avion. Dans le pire des cas, les fortes contraintes thermiques environnementales entraînent des variations de la température ambiante entre -55°C et +200°C, avec des vitesses d'évolution de la température de l'ordre de $\pm 10^\circ\text{C}/\text{min}$ [33].

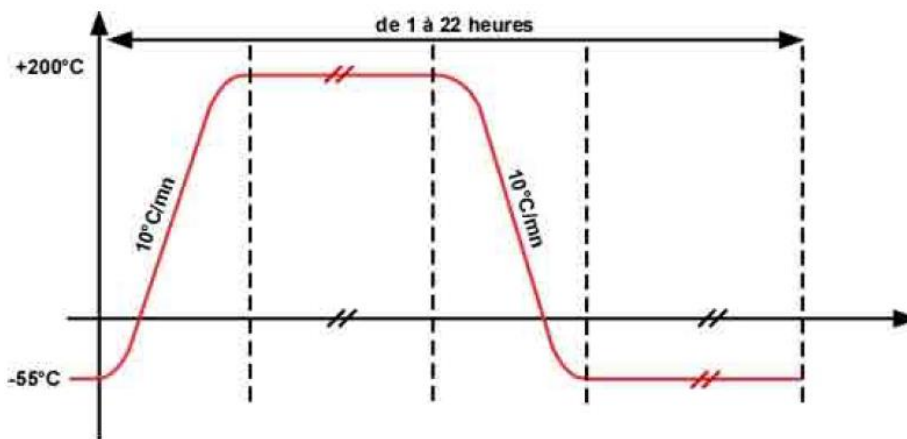


Figure I. 13: Profil de température environnemental dans le secteur aéronautique [33]

Afin de réduire les contraintes induites lors des cycles thermiques, il serait opportun d'employer des éléments ayant des coefficients d'expansion thermique (CTE) très proches de celui du silicium (4,1 ppm/°C), élément de base des semi-conducteurs. Dans la réalité, les éléments constituant le module (substrat, pistes conductrices, semelle, brasures, ...) ont des CTE qui peuvent être très éloignés les uns des autres (Figure I. 14), ce qui provoque des contraintes mécaniques et par la suite des déformations substantielles des modules de puissance. Les valeurs sont représentées en rouge sur la figure ci-dessous.

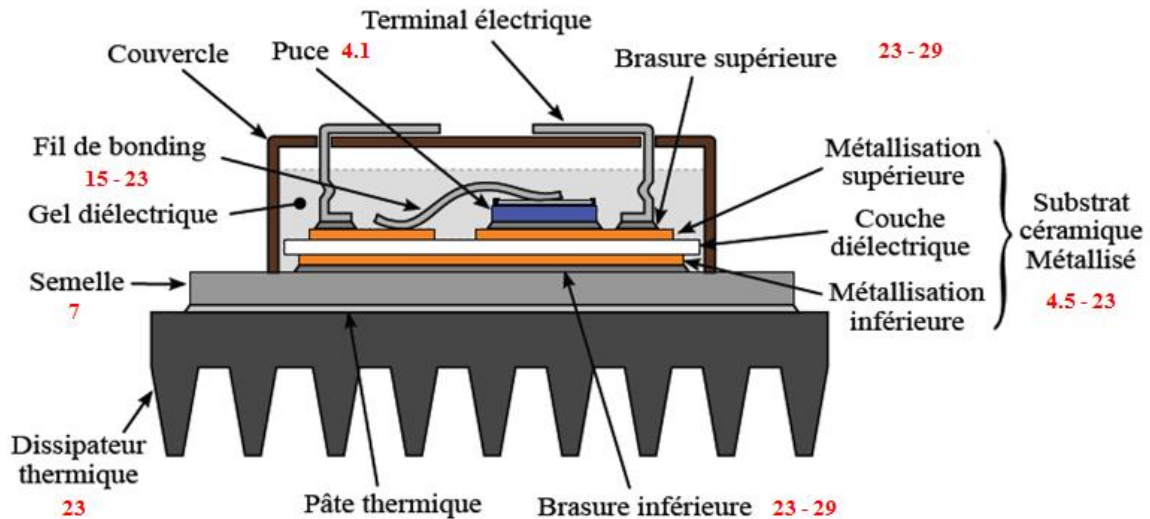


Figure I. 14: Valeurs des CTE pour différents matériaux à 25°C [1] [35], [36]

Les variations de température sont donc critiques puisque ces matériaux présentent des coefficients de dilatation thermique différents. De la dilatation des matériaux résultent des contraintes thermomécaniques aux contacts entre les différentes couches du module. Au niveau des interconnexions de type brasure, assemblages moléculaires, ou eutectiques, on trouve les contraintes les plus fortes aux bords avec des conséquences qui peuvent aller jusqu'au délaminage ou à l'apparition de fissures.

La Figure I. 15 montre les effets d'une élévation de température sur un assemblage de deux matériaux dont les CTE sont différents. Le coefficient de dilatation thermique du matériau composant les couches est noté α et exprime l'expansion du volume du matériau à une élévation de température. La Figure I. 15 a) montre l'absence de contrainte lorsque l'assemblage est à la température de repos (celle à laquelle les deux matériaux ont été assemblés). La Figure I. 15 b) indique la nature des contraintes dues à un échauffement et la Figure I. 15 c) à un refroidissement.

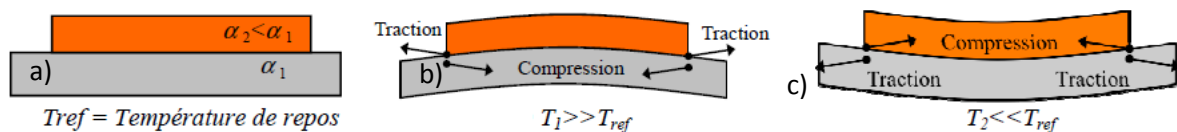


Figure I. 15: Déformations et contraintes à l'interface d'un assemblage hétérogène

Les déformations précédemment décrites peuvent provoquer des fissures, décollements, voire ruptures de certains éléments (pistes, substrat...). La Figure I. 16 représente la simulation des efforts mécaniques induits par des cycles thermiques sur un substrat DBC AlN/Cuivre. La Figure I. 16 a) montre la géométrie de la structure étudiée par la méthode des éléments finis (MEF). Le calcul et la visualisation du champ de contraintes principales dans le substrat sont représentés sur la Figure I. 16 b). La simulation du procédé d'assemblage (DCB) de [37] montre que les contraintes maximales se situent sous l'empreinte de la métallisation supérieure. Ce champ de contraintes semble indiquer que la rupture partira de manière préférentielle des bords de la métallisation.

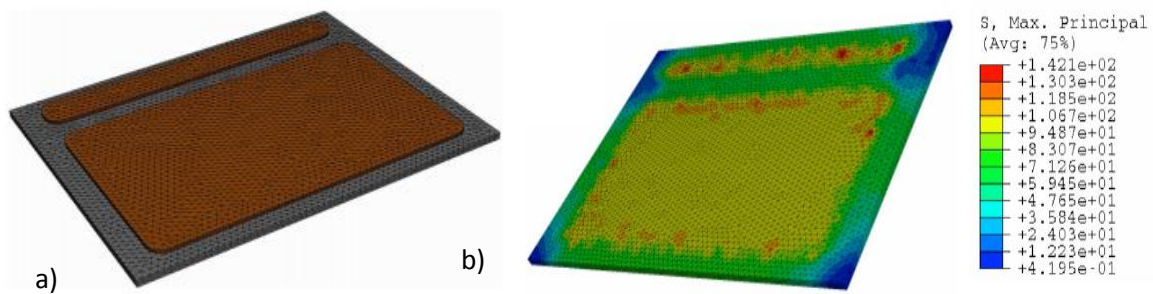


Figure I. 16: Représentation d'un substrat DBC, a) Modèle géométrique du substrat métallisé modélisé et b) champ de contraintes principales maximales dans le substrat (MPa) après 2 cycles [37]

Le mode de défaillance le plus courant dans les modules de puissance est la dégradation des brasures. La brasure est utilisée dans deux endroits différents : pour les liaisons puce - substrat et substrat - semelle. Il existe deux mécanismes de défaillance sur les brasures : les phénomènes de délamination et de formation des trous. Dans ce qui suit, nous nous intéressons au premier phénomène lié au vieillissement engendré par un cyclage thermique. Le second problème est lié au processus de brassage. Le phénomène de délamination apparaît à la périphérie de la brasure et se propage ensuite vers le centre lorsque la brasure est soumise à des cycles thermiques [38], [39]. La Figure I. 17 illustre une photographie par microscopie acoustique de l'état des brasures substrat en AlN-semelle en cuivre d'un module de forte puissance, après 43000 cycles d'injection de puissance (les parties sombres correspondent aux zones saines et les parties plus claires aux zones dégradées).

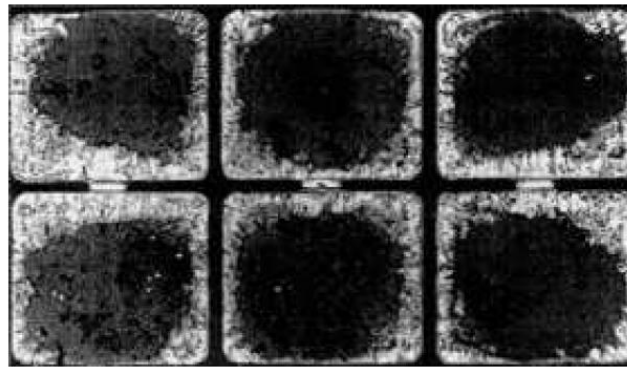


Figure I. 17: Dégradation des brasures après 43000 cycles [40]

Nous venons de présenter l'effet du cyclage thermique sur les défaillances des substrats métallisés, mais d'autres phénomènes thermomécaniques apparaissent dans les modules de puissance, comme la fissuration [41] ou le décollement de fil de bonding [42] [43]. Cependant, ces phénomènes thermomécaniques ne seront pas abordés dans le manuscrit.

Intéressons-nous maintenant aux effets de la température sur les matériaux isolants dans les modules de puissance. Avec l'arrivée de nouveaux semi-conducteurs grands gaps, les systèmes d'isolation (substrats métallisés et encapsulation) seront soumis à des températures de fonction plus élevées.

Les céramiques, largement utilisées en électronique de puissance pour leur bonne conductivité thermique par rapport aux autres isolants, ne posent pas de problème au niveau de la tenue en

température qui peut dépasser généralement 1000 °C. De même, les métaux utilisés peuvent supporter la température en les protégeant contre l'oxydation. En revanche, concernant l'encapsulation qui est en général un gel silicone, leur utilisation est limitée à des températures maximales inférieures à 260°C. Notons que ces limites en température restent des valeurs basées sur les propriétés mécaniques et sont donc à vérifier du point de vue électrique. Peu d'études sur ce point ont été publiées à ce jour, mais des tenues en température bien inférieures peuvent survenir, comme montré dans le cas du « Nusil EPM 2421 » pour lequel une dégradation électrique complète en 140 heures à 220°C est rapportée [44]. Dans son étude [28] définit des critères d'utilisation des gels silicones pour des modules haute température (> 260°C). L'auteur en conclut qu'il faut les mêmes propriétés électriques pour un module fonctionnant en haute température qu'un module classique. A part la dégradation thermique, un autre problème qui cause la fatigue de l'encapsulant est l'apparition de décharges partielles sous tensions élevées qui réduit significativement le temps de vie de l'isolant et par la suite celle du module. Nous aborderons ce phénomène dans le paragraphe suivant.

I. 3. 2. Défaillances électriques

Nous allons étudier les défaillances électriques sur les matériaux isolants du module induites par le fonctionnement de la puce. La contrainte électrique concernant la densité de courant circulant dans les pistes conductrices induisant une électro-migration ne sera pas présentée. Dans le cas des matériaux isolants, le mécanisme de défaillance amorcé par la tension d'utilisation est l'apparition de décharges partielles [45].

Nous commencerons par présenter l'origine des décharges partielles, puis nous présenterons les zones critiques des modules de puissance (champ électrique intense). Enfin, nous finirons cette partie par les différentes études effectuées concernant leur localisation et les techniques de détection utilisées.

Le terme 'décharge partielle' est défini par la norme IEC 60270 comme une décharge électrique localisée, qui ne traverse que partiellement un isolant compris entre deux électrodes. En général, les décharges partielles apparaissent sous l'effet d'un fort champ électrique dans des matériaux diélectriques solides, liquides ou gazeux présentant un défaut (bulle ou vacuole). Le phénomène de décharge est dû à la rupture du gaz occlus dans le défaut. Ces décharges sont dites partielles car elles ne court-circuitent pas l'ensemble de l'isolation. L'extension de la décharge est limitée soit parce que le champ électrique local n'est pas suffisant pour provoquer sa propagation totale, soit parce que la propagation est bloquée par un isolant dont le champ de claquage est plus élevé. Les études menées sur les modules de puissance se concentrent généralement sur l'apparition des décharges à l'intérieur des matériaux isolants et à leurs interfaces avec des métallisations. La Figure I. 18 représente une cavité dans un matériau diélectrique pouvant entraîner des décharges partielles.

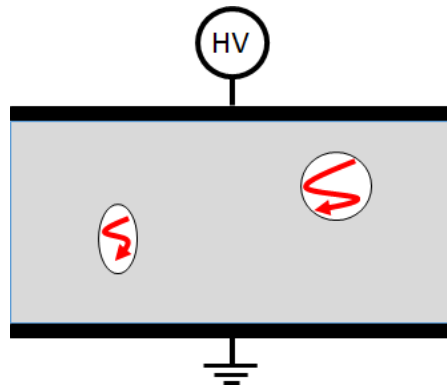


Figure I. 18: Décharges partielles dans un matériau diélectrique

Le développement des DP sous tension alternative dans un isolant peut être décrit simplement en utilisant un schéma équivalent de capacités. La Figure I. 19 présente une section transversale d'un diélectrique d'épaisseur d comportant une cavité de forme sphérique d'épaisseur t . La cavité est modélisée par la capacité C_c , la partie du diélectrique en série avec la cavité est représentée par la capacité C_b ; alors que la capacité C_a représente la partie saine restante du diélectrique.

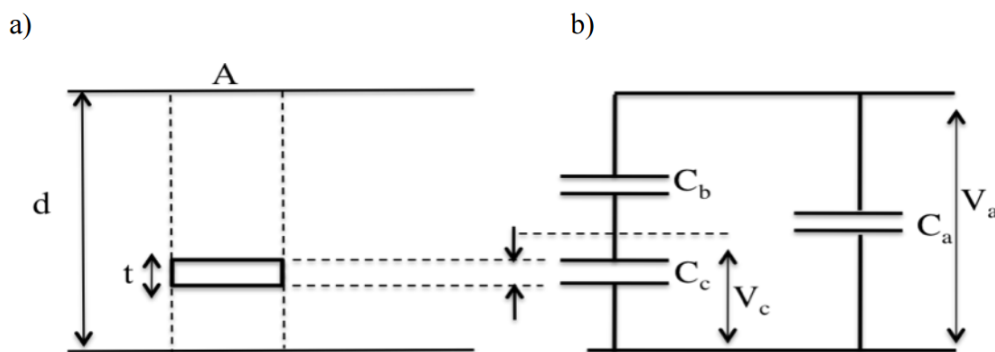


Figure I. 19: Représentation schématique (a) et représentation équivalente (b) de type circuit de l'existence d'une décharge dans un isolant solide [127]

De manière générale, ces décharges se produisent lorsqu'une tension seuil est appliquée aux bornes d'un défaut, à l'intérieur du gaz qui est occlus. Les gazs ayant des permittivités et des rigidités diélectriques inférieures à celles des matériaux solides isolants, l'application d'une différence de potentiels électriques suffisante peut provoquer des décharges localisées dans les inclusions gazeuses. La valeur seuil est déterminée en fonction de la nature du gaz à partir de la courbe de Paschen. La Figure I. 20 représente la tension d'apparition des décharges en fonction du produit pression-distance dans l'air. Dans le cas d'une pression atmosphérique et pour une cavité de $8 \mu\text{m}$ de diamètre, la tension seuil d'apparition des décharges partielles (DP) est de 306V. Nous avons reporté dans l'Annexe 2 « Mesures électrique », les différentes signatures des décharges partielles.

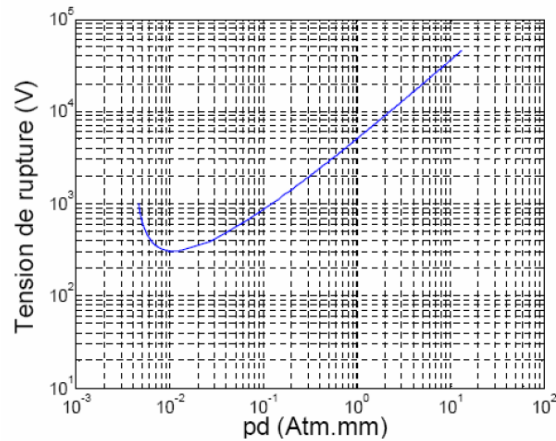


Figure I. 20: Courbe de Paschen dans l'air[16]

Les décharges partielles ont été très étudiées dans le domaine des matériaux diélectriques, notamment les films isolants (polypropylène) utilisés dans les condensateurs plastiques, les gaines d'isolation des câbles de transport d'énergie électrique, etc. Avec le temps, ces décharges répétitives conduisent à la carbonisation du matériau, la génération de gaz corrosifs comme l'ozone, des protoxydes d'azote (NO_x), des dégagements locaux de chaleur, ou encore l'émission de rayonnement à haute énergie (ultraviolets, rayons X). Ces éléments participent à une dégradation localisée du matériau diélectrique (dégradation chimique et thermique, érosion...) et donc à l'agrandissement de ces inclusions gazeuses conduisant à long terme, à la perforation de l'isolant. Ces perforations débouchent sur la création de canaux conducteurs à travers l'isolant, le menant irréversiblement vers sa rupture diélectrique (Figure I. 21).

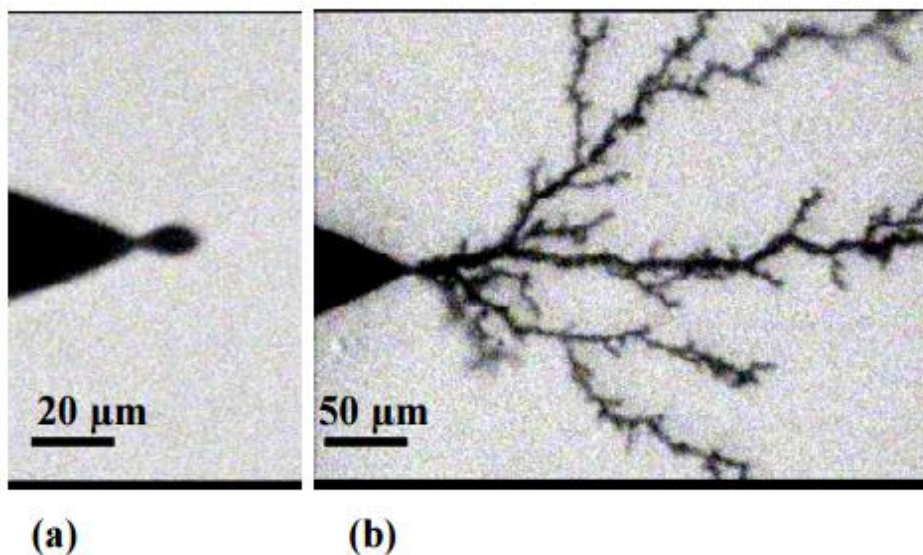


Figure I. 21: Photographie a) de la création de l'arborescence ($V=13\text{kV}$), b) de l'arborescence dans un matériau isolant ($V=17\text{kV}$) [46]

Intéressons-nous maintenant aux effets des décharges partielles sur les matériaux isolant d'un module de puissance. La Figure I. 22 a) présente la répartition du potentiel entre deux pistes dans une structure similaire au module de puissance. La Figure I. 22 b) représente l'évolution du potentiel et du champ électrique sur un substrat DBC. Avec cette représentation, nous observons une répartition non homogène

des équipotentielles dans la structure. Il y a une forte concentration des équipotentielles à proximité de la métallisation portée à la haute tension. Cela aura pour effet d'accroître le champ électrique au point triple. Dans le cas de la modélisation d'un module 6,5 kV, Duchesne [47] a estimé une valeur de champ électrique à proximité de l'électrode au potentiel, d'environ 40 kV/mm pour un potentiel appliqué de 6,5 kV. Ce renforcement de champ aura des effets néfastes sur l'isolation électrique, notamment en favorisant l'apparition de décharges partielles. Malgré toutes les améliorations amenées par les structures 3D, celles-ci présentent des inconvénients. En effet, la réduction du volume et/ou l'augmentation de la densité de courant vont solliciter d'autant plus les différents matériaux de l'isolation électrique à l'intérieur des modules. La conséquence est que les contraintes imposées aux isolants seront plus sévères, et plus particulièrement le renforcement de champ électrique aux points triples.

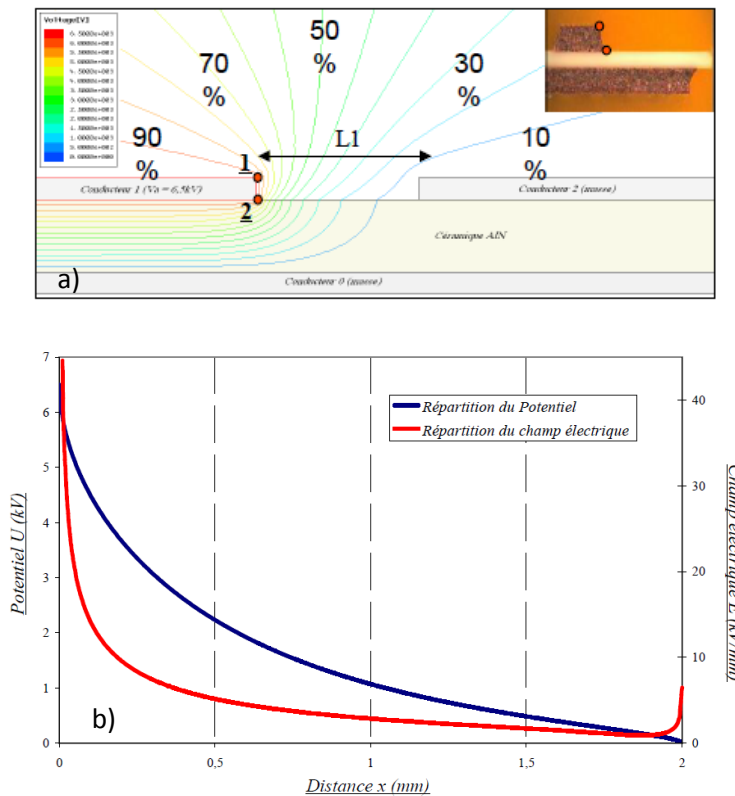


Figure I. 22: Champ électrique dans une cellule élémentaire, a) la répartition du potentiel et du champ dans un espace inter-électrodes, et b) Répartition du potentiel à l'intérieur du module [47]

Ce phénomène se développe également dans les substrats céramiques utilisés dans les modules de puissance, pour des tensions supérieures à 1 kV [48]. Outre la qualité des isolants utilisés, la tenue des substrats métallisés aux décharges partielles dépend du dessin de la métallisation et de son report sur

l'isolant. Comme l'ont montré les analyses de défaillances réalisées sur les modules de puissance, les dégradations dues aux décharges partielles sont localisées à la périphérie des métallisations.

Le fabricant de modules de puissance EUPEC [49], [50] utilise les mesures de DP afin d'estimer la qualité du système d'isolation. En 1996, ils ont remplacé les céramiques en Al_2O_3 par des céramiques en AlN. Ils ont pu observer une augmentation du seuil d'apparition des DP ainsi que leur nombre dont la charge est inférieure au seuil défini par la norme IEC 1287 (10 pC) [50]. Le substrat céramique et le gel silicone sont les principaux sites d'apparition de DP, et le gel utilisé dans le module est fortement dégradé par l'activité des DP [51]. L'influence de divers paramètres tels que le processus de gravure, les dimensions et forme de la métallisation ont également été étudiés sur le phénomène de DP.

Le travail de Mitic *et al.* a reposé sur des mesures de DP sur des substrats d'AlN métallisés sur chaque face, et immergés dans un gel silicone [39], [52]. La mesure des DP est réalisée par une méthode classique reposant sur un couplage capacitif [45]. D'autre part, la localisation des DP est effectuée par une caméra optique. Ces expériences ont montré que la principale zone d'activité des DP est la périphérie de la métallisation. La Figure I. 23 montre la localisation des DP sur un substrat métallisé pour une tension de 7 kV sinusoïdale. Dans des simulations de répartition de champ électrique Mitic *et al.* [52] montrent très clairement que les bords des métallisations constituent un lieu privilégié de génération de décharges. En effet, les angles des métallisations sont des zones de renforcement du champ [53], [54]. L'utilisation de métallisations avec des formes comportant le moins d'angles vifs possibles permet de minimiser les pics de champ électrique [55], et donc de réduire l'activité de DP [52].

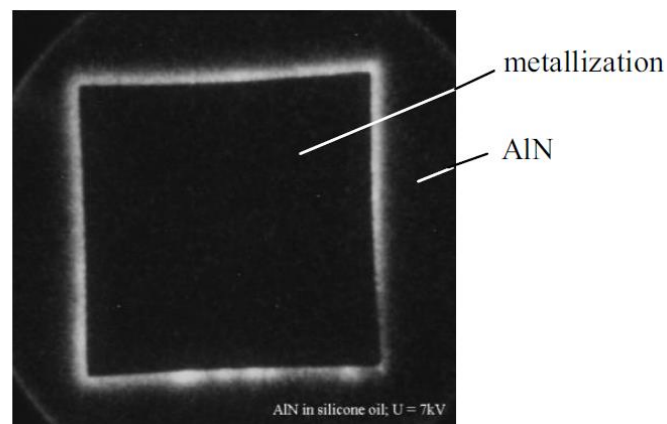


Figure I. 23: Localisation de la lumière émise par les DP sous une tension de 7 kV [53]

Dans ces conditions expérimentales, Berth, en utilisant des signaux acoustiques, a conclu que la source des DP correspond à des cavités à l'interface de la métallisation et du gel en raison d'une faible adhésion [56]. Dans son étude, il explique qu'il y a présence de petites bulles de gaz dans le gel. Elles sont générées lors de son incorporation, et constituent également une autre cause possible de DP. Berth conclut ainsi que le bord de la métallisation constitue le point le plus faible du système d'isolation [56]. Ebke *et al.* ont étudié les DP dans le gel soumis à deux types de contraintes: en champ uniforme dans une configuration plan-plan et en champ divergent avec une structure pointe-plan [55] sous tension

alternative sinusoïdale à 50 Hz. À partir de la distribution des DP dans la phase, les auteurs concluent qu'en champ divergent, les DP sont associées aux faibles rayons de courbure de la pointe alors qu'en champ uniforme l'apparition des DP est liée aux cavités susceptibles d'apparaître lors de la fabrication du gel.

Les différentes études menées par Fabian *et al.* concernant les mesures de DP dans des modules de puissance haute tension (jusqu'à 6,5 kV), sous tension alternative en utilisant des outils de caractérisation électrique et optique, ont permis de conclure sur l'origine des sources de DP [57], [58]. De cette étude, deux localisations de DP existeraient. Une des causes possibles de l'apparition des DP est la présence de cavités à l'interface substrat/métallisation et/ou à l'intérieur du substrat céramique. La seconde est due à la forme acérée du bord de la métallisation. La Figure I. 24 représente la localisation des DP sur un substrat à l'angle des métallisations.

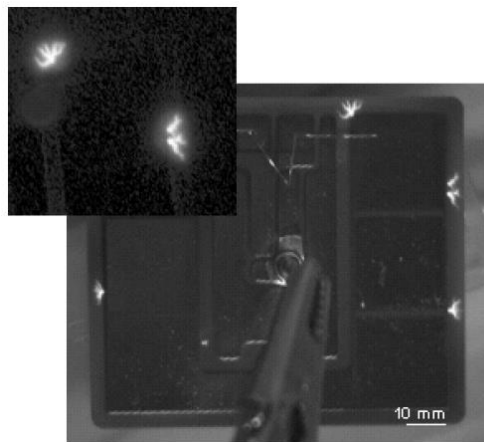


Figure I. 24: Apparition des DP dans l'air pour une tension de 9kV à la périphérie de la métallisation [58]

Les différentes études menées par Vu [59] concernant les mesures de DP pour l'encapsulation des modules de puissance, sous tension alternative en utilisant des outils de caractérisation électrique et optique ont permis de mettre en évidence les tensions d'apparitions des DP ainsi que, l'émission de la lumière en fonction de la tension appliquée. Sur la Figure I. 25, nous avons une représentation de la lumière émise pour un substrat d'AlN encapsulé dans un gel silicone. Comme dans le cas de la Figure I. 24, les décharges se concentrent sur la périphérie des métallisations. Lors de son étude l'auteur a effectué une étude de reproductibilité du seuil d'apparition des décharges dans le cas d'un substrat AlN métallisé encapsulé par un gel silicone. Il en résulte une tension moyenne d'apparition des DP de 6.3 kV avec un écart de 3.2 % entre le seuil maximum et minimum d'apparition.

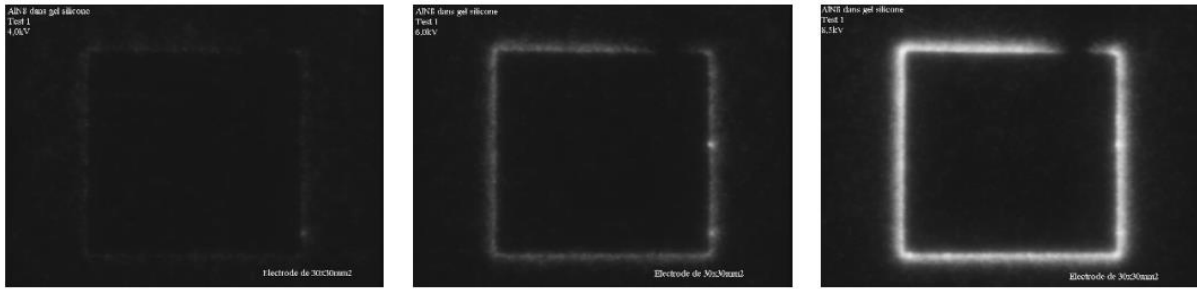


Figure 1. 25: Lumière émise sur un substrat d'AlN encapsulé par du gel silicone a) $4 kV_{eff}$, b) $6 kV_{eff}$, c) $9 kV_{eff}$

Breit *et al.* et Lebey *et al.* pensent que les essais effectués avec la norme IEC 1287 ne peuvent pas représenter les vraies contraintes supportées pendant le fonctionnement du module [48], [60], [61]. En effet, elles ne solliciteraient pas tous les matériaux constituant un module. Les auteurs proposent un nouveau test pour les mesures de DP spécifique aux modules de puissance. Le test proposé contraint tous les matériaux (substrat céramique, gel silicone...), leurs différentes interfaces (silicone gel/composants, silicone gel/fils de connexion...). Pour réaliser ce test, les puces IGBT et les diodes doivent être dans un état bloqué. Dans leurs essais, l'IGBT est soumis à la superposition d'une tension continue et d'une tension alternative. Cette technique de mesure permet de mesurer l'apparition de décharges partielles en simulant un module en fonctionnement.

Une stratégie pour limiter la défaillance électrique par DP serait de limiter la contrainte électrique sur les isolants (substrat métallisé et encapsulant). Dans la section suivante, nous aborderons les différentes méthodes mises en place en présentant les résultats obtenus sur la réduction du champ électrique imposés aux matériaux isolants.

I. 4 Méthode de gradation de potentiel

L'isolation électrique est le siège de défauts, ceux-ci fragilisent l'isolation et le système complet. Le facteur favorisant la dégradation des isolations est dû à une répartition non homogène des contraintes électriques sur les différents matériaux isolants. Comme nous l'avons vu précédemment, la répartition du potentiel dans un espace inter-électrodes n'est pas linéaire. Cette non-linéarité a pour conséquence d'augmenter le champ électrique sur des points sensibles tels que les points triples. Par conséquent, une répartition plus homogène de la contrainte électrique reste un des objectifs dans la conception des systèmes haute tension. La technique de linéarisation est appelée Gradation de Potentiel (GdP). La linéarisation des contraintes électriques s'est orientée d'abord vers un meilleur dimensionnement géométrique. Lorsque le dimensionnement géométrique ne suffit plus, une nouvelle voie requiert la modification des propriétés électriques (permittivité et conductivité) des matériaux d'encapsulation.

Dans ce qui suit, nous commençons par la présentation des solutions de GdP par le dimensionnement géométrique, puis nous finirons par la GdP par modification des propriétés diélectriques.

I. 4. 1. Gradation de potentiel par modification géométrique des métallisations

La compréhension de l'origine des phénomènes d'apparition des DP, a permis de comprendre l'influence du renforcement de champ électrique aux angles des métallisations sur le seuil d'apparition. Dans cet axe d'étude, on ne recense que très peu de tentatives de mise en œuvre de solutions de gradation du potentiel. Toutefois, les solutions proposées permettent une réduction significative du champ électrique aux points triples.

Une analyse des contraintes électriques affectant le substrat isolant avec des outils de simulation a été effectuée par [51]. La Figure I. 26 représente la répartition du potentiel dans une structure conventionnelle (Figure I. 26 a)) et dans une structure optimisée avec des électrodes arrondies (Figure I. 26 b)). En comparant ces travaux avec ceux de Lefranc [16], ces auteurs montrent que la métallisation supérieure du substrat céramique est la zone la plus critique du système. De plus, la configuration géométrique optimisée permet d'atténuer les renforcements de champ aux angles de la métallisation entre la céramique et le gel d'encapsulation.

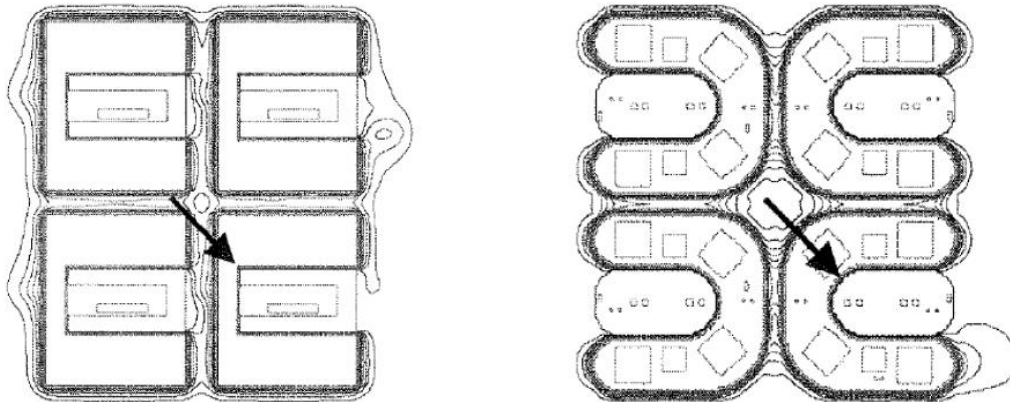


Figure I. 26: Distribution du potentiel électrique : a) dans une structure conventionnelle [16], b) dans une structure optimisée [51]

En 2008, une étude a été réalisée sur les effets de l'épaisseur de la céramique, la position de l'électrode inférieure, et les distances entre les points triples du substrat. Tous ces paramètres peuvent avoir un rôle important sur le renforcement de champ sur un substrat métallisé [62]. La Figure I. 27 présente les configurations de mesure de la tension de rupture dans le cas de différentes épaisseurs de métallisation (notées S) et de céramiques (noté t).

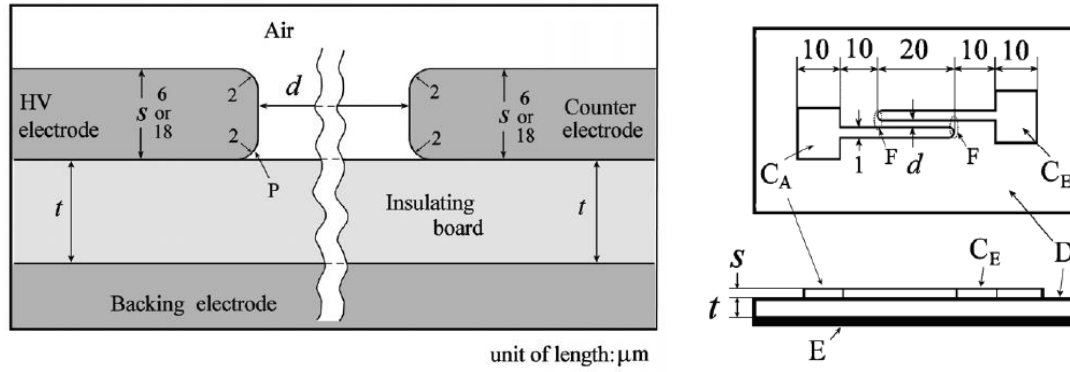


Figure I. 27: Configuration d'électrodes utilisée dans l'étude de [62]

Les résultats obtenus dans cette étude (Figure I. 28) montrent que l'épaisseur des métallisations (entre 6 et 18 μm) n'a aucun effet sur le point triple donc sur la rupture du DBC. En revanche, l'épaisseur de la céramique joue un rôle prépondérant dans le renforcement du champ électrique aux points triples. De plus, la mise à la masse (ou pas) de la contre-électrode présente un impact non négligeable sur le renforcement au point triple. L'étude réalisée par [63] confirme cet effet. L'auteur a effectué des mesures de rupture sur une céramique de 1 mm d'épaisseur et un espacement inter-électrode de 2 mm. Selon que l'on mette la contre électrode à la masse ou qu'on la laisse au potentiel flottant, l'auteur a observé une tension de rupture de 11 kVrms et 14 kVrms, respectivement. En reliant la contre électrode à la masse, la structure sera plus sollicitée car les équipotentielles seront resserrées dans la céramique, augmentant ainsi le champ électrique au point triple.

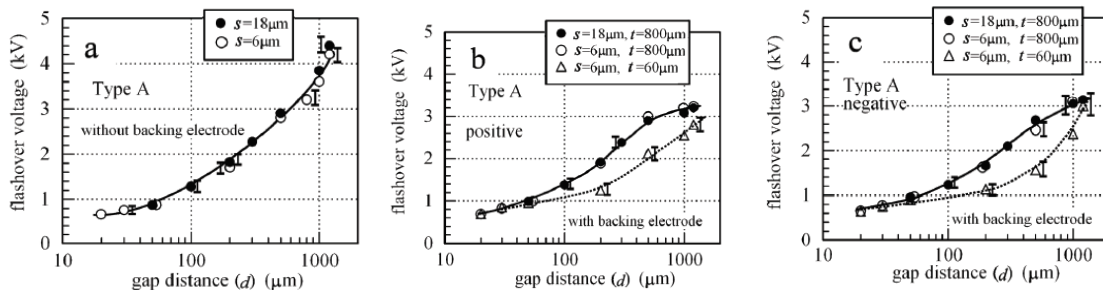


Figure I. 28: Relation entre la tension de rupture et l'espace inter-électrodes en fonction de différentes épaisseurs de métallisation et de céramique [62]

Les premières études réalisées sur la gradation de potentiel se sont limitées à des modifications de la géométrie des électrodes. Dans son étude, Duchesne [16] a considéré l'incorporation de bandes métalliques au potentiel flottant dans l'espace inter-électrodes. Il a commencé par optimiser la largeur de ces lignes flottantes, puis dans un second temps il a optimisé le nombre d'éléments. La Figure I. 29 présente la répartition des lignes équipotentielles dans une structure DBC, ainsi que la répartition du potentiel dans l'espace inter-électrodes. Contrairement à ce qu'il a pu montrer dans une répartition classique (Figure I. 22), nous observons dans le cas présent une linéarisation du potentiel dans l'espace inter-électrodes ; cela a pour conséquence de réduire le champ au point triple. Cependant, malgré l'intérêt de cette solution sa réalisation technologique reste toujours aujourd'hui difficile.

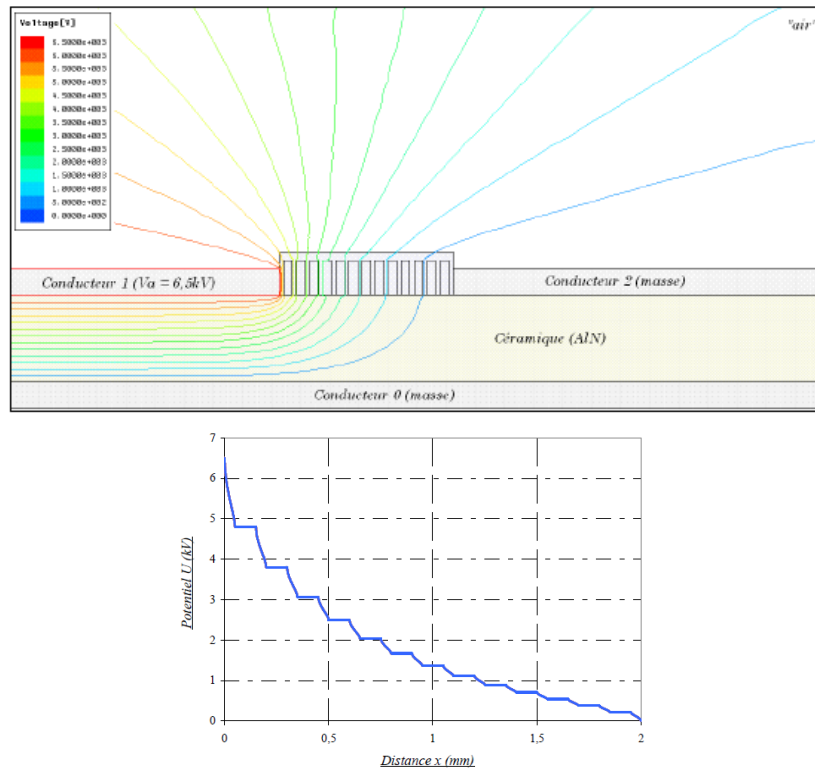


Figure I. 29: Répartition des équipotentielles sur un DBC contenant des pistes métalliques au potentiel flottant dans l'espace inter-électrodes [16]

Une autre voie permettant de réduire le renforcement de champ électrique au pont triple a été proposée par simulation [54]. En encastrant la métallisation à l'intérieur de la céramique, la valeur du champ au point triple peut être réduite approximativement de 40 kV/mm à 9.2 kV/mm (Figure I. 30).

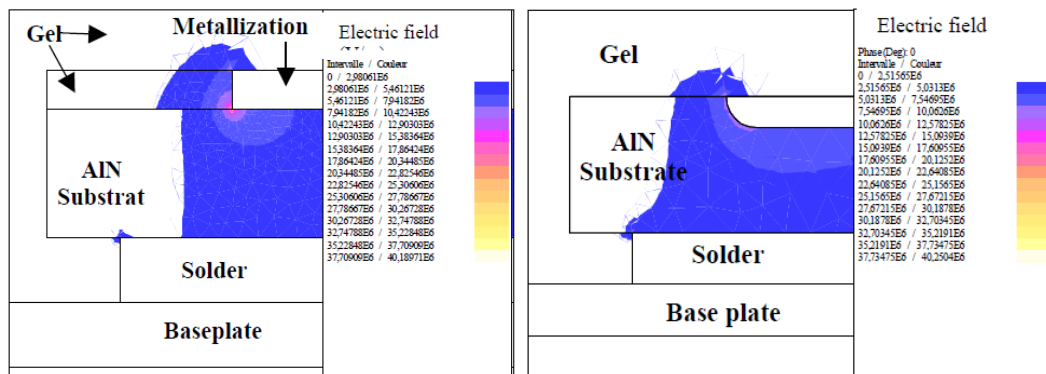


Figure I. 30: Renforcement du champ électrique au point triple, a) structure conventionnelle et b) structure modifiée où la métallisation est encastrée dans la céramique [54] (Tension appliquée de 5kV entre la semelle et la métallisation)

Dans une étude récente menée par Hourdequin *et al.* [64], les auteurs ont pris le parti de ne pas encastrer la métallisation mais de graver la céramique dans l'espace inter-électrodes sous la forme de structures dites « mesa ». La Figure I. 31 représente les résultats de simulation des renforcements de champ obtenus pour une structure conventionnelle (Figure I. 31 a)) et une structure mesa (Figure I. 31 b)). La

structure mesa pour une hauteur de 0.6 mm, présente 3 points de renforcement de champ mais le renforcement de champ au point triple a été divisé par deux.

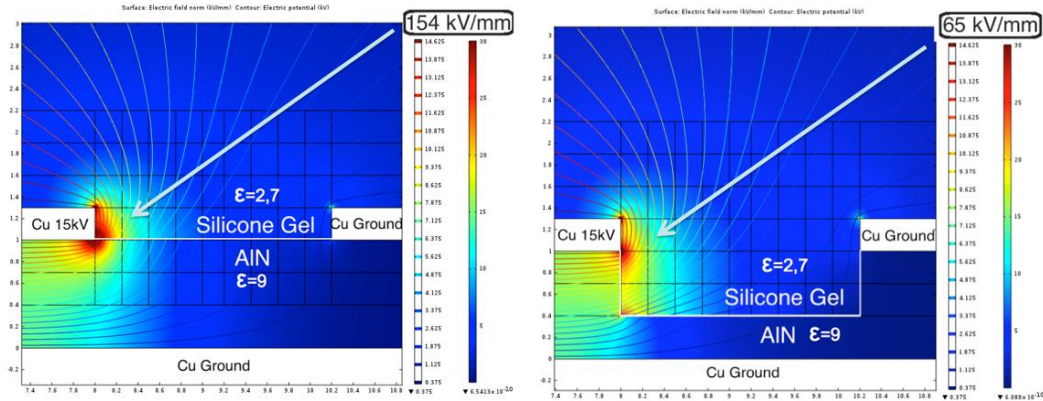


Figure I. 31: Renforcement du champ électrique dans une structure classique (a) et dans une structure mesa (b)[64]

Nous venons de présenter les différentes voies d'étude menées à ce jour pour répartir la contrainte électrique au niveau des métallisations par des approches géométriques. Dans la suite, nous présentons d'autres types de solutions pour étaler les lignes équipotentielles mais impliquant cette fois la modification des propriétés électriques des matériaux isolants d'encapsulation.

I. 4. 2. Gradation de potentiel par modification des propriétés électriques des matériaux isolants

Dans cette section, nous présentons l'une autre stratégie de gradation de potentiel visant à réduire les renforcements de champ à travers la modification des propriétés électriques des matériaux d'encapsulation de volume. Ensuite, nous illustrerons cette stratégie par des exemples.

I. 4. 2. a. Stratégie mise en place

La stratégie de base utilisée est d'étirer les lignes de potentiel dans le volume de l'encapsulation en les éloignant du point triple afin de diminuer le pic de champ électrique. Pour effectuer cette gradation dans le volume de l'isolant, la stratégie consiste à modifier ses propriétés électriques. La réfraction des équipotentielles dépend de la permittivité complexe des matériaux isolants comme illustré sur la Figure I. 32. Selon que ϵ_1 est supérieure ou inférieure à ϵ_2 , les équipotentielles et des lignes de champ se réfractent différemment en accord avec le schéma de la figure suivante (loi de Smell – Descartes).

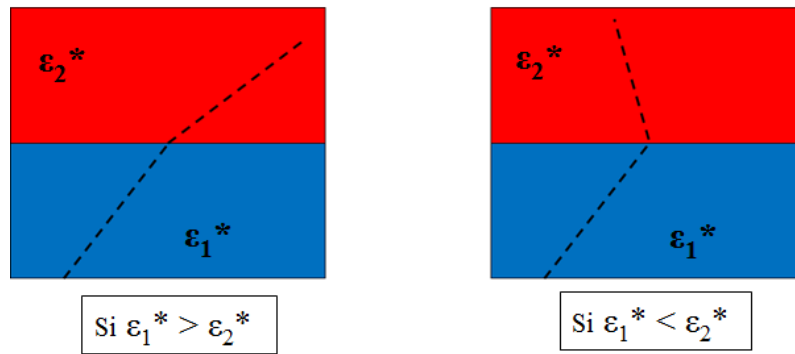


Figure I. 32: Réfraction d'une équipotentielle à l'interface de deux matériaux de permittivité complexe différentes

La permittivité complexe des matériaux diélectriques s'écrit de la manière suivante :

$$\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon'' = \varepsilon' - j \frac{\sigma}{\omega \varepsilon_0} \quad \text{Eq. 11}$$

La permittivité complexe des matériaux diélectriques est dépendante de la permittivité (ε') et la conductivité (σ). Donc pour modifier la répartition de potentiel, deux voies sont possibles: augmenter la conductivité ou augmenter la permittivité. Pour ce faire, ici encore deux voies sont envisageables :

- la première voie concerne l'ajout d'une couche mince à la surface du DBC juste en dessous de l'encapsulant de volume [16], [52], [65], [66]. La répartition de la contrainte électrique est toutefois peu modifiée avec l'utilisation d'une couche capacitive. La réduction du champ induite par ce type de matériau est donc faible [16], [65]. Les auteurs estiment que les rapports de permittivité entre la couche capacitive (de permittivité de 2 à 10) et l'isolant de volume ne sont pas assez importants. En revanche, l'ajout d'une couche semi-résistive à conductivité contrôlée à la surface du DBC réduit fortement les renforcements de champ. Les couches semi-résistives peuvent être des dépôts plasmas à propriétés semi-résistives (a-Si:H) ou des vernis polymères chargés avec des particules semi-conductrices ou non linéaires de type SiC ou ZnO.

- la seconde voie pour lisser le potentiel est de modifier directement les propriétés électriques des matériaux d'encapsulation de volume. Une telle modification peut se faire au moyen d'un chargement de l'encapsulant avec des particules inorganiques (high- k ou semi-conductrices). Les études montrent un impact conséquent sur la réduction du pic de champ par des chargements en particules à forte permittivité [67], [68] ou semi-conductrices [16].

I. 4. 2. b. Stratégie de gradation par couches répartitrices

Nous venons de présenter dans le paragraphe ci-dessus les stratégies mises en place pour grader le potentiel dans le volume de l'encapsulation. Passons maintenant aux résultats obtenus dans la littérature pour des couches répartitrices. La Figure I. 33 montre la répartition du potentiel dans un espace inter-électrodes sous tension continue. Sur la Figure I. 33 a), nous avons la répartition du potentiel dans un

espace inter-électrodes sans vernis. On constate une répartition non-homogène du potentiel de surface. Sur le premier tiers de la distance inter-électrodes, la chute de tension représente deux tiers de la tension appliquée. Sur la Figure I. 33 b), nous avons la répartition de la tension dans un espace inter-électrodes avec un vernis chargé avec des particules de ZnO (35 % en volume). Dans ce cas, on remarque une linéarisation du potentiel dans l'espace inter-électrode donc une réduction de la contrainte.

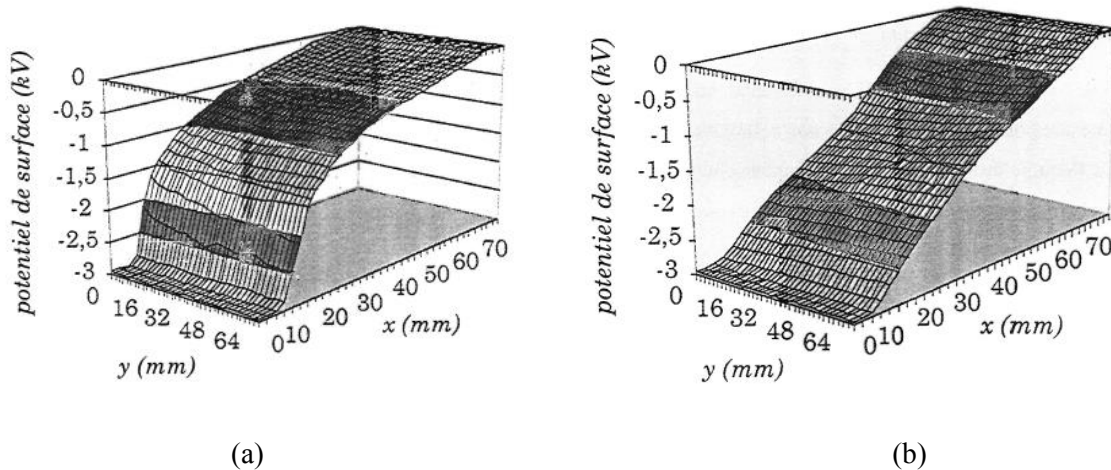


Figure I. 33: Répartition du potentiel dans un espace inter-électrodes : a) sans vernis, b) avec un vernis chargé à 35 % vol. en ZnO [65]

Un modèle numérique comparant l'influence d'un gel diélectrique avec ou sans couche semi-résistive sur le champ électrique a été développé [54]. Les résultats obtenus par le modèle sont représentés sur la Figure I. 34. La valeur maximale du champ obtenue est de 23 kV/mm en présence du gel seulement. En revanche, avec l'ajout de la couche semi-conductrice, la valeur du champ électrique diminue à 9 kV/mm.

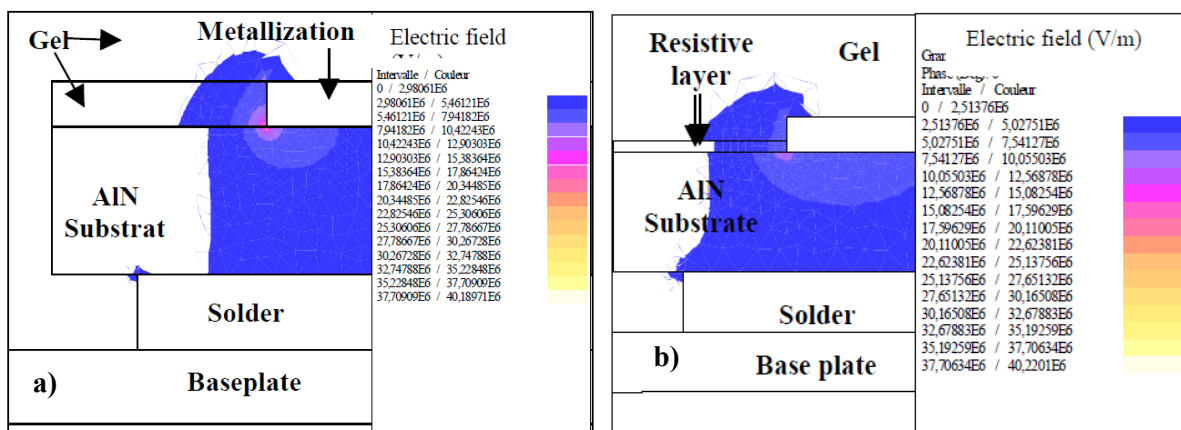


Figure I. 34: Répartition du champ électrique, a) gel seul et b) avec une couche semi-résistive + gel [54]

Des mesures de décharges partielles sur des structures avec et sans film semi-résistif ont été réalisées selon la norme IEC 1287 [52]. La couche semi-résistive est du silicium amorphe hydrogéné (a-Si:H) de 300 nm déposé par plasma (PECVD). Lors des mesures du seuil d'apparition de DP, il a été observé de meilleurs résultats en présence de la couche de a-Si:H. En effet, la quantité de charge reste inférieure à

la norme jusqu'à une tension de test de $10 \text{ kV}_{\text{rms}}$. Alors que dans le cas d'une structure classique, le seuil de quantité de charge est dépassé pour une tension de $3.5 \text{ kV}_{\text{rms}}$ [69].

Toutefois, l'utilisation d'une couche semi-résistive dans un espace inter-électrodes doit répondre à quelques contraintes d'utilisation comme le passage du courant et la réponse du matériau lors du fonctionnement d'une puce (commutation). Cette technique présente deux points critiques pour une isolation des modules de puissance: les pertes diélectriques de la couche sont élevées, et l'isolation inter-pistes est insuffisante. Pour pallier ces problèmes, Donzel *et al.* ont utilisé comme couche répartitrice un polyimide (PI) chargé en microparticules de ZnO [66]. Dans ce cas, le film de PI/ZnO est une couche résistive non-linéaire en fonction du champ électrique appliqué. L'étude par éléments finis de Donzel *et al.* est orientée sur l'étude d'une protubérance au niveau du point triple. On retrouve cette protubérance lors de l'élaboration de substrats métallisés par la technique AMB. Dans son étude, l'auteur compare les effets des films de PI et PI/ZnO sur la réduction du champ électrique. La solution avec le film PI/ZnO à résistivité non-linéaire est la plus efficace pour réduire le pic de champ à proximité de la protubérance. En revanche, la mise en œuvre d'une telle solution dans les modules de puissance semble être contraignante. En effet, l'incorporation d'un film complique les étapes d'assemblage. De plus, à notre connaissance, la compatibilité d'un tel assemblage n'a toujours pas été démontrée dans une structure réelle.

I. 4. 2. c. Stratégie de gradation par matériaux composites

Les travaux de Duchesne sur la gradation de potentiel dans les modules de puissance se sont orientés sur la modification de la conduction électrique dans l'isolation de volume [16]. La matrice isolante est chargée avec des particules de SiC à 18 % en volume. Dans cette étude, l'auteur compare différentes matrices, de type gels, utilisées dans le milieu industriel. La Figure I. 35 représente la répartition du potentiel (mesure du potentiel de surface) dans un espace inter-électrodes en fonction des différentes matrices utilisées pour faire les matériaux composites comparés à une structure non chargée. La mesure avec l'encapsulant non chargée est représentée en bleue. Les autres couleurs représentent les matrices chargées en SiC. Lors des mesures, la tension appliquée a été fixée à 4 kV dans un espace inter-électrodes de 2 mm. L'inclusion de particules semi-conductrices permet de décaler le potentiel dans l'espace inter-électrodes. Comme lors de son étude sur les vernis, Duchesne observe alors les effets de la gradation à partir de 0.5 mm. Les écarts les plus importants sont pour une distance de 1mm. La tension à cette distance est multipliée par deux entre la structure « vide » et celle avec les composites. En revanche, il n'y a pas d'impact majeur en fonction de la matrice sur la répartition du potentiel dans l'espace inter-électrodes. Cette étude conforte [16], [65], dans le fait que seules les particules modifient la répartition du potentiel.

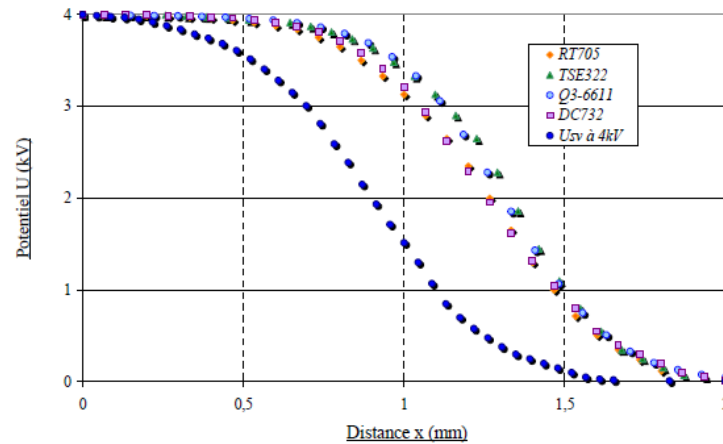


Figure I. 35: Comparaison de l'évolution du potentiel dans l'espace inter-électrodes en fonction des différentes matrices gels chargées en SiC et du gel non chargé (U_{sv})[16]

Pour modifier la permittivité des isolations de volume, le choix des particules s'est orienté sur du titanate de baryum ($BaTiO_3$) et du titanate de strontium ($SrTiO_3$) [67], [68]. Dans leur étude, Cotton *et al.* mettent en œuvre des particules de $BaTiO_3$ dans un gel silicone[67]. La ferroélectricité des particules de $BaTiO_3$ rend la permittivité du composite non-linéaire en champ sous une tension AC. L'auteur a effectué une étude statique lors de mesures d'apparition de seuil de décharges partielles sous tension alternative sur 30 échantillons représentant un module de puissance de 3.3 kV. Les résultats obtenus montrent une réduction de près de 60% du seuil d'apparition des décharges partielles (PDIV) entre le gel et le gel chargé à 15% en volume de $BaTiO_3$. Cette solution présente peu d'inconvénients en termes de pertes diélectriques et de viscosité du composite. Les travaux de Lévêque *et al.*[68] sont dans la lignée de ceux de Cotton *et al.* En effet, ils simulent l'impact de l'augmentation de la permittivité d'un époxy/ $BaTiO_3$ et époxy/ $SrTiO_3$ avec le chargement sur le renforcement de champ au point triple. Ils montrent qu'en passant d'une permittivité de 4 à 10, le pic de champ est réduit de près de 60%. A partir de ce constat, ils élaborent des composites époxy/ $BaTiO_3$ et époxy/ $SrTiO_3$ sur une gamme de chargement jusqu'à 50% en volume. Pour obtenir une permittivité de 30, il faut un taux de chargement de 45% en volume pour le $BaTiO_3$ et de 50% en volume pour le $SrTiO_3$. Les mesures de rupture AC en fonction du taux de chargement des différents composites montrent que l'augmentation de la permittivité réduit le champ de rupture du composite. Le champ de rupture décroît de 44 kV/mm pour la résine époxy à 19 kV/mm pour 50 % vol. de $SrTiO_3$ et diminue à 15.2 kV/mm pour du $BaTiO_3$ à 45%vol.. Les valeurs de champ mesurées sur ces composites restent nettement en dessous du champ électrique observé lors de la simulation. Pour la gradation de potentiel avec ces types de particules, il faut trouver un compromis entre permittivité et champ de rupture. Une étude récente sur les composites chargés en graphène [70], rapporte qu'avec très peu de quantité de particules, de fortes valeurs de permittivité (1000 à 50 Hz) avec de faibles conductivités (10^{-7} S/m à 10 Hz) sont obtenues. Ce type de matériaux originaux pourrait présenter un intérêt pour la gradation de potentiel dans les années à venir.

I. 4. 3. Limites des solutions actuelles

Les solutions de gradation de potentiel évoquées dans ce chapitre sont très peu utilisées dans les modules de puissance commerciaux actuels. Seules certaines solutions de dimensionnement géométrique sont utilisées comme « l'arrondissement » des métallisations, par exemple. Comme nous avons pu le constater dans le paragraphe précédent, ce ne sont pas les performances accrues démontrées (simulations ou expérimentales) qui freinent l'incorporation de ces solutions dans les modules industriels mais plutôt les méthodes de mise en œuvre. Prenons l'exemple de l'encastrement des métallisations dans la céramique : le coût de fabrication de ces substrats reste un frein pour leur commercialisation pour un marché d'électronique de puissance de niche. Un autre exemple est celui de l'ajout d'une couche répartitrice de a-Si:H sous le gel : ce genre de dépôts réalisés par plasma rajoute une étape dans le procédé d'assemblage d'un module et donc son coût final. A l'heure actuelle, les modules sont donc sur dimensionnés afin de supporter les contraintes imposées.

I. 5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté le fonctionnement d'un module de puissance en montrant les différentes fonctions de chaque matériau utilisé. Nous avons ensuite montré les différentes structures mises en place pour l'élaboration des modules de puissance. Nous avons débuté avec la structure par connexion par fils de *bonding* puis nous sommes allés jusqu'aux structures double face préfigurant les modules 3D de l'avenir, qui permettent de mieux extraire la chaleur du module. On remarque que très peu de modules de puissance double face sont utilisés actuellement dans le milieu industriel. Seuls les modules *press pack* et les modules par brassage d'inserts dit modules « sandwich » sont industrialisés. Dans les modules de puissance classiques, les défaillances sont majoritairement dues à des contraintes thermomécaniques ou électriques. L'évolution des structures des modules (*press pack* et modules sandwich) a permis d'améliorer leur fiabilité thermomécanique par rapport aux structures classiques. Mais l'industrialisation des modules *press pack* et sandwich est freinée par la complexité et le coût de leur assemblage.

L'évolution des modules ne permet pas de réduire les contraintes électriques dans le module, au contraire, avec l'apparition des nouvelles structures les matériaux isolants sont d'avantages stressés électriquement. Des méthodes de gradation de potentiel devraient être mises en place dans les nouveaux modules de puissance. Deux voies sont ouvertes pour la réduction du stress sur les matériaux isolants, l'une par modification géométrique des substrats métallisés et l'autre par la modification des propriétés électriques de l'encapsulant lui-même. Les résultats obtenus jusqu'à présent montrent des améliorations dans la réduction de la contrainte électrique au niveau du point triple. Malheureusement, les solutions envisagées dans la littérature ne sont pas toutes utilisables au niveau industriel.

Nous proposons donc dans les chapitres suivants un nouveau concept de système d'isolation non étudié à ce jour dans les modules de puissance de allant de 3.5 kV à 6.5 kV, reposant sur un assemblage de matériaux multicouches (l'un isolant mince et l'autre isolant de volume à conductivité contrôlée). Cette étude démarre au niveau du dimensionnement (propriétés et géométrie) d'un tel système d'isolation par simulations jusqu'à sa réalisation et les tests dans un module sandwich réel. Les étapes intermédiaires d'élaboration et de caractérisation multi-échelles seront présentées au fur et à mesure du manuscrit.

Chapitre II : Définition des propriétés du système d'isolation multicouche dans le module de puissance

II. 1 Introduction

L'objectif de ce chapitre est tout d'abord de présenter le système d'isolation que nous souhaitons mettre en place dans un module de puissance de type double face. Ce système d'isolation est constitué d'un film isolant mince et d'un matériau de volume à conductivité contrôlée. Ce système d'isolation multicouche consiste à « reporter » les contraintes sur le film isolant en utilisant le matériau à conductivité contrôlée. Nous présenterons tout au long de ce chapitre son dimensionnement en termes de propriétés et de géométrie.

Nous avons simulé les contraintes de l'isolation pour définir les caractéristiques géométriques et électriques des différents constituants du système. Nous ferons ensuite un bref état de l'art des matériaux retenus pour l'élaboration de l'isolation. Nous mettrons en évidence l'influence de la conductivité sur la répartition des équipotentielles ce qui nous permettra de définir une gamme optimale de conductivité pour le **matériau à conductivité contrôlée**. Ensuite, nous observerons l'influence de l'épaisseur du **film isolant** sur la répartition du potentiel et du champ électrique dans la structure. Pour finir, nous comparerons les performances potentielles du système multicouche proposé à celles d'un système d'isolation dit « classique » vis-à-vis d'un critère reposant sur le seuil théorique d'apparition de décharges partielles.

A partir de ces résultats, nous passerons en revue les matériaux susceptibles d'effectuer les différentes fonctions de notre système d'isolation. Nous commencerons par le choix du film isolant en fonction de la technique de dépôt. Ensuite, nous présenterons les différents constituants du matériau à conductivité contrôlée (choix de la matrice et des particules).

II. 2 Contexte applicatif du système d'isolation

L'entreprise Cirtem nous a proposé d'étudier le système d'isolation dans un cas applicatif de convertisseur utilisant des tensions de 3.5 kV à 6.5 kV. Nous avons résumé dans le Tableau II. 1, les caractéristiques environnementales du système de conversion d'énergie. Dans ce tableau, nous allons nous intéresser tout particulièrement à trois points essentiels du système d'isolation proposé :

- Le premier est la tension maximale de fonctionnement de la puce, car c'est elle qui va imposer les différents potentiels dans le module et ainsi la répartition du champ électrique sur le système d'isolation. La tension maximale de fonctionnement est fixée par le type de puces : les puces en silicium (Si) avec une tension de fonctionnement maximale de 3300 V et celles en carbure de silicium (SiC) avec une tension maximale de 3500 V. Les fréquences de découpage sont de l'ordre de 1 kHz pour le Si et peuvent monter jusqu'à 20 kHz pour le SiC. Pour le

dimensionnement du système d'isolation, nous nous sommes placés dans le cas le plus contraignant (i.e. la configuration avec des puces SiC).

- Un autre critère dimensionnant des systèmes d'isolation est le seuil d'apparition des décharges partielles (DP). La norme IEC 1287 est une norme de caractérisation des décharges partielles (seuil et quantité de charges) sous tension sinusoïdale alternative 50 Hz. Elle est utilisée dans les applications ferroviaires. Elle impose une montée en tension jusqu'à 6900 V en 10 secondes. Cette tension est appliquée pendant 1 minute au système testé. Ensuite, il y a une réduction de la tension en 10 secondes jusqu'à 5100 V pendant 30 secondes. Lors des 10 dernières secondes d'application de cette tension, la quantité de charge mesurée doit être inférieure à 10 pC. Plus de détails seront donnés dans le chapitre 4 dédié en partie aux mesures de DP.
- Le test d'isolement sur le système d'isolation pour une tension alternative (50 Hz) est de 10.2 kV. Il consiste à appliquer la tension de test pendant 1 minute avec des rampes de montée et de descente durant 20 secondes.

Tableau II. 1: Contexte applicatif du système d'isolation multicouche

Paramètres	Valeur	Observations
Tension maximale de fonctionnement	3500 V SiC 3300 V Si	+ / - / sortie Bras d'onduleur
Tension nominale de fonctionnement	2200 V SiC 2000 V Si	+ / - / sortie Bras d'onduleur
Tension d'isolation	<i>10.2kVrms 50Hz/60Hz/1min</i>	<i>Par rapport à l'environnement</i>
Décharges Partielles	6900 Vrms / 5100 Vrms 10 pC / 50 Hz	Norme IEC1287
Fréquence Fondamentale	2 kHz Si 20 kHz SiC	
Céramique <i>Technologie</i>	AlN ; Al ₂ O ₃ ; Si ₃ N ₄ DBC, AMB	
Encapsulant <i>(Epoxy)</i>	Viscosité < 1000 mPa.S Vbr #10.2 kVrms	

Pour le substrat métallisé, les céramiques proposées dans le Cahier des Charges (CdC) (cf. Tableau II. 1) ont été présentées au Chapitre I. Leur choix dépend de l'application : Al₂O₃ pour la faible puissance, AlN pour la plus forte puissance et Si₃N₄ pour ses propriétés mécaniques quand les cycles thermomécaniques sont sévères. Les évolutions structurelles des modules de puissance, permettant une augmentation de la compacité grâce à la mise en œuvre de nouvelles connectiques, autorisent

l'utilisation des matériaux isolants à base de résine époxy. Une étude récente de Fuji Electric utilisant une résine époxy dans un module full SiC, ouvre la voie à de nouveau encapsulant [71]. Nous avons fait le choix d'utiliser une résine époxy comme matériau modèle lors de notre étude. Cependant, les gels silicones ayant le même procédé de mise en œuvre que les résines époxy (mélange, dépôt, recuit...), leur utilisation pourrait être envisagée dans les gels. Pour sélectionner la résine époxy, nous avons retenu deux principaux critères : une viscosité inférieure à 1000 mPa.s et un champ de rupture supérieur à 10.2 kVrms par rapport au système d'isolation mis en place dans une structure de module de puissance que nous aborderons dans la section suivante en détaillant le rôle de chaque constituant. Le choix d'une viscosité assez faible a été conditionné par la structure géométrique dans laquelle elle sera incorporée (i.e. structure double face par connexion d'inserts).

II. 3 Description du nouveau système d'isolation

Sur la Figure II. 1, une vue en coupe d'un module double face est représentée pour le système d'isolation multicouche proposé (cf. Figure II. 1 a) et pour une isolation classique (cf. Figure II. 1b). L'isolation classique est constituée d'un matériau polymère. Dans la plupart des cas ce sont des gels silicones qui sont utilisés. La Figure II. 1 a) représente le système d'isolation multicouche que nous souhaitons mettre en place dans le module double face. L'idée est d'assembler deux matériaux pour faire une isolation de volume : un matériau épais à conductivité contrôlée représenté en marron, qui permettra de répartir les équipotentielles (*Field Grading Material*) dans le volume de l'isolation couplé à une couche mince représentée en bleu à la surface des métallisations, dont le rôle est de « tenir la tension ». L'objectif de cette stratégie d'isolation est de mieux répartir les équipotentielles dans l'isolant épais et ainsi d'éviter le phénomène de décharges partielles (DP) dans le volume, là où les vacuoles sont généralement introduites lors de la mise en œuvre. En contrepartie, les contraintes sont concentrées sur l'isolant mince (à choisir avec un fort champ de rupture) mais dans lequel a priori aucune vacuole n'est présente. Nous faisons l'hypothèse que l'isolant mince sera capable de supporter le renforcement de champ électrique imposé et qu'il est exempt de défauts dans son volume dû à son procédé de mise en œuvre. Nous montrerons à la fin de chapitre l'existence de films polymères minces compatibles avec cette double exigence.

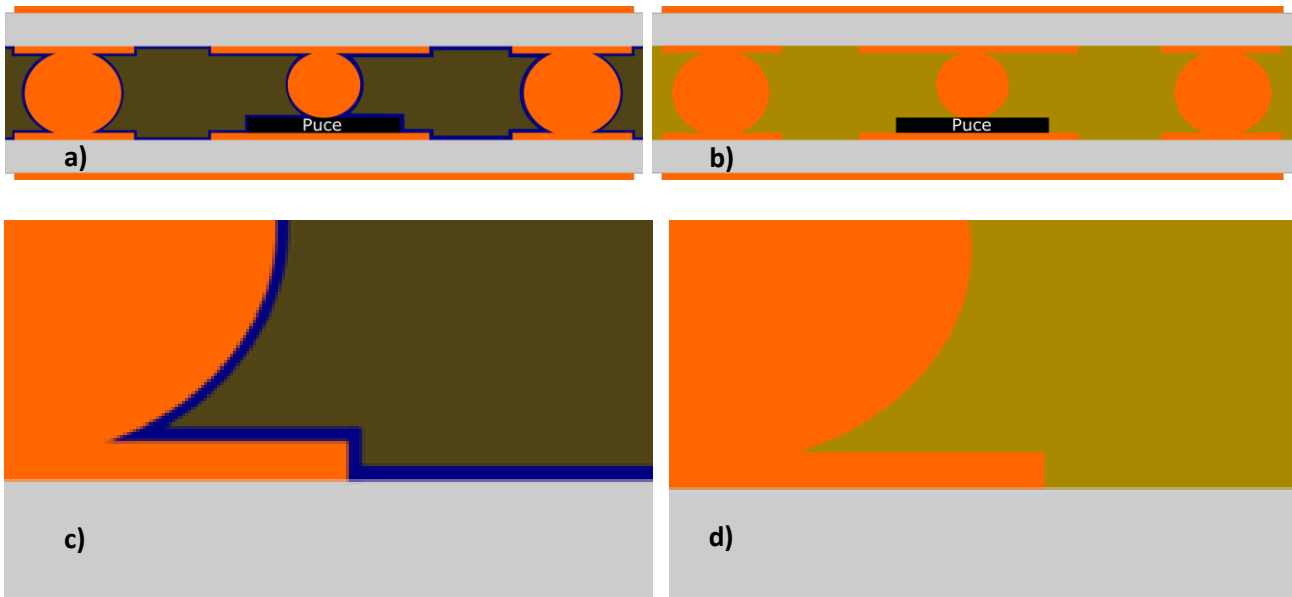


Figure II. 1: Module double face avec a) une isolation multicouche, b) une isolation classique, c) zoom sur l'isolation multicouche et d) zoom sur une isolation classique

II. 4 Dimensionnement du système d'isolation multicouche

Nous avons utilisé un logiciel de simulation multi-physique (Comsol Multiphysics) basé sur la Méthode des Eléments Finis (MEF) pour dimensionner le système d'isolation multicouche. Les simulations ont pour but de nous orienter quantitativement sur les propriétés électriques que devraient posséder les différents matériaux qui constitueront le système d'isolation multicouche, ainsi que de déterminer l'épaisseur du film isolant. Dans un deuxième temps, nous observerons l'impact de cet assemblage sur le seuil théorique d'apparition des décharges partielles. Enfin, nous conclurons cette section par la définition d'un cahier des charges des différents matériaux.

II. 4. 1. Présentation du modèle numérique

Ce logiciel permet de superposer les « physiques » (électrique, mécanique, thermique, etc.) sur une même structure prédéfinie. Dans notre cas, nous utiliserons uniquement une simulation électrique. Le logiciel offre la possibilité d'effectuer des études stationnaires, fréquentielles et temporelles. Les simulations reposent classiquement sur l'équation de Poisson (avec les conditions aux limites définies au préalable). L'équation de continuité et la loi d'Ohm locale viennent en complément des propriétés des matériaux.

Annotations utilisées dans les équations :

E , le champ électrique,

D , le déplacement (ou induction) électrique,

ρ , la densité volumique de charges réelles,

J , la densité de courants volumique de charges réelles,

ε_0 , la permittivité du vide

ε , la permittivité du diélectrique,

ε' , partie réelle de la permittivité du diélectrique,

ε'' , partie imaginaire de la permittivité du diélectrique,

σ_{DC} , conductivité électrique DC du matériau

σ_{AC} , conductivité électrique AC du matériau

L'équation de Poisson est représentée avec Eq. II 2, elle exprime le potentiel électrique en fonction de la densité de charges :

$$\Delta V = -\frac{\rho}{\varepsilon_0} \quad \text{Eq. II 2}$$

L'équation de continuité est représentée ci-dessous :

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \text{Div}(\vec{J}) = 0 \quad \text{Eq. II 3}$$

En régime continu, il n'y a que le courant de conduction qui circule dans les matériaux résistifs et capacitifs. La loi d'Ohm locale est donnée par l'équation suivante en régime permanent :

$$J = \sigma_{DC} E \quad \text{Eq. II 4}$$

Si nous souhaitons étendre cette équation aux régimes transitoires, il faut tenir compte du déplacement des dipôles en fonction du temps. La densité de courant circulant dans le diélectrique s'écrit alors :

$$J(t) = \sigma_{DC} E(t) + \frac{dD}{dt} \quad \text{Eq. II 5}$$

Le déplacement des dipôles peut s'écrire de la façon suivante :

$$D(t) = \varepsilon_0 * \varepsilon_r E(t) \quad \text{Eq. II 6}$$

Dans l'Eq. II 65, on remplace D par l'Eq. II 6, puis on obtient l'équation suivante pour J en régime sinusoïdal établi:

$$J = \sigma_{DC} E + j\omega \varepsilon_0 (\varepsilon' - j\varepsilon'') E \quad \text{Eq. II 7}$$

$$= (\sigma_{DC} + \omega \varepsilon_0 \varepsilon'') E + j\omega \varepsilon_0 \varepsilon' E$$

$$= \sigma_{AC} E + j\omega \varepsilon_0 \varepsilon' E$$

Le développement de l'Eq. II 7 aboutit à un terme de conduction (σ_{AC}) en phase avec le champ électrique et une partie capacitive en quadrature de phase par rapport au champ électrique. Le terme de conduction du matériau intègre la conductivité DC (σ_{DC}) ainsi que les pertes diélectriques (ϵ'') de celui-ci. Ces deux paramètres sont regroupés dans la conductivité AC. La composante capacitive ($\omega\epsilon_0\epsilon'$) du matériau est dépendante de la permittivité relative (ϵ') du matériau.

Pour prendre en compte la conductivité des matériaux isolants nous utilisons le module courant électrique (du logiciel Comsol) tenant compte de la permittivité et de la conductivité. Nous avons reporté les équations ci-dessous :

$$E = -grad V \quad Eq. II 8$$

$$J = \sigma E + j\omega D \quad Eq. II 9$$

Les paramètres nécessaires à la simulation dans notre cas sont la permittivité du film isolant et la conductivité du matériau gradateur de volume. Nous avons résolu les équations dans le domaine fréquentiel. La raison qui a motivé ce choix est la possibilité de comparer la simulation à des tests effectués à une fréquence donnée. Par exemple pour la norme IEC 1287 concernant le seuil de tension d'apparition des décharges partielles, le test est effectué pour une fréquence de 50 Hz. D'après les équations, les grandeurs électriques du systèmes sont dépendantes de la fréquence. Suivant la fréquence de la modélisation, nous devons adapter les propriétés électriques des matériaux.

En simulation numérique, il est important d'avoir une structure simulée proche de la géométrie réelle et de bien cibler les zones importantes pour lesquelles nous devons affiner la résolution numérique afin de pouvoir observer certains phénomènes ou certaines influences de la géométrie. Il faut aussi pouvoir relâcher les contraintes de calcul sur les zones moins sensibles. Cette approche permet de minimiser le nombre d'éléments de maillage et donc de réduire les temps de calcul.

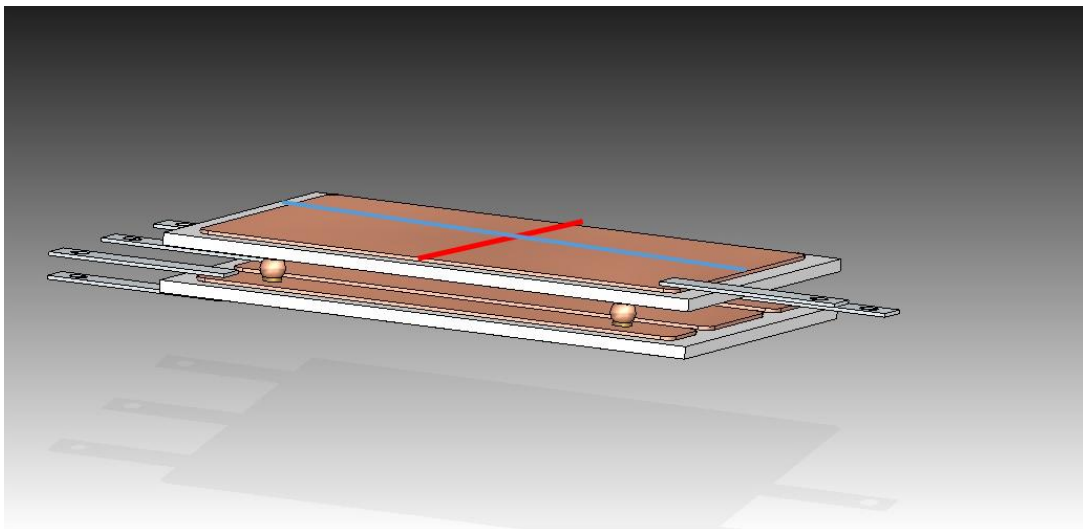


Figure II. 2: Représentation 3D de la structure double face simulée

Dans notre étude, la structure est une structure double face représentée sur la Figure II. 2. Les structures étudiées possèdent deux plans de symétrie. Sur la Figure II. 2, le trait bleu représente un plan de symétrie longitudinal, tandis que le trait rouge est un plan de coupe transversal. De ce fait, il n'est pas nécessaire de représenter la totalité de la structure, mais de modéliser la moitié du plan transversal et longitudinal. La structure simulée par le logiciel est une structure 2D. Une vue de la structure simulée est représentée sur la Figure II. 3, les espaces inter-électrodes AB et CD de la structure sont de 2 mm. Le point A présente la zone de contrainte la plus importante dans la structure simulée que l'on appelle point triple. Dans la simulation, nous tenons compte des effets de gravure sur les métallisations dont un exemple de profil est représenté sur la Figure II. 4. Les découpes des différents DBC Cu/AlN/Cu nous ont permis de définir une gamme de valeurs pour l'angle de la métallisation au point triple, ainsi que pour l'arrondi de la métallisation. Suivant les échantillons mesurés, l'angle du point triple varie de 50° à 75°. Le rayon de l'arrondi de la métallisation est compris entre 100 et 300 µm.

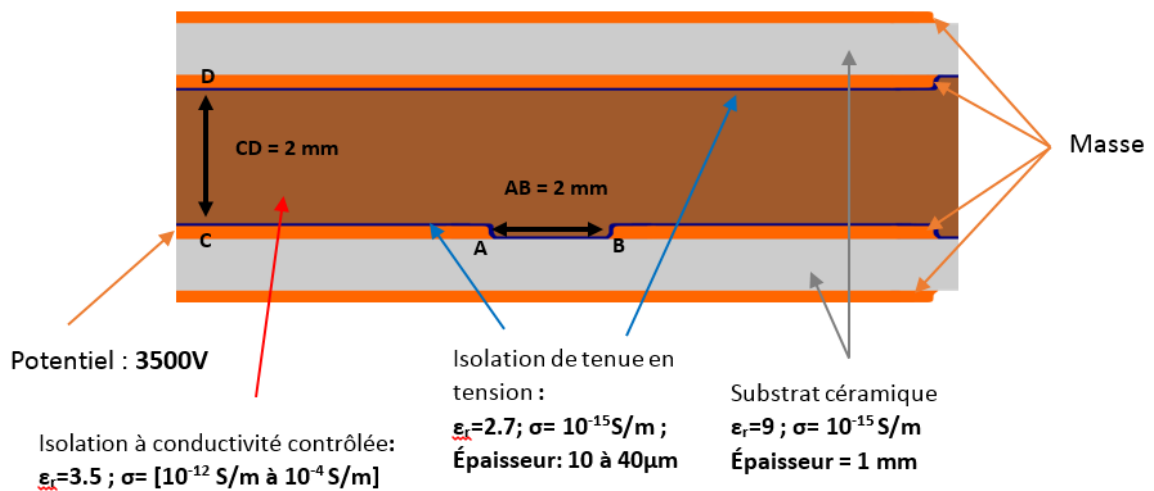


Figure II. 3: Structure simulée contenant le système d'isolation multicouche

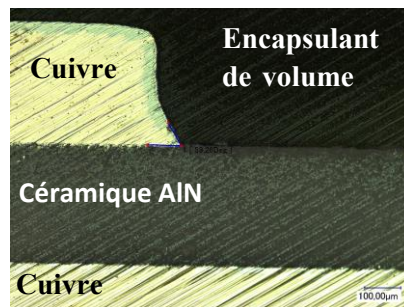


Figure II. 4: Profil de gravure d'un DBC

Les métallisations sont représentées en orange, le potentiel appliqué dans nos simulations est de 3500 V sur la métallisation centrale par rapport à la masse. En électronique de puissance toutes les parties conductrices sont soit à un potentiel, soit à la masse. Nous avons choisi de connecter toutes les autres électrodes à la masse, afin de se rapprocher du fonctionnement d'un module réel. Intéressons-nous

maintenant aux propriétés des différents matériaux. Nous avons fixé la permittivité relative à 3.5 pour le matériau à conductivité contrôlée et nous avons fait varier sa conductivité sur une large gamme de 10^{12} S/m à 10^{-4} S/m. Rappelons que ce paramètre permet d'étaler le potentiel électrique dans le volume de l'isolation, en accord avec la stratégie décrite dans la section II. 3. Pour le film isolant, nous avons fixé la permittivité relative à 2.7 et la conductivité à 10^{-15} S/m. En revanche, nous avons fait varier son épaisseur de $10\ \mu\text{m}$ à $40\ \mu\text{m}$ avec un pas de $10\ \mu\text{m}$. Le substrat céramique en AlN a une permittivité relative de 9 et une conductivité proche de 10^{-15} S/m. L'épaisseur est de 1 mm pour le substrat et de $300\ \mu\text{m}$ pour la métallisation.

Les zones d'observation vont se situer dans le volume de l'encapsulant (CD), ainsi qu'à proximité du point triple entre la céramique, la métallisation au potentiel et le film isolant (A ou B).

Après avoir défini les équations à simuler et la géométrie avec ses propriétés, l'étape suivante concerne le maillage de la structure. Le maillage est un point essentiel dans la précision des valeurs obtenues par la simulation. Le maillage consiste à discrétiser la géométrie. Ainsi, la structure sera découpée en formes simples (triangles, quadrilatères, etc...) constituées de nœuds. Les formes simples et les nœuds servent de formes de base pour résoudre les systèmes d'équations. Le maillage des structures peut être contrôlé soit par le logiciel soit par l'utilisateur. Dans notre cas, nous avons opté pour un contrôle du maillage fait par le logiciel. La Figure II. 5 représente le maillage de la structure avec une vue d'ensemble et (grossissement) au niveau du point triple. Comme nous pouvons le voir sur la Figure II. 5 a), le logiciel augmente le nombre d'éléments dans les zones de formes complexes. En effet, dans les zones proches des points anguleux la dérivée est infinie. On augmente alors le maillage dans ces zones afin d'obtenir une meilleure approximation numérique. La taille moyenne des éléments du maillage est de $0.96\ \mu\text{m}$, la taille minimale des éléments est de $0.62\ \mu\text{m}$ de côté.

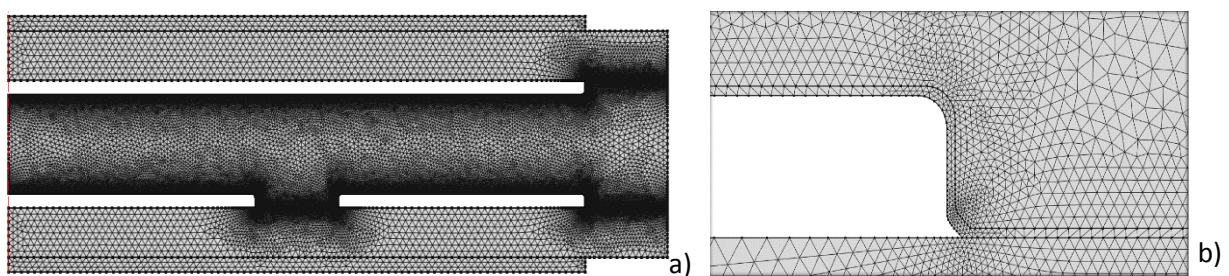


Figure II. 5: Maillage de la structure a) Vue d'ensemble et b) zoom au niveau du point triple

Après une présentation de la structure et de ses propriétés, ainsi que de la physique et du maillage utilisés, passons maintenant à la modélisation du système en fonction de la conductivité du matériau gradateur et de l'épaisseur du film isolant.

II. 4. 2. Résultats et simulations

II. 4. 2. a. Influence de la conductivité

L'étude par simulation a été menée selon de deux axes : l'effet de la conductivité du matériau à conductivité contrôlée sur la répartition des équipotentielles et celui de l'épaisseur du film isolant pour observer l'évolution du champ électrique à ses bornes. Enfin, nous observerons l'impact du système d'isolation multicouche sur l'évolution de la différence de potentiel aux bornes d'un défaut (vacuole) à proximité du point triple. Chacune des étapes est détaillée dans la suite de cette section.

Tout d'abord, commençons par l'effet de la conductivité sur la répartition du potentiel dans le volume de l'isolation. Afin d'observer l'impact du matériau à conductivité contrôlée, nous avons représenté sur les Figure II. 6 a) et b) la répartition du potentiel électrique pour des conductivités de 10^{-12} S/m (a) et de 10^{-6} S/m (b). On constate que la conductivité du matériau a une incidence forte sur la répartition des lignes de potentiel. L'augmentation de la conductivité a pour effet d'écarter les équipotentielles dans le matériau à conductivité contrôlée et de les reporter sur le film isolant.

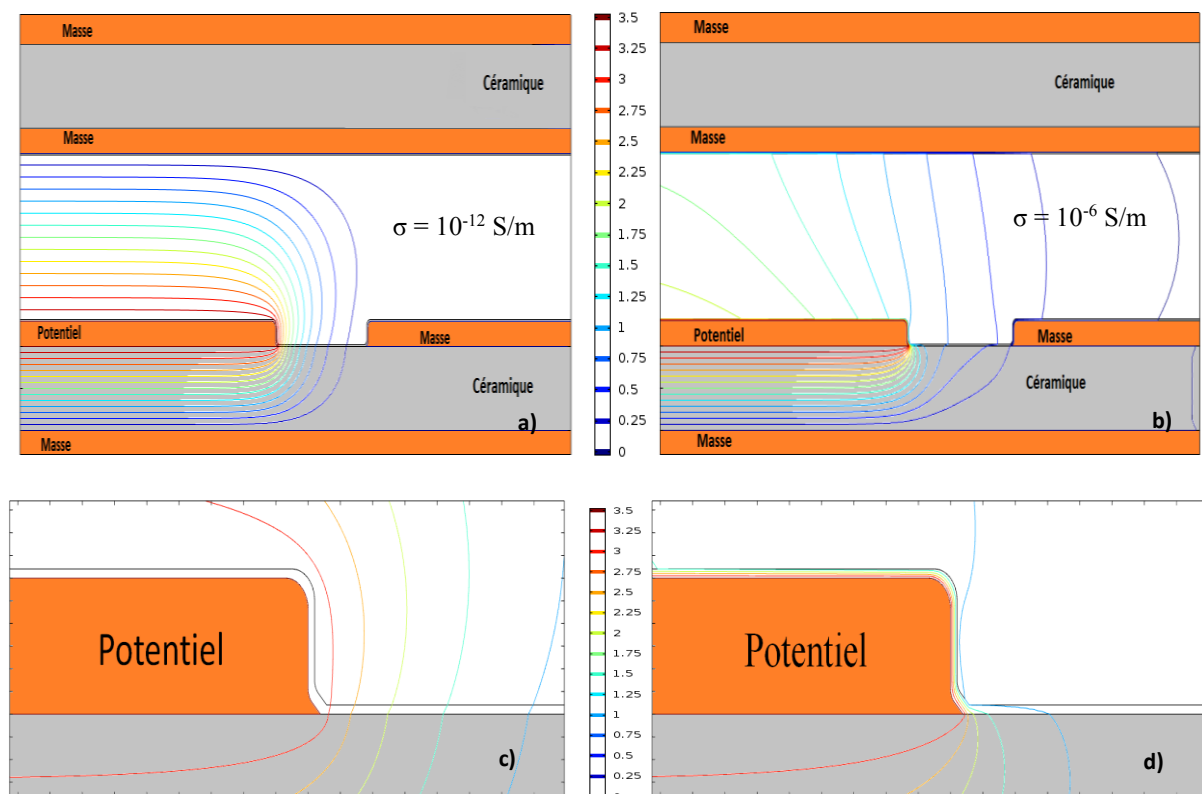


Figure II. 6: Répartition du potentiel électrique dans la structure a) 10^{-12} S/m, b) 10^{-6} S/m, zoom au point triple c) 10^{-12} S/m, d) 10^{-6} S/m (différence de potentiel par rapport à la masse : 3500V)

La Figure II. 7 a) présente une vue d'ensemble du champ électrique pour une conductivité de 10^{-12} S/m. On voit une répartition homogène du champ électrique sur l'ensemble du système d'isolation. Pour la Figure II. 7 b), nous observons une répartition du champ électrique homogène dans le volume

de l'encapsulation pour une conductivité de 10^{-6} S/m. Sur les Figure II. 7 c) et d), nous avons ciblé la zone du point triple pour visualiser le champ électrique dans le film isolant. On peut observer une différence de champ électrique supporté par le film à proximité de la métallisation au potentiel. En effet, avec le type de maillage utilisé dans nos simulations, nous obtenons une valeur de champ électrique au point triple de 40 kV/mm (10^{-12} S/m) et de 140 kV/mm (10^{-6} S/m). La valeur du champ électrique est donc multipliée par 3.5 par une augmentation de 6 décades de la conductivité du matériau.

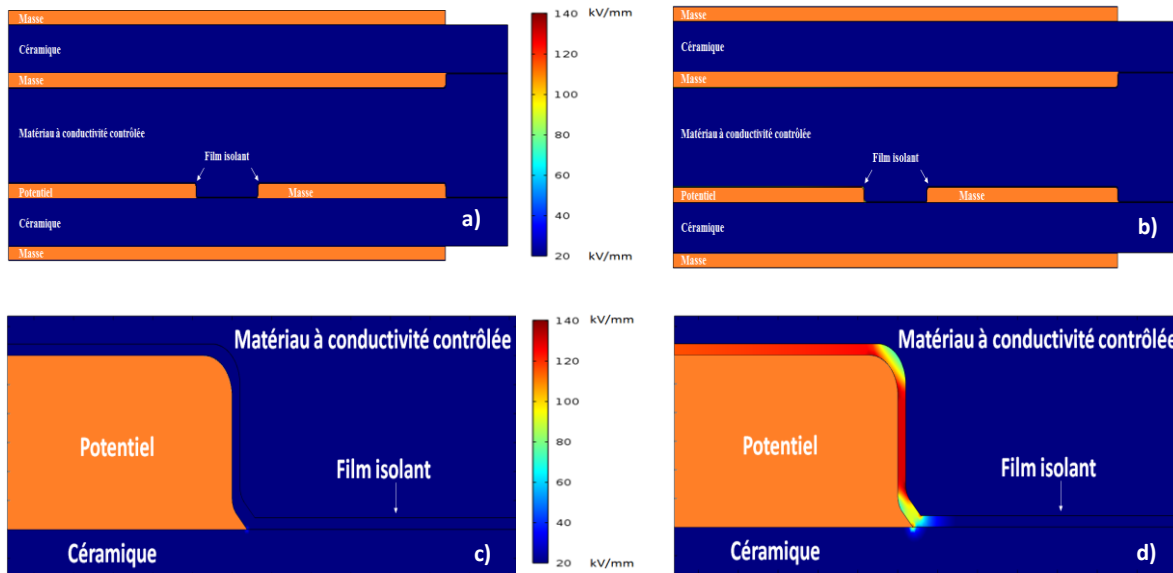


Figure II. 7: Répartition du champ électrique dans la structure, vue d'ensemble a) 10^{-12} S/m et b) 10^{-6} S/m, et zoom à proximité du point triple c) 10^{-12} S/m et d) 10^{-6} S/m

Afin de mieux observer l'évolution des lignes de potentiel et de champ électrique dans le module, nous avons fait varier la conductivité du matériau à conductivité contrôlée de 10^{-12} S/m à 10^{-4} S/m. Pour observer l'effet de la conductivité sur les équipotentielles, nous avons mis en place des lignes de coupe nous permettant d'extraire les valeurs de potentiel et de champ électrique. La Figure II. 8 représente la ligne de coupe (pointillés en noir) dans l'espace inter-électrode. Nous avons fait le choix de placer la ligne de coupe à mi-hauteur dans l'espace inter-électrode, soit à $150 \mu\text{m}$ au-dessus de la surface du substrat. Ceci nous permet d'observer la répartition du potentiel entre les deux côtés du film isolant et le matériau à conductivité contrôlée sans avoir l'influence du point triple et des angles des métallisations.

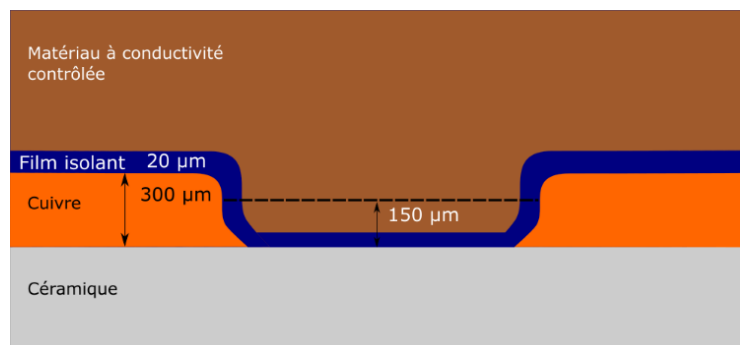


Figure II. 8: Ligne de coupe dans l'espace inter-électrodes

La Figure II. 9 représente l'évolution du potentiel électrique le long de la ligne de coupe dans l'espace inter-électrodes pour des conductivités allant de 10^{-12} S/m à 10^{-4} S/m. Sur la Figure II. 9 a) nous avons les deux films isolants aux extrémités de la ligne de coupe. Entre les deux films, nous avons le matériau de volume à conductivité contrôlée allant de 10^{-12} S/m à 10^{-4} S/m. La Figure II. 9 b) représente l'évolution du potentiel pour différentes valeurs de conductivité. La Figure II. 9 c) représente l'influence de la gamme de conductivités plus élevées sur la répartition du potentiel. La Figure II. 9 d) montre l'effet d'un matériau à conductivité contrôlée avec des conductivités proches de celle d'un conducteur. Les simulations montrent qu'avec des conductivités inférieures à 10^{-8} S/m (Figure II. 9 b)) et des conductivités supérieures à 10^{-6} S/m (Figure II. 9 d)), il n'y a pas d'évolution sur le comportement des lignes des équipotentielles. En effet, avec des conductivités trop élevées (supérieures à 10^{-6} S/m), toute la tension est reportée sur le film isolant. En revanche, pour des conductivités trop faibles (inférieures à 10^{-8} S/m), le matériau à conductivité contrôlée n'apporte aucune modification des lignes d'équipotentielles et le potentiel électrique n'est pas reporté sur les films isolants.

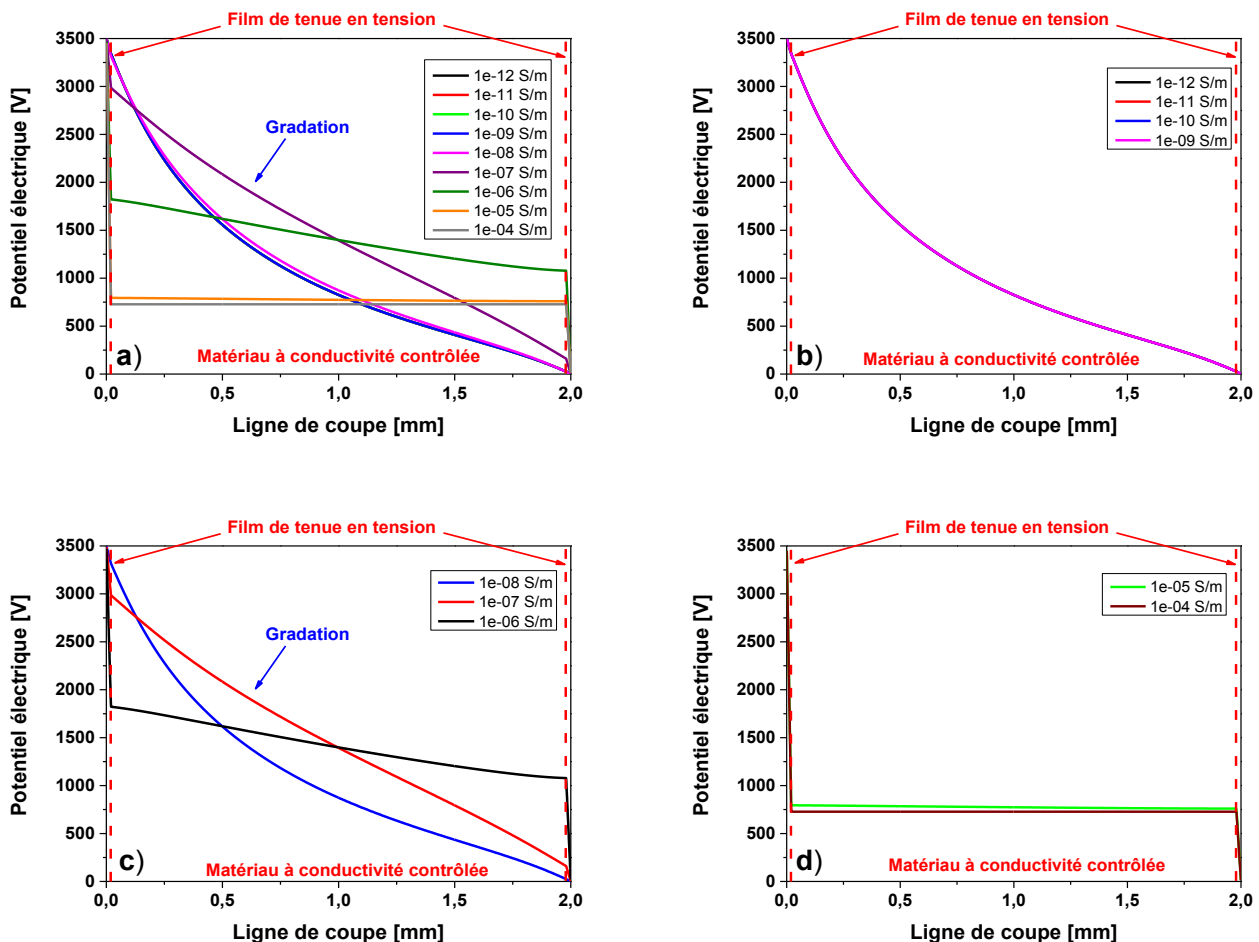


Figure II. 9: Evolution du potentiel électrique le long de la ligne de coupe pour différentes conductivités du matériau de volume avec un film de $20 \mu\text{m}$ d'épaisseur

Nous avons une augmentation de 10 V du report de tension sur le film pour la gamme de conductivités allant de 10^{-9} S/m à 10^{-8} S/m. Entre 10^{-8} et 10^{-6} S/m, la tension supportée par le film à proximité de la métallisation au point triple est multipliée par 12 passant de 200 V à 2400 V et par 20 pour le film de tenue en tension proche de l'électrode à la masse passant de 20 V à 400 V. Au-delà de 10^{-6} S/m, l'accroissement du potentiel sur les films reste moindre. En effet, nous avons une augmentation de 600 V sur le film de tenue en tension à proximité du potentiel et cela reste stable pour le film au voisinage de la métallisation à la masse. C'est donc dans la gamme de 10^{-8} à 10^{-6} S/m que la gradation de potentiel est la plus marquée au sein du matériau de volume.

Maintenant que nous avons pu définir une gamme de conductivités, observons quel sera l'effet de ces valeurs sur l'évolution de la répartition du champ électrique. En théorie, la valeur du champ au point triple dépend fortement de la finesse du maillage en ce point. Pour diminuer la sensibilité des résultats liée à cette singularité et permettre notre étude comparative, la ligne de coupe choisie se situe à $5\mu\text{m}$ du point triple, comme représentée en rouge sur la Figure II. 10 a). Sur la Figure II. 10 b), nous avons fait un zoom sur le point triple. Comme nous pouvons l'observer, la ligne de coupe passe à $5\mu\text{m}$ du point triple. Nous obtiendrons une image de la valeur du renforcement de champ, ce qui nous permettra aussi d'observer son effet sur les céramiques métallisées.

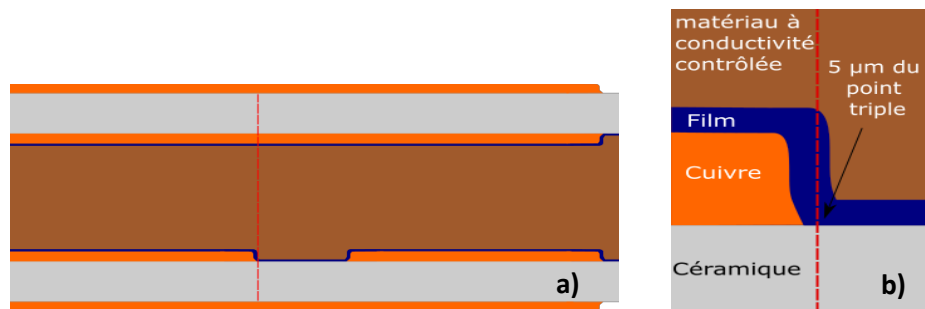


Figure II. 10: Ligne de coupe passant à proximité du point triple, a) vue d'ensemble et b) zoom sur le point triple

La Figure II. 11, présente en abscisse l'évolution du champ électrique, pour des conductivités comprises entre 10^{-8} et 10^{-6} S/m, en fonction de la position le long de la ligne de coupe. L'ordonnée 0 correspond à l'intersection entre la céramique et la piste de cuivre en face arrière. Nous observons trois pics de champ sur le graphe. Le point D est le renforcement de champ à proximité du point triple. Dans la gamme de conductivités présentée, le champ électrique est multiplié par 3. Le point E est un renforcement de champ dû à l'arrondi de la métallisation. Celui-ci est presque nul pour une conductivité de 10^{-6} S/m. Enfin, le point F concerne le champ dans le film isolant à proximité de l'électrode à la masse. Entre 10^{-8} S/m et 10^{-6} S/m, le champ électrique est multiplié par 10. L'augmentation de la conductivité impose un renforcement de champ électrique sur un des points faibles de la structure du module (point triple).

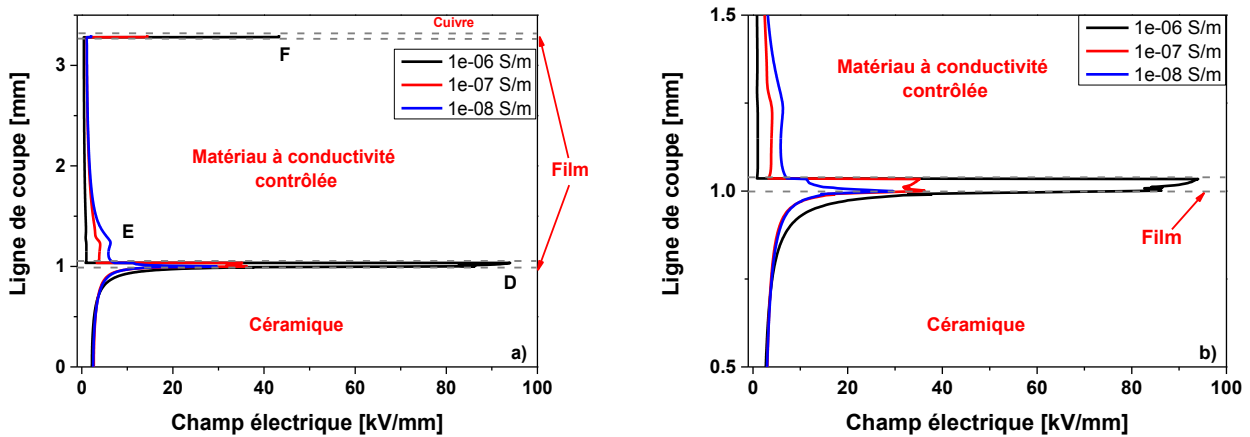


Figure II. 11: Evolution du champ électrique à proximité du point triple le long de la ligne de coupe, a) tracé en échelle linéaire et b) grossissement au point triple (A)

En conclusion, à partir des simulations, nous avons pu orienter notre choix sur une gamme de conductivités comprises entre 10^{-8} S/m et 10^{-6} S/m. Pour des conductivités plus faibles, nous n'observons pas de report de tension sur les films isolants contrairement aux cas où la conductivité est trop importante. Cela a pour conséquence de leur imposer des contraintes de champ très sévères.

II. 4. 2. b. Influence de l'épaisseur du film

Dans la suite de ce paragraphe, les simulations présentent l'effet de l'épaisseur du film de tenue en tension sur la répartition du potentiel électrique. Nous avons choisi les épaisseurs de 10, 20, 30 et 40 μm . Dans l'étude précédente, nous avons observé les effets de la conductivité sur la répartition du potentiel pour des valeurs comprises entre 10^{-8} et 10^{-6} S/m. Nous avons choisi ici de fixer la conductivité du matériau à conductivité contrôlée à 10^{-7} S/m, le reste des propriétés demeurant inchangées. La Figure II. 12 représente l'évolution du potentiel électrique dans l'espace inter-électrode (cf. ligne de coupe Figure II. 8) en fonction de l'épaisseur du film isolant. L'augmentation de l'épaisseur du film conduit à ce que la tension supportée soit plus importante. Ainsi, pour un film d'une épaisseur de 10 μm la tension supportée soit de 340 V, contre 1210 V pour une épaisseur de 40 μm (environ un rapport 4 entre les valeurs).

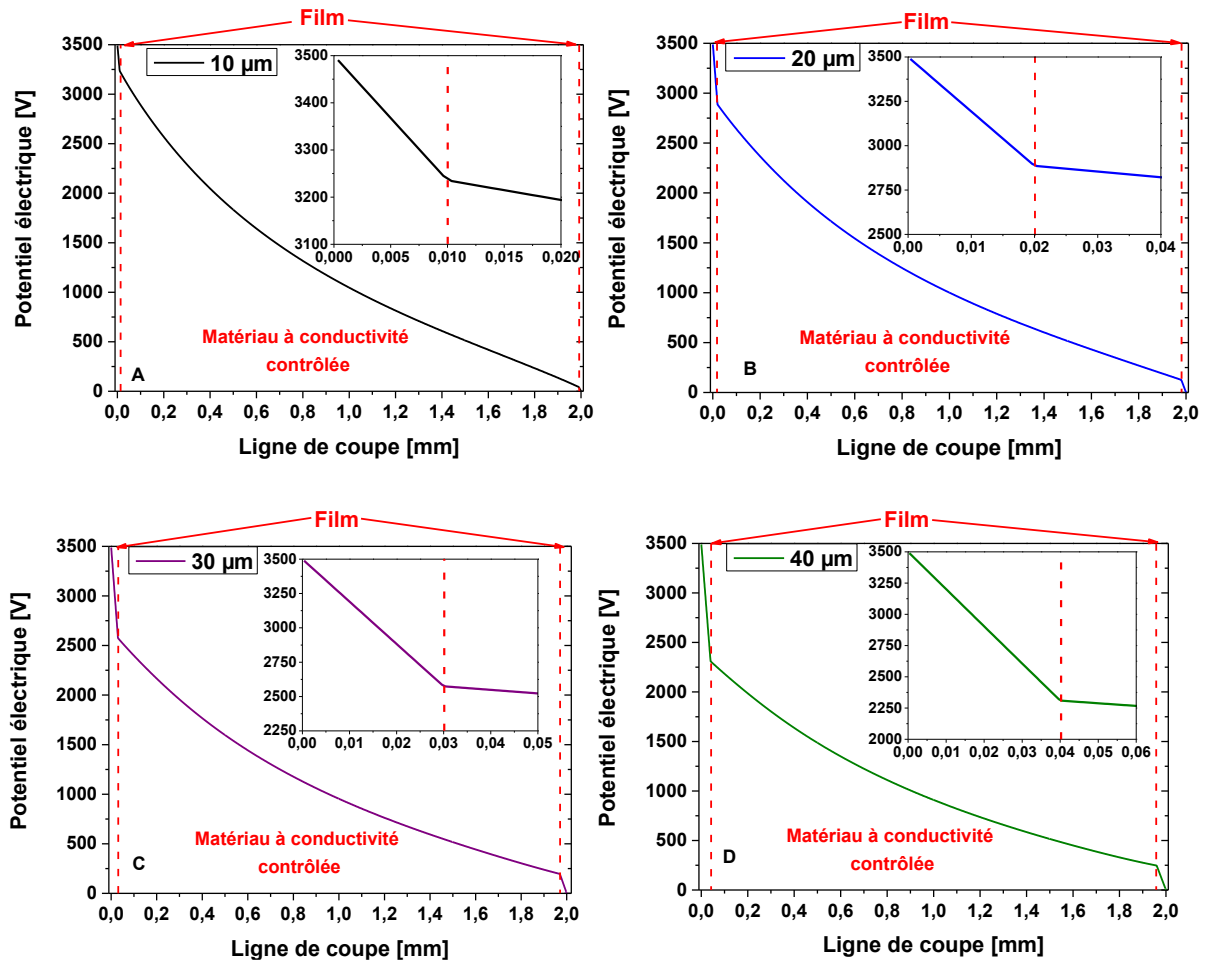


Figure II. 12: Evolution du potentiel électrique le long de la ligne de coupe pour différentes épaisseurs du film isolant : a) 10 μm, b) 20 μm, c) 30 μm, et d) 40 μm. Conductivité du matériau volume : 10^{-7} S/m

Avec cette augmentation de l'épaisseur du film de tenue en tension, nous réduisons d'un tiers la différence de potentiel sur le matériau à conductivité contrôlée. Dans le Tableau II. 2, nous avons reporté les tensions supportées par chaque matériau en fonction de l'épaisseur du film isolant.

Tableau II. 2: Tension supportée par les différents matériaux le long de la ligne de coupe dans l'espace inter-électrode

Epaisseur du film isolant (μm)	Tension sur le film proche du potentiel (V)	Tension sur le matériau à conductivité contrôlée (V)	Tension sur le film proche de la masse (V)
10	340	3110	50
20	650	2700	130
30	970	2330	200
40	1210	2030	260

Sur la Figure II. 13, nous présentons l'évolution du champ électrique le long de la ligne de coupe passant à proximité du point triple (cf. Figure II. 10) en fonction de l'épaisseur du film. Avec l'augmentation de l'épaisseur du film, le champ électrique à proximité du point triple augmente, à l'intersection du film et matériau à conductivité contrôlée. En revanche pour le film à proximité de l'électrode à la masse, la valeur de champ électrique diminue avec l'augmentation de l'épaisseur du film.

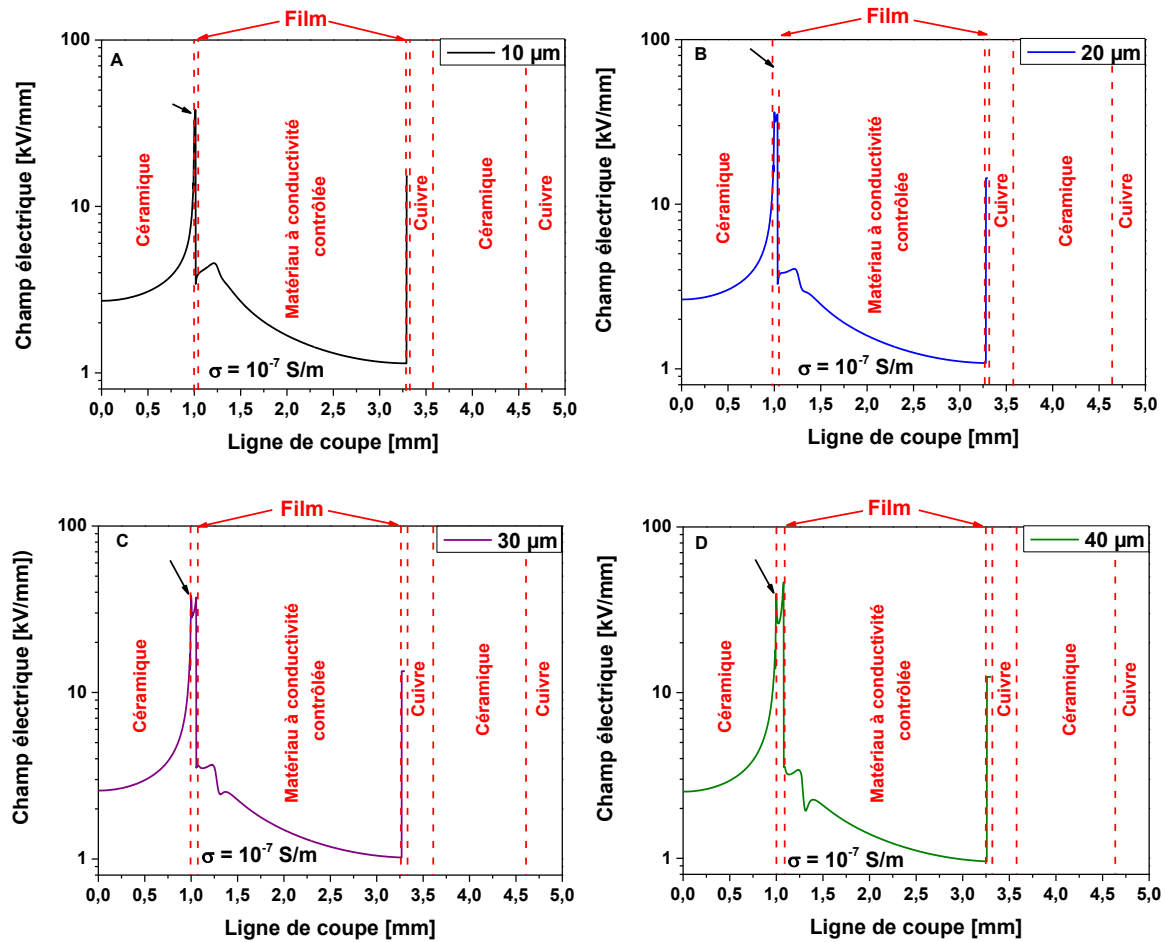


Figure II. 13: Evolution du champ électrique le long de la ligne de coupe pour différentes épaisseurs du film isolant : a) 10 μm , b) 20 μm , c) 30 μm , et d) 40 μm . Conductivité du matériau volume : 10 $^{-7}$ S/m

Les valeurs de champ électrique le long de la ligne de coupe sont reportées dans le

Tableau II. 3. (Pour les films isolants au voisinage du point triple, de la masse, ainsi qu'à la jonction entre le film et le matériau à conductivité contrôlée). On observe deux comportements avec l'augmentation de l'épaisseur du film. Le champ électrique augmente sur le film à proximité de la métallisation et à la jonction film / matériau à conductivité contrôlé (côté film). On multiplie par 4 l'épaisseur mais l'augmentation du champ n'est que de 20%. En revanche, pour le film isolant au voisinage de la métallisation de masse, le champ électrique imposé diminue avec l'augmentation de l'épaisseur. Entre une épaisseur de 10 μm et de 40 μm , la réduction du champ est de 20%.

Tableau II. 3: Champ électrique supporté par le film

Epaisseur du film isolant (μm)	Champ électrique au voisinage du point triple (kV/mm)	Champ électrique sur le film proche de l'électrode à la masse (kV/mm)	Champ électrique à l'interface du film et du matériau de volume (kV/mm)
10	32.7	15.3	38
20	36.2	14.4	35.2
30	38.2	13.4	37.2
40	39.5	12.5	46.3

Pour conclure sur l'impact de l'épaisseur du film isolant dans la répartition du potentiel et du champ électrique, il y a deux points marquants. Le premier est qu'avec une augmentation de l'épaisseur du film, celui-ci supportera plus de tension donc le matériau à conductivité contrôlée sera moins contraint. Le second point concerne le champ électrique supporté par le film. On a constaté qu'avec l'augmentation de l'épaisseur du film, le champ électrique (supporté par chaque matériau constituant le système d'isolation) évolue différemment. En effet, le champ électrique imposé sur le film à proximité de l'électrode portée au potentiel augmente, alors que sur le film au voisinage de la masse, il diminue.

II. 4. 2. c. Effet de la structure d'isolation sur la tension d'apparition des décharges partielles

Sur la Figure II. 14, nous avons représenté la position du défaut en fonction de l'épaisseur du film isolant. Par la simulation, nous souhaitons observer l'influence du système d'isolation sur la différence de potentiel aux bornes d'une bulle d'air de $8 \mu\text{m}$ de diamètre. Nous avons choisi de placer cette bulle d'air sphérique de $8 \mu\text{m}$ de diamètre à proximité du point triple, au plus près d'une zone de renforcement de champ électrique intense, mais au sein du matériau à conductivité contrôlée, car nous faisons l'hypothèse que le film isolant ne peut pas présenter de vacuoles. D'après Bartinikas [45] pour qu'il y ait une décharge dans une vacuole d'air, il faut une différence de potentiel (V_{ab}) supérieure à 320 V aux bornes d'une sphère de $8 \mu\text{m}$ de diamètre remplie d'air à pression atmosphérique et pour une température de $20 \text{ }^\circ\text{C}$. Le défaut sur la Figure II. 14 est de couleur rouge, le film isolant est bleu et le matériau à conductivité contrôlée est marron. A partir des données extraites du logiciel de calcul, nous recalculons la différence de potentiel (DDP) aux bornes de la vacuole entre le point A et B.



Figure II. 14: Représentation du défaut de 8 μm de diamètre à proximité du point triple dans le matériau à conductivité contrôlée de volume pour les différentes épaisseurs de film

Afin d'avoir une référence, nous avons commencé l'étude des décharges partielles dans le module par le cas d'une isolation classique avec le système d'isolation proposé (film + encapsulant de volume). Dans le cadre de cette comparaison, nous avons choisi de fixer les propriétés électriques (permittivité et conductivité) du matériau de volume à 3,5 pour la permittivité relative et 10^{-12} S/m pour la conductivité. Ces propriétés électriques seront utilisées dans tous les cas simulés. Pour le film isolant, la permittivité relative est fixée à 2,7 et la conductivité à 10^{-15} S/m. Enfin, pour observer l'effet de l'épaisseur du film, nous avons effectué les simulations pour deux épaisseurs (10 μm et 20 μm). Nous avons choisi de faire varier la tension du module de 2500 V à 7000V avec un pas de 500 V.

La Figure II. 15 représente l'évolution de la différence de potentiel (V_{ab}) aux bornes de la vacuole en fonction de la tension appliquée au système d'isolation. Sur cette figure, la partie hachurée nous indique la zone au-dessus du seuil de Paschen (320 V). La courbe noire représente l'évolution de la tension dans le cas d'une isolation classique avec une limite atteinte pour une tension de 4 kV. Les évolutions de la tension aux bornes du défaut, pour 2 épaisseurs de films sont représentées en rouge (10 μm) et en bleu (20 μm). Dans ces configurations, le seuil est atteint pour une tension de 6 kV pour une épaisseur de 10 μm . En revanche, la simulation avec le film de 20 μm , ne permet pas atteindre le seuil minimum de Paschen, même pour une tension de 7 kV. Aussi, en ajoutant un film d'une épaisseur de 10 μm , nous avons augmenté la tension permettant d'atteindre le seuil d'apparition de 50 % aux bornes de la bulle par rapport à la structure classique. Avec la mise en place d'un film isolant homogène et conforme, il semblerait possible de pouvoir repousser le seuil d'apparition de décharges partielles (PDIV) lié à ce type de défauts vers des valeurs de tension appliquées plus importantes. Toutefois, l'augmentation de l'épaisseur du film sera limitée par les procédés d'élaboration de ce dernier.

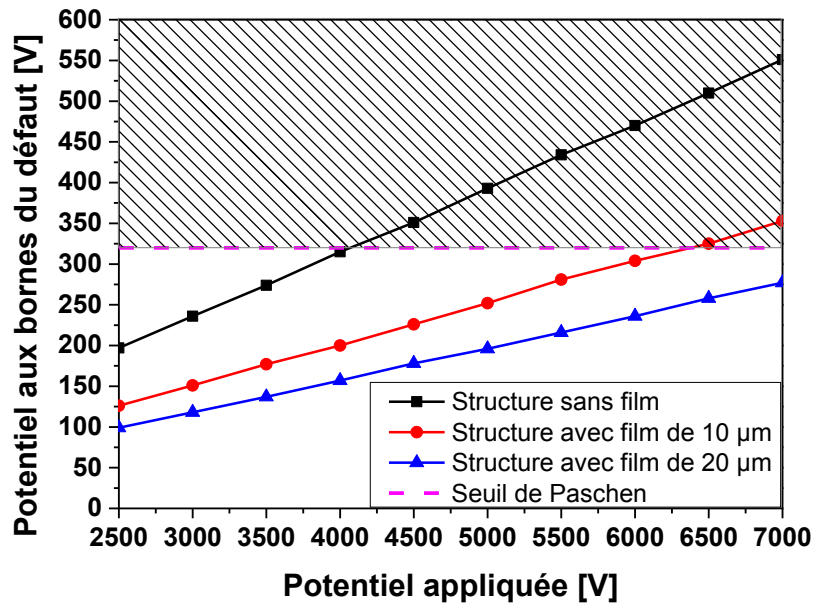


Figure II. 15: Impact de l'épaisseur du film isolant sur le seuil d'apparition des décharges partielles par simulations

Afin d'observer l'effet du système d'isolation vis à vis de la différence de potentiel aux bornes de la bulle d'air (V_{ab}) dans les simulations, nous avons fait varier l'épaisseur du film de 10 μm à 40 μm , et la conductivité du matériau à conductivité contrôlée de 10^{-12} S/m à 10^{-4} S/m en fixant la tension à 6900 V. Ceci correspond aux conditions de la norme IEC 1287 pour le système d'isolation proposé dans la section II. 3. Pour les autres propriétés de la structure, nous avons conservé les propriétés présentées sur la Figure II. 3. La différence de potentiel aux bornes du défaut (V_{ab}) en fonction de la conductivité et pour différentes épaisseurs de film est représentée sur la Figure II. 16. Ce graphe montre qu'à partir d'une épaisseur de 20 μm , la tension appliquée au module n'est plus suffisante pour atteindre la valeur du seuil de Paschen (320 V). Ce résultat est corrélé à la Figure II. 15, dans laquelle nous avons fait varier le potentiel jusqu'à 7000 V sans jamais atteindre le seuil. Dans le cas d'une épaisseur de 10 μm , nous obtenons une valeur supérieure à 320 V pour des conductivités inférieures à 10^{-8} S/m. Au-delà d'une conductivité de 10^{-8} S/m, nous avons une réduction significative de la tension, qui tend vers une différence de potentiel nulle aux bornes de la vacuole.

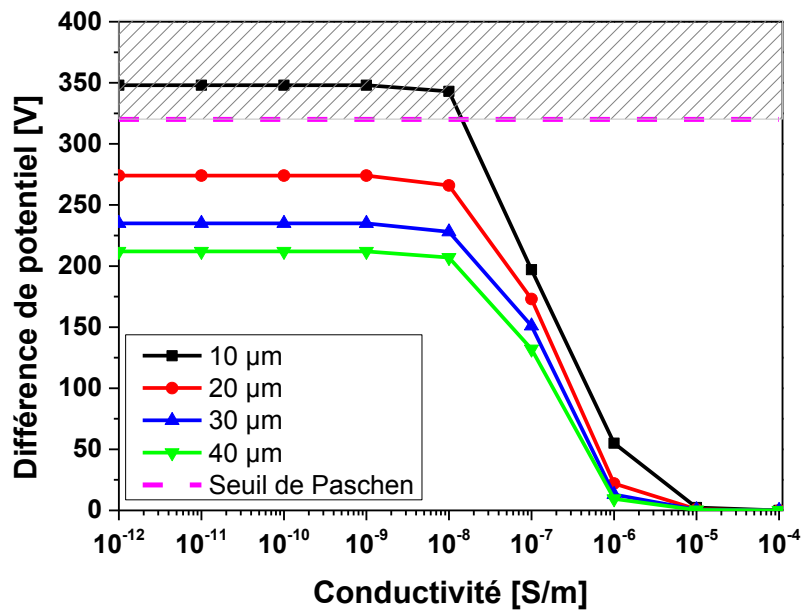


Figure II. 16: Evolution de la tension aux bornes de la vacuole (V_{ab}) en fonction de la conductivité et pour différentes épaisseurs du film isolant

Les simulations de la répartition du potentiel autour d'une vacuole ont mis en évidence l'apport du film isolant homogène et conforme sur la tension (V_{ab}) apparaissant autour d'une vacuole par rapport à une structure classique. Nous comparons la différence de potentiel aux bornes d'une vacuole (V_{ab}) avec le seuil de Paschen. Pour une épaisseur de 20 μm et plus, le seuil minimum pour l'apparition de décharge même avec un potentiel de 7000 V, semble ne pas être atteint. Dans le cas de nos simulations avec une couche de 10 μm , le potentiel appliqué nécessaire pour atteindre le seuil minimal est augmenté de 50% par rapport à une structure sans film isolant. Le comportement de l'ensemble film isolant et matériau à conductivité contrôlée selon la norme IEC 1287 a été étudié. Dans ce cas, on constate un effet significatif de la conductivité à partir de 10^{-8} S/m sur la différence de potentiel aux bornes (V_{ab}) de la cavité. L'intervalle de conductivité optimal pour le matériau à conductivité contrôlée se situe entre 10^{-8} S/m et 10^{-6} S/m, comme observé dans la section II. 4. 2. a.

II. 4. 3. Spécification des propriétés du système

Pour établir un cahier des charges du système d'isolation multicouche proposé, nous sommes partis du cadre applicatif du module double face (cf. section II. 2)). La tension maximale de fonctionnement de la structure est de 3500 V. À partir de ces contraintes, nous avons modélisé la structure finale dans laquelle nous implanterons cette isolation multicouche. Suite à la modélisation des sections précédentes, nous avons pu déterminer le comportement du système d'isolation dans différentes configurations et en extraire un cahier des charges de dimensionnement. La conductivité de

l'encapsulant de volume à partir de l'étude sur la répartition des lignes d'équipotentiels (avec ou sans présence de vacuole) nous a conduit à une gamme de conductivité optimale située entre 10^{-8} S/m et 10^{-6} S/m.

L'impact de l'épaisseur du film isolant a également été étudié. On constate qu'avec l'augmentation de l'épaisseur, la tension supportée par les films sera plus importante. En revanche, l'évolution du champ électrique est différente si le film isolant est à proximité de la métallisation au potentiel ou à la masse. Lors des simulations de la répartition du potentiel autour d'une vacuole, l'augmentation de l'épaisseur du film permet d'éloigner la localisation d'un tel défaut du point triple et ainsi d'augmenter la tension appliquée au module avant d'atteindre le seuil théorique minimum d'apparition des décharges partielles liées à ce type de défaut. D'après nos simulations, avec une épaisseur de 20 μm pour le film isolant et en faisant varier la conductivité du matériau à conductivité contrôlée, nous avons réussi à réduire la DDP aux bornes de la vacuole en dessous de 320 V. L'augmentation de la conductivité impose un resserrement des équipotentiels dans le film isolant. Cela a pour effet d'augmenter la tension d'apparition des décharges partielles au sein de l'encapsulant de volume.

II. 5 Choix des matériaux

II. 5. 1. Film isolant

Tel que nous l'avons défini dans les sections précédentes, le film mince isolant permet de supporter les renforcements de champ électrique en fonction de son épaisseur pour des contraintes électriques sévères. Dans notre cas, le rôle de film isolant peut être rempli par deux types de matériaux déposables en film mince : le polyimide (PI) et le parylène (PA). Le PI est souvent utilisé comme couche de passivation sur les composants semi-conducteurs de puissance [72]. Ce polymère se dépose principalement en phase liquide par différentes méthodes comme le trempage (*dip coating*) ou le dépôt par centrifugation (*spin coating*). Le PA, quant à lui, est utilisé plus généralement dans les applications électroniques. Il se dépose en phase vapeur sur l'objet à protéger. La Figure II. 17 présente une comparaison du résultat d'application entre matériaux déposés en phase gazeuse (PA) et en phase liquide (PI) sur un objet très irrégulier, tel qu'une carte électronique. Le dépôt en phase liquide, représenté en bleu, montre des épaisseurs différentes du film sur le support. On peut également remarquer la difficulté à pénétrer dans les zones exiguës, et à épouser exactement les formes du support. Contrairement à ce dernier, le dépôt en phase vapeur (représenté en jaune) présente une couche homogène et conforme sur tout le substrat. Les structures des modules de puissance double face étant complexes, l'utilisation d'une technique de dépôt en phase vapeur permettant un dépôt conforme apparaît comme la mieux adaptée. Malgré des études de dépôt de polyimide en phase vapeur, les études présentent des limites en épaisseur obtenue (quelques microns) et sont toujours en phase de développement dans les laboratoires de recherche [73].

C'est pour cette raison que notre choix s'est porté sur l'utilisation du parylène, car celui-ci est disponible de façon commerciale en dépôt jusqu'à 50 µm. De plus, il ne contient pas de solvant et se dépose à une température voisine de la température ambiante.

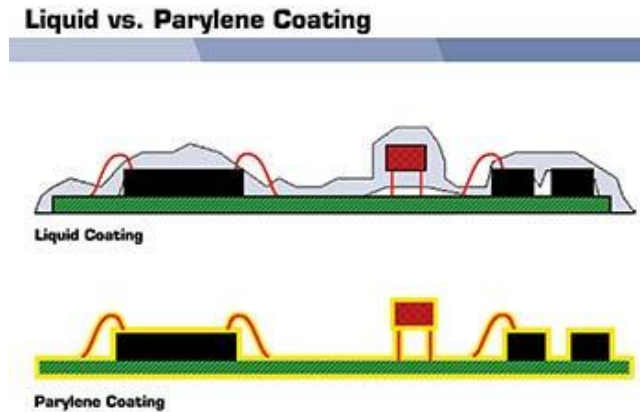


Figure II. 17: Illustration de l'avantage des techniques de dépôt en phase vapeur par rapport à ceux en phase liquide [74]

II. 5. 1. a. Propriétés physico-chimiques des parylène

Le parylène (PA) est le nom générique de la familles des polymères poly-para-xylylène (PPX). Cette famille est constituée de plusieurs types de parylène. Le parylène N (Figure II. 18), composé d'un noyau aromatique sur lequel sont greffés deux groupes méthyles, est la base de cette famille. D'autres parylène sont des dérivés de cette base où l'on vient greffer des atomes de chlore ou de fluor. La Figure II. 18 représente la structure chimique du PA-N, du PA-D et du PA-VT4. Le PA-D a deux atomes de chlore par monomère liés au noyau aromatique, tandis que le PA-VT4 a quatre atomes fluorés sur le monomère. Ces parylènes sont obtenus par le procédé de Gorham [75]. Cette méthode de synthèse utilise le procédé de polymérisation de dépôt en phase vapeur (VDP), dont nous expliquerons le processus dans le troisième chapitre. Cette technique permet d'obtenir des couches homogènes et conformes dans une plage d'épaisseur allant de 100 nm à 50 µm.

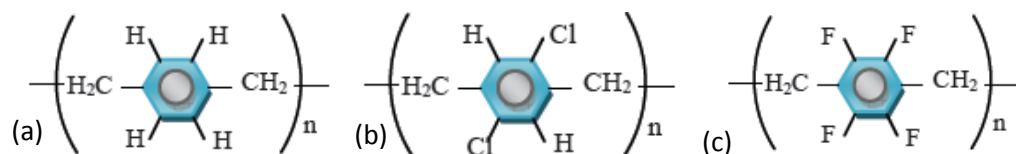


Figure II. 18: Structures chimiques du PA-N (a), PA-D (b) et PA-VT4 (c)[74]

De nos jours, la famille des parylènes (PA) est utilisée dans différentes applications, on les retrouve principalement dans l'industrie électronique [76], les nanotechnologies [77] et dans les applications médicales [78]. Le PA est souvent choisi pour sa résistance à l'oxydation, ses propriétés de barrière à l'humidité et sa biocompatibilité.

Les films de parylène pourraient être une solution pour répondre aux nouveaux enjeux d'isolation électrique en électronique de puissance, notamment lorsque celle-ci est intégrée. Leurs propriétés électriques ont été récemment rapportées dans la littérature [79]–[82] et les effets d'un recuit thermique ont été étudiés sur les PA-AF4 [83], [84]. Mais aucune étude électrique n'a encore été effectuée sur les parylènes N ou D. Nous étudierons donc l'impact d'un cycle thermique sur leurs propriétés thermiques et électriques dans le Chapitre 3.

Le Tableau II. 4 nous permet d'établir un bilan des propriétés physiques des différents parylène commercialisés. La permittivité diélectrique relative des PA est comprise entre 2.2 et 3.2 à 60 Hz et 25 °C. Les niveaux de champ de rupture des PA se situent aux alentours de 2.5 MV/cm pour une épaisseur de 25 μm quel que soit le type. La différence dans les spécifications données par le fabricant européen (Comelec SA) entre les PA se situe au niveau de leur tenue en température. Les parylène fluorés ont une meilleure tenue en température que les autres [28].

Tableau II. 4: Comparaison des propriétés physiques principales des différents PA [85]

Nom chimique	Poly-para-xylylène	Poly-monochloro-para-xylylène	Poly-dichloro-para-xylylène	$\alpha,\alpha,\beta,\beta$,poly-tetrafluoro-para-xylylène
Nom commercial	Parylène-N	Parylène-C	Parylène-D	Parylène-F
Densité (g/cm ³)	1.1-1.12	1.289	1.418	1.652
Température de transition vitreuse (°C)	35-80	13-80	110	60-66
Température de fusion (°C)	420	290	380	435
Température de service en continu (°C) 100 000 h	60	80	100	200
Température de service en continu (°C) 1000 h	115	95	130	350
Résistivité volumique à 25 °C ($\Omega \cdot \text{cm}$)	1.4×10^{17}	2.2×10^{15}	3.1×10^{16}	1.1×10^{17}
Rigidité diélectrique à 25 °C (MV/m) pour 25 μm	280	220-250	220	NA
Permittivité relative à 60 Hz	3.12	2.84	2.65	2.20
Facteur de pertes à 60 Hz	0.0002	0.023	0.004	NA
Permittivité relative à 1 kHz	2.98	2.82	2.65	2.25
Facteur de pertes à 1 kHz	0.0002	0.017	0.003	0.0013
Conductivité AC à 1 kHz (S/m)	9.45×10^{-10}	1.67×10^{-10}	1.11×10^{-11}	7.22×10^{-11}

II. 5. 2. Encapsulation de volume à conductivité contrôlée

II. 5. 2. a. Choix de la matrice

Concernant l'encapsulation de volume à conductivité contrôlée, nous avons fait le choix de sélectionner une matrice polymère isolante, puis d'y inclure des particules conductrices, dans l'optique d'obtenir les conductivités définies grâce aux simulations présentées dans la section II. 4. 2. a.

Les polymères peuvent être classifiés en trois familles qui sont : les thermoplastiques, les élastomères et les thermodurs (par exemple les résines époxy).

- Les polymères thermoplastiques sont des matériaux qui se ramollissent à partir d'une certaine température, mais une fois en dessous de cette température ils redeviennent solides. Du fait de cette propriété, le polymère conserve sa structure moléculaire.

- Les élastomères sont des polymères présentant une grande élasticité après la réticulation. Ils supportent de grandes déformations avant la rupture.
- Les thermodurs sont des polymères qui, une fois polymérisés, sont sous forme mécaniquement rigide. Après la polymérisation les thermodurs sont dans un état irréversible.

Parmi ces polymères, certains restent stables pour des températures relativement élevées. Cette famille peut inclure les thermoplastiques et les thermostables. Dans l'encapsulation des modules de puissance 3D sont utilisés deux types de polymère : le gel silicone et les résines époxy. Nous restreindrons notre analyse à la résine époxy.

Les poly-époxydes (époxy) sont généralement fabriqués à partir de deux composés: une résine (époxyde) et un durcisseur (le plus souvent des amines). Sous l'effet de la température, l'époxyde et le durcisseur vont réagir pour se durcir et atteindre un état solide. Le processus mis en jeu sous l'effet de la chaleur est une réaction dite de « polyaddition ». L'époxyde et le durcisseur vont réagir entre eux, conduisant à la formation d'un réseau de chaînes rigidifiées.

L'époxy utilisée dans l'élaboration des composites de notre étude est la EP 630— LV (Polytec). Elle est obtenue à partir d'un mélange ayant une faible viscosité (1000 mPa.s à la température ambiante), et elle a une très bonne rigidité diélectrique (> 40 kV/mm en AC). Sa température de transition vitreuse se situe entre 120-130 °C. La résine est conditionnée en deux parties, la partie A est le monomère époxyde et la partie B est le durcisseur. Le ratio entre les deux parties est de 10:1 en poids.

II. 5. 2. b. Choix des particules

La matrice de base de notre matériau à conductivité contrôlée est un polymère isolant électriquement. Les conductivités électriques des polymères sont généralement comprises entre 10^{-13} S/m et 10^{-18} S/m à température ambiante. Pour augmenter la conductivité de l'encapsulant, nous avons décidé d'y introduire des particules conductrices et notre choix s'est orienté vers deux types de particules : soit métalliques, soit carbonées. Les composites polymères-particules conductrices ont une caractéristique commune: avec l'augmentation de la fraction de particules conductrices dans la matrice isolante électriquement, nous atteignons tôt ou tard un seuil dit de « percolation ». Cette propriété est associée à la formation d'un réseau continu de particules traversant l'échantillon. Les premiers travaux sur des composites avec des inclusions de particules conductrices métalliques ont débuté dans les années 1960 par Gurland [86]. Dans cette étude, Gurland *et al.* ont mis en évidence ce phénomène de percolation avec des particules sphériques d'argent incorporées dans de la bakélite comme représenté sur la Figure II. 19.

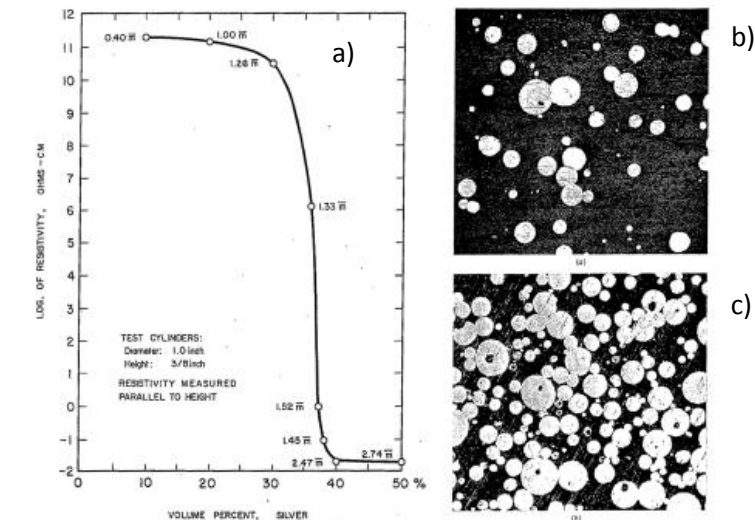


Figure II. 19: Composite bakélite-argent de Gurland [86]; a) résistance en fonction de la fraction volumique, b) et c) micrographie du composite avant et après le seuil de percolation

La Figure II. 19 a) montre l'évolution de la résistance (i.e. l'inverse de la conductivité) en fonction du pourcentage volumique de charge contenue dans le composite. Avec un volume de 10 % de particules, la résistance du composite reste inchangée. Le phénomène de percolation est observé pour un taux de chargement compris entre 30 et 40 % en volume pour lequel une augmentation importante et très rapide de conductivité est mesurée. Cette courbe est la signature typique des composites chargés avec des particules conductrices. Les micrographies (Figure II. 19 b) et c)) nous montrent la répartition aléatoire dans le composite avant et après le seuil de percolation. Depuis les années 60, une grande variété de matrices polymères a été chargée avec un large éventail de particules conductrices ayant des tailles allant du sub-millimètre jusqu'au nanomètre. Nous avons reporté dans le Tableau II. 5 quelques exemples de particules utilisées dans les matériaux composites. Nous avons répertorié les dimensions, la matrice utilisée ainsi que le seuil de percolation. On constate une réduction du taux de chargement en passant des particules métalliques à celles carbonées pour atteindre le seuil de percolation. De plus, la réduction de dimension de la particule permet également de réduire le taux de chargement. Les conclusions nous conduisent à orienter notre choix vers des particules carbonées de très faibles dimensions.

Tableau II. 5: Evolution du seuil de percolation en fonction du type et de la taille des particules utilisées dans la matrice isolante

	Type de particule	Dimension des particules	Matrice isolante	Seuil de percolation	Référence bibliographique
Particules métalliques	Or	Diamètre de 0.2 à 2.5 µm	Polystyrène	11 % Vol.	[87]
		Diamètre de 10 µm	Polystyrène	30 % Vol.	[88]
	Argent	Diamètre de 0.2 à 2.5 µm	Polystyrène	12 % Vol.	[87]
		Nano fils de 25 nm de diamètre	Polystyrène	0.75 % Vol.	[89]
	Platine	50 nm	Polyuréthane	10 % Vol.	[90]
	Palladium	Diamètre de 0.3 µm	Polyuréthane	31 % Vol.	[87]
	Cobalt	98.8 µm	Résine époxy	19 % Vol.	[91]
	Cuivre	100 µm Sphère d 5 µm	Résine époxy	6.5 % Vol.	[92]
		100 µm Sphère d 5 µm	Styrène-Butadiène	10 % Vol.	[93]
		Nano fils de 25 nm de diamètre	Polystyrène	0.75 % Vol.	[89]
	Zinc	15 µm	Nylon 6	18 % Vol.	[94]
	Nickel	116. µm	Résine époxy	35 % Vol	[91]
		9.2 µm	Polypropylène	27.5 % Vol.	[95]
2-9 µm		Polyéthylène	23 % Vol.	[96]	
Particules Carbonées	Noir de carbone	30 nm	High Density Polyéthylène	0.8 % Vol.	[97]
	Graphite	100 nm	Résine Epoxy	0.375 % Vol.	[98]
	Nanotube de carbone	Diamètre de 1.4 nm, longueur de 1-3 µm	poly(3- octylthiophene)	4 % wt.	[99]
	Nano feuillet de graphite	Epaisseur de 100 nm	Résine époxy	1.3 % Vol.	[100]
	Graphène	1 nm	Polystyrène	0.15 % Vol.	[101]

D'un point de vue industriel, les particules de noir de carbone sont les plus utilisées. En effet, leur structure sphérique, leur taille nanométrique mais surtout leur coût font d'elles un matériau attractif. Flandin *et al.* [102] ont mis en évidence l'effet de la taille des particules sur l'évolution de la conductivité. Dans l'étude, ils observent l'influence des particules de tailles nanométriques de 21 nm à 300 nm sur la conductivité DC d'un composite à base de fibre de carbone. La fraction volumique pour atteindre le seuil volumique de percolation est corrélée à la taille des particules. Ils ont remarqué que le seuil de percolation est atteint plus rapidement pour les tailles de particules les plus petites. L'avantage d'utiliser des particules de petite taille est qu'elles ont une surface de recouvrement plus importante : la surface de contact avec la matrice est augmentée. Dans cet article [102], les auteurs indiquent qu'avec des particules de 21 nm la surface de recouvrement est de 242 m²/g contre 8 m²/g pour des tailles de 300 nm. On constate qu'avec les particules de plus petites tailles la surface développée est plus importante, il est donc aussi plus aisé de former un réseau conducteur. D'autres travaux illustrent l'effet de la taille des particules sur la conductivité pour des feuillets et non plus sur des particules sphériques [98], [103]. Avec ce type de particules (feuillets), le seuil de percolation est toujours plus bas pour des particules carbonées [98] qu'avec des particules métalliques [103].

Pour résumer les travaux de la littérature, l'impact le plus important des particules conductrices sur le seuil de percolation est obtenu pour des particules carbonées qui ont une conductivité supérieure à celle des particules métalliques pour un même taux de chargement volumique. La taille des particules doit être la plus faible possible et leur forme doit être préférentiellement des feuillets car cela permettra d'obtenir une surface développée plus importante qui facilitera la création d'un réseau conducteur dans le composite.

Dans le cadre de notre étude, cela nous offre la possibilité d'utiliser trois types de particules carbonées : le graphite, les nanotubes de carbone et le graphène. Nous avons fait le choix d'utiliser des particules de graphène car nous pouvons obtenir des particules de taille nanométrique et sous forme de feuillets. Ceci nous offre la possibilité de modifier les propriétés de la matrice isolante pour de très faibles taux de chargement.

II. 5. 2. c. Graphène

Le graphène a été identifié pour la première fois en 2004 par A. Geim et K. S. Novoselov, chercheurs à l'Université de Manchester [104]. En 2010, ils furent récompensés par le prix Nobel de Physique. Depuis sa découverte, ce matériau est la base de nombreuses recherches pour des applications en électronique, optoélectronique, stockage d'énergie, capteurs et nanocomposites. Cet engouement est dû à ses propriétés électriques, mécaniques et thermiques remarquables.

Le graphène est un « simple » plan d'atomes de carbone répartis régulièrement sur un réseau hexagonal en forme de nid d'abeille, bidimensionnel de type sp². Il constitue la brique élémentaire de nombreux

matériaux carbonés. Le graphite, par exemple est un empilement de couches de graphène (Figure II. 20). Les fullerènes et les nanotubes de carbone découverts respectivement en 1985 et 1991 sont décrits comme un feuillet de graphène enroulé sur lui-même pour former une cage ou un tube. Sur la Figure II. 20, nous avons toutes les configurations possibles des feuillets de graphène.

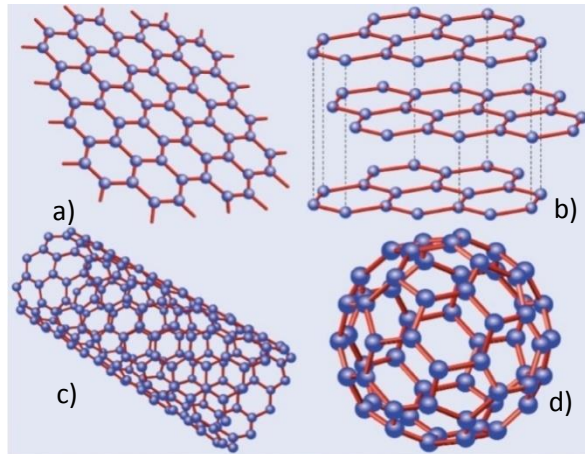


Figure II. 20: Le carbone sp^2 sous toutes ses formes a) le graphène (2D), b) le graphite (3D), c) les nanotubes de carbone (1D) et d) les fullerènes (0D).

Les propriétés du graphène sont très surprenantes : il est le matériau le plus fin connu (une couche d'atomes). Le module élastique du graphène est de 1 TPa. Le graphène tire cette résistance mécanique de la liaison de ces atomes de carbone (C=C) qui lui confère des propriétés similaires au diamant ainsi qu'aux fibres de carbone. Il est un bon candidat dans les domaines électromécaniques de taille nanométrique tels que dans les NEMS (Nano Electro-Mécanical Systems). Du fait de sa géométrie plane, il serait un très bon candidat pour le renforcement mécanique de nos composites. Ces caractéristiques surprenantes ne se limitent pas à ses propriétés mécaniques, mais s'étendent aussi aux domaines de la thermique et de l'électrique.

En matière de propriétés thermiques, le graphène (pour un feuillet suspendu) a une meilleure conductivité que le diamant. La valeur de la conductivité thermique serait de 5000 W/m.K [105]. En comparaison, la conductivité thermique du diamant est de 2200 W/m.K [105], celle de l'AlN est de 200 W/m.K [17] et pour le SiC polycristallin la valeur est de 170 W/m.K [17]. Mais lorsque celui-ci est sur un substrat, cette conductivité est altérée.

Le graphène est obtenu par exfoliation du graphite par différentes méthodes. La méthode de Geim et Novoselov [104], consiste à utiliser un morceau d'adhésif pour séparer les couches qui composent le cristal de graphite pur. Cette opération sera répétée jusqu'à obtenir quelques couches de graphène. Ensuite, ces couches de graphène sont déposées par exfoliation sur un substrat de silicium, rendu isolant par une couche d'oxyde de silicium. Cette méthode est dite mécanique.

Actuellement, on ne compte pas moins de trois procédés d'exfoliation. Le premier est le dépôt en phase vapeur (CVD), il consiste en la décomposition d'un gaz (méthane, éthylène...) sur un métal (cuivre par exemple) à haute température. Dans cette technique, le métal récupère les particules de carbone des gaz d'hydrocarbure qui vont se réorganiser à sa surface. Ensuite, le graphène est séparé de son support métallique.

Une autre méthode consiste à oxyder le graphite et à utiliser la méthode de Hammer [106] pour oxyder et séparer les feuillets oxydés. Ensuite, on chauffe ces feuillets pour réduire l'oxyde à la surface du feuillet.

Enfin, une troisième méthode consiste à mettre les particules en suspension dans une solution chimique [107]. On appelle cette méthode l'exfoliation en phase liquide.

Les méthodes les plus prometteuses pour des industrialisations sont le dépôt CVD et l'exfoliation en phase liquide. Ces deux méthodes donnent un bon rendement et une bonne qualité de graphène.

La famille des feuillets de graphène est répartie en trois grandes familles [108]. La première famille est le « mono layer » (mono couche), la seconde est le « bi layer » (bicouche), et la dernière le « multi layer » (< 10 couches). Les propriétés obtenues avec les différentes familles de feuillets de graphène sont supérieures à celles obtenues avec du graphite.

Le graphène serait un très bon candidat pour l'élaboration de composites car il permet de modifier les propriétés de la matrice pour de faibles taux de chargement. C'est pour cela que depuis sa découverte de nombreux chercheurs l'utilisent, notamment dans les composites à base de polymères [107]. Lorsque l'on compare les composites avec des particules de graphène à ceux utilisant des particules métalliques (par exemple du cuivre) à taux de chargement équivalents, on note que les nanocomposites polymère/graphène présentent de meilleures conductivités thermiques ou électriques avec un seuil de percolation obtenu pour de plus faibles taux de chargement dans la matrice. Les travaux de Rao [108] montrent que le seuil de percolation est atteint pour 0.52 % en masse. Diahm *et al.* [109] ont obtenu un seuil autour de 0.5-0.6 % en masse. De nombreuses études dans des composites avec une matrice en polyester montrent un seuil de percolation de 0.3 % en masse ce qui est dix fois plus faible que ceux obtenus pour le graphite. Dans notre cas, nous nous sommes intéressés à l'évolution de la conductivité électrique du composite époxy/graphène en fonction du taux de chargement. La Figure II. 21 présente un état de l'art de l'évolution de la conductivité électrique dans différentes matrices polymères en fonction du taux de chargement en volume relevés dans plusieurs études. La Figure II. 21 a) présente des composites avec des feuillets d'oxyde de graphène (GO) réduit. La Figure II. 21 b) présente des composites avec des feuillets de graphène obtenues par exfoliation directe. Dans la littérature, les auteurs présentent généralement leurs résultats en fonction d'un taux de chargement en volume.

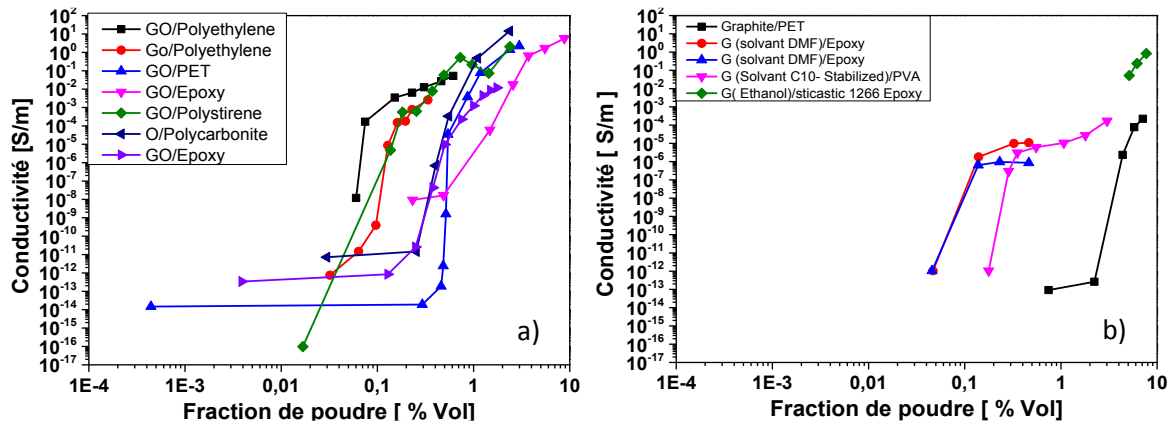


Figure II. 21: Évolution de la conductivité (extraite de la littérature) en fonction du taux de chargement: a) oxyde de graphène réduit ; b) graphène exfolié directement [101], [108], [110]–[115]

Sur les deux figures ci-dessus, nous observons qu'avec des particules d'oxyde de graphène réduit, des conductivités plus importantes sont obtenues qu'avec des particules de graphène exfolié. On peut attribuer cette différence au procédé d'exfoliation utilisé. En effet, il est plus facile d'obtenir des mono feuillets de graphène oxydé réduit que de graphène exfolié directement. De plus, on peut penser que l'agrégation avec des particules de graphène oxydés est moindre. Pour atteindre des conductivités de 10^{-8} à 10^{-6} S/m, nous avons donc choisi les particules de graphène directement. Le procédé d'élaboration du composite époxy-graphène sera décrit dans la section III. 3.1 du chapitre III.

II. 6 Conclusion

Le but de ce chapitre était de présenter le système d'isolation que nous souhaitons mettre en place dans un module de puissance de type double face, en commençant par sa modélisation et en finissant par le choix des différents matériaux d'isolation.

Nous avons aussi pu présenter les effets de la conductivité du matériau à conductivité contrôlée. Celle-ci joue un rôle non négligeable sur la répartition du potentiel et du renforcement de champ dans la structure. Ainsi, il apparaît qu'avec l'augmentation de la conductivité du matériau à conductivité contrôlée, celui-ci commence à reporter le potentiel appliqué sur les films isolants à partir d'une conductivité supérieure à 10^{-8} S/m. Au-delà d'une conductivité de 10^{-6} S/m, le matériau à conductivité contrôlée reporte la quasi-totalité du potentiel sur le film isolant.

L'augmentation de l'épaisseur du film isolant aura pour effet d'augmenter le potentiel supporté par celui-ci. En revanche, cela permet de réduire le renforcement de champ électrique sur des points critiques du système. Enfin, cette augmentation aura un effet bénéfique sur le seuil d'apparition des décharges partielles. En effet, le film isolant considéré comme parfait (sans défaut) éloignera la vacuole de la zone de renforcement de champ (point triple). Finalement, une épaisseur de 20 μm pour le film de

tenue en tension semble être une épaisseur suffisante avec la gamme de conductivité définie précédemment.

De plus, nous avons pu mettre en évidence l'utilité d'une isolation multicouche pour lutter contre l'apparition de décharges partielles. En effet, en comparant la modélisation de l'isolation classique à l'isolation multicouche, on constate un seuil d'apparition théorique des décharges partielles plus élevé dans le cas de l'isolation multicouche.

L'état de l'art des différents matériaux pouvant constituer l'isolation multicouche nous a permis de sélectionner les différents matériaux. Notre choix s'est orienté vers le parylène pour le film isolant. Le dépôt en phase vapeur garantit une couche homogène et conforme à la surface du substrat, même avec des géométries complexes. Pour la démonstration de ce nouveau concept d'isolation multicouche, nous étudierons dans la suite les propriétés électriques des parylènes N et D. Cela représentera également une originalité car elles n'ont fait l'objet d'aucune étude à ce jour. En ce qui concerne le matériau à conductivité contrôlée, nous avons fait le choix d'utiliser un matériau composite. La matrice isolante utilisée est une résine époxy dans laquelle nous incluons des particules conductrices. La littérature nous offre un éventail d'études de l'impact des particules conductrices sur la conductivité électrique. Notre choix s'est orienté sur les particules de graphène. Avec celles-ci, nous sommes censés obtenir le meilleur effet pour de faibles quantités de particules.

Dans le chapitre suivant, nous présenterons l'étude des propriétés thermiques et électriques des différents matériaux présentés. Tout d'abord, nous exposerons l'impact d'un cyclage thermique sur les propriétés thermiques et électriques (permittivité et facteur de pertes) des films de parylène N et D. Dans un second temps, nous caractériserons les films sous fort champ électrique (rupture, courant de conduction). L'influence du taux de chargement sur la transition vitreuse du composite sera observée, tout comme sur les propriétés électriques (permittivité, conductivité et rupture)

Chapitre III : Propriétés thermiques et électriques des films parylène et des nanocomposites époxy/graphène

III. 1 Introduction

Ce chapitre présente une étude des propriétés thermiques et électriques des différents matériaux pour l'isolation des modules double face. L'effet d'un recuit sur les films de parylène N et D et l'impact du taux de chargement sur les propriétés des nanocomposites époxy/graphène seront étudiés. Le but de ces caractérisations sera de dimensionner *in fine* le système d'isolation multicouche à travers le choix d'un type de parylène avec une épaisseur suffisante ainsi que de définir le taux de chargement du nanocomposite époxy/graphène permettant d'obtenir la gamme de conductivité obtenue au chapitre précédent.

Après une présentation de la technique de dépôt utilisée pour les films de parylène nous ferons une étude thermique par analyse thermogravimétrique (ATG) et par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) pour obtenir la perte de masse et les transitions caractéristiques des films. L'étude des propriétés électriques débutera par les mesures diélectriques (permittivité et pertes) et du champ de rupture (AC et DC) en fonction de différentes épaisseurs. Nous terminerons par l'effet du champ électrique sur la conductivité DC des films.

Nous présentons ensuite le procédé d'élaboration du matériau à conductivité contrôlée mis en place. L'étude thermique s'articule autour d'un impact possible du taux de chargement sur la transition vitreuse de la matrice. Ensuite, l'étude sous faible champ nous permettra de quantifier la permittivité complexe ainsi que la conductivité AC des différents composites. Afin d'évaluer le comportement des composites sous fort champ, des mesures de rigidité diélectrique en AC et de courant de conduction en DC ont été réalisées.

Une conclusion sur les valeurs de champ de rupture des films et de la conductivité sur les nanocomposites sera apportée en fin de chapitre.

III. 2 Caractérisations des films

III. 2. 1. Procédé d'élaboration des films

Sur la Figure III. 1, nous avons un résumé des différentes étapes du procédé de dépôt en phase vapeur (VDP) de parylène. Cette technique permet d'obtenir un dépôt conforme et homogène [28] à la surface d'un substrat avec une épaisseur pouvant atteindre 50 μm . L'élaboration du parylène se fait en trois étapes [28]: le dimère de PA se sublime à une température comprise entre 140°C et 170 °C sous vide (1,33 mBar). Après cette étape de sublimation, le dimère est sous une phase vapeur et transite au sein du réacteur vers une zone de pyrolyse à 650 °C. Cette étape permet aux dimères d'être séparés en deux monomères. Ensuite, les monomères entrent dans la chambre de polymérisation chauffée à 20 °C et sous

une pression de quelques dizaines de mbar. Dans cette enceinte, les monomères vont se déposer et se recombinaient sur la surface du substrat.

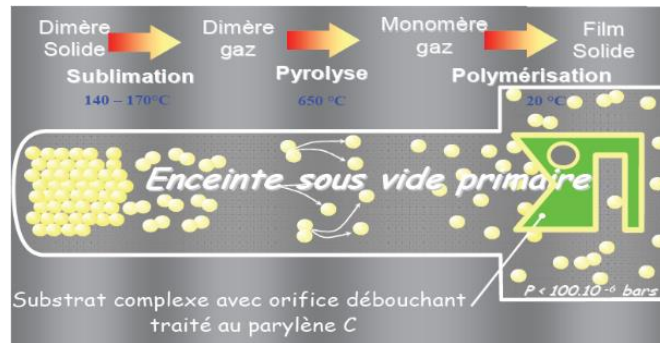


Figure III. 1: Résumé des étapes d'un dépôt de parylène par VDP [74]

III. 2. 2. Propriétés thermiques

Les principes de mesure d'analyse thermogravimétrique (ATG) et de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) sont explicités dans l'Annexe N°1 intitulée « mesures thermiques ». Sur la Figure III. 2, nous avons représenté l'évolution de la masse en fonction de la température. Les mesures ATG ont été effectuées sous atmosphère inerte (azote) de 30°C à 800°C avec une rampe de 10°C/min avec analyseur PerkinElmer Instruments Diamond au laboratoire de chimie de coordination (LCC). Nous avons fait la mesure sur des films de PA-D et PA-N. Pour le PA-D, nous voyons une perte de masse à partir d'une température de 250°C. A 300°C la perte de masse est comprise entre 2 et 3% de la masse de départ. Contrairement au film de parylène D, le parylène N a une perte de masse brutale à partir de 480°C. Cette perte brutale est caractéristique de la fusion du matériau, correspondant à la température de fusion mesurée par DSC avec un modèle 2010 de TA instrument associé avec le module LNCA (Figure III.3 a)).

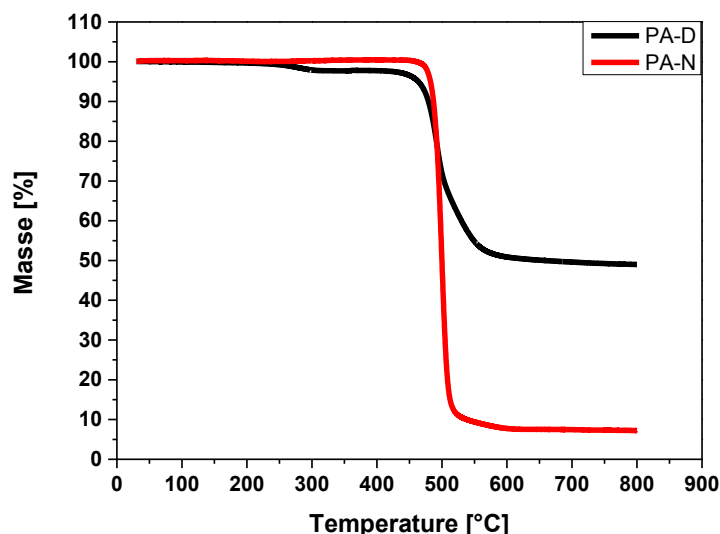


Figure III. 2: Analyse thermogravimétrique du PA-N et PA-D

On peut observer sur la Figure III. 3, les températures typiques de transition décrites dans la littérature [79]. Pour le PA-N, nous pouvons observer trois pics endothermiques entre 25°C et 400 °C se produisant à 230°C, 280°C et 418°C. Ils ont été identifiés dans la littérature comme étant liés à des transitions de phases cristallines et de fusion [79], [116]. Le premier pic correspond à une transition cristalline de la phase α -monolithique à la phase β_1 -hexagonale. Le second pic correspond à la transition cristalline β_1 -à β_2 -hexagonale. Le dernier pic est relié à la température de fusion. Pour le PA-D, nous pouvons observer deux phénomènes se produisant autour de 100°C et 348°C. Dans la littérature, la transition vitreuse a été reportée à 100°C. Cependant, dans notre cas, le caractère exothermique du premier événement ne peut pas être relié à la T_g (phénomène endothermique). Le second pic à 348°C correspond à la température de fusion.

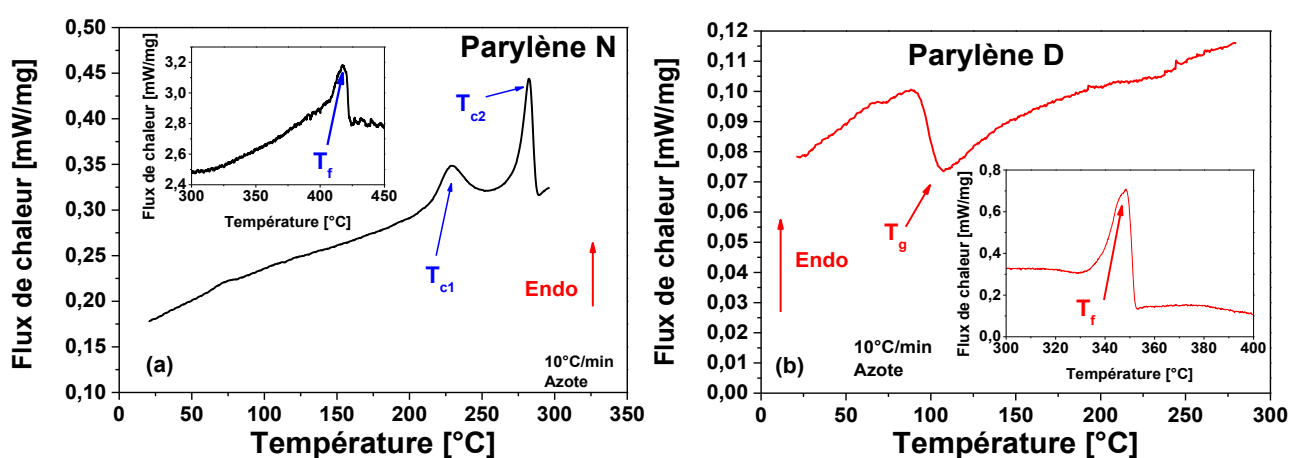


Figure III. 3: Thermogramme DSC du PA-N (a) et PA-D (b)

La Figure III. 4 montre un thermogramme DSC lors du cyclage en phase de montée et de descente sur le PA-N et PA-D. Pour le PA-N, la transition α - β_1 se décale vers les basses températures (230°C) et vers les hautes températures pour la transition de β_1 - β_2 (287°C). Ces décalages sont observés au-delà du premier cycle. Sur les cycles thermiques en phase de descente, les deux transitions cristallines sont stables. Pendant la phase de descente, seule la transition β_1 - β_2 est réversible, mettant en évidence une température inférieure de recristallisation de cette phase. Après le premier cycle thermique, le PA-N atteint une stabilité structurale. Un recuit de courte durée à 300°C semble stabiliser les films de PA-N [81]. Pour le PA-D, les mêmes cycles thermiques ne révèlent pas de changement entre les cycles de chauffe et de refroidissement. Aucune transition de phase n'est observée. Cela devrait indiquer que le phénomène à 100°C n'est pas réversible. Il a été rapporté dans la littérature la forte présence de dimère de PA-D n'ayant pas réagi pendant le processus de VDP [79].

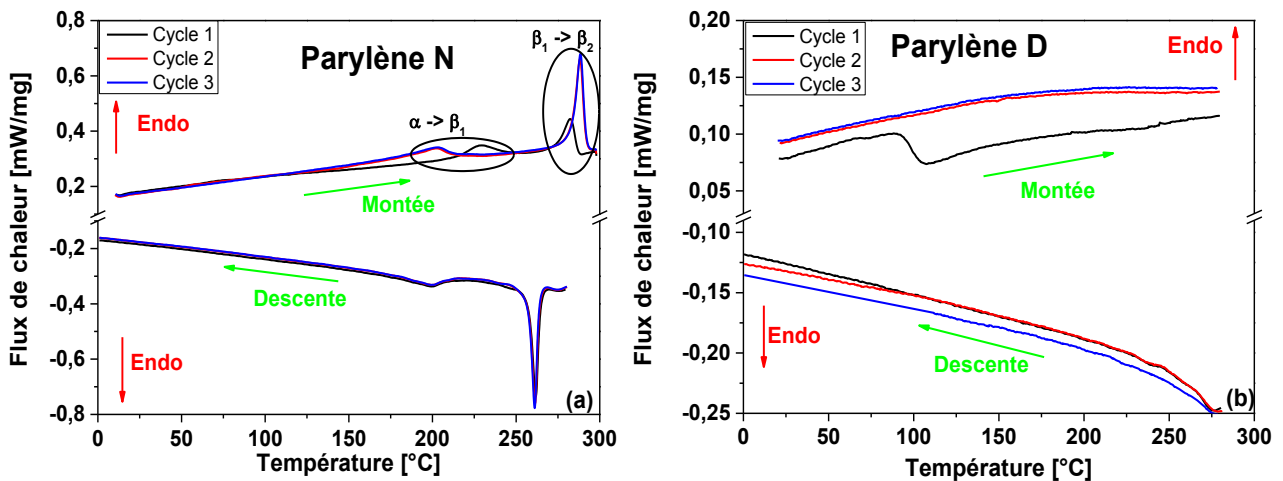


Figure III. 4: Thermographe DSC durant le cycle de température en montée et en descente sur les PA-N (a) and PA-D (b)

Dans ce qui suit, un court recuit à 300 °C a été effectué sur les échantillons afin de les stabiliser en augmentant leur cristallisation. Nous observerons l'impact de ce recuit sur les propriétés diélectriques des deux types de parylène.

III. 2. 3. Détermination de la permittivité complexe par spectroscopie diélectrique

Le principe de mesure de la spectroscopie diélectrique est détaillé dans l'Annexe N°2 intitulée « mesures électriques ». Pour les mesures, nous avons utilisé une structure Métal-Isolant-Métal représentée sur la Figure III. 5. Les films de parylène (N et D) sont déposés sur un substrat inox de 33*33*1mm. Sur la face supérieure, nous avons des électrodes d'or de 5 mm de diamètre. L'épaisseur des films testés est de 20 μm .

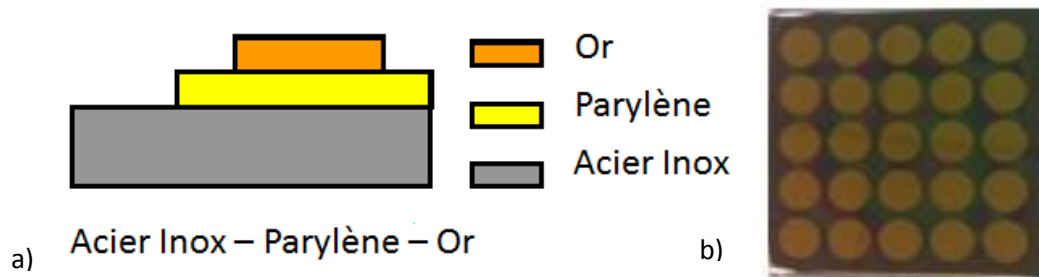


Figure III. 5: Représentation de la structure de Métal - Isolant - Métal, a) vue en coupe et b) vue de dessus des électrodes

La Figure III. 6 présente la permittivité et le facteur de pertes en fonction de la fréquence pour différentes températures pour le PA-N et PA-D. La permittivité du PA-N est quasi constante sur la gamme de

fréquences autour de 2,7 à 0°C, et décroît légèrement avec la température entre 0°C et 200°C. Cependant, elle reste constante, sur toute la gamme de fréquences même à 200°C. Le facteur de pertes est très faible (10^{-4}) jusqu'à 50°C, et commence à augmenter à partir de 100°C à basse fréquence en dessous de 1 kHz. La permittivité du PA-D est quasi constante autour de 2,6 à 0°C. Cependant, le facteur de pertes est supérieur à celui du PA-N (entre 10^{-3} et 10^{-2}). Dans ce cas, la permittivité et le facteur de pertes augmentent avec la température jusqu'à 200°C. Cela est probablement dû à la polarisabilité du PA-D [79].

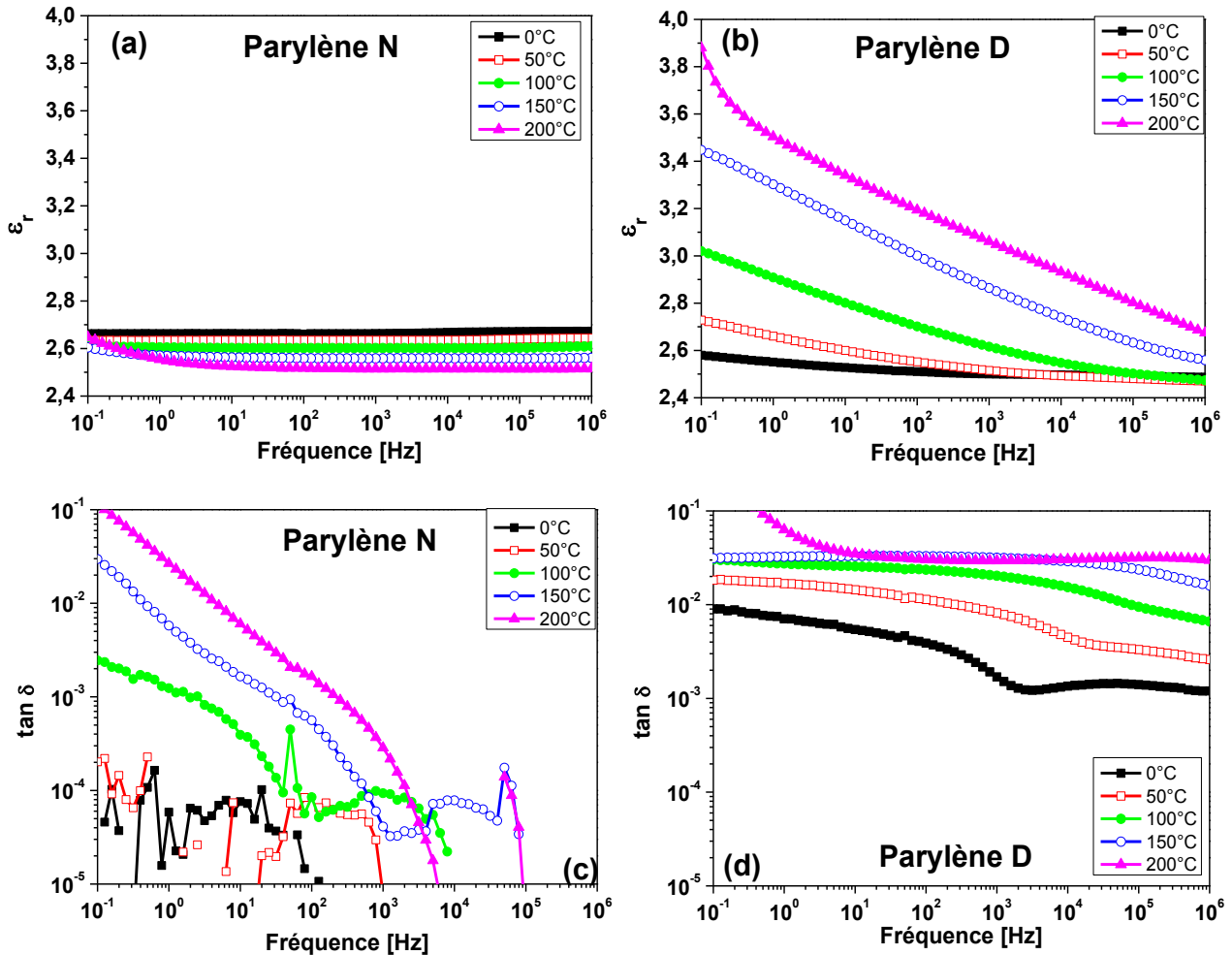


Figure III. 6: Permittivité et facteur de pertes en fonction de la fréquence pour différentes températures sur le PA-N (a,c) et le PA-D (b,d)

La Figure III. 7 présente la permittivité et le facteur de pertes du PA-N et du PA-D en fonction de la fréquence pour une température de 100°C durant la phase de montée et de descente du cycle thermique. Alors que pour le PA-D peu de changements sont observés, les propriétés diélectriques sont significativement modifiées sur le PA-N. La permittivité du PA-N augmente légèrement de 2,6 (en phase de montée) à 2,8 (en phase de descente). Le facteur de pertes du PA-D a diminué d'une demi-décade, tandis que celui du PA-N décroît de 2×10^{-3} à une valeur inférieure à 10^{-4} à 0,1 Hz.

Dans la section III. 2. 2, deux phases cristallines ont été identifiées pour le PA-N. Ces transitions varient en fonction de la température entre le premier et le second cycle thermique. Le recuit à 300°C a un impact sur les propriétés diélectriques du PA-N. Les propriétés diélectriques mesurées concordent avec les propriétés thermiques mesurées après le recuit. Cela met en évidence les effets de la cristallisation [84].

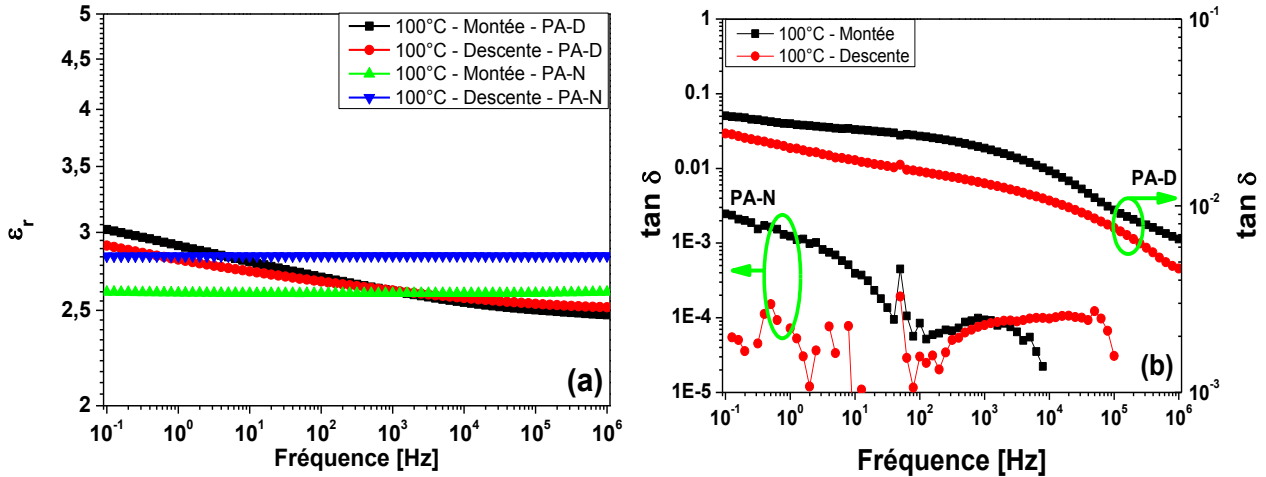


Figure III. 7: Permittivité (a) et facteur de pertes (b) en fonction de la fréquence à 100°C en phase de montée et de descente

III. 2. 4. Rigidité diélectrique en fonction de l'épaisseur

Les mesures de rupture diélectrique ont été réalisées à température ambiante. La Figure III. 8 représente la cellule de mesure utilisée durant les tests de rupture AC et DC sur les films de parylène. Le système d'électrodes utilisé est une électrode de 600 μm de diamètre et un plan correspondant au plan du substrat du dépôt. Au vu des épaisseurs des films ($<40 \mu\text{m}$), nous pouvons considérer que nous sommes en configuration plan-plan. L'électrode de 600 μm est connectée à la haute tension. Tandis que, la contre électrode (en acier inoxydable) est reliée à la masse. Les échantillons sont immergés dans un liquide isolant (fluorinert) afin d'éviter le contournement. Les mesures sont réalisées tant en AC (50 Hz) qu'en DC avec des rampes de 0,4 $\text{kV}_{\text{rms}}/\text{s}$ et 1 kV/s , respectivement. Nous avons effectué 20 points de mesure par échantillon pour les différentes épaisseurs.

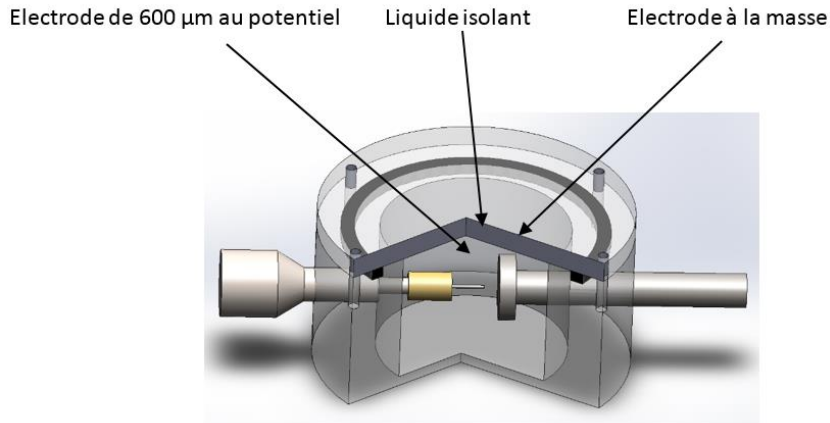


Figure III. 8: Cellule de mesure utilisée pour la rupture des films de parylène

III. 2. 4. a. Champ de rupture AC

Les probabilités de distribution de défaillance de Weibull sont représentées sur la Figure III. 9 en fonction de l'épaisseur des films de parylène N et D. La méthode de Weibull est présentée dans l'Annexe N°2 mesures électriques. Dans le cas du film de parylène N (Figure III. 9 a), la distribution des défaillances montre une légère augmentation du champ de rupture AC pour des épaisseurs de 25,8 µm et de 31,2 µm. Pour l'épaisseur de 41.8 µm, le champ de rupture diminue. Lors des tests de rupture AC sur l'épaisseur de 10 µm, nous avons rencontré des problèmes de mesure, les films étant tous en court-circuit. Nous avons mesuré un champ de rupture maximal pour l'épaisseur de 31 µm de parylène N (293 kV/mm). La probabilité de distribution de Weibull du parylène D sur la Figure III. 9 b montre de façon générale de plus faibles valeurs de rigidité diélectrique en AC en accord avec les résultats de permittivité et pertes diélectriques.

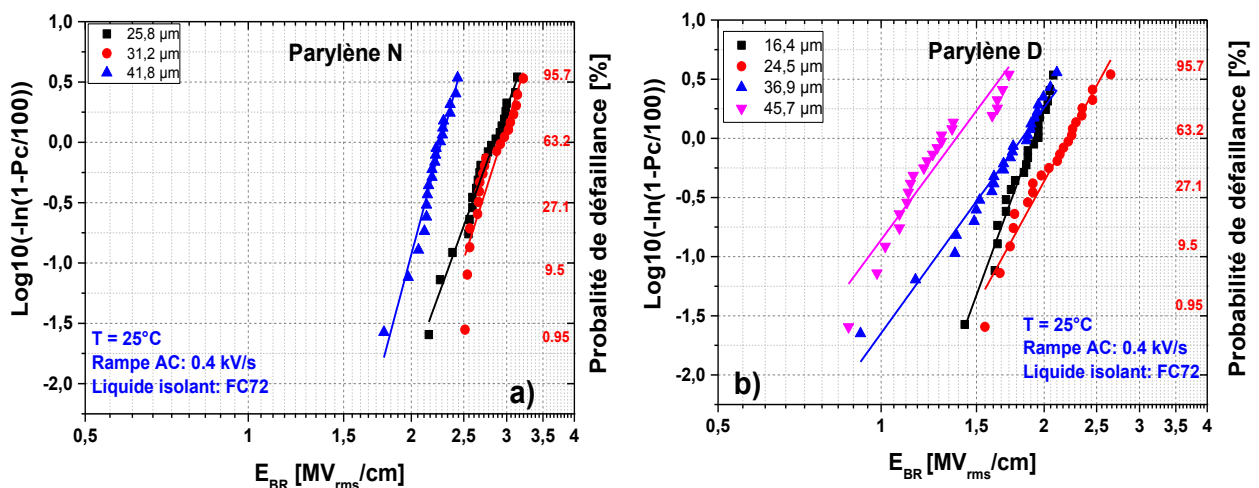


Figure III. 9: Probabilité de rupture AC des PA-N (a) et PA-D (b) pour différentes épaisseurs

Dans le Tableau III. 1 et le Tableau III. 2, nous avons reporté les coefficients de Weibull (α : facteur d'échelle et β : facteur de forme). Le coefficient α nous donne la probabilité de rupture du matériau à 63%. Le second coefficient β nous apporte une information sur la largeur de distribution des points expérimentaux. Plus la valeur de β est grande, plus les valeurs de champ de rupture sont reproductibles. Pour le PA-N, les valeurs du coefficient β sont comprises entre 12,4 et 16,9, cela montre une faible distribution des mesures de rupture sur les différentes épaisseurs du parylène N. Pour une épaisseur de 24,5 μm , nous avons la valeur maximale du coefficient α (2.2 MV/cm). Les valeurs de β montrent une faible dispersion des mesures de rupture.

Tableau III. 1: Coefficients de Weibull pour le PA-N en AC

Épaisseur (μm)	10	25.8	31.2	41.8
α (MV/cm)	Problème	2.84	2.93	2.27
β	de mesure	12.4	14.1	16.9

Tableau III. 2: Coefficients de Weibull pour le PA-D en AC

Épaisseur (μm)	16.4	24.5	36.9	45.7
α (MV/cm)	1.91	2.2	1.82	1.38
β	12.52	8.35	6.34	6.19

Pour conclure sur la rupture AC, les valeurs du coefficient β sont élevées dans les deux cas, donc les valeurs expérimentales sont peu dispersées. Les valeurs du coefficient α (donc du champ de rupture) en revanche, sont plus importantes dans le cas du parylène N sur toute la gamme d'épaisseur mesurée.

III. 2. 4. b. Champ de rupture DC

Les probabilités de Weibull de rupture en DC sont représentées sur la Figure III. 10 en fonction de l'épaisseur des films de parylène N et D.

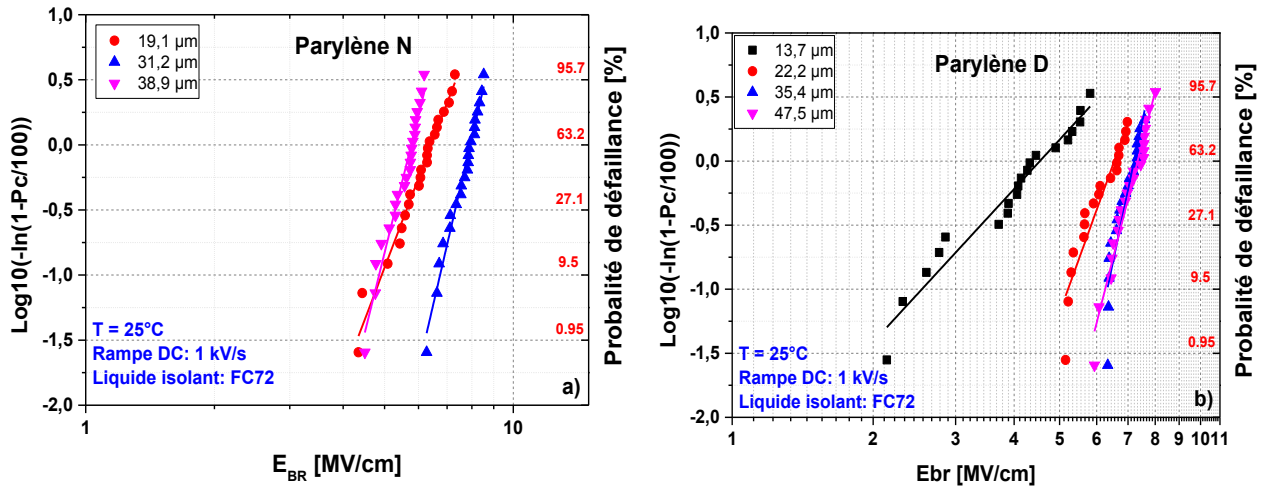


Figure III. 10: Probabilité de rupture DC des PA-N (a) et PA-D (b) pour différentes épaisseurs

Dans le Tableau III. 3 et le Tableau III. 4, nous avons reporté les coefficients de Weibull α et β pour les deux types de parylène. À partir des épaisseurs de 19.1 μm , nous pouvons considérer que nos résultats sont reproductibles pour les champs de ruptures sur les deux types de parylène. Dans le cas du parylène N, une augmentation de la valeur de la rupture jusqu'à une épaisseur de 30 μm est observée, suivie ensuite d'une diminution. En revanche dans le cas du parylène D, une augmentation puis une stabilisation du champ de rupture à partir de 30 μm sont observées.

Tableau III. 3: Coefficients de Weibull pour le PA-N en DC

Épaisseur (μm)	13.7	19.1	31.2	38.9
α (MV/cm)	Problème	6.42	7.93	5.76
β	de mesure	8.64	14.19	13.29

Tableau III. 4: Coefficients de Weibull pour le PA-D en DC

Épaisseur (μm)	13.7	22.2	35.4	47.5
α (MV/cm)	4.54	6.54	7.21	7.34
β	3.97	10.13	17.52	14.43

Pour conclure sur la rupture en DC, nous remarquons que les films n'ont pas les mêmes comportements en fonction de l'épaisseur. En effet, avec l'augmentation du champ de rupture en DC les films de PA-D se stabilisent à partir d'une épaisseur de 35,4 μm avec un facteur α de 7,2 MV/cm. Dans le cas du PA-N, nous observons une diminution du facteur α au-delà de 31.2 μm . Ayant mesuré le champ de rupture sous tension AC et DC, nous passons maintenant à l'effet du champ sur la conductivité DC des films.

III. 2. 5. Effet du champ sur la conductivité DC

Pour effectuer les mesures de courant sur les films de PA, une station sous pointes munie de positionneurs micrométriques et d'un porte-échantillon (chuck) a été utilisée pour la connexion de la source de tension à l'échantillon. La station est disposée dans une cage de Faraday afin de minimiser le bruit sur la mesure de courant. De plus, l'échantillon est isolé électriquement du porte-échantillon (lui-même relié à la masse) par l'intermédiaire d'une plaque d'alumine. La Figure III. 11 présente le montage utilisé pour effectuer les mesures sur les films. Les mesures de courant ont été réalisées à l'aide d'une source de tension FUG 3500 V et d'un électromètre Keithley 6517A (résolution : 0,01 pA). Les différents appareils de mesure ont été pilotés par une interface Labview. Les courants de polarisation sont mesurés sous champ constant dans une gamme de 10 à 100 kV/mm pendant 1800 secondes à température ambiante ; puis dépolarisés pendant 5400 s en appliquant 0V sur l'échantillon.

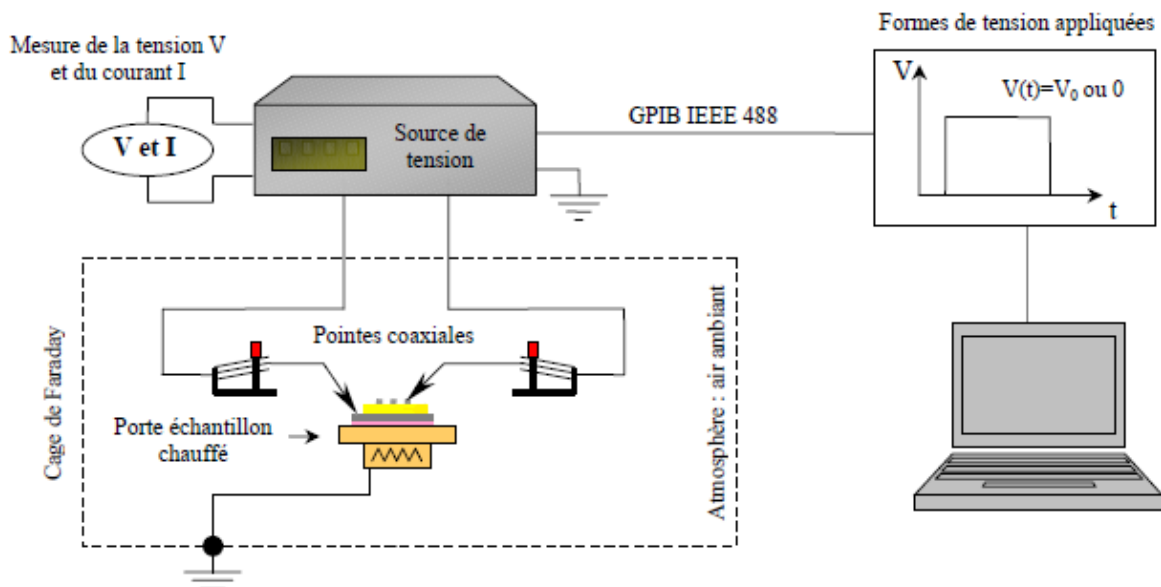


Figure III. 11: Synoptique du banc de test utilisé pour les mesures $I(V)$ sur les films

La Figure III. 12 a) représente le schéma électrique des mesures de courant de conduction. La métallisation de l'échantillon comporte un anneau de garde (Figure III. 24) qui est relié à la même masse que l'ampèremètre et la source de tension. Cet anneau de garde permet de limiter l'influence des courants parasites de surface sur les mesures.

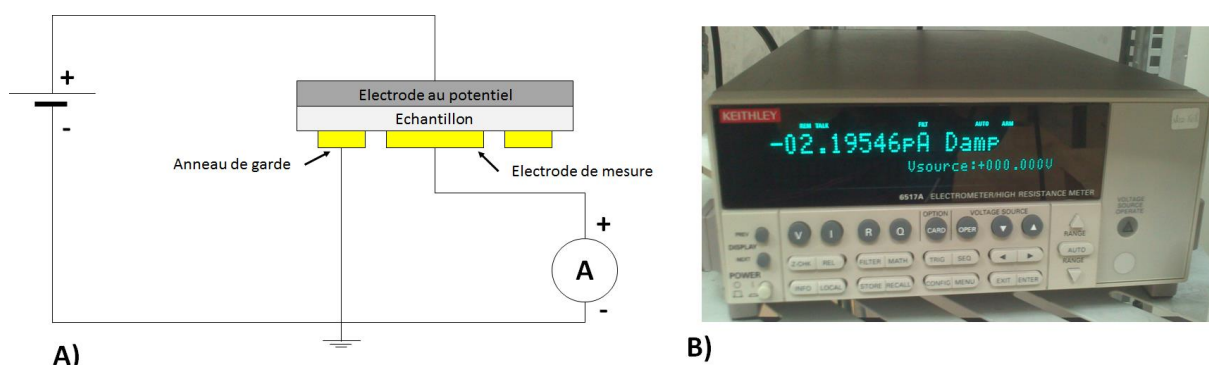


Figure III. 12: Mesure de courant de conduction, a) Principe de mesure et b) Electromètre Keithley 6517A

Pour caractériser les échantillons sous fort champ, nous avons utilisé une structure Métal-Isolant-Métal comme représenté sur la Figure III. 13. Les films de parylène sont déposés sur une plaque d'acier inoxydable de $33 \times 33 \times 1$ mm, puis une couche d'or (150 nm) est déposée. L'électrode centrale qui sert à effectuer la mesure de courant est de $\varnothing 24$ mm pour le PA-N et d'un $\varnothing 25$ mm pour le PA-D. Tandis que l'anneau de garde est relié à la masse pour éviter des courants parasites de surface sur la mesure de courant. La tension est appliquée sur le substrat en inox. Les mesures sont réalisées pour des épaisseurs de $18 \mu\text{m}$ et de $30 \mu\text{m}$ pour le PA-N et le PA-D respectivement.

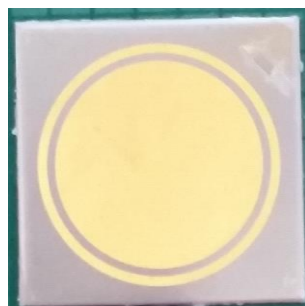


Figure III. 13: Face supérieure des échantillons préparés avec une électrode de mesure et un anneau de garde

La Figure III. 14 représente l'évolution du courant en fonction du temps dans une gamme de champ électrique comprise entre 10 kV/mm et 100 kV/mm . Les valeurs du courant augmentent (à $t = 1800\text{s}$) de deux décades sur la gamme de champ appliqué pour le parylène N. Lors des mesures de courant en fonction du temps, nous avons atteint la limite de sensibilité de l'appareil pour des valeurs de champ inférieures à 30 kV/mm dans le cas du parylène D.

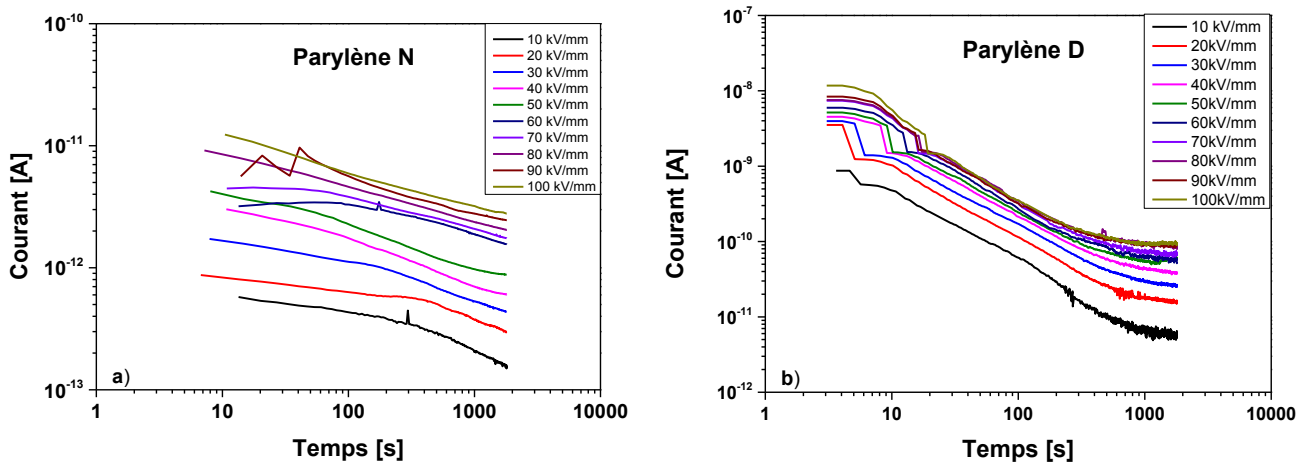


Figure III. 14: Courants de polarisation en fonction du temps pour différents champs électriques appliqués pour le PA-N (a) et PA-D (b)

A partir des mesures de courant de conduction, nous avons extrait la valeur de la densité de courant obtenue pour un temps de polarisation de 1800 secondes comme représenté sur la Figure III. 15. L'évolution de la densité de courant en fonction du champ électrique dans le cas du parylène N évolue de 1×10^{-10} A/m² à 1×10^{-9} A/m² de 10^7 V/m à 10^8 V/m. En revanche, dans la même gamme de champ appliqué pour le parylène D, la densité de courant évolue de 1×10^{-8} A/m² à 2×10^{-7} A/m². Les tendances obtenues laissent penser que les deux parylènes étudiés sont soumis au même régime de conduction dans la gamme de champ étudiée. Le parylène N et le parylène D sont sur un régime ohmique comme indique la pente 1 obtenue. Des travaux sur les mécanismes de conduction ont été réalisés par [117] et [88]. L'étude menée par [117] est orientée sur les mécanismes de conduction dans le parylène fluoré (parylène HT) pour des températures supérieures à 200°C. Lors de l'application d'un champ électrique <100 kV/mm, la pente obtenue est de 1. Mais au-dessus de cette valeur de champ la pente obtenue est supérieure à 2. Dans les travaux de [118], l'auteur s'est orienté vers le parylène C. Il en a conclu que le mécanisme dominant dans le parylène C est une conduction par sauts pour des températures inférieures ou supérieures à la transition vitreuse qui est de 84°C. Le mécanisme est dépendant de la température et du champ appliqué. En revanche, deux types de conduction sont observés. La première en dessous de la transition vitreuse, est de type électronique avec une énergie d'activation de 0.13 eV. Alors qu'au-dessus de la transition vitreuse, une conduction de type ionique est mesurée, avec énergie d'activation variant de 0.65 à 0.94 eV.

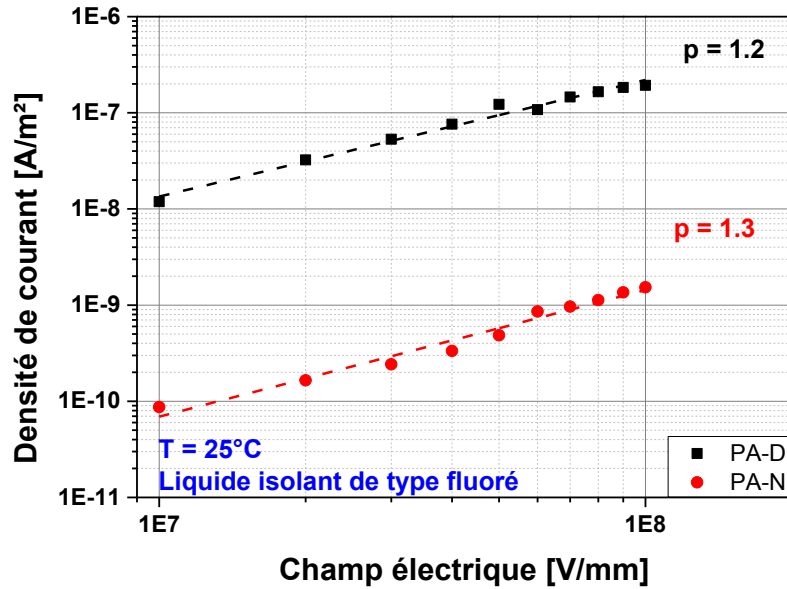


Figure III. 15: Densité de courant en fonction du champ électrique pour les films de PA-N et PA-D

La conductivité DC des films en fonction du champ appliqué est présentée sur la Figure III. 16, à partir des valeurs de densité de courant de la Figure III. 15. La conductivité du PA-N ne montre que très peu de dépendance avec le champ. Dans la plage de mesure, elle se situe autour de 10^{-17} S/m. Concernant la conductivité DC du PA-D, elle varie très peu également, mais les valeurs mesurées sont supérieures d'une décade et demie à celles obtenues pour le PA-N.

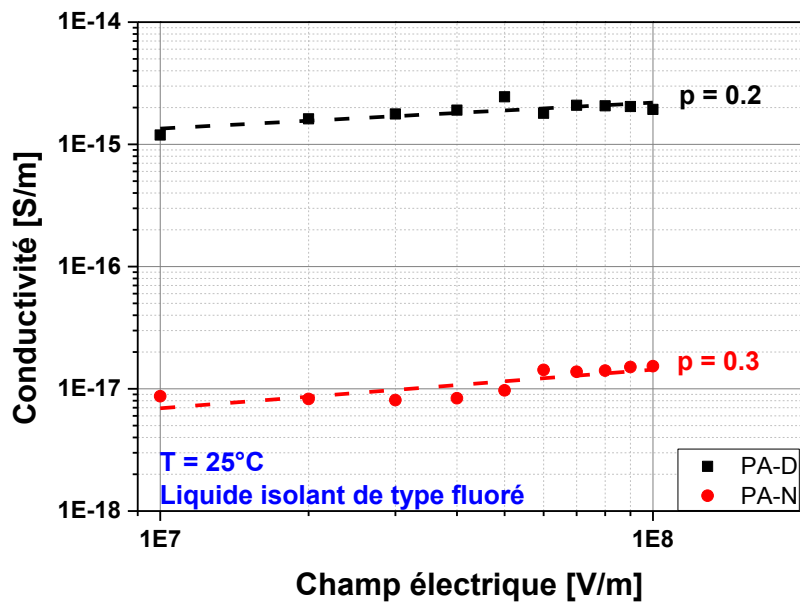


Figure III. 16: Conductivité DC en fonction du champ électrique pour le PA-N et PA-D

III. 2. 6. Conclusion

Nous avons étudié l'impact de la cristallisation durant les phases de montée et de descente (jusqu'à 300°C) sur les propriétés diélectriques et les caractéristiques thermiques des films de PA-N et de PA-D. Plus particulièrement, nous avons présenté et discuté l'évolution de la permittivité, ainsi que du facteur de pertes en température et en fréquence durant le premier cycle de balayage en température. Cela a montré que le recuit permet de diminuer la variation des propriétés diélectriques via une réduction probable de la mobilité dipolaire. Les champs de rupture diélectrique tant en AC qu'en DC ont été mesurés uniquement sur des échantillons non recuits. L'effet du champ sur la conductivité DC des films de parylène a été étudié. Nous avons présenté l'évolution de la densité de courant et de la conductivité DC en fonction du champ. Nous observons que le PA-N et le PA-D ne sont pas impactés par le champ dans la gamme de mesure.

Les mesures effectuées sur les films de parylène N et D nous ont permis d'orienter notre choix sur le parylène N. Les mesures de courant de conduction sous fort champ montrent que sa conductivité est très peu dépendante du champ. De plus, ces mesures montrent des valeurs de champ supérieures. Quant au choix de l'épaisseur pour la suite de l'étude (Chapitre IV), nous avons retenu une épaisseur de PA-N de 20 μm (car déposée en une seule fois) pour réaliser la couche isolante à l'intérieur des modules double face.

III. 3 Développement et caractérisation du nanocomposite époxy/graphène

III. 3. 1. Procédé d'élaboration

Les nanocomposites époxy/graphène ont été préparés en suivant un procédé en 6 étapes résumé sur la Figure III. 17, qui ont été adaptées pour effectuer la dispersion des nanoparticules de graphène. Le procédé consiste lors d'une 1^{ère} étape, à préchauffer la résine époxyde (partie A) à 70°C pendant 20 minutes afin de faire chuter sa viscosité. La 2^{ème} étape consiste à mélanger manuellement la solution liquide avec les particules de graphène (0,022- 1,1 g) pendant 1 minute dans la partie A de la résine époxyde 630 LV (20 g) à l'aide d'une spatule. La 3^{ème} étape consiste à disperser les nanoparticules dans la matrice époxyde ainsi qu'à casser les agglomérats en utilisant une sonde à ultrasons de forte puissance (750 W). Les paramètres utilisés durant cette étape de « sonication » sont les suivants : puissance de 300 W (40% de 750 W), durée de 40 minutes avec un cycle d'exposition carré (2s ON et 9s OFF), température de la solution de 70 °C. La 4^{ème} étape consiste en une étape d'exfoliation des particules de graphène en utilisant les forces de cisaillement entre la matrice et les particules. Pour cette étape, un

mélangeur planétaire a été utilisé. Les solutions époxy/graphène, pour les différents taux de chargement, ont été placées dans des flacons (10 ml) puis soumis à une rotation de 3000 tr/min pendant 10 minutes. Ensuite, on ajoute le durcisseur (partie B) à la solution, puis on réapplique le même cycle avec le mélangeur planétaire. En parallèle de cette étape les moules sont préchauffés dans un four à 70 °C sous air. La 5^{ème} étape consiste à dégazer le moule contenant la solution finale pendant 5 minutes à une pression de 0.2 bar. Un agent de démoulage (référence QZ-13) est préalablement déposé à la surface du moule en contact avec la solution époxy/graphène pour favoriser le démoulage des échantillons. Lors de la 6^{ème} étape les solutions époxy/graphène sont solidifiées par un recuit à 120°C durant 30 minutes.

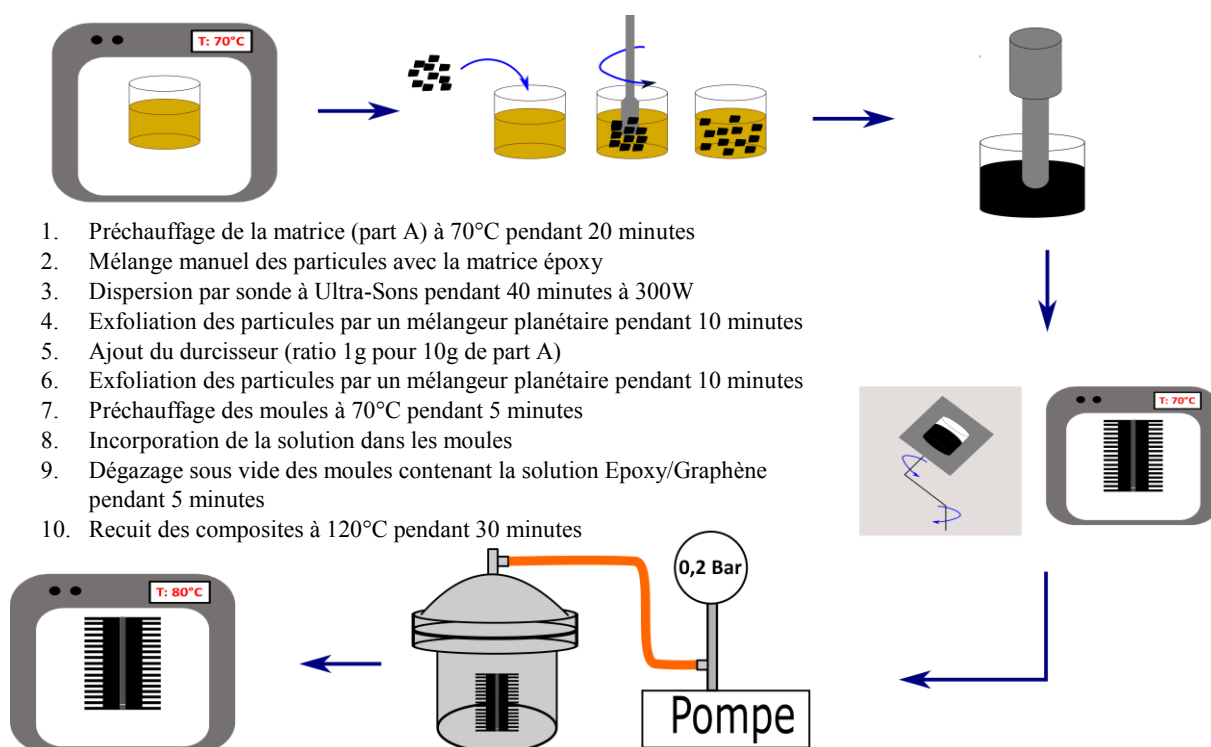


Figure III. 17: Schéma général des différentes étapes de préparation des nanocomposites époxy/graphène

III. 3. 2. Propriétés thermiques

La Figure III. 18 montre un thermographe DSC lors d'un cyclage en phase de montée et de descente sur les nanocomposites chargés entre 0 et 5 %wt. Le cycle thermique appliqué est de 0°C à 200°C avec une rampe de 10°C/min en montée et en descente sous atmosphère inerte (azote). La référence de notre mesure, correspondant à la résine époxy seule (*Neat*), est représentée en noir sur le graphique. On observe un phénomène de type endothermique à 120°C en phase de montée, celui-ci est réversible en phase de descente, ce qui correspond à la transition vitreuse de l'époxy, comme indiqué dans sa fiche technique. Avec l'augmentation du taux de chargement des nanocomposites, il n'y a pas d'évolution

significative de cette transition vitreuse en phase de montée ou de descente (cf. Tableau III. 5). En effet, le plus grand écart mesuré entre l'époxy *neat* et le nanocomposite à 0.5 %wt correspond à un décalage de la T_g de +6°C et les sauts endothermiques des transitions vitreuses sont plus larges que pour la résine seule. Les travaux de [82], sur des films polymères chargés en nanotubes de carbone, constatent le même comportement que le nôtre. Avec le taux de chargement, la transition vitreuse se décale. Le phénomène de décalage de la transition vitreuse serait dû à l'interaction du polymère avec les particules carbonées.

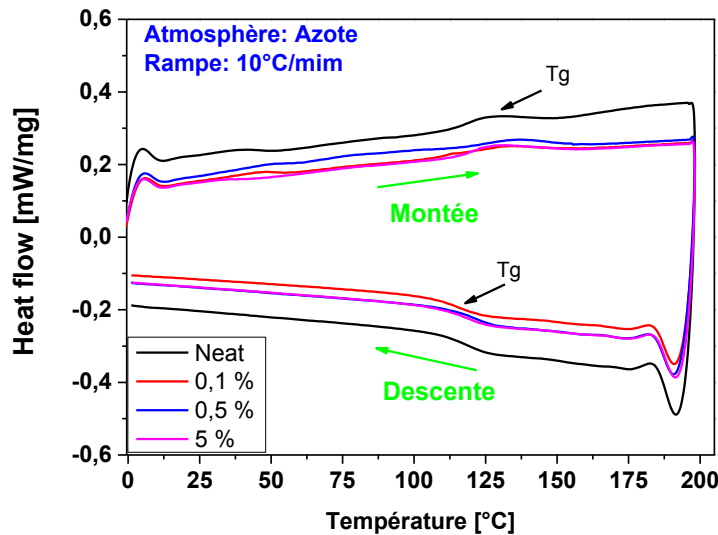


Figure III. 18: Thermographe DSC durant le cycle de température en montée et en descente pour les nanocomposites époxy/graphène

Tableau III. 5: Transition vitreuse lors du cycle de montée et de descente sur les composites

Taux de chargement (%wt .)	Neat	0.1	0.5	5
Transition vitreuse en phase de montée (T°C)	120	125	126	122
Transition vitreuse en phase de descente (T°C)	109	106	112	113

III. 3. 3. Propriétés diélectriques et conductivité sous faible champ

Les propriétés électriques des nanocomposites époxy/graphène ont été mesurées sous une tension alternative de 1 V_{rms} à température ambiante. Les mesures ont été réalisées dans une large gamme de fréquence [0.1 Hz à 1 MHz] pour des taux de chargement allant jusqu'à 5 %wt. La Figure III. 19

représente l'évolution de la permittivité en fonction de la fréquence pour différents taux de chargement. Le composite à 0,1 %wt a une permittivité similaire à notre référence (résine époxy neat). On commence à observer un effet du taux de chargement sur la partie réelle de la permittivité pour un composite à partir d'un taux de chargement de 0.3 %wt. L'augmentation relative de la permittivité est de 9 % à une fréquence de 0.1 Hz. Les valeurs de permittivité mesurées sur la gamme de fréquence de 0.1 Hz à 1 MHz sont constantes jusqu'à un taux de chargement de 0.5 % wt. Pour un taux de 1 %wt, à basse fréquence (0,1 Hz) la permittivité est doublée. Donc si on compare pour 0.5 % wt l'augmentation de la permittivité à 1 kHz, on constate une augmentation 18 fois supérieure par rapport à la résine époxy.

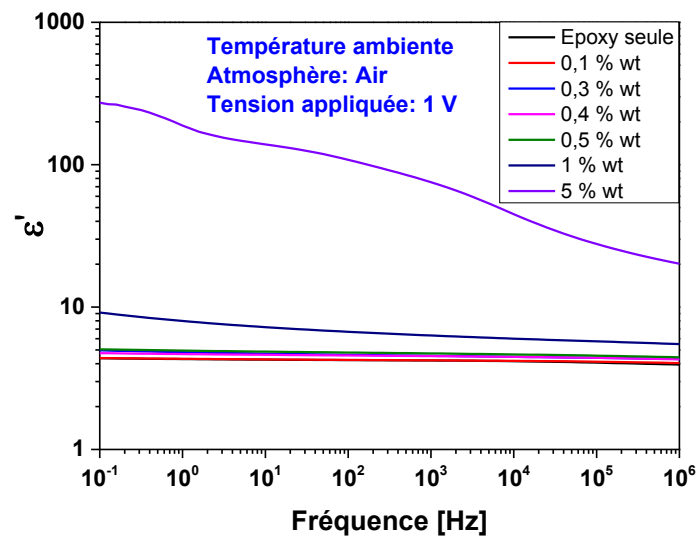


Figure III. 19: Evolution de la permittivité à température ambiante en fonction de la fréquence

La Figure III. 20 présente la conductivité AC mesurée en fonction de la fréquence à température ambiante pour des nanocomposites chargés jusqu'à 5 %wt. On observe une augmentation importante (> 1 décade à 0.1 Hz) de la conductivité AC pour un taux de chargement de 1 %wt. A 0.1 Hz, nous n'avons pas encore le plateau représentant la partie DC de la conductivité pour les nanocomposites aux taux de chargement inférieurs à 1 %wt. Pour le nanocomposite à 5 % en masse, la conductivité DC apparaît entre 0.1 Hz et 10 Hz. En revanche, pour des fréquences supérieures à 10 kHz les valeurs de conductivité sont proches jusqu'à un taux de chargement de 0.5 %wt.

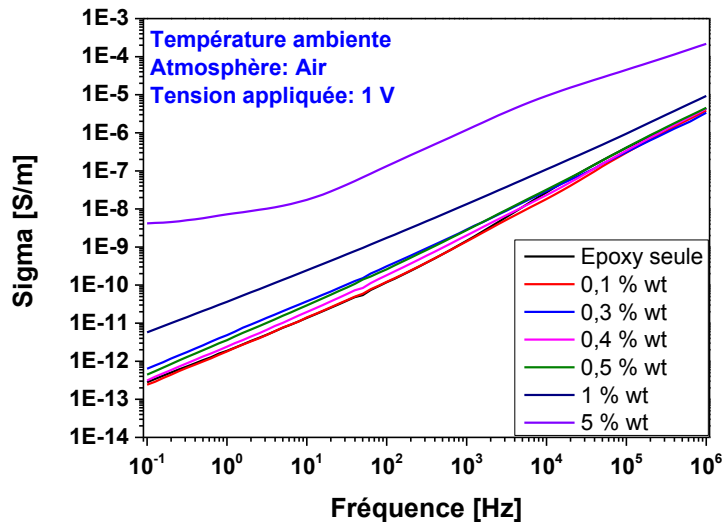


Figure III. 20: Evolution de la conductivité à température ambiante en fonction de la fréquence

Les mesures de spectroscopie diélectrique ont permis de mettre en évidence qu'à partir d'un taux de chargement de 0,5 % wt les valeurs de permittivité relative et de conductivité augmentent significativement. Il est donc possible d'estimer le seuil de percolation électrique entre 0,5 et 1 %wt. Toutefois, ces mesures sont réalisées sous faible champ et des caractérisations sous fort champ restent nécessaires. Pour cela nous allons d'abord nous intéresser à l'effet du taux de chargement sur la tenue en tension des nanocomposites époxy/graphène.

III. 3. 4. Champ de rupture AC

Des mesures de rupture diélectrique ont été réalisées sur des composites jusqu'à 1 %wt sous tension alternative à 50 Hz. La Figure III. 21 représente le banc de test utilisé pour effectuer ces mesures. L'échantillon est placé entre des sphères (\varnothing 2 cm) puis plongé dans un liquide isolant (Galden HT); une sphère est connectée à la haute tension et l'autre à la masse. Une rampe de tension de 2 kV_{rms}/s a été appliquée jusqu'à la détection de la rupture diélectrique. La valeur efficace de la tension de claquage est relevée. L'échantillon test est représenté sur la Figure III. 21 b), ses dimensions sont 6 * 7 * 1 mm. Pour chaque taux de chargement testé nous avons 20 points de mesure (3 points par échantillon) afin d'établir une statistique de Weibull.

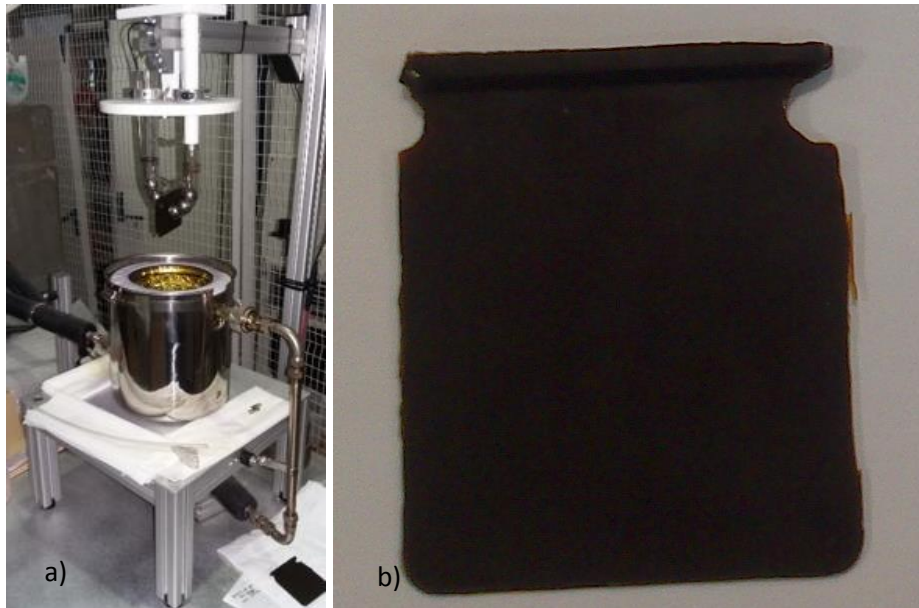


Figure III. 21: Mesure de rupture des composites a) Banc de rupture diélectrique utilisé pour sur les nanocomposites et b) Echantillon testé

La Figure III. 22 représente la probabilité de Weibull de rupture pour les nanocomposites de 0.1 à 1 %wt. Jusqu'à un taux de chargement de 0,5 %wt, les valeurs de champ de rupture à 63 % diminuent de 42 à 3 kV_{rms}/mm. La pente élevée (~20) de ces nanocomposites montre une bonne reproductibilité dans les mesures (faible distribution). En revanche, le nanocomposite à 1 %wt présente une valeur du champ de rupture beaucoup plus faible de l'ordre de 3 kV_{rms}/mm avec une dispersion plus importante des mesures (pente ~ 1).

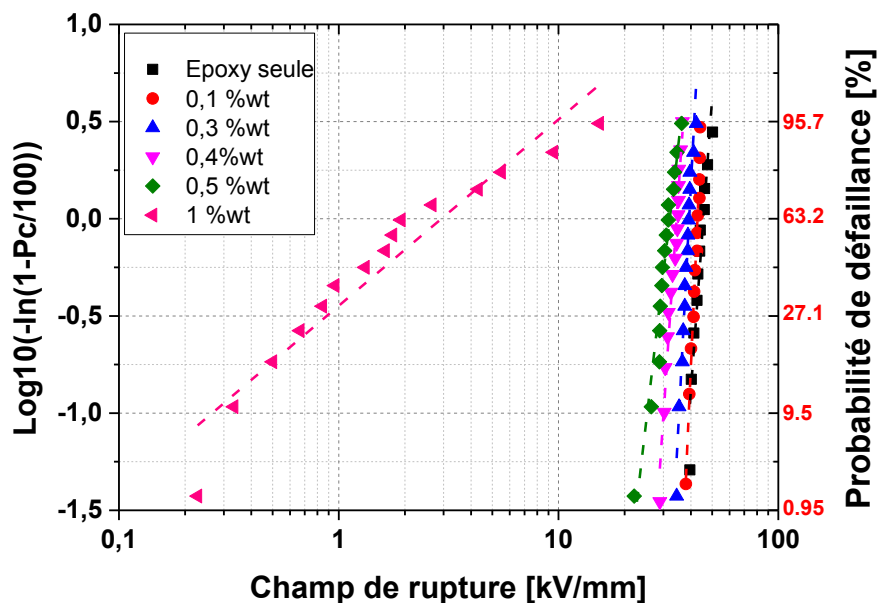


Figure III. 22: Probabilité de rupture en AC des nanocomposites époxy/graphène pour différents taux de chargement

Nous avons reporté les coefficients α , β et les valeurs minimales de champ obtenues lors des mesures de rupture dans le Tableau III. 6. Avec l'augmentation du taux de chargement, la tenue en tension diminue. Jusqu'à un taux de chargement de 0,5 %wt, le matériau nanocomposite a des champs de rupture intéressants avec un comportement homogène. En effet, le champ de rupture de la résine est de 44,2 kV_{rms}/mm, alors qu'avec des nanocomposites de 0,1 et 0,5 %wt, les valeurs du champ de rupture passent de 43,2 kV_{rms}/mm à 31,5 kV_{rms}/mm. En revanche pour le nanocomposite à 1 %wt, le champ de rupture diminue fortement à 3 kV_{rms}/mm du fait de la percolation électrique. De 0,5 à 1 %wt, nous avons multiplié par 2 le taux de chargement mais la valeur du champ de rupture a été divisée par 10. La statistique des mesures est faite sur 20 points avec 3 points par échantillon identique. Les valeurs du coefficient β montrent une forte reproductibilité des mesures jusqu'à un taux de chargement de 0,5 %wt. Ce qui n'est pas le cas des nanocomposites chargés à 1 %wt pour lesquels le coefficient β est de 1. L'évolution des valeurs de champ électrique de rupture mesurées diminuent avec l'augmentation du taux de chargement. Entre le taux de chargement de 0,1 et 0,5 %wt., la valeur de champ est réduite de 42 %. Si on se concentre sur le composite à 1 % wt, on observe une valeur de 230 V ce qui correspond à une valeur de champ de rupture divisée par 6 en comparaison avec le nanocomposite à 0,1 %wt.

Tableau III. 6: Paramètres de Weibull pour les nanocomposites époxy/graphène sous tension AC

Taux de chargement (% wt)	α (kV/mm)	β	Champ de rupture le plus faible (kV/mm)
0.1	43.2	25.3	38.6
0.3	39.4	21.8	34.2
0.4	34.8	16.8	29.4
0.5	31.5	9.8	22.3
1	3	1	0.23

Dans la suite, nous allons étudier le comportement de la conductivité DC sous fort champ électrique.

III. 3. 5. Courants de polarisation et conductivité DC sous fort champ

Les échantillons sont placés dans une cellule de test (Figure III. 23) et immergés dans un liquide isolant permettant d'appliquer des tensions jusqu'à 8 kV sans avoir de contournement à la surface de l'échantillon.

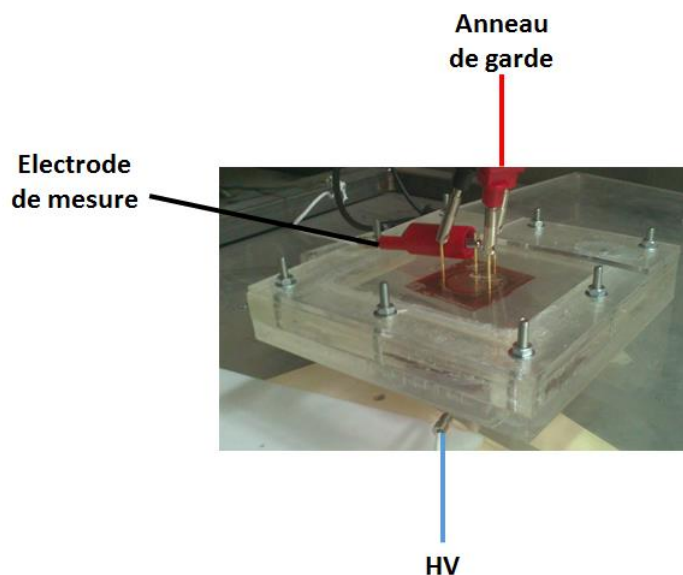


Figure III. 23: Cellule de mesure pour les courants de conduction

La Figure III. 24 représente les électrodes utilisées sur les échantillons nanocomposites pour faire les mesures de courant. Nous avons appliqué la tension sur l'électrode de 33 mm de diamètre (Figure III. 24 b). La mesure de courant se fait sur l'électrode de 25 mm de diamètre (Figure III. 24 a). L'anneau de garde a un diamètre extérieur de 33 mm et fait 2 mm de large.

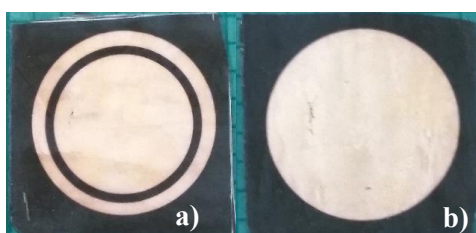


Figure III. 24: Structure des électrodes: a) électrode de mesure avec anneau de garde et b) électrode à la haute tension

Nous avons réalisé des mesures de courant de conduction sur une gamme de taux de chargement allant de la résine époxy non chargée à un nanocomposite chargé à 1 %wt. Pour les nanocomposites inférieurs à 0,5 %wt, les tensions appliquées sont de 1 kV à 8 kV. En revanche, pour le composite à 1 %wt, la tension a été réduite à la gamme de 100 V à 800 V. Nous avons adapté le niveau de la tension appliquée en fonction du champ de rupture mesuré précédemment. Le temps d'application de la tension est de 10000 secondes, puis nous avons dépolarisé les échantillons sous 0 V pendant la même durée pour les nanocomposites inférieurs à 0,5 %wt (Figure III. 25 a)). Sur la Figure III. 25 a), nous avons représenté l'évolution du courant pendant 10000 secondes sur des nanocomposites jusqu'à 0,5 %wt. L'échantillonnage de mesure ne permet pas de bonne acquisition pour un temps inférieur à 10 secondes. Pour le nanocomposite à 1 %wt, nous avons réduit le temps à 1800 s car la conductivité DC est atteinte beaucoup plus rapidement (Figure III. 25 b)).

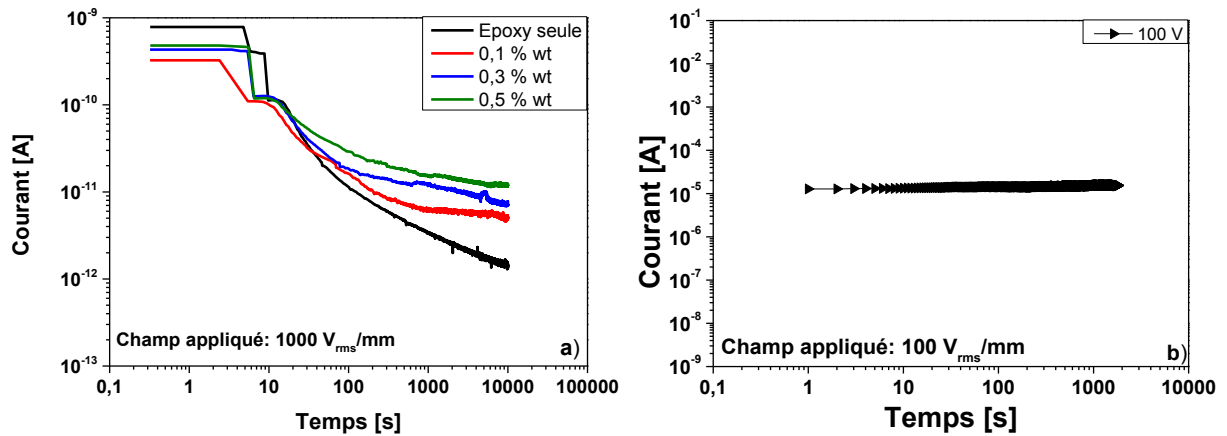


Figure III. 25: (a) Courant de polarisation en fonction du temps des nanocomposites époxy/graphène sous 1 kV/mm et pour différents taux de chargement jusqu'à 0,5 %wt et (b) sous 100 V/mm et à 1 %wt

Sur la Figure III. 26 nous avons représenté l'évolution de la densité de courant en fonction du champ électrique appliqué.

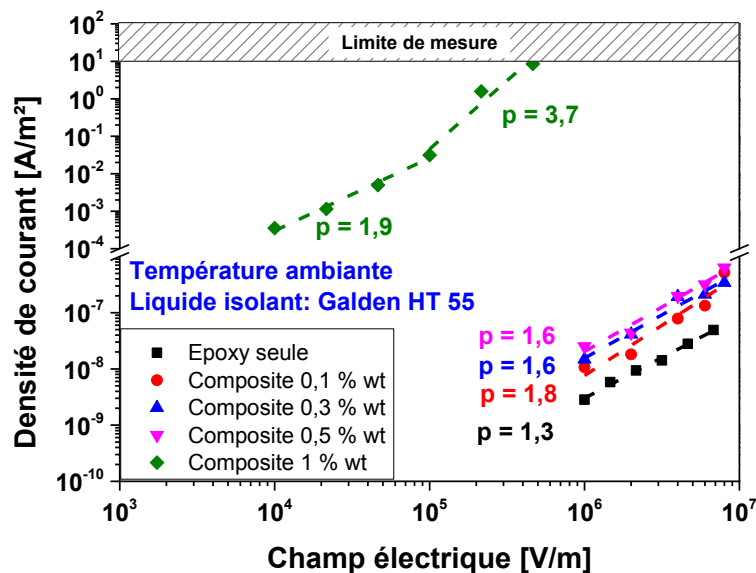


Figure III. 26: Densité de courant de conduction fonction du champ électrique pour les différents nanocomposites époxy/graphène

La densité de courant de la résine époxy utilisée évolue de 3×10^{-9} à 5×10^{-8} A/m² sur une gamme de champ de 10^6 à 10^7 V/m. La pente associée à cette évolution est de 1,3, ce qui montre probablement un comportement ohmique de la résine. Jusqu'au taux de chargement à 0,5 %wt, nous avons une légère augmentation du courant mesuré. Cependant, le comportement des nanocomposites est similaire à celui de l'époxy non chargée (pente < 2). Dans le cas du nanocomposite à 1 %wt, les valeurs de densité de courant mesurées sont plus élevées. Sur la gamme de champ de 10^4 à 10^5 V/m, la densité de courant évolue de 10^{-4} à 10^1 A/m². Lors de cette évolution de la densité de courant on peut observer deux pentes : la première jusqu'à 10^5 A/m² est de 1,9 et la seconde au-delà est de 3,7. Pour ce taux de chargement au-

dessus du seuil de percolation, le comportement électrique du matériau est donc non linéaire avec le champ électrique appliqué.

A partir des mesures de densité de courant de conduction, nous avons extrait la conductivité DC. La Figure III. 27 représente l'évolution de la conductivité DC en fonction du champ électrique appliqué. Entre l'époxy et le nanocomposite à 0,5 %wt, nous avons une augmentation d'une décade passant de 10^{-15} à 10^{-14} S/m. La pente du composite à 0,5 %wt à une pente proche de celle de l'époxy non chargée. En ce qui concerne le composite à 1 %wt, autour de la valeur de champ électrique de 10^5 V/m, la pente passe de 0,94 à 2,65. En incluant des nanoparticules carbonées dans la résine époxy, on augmente la conductivité DC du nanocomposite avec le taux de chargement. Pour le nanocomposite à 1 %wt, la conductivité DC est fortement dépendante du champ électrique appliqué. Nous avons effectué les mesures sur un échantillon pour chaque taux de chargement, mais dans la littérature une étude similaire a été effectuée sur des composites silicone graphène [120]

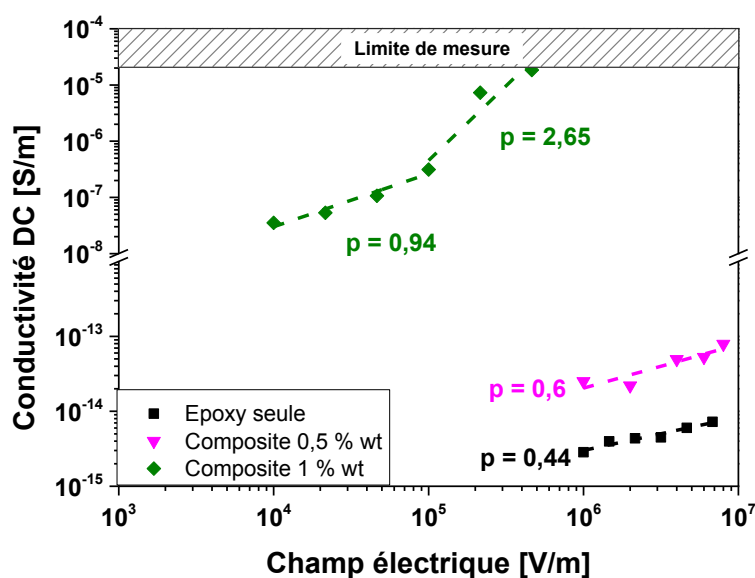


Figure III. 27: Evolution de la conductivité DC en fonction du champ électrique pour différents nanocomposites époxy/graphène

III. 3. 6. Résumé

Nous avons étudié l'impact du taux de chargement sur les propriétés thermiques et électriques des nanocomposites époxy/graphène. Nous avons constaté qu'avec l'augmentation du taux de chargement, les températures de transition vitreuse restent proches de celle de la résine époxy ($\sim 120^\circ\text{C}$). Les mesures par spectroscopie diélectrique ont permis de mettre en évidence l'augmentation de la permittivité et de la conductivité AC sous faible champ en fonction du taux de chargement. Les mesures sous fort champ présentent l'impact du champ sur les propriétés électriques. Jusqu'à un taux de chargement de 0,5 %, le

comportement des nanocomposites est similaire à celui de la matrice époxy. Alors qu'avec des taux de chargement supérieurs à 0,5 %wt, le comportement du nanocomposite est fortement modifié par rapport à la matrice époxy. En effet, la rigidité diélectrique est dégradée. Au-delà de 10^5 V/m, la conductivité DC du composite augmente deux fois plus vite que celle de la résine époxy.

III. 4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté et caractérisé les propriétés des matériaux qui seront utilisés dans le système d'isolation multicouche des modules double face, et cela, dans le but de définir le type et l'épaisseur des films de parylène ainsi que le taux de chargement du nanocomposite époxy/graphène. Pour ce dernier, cela permettra notamment d'obtenir la gamme de conductivités définie au chapitre II. Pour cela nous avons fait une étude sous faible et fort champ électrique des propriétés des matériaux.

L'étude sur les films de parylène s'est orientée sur les parylène N et D. Il s'avère que les caractéristiques électriques du PA-N sont meilleures que celles du PA-D. En effet, les mesures sous fort champ montrent un champ de rupture plus élevé et une conductivité DC mesurée à 1800 secondes non dépendante du champ dans le cas du PA-N. En ce qui concerne l'épaisseur, nous avons choisi des épaisseurs de 20 μm en accord avec le dimensionnement présenté au chapitre II et les résultats obtenus dans celui-ci. Bien que le champ de rupture soit légèrement inférieur à celui de l'épaisseur de 30 μm , ce qui a motivé notre choix est que l'élaboration des épaisseurs supérieures à 20 μm s'effectue sous forme de dépôts multicouches ce qui pourrait introduire des problèmes d'interface (présence de vacuoles ou défauts) supplémentaires par rapport à une épaisseur unique de 20 μm .

La caractérisation des nanocomposites époxy/graphène nous a permis d'identifier une gamme de taux de chargement correspondant à l'intervalle de conductivité AC allant de 10^{-8} à 10^{-6} S/m et définie par simulations dans le chapitre II. Les différentes caractérisations nous ont permis de définir une gamme de taux de chargement intéressante pour l'application visée compris entre 0,3 et 1 %wt sans pouvoir trancher définitivement sur une valeur précise.

Dans le chapitre suivant, nous allons incorporer le système d'isolation multicouche dans des structures représentatives d'un module de puissance. Nous étudierons la gradation de potentiel par mesures du potentiel de surface sur différents types de structures planaires. Puis, nous effectuerons des mesures de décharges partielles en comparant les résultats obtenus avec une structure d'isolation standard. Nous concluons finalement quant au potentiel applicatif du système d'isolation multicouche imaginé.

Chapitre IV : Application du système d'isolation multicouche pour la gradation de potentiel dans les modules de puissance

IV. 1 Introduction

Dans ce quatrième chapitre, nous incorporons le système d'isolation multicouche dans des structures tests. Le but est d'observer l'influence du système d'isolation proposé sur la répartition du potentiel avec des structures représentatives d'un module de puissance. Le déroulement du chapitre sera le suivant : tout d'abord, nous commencerons par modéliser le système d'isolation multicouche en utilisant les propriétés électriques des différents matériaux mesurés sous faible champ. Ensuite, nous mesurerons la répartition de potentiel par une technique sans contact et nous comparerons les mesures avec celles issues d'un modèle numérique. Enfin, nous présenterons les mesures de décharges partielles sur les structures de type sandwich pour différents taux de chargement du matériau composite.

Dans la première partie du chapitre, nous aborderons l'influence des propriétés électriques du parylène N et des nanocomposites époxy/graphène (caractérisées au chapitre III) sur la répartition de potentiel. Dans ce but, nous présenterons les simulations du potentiel et du champ électrique à partir des propriétés électriques mesurées (permittivité et conductivité).

Ces simulations, utilisant les propriétés électriques mesurées, montrent l'impact sur la répartition du potentiel. Cependant, la mesure expérimentale de la répartition du potentiel dans un espace électrode, reste un point clé de l'exactitude du principe de l'isolation multicouche. Pour cela, nous avons opté pour une mesure sans contact appelée « potentiel de surface ». L'objectif sera d'observer un effet gradateur du système d'isolation dans une structure proche d'un module de puissance. Nous avons donc incorporé le système d'isolation sur un substrat DBC AlN/Cu.

Enfin, nous testerons le système d'isolation sur une maquette représentative. L'isolation multicouche sera implantée dans une structure de type module sandwich. L'assemblage sera soumis à un test de qualification électrique (décharges partielles) des modules de puissance. Nous discuterons alors les résultats obtenus.

IV. 2 Simulation de la structure avec les propriétés mesurées

Dans le modèle numérique développé au chapitre II, nous avons incorporé les propriétés électriques des matériaux mesurés au chapitre III. Les valeurs de permittivité et de conductivité à 50 Hz sont celles du parylène N pour une épaisseur de 20 μ m. Pour les propriétés électriques des composites époxy/graphène, nous avons orienté notre choix sur les taux de chargement en masse suivants : 0.5%; 1% ; et 5 %. Les valeurs des différentes propriétés sont considérées à une fréquence de 50 Hz. Dans le Tableau IV. 1,

nous avons reporté les propriétés électriques du film de PA-N et différents composites époxy/graphène utilisés.

Tableau IV. 1: Propriétés électriques à 50 Hz du film de PA-N et des composites époxy/graphène utilisées dans la simulation

	Parylène N (20 μm)	Epoxy	Composite 0.5 %wt	Composite 1 %wt	Composite 5 %wt
Permittivité à 50 Hz	2.65	4.25	4.81	6.84	118.63
Conductivité AC à 50 Hz (S/m)	2.2×10^{-12}	5.46×10^{-11}	1.40×10^{-10}	9.48×10^{-10}	6.75×10^{-7}

Nous avons intégré les valeurs de conductivité AC et de permittivité du Tableau IV. 1 dans la structure simulée. La modélisation est elle aussi effectuée à 50 Hz. Nous appliquons une tension de 3500 V sur le système d'isolation. Nous voulons observer l'effet de la conductivité des composites époxy/graphène sur la répartition du potentiel dans le volume de l'isolation. Afin d'observer l'impact du taux de chargement du composite, nous avons représenté sur la Figure IV. 1 la répartition du potentiel électrique pour l'époxy non chargée (a, c) et pour un composite époxy/graphène à 5 %wt (b, d). La conductivité du composite a une incidence forte sur la répartition des lignes de potentiel. L'augmentation de la conductivité a pour effet d'écartier les équipotentielles dans le composite et de les reporter sur le film de PA-N.

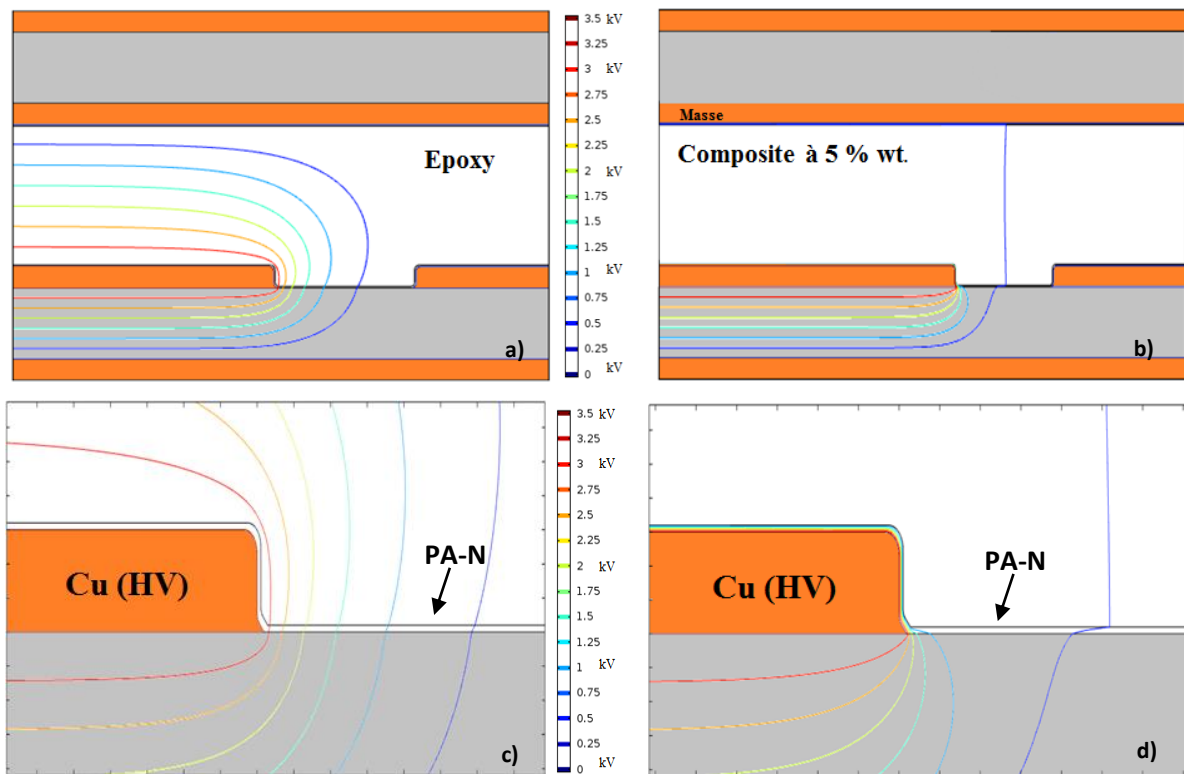


Figure IV. 1: Répartition du potentiel électrique dans le module sandwich : a) Epoxy non chargée, b) Composite 5 %wt, c) zoom au point triple Epoxy non-chargée avec un film de PA-N, d) zoom au point triple composite 5 %wt avec un film de PA-N

La Figure IV. 2 a) présente une vue au point triple du champ électrique pour une isolation de volume constituée de résine époxy non chargée. On observe une répartition homogène du champ électrique sur l'ensemble du système d'isolation. Pour la Figure IV. 2 b), nous observons une répartition homogène du champ électrique dans le volume de l'encapsulation avec un composite chargé à 0.5 %wt. Sur les Figure IV. 2 c) et d), nous avons ciblé la zone du point triple pour visualiser le champ électrique dans le parylène N. On peut observer une différence des valeurs de champ électrique supportée par le film au voisinage de la métallisation au potentiel. En effet, avec le type de maillage utilisé dans nos simulations, nous obtenons une valeur de champ électrique au point triple de 40 kV/mm (Epoxy seule) et de 162 kV/mm (composite à 5 %wt). La valeur du champ électrique est multipliée par 4 lors d'une augmentation de 5 décades de la conductivité.

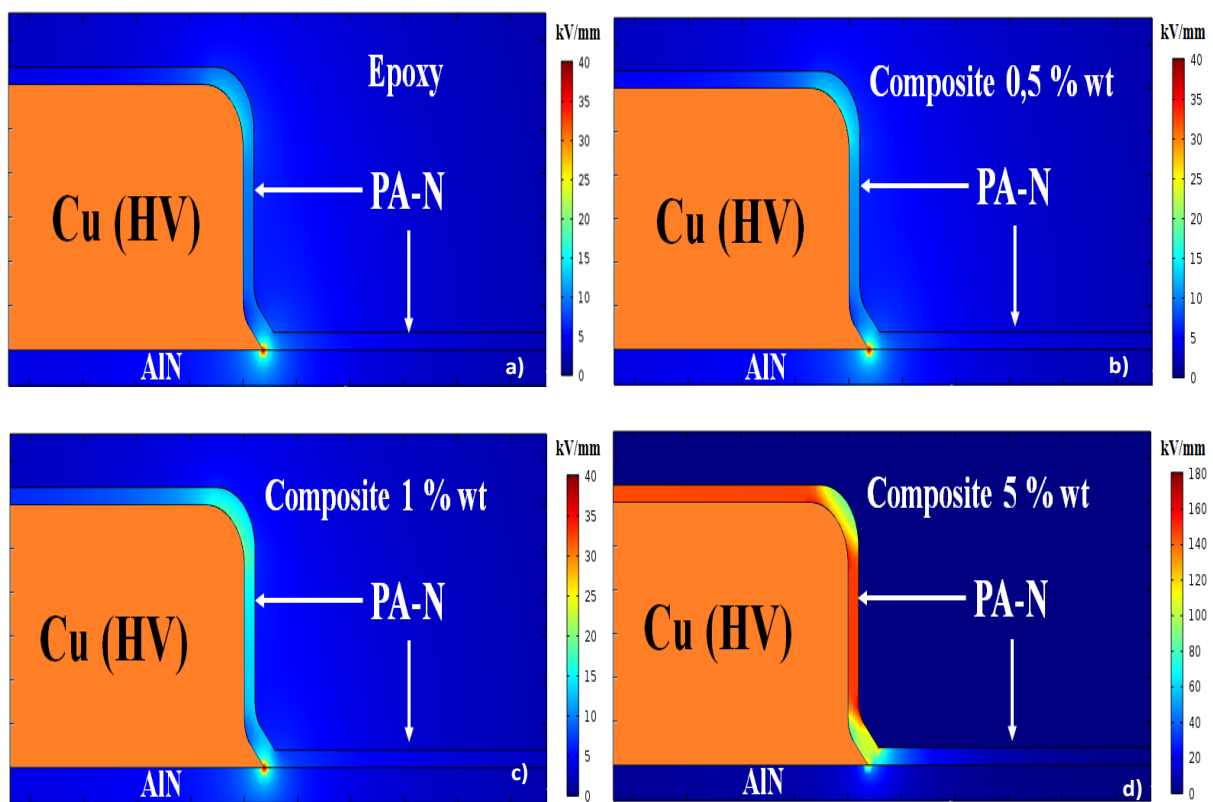


Figure IV. 2: Répartition du champ électrique dans la structure sandwich, vue d'ensemble a) Résine seule, b) Composite 0.5 %wt, c) Composite 1 %wt, d) Composite 5 %wt

Pour observer l'effet sur les équipotentielles, nous avons mis en place des lignes de coupe nous permettant d'extraire les valeurs de potentiel et de champ électrique. La ligne de coupe permettant d'extraire les données du potentiel dans l'espace inter-électrodes est représentée sur la Figure IV. 3

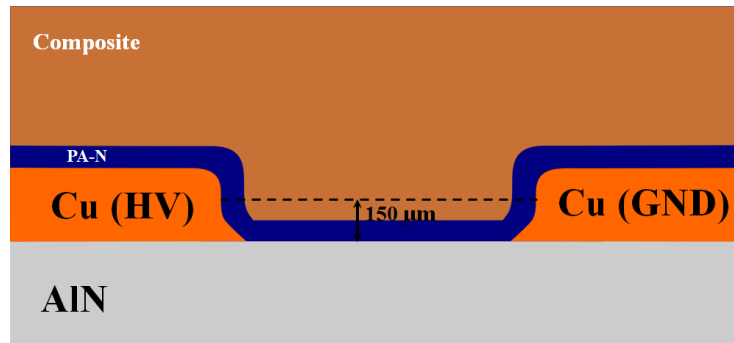


Figure IV. 3: Ligne de coupe dans l'espace inter-électrodes

La structure simulée, ainsi que les lignes de coupe sont les mêmes que celles utilisées dans le chapitre II. La Figure IV. 4 représente l'évolution du potentiel électrique le long de la ligne de coupe dans l'espace inter-électrodes pour des taux de chargement allant de la résine seule à un composite chargé à 5 % wt.

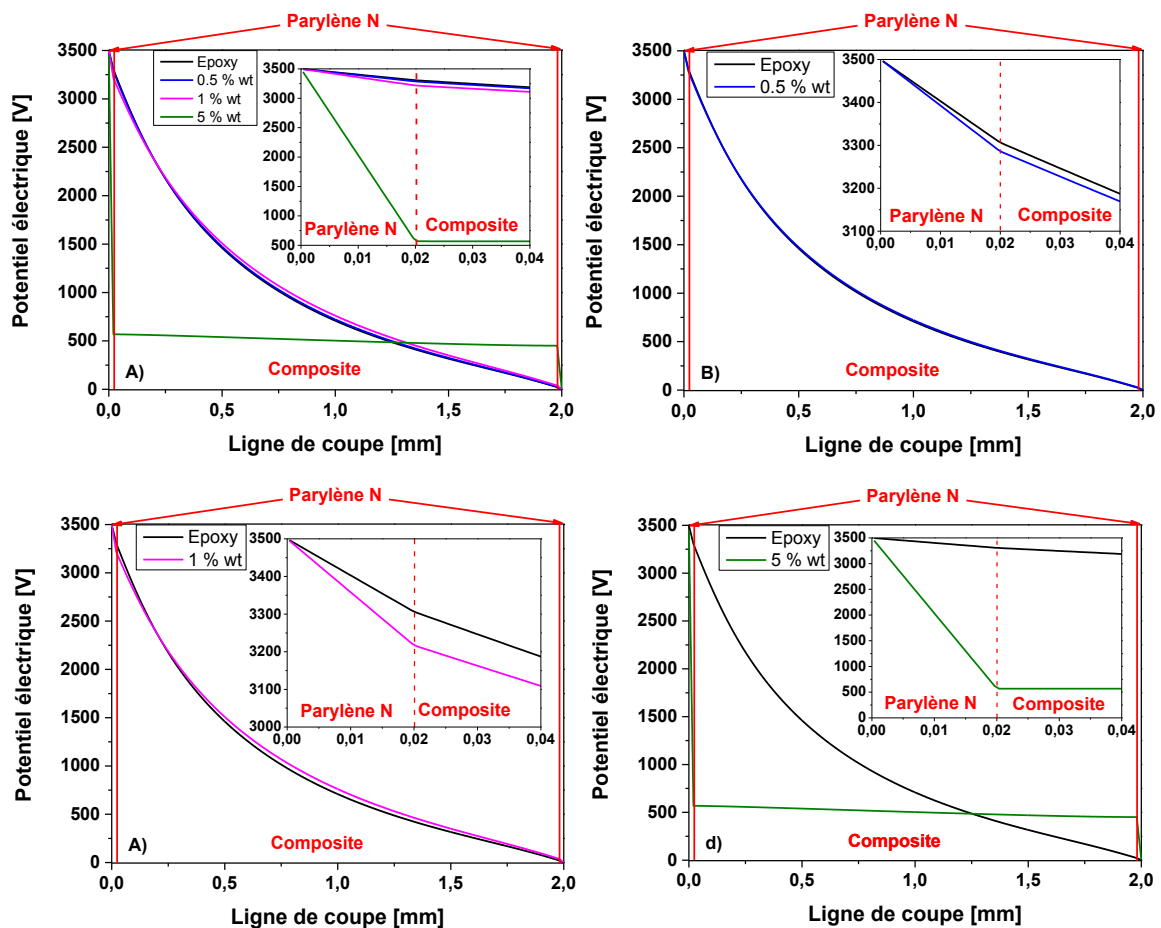


Figure IV. 4: Evolution du potentiel électrique le long de la ligne de coupe dans un espace inter-électrodes

Aux extrémités du graphe, se trouvent les films de parylène N (représentés par les traits rouges verticaux) ; et entre les deux films le composite époxy/graphène. La Figure IV. 4 a) présente l'évolution du potentiel pour l'époxy seule et pour un composite à 0.5 %wt. Le composite chargé à 0.5 %wt, conduit à un comportement similaire à la résine époxy sur la répartition du potentiel. Un zoom sur le film à

proximité de la métallisation au potentiel, montre un report de tension légèrement plus important pour le composite (213 V) que pour la résine (190 V). Le composite chargé à 0.5 %wt, soumet peu de contraintes sur le film à proximité de l'électrode à la haute tension. La Figure IV. 4 c) représente l'évolution du potentiel avec un composite à 1 %wt. On constate une modification de la répartition du potentiel dans l'espace inter-électrodes. Pour ce taux de chargement, on commence à imposer un potentiel important au film à proximité de l'électrode portée à la haute tension. Dans ce cas, le composite impose une tension de 280 V sur le film de parylène N. La valeur de conductivité est donc assez élevée pour influencer la répartition du potentiel par rapport à une résine époxy. La Figure IV. 4 d) montre l'évolution du potentiel avec un composite chargé à 5 %wt. Le taux de chargement est tel qu'il impose la totalité de la tension aux films de parylène. Le film de parylène au voisinage de la métallisation portée à la haute tension devra supporter une tension de 3000 V.

Maintenant que nous avons pu observer l'effet du taux de chargement sur le potentiel, intéressons-nous à l'effet de tels taux de chargement sur l'évolution de la répartition du champ électrique. Pour cela, nous avons choisi de faire passer la ligne de coupe à proximité du point triple (Figure IV. 5). Comme représenté sur la Figure IV. 5 a), la ligne de coupe en rouge passe à proximité du point triple. Sur la Figure IV. 5 b), nous avons fait un zoom sur le point triple. La ligne de coupe est la même que celle déjà utilisée au chapitre II.

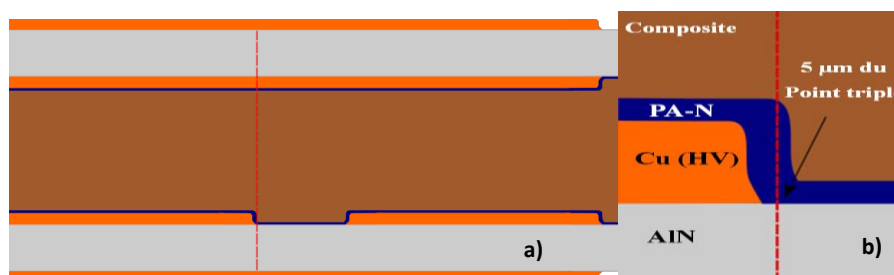


Figure IV. 5: Ligne de coupe passant à proximité du point triple, a) vue d'ensemble et b) Grossissement sur le point triple

La Figure IV. 6 représente l'évolution du champ électrique dans les différentes couches du système d'isolation en fonction du taux de chargement des nanocomposites époxy/graphène. L'évolution du champ électrique dans le volume de l'isolation multicouche présente trois pics de champ. Ils se situent à proximité du point triple, dans le film de PA-N au voisinage de l'électrode à la masse et enfin dans le composite époxy/graphène à proximité de l'arrondi de la métallisation. Dans notre cas, nous allons nous concentrer sur le renforcement de champ au point triple et dans le film à proximité de ce point. La Figure IV. 6 b) présente l'évolution du champ dans le système d'isolation avec un composite chargé à 0.5 %wt. L'évolution du champ électrique est similaire entre le composite époxy/graphène à 0.5 %wt et la résine Epoxy. A proximité du point triple la valeur du champ est de 40 kV/mm. A l'intérieur du film de PA-N, la valeur du champ électrique diminue. La Figure IV. 6 c), montre l'évolution du champ électrique dans l'isolation multicouche entre la résine seule et la composite à 1 %wt. La valeur du champ électrique au

point triple est de 40 kV/mm pour les deux matériaux comparés. En revanche avec le composite à 1 %wt. La décroissance du champ électrique dans le film est plus lente qu'avec la résine seule. Avec ce taux de chargement, on commence à apercevoir les effets de gradation. La Figure IV. 6 d) compare l'évolution du champ électrique dans l'isolation multicouche entre la résine époxy et le composite chargé à 5 %wt. La valeur du champ électrique à proximité du point triple est multiplié par trois entre la résine époxy et le composite à 5 %wt passant de 40 kV/mm à 120 kV/mm. Le composite à 5 %wt impose un champ électrique quasi constant de 100 kV/mm, dans la partie du film traversée par la ligne de coupe. Le champ électrique imposé par le composite au film au voisinage de la métallisation à la masse est de 30 kV/mm. L'augmentation des valeurs de champ sur les films de PA-N est due à la diminution du champ électrique imposé sur le composite époxy/graphène.

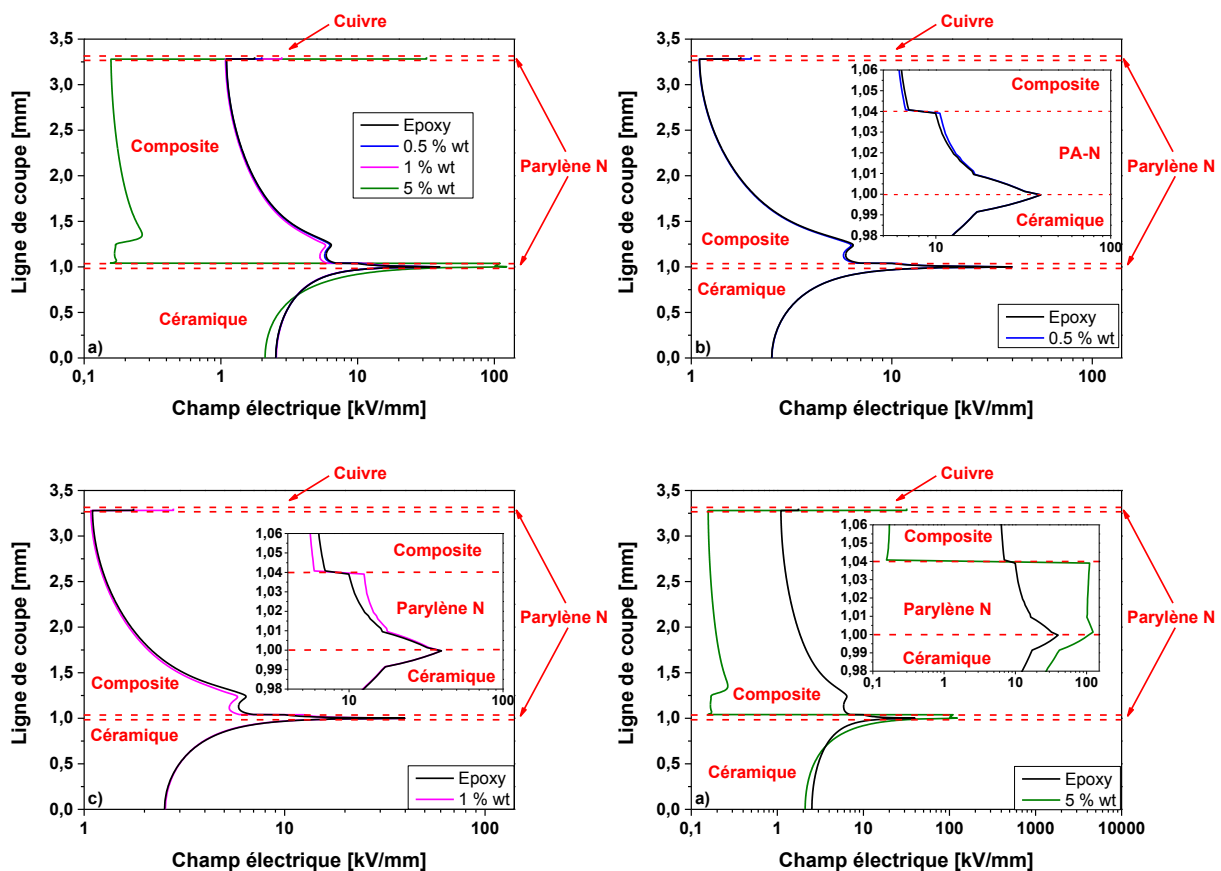


Figure IV. 6: Evolution du champ électrique le long d'une ligne de coupe traversant la structure passant à proximité du point triple pour différent taux de chargement

L'implémentation des propriétés électriques du film de PA-N et des composites, mesurées dans le chapitre III, tendent vers les résultats des simulations obtenus au chapitre II. Cette modélisation présente cependant une certaine erreur. En effet, le banc de mesure des propriétés diélectriques utilisé est limité à des tensions alternatives de 1 à 100 V_{rms} c'est-à-dire une gamme de tension dans laquelle les propriétés varient peu et où les matériaux restent linéaires avec le champ. Pour remédier à ce problème, nous présentons dans le paragraphe suivant des mesures de potentiel de surface qui nous ont permis d'estimer

l'évolution du potentiel sous plus forte tension (jusqu'à 1 kV). Ensuite, nous comparerons ces mesures expérimentales au modèle numérique.

IV. 3 Validation d'un effet gradateur au moyen de mesures du potentiel de surface

IV. 3. 1. Présentation du potentiel de surface

Pour effectuer la mesure, on place en vis-à-vis de l'échantillon une sonde électrostatique. Comme nous pouvons l'observer sur la Figure IV. 7, la structure de mesure se rapproche d'un condensateur.

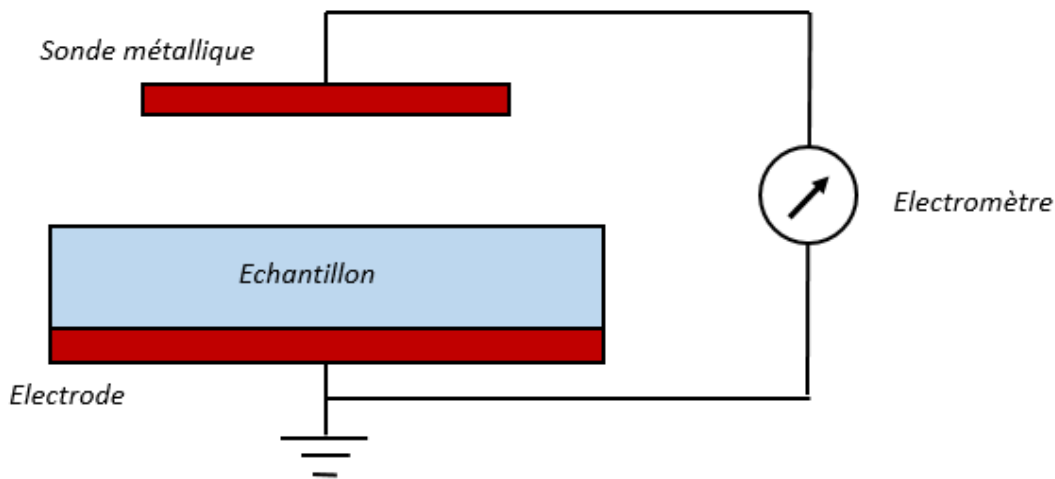


Figure IV. 7: Schéma de principe de la mesure du potentiel de surface

Dans ce cas, la quantité de charge est dépendante de la capacité et de la tension :

$$Q = C * V \quad \text{Eq. IV 10}$$

avec Q la quantité de charge (C), C la capacité (F) et V le potentiel (V).

On appelle voltmètre (ou sonde) électrostatique, tout instrument qui permet de mesurer un potentiel sans qu'il y ait transfert de charges entre la surface étudiée et l'instrument de mesure [121]. Ce point est fondamental car tout transfert de charges, aussi minime soit-il, fausserait la mesure en détruisant l'information disponible au départ. Il existe deux types de modulation du signal mesuré (potentiel), celles-ci fonctionnent sur le principe d'une modulation mécanique de la capacité. La première solution est de faire varier la capacité à l'aide d'un modulateur de variation de la capacité. Cette électrode varie perpendiculairement au champ électrique. La seconde solution est une vibration d'ailette parallèle au plan de mesure. Lors de l'ouverture des ailettes la sonde capte le potentiel. Dans les deux solutions, la régulation de la sonde est effectuée par une boucle de régulation dépendante d'un courant induit par les variations de potentiel.

La mesure de potentiel de surface permet de mesurer la quantité de charges présente à un instant donné

à la surface de l'objet étudié. L'Eq. IV 11 représente l'évolution du courant induit dans la sonde par une variation de la quantité de charge en fonction du temps.

$$i = \frac{dQ}{dt} \quad \text{Eq. IV 11}$$

avec Q la quantité de charge (C), i le courant induit (A) et t le temps (s). En introduisant l'Eq. IV 10 dans l'Eq. IV 11, on obtient l'équation suivante :

$$i = \frac{dCV}{dt} = C \frac{dV}{dt} + V \frac{dC}{dt} \quad \text{Eq. IV 12}$$

A partir de l'Eq. IV 13, on obtient deux termes pour le courant induit par la quantité de charges quantifiée par une sonde. Les deux méthodes de fonctionnement de ce type d'appareil reposent sur une variation, dans un cas de la capacité (sonde Monroe [122]), et dans l'autre de la tension (sonde Trek [122]). Les sondes utilisées dans les voltmètres électrostatiques sont généralement « à condensateur vibrant ». Par différents moyens, on réalise une variation, à fréquence connue, de la surface utile (ou de la position) d'une électrode, ce qui induit un courant si le champ vu par cette électrode n'est pas nul. Un dispositif d'asservissement permet de faire varier le potentiel de l'électrode de manière à annuler ce courant, et donc le champ en face d'elle. Les sondes capacitives, plus simples dans leur principe, sont formées d'un conducteur sur lequel une charge d'influence est mesurée. Elles ont l'inconvénient par rapport aux précédentes de fournir une mesure du champ vu par la sonde, et non une mesure absolue du potentiel, et donc le signal enregistré dépend de la distance de la sonde à la surface. Un autre inconvénient est l'existence même de ce champ, qui peut perturber le phénomène à étudier.

L'appareil que nous avons utilisé est un voltmètre électrostatique Monroe modèle 244, avec sa sonde associée, permettant d'effectuer des mesures sous tension DC jusqu'à 3 kV.

La mesure s'effectue à champ nul, ce qui signifie que la sonde est portée au potentiel à mesurer. La Figure IV. 8 représente le banc de mesure du potentiel de surface. Des moteurs pas à pas contrôlés par un logiciel permettent le déplacement sur les axes X et Y avec une résolution de 100 μm . Toutes les parties métalliques du banc de test sont reliées à la masse. Une fois l'échantillon placé sur le plateau métallique, la face arrière de l'échantillon se retrouve connectée à la masse. Une alimentation stabilisée (FUG 3500V DC) délivrant une tension continue jusqu'à 3,5 kV et dont le courant est limité à 10 mA est utilisée pour appliquer le potentiel sur la structure de test.

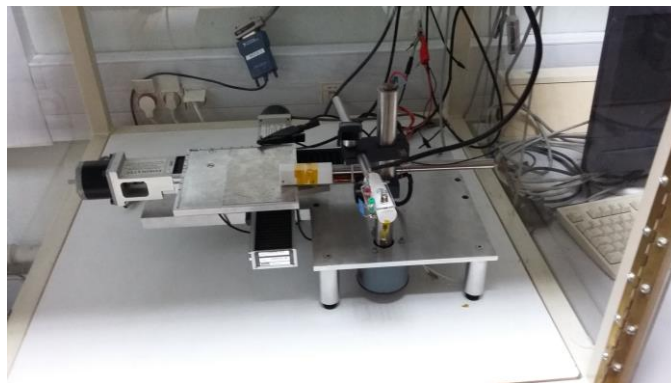


Figure IV. 8: Banc de mesure du potentiel de surface sous contrainte DC

IV. 3. 2. Structures choisies

Dans notre étude, nous avons besoin d'une structure nous permettant d'obtenir une répartition du champ non homogène. Comme les mesures sur un module de puissance sont délicates on souhaite mettre en place une structure représentative d'un module de puissance. Nous avons fait le choix d'utiliser un substrat DBC en AlN/Cu, constitué de quatre électrodes avec différents espacements sur la face supérieure de la céramique et une contre électrode en vis-à-vis. Cette géométrie nous permet de recréer le point triple et d'obtenir une répartition non homogène des équipotentielles dans la structure. Les dimensions géométriques des échantillons tests sont les suivantes :

- Longueur et largeur de la céramique : 45 mm et 32 mm
- Epaisseur de la céramique : 1 mm
- Longueur et largeur des électrodes sur la céramique : 17.5 mm et 13 mm
- Longueur et largeur de la contre-électrode : 41 mm et 28 mm
- Rayon de courbure des pistes : 2 mm
- Epaisseur des métallisations : 300 μm

La Figure IV. 9 représente une vue de dessus de la structure test utilisée pour les mesures de potentiel de surface (à gauche), ainsi que les connexions des métallisations (à droite). Pour mesurer la répartition du potentiel dans un espace inter-électrodes, nous avons deux espacements possibles. Les distances inter-électrodes choisies sont de 2 mm (AB) et 6 mm (AC).

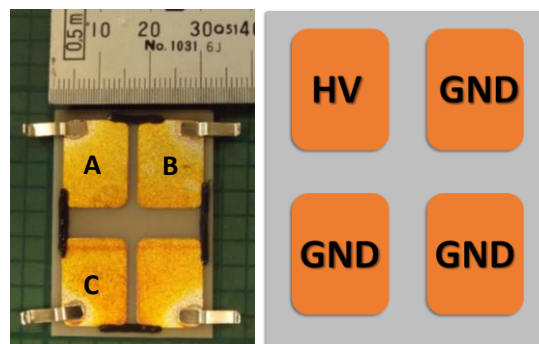


Figure IV. 9: Vue de dessus de la structure test pour les mesures de potentiel de surface (à gauche) et des connexions des métallisations (à droite)

IV. 3. 3. Mesures expérimentales du potentiel de surface et étude de la répartition du potentiel

La Figure IV. 10 représente une vue en coupe de la structure test avec les différentes connexions (potentiel / masse) sur les métallisations. Une électrode de la face supérieure est reliée à la haute tension tandis que toutes les autres électrodes sont reliées à la masse. Cette configuration est représentative des

configurations dans les modules d'électronique de puissance en fonction des différentes phases suivant les états passants ou bloqués des interrupteurs.

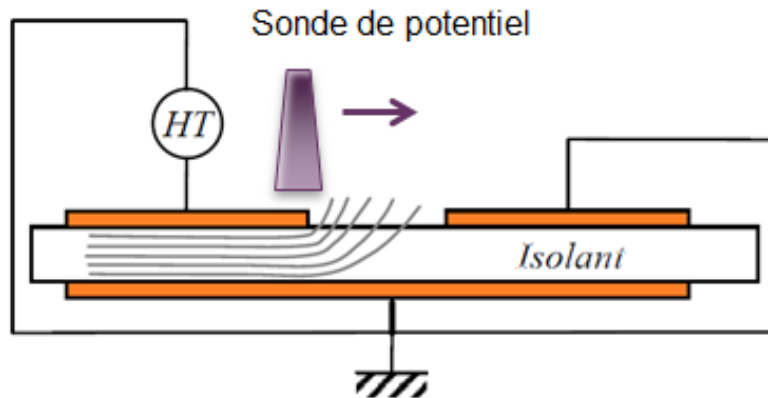


Figure IV. 10: Connexions des métallisations pour les mesures de potentiel de surface

Lors des mesures de répartition de potentiel, nous avons placé la sonde à 1 mm au-dessus de la surface de l'échantillon à mesurer. A cette hauteur, la surface balayée pour un point de mesure est un cercle de 3,25 mm de diamètre. Le potentiel électrique appliqué au système est de 1 kV DC.

La démarche choisie pour l'étude du potentiel de surface est définie par trois axes jugés importants dans l'observation de l'influence du système d'isolation multicouche sur la gradation du potentiel. Les trois points essentiels sont présentés ci-dessous :

- Vérification de la gradation de potentiel avec le matériau à conductivité contrôlée (composite)
- Evolution de la répartition des lignes de potentiel avec l'ajout des différents composites.
- Comparaison du système d'isolation entre la mesure de potentiel de surface et la simulation.

Dans le Tableau IV. 2, nous avons reporté les différentes structures caractérisées à l'aide du potentiel de surface. Nous avons mesuré l'évolution du potentiel sur des structures DBC sans dépôt, jusqu'au système d'isolation multicouche en faisant les mesures de chaque constituant du système d'isolation séparément.

Tableau IV. 2: Récapitulatif des différentes structures mesurées avec le potentiel de surface

Structure test	Schéma de la structure	Photo des structures tests
Sans dépôt		
PA-N		
Epoxy		
Composite 0.5 % wt		
PA-N + Epoxy		
PA-N + Composite 0.5 % wt		
PA-N + Composite 1 % wt		

Commençons par vérifier si le matériau composite défini au chapitre II est bien gradateur. Pour ce faire, nous comparons les mesures de répartition du potentiel entre la matrice de base (résine époxy) et un

composite chargé à 0.5 %wt (Figure IV. 11). Ces mesures sont réalisées sans film de parylène sur les structures de test. Les mesures de potentiel de surface sont effectuées avec un espace inter-électrodes de 2 mm dans l'air et à température ambiante. Lors des mesures, nous pouvons observer une linéarisation du potentiel avec le composite à 0.5 %wt par rapport à la résine. En effet, à une distance de 5 mm du point de départ de la mesure (centre de l'électrode au potentiel), le potentiel du composite est inférieur à celui de l'époxy. Alors qu'à une distance de 7.5 mm, elle est supérieure. L'effet de gradation s'accompagne d'une réduction de la valeur de la pente du potentiel par rapport à la distance mesurée. Nous avons défini la pente de la répartition du potentiel sur la gamme de 5 à 8 mm de la Figure IV. 11. La chute de potentiel dans cet intervalle est plus faible pour le composite à 0.5 % wt avec une pente de -300 V/mm. A contrario, la pente de la résine époxy seule est sur le même intervalle de -397 V/mm. Nous avons alors une réduction de 25 % de la pente entre le composite à 0.5 %wt et la résine époxy seule.

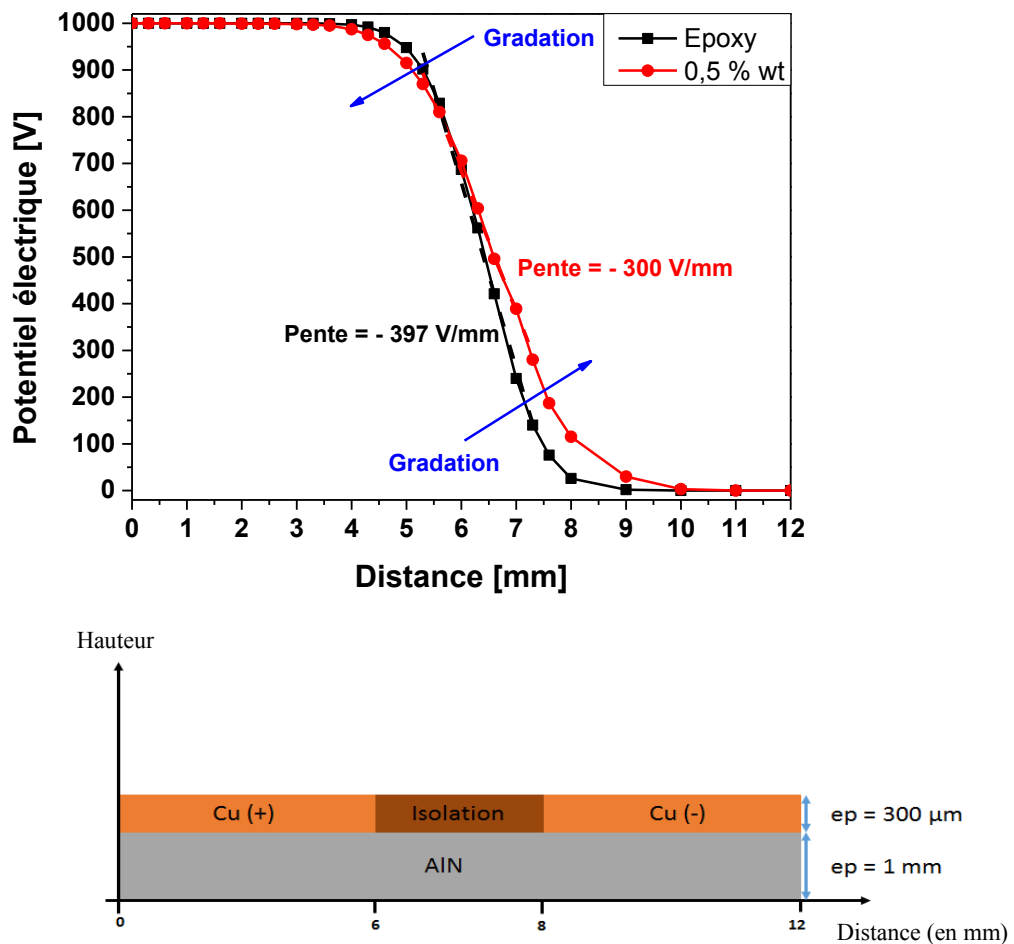


Figure IV. 11: Evolution du potentiel électrique pour la résine et le composite à 0.5 %wt

Afin de visualiser l'impact des différents matériaux composant le système d'isolation multicouche, nous avons effectué des mesures de potentiel de surface pour différentes configurations :

- Référence de la structure dans l'air (sans l'isolation multicouche)
- Film de PA-N seul
- Film de PA-N + résine époxy

La Figure IV. 12 compare l'évolution du potentiel de surface de la structure sans matériau jusqu'au système d'isolation avec la résine époxy. Nous constatons qu'avec l'ajout des différents matériaux, la répartition du potentiel est modifiée dans l'espace inter-électrodes. Cette variation de la répartition des lignes de potentiel est due aux propriétés des matériaux ajoutés. En effet, les valeurs de permittivité du film de PA-N et/ou de la résine époxy sont supérieures à celle de l'air et tendent vers la permittivité de la céramique utilisée. La répartition des équipotentielles est modifiée et celles-ci se resserrent autour de la métallisation portée à la haute tension. Nous avons mesuré la chute de potentiel entre 90 % et 20 % du potentiel appliqué sur l'ordonnée de la Figure IV. 12. La pente de la structure seule est de -354 V/mm, tandis qu'avec l'ajout des matériaux, cette pente passe à -351 V/mm avec le film de PA-N seul et à -324 V/mm pour le film de PA-N + époxy.

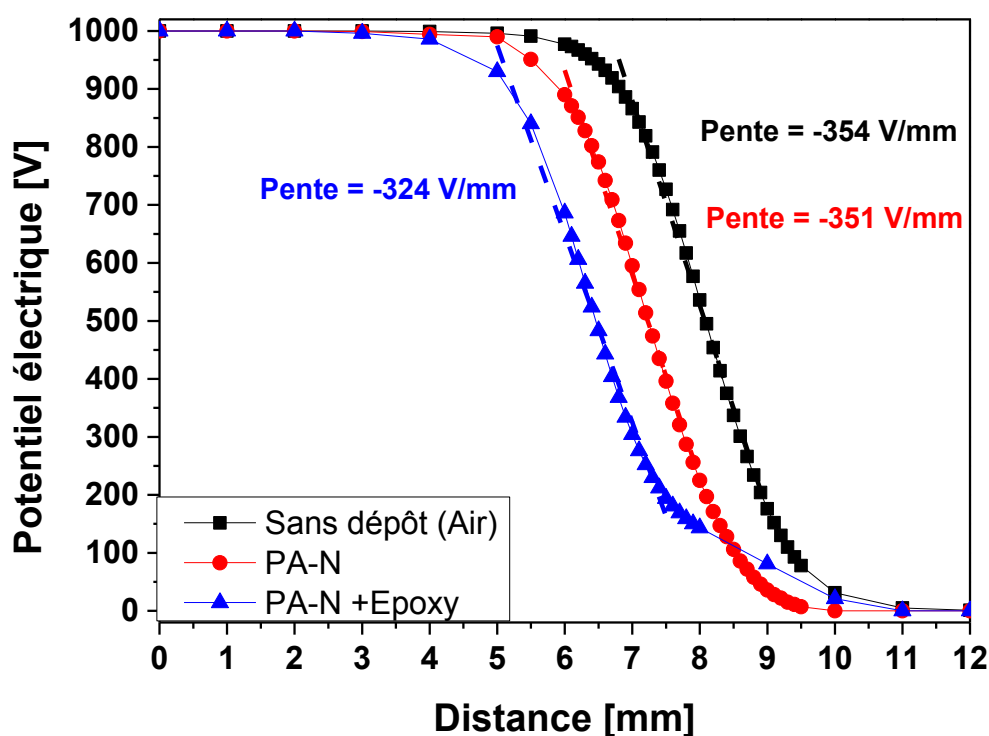


Figure IV. 12: Evolution du potentiel de la structure « à »vide jusqu'au système d'isolation avec la résine

La Figure IV. 13 compare l'évolution du potentiel entre une structure d'isolation mono matériau (résine époxy) avec le système d'isolation multicouche (résine époxy avec un film de parylène). L'évolution du potentiel mesuré par la sonde électrostatique est différente entre la structure classique et le système multicouche mis en place. Nous avons une pente de -397 V/mm pour l'époxy seule, tandis que pour la structure époxy-PA la pente est de -324 V/mm. La Figure IV. 14 compare quant à elle, différents taux

de chargement du composite de notre isolation multicouche sur la répartition du potentiel. Nous avons fait le choix de comparer la résine seule avec des composites à 0.5 % et 1 % en masse. Lors de la comparaison entre la résine époxy seule et le composite à 0.5 % wt sans film, nous avons pu observer un effet gradateur du composite (Figure IV. 11). Avec l'ajout du film, nous ne visualisons plus maintenant que légèrement cet effet gradateur lié à la présence du composite à 0.5 %wt pour la tension appliquée. Il se pourrait que pour une tension de 1000 V appliquée sur l'ensemble film PA-N + composite à 0.5 %wt, le champ vu par le composite soit trop faible par rapport à celui présent dans le film PA-N pour permettre l'observation de l'effet gradateur à travers le report du potentiel aux bornes du film. Sur l'intervalle de 20 % à 90 % du potentiel mesuré, sa décroissance pour l'isolation multicouche avec la résine époxy et le composite à 0.5% wt est de -324 V/mm et de -316 V/mm, respectivement. La décroissance dans ces deux systèmes multicouches est similaire. Comme pour la Figure IV. 14 on ne constate pas d'influence du composite à 0.5 %wt par rapport à la résine époxy seule. En revanche, avec le composite à 1 %wt, on modifie fortement la répartition des équipotentielles dans l'espace inter-électrodes avec une décroissance mesurée de -140 V/mm. Nous pouvons tout de même supposer que pour l'application lorsque les composites à 0.5 %wt seront soumis à un champ > 500 V/mm (selon la Figure IV. 11) ils commenceront à présenter un effet gradateur.

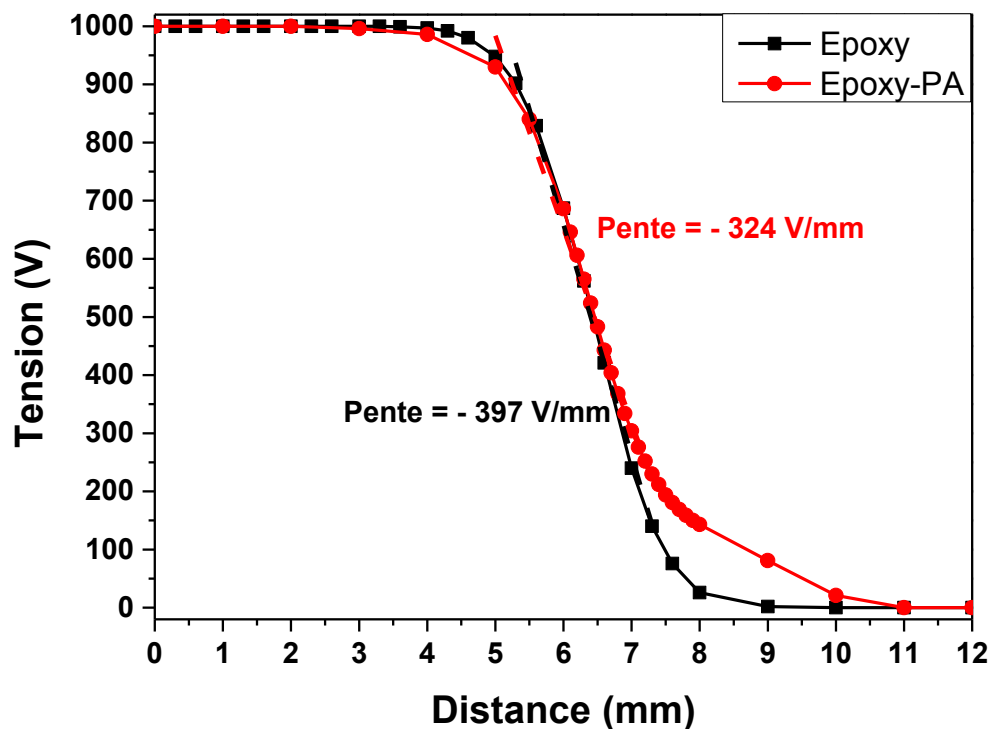


Figure IV. 13: Comparaison entre isolation classique (résine seule) et le système multicouche (résine seule et le parylène)

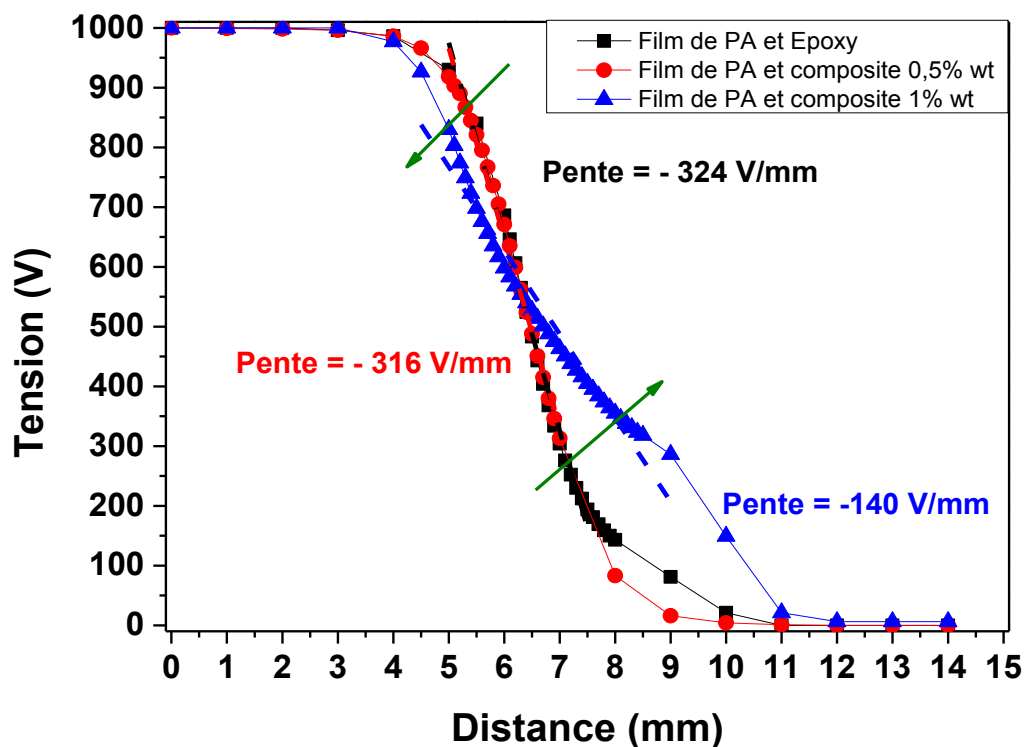


Figure IV. 14: Comparaison entre différents taux de chargement du composite sur la répartition du potentiel dans la structure DBC + PA-N

Après avoir effectué des mesures de potentiel de surface dans différentes configurations, nous allons maintenant les confronter au modèle numérique.

IV. 3. 4. Simulation de la structure

La Figure IV. 15 représente la structure simulée. Nous avons utilisé le même système d'équation que dans le chapitre II. La structure géométrique est similaire à celle utilisée pour les mesures de potentiel de surface. Le substrat céramique est de 1 mm d'épaisseur. Les métallisations sont de 300 μm d'épaisseur. L'espace inter-électrodes est de 2 mm ou de 6 mm. Nous avons appliqué le potentiel sur une électrode et les autres sont à la masse (cf. Figure IV. 9). Lors de la simulation nous avons incorporé un volume d'air assez grand pour qu'il n'influence pas la répartition des équipotentielles. Enfin, comme pour les mesures expérimentales, nous modifions les propriétés du matériau à conductivité contrôlée pour étudier son influence.

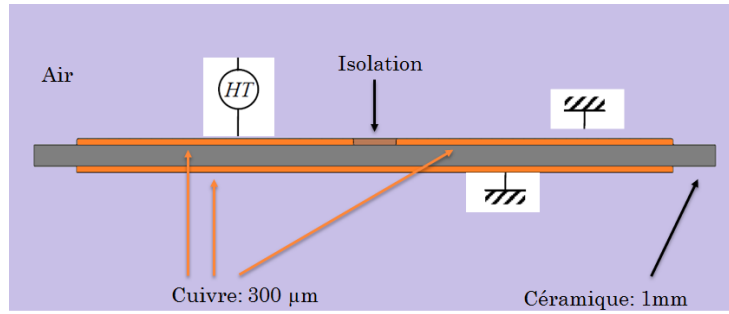


Figure IV. 15: Structure DBC modélisée sous Comsol

La Figure IV. 16 représente l'évolution du potentiel dans un espace inter-électrodes avec le système d'isolation multicouche. La Figure IV. 16 a) montre la répartition du potentiel avec un système d'isolation multicouche PA-N + époxy. Sur la Figure IV. 16 b) nous avons la répartition du potentiel avec un système d'isolation PA-N + composite chargé à 5 %wt.

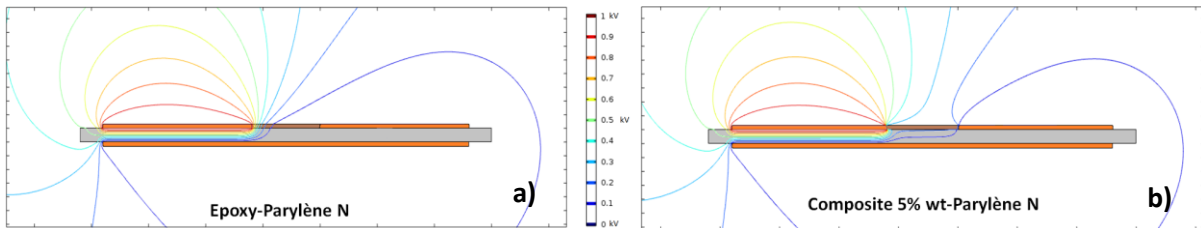


Figure IV. 16: Répartition du potentiel électrique dans la structure a) Résine seule + Parylène N, b) Composite 5 % wt + Parylène N

La Figure IV. 17 représente la position de la ligne de coupe. Dans notre cas, nous avons fait le choix de placer la ligne de coupe à la surface car les mesures de potentiel de surface intègrent une surface pour chaque point de mesure. Elle est représentée en rouge sur la figure ci-dessous.

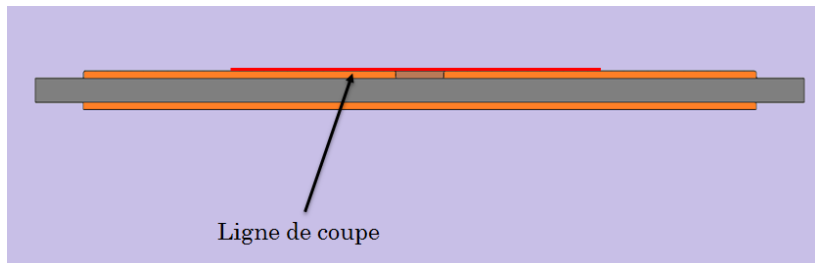


Figure IV. 17: Représentation de la ligne de coupe passant à la surface de la structure

Afin d'obtenir une simulation se rapprochant de la réalité, nous comparons les valeurs de potentiel obtenues sur la ligne de coupe avec les données de la ligne de coupe tenant compte de l'angle solide de la sonde de mesure. Dans notre étude, la sonde est placée à 1 mm au-dessus de la structure de test. À cette hauteur la projection de l'angle solide à la surface de l'échantillon est de 3.25 mm de diamètre de

surface balayée par point de mesure. La Figure IV. 18 représente la comparaison entre la simulation brute (rouge, sans prise en compte de la résolution de la sonde) et la simulation corrigée (bleu, avec prise en compte de la résolution de la sonde). La simulation corrigée est une moyenne du potentiel sur une distance de 3.25 mm à la surface de la structure de test. On constate une évolution différente entre les deux courbes. Sur la courbe rouge, on obtient une chute brutale de potentiel par rapport à la simulation tenant compte de l'angle solide de la sonde. De plus, en tenant compte de l'angle solide, le potentiel tend à se décaler vers des distances plus importantes.

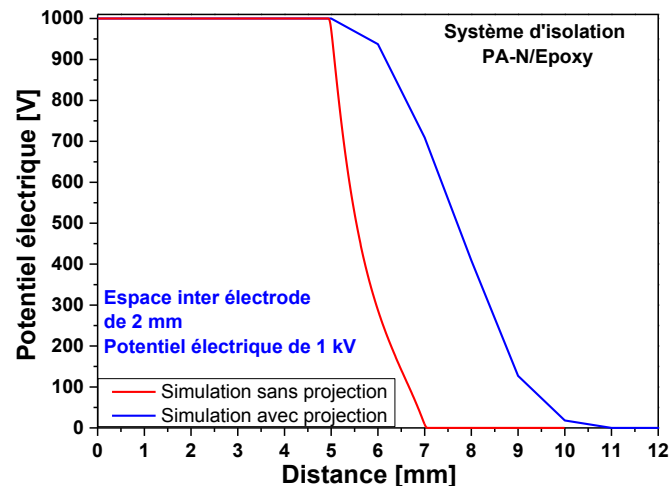


Figure IV. 18: Effet de la prise en compte de la projection de l'angle solide de la sonde sur la simulation du potentiel électrique

Maintenant que nous avons pu observer l'importance de la prise en compte de la résolution de la sonde, passons à la confrontation avec les mesures expérimentales. Pour cette comparaison, les résultats de simulation seront filtrés pour tenir compte de la résolution de la sonde.

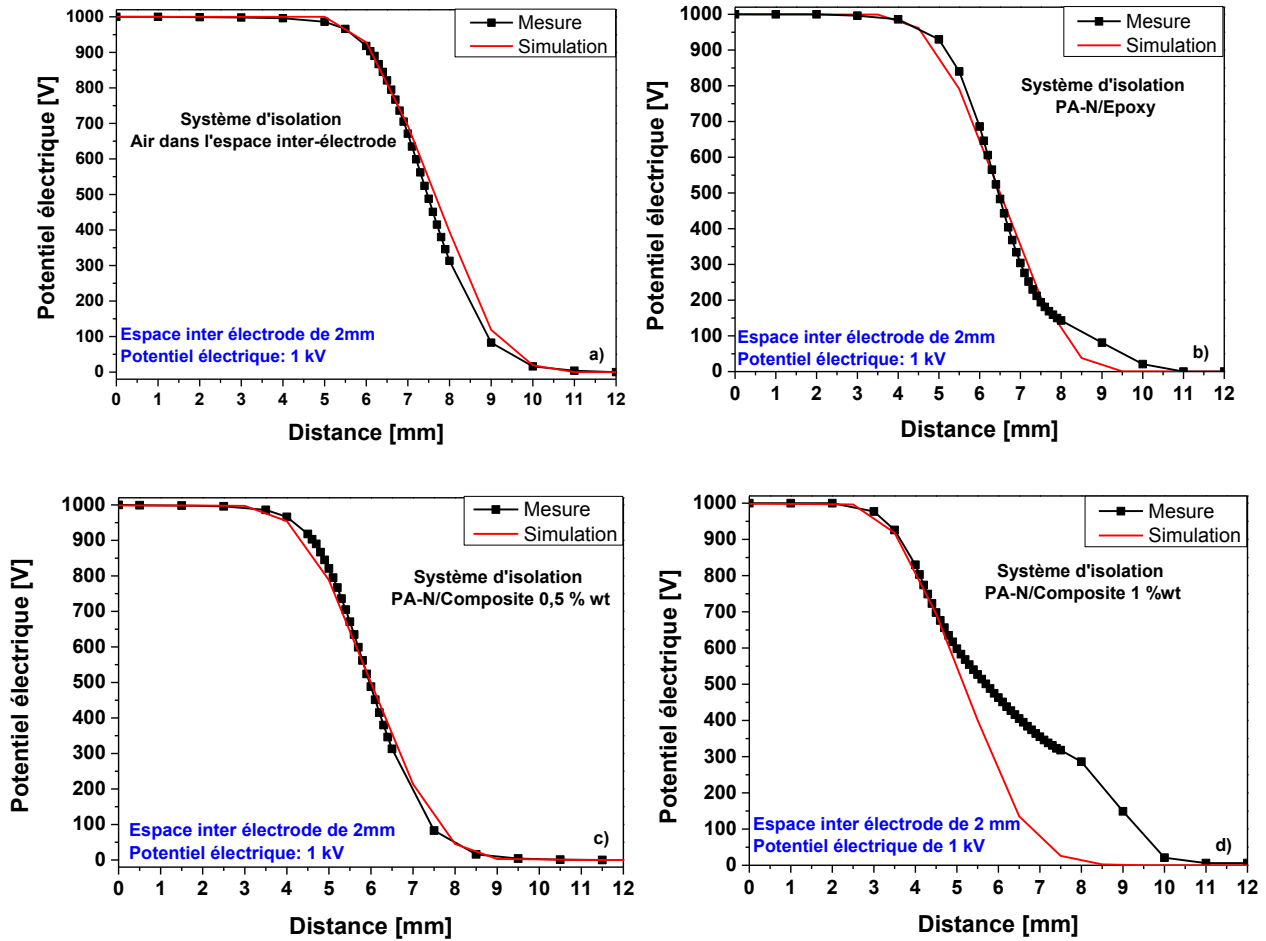


Figure IV. 19: Comparaison entre la mesure expérimentale et la simulation, a) cas de l'air, b) PA-N+époxy, c) PA-N+composite à 0.5 %wt et d) PA-N+composite à 1 % wt

La Figure IV. 19 a) présente la comparaison dans le cas d'une structure avec de l'air dans l'espace inter-électrodes. La Figure IV. 19 b) compare la mesure expérimentale et la simulation pour le système d'isolation PA-N+époxy. Dans les Figure IV. 19 c) et d), on a incorporé le film de PA-N avec un composite de 0.5 % et de 1 %wt, respectivement. Nous pouvons constater que les courbes de simulation tendent vers le résultat expérimental, sauf dans le cas du composite à 1 %wt. En effet, à proximité de l'électrode au potentiel, la correction de la simulation suit la tendance. Mais au-delà de la distance de mesure de 4 mm, les courbes divergent. Afin de comprendre pourquoi la simulation et la mesure expérimentale divergent en présence du composite à 1 %wt, nous avons effectué la modélisation avec un espace inter-électrode de 6 mm. Par la suite, nous avons pris en compte des valeurs de conductivité mesurées jusqu'à un champ électrique de 400 V/mm (voir chapitre III). Lors de la caractérisation des composites sous fort champ, nous avons pu constater que la conductivité du composite à 1%wt était dépendante du champ électrique. Nous avons essayé de prendre en compte cette dépendance sur la Figure IV. 20.

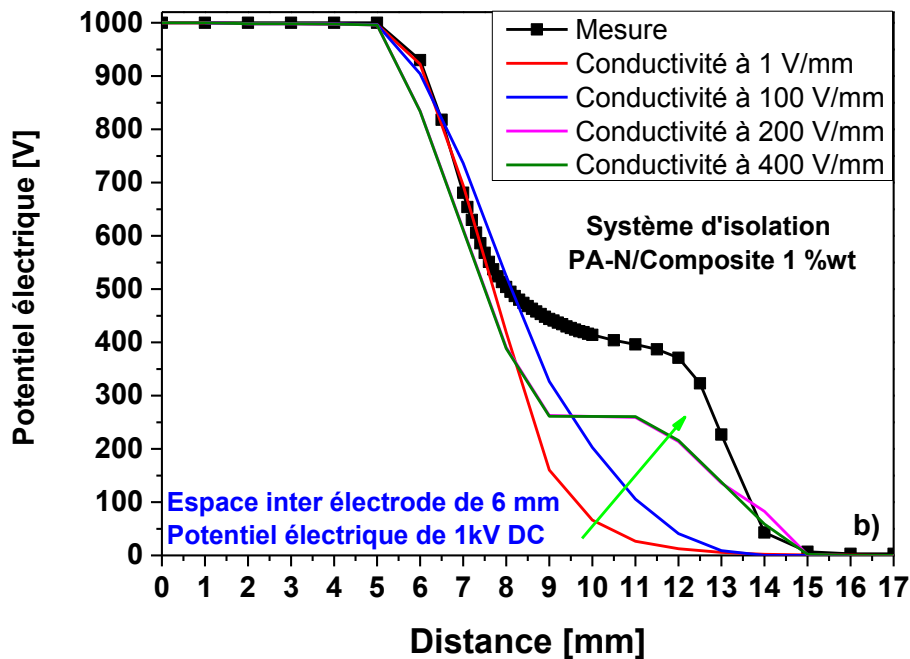


Figure IV. 20: Comparaison entre la mesure expérimentale et la simulation, pour des propriétés mesurées jusqu'à 400 V/mm pour le composite chargé à 1 % wt.

La Figure IV. 20 montre l'évolution du potentiel mesuré et les simulations effectuées avec les propriétés électriques du composite mesurées sous faible champ (1 V/mm) et fort champ (jusqu'à 400 V/mm). Nous constatons deux comportements entre la mesure et la simulation corrigée pour les propriétés sous faible champ. A proximité de l'électrode au potentiel, la mesure et la simulation corrigée concordent. Ensuite, le comportement des deux potentiels diverge jusqu'à l'électrode à la masse. On peut attribuer cette divergence à une conductivité du composite à 1 %wt utilisée lors de la simulation trop faible pour reporter significativement les équipotentielles sur le film de PA-N. Notamment, de telles faibles valeurs de conductivité ne permettent pas de décrire le plateau horizontal de potentiel observé expérimentalement. En intégrant dans la simulation les valeurs de conductivité mesurées sous plus fort champ, il est possible d'obtenir un meilleur accord entre la mesure et la simulation. Toutefois, des différences existent toujours, notamment une différence de potentiel important sur l'intervalle de distance de 9 à 13 mm est observée.

IV. 3. 5. Conclusion

La validation de l'effet gradateur de potentiel du système d'isolation multicouche s'est déroulée en deux temps. Tout d'abord nous avons effectué des mesures de potentiel de surface, puis, nous avons confronté ces mesures à des simulations numériques en tenant compte des propriétés électriques des matériaux mesurées préalablement au chapitre III.

La comparaison du composite à 0.5 %wt avec la résine époxy seule sans film de PA-N laisse apparaître un effet gradateur du matériau composite. Nous avons ensuite observé l'impact des différentes couches de notre système d'isolation sur la répartition des équipotentielles. L'ajout du film de parylène modifie la réfraction des lignes de potentiel par rapport à la mesure de la structure sans matériau (de l'air dans l'espace inter-électrode). L'ajout de la résine et du composite à 0.5 %wt a montré une tendance similaire. La tension appliquée durant ces mesures n'est probablement pas suffisante pour observer des changements. Dans le cas du composite à 1 %wt, la répartition des équipotentielles évolue différemment par rapport aux autres cas. A proximité de la métallisation reliée à la masse, les valeurs de tension sont supérieures à celles mesurées avec le film et la référence de la structure.

Les mesures de potentiel ont été comparées à un modèle numérique. Lorsque l'on compare les données brutes de la simulation avec les mesures elles divergent. Une fois la résolution spatiale de de la sonde prise en compte dans la comparaison, les courbes mesurées et les valeurs de simulations corrigées convergent vers des allures et des valeurs de tension similaires. Toutefois, dans le cas du composite à 1 %wt, on remarque que la modélisation ne conduit pas au résultat escompté malgré la correction appliquée. A ce taux de chargement, les propriétés électriques du composite sont dépendantes du champ. Une fois les propriétés électriques pour un champ appliqué intégrées au modèle, les mesures et la simulation (corrigée) tendent vers des résultats qualitativement proches. Cette comparaison nous permet de valider le modèle numérique développé. Toutefois, des différences de valeur de potentiel subsistent encore et devront être investiguées plus en détails. Malgré tout, l'ensemble des résultats des mesures de potentiel de surface sur les différentes configurations d'isolation multicouche permet de valider l'effet gradateur de potentiel apporté par les composites époxy/graphène

IV. 4 Application du système d'isolation multicouche dans un module double face

Afin de pousser ce travail de recherche, nous avons souhaité, en collaboration avec la société CIRTEM, valider l'impact du système d'isolation multicouche sur les performances électriques des modules de type double face (ou sandwich). Comme vu au chapitre I, de tels modules peuvent permettre d'améliorer

les performances électriques du système de conversion d'énergie électrique (meilleure extraction de la chaleur, diminution des inductances parasites...). Cependant, ils induisent également une forte augmentation des niveaux de contraintes de champ électrique au niveau des matériaux isolants pouvant, à terme, affecter leur durée de vie et la fiabilité du système.

Dans ce but, nous avons entrepris d'évaluer les différents types de configuration d'isolation multicouche vis à vis du niveau d'apparition des décharges partielles.

IV. 4. 1. Incorporation du système d'isolation dans les véhicules tests

Avant de présenter les résultats expérimentaux de mesures des Décharges Partielles (DP), nous présentons sur la Figure IV. 21 les différentes étapes d'assemblage des structures de type double face avec l'isolation multicouche. Ceci représente 8 étapes d'assemblage. La première étape consiste à placer le substrat métallisé sur le plateau permettant d'effectuer les différents brasages. Lors de la 2^{ème} étape, on brase les *bump* sur le substrat métallisé avec de la pâte à braser. La 3^{ème} étape consiste à braser le second substrat métallisé sur les *bump*. Lors de la 4^{ème} étape, nous appliquons un *coffrage* silicone sur trois côtés de la structure pour la rendre étanche avant remplissage de l'encapsulant. Au cours de la 5^{ème} étape, nous effectuons des mesures de DP sans le système d'isolation multicouche mais en immergeant le module dans un liquide isolant (de type fluoré). Une fois que la structure double face est passée à l'étape n°5, on dépose le film de PA-N (20 μm) dans les modules (étape n°6). Dans la 7^{ème} étape, on effectue des mesures de décharges partielles sur la structure double face contenant le film de PA-N. Lors de la dernière étape, on incorpore le composite dans la structure contenant déjà le film de PA-N.

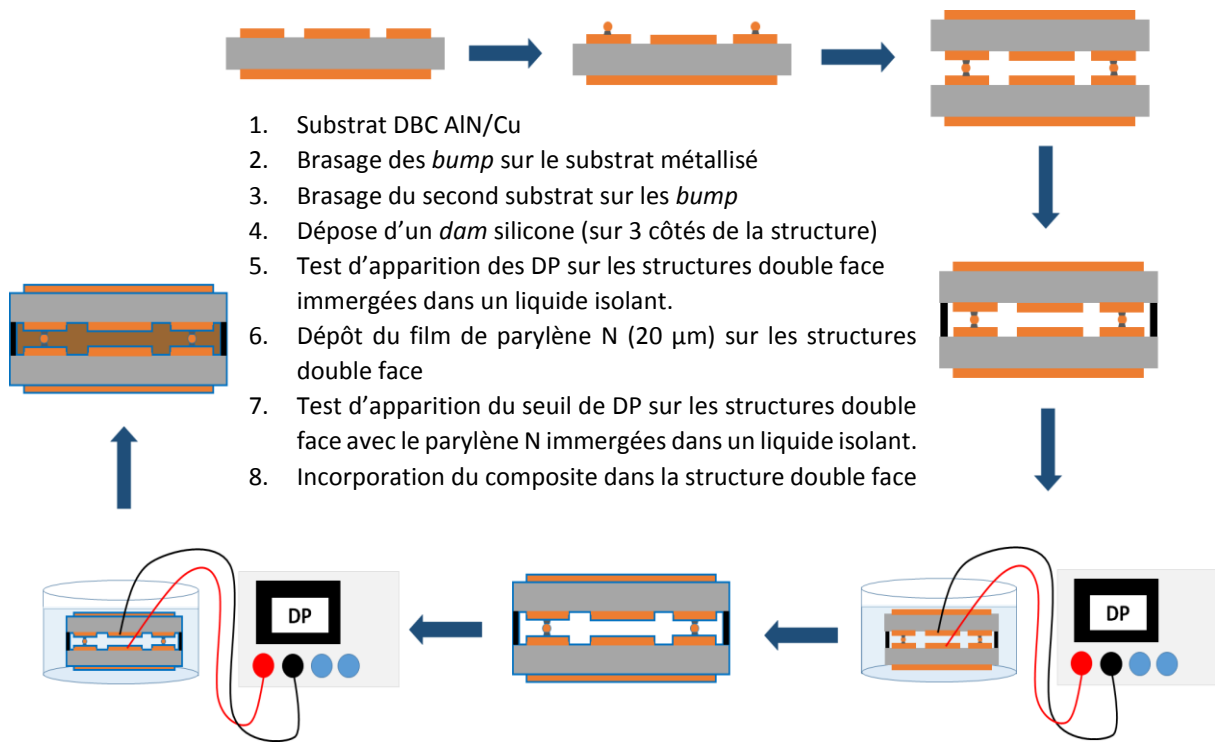


Figure IV. 21: Schéma général des différentes étapes de préparation des structures double face avec le système d'isolation multicouche

Lors de l'incorporation du composite époxy/graphène dans la structure double face, nous avons rencontré des problèmes liés à l'utilisation d'un procédé d'élaboration des composites par voie solvant. Pour remédier à cela, nous avons décidé d'ôter l'étape solvant et de la remplacer par l'utilisation du mélangeur planétaire pour disperser les particules de graphène dans la résine époxy. Un second point bloquant rencontré a concerné l'étape de polymérisation du composite (recuit thermique). De nombreuses fissures du composite à l'intérieur du module ont été observées par tomographie de rayon X. L'origine de ces fissures est due aux contraintes thermomécaniques (différences de CTE) durant la phase de recuit du composite dans la structure. Pour remédier à cela, nous avons effectué différents recuits à plus basse température pour limiter les dilatations mécaniques. La Figure IV. 21 montre les effets des différents recuits sur la réticulation du composite. Les images sont obtenues par tomographie de rayons X. Sur la Figure IV. 22 a), nous avons réduit le temps de recuit à 20 minutes mais nous avons toujours la présence de fissures (traits en rouge) dans le volume de l'encapsulation du module par rapport à un recuit à 120 °C. Sur la Figure IV. 22 b) l'encapsulant est recuit 70 °C pendant 10 min puis à 120°C pendant 20 min. On notera la présence de fissures (trait rouge) dans le volume. Sur les Figure IV. 22 c) et d), nous avons recuit l'encapsulation à 80 °C pendant 1h40. Lors des observations par tomographie à rayons X, nous n'avons pas constaté de présence de fissure à l'intérieur de la structure, ce qui a validé par la suite l'utilisation de ces paramètres de recuit.

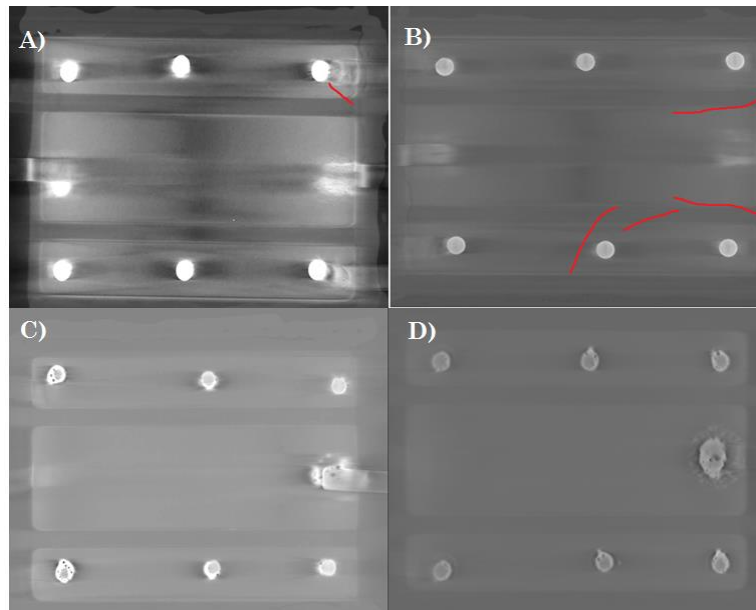


Figure IV. 22 : Images de tomographie à rayons X pour détecter la présence de fissures dans l'encapsulant époxy/graphène en fonction des paramètres de recuit : a) recuit à 120 °C pendant 20 min, b) recuit à 70 °C pendant 10 min puis 20 min à 120 °C, c) et d) recuit à 80 °C pendant 1h40. Les traits en rouge correspondent aux fissures détectées dans le volume du module

La Figure IV. 23 présente le résultat obtenu lors de l'incorporation du composite époxy/graphène dans la structure contenant le film de PA-N avec les paramètres de recuit définis précédemment. Cette observation est réalisée par microscopie optique sur la section d'un module découpé. Afin de vérifier la conformité du dépôt de PA-N, nous avons procédé à plusieurs grossissements en nous focalisant sur trois zones différentes. La première, située au point triple, une autre à l'angle de la métallisation et du composite, et enfin la troisième, au niveau de l'interface avec la céramique. Dans chaque cas, on constate qu'il n'y a pas de présence de défaut dans la couche de PA-N et à ses interfaces avec les métallisations, la céramique et le composite. Le film de PA-N épouse parfaitement les formes géométriques complexes du module double face. Pour l'épaisseur de parylène déposée (20 μm), le fournisseur garantit une couche à $\pm 2\mu\text{m}$. Lors de nos mesures d'épaisseur du film, nous avons constaté une tendance montrant que l'épaisseur sur les surfaces planes est proche de 22 μm , tandis que pour les zones de formes complexes elle tend plutôt vers 18 μm .

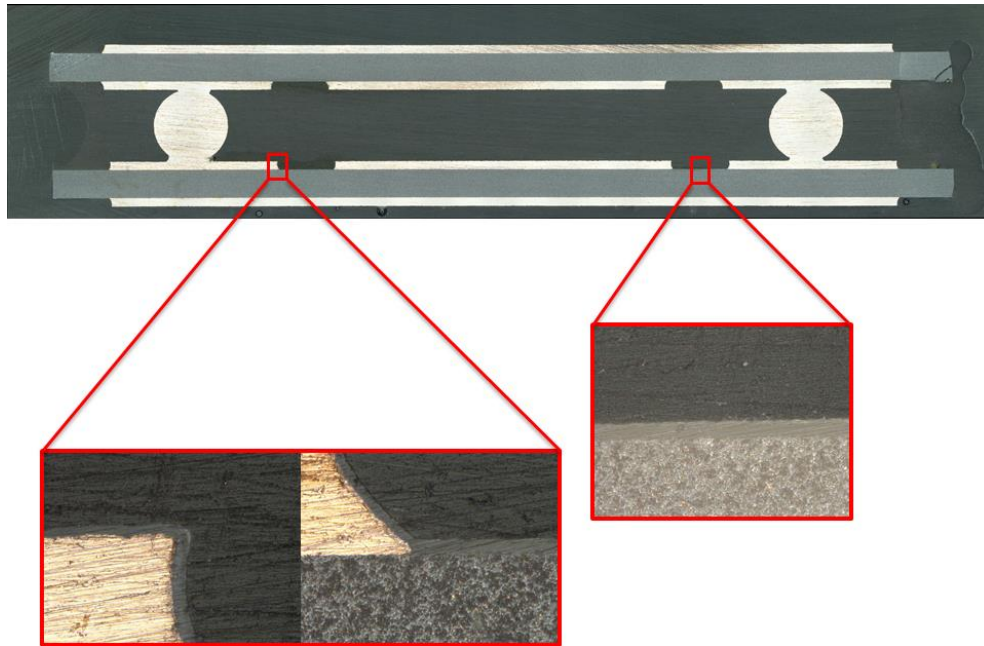


Figure IV. 23: Vue en coupe par microscopie optique de la structure 3D contenant le film de PA-N et le composite époxy/graphène (0.5 %wt)

Dans la conception du système d'isolation multicouche, nous avons émis différentes hypothèses. Sur le film isolant de PA-N, nous avons émis l'hypothèse qu'il n'y ait pas de présence de vacuole dans le volume du parylène ainsi qu'à son interface avec le substrat métallisé. De plus, si une vacuole est présente dans le volume du composite, celui-ci sera en mesure de drainer les charges pour diminuer la différence de potentiel aux bornes de la vacuole. Pour vérifier ces différentes hypothèses, des mesures de DP sur la structure double face contenant les différentes configurations du système d'isolation multicouche sont nécessaires.

IV. 4. 2. Mesures de décharges partielles

IV. 4. 2. a. Méthode de mesure

La principale méthode de détection est celle qui consiste à mesurer le courant (ou la charge) d'une décharge : c'est la méthode électrique. De nombreuses mises au point sur les techniques de détection et de mesure des décharges ont été publiées. On citera celles de Kreuger [123], Bartnikas [45] et Nattras [124]. Des avancées notables ont été enregistrées et ne cessent d'améliorer l'analyse des DP par un traitement numérique des données provenant des décharges. Les montages actuellement utilisés sont dérivés du dispositif mis au point par Austen et Whitehead en 1941 [125]. Il existe deux types de circuits de mesure, soit indirect, soit direct. Dans un circuit indirect (Figure IV. 24 a), l'impédance de mesure Z_m est en parallèle avec l'échantillon sous test. Dans un circuit direct (Figure IV. 24 b), l'impédance de mesure Z_m est en série avec cet échantillon.

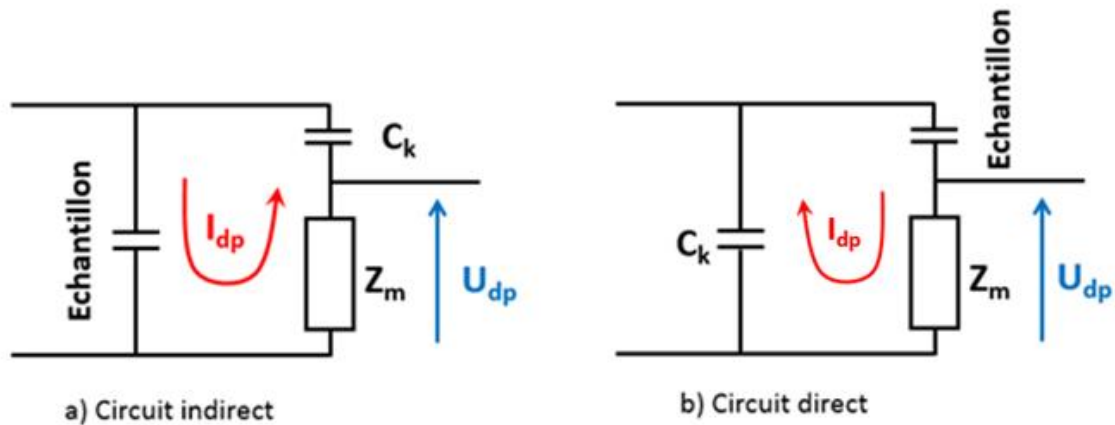


Figure IV. 24: Schéma des deux types de circuit de mesures, a) indirect et b) direct

La détection directe étant la plus couramment utilisée, nous allons en décrire le fonctionnement un peu plus précisément (Figure IV. 25).

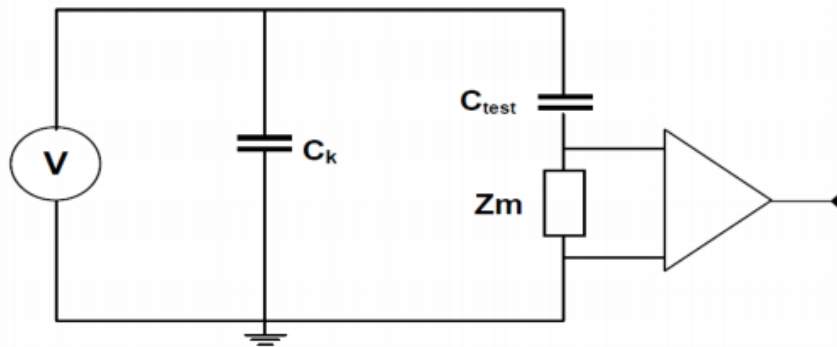


Figure IV. 25: Schéma de principe de la détection par la méthode directe des DP

Le dispositif sous test (D.U.T : device under test), représenté ici par sa capacité (C_{test}), est connecté en série avec une impédance de mesure Z_m . Le condensateur de couplage C_k est un élément important du circuit : c'est un condensateur haute tension exempt de décharges qui fournit la tension de manière transitoire à la cellule sous test. Lorsqu'une décharge se produit, un courant transitoire de quelques nanosecondes circule dans le circuit extérieur, qui correspond à une quantité de charge appelée charge apparente et détaillée dans un paragraphe suivant. Cette impulsion de courant est mesurée à l'aide de l'impédance de mesure Z_m , souvent composée d'un circuit RLC parallèle. L'inductance L atténue fortement les composantes basses fréquences du signal mesuré, la capacité C intègre les impulsions rapides de DP et la résistance R amortit les oscillations de tension à ses bornes. Le signal est ensuite amplifié puis visualisé sur un appareil de mesure. Après calibration, ce circuit permet de mesurer un signal proportionnel à la charge apparente des DP.

La calibration de la mesure de charge des DP est exprimée en *picocoulomb*. Elle consiste à injecter aux bornes de la cellule d'essai des impulsions de courant brèves et de charge connue. Le niveau de calibration permet d'apprécier la sensibilité de la mesure.

La structure soumise au test de DP est une structure double face DBC de 1 mm d'AlN et 300 μm d'épaisseur de Cu. L'espacement inter-pistes est de 2 mm et le diamètre des *bumps* est de 2 mm. Nous avons brasé des amenées de tension sur chaque métallisation, afin d'en contrôler le potentiel. La Figure IV. 26 représente une vue générale du module testé (a), une vue éclatée de la structure (b) et une vue en coupe (c) des potentiels appliqués aux différentes pistes métalliques de la structure lors des mesures de DP. Comme nous pouvons le voir, nous appliquons le potentiel sur l'électrode centrale du substrat du bas. Ensuite toutes les autres métallisations sont connectées à la masse. Dans cette configuration, nous pourrions mesurer l'apparition de DP dans le système d'isolation multicouche et dans les substrats métallisés.

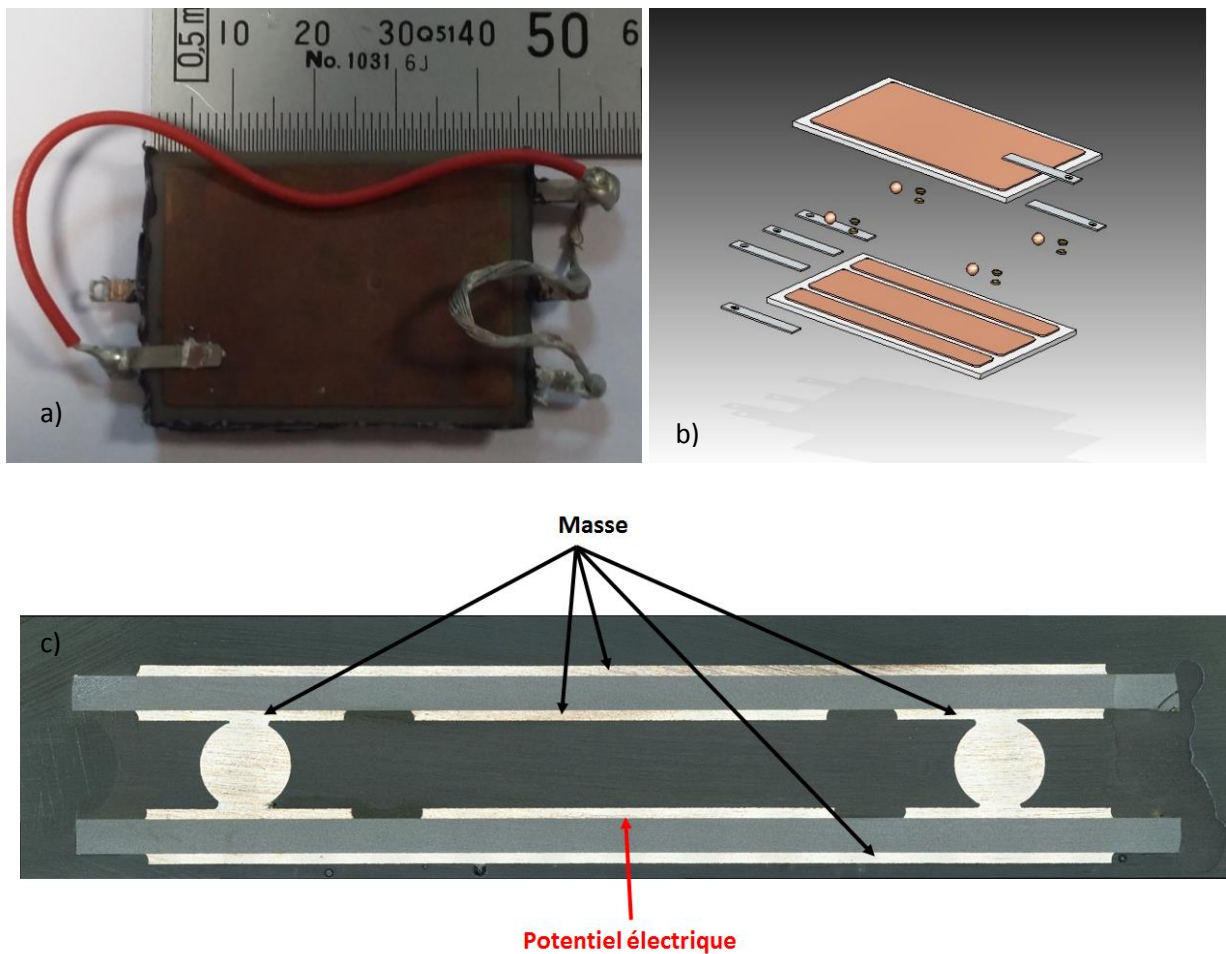


Figure IV. 26: Connexions des différentes pistes conductrices a) vue d'ensemble du module double face encapsulé avec de l'époxy seule, b) vue éclatée de la structure double face et c) Vue en coupe de la structure pour les mesures de décharges partielles

IV. 4. 2. b. Mesures préliminaires

Avant d'effectuer les mesures de décharges partielles (DP) sur les structures double face avec le système d'isolation complet, nous avons procédé à des mesures de avant et après le dépôt de parylène, dans l'air et dans un liquide isolant de type fluoré. L'objectif de ces tests préliminaires est d'effectuer un tri sur les structures pouvant présenter des défauts préalables dans la céramique comme ont pu le démontrer les travaux de Do et de Vu [126] [59].

Lors des mesures dans l'air sur les structures sans parylène, nous avons observé qu'il n'y avait pas d'occurrence périodique sur l'apparition des décharges. Les premières décharges apparaissent aux alentours de $1.5 \text{ kV}_{\text{rms}}$. Avec l'ajout du film de PA-N, cela a permis d'élever le seuil d'apparition des DP jusqu'à $3 \text{ kV}_{\text{rms}}$. Nous avons choisi de limiter la tension appliquée à la structure avant encapsulation à $3 \text{ kV}_{\text{rms}}$ afin de ne pas atteindre la tension de claquage de l'air. Lorsque les structures de test recouvertes de PA-N sont immergées dans un liquide isolant, nous avons observé deux types de comportements. Sur la majorité des échantillons avec ou sans parylène, nous ne mesurons pas de décharge dans la structure. Alors que dans certaines structures, nous avons pu observer un seuil d'apparition de DP à 3 kV avec ou sans parylène. La Figure IV. 27 représente les mesures d'une structure avec et sans parylène immergée dans le liquide isolant. Ces structures ont été écartées à la suite de ces tests préliminaires mettant probablement en exergue des défauts présents à l'intérieur de la céramique ou à ses interfaces avec les métallisations du substrat DBC.

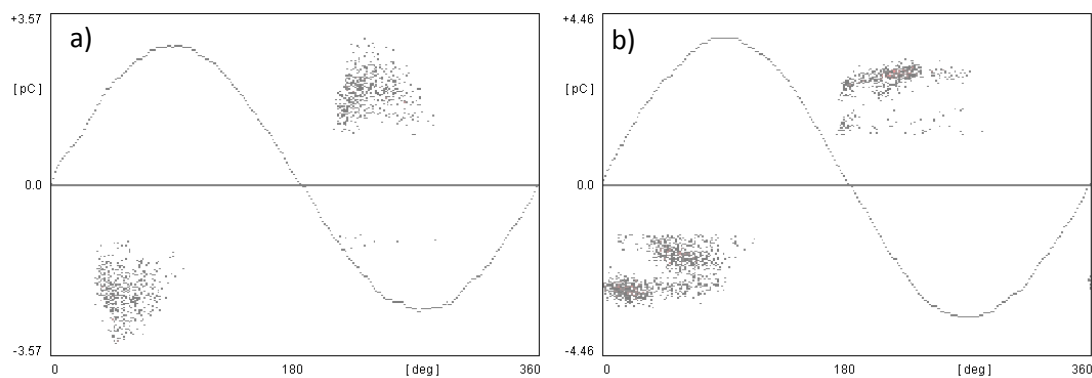


Figure IV. 27: Signatures de décharges obtenues dans le liquide isolant a) sans film de parylène et b) avec le film de parylène

Cette méthode nous a permis de vérifier l'absence de vacuoles à l'interface PA/substrat et dans le volume du parylène car le dépôt n'induit pas des DP supplémentaires. Cela nous a aussi permis de confirmer les observations faites par microscopie optique.

IV. 4. 2. c. Mesures de décharges partielles dans les modules encapsulés

Pour effectuer les mesures de décharges partielles, nous avons choisi d'utiliser la norme IEC 1287. Elle est utilisée pour tester et qualifier les modules de puissance dans le domaine du ferroviaire vis-à-vis des décharges partielles. La Figure IV. 28 représente le cycle de tension appliqué à l'échantillon test selon cette norme. Pour un module 3.3 kV, on applique une tension de 6900 V_{rms} pendant 1 minute avec une rampe de 690 V_{rms}/s, puis on applique 5100 V durant 30 secondes. Lors de 10 dernières secondes à 5100 V, la quantité de charge ne doit pas excéder 10 pC. Lors du passage de 6900 V_{rms} à 5100 V_{rms} la rampe de descente est de 180 V_{rms}/s. Enfin la rampe de 5100 V_{rms} à 0 V_{rms} est de 510 V_{rms}/s.

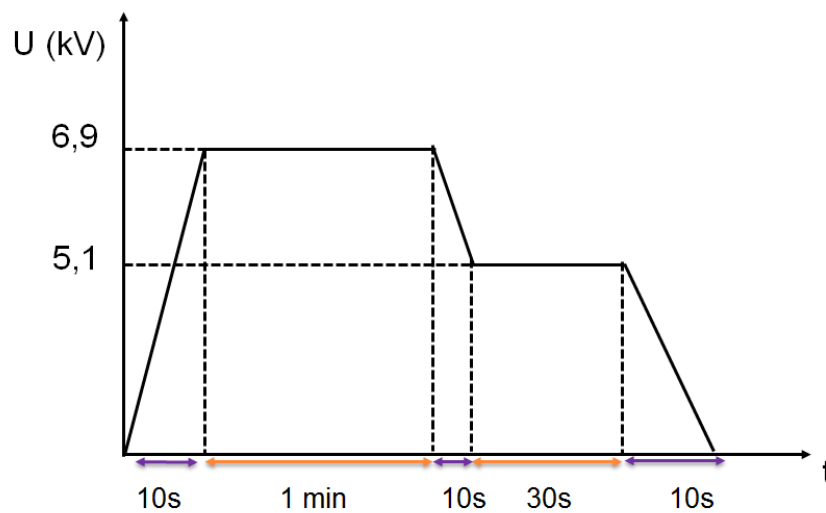


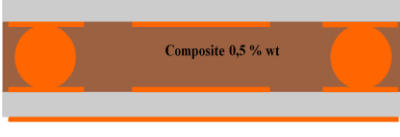
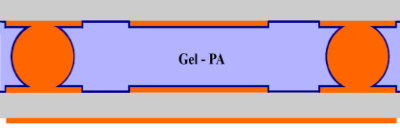
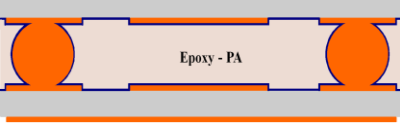
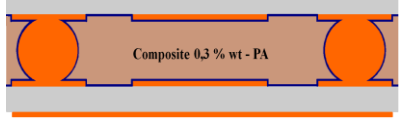
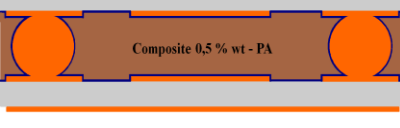


Figure IV. 28: Cycle de tension appliqué pour les mesures de DP selon la norme IEC 1287

Dans le Tableau IV. 3, nous avons reporté les différents systèmes d'isolation testés avec la norme IEC 1287. Une comparaison avec une encapsulation classique avec un gel silicone a également, été testée.

Tableau IV. 3: Récapitulatif des différents systèmes d'isolation testés avec la norme IEC 1287 (décharge partielle)

Type d'encapsulation incorporé	Schéma de la structure encapsulée
Gel silicone	
Epoxy	
Composite 0.5 % wt	
PA-N + Gel silicone	
PA-N + Epoxy	
PA-N + Composite 0.3 % wt	
PA-N + Composite 0.5 % wt	

Les résultats des mesures de DP selon la norme IEC 1287 sont représentés sur la Figure IV. 29. Nous avons effectué les mesures dans les cas du gel silicone, la résine époxy, le composite (0.5%wt), le gel silicone + PA-N, l'époxy + PA-N, un composite (0.3 %wt) + PA-N et enfin sur un composite (0.5%wt) + PA-N. Nous comparons la quantité de charges sur les 10 dernières secondes à la tension de 5100 V_{rms}. Les mesures présentées correspondent à un résultat typique obtenu sur 3 structures de test différentes par configuration.

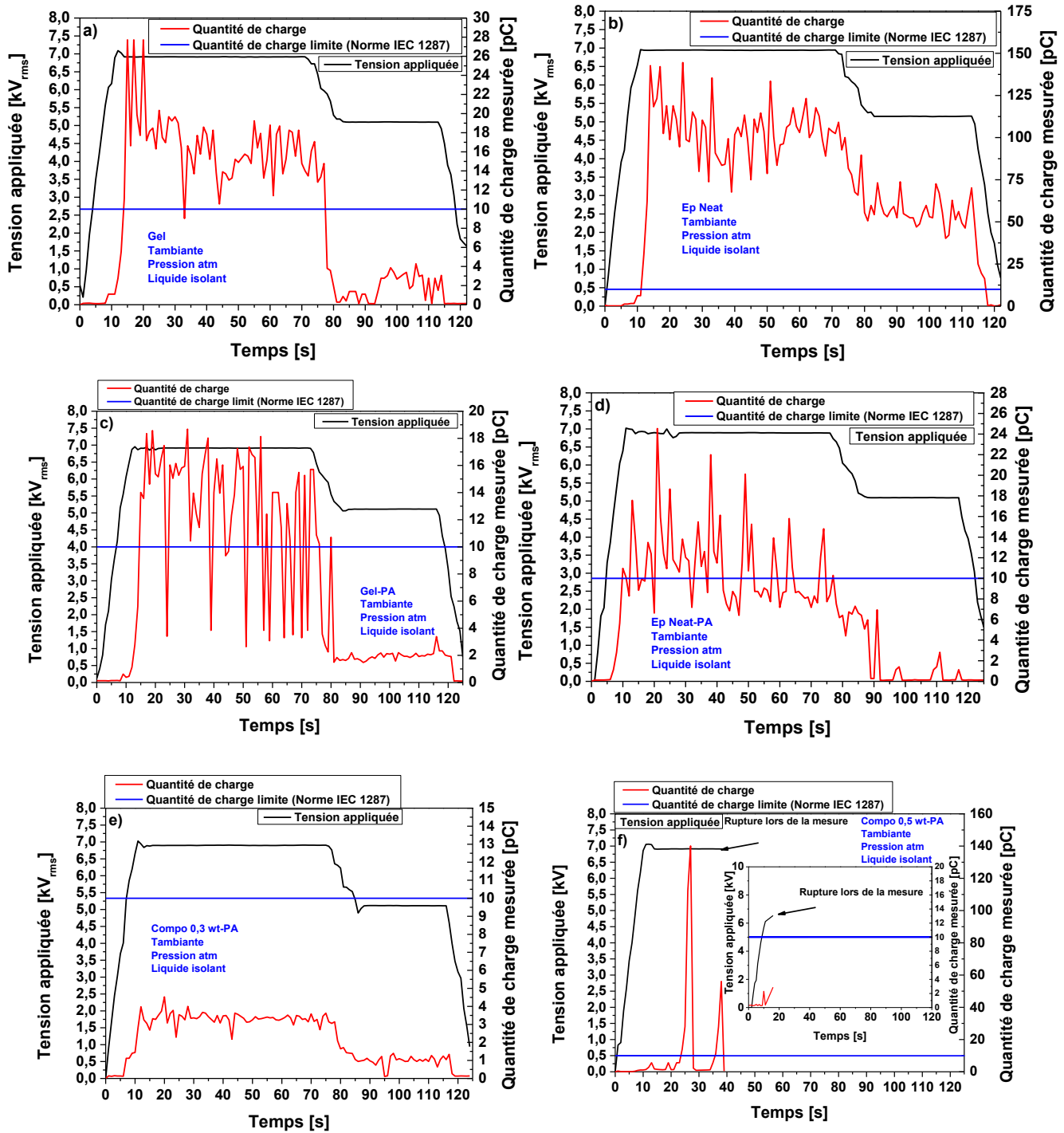


Figure IV. 29: Qualification aux DP, a) Gel silicone, b) Epoxy, c) Gel silicone+PA-N, d) Epoxy+PA-N, e) composite 0.3 %wt+PA-N et f) composite 0.5 %wt+PA-N

En comparant les résultats obtenus dans les cas du gel silicone (Figure IV. 29 a)) et de la résine époxy (Figure IV. 29 b)), on remarque une différence importante sur la quantité de charge mesurée sur les 10 dernières secondes. Il y a un rapport 20 entre les quantités mesurées en faveur du gel silicone. Une fois le film de parylène ajouté sous le gel silicone (Figure IV. 29 c)) et sous la résine (Figure IV. 29 d)), nous pouvons observer une forte diminution de la quantité de charge. L'ajout du film de PA-N permet de la réduire par un effet d'éloignement de la zone de délamination (vacuole) entre l'interface du gel silicone

ou de l'époxy avec le point triple de la métallisation du substrat DBC (Figure II.14). La Figure IV. 29 e) représente la mesure de DP sur un système d'isolation avec le film de parylène sous un composite chargé à 0.3 %wt. La quantité de charge mesurée sur l'ensemble du cycle de tension est inférieure à 10 pC (même sous 6,9 kV_{rms}). En revanche, le système d'isolation avec le film de PA-N sous un composite à 0.5 %wt (Figure IV. 29 f)) a claqué sur le plateau à 6900 V_{rms} au bout de 40 secondes. On remarque que deux pics de charge apparaissent avant la rupture finale. Le maximum du premier pic est de 140 pC, et 60 pC pour le second. Cependant, la quantité de charges au début du cycle sous 6,9 kV_{rms} restait très faible (< 5 pC). Ce claquage apparaît alors comme très étonnant. Afin d'identifier le matériau responsable du claquage initiant alors la rupture totale du système d'isolation, nous avons testé un module contenant le composite à 0,5 %wt seul (Figure IV. 30). Dans ce cas, le niveau de décharges est très important durant tout le cycle en tension. Cela peut s'expliquer aisément par un report important du potentiel électrique autour de la zone du point triple. La tension appliquée sur le second plateau (5.1 kV_{rms}) ne permet pas de réduire la quantité de charge. Comme nous l'avons observé lors des mesures de potentiel de surface, le composite à 0,5 % wt a une influence importante sur la répartition du potentiel par rapport à la résine époxy. On peut attribuer ce phénomène à son effet qui, en resserrant les équipotentielles à proximité de l'électrode au potentiel permet d'augmenter la différence de potentiel aux bornes d'une vacuole. Cependant, dans le cas du composite à 0,5 %wt, il n'y a pas de claquage même sous une tension de 6,9 kV_{rms}, orientant ainsi l'origine de la rupture du module vers la rupture du film de PA-N. Si l'on considère que le composite à 0,5 %wt peut reporter plus de 50 % de la tension appliquée en AC sur le film de PA-N de 20 μm d'épaisseur (ce qui est tout à fait vraisemblable compte tenu des propriétés), la tension vue par le film serait du même ordre de grandeur que sa tension de rupture en AC (soit environ 5 kV_{rms}). Dans le cas présent, nous avons donc été confronté pour les composites à 0,5 %wt à un sous-dimensionnement de l'épaisseur de films de PA-N. Nous pensons qu'augmenter leur épaisseur (30, 40 ou 50 μm) devrait permettre de résoudre ces problèmes. D'autres essais (non présentés ici) avec des composites chargés à 1 %wt ont directement conduit au claquage des modules testés durant la phase de montée pour des tensions proches de 3 kV_{rms}. Ces essais tendent à montrer l'effet néfaste de la percolation des composites.

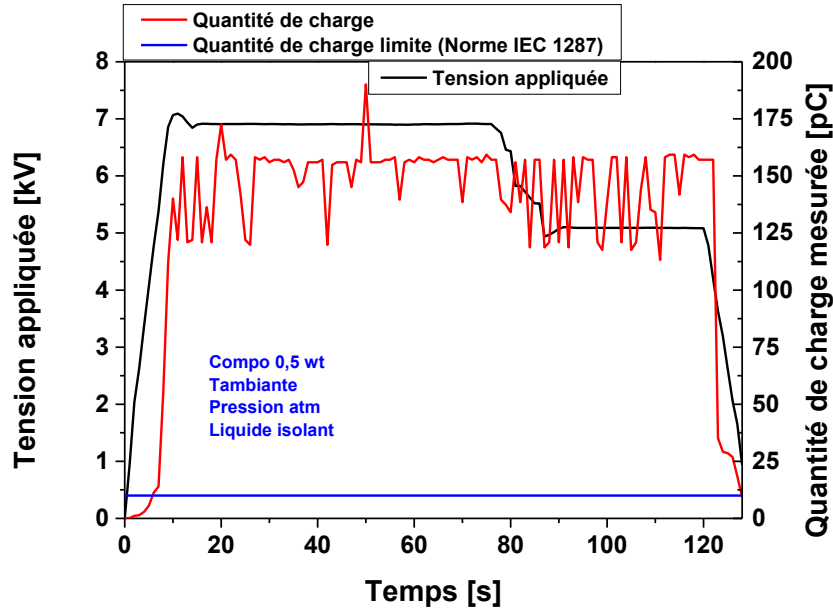


Figure IV. 30: Qualification aux DP de la structure double face avec le composite à 0.5 %wt seul

Sur la Figure IV. 31, nous avons représenté la quantité de charge mesurée sur les 20 premières secondes durant le test de la norme IEC 1287 (phase de montée de 10 s et 6,9 kV_{rms} pendant 10 s). Le but est de comparer les seuils d'apparition des DP ainsi que la quantité de charge une fois la tension établie. On constate qu'avec l'époxy et le gel silicone les quantités de charge sont rapidement supérieures à 20 pC (malgré un avantage au gel qui doit présenter une meilleure interface au le point triple). Le même résultat est obtenu avec le composite à 0.5 % seul dans la structure qui, quant à lui, voit sa quantité de charge augmentée encore pour des temps plus faibles probablement à cause du report plus important du potentiel autour de la zone de défaut. Pour lui, le temps nécessaire pour atteindre une quantité de charge de 10 pC est divisé par 2 par rapport à l'époxy ou au gel silicone. Une fois le film de PA-N ajouté, on remarque une forte réduction de la quantité de charge pour l'époxy et gel silicone atteignant 10 à 15 pC à 6,9 kV_{rms} après 15 s. L'éloignement géographique du point triple d'une vacuole permet ainsi d'augmenter la tension d'apparition des décharges partielles. Finalement, dans le cas des 2 composites (0,3 et 0,5%wt) associés au film de PA-N, on observe que les structures doubles face présentent une quantité de charge largement inférieure à 10 pC pour une tension de 6.9 kV_{rms}.

Malgré les problèmes de rupture des films de PA-N (pas suffisamment épais) lors de cette étude applicative, le système d'isolation multicouche que nous avons imaginé et proposé, composé d'un film isolant mince et d'un matériau composite à conductivité contrôlée, a permis de tendre vers un packaging de module de puissance double face dit « sans décharge partielle (*free DP*) » (i.e. << 10 pC).

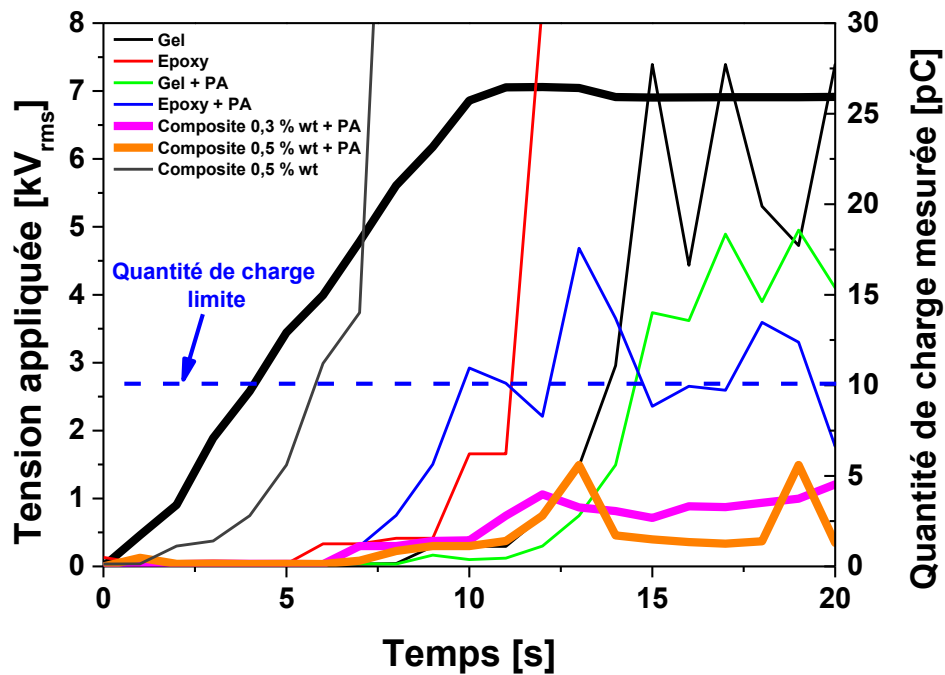


Figure IV. 31: Comparaison de la quantité de charge mesurées sur les 20 premières secondes lors de la norme IEC 1287

IV. 5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons tenté de transférer le système d'isolation multicouche proposé à l'encapsulation de modules double face. Une étape intermédiaire consistait à valider l'effet gradateur de potentiel sur des substrats DBC par mesure du potentiel de surface dans différentes configurations de l'isolation multicouche. Nous avons comparé le modèle numérique développé avec ces mesures expérimentales obtenues. Nous nous sommes aperçus que la répartition du potentiel par simulation est différente de celle obtenue lors de la mesure. Par la suite, nous avons tenu compte de la résolution spatiale de la sonde de mesure utilisée sur les résultats de simulation. Pour des composites dont la fraction volumique est inférieure au seuil de percolation mesuré, la simulation (corrigée) est corrélée avec les mesures. En revanche, avec des composites au-dessus du seuil de percolation, la simulation et la mesure ne présentent plus les mêmes répartitions de potentiel. Nous avons fait les mesures sur des espaces inter-électrodes de 2 et 6 mm, mais nous n'avons vu aucune amélioration. En effet, la conductivité du composite au-dessus du seuil de percolation est dépendante du champ appliqué. Malgré la modification de la conductivité, des différences entre le modèle et la mesure subsistent encore.

Lors de l'incorporation du composite dans la structure, nous avons dû modifier le procédé d'élaboration et les paramètres de recuit (température et temps). Lorsque l'incorporation des composites est optimale,

nous avons pu effectuer des mesures de décharges partielles. Nous avons effectué des mesures sur les structures sans matériau isolant dans le volume. Cette étape nous a permis de trier les structures présentant des défauts dans le volume de la céramique. Nous avons effectué les mesures de décharges partielles avec le système d'isolation complet. Lors de nos différentes mesures, on constate un effet important du film de parylène sur la quantité de charge mesurée selon la norme IEC 1287 que ce soit avec la résine époxy ou le gel silicone. Cette mesure nous permet de confirmer l'hypothèse d'une absence de vacuole à la surface entre le substrat métallisé et le PA, ainsi que l'effet de l'éloignement géométrique d'une zone de mauvaise interface de la région du point triple. En revanche avec l'association PA-N et composites époxy/graphène (quand elle est bien dimensionnée), la quantité de charge mesurée nous fait tendre vers un système dit « sans décharge partielle (*free DP*) ».

Conclusion Générale

Ce travail de thèse a consisté en l'étude d'une nouvelle stratégie de répartition du potentiel électrique dans l'isolation de volume des modules de puissance. Les systèmes d'isolation actuellement disponibles présentent des limites d'utilisation en tension avec l'arrivée des composants grands gaps. Les différentes stratégies mises en œuvre se sont orientées sur l'étalement des lignes de potentiel dans le volume de l'isolation, soit de manière géométrique ou soit en modifiant les propriétés des matériaux de volume. Dans notre cas, nous avons tenté de resserrer les lignes de potentiel dans un matériau isolant mince via un second matériau (de volume) gradateur de potentiel à conductivité contrôlée. L'idée sous-jacente était de diminuer suffisamment le champ au sein du matériau de volume (contenant des vacuoles) afin de tendre vers un système exempt de décharge partielle. Le système d'isolation développée est donc un assemblage multicouche. Grâce au matériau de volume à conductivité contrôlée, nous allons reporter les équipotentielles sur le film mince isolant. La couche isolante utilisée doit être capable de supporter le potentiel électrique imposé par le matériau à conductivité contrôlée. Notre travail s'est donc naturellement déroulé de la manière suivante :

- (i) La première étape a été de modéliser le système d'isolation dans une structure double face, afin de définir les propriétés idéales des matériaux.
- (ii) Suite à la modélisation, nous avons identifié les matériaux susceptibles d'être utilisés dans l'isolation multicouche. Nous avons choisi le parylène comme couche isolante mince et un matériau nanocomposite époxy/graphène comme matériau de volume à conductivité contrôlée.
- (iii) L'étude des propriétés des matériaux, nous a confortés dans le choix du taux de chargement, ainsi que le type et l'épaisseur du parylène retenu.
- (iv) Suite à l'incorporation du système d'isolation multicouche dans des structures de type substrat DBC et module double face, nous avons pu observer à la fois l'effet du système d'isolation sur le seuil d'apparition de décharges partielles.

Cette étude nous a permis d'aborder le problème de l'augmentation de la densité de puissance dans les modules de puissance sous un nouvel angle de vue. Le système d'isolation multicouche tel que nous l'avons conçu est à 'contre-courant' des systèmes d'isolation généralement utilisés ou envisagés. En effet, le matériau de volume à conductivité contrôlée est un nanocomposite à base de particules conductrices (graphène). Nous avons orienté notre choix sur ce type de particules, car elles nous permettent d'atteindre la gamme de conductivité définie par la simulation pour de faibles quantités d'ajout. Les conductivités DC dépendent cependant du champ électrique appliqué sur le nanocomposite.

L'ensemble de ce travail de thèse semble avoir mis en évidence des effets bénéfiques du système d'isolation multicouche sur la répartition des équipotentielles conditionnés par l'association d'une

couche isolante de parylène avec un nanocomposite époxy/graphène. Les mesures de décharges partielles obtenues semblent prometteuses et compatibles (tendant vers un module « *free DP* ») avec l'isolation électrique à haute tension des nouvelles générations de module de puissance contenant des composants à semi-conducteur grand gap, tels que SiC et GaN.

Des perspectives à ce travail de thèse viseront à court termes principalement à compléter l'étude de l'impact du champ électrique sur leurs propriétés électriques (notamment la conductivité). Pour cela, des mesures de conductivité AC sous fort champ devront être effectuées pour optimiser le taux de chargement en fonction de la gamme de conductivité (cette propriété semblant être très non linéaire avec le champ et le taux de chargement). Dans un second temps, l'effet de la température (jusqu'à 200°C) sur les propriétés électriques (conductivité et champ de rupture) des matériaux constituant le système d'isolation multicouches devra être étudié. L'incorporation du système d'isolation multicouche pourra être alors incorporée dans un vrai module de puissance pour en vérifier sa compatibilité de fonctionnement. On pourra ainsi étudier l'effet de du système d'isolation multicouche proposé sur la commutation des semi-conducteurs.

Annexes

A. 1 Annexes : Mesures Thermique

A. 1. 1. Analyse Thermogravimétrique

L'analyse thermogravimétrique (TGA : *Thermogravimetric analysis*) est une technique largement employée pour étudier la variation de masse d'un matériau en fonction de la température et du temps, dans une atmosphère contrôlée. Son utilisation idéale est de servir à évaluer le contenu volatil, la stabilité thermique, les caractéristiques de dégradation, les pannes dans la période de vieillissement/ de la durée de vie, et la cinétique des réactions chimiques. La Figure A. 1 présente un schéma de principe de la mesure d'ATG. L'appareil de mesure est composé d'une enceinte étanche permettant de maîtriser l'atmosphère de l'échantillon, d'un four permettant de gérer la température, d'un module de pesée (microbalance), d'un thermocouple pour mesurer la température.

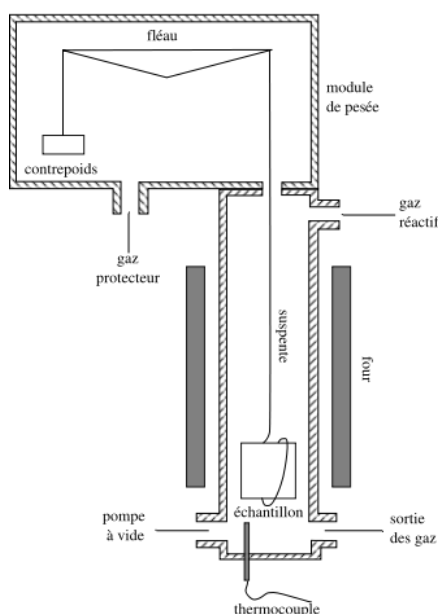


Figure A. 1: Représentation schématique d'une ATG

A. 1. 2. Calorimétrie Différentielle à Balayage

La calorimétrie différentielle à balayage (DSC : *Differential Scanning Calorimetry*) est une technique largement employée pour étudier les températures et les flux de chaleur associés aux transitions d'un matériau en fonction du temps ou de la température sous atmosphère contrôlée. Les mesures donnent des informations qualitatives et quantitatives à propos des changements physiques et chimiques associés à des processus endothermiques, exothermiques ou des changements de la capacité calorifique.

La

Figure A. 2 présente le schéma de principe de la DSC. Le système est constitué de deux récipients.

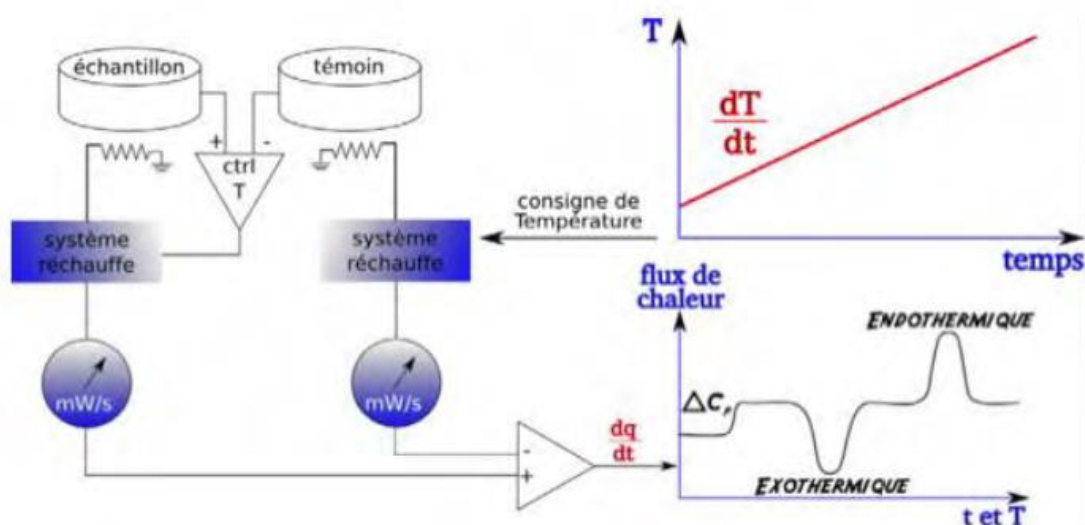


Figure A. 2: Principe de mesure de la calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

Dans l'un d'eux, on place une nacelle en aluminium contenant le matériau à analyser. L'autre contient une nacelle vide qui joue le rôle de témoin. Les deux récipients se trouvent dans un four dont la vitesse de chauffe linéaire est assurée par une boucle de contrôle de température. Le principe consiste à maintenir la même température dans les deux récipients. La puissance qui compense les effets des phénomènes endothermiques ou exothermiques mis en jeu lors des transitions de phase est proportionnelle au flux de chaleur mesuré. Lors de cette analyse, le thermogramme enregistré correspond à la variation dH/dT , c'est à dire à la variation de la chaleur spécifique avec la température à pression constante exprimée par :

$$\frac{dH}{dt} = C_p \frac{dT}{dt} + f(T, t) \quad \text{Eq. A 14}$$

où C_p est la capacité calorifique, T est la température, H est la chaleur spécifique, dH/dt est le flux de chaleur, dT/dt est la rampe de température appliquée et $f(T, t)$ représente les événements thermiques cinétiques qui ont lieu lors de l'application d'une rampe de température.

A. 2 Annexes : Mesures électrique

A. 2. 1. Spectroscopie diélectrique large bande

La spectroscopie diélectrique permet d'obtenir la permittivité diélectrique complexe (ϵ^*) qui est une grandeur intrinsèque du matériau. La partie réelle de la permittivité (ϵ') permet de quantifier la polarisabilité du matériau alors que la partie imaginaire (ϵ'') est reliée à l'énergie dissipée en alternatif. Pour déterminer ces grandeurs, on utilise généralement un modèle électrique équivalent simple qui peut être assimilé à un condensateur imparfait (R - C parallèle). Le principe de la spectroscopie diélectrique (Figure II.16) repose sur la mesure des amplitudes et du déphasage entre la tension sinusoïdale appliquée et la réponse en courant induit dans le matériau.

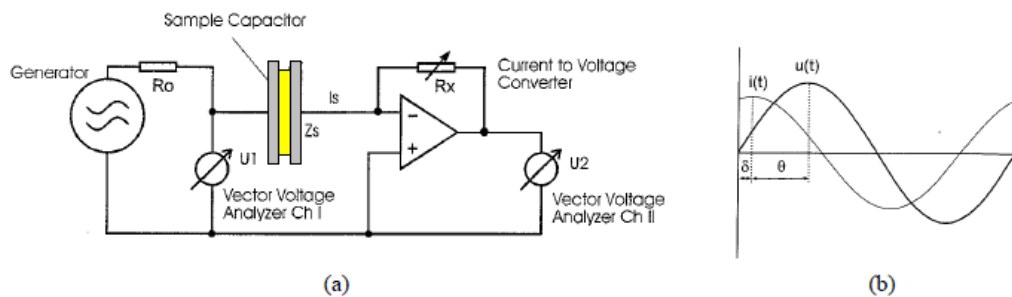


Figure A. 3: Principe de mesure en spectroscopie diélectrique (a) et formes d'onde des signaux (b)

Le rapport des amplitudes tension/courant définit le module de l'impédance $|Z|$. Le déphasage entre la tension et le courant complète l'information pour donner accès aux parties réelle et imaginaire de l'impédance complexe Z^* .

$$Z^* = Z'(\omega) + iZ''(\omega) = \frac{U_0}{I_0} [\cos(\vartheta(\omega)) + i \sin(\vartheta(\omega))] \quad \text{Eq. A 2}$$

La Figure A. 4 présente l'appareil de mesure Novocontrol Alfa A et la cellule de mesure.

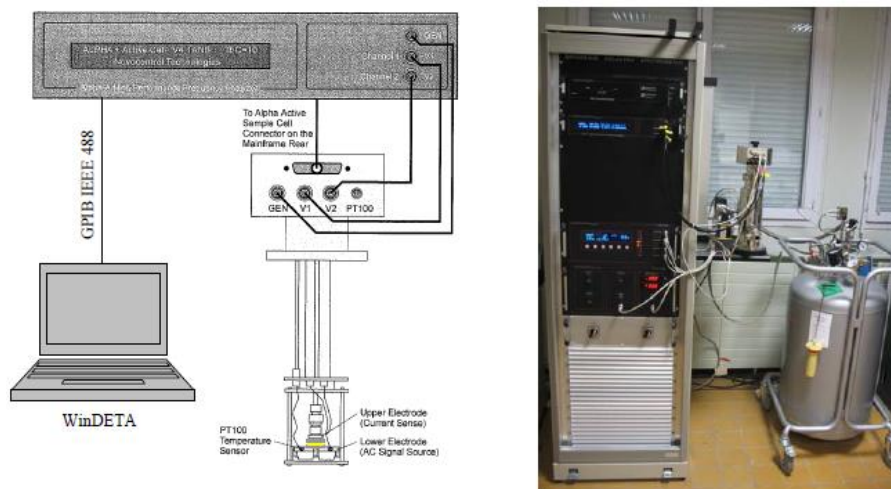


Figure A. 4: Spectromètre diélectrique large bande utilisé entre $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ sous N_2

L'expression de l'admittance complexe Y^* qui représente ce schéma électrique équivalent s'écrit alors:

$$Y^* = \frac{1}{Z^*(\omega)} = \frac{1}{R_p(\omega)} + i\omega C_p(\omega) \quad \text{Eq. A 3}$$

où ω représente la pulsation électrique et i le nombre complexe. La partie réelle de la permittivité (ε'), l'indice de pertes (ε'') et le facteur de pertes diélectriques ($\tan \delta$) sont alors calculés selon les relations suivantes :

$$\varepsilon' = \frac{C_p d}{\varepsilon_0 A} \quad \text{Eq. A 4}$$

$$\varepsilon'' = \frac{d}{\varepsilon_0 A R_p(\omega)_p} \quad \text{Eq. A 5}$$

$$\tan \delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} = \frac{1}{R_p C_p \omega} \quad \text{Eq. A 6}$$

où ε_0 est la permittivité du vide, d est l'épaisseur du film, et A est la surface des électrodes.

Les mesures ont été réalisées sur une gamme de température allant de -150 °C à 350 °C sous flux d'azote et pour des fréquences comprises entre 10^{-1} et 10^6 Hz sous tension alternative sinusoïdale de valeur efficace 500 mV. Avant chaque campagne de mesure, un étalonnage a été effectué afin de compenser les impédances parasites liées à la connectique (étalonnage réalisé en circuit ouvert, en court-circuit et sur charge étalon de 100 Ω). La régulation en température et la résolution du facteur de pertes diélectriques sont données respectivement autour de $\pm 0,1$ °C et 5×10^{-4} .

A. 2. 2. Statistique de Weibull

Les études statistiques de rupture des films de parylène et des composites ont été effectuées suivant la loi de distribution de Weibull à deux paramètres :

$$P_c = 1 - e^{-\left(\frac{E}{\alpha}\right)^\beta} \quad \text{Eq. A 7}$$

où P_c représente la probabilité cumulée des échantillons claqués, α est le paramètre d'échelle (V.m-1) indiquant la valeur du champ de rupture pour $P_c=0,632$, et β est le paramètre de forme ($\beta \gg 1$ signifie une faible dispersion des résultats autour de α). Généralement, la loi de Weibull est retracée dans un diagramme bi-logarithmique de manière à être linéarisée grâce à la relation :

$$\log_{10} \left[\log_e \left(\frac{1}{1 - P_c(E)} \right) \right] = \beta [\log_{10}(E) - \log_e(\alpha)] \quad \text{Eq. A 8}$$

Les paramètres de Weibull (α et β) peuvent alors être obtenus par régression linéaire. Pour déterminer la probabilité cumulée, nous avons utilisé la fonction d'approximation de rang médian (Median Rank Approximation) donnée par :

$$F(i, N) = \frac{i - 0.3}{N + 0.4} \quad \text{Eq. A 9}$$

où i et N sont respectivement le rang de l'échantillon et le nombre total d'échantillons claqués

A. 2. 3. Signatures des DPs

Afin de caractériser les différents défauts responsables de l'apparition de décharges partielles à l'intérieur ou à l'extérieur de notre dispositif électrique sous test, une étude datant de 2006 [61] a été réalisée pour recenser tous ces défauts, et plus exactement dans le but d'associer une signature de décharge pour chacun des défauts, observable sur les diagrammes de tension.

Défauts internes

Décharges en volume de la céramique

Tout d'abord, une vacuole gazeuse a été reconstituée dans le volume de la céramique, entre 2 électrodes.

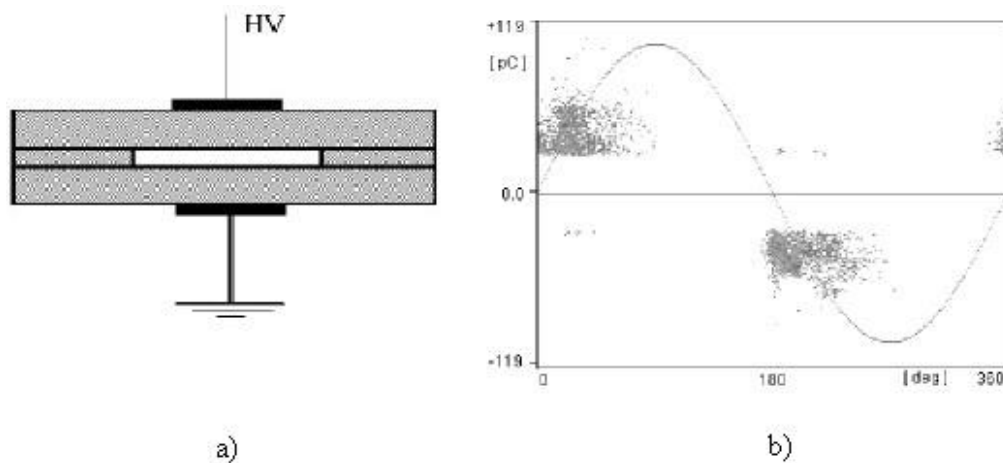


Figure A. 5: Signature DP d'une vacuole d'air dans l'isolant ; a) Echantillon test, b) Diagramme DP tension AC 3kV rms

On obtient une signature DP dissymétrique dans la phase de la tension appliquée, et symétrique dans les amplitudes de DP.

Décharges à l'interface diélectrique/électrode

Ensuite, l'auteur de cette étude a considéré une plaque diélectrique, à l'intérieur de laquelle se trouve une cavité en forme de disque plat, représentant une vacuole d'air ayant pour parois un matériau conducteur, et un matériau isolant

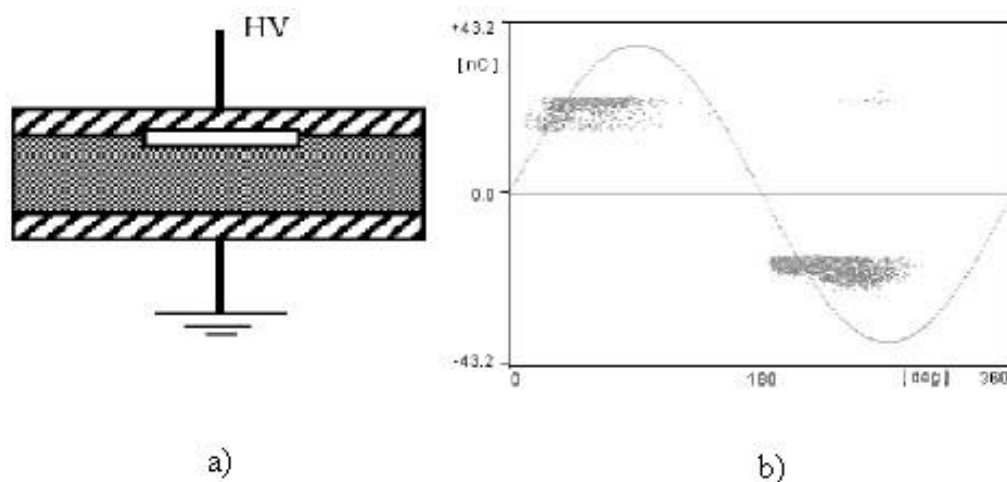


Figure A. 6: Signature DP d'une vacuole d'air entre l'isolant et l'électrode ;a) Echantillon test, b) Diagramme DP tension AC 4,4kV rms

On obtient une signature DP asymétrique, avec des amplitudes plus grandes sur une des deux alternances.

Défauts externes

Décharges couronne

Afin de montrer le spectre des décharges par effet couronne, une pointe sur un conducteur a été réalisée. Les échantillons testés sont en configuration pointe-plan, et on a mesuré les décharges dans les deux cas possibles : pointe à la masse et pointe reliée au potentiel haute tension.

Dans un premier temps, le test a été réalisé en mettant la pointe au potentiel haute tension.

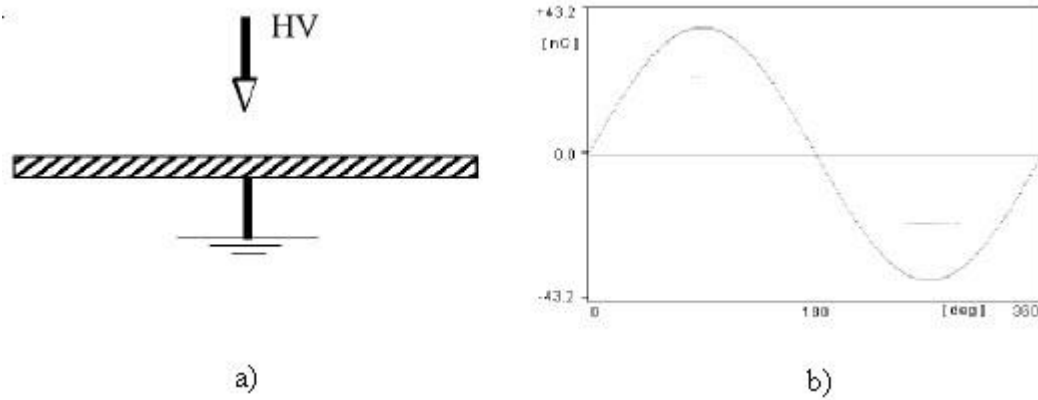


Figure A. 7: Signature DP d'une décharge couronne avec pointe au potentiel HT a) Echantillon test, b) Diagramme DP tension AC 1,4kV rms

On remarque que la signature des décharges est caractérisée par des impulsions de même amplitude, espacées sur la crête de l'alternance négative de la tension appliquée. Dans un second temps, cette fois-ci la pointe est à la masse.

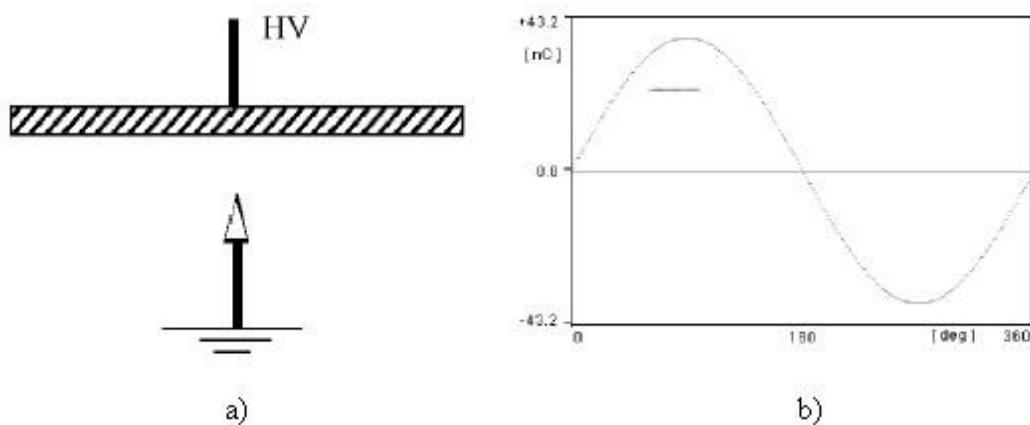


Figure A. 8: Signature DP d'une décharge couronne avec pointe à la masse; a) Echantillon test, b) Diagramme DP tension AC 1,6 kV rms

Ici, on obtient aussi des décharges d'amplitudes similaires, mais observable uniquement sur l'alternance positive. Il faut noter que la fréquence d'apparition des décharges augmente avec l'amplitude de la tension d'essai.

Décharges en surface de la céramique

Des mesures de décharges partielles ont été réalisées sur un substrat en AlN. La tension est appliquée entre deux pistes conductrices situées à la surface du substrat, le tout plongé dans un encapsulant (huile minérale).

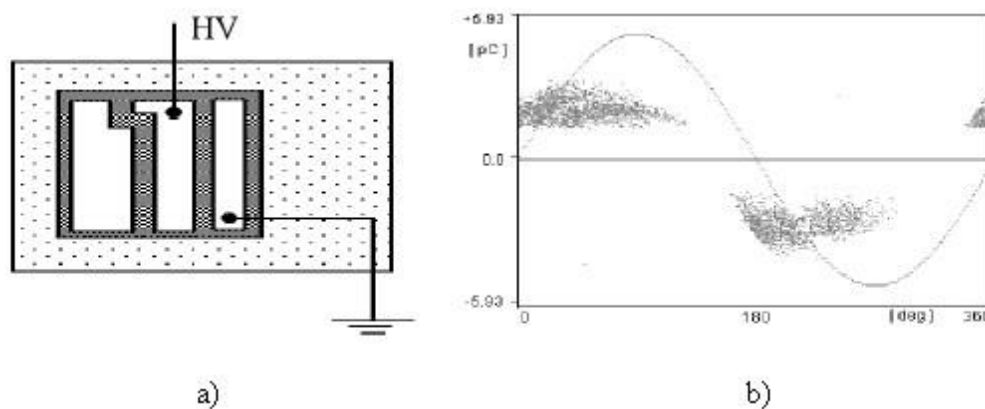


Figure A. 9: Signature DP d'une décharge en surface de l'isolant ; a) Echantillon test, b) Diagramme DP tension AC 3,9kV rms

Dans cette configuration, on obtient des signatures de faibles amplitudes, légèrement dissymétriques. Cette dissymétrie serait vraisemblablement due à des impuretés ou des défauts à la surface de l'isolant. Grâce à ses signatures caractéristiques de défauts isolés, nous pourrions lors de nos tests, analyser les diagrammes DP et en déduire si nous sommes en présence de décharges internes ou externes.

Références

Bibliographique

- [1] B. Mouawad, “Assemblages innovants en électronique de puissance utilisant la technique de « Spark Plasma Sintering »,” phdthesis, INSA de Lyon, 2013.
- [2] A. Zéanh, “Contribution à l’amélioration de la fiabilité des modules IGBT utilisé en environnement aéronautique,” phdthesis, Institut National Polytechnique de Toulouse, Toulouse, 2009.
- [3] M. Ciappa, “Some Reliability Aspects of IGBT Modules for High-Power Applications,” phdthesis, Swiss federal institute of technology Zurich, 2000.
- [4] Wen, “Design and analysis of a dimple array interconnect technique for power electronics packaging,” phdthesis, Virginia Polytechnic Institute, 2002.
- [5] L. Ménage, B. Allard, and V. Bley, “Conditionnement des modules de puissance,” *Tech. Ing.*, vol. E3385, Oct. 2010.
- [6] Z. Liang and F. C. Lee, “Embedded power technology for IPEMs packaging applications,” in *Sixteenth Annual IEEE Applied Power Electronics Conference and Exposition, 2001. APEC 2001*, 2001, vol. 2, pp. 1057–1061 vol.2.
- [7] B. Ozmat, C. S. Korman, P. McConnelee, M. Kheraluwala, E. Delgado, and R. Fillion, “A new power module packaging technology for enhanced thermal performance,” in *The Seventh Intersociety Conference on Thermal and Thermomechanical Phenomena in Electronic Systems, 2000. ITherm 2000*, 2000, vol. 2, pp. 287–296 vol. 2.
- [8] Huff, D, Wen, S., and Lu, G. Q., “Interconnection of Power Modules Using Laminated Polymer Overlay,” *Proc. Annu. CPES Semin.*, pp. 19–21, 2001.
- [9] R. Fillion, E. Delgado, P. McConnelee, and R. Beaupre, “A high performance polymer thin film Power electronics packaging technology,” in *SPIE proceedings series*, 2002, pp. 408–414.
- [10] R. Khazaka, “Etude du vieillissement de polymères isolants utilisés dans le packaging des modules de puissance haute température,” phd, Université de Toulouse, Université Toulouse III - Paul Sabatier, 2011.
- [11] M. Mermet-Guyennet, “New structure of power integrated module,” in *2006 4th International Conference on Integrated Power Systems (CIPS)*, 2006, pp. 1–6.
- [12] J. Yin, Z. Liang, and J. D. van Wyk, “High Temperature Embedded SiC Chip Module (ECM) for Power Electronics Applications,” *IEEE Trans. Power Electron.*, vol. 22, no. 2, pp. 392–398, Mar. 2007.
- [13] R. Riva, “Solution d’interconnexions pour la haute température,” phdthesis, INSA de Lyon, 2014.
- [14] B. C. Charboneau *et al.*, “Double-Sided Liquid Cooling for Power Semiconductor Devices Using Embedded Power Packaging,” *IEEE Trans. Ind. Appl.*, vol. 44, no. 5, pp. 1645–1655, Sep. 2008.
- [15] X. Liu and G. Q. Lu, “D2BGA chip-scale IGBT package,” in *Sixteenth Annual IEEE Applied Power Electronics Conference and Exposition, 2001. APEC 2001*, 2001, vol. 2, pp. 1033–1039 vol.2.
- [16] C. Duchesne, “Contribution à l’étude de la gradation de potentiel dans les modules de puissance haute tension,” phd, Université de Toulouse, Université Toulouse III - Paul Sabatier, 2009.
- [17] J. H. Lepagnol and D. BRUNNER, “Le nitrure d’aluminium, principales propriétés et applications en électronique.” Aug-2003.
- [18] K. Backhaus, “Performance of new compact power semiconductor module families featuring pressure contact technology,” *Research Gate*.
- [19] J. Schulz-Harder, “Advantages and new development of direct bonded copper substrates,” *Microelectron. Reliab.*, vol. 43, no. 3, pp. 359–365, Mar. 2003.
- [20] M. Ivanova, “Conception et réalisation de fonctions thermiques intégrées dans les substrat de composants électroniques de puissance. Apport de la gestion des flux thermiques par des mini et micro caloducs,” phdthesis, Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, 2005.
- [21] F. Breit, “Contribution à l’intégration hybride de puissance: étude de l’environnement diélectrique des semiconducteurs,” Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier, Toulouse, France, 2003.
- [22] Y. Kurihara, S. Takahashi, S. Ogihara, and T. Kurosu, “Bonding mechanism between aluminum nitride substrate and Ag-Cu-Ti solder,” *IEEE Trans. Compon. Hybrids Manuf. Technol.*, vol. 15, no. 3, pp. 361–368, Jun. 1992.

- [23] Schulz-Harder, "Direct Copper Bonded Substrates for Semiconductor Power Devices," Application Note Curamik.
- [24] M. Ciappa, "Selected failure mechanisms of modern power modules," *Microelectron. Reliab.*, vol. 42, no. 4–5, pp. 653–667, Apr. 2002.
- [25] P. McCluskey, D. Das, L. Condra, T. C. Torri, J. Fink, and R. R. Grzybowski, "Packaging of Power Electronics for High Temperature Applications," *Adv. Microelectron.*, vol. 25, no. 1, pp. 19–24, 1998.
- [26] W. D. Brown, R. A. Beera, H. A. Naseem, and A. P. Malshe, "State-of-the-art synthesis and post-deposition processing of large area CVD diamond substrates for thermal management," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 86, pp. 698–707, Dec. 1996.
- [27] J. Schulz-Harder and A. Meyer, "Hermetic packaging for power multichip modules," in *2007 European Conference on Power Electronics and Applications*, 2007, pp. 1–10.
- [28] M. Bechara, "Etude des matériaux isolants d'encapsulation pour la montée en température des modules de puissance haute tension," Paul Sabatier, Toulouse, 2011.
- [29] L. Roske, "Packaging de composants grand gap haute température et haute tension," phd, Université de Toulouse, Université Toulouse III - Paul Sabatier, 2015.
- [30] H. Motohito, S. Mai, H. Yuichiro, N. Norihiro, I. Yoshinari, and M. Eiji, "Compact, Low Loss and High Reliable Next Generation Si-IGBT Module with Advanced Structure," *Proc. PCIM 2014 Conf. VDE Verl. Nuremberg Ger.*, 22 /05 14AD.
- [31] E. Motto *et al.*, "Latest Progress in Power Modules for Appliance Inverter Applications," in *Conference Record of the 2006 IEEE Industry Applications Conference Forty-First IAS Annual Meeting*, 2006, vol. 3, pp. 1222–1228.
- [32] Menager, Ludovic, "Contribution à l'intégration des convertisseurs de puissances 3D," phd thesis, Institut National Des Sciences Appliquées De Lyon, 2008.
- [33] L. Dupont, "Contribution à l'étude de la durée de vie des assemblages de puissance dans des environnements haute température et avec des cycles thermiques de grande amplitude," phdthesis, École normale supérieure de Cachan - ENS Cachan, 2006.
- [34] A. Marinov, J. Liu, C. Guo, S. Ge, and V. Valchev, "Power loss reduction in electronic inverters trough IGBT-MOSFET combinaison," *Procedia Earth Planet. Sci.*, vol. 1, no. 1, pp. 1539–1543, Sep. 2009.
- [35] J. L. Hudgins, G. S. Simin, and M. A. Khan, "A new assessment of the use of wide bandgap semiconductors and the potential for GaN," in *Power Electronics Specialists Conference, 2002. pesc 02. 2002 IEEE 33rd Annual*, 2002, vol. 4, pp. 1747–1752.
- [36] A. B. Lostetter, F. Barlow, and A. Elshabini, "An overview to integrated power module design for high power electronics packaging," *Microelectron. Reliab.*, vol. 40, no. 3, pp. 365–379, Mar. 2000.
- [37] A. Zéanh *et al.*, "Fiabilité des substrats en AlN utilisés dans les modules IGBT en environnement aéronautique," in *Conférence sur l'Electronique de Puissance du Futur*, Tours, France, 2008, p. CD.
- [38] Z. Khatir and S. Lefebvre, "Boundary element analysis of thermal fatigue effects on high power IGBT modules," *Microelectron. Reliab.*, vol. 44, no. 6, pp. 929–938, Jun. 2004.
- [39] G. Mitic, R. Beinert, P. Klofac, H. J. Schultz, and G. Lefranc, "Reliability of AlN substrates and their solder joints in IGBT power modules," *Microelectron. Reliab.*, vol. 39, no. 6, pp. 1159–1164, Jun. 1999.
- [40] Z. Khatir and S. Lefebvre, "Thermal analysis of high power IGBT modules," in *The 12th International Symposium on Power Semiconductor Devices and ICs, 2000. Proceedings*, 2000, pp. 271–274.
- [41] V. Smet, *Aging and failure modes of IGBT power modules undergoing power cycling in high temperature environments*. Montpellier 2, 2010.
- [42] G. Khatibi, W. Wroczewski, B. Weiss, and T. Licht, "A fast mechanical test technique for life time estimation of micro-joints," *Microelectron. Reliab.*, vol. 48, no. 11–12, pp. 1822–1830, Nov. 2008.
- [43] R. A. Amro, "Packaging and interconnection technologies of power devices, challenges and future trends," *World Acad. Sci. Eng. Technol.*, vol. 3, no. 1, 2009.

- [44] D. C. Katsis and Y. Zheng, "Development of an extreme temperature range silicon carbide power module for aerospace applications," in *2008 IEEE Power Electronics Specialists Conference*, 2008, pp. 290–294.
- [45] R. Bartnikas and E. J. McMahon, *Engineering Dielectrics: Volume 1: Corona Measurement and Interpretation - STP 669*. ASTM International, 1979.
- [46] T. M. Do, O. Lesaint, and J. L. Auge, "Streamers and partial discharge mechanisms in silicone gel under impulse and AC voltages," *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, vol. 15, no. 6, pp. 1526–1534, Dec. 2008.
- [47] C. Duchesne, T. Lebey, M. Mermet-Guyennet, E. Dutarde, and S. Dagdag, "Contribution to the stress grading in integrated power modules," in *2007 European Conference on Power Electronics and Applications*, 2007, pp. 1–9.
- [48] F. Breit, E. Dutarde, J. Saiz, T. Lebey, D. Malec, and S. Dinculescu, "Partial discharge detection in power modules," in *Power Electronics Specialists Conference, 2002. pesc 02. 2002 IEEE 33rd Annual*, 2002, vol. 2, pp. 748–752 vol.2.
- [49] Göttert, J., Köhler, W., Sommer, K., and Lefranc, G., "Insulation voltage test and partial discharge test of 3,3 kV IGBT modules," *Proc. PCIM*, vol. 119–122, 1997.
- [50] T. Schutze, H. Berg, and M. Hierholzer, "Further improvements in the reliability of IGBT modules," in *The 1998 IEEE Industry Applications Conference, 1998. Thirty-Third IAS Annual Meeting*, 1998, vol. 2, pp. 1022–1025 vol.2.
- [51] Ebke T., Bakija B., and Peier D., "Reduction of degrading effects in insulating materials in power semiconductor devices by optimising the internal structure," *J. Electr. Eng.*, vol. 2, pp. 145–150, 2002.
- [52] G. Mitic and G. Lefranc, "Localization of electrical-insulation and partial-discharge failures of IGBT modules," *IEEE Trans. Ind. Appl.*, vol. 38, no. 1, pp. 175–180, Jan. 2002.
- [53] T. A. T. Vu, J. L. Augé, O. Lesaint, and M. T. Do, "Partial discharges in Aluminium nitride ceramic substrates," in *2010 10th IEEE International Conference on Solid Dielectrics*, 2010, pp. 1–4.
- [54] D. Frey, J. L. Schanen, J. L. Auge, and O. Lesaint, "Electric field investigation in high voltage power modules using finite element simulations and partial discharge measurements," in *Industry Applications Conference, 2003. 38th IAS Annual Meeting. Conference Record of the*, 2003, vol. 2, pp. 1000–1005 vol.2.
- [55] T. Ebke, A. Khaddour, and D. Peier, "Degradation of silicone gel by partial discharges due to different defects," in *Dielectric Materials, Measurements and Applications, 2000. Eighth International Conference on (IEE Conf. Publ. No. 473)*, 2000, pp. 202–207.
- [56] M. Berth, "Partial discharge behaviour of power electronic packaging insulation," in *Proceedings of 1998 International Symposium on Electrical Insulating Materials, 1998*, 1998, pp. 565–568.
- [57] J.-H. Fabian, S. Hartmann, and A. Hamidi, "Partial discharge failure analysis of AlN substrates for IGBT modules," in *Microelectronics and reliability*, 2004, vol. 44, pp. 1425–1430.
- [58] J. H. Fabian, S. Hartmann, and A. Hamidi, "Analysis of insulation failure modes in high power IGBT modules," in *Fortieth IAS Annual Meeting. Conference Record of the 2005 Industry Applications Conference, 2005.*, 2005, vol. 2, p. 799–805 Vol. 2.
- [59] A. T. Vu thi, "Etude de l'origine des décharges partielles sur des substrats céramiques enrobés," Joseph Fourier, Grenoble, 2011.
- [60] T. Lebey, D. Malec, S. Dinculescu, F. Breit, and E. Dutarde, "Méthode originale de mesure des décharges partielles dans les modules de puissance haute tension : Les composants de la puissance," *REE Rev. Lélectricité Lélectronique*, no. 2, pp. 31–36, 2004.
- [61] T. Lebey, D. Malec, S. Dinculescu, V. Costan, F. Breit, and E. Dutarde, "Partial discharges phenomenon in high voltage power modules," *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, vol. 13, no. 4, pp. 810–819, Aug. 2006.
- [62] Y. Yamano and K. Shutoh, "Impulse Withstand Voltage between Foil Conductors on Printed Wiring Board," *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, vol. 15, no. 2, pp. 357–365, Apr. 2008.
- [63] T. Maeda, K. Haga, and T. Maeda, "Creepage breakdown characteristics of printed wiring board in silicone gel," in *Proceedings of Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena - CEIDP '96*, 1996, vol. 2, pp. 734–737 vol.2.

- [64] H. Hourdequin, L. Laudebat, M.-L. Locatelli, and P. Bidan, "Contribution à la conception de structures de packaging pour les modules de puissance très haute tension : contraintes sur les isolants," *SGE*, 2016.
- [65] J. Rivenc, "Etude des matériaux hybrides et de leurs applications dans la répartition du potentiel," Université Paul Sabatier - Toulouse III, Toulouse, 1998.
- [66] L. Donzel and J. Schuderer, "Nonlinear resistive electric field control for power electronic modules," *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, vol. 19, no. 3, pp. 955–959, Jun. 2012.
- [67] N. Wang, I. Cotton, J. Robertson, S. Follmann, K. Evans, and D. Newcombe, "Partial discharge control in a power electronic module using high permittivity non-linear dielectrics," *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, vol. 17, no. 4, pp. 1319–1326, Aug. 2010.
- [68] L. Lévêque, S. Diahm, Z. Valdez-Nava, L. Laudebat, and T. Lebey, "Effects of filler content on dielectric properties of epoxy/SrTiO₃ and epoxy/BaTiO₃ composites," in *2015 IEEE Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP)*, 2015, pp. 701–704.
- [69] G. Mitic, T. Licht, and G. Lefranc, "IGBT module technology with high partial discharge resistance," in *Conference Record of the 2001 IEEE Industry Applications Conference. 36th IAS Annual Meeting (Cat. No.01CH37248)*, 2001, vol. 3, pp. 1899–1904 vol.3.
- [70] J. Yaun *et al.*, "Graphene liquid crystal retarded percolation for new high-k materials," *Nature Commun.*, vol. 6, 2015.
- [71] M. Horio, Y. Iizuka, and Y. Ikeda, "Packaging Technologies for SiC Power Modules," *FUJI Electr. Rev.*, vol. 58, no. 2, pp. 75–78.
- [72] S. Diahm, "Etude du Comportement sous Haute Température de Matériaux Polyimides en Vue de la Passivation de Composants de Puissance à Semi-Conducteur Grand Gap," Paul Sabatier, Toulouse, 2007.
- [73] J. Puig-Pey Gonzalez, "Influence des procédés de dépôt des couches minces polymères sur leurs propriétés de surface : applications aux microsystèmes," phd, Université de Toulouse, Université Toulouse III - Paul Sabatier, 2008.
- [74] A. Kahouli, *Etude des propriétés physico-chimiques et (di-)électriques du parylène C en couche mince*. Grenoble, 2011.
- [75] W. F. Gorham, "A New, General Synthetic Method for the Preparation of Linear Poly-p-xylylenes," *J. Polym. Sci. [A1]*, vol. 4, no. 12, pp. 3027–3039, Dec. 1966.
- [76] J. Jakabović *et al.*, "Preparation and properties of thin parylene layers as the gate dielectrics for organic field effect transistors," *Microelectron. J.*, vol. 40, no. 3, pp. 595–597, Mar. 2009.
- [77] L. Hu, D. S. Hecht, and G. Grüner, "A method of fabricating highly transparent and conductive interpenetrated carbon nanotube-parylene networks," *Nanotechnology*, vol. 20, no. 46, p. 465304, 2009.
- [78] S. Selvarasah *et al.*, "A reusable high aspect ratio parylene-C shadow mask technology for diverse micropatterning applications," *Sens. Actuators Phys.*, vol. 145–146, pp. 306–315, Jul. 2008.
- [79] A. Kahouli, A. Sylvestre, S. Pairis, and J.-F. Laithier, "Effect of ClH aromatic substitution on structural and dielectric properties of poly(p-xylylene)," *Polymer*, vol. 53, no. 14, pp. 3001–3007, Jun. 2012.
- [80] S. Diahm, M. Bechara, M.-L. Locatelli, R. Khazaka, C. Tenaillieu, and R. Kumar, "Dielectric strength of parylene HT," *J. Appl. Phys.*, vol. 115, no. 5, p. 54102, Feb. 2014.
- [81] S. Diahm, M. Bechara, M.-L. Locatelli, and T. Lebey, "Influence of crystallization-induced amorphous phase confinement on α - and β -relaxation molecular mobility in parylene F," *J. Appl. Phys.*, vol. 110, no. 6, p. 63703, Sep. 2011.
- [82] A. Kahouli *et al.*, "Structural and dielectric study of parylene C thin films," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 94, no. 15, p. 152901, Apr. 2009.
- [83] R. Khazaka, M. Bechara, S. Diahm, and M. L. Locatelli, "Parameters affecting the DC breakdown strength of parylene F thin films," in *2011 Annual Report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP)*, 2011, pp. 740–743.
- [84] S. Diahm, M. Bechara, M.-L. Locatelli, and C. Tenaillieu, "Electrical Conductivity of Parylene F at High Temperature," *J. Electron. Mater.*, vol. 40, no. 3, pp. 295–300, Nov. 2010.
- [85] "Comelec Sa - Tableaux des propriétés techniques du parylène." [Online]. Available: http://www.comelec.ch/fr/parylene_tableaux.php. [Accessed: 30-Aug-2016].

- [86] J. Gurland, Brown University, Division of Engineering, and U.S. Atomic Energy Commission, *An estimate of contact and continuity of dispersions in opaque samples*. Providence, R.I.: Division of Engineering, Brown University, 1965.
- [87] J. Kubát, R. Kužel, I. Krivka, P. Bengtsson, J. Prokeš, and O. Stefan, “New conductive polymeric systems,” *Synth. Met.*, vol. 54, no. 1, pp. 187–194, Mar. 1993.
- [88] Y. Zweifel, C. J. G. Plummer, and H.-H. Kausch, “A microscopic investigation of conducting filled polymers,” *J. Mater. Sci.*, vol. 33, no. 7, pp. 1715–1721.
- [89] G. A. Gelves, B. Lin, U. Sundararaj, and J. A. Haber, “Low Electrical Percolation Threshold of Silver and Copper Nanowires in Polystyrene Composites,” *Adv. Funct. Mater.*, vol. 16, no. 18, pp. 2423–2430, Dec. 2006.
- [90] D. Untereker, S. Lyu, J. Schley, G. Martinez, and L. Lohstreter, “Maximum Conductivity of Packed Nanoparticles and Their Polymer Composites,” *ACS Appl. Mater. Interfaces*, vol. 1, no. 1, pp. 97–101, Jan. 2009.
- [91] A. Maaroufi, K. Haboubi, A. E. Amarti, and F. Carmona, “Electrical resistivity of polymeric matrix loaded with nickel and cobalt powders,” *J. Mater. Sci.*, vol. 39, no. 1, pp. 265–270.
- [92] E. P. Mamunya, V. V. Davidenko, and E. V. Lebedev, “Percolation conductivity of polymer composites filled with dispersed conductive filler,” *Polym. Compos.*, vol. 16, no. 4, pp. 319–324, Aug. 1995.
- [93] M. Weber and M. R. Kamal, “Microstructure and volume resistivity of composites of isotactic polypropylene reinforced with electrically conductive fibers,” *Polym. Compos.*, vol. 18, no. 6, pp. 726–740, Dec. 1997.
- [94] G. Pinto and M. B. Maidana, “Conducting polymer composites of zinc-filled nylon 6,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 82, no. 6, pp. 1449–1454, Nov. 2001.
- [95] I.-G. Chen and W. B. Johnson, “Alternating-current electrical properties of random metal-insulator composites,” *J. Mater. Sci.*, vol. 26, no. 6, pp. 1565–1576.
- [96] S. F. Wang and A. A. Ogale, “Continuum space simulation and experimental characterization of electrical percolation behavior of particulate composites,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 46, no. 2, pp. 93–103, Jan. 1993.
- [97] E. K. Sichel, *Carbon black-polymer composites: the physics of electrically conducting composites*. M. Dekker, 1982.
- [98] K. Nagata, H. Iwabuki, and H. Nigo, “Effect of particle size of graphites on electrical conductivity of graphite/polymer composite,” *Compos. Interfaces*, vol. 6, no. 5, pp. 483–495, Jan. 1998.
- [99] E. Kymakis and G. A. J. Amaratunga, “Electrical properties of single-wall carbon nanotube-polymer composite films,” *J. Appl. Phys.*, vol. 99, no. 8, p. 84302, Apr. 2006.
- [100] A. Celzard, E. McRae, C. Deleuze, M. Dufort, G. Furdin, and J. F. Marêché, “Critical concentration in percolating systems containing a high-aspect-ratio filler,” *Phys. Rev. B*, vol. 53, no. 10, pp. 6209–6214, Mar. 1996.
- [101] S. Stankovich *et al.*, “Graphene-based composite materials,” *Nature*, vol. 442, no. 7100, pp. 282–286, Jul. 2006.
- [102] L. Flandin, A. Chang, S. Nazarenko, A. Hiltner, and E. Baer, “Effect of strain on the properties of an ethylene–octene elastomer with conductive carbon fillers,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 76, no. 6, pp. 894–905, May 2000.
- [103] T. Ota *et al.*, “Control of percolation curve by filler particle shape in Cu- SBR composites,” *J. Mater. Sci. Lett.*, vol. 16, no. 13, pp. 1182–1183.
- [104] K. S. Novoselov *et al.*, “Electric Field Effect in Atomically Thin Carbon Films,” *Science*, vol. 306, no. 5696, pp. 666–669, Oct. 2004.
- [105] A. A. Balandin *et al.*, “Superior Thermal Conductivity of Single-Layer Graphene,” *Nano Lett.*, vol. 8, no. 3, pp. 902–907, Mar. 2008.
- [106] W. S. Hummers and R. E. Offeman, “Preparation of Graphitic Oxide,” *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 80, no. 6, pp. 1339–1339, Mar. 1958.
- [107] T. Kuila, S. Bose, A. K. Mishra, P. Khanra, N. H. Kim, and J. H. Lee, “Chemical functionalization of graphene and its applications,” *Prog. Mater. Sci.*, vol. 57, no. 7, pp. 1061–1105, Sep. 2012.

- [108] C. N. R. Rao, A. K. Sood, K. S. Subrahmanyam, and A. Govindaraj, "Graphene: The New Two-Dimensional Nanomaterial," *Angew. Chem. Int. Ed.*, vol. 48, no. 42, pp. 7752–7777, Oct. 2009.
- [109] S. Diahm, Z. Valdez-Nava, F. Saysouk, D. Fabiani, J. Castellon, and M. Fréchette, "Broadband dielectric spectroscopy of multilayer graphene/epoxy nanocomposites," in *2013 Annual Report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena*, 2013, pp. 764–767.
- [110] H. Pang, T. Chen, G. Zhang, B. Zeng, and Z.-M. Li, "An electrically conducting polymer/graphene composite with a very low percolation threshold," *Mater. Lett.*, vol. 64, no. 20, pp. 2226–2229, Oct. 2010.
- [111] J. Du *et al.*, "Comparison of electrical properties between multi-walled carbon nanotube and graphene nanosheet/high density polyethylene composites with a segregated network structure," *Carbon*, vol. 49, no. 4, pp. 1094–1100, Apr. 2011.
- [112] M. Yoonessi and J. R. Gaier, "Highly Conductive Multifunctional Graphene Polycarbonate Nanocomposites," *ACS Nano*, vol. 4, no. 12, pp. 7211–7220, Dec. 2010.
- [113] H. Feng, X. Wang, and D. Wu, "Fabrication of Spirocyclic Phosphazene Epoxy-Based Nanocomposites with Graphene via Exfoliation of Graphite Platelets and Thermal Curing for Enhancement of Mechanical and Conductive Properties," *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 52, no. 30, pp. 10160–10171, Jul. 2013.
- [114] A. S. Wajid, H. S. T. Ahmed, S. Das, F. Irin, A. F. Jankowski, and M. J. Green, "High-Performance Pristine Graphene/Epoxy Composites With Enhanced Mechanical and Electrical Properties," *Macromol. Mater. Eng.*, vol. 298, no. 3, pp. 339–347, Mar. 2013.
- [115] D. H. Tien, J. Park, S. A. Han, M. Ahmad, Y. Seo, and K. Shin, *Electrical and Thermal Conductivities of Stycast 1266 Epoxy/Graphite Composites*. 2011.
- [116] M. Morgen *et al.*, "Comparison of Crystalline Phase Transitions in Fluorinated vs Nonfluorinated Parylene Thin Films," *Macromolecules*, vol. 32, no. 22, pp. 7555–7561, Nov. 1999.
- [117] S. Diahm, M. L. Locatelli, R. Khazaka, H. Hourdequin, and R. Kumar, "Electrical conduction in parylene HT: transient and steady-state analyses at high temperature," *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, vol. 22, no. 4, pp. 2329–2338, Aug. 2015.
- [118] A. Kahouli, F. Jomni, A. Sylvestre, B. Yangui, and J. Legrand, "I-t, J-1/T and J-E characteristics for the understanding of the main mechanism of electric conduction and the determination of the glass transition temperature of parylene C thin films," *J Phys Appl Phys*, vol. 44, p. 505302, 2011.
- [119] J. Q. Pham, C. A. Mitchell, J. L. Bahr, J. M. Tour, R. Krishnamoorti, and P. F. Green, "Glass transition of polymer/single-walled carbon nanotube composite films," *J. Polym. Sci. Part B Polym. Phys.*, vol. 41, no. 24, pp. 3339–3345, 2003.
- [120] Z. Wang, J. K. Nelson, H. Hillborg, S. Zhao, and L. S. Schadler, "Graphene Oxide Filled Nanocomposite with Novel Electrical and Dielectric Properties," *Adv. Mater.*, vol. 24, no. 23, pp. 3134–3137, Jun. 2012.
- [121] W. E. Vosteen, "A high speed electrostatic voltmeter technique," in *Conference Record of the 1988 IEEE Industry Applications Society Annual Meeting, 1988*, 1988, pp. 1617–1619 vol.2.
- [122] R. Bartnikas, Ed., *Engineering Dielectrics Volume IIB Electrical Properties of Solid Insulating Materials: Measurement Techniques*. 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959: ASTM International, 1987.
- [123] F. H. Kreuger, *Partial discharge detection in high-voltage equipment*. Butterworths, 1989.
- [124] D. A. Nattrass, "Partial discharge measurement and interpretation," *IEEE Electr. Insul. Mag.*, vol. 4, no. 3, pp. 10–23, May 1988.
- [125] A. E. W. Austen and S. Whitehead, "Discharges in insulation under alternating-current stresses," *J. Inst. Electr. Eng. - Part III Commun. Eng. Proc. Wirel. Sect. Inst.*, vol. 88, no. 1, pp. 18–22, Mar. 1941.
- [126] M. tuan Do, "Propriétés diélectriques des gels isolants: application aux composants d'électronique de puissance," Université Joseph Fourier, Grenoble, 2008.

System of Encapsulation Multilayer for the Stress Grading in Power Module: Contribution of Nanocomposite Materials with Controlled Conductivity

Nowadays, an optimal management of the electrical energy becomes a key point in electric systems. The conversion of energy is realized by a main component: the power converter. It is used as well for low power (few Watts) as for very high power (MWatts). The elementary block of the converters, is the switching cell made up of semiconductor power devices. The trend to reduce both the volume and the weight in many applications (for example in embedded systems) and the increase of the rating voltage of the new wide band gap semiconductors will have for consequence an increase of the stresses on the electrical insulating systems of the power module . A controlled grading of these electrical constraints in the volume is highly interesting to ensure the reliability of the system. It is therefore necessary to perform a precise characterization of the insulated materials used in the packaging of the power modules, as well as to get a good understanding of their failures mechanisms.

The works presented in this dissertation consists in the study of a new strategy for the field gradation in power modules. The proposed insulation is an assembly of multi-layers made up of a thick material of electrically controlled conductivity (Epoxy/Graphene nanocomposite) and of a thin insulating layer (Parylene films).

Various tools were used (both theoretical and experimental) to help dimensioning of the Electrical Insulation System (EIS). The Finite Element Method (FEM) was used to simulate the equipotential and field distribution in the structure under study and to analyse on one hand, the influence of the changes in the conductivity values of the Epoxy/Graphene nanocomposite materials and, on the other hand, the impact of the parylene (PA) films thickness on the stress grading. From an experimental point of view, the PA films were characterized for different thicknesses ranging between 10 μm and 40 μm . The Epoxy/Graphene nanocomposites of controlled conductivity were manufactured and characterized (0 to 5 % wt) for various filler contents. The field grading effects were evaluated directly in different structures thanks to surface potential measurements and (indirectly) to partial discharges measurements. The proposed multilayer EIS exhibits some improvements regarding the stress grading but also some limits depending on the conductivity of the nanocomposite. Such an EIS will have to be dimensioned taking into account the rating voltage and could offer an interesting approach for the future design of the power modules.

Keywords: Multi-layers, Stress Grading, Graphene, Power module, Packaging, Parylene

Système d'encapsulation multicouche pour la gradation de potentiel dans les modules de puissance : Apport des matériaux nanocomposites à conductivité contrôlée

De nos jours, une gestion optimale de l'énergie électrique est devenue un enjeu majeur. La conversion de l'énergie entre une source et sa charge est réalisée par un élément central : le convertisseur statique utilisé aussi bien pour des faibles puissances (quelques Watts) que pour des très fortes (plusieurs MWatt). La brique élémentaire est la cellule de commutation constituée de semi-conducteurs de puissance (à commutation commandée ou spontanée) généralement réunis au sein d'un « module de puissance ». La nécessaire réduction des volumes dans certaines applications (comme les systèmes embarqués par exemple) ainsi que l'augmentation des calibres de tensions des nouveaux semi-conducteurs grands gaps auront comme conséquence directe d'augmenter les contraintes sur les systèmes d'isolation des convertisseurs. Une répartition contrôlée de ces contraintes dans le volume présente alors un intérêt pour maintenir la fiabilité du système d'isolation. Il est donc nécessaire d'effectuer une caractérisation la plus large possible de l'ensemble des matériaux isolants utilisés dans le packaging des dits « modules de puissance », ainsi qu'une bonne compréhension de leurs mécanismes de défaillances.

Le travail présenté ici consiste en l'étude d'une nouvelle stratégie de répartition du potentiel dans le volume appelée gradation de potentiel. L'isolation de volume développée est un assemblage multicouche constitué d'un matériau à conductivité contrôlée (Epoxy/Graphène) jouant le rôle de gradateur et d'une fine couche isolante (parylène) assurant la tenue en tension.

Différents outils, tant théoriques (simulation) qu'expérimentaux, ont été ainsi utilisés pour aider au dimensionnement du système d'isolation électrique. La modélisation par la méthode des éléments finis (MEF) permet-elle de prédéterminer la répartition de la contrainte (potentiel et champ électrique) dans une structure de test prédéfini ou de décrire l'étude de l'influence de la conductivité du matériau gradateur et de l'épaisseur du film sur la répartition des équipotentiels. D'un point de vue expérimental le film sélectionné a été caractérisé pour des épaisseurs comprises entre 10 et 40 μm . Le matériau à conductivité contrôlée a été ensuite élaboré puis caractérisé pour différents taux de chargement. Après l'incorporation du système d'isolation dans différentes structures tests (substrats métallisés et structure double face), différentes méthodes permettant de caractériser le système d'isolation ont été utilisées qu'il s'agisse de mesures directes de la contrainte électrique par sonde à champ nul (potentiel de surface) ou indirectes par des mesures de décharges partielles.

L'isolation multi-couches présente des améliorations dans la répartition du potentiel mais aussi des limites d'utilisation en fonction de la conductivité du matériau gradateur. Cette isolation doit donc être dimensionnée au plus près des caractéristiques d'utilisation et offre une approche intéressante pour le dimensionnement des modules de puissances double face.

Mot clés : Multi-couches, Gradation de Potentiel, Graphène, Module de Puissance, Encapsulation, Parylène