

Le procédé de report intermétallique en Phase Liquide Transitoire (TLPB): du développement du procédé à la caractérisation des assemblages intermétalliques

Emilien Feuillet

▶ To cite this version:

Emilien Feuillet. Le procédé de report intermétallique en Phase Liquide Transitoire (TLPB): du développement du procédé à la caractérisation des assemblages intermétalliques. Matériaux. Université de Bordeaux, 2016. Français. NNT: 2016BORD0024. tel-02091512v1

HAL Id: tel-02091512 https://theses.hal.science/tel-02091512v1

Submitted on 5 Apr 2019 (v1), last revised 5 Apr 2019 (v2)

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.



Distributed under a Creative Commons Attribution - NonCommercial - NoDerivatives 4.0 International License



THÈSE PRÉSENTÉE

POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE BORDEAUX

ÉCOLE DOCTORALE DES SCIENCES CHIMIQUES SPÉCIALITÉ : PHYSICO-CHIMIQUE DE LA MATIÈRE CONDENSÉE

Par Emilien FEUILLET

Le procédé de report intermétallique en Phase Liquide Transitoire (TLPB) : du développement du procédé à la caractérisation des assemblages intermétalliques

Sous la direction de : M. Jean-François SILVAIN

Soutenue le 21 Mars 2016

Devant la commission d'examen formée de :

M. Mario MAGLIONE M. Didier BOUVARD M. Alain HAZOTTE Mme. Sylvie BORDÈRE M. Jean-Luc DIOT M. Sylvain DUBOIS M. Jean-François SILVAIN M. Renaud de LANGLADE Directeur de Recherche, ICMCB, Bordeaux Professeur, Grenoble INP, SIMAP Professeur, Université de Lorraine, LEM3 Chargée de Recherche, ICMCB, Bordeaux Responsable R&D, NovaPack SAS, St-Égrève Professeur, Université de Poitiers, Institut P' Directeur de Recherche, ICMCB, Bordeaux Président, NovaPack SAS, St-Égrève Président Rapporteur Rapporteur Examinatrice Examinateur Examinateur Directeur de Thèse Invité

Remerciements

Je tiens à adresser mes premiers remerciements à la direction générale de la compétitivité, de l'industrie et des services (DGCIS) qui a permis le financement du projet SatPack (projet EUR 11-111). Je remercie également la société NovaPack SAS et son président, M. Renaud de LANGLADE, pour avoir financé cette thèse CIFRE.

Ces travaux de recherche ont été conduits à l'Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux (ICMCB). Je remercie son directeur, M. Mario MAGLIONE, pour m'avoir permis de réaliser ces travaux en m'accueillant dans les meilleures conditions au sein du laboratoire et pour m'avoir fait l'honneur de présider le jury de ma soutenance de thèse. J'exprime également toute ma gratitude à Messieurs Didier BOUVARD (professeur à Grenoble INP) et Alain HAZOTTE (professeur à l'université de Lorraine) pour avoir accepté de juger ce travail de thèse en tant que rapporteurs. Mes remerciements vont également aux membres du jury : Mme Sylvie BORDÈRE, M. Jean-Luc DIOT, M. Sylvain DUBOIS, M. Jean-François SILVAIN et M. Renaud de LANGLADE.

M. Jean-François SILVAIN a assuré la direction de ma thèse. Je souhaite le remercier pour m'avoir fait confiance, mais aussi pour m'avoir fait partager ses connaissances et sa grande expérience. Je tiens également à remercier mon encadrant industriel, M. Jean-Luc DIOT, pour sa disponibilité, son suivi et pour le partage de ses connaissances. J'ai, grâce à lui, beaucoup appris sur le domaine de l'électronique de puissance.

Ce travail est le fruit de nombreuses collaborations. Tout d'abord, j'adresse mes remerciements à Mme Sylvie BORDÈRE pour son expertise sur la modélisation des processus de diffusion et sa disponibilité. Je remercie également M. Michel LAHAYE (PLACAMAT) et M. Dominique DENUX (ICMCB) pour les discussions enrichissantes dans lesquelles nous avons été entraînés lors des analyses chimiques et thermiques. Mes remerciements vont également à M. Lionel TEULE-GAY pour son aide technique permanente en pulvérisation cathodique.

C'est avec plaisir que je remercie également le personnel de l'ICMCB toujours de bonne humeur et d'une aide précieuse : Carole, Rodolphe, Bertrand, Eric, Sandrine, l'infra en général, Sandrine et Stéphane qui sait toujours où se trouve le livre pour répondre à "la" question et sans qui la partie documentation ne serait pas aussi complète.

Un grand merci à mes collègues du bureau A16 ; Kurita-san, Evan, Jonath', Nabil, BenJ, Adrien, Sami ; que j'ai côtoyés avec plaisir au cours de ces trois dernières années. Je remercie également l'ensemble des membres du groupe 4 et de l'ICMCB : Clio, Diaa, Guillaume, Guy-Marie, Thomas, Mathieu, Pierrick, Olaia, Sam, Maureen, Baptiste, Amélie et Jean-Marc.

Je remercie mes amis Pessacais, « la famille », qui sont toujours présents : Jéjé Dubs, Jéjé Landri, Dasc', Midou 10, Bruge', Dude, Gary, Hugo, Vivi, Br et JB.

Merci à mes parents et mes frères Justine, Jason et Marius pour leur encouragements. Enfin, je remercie ma compagne Élodie qui a été un soutien sans faille durant ces trois années de thèse et que j'ai la chance d'avoir tout le temps à mes côtés.

Merci à tous.

Table des matières

| Introduction générale 1 | L |
|---|---|
| <u>Chapitre I</u> : Etat de l'art des modules de puissance, des technologies d'assemblage et de leurs mécanismes de défaillance | } |
| I.1 L'électronique de puissance 4 | 1 |
| I.1.a Définition4 | ļ |
| I.1.b Les enjeux de la haute température5 | 5 |
| I.1.c Les applications de l'électronique de puissance6 | 5 |
| I.2 Le packaging d'un module de puissance | 7 |
| I.2.a Les fonctions du packaging | 3 |
| I.2.b Les puces semi-conductrices |) |
| I.2.c Le substrat isolant 10 |) |
| I.2.d Le drain thermique ou « semelle »13 | 3 |
| I.2.e Le boitier | 5 |
| I.2.f Le procédé d'assemblage par brasage16 | 5 |
| I.2.g L'encapsulation21 | L |
| I.2.h Le système de refroidissement 22 | 2 |
| I.2.i Les interconnexions électriques 23 | 3 |
| I.3 Les technologies d'assemblage alternatives25 | 5 |
| I.3.a Le frittage de pâte d'argent25 | 5 |
| I.3.b Le collage par adhésifs conducteurs 29 |) |
| I.3.c Le frittage de pâte en phase liquide transitoire (TLPS) : Procédé ORMET |) |
| I.3.d Le report par thermocompression Or-Or et Cuivre-Cuivre | 3 |
| I.3.e Le report Intermétallique en phase liquide transitoire (TLPB) | 5 |
| I.4 Fiabilité des modules de puissance | 7 |
| I.4.a Les défaillances des joints de brasure | 7 |
| I.4.b Les défaillances des joints de report alternatifs aux brasures |) |
| I.4.c Les défaillances des substrats céramiques métallisés 41 | L |
| I.5 Conclusion : évolution des technologies42 | 2 |
| Références bibliographiques44 | 1 |

| <u>Ch</u> | apitre II : Définition du procédé de report intermétallique en Phase Liquide | |
|-----------|---|----------|
| Tra | ansitoire (TLPB), des composés intermétalliques et de leurs mécanismes de | |
| fo | rmation | 51 |
| II.1 | Le principe du procédé de Report Intermétallique TLPB | 52 |
| I | I.1.a Les composés intermétalliques | 52 |
| I | I.1.b Le principe du procédé d'assemblage | 54 |
| I | I.1.c Historique | 55 |
| 11.2 | Sélection des matériaux pour un report Intermétallique TLPB optimal | 56 |
| I | I.2.a Les métaux d'apport à faible température de fusion | 56 |
| I | I.2.b Etude des diagrammes d'équilibre des principales phases intermétalliques | 59 |
| | II.2.b.1 Le système Cuivre-Etain | 59 |
| | II.2.b.2 Le système Or-Etain | 61 |
| | II.2.b.3 Le système Argent-Etain II.2 h 4 Le système Nickel-Etain | 62 62 |
| | 1.2 c. Les propriétés physiques des principales phases intermétalliques | 63 |
| | 1.2.d Conclusion : choix du système métallisation/métal d'apport | 65 |
| | | |
| 11.3 | E Les mecanismes de diffusion du couple Cuivre/Etain | 6/ |
| | 1.3.a La théorie de la diffusion atomique | 67 |
| | 1.3.b Les coefficients de diffusion | 69 |
| I | 1.3.c Les mécanismes de formation et de croissance des phases intermetalliques Cuivre-Etain | /1 |
| | II.3.c.1 Germination de l'IMC Cu ₆ Sn ₅ | 73 73 |
| | II.3.c.3 Coalescence des grains IMCs Cu ₆ Sn ₅ | 74 |
| | II.3.c.4 Croissance plane de l'IMC Cu $_3$ Sn | 75 |
| 11.4 | Etat de l'art du procédé de Report Intermétallique TLPB | 76 |
| I | I.4.a Les techniques de dépôt des métallisations en cuivre et du métal d'apport en étain | 76 |
| | II.4.a.1 Dépôt en voie humide de type électrolytique | 76 |
| | II.4.a.2 Dépôt en voie sèche par PVD | 77 |
| | II.4.a.3 Métal d'apport sous forme de feuille laminée | 80 |
| I | I.4.b Exemples d'assemblages réalisés par Report Intermétallique Cu-Sn | 80 |
| I | I.4.c Influence des paramètres d'assemblage sur la microstructure des joints IMCs | 86 |
| | II.4.c.1 Formation de porosité au centre du joint | 86 |
| | II.4.C.2 Formation de porosite à l'interface substrat/joint INIC : porosite de « Kirkendali » | 90 |
| 11.5 | Conclusion : de l'étude bibliographique à l'étude expérimentale | 91 |
| Ré | férences bibliographiques | 93 |
| An | nexe II.1 : les diagrammes de phase des métaux d'apport candidats au report IMC | 98 |

| <u>Chapitre III</u> : Développement du procédé de report intermétallique en Phase Liquide Transitoire (TLPB) et caractérisation des joints IMCs formés101 | | | | | |
|--|----------|--|--|--|--|
| III.1 Mise en œuvre expérimentale du procédé de report IMC en Phase Liquide Transitoi | re 102 | | | | |
| III.1.a Caractérisation du métal d'apport à base d'étain | 102 | | | | |
| III.1.b Le dispositif et le protocole expérimental du report intermétallique TLPB | 104 | | | | |
| III.1.c Définition des paramètres d'assemblage | 105 | | | | |
| III.2 Etude de l'influence des paramètres d'assemblage sur la microstructure des joints IN | //Cs 108 | | | | |
| III.2.a Cas idéal : substrats polis au micromètre | 108 | | | | |
| III.2.a.1 Effet du temps de mise en œuvre : mécanisme de croissance des phases IMCs | | | | | |
| III.2.a.2 Effet du profil du cycle thermique | 111 | | | | |
| III.2.a.3 Effet de la pression d'assemblage | 113 | | | | |
| III.2.a.4 Effet de la nature du métal d'apport : Sn et SAC | 114 | | | | |
| III.2.a.5 Conclusion | 115 | | | | |
| III.2.b Cas réal : substrats rugueux | 115 | | | | |
| III.2.b.1 Effet du temps de mise en œuvre : mécanisme de formation de porosité | 116 | | | | |
| III.2.b.2 Modélisation numérique des processus de diffusion | | | | | |
| III.2.b.3 Effet du profil du cycle thermique | | | | | |
| III.2.b.4 Effet de la pression d'assemblage | | | | | |
| | 127 | | | | |
| III.2.c Procédé de report IMC innovant : insertion d'une barrière de diffusion de type IMC | 2 127 | | | | |
| III.2.c.1 Choix de la barrière de diffusion et de sa méthode de dépôt sur les substrats rugueux | 127 | | | | |
| III.2.c.2 Effet du temps de mise en œuvre : mécanisme de croissance des phases IMCs | 128 | | | | |
| III.2.c.3 Effet du profil du cycle thermique | 133 | | | | |
| III.2.c.4 Effet de la pression d'assemblage | | | | | |
| III.2.c.5 Conclusion | 135 | | | | |
| III.3 Evaluation expérimentale de la fiabilité des assemblages IMCs | 136 | | | | |
| III.3.a Caractérisation mécanique des joints IMCs en cisaillement | 136 | | | | |
| III.3.a.1 Mise en œuvre d'un test de cisaillement adapté aux assemblages de puissance | 136 | | | | |
| III.3.a.2 Tenue mécanique des joints IMCs en cisaillement en fonction des conditions d'élaborati | on138 | | | | |
| III.3.a.3 Analyse de la section des facies de rupture | 142 | | | | |
| III.3.b Caractérisation de la fiabilité des joints IMCs en cyclage thermique | 144 | | | | |
| III.3.b.1 Report IMC de composites Cu-30%CF (14ppp/K) / Cu-40%CF (10ppm/K) | 144 | | | | |
| III.3.b.2 Evolution des propriétés des assemblages IMCs au cours des cycles thermiques | 146 | | | | |
| III.3.c Caractérisation de la stabilité des joints IMCs à haute température | 150 | | | | |
| III.3.c.1 Analyse DSC à haute température | 150 | | | | |
| III.3.c.2 Analyse microstructurale après traitement thermique à haute température | 151 | | | | |
| III.4 Conclusion : développement d'un procédé de report IMC optimal | | | | | |
| Annexe III.1 : Modélisation numérique des mécanismes de croissance des phases IMCs Cu | -Sn155 | | | | |

| <u>Chapitre IV</u> : Evaluation numérique de la fiabilité des assemblages IMCs et exemples d'applications du procédé de report IMC165 | | | | | |
|---|------------------------------|--|--|--|--|
| IV.1 La modélisation par éléments finis et les contraintes thermoméca | niques166 | | | | |
| IV.1.a Introduction sur la méthode des éléments finis | | | | | |
| IV.1.b Les contraintes thermomécaniques | | | | | |
| IV.1.c Possibilités et limites de la modélisation numérique | | | | | |
| IV.2 Propriétés et lois de comportement mécanique des matériaux | 169 | | | | |
| IV.2.a Les lois de comportement mécanique | 169 | | | | |
| IV.2.a.1 Loi de comportement élastique | | | | | |
| IV.2.a.2 Loi de comportement élasto-plastique | | | | | |
| IV.2.a.3 Loi de comportement viscoplastique | | | | | |
| IV.2.b Propriétés et lois de comportement des matériaux utilisés en él | ectronique de puissance.172 | | | | |
| IV.2.b.1 Modélisation du comportement des puces et des substrats céramiq | ues172 | | | | |
| IV.2.b.2 Modélisation du comportement des semelles et des boitiers métall | ques173 | | | | |
| IV.2.b.3 Modelisation du comportement des metallisations | | | | | |
| W2.2 Définition des provideurs there are fore investorie investorie and the | | | | | |
| IV.2.C Definition des grandeurs thermomecaniques analysees en post- | traitement 176 | | | | |
| IV.2.c.1 Les contraintes de Von-Mises | | | | | |
| IV.3 Evaluation numérique de la fiabilité des assemblages IMCs dans u IV.3.a Description du modèle numérique IV.3.a.1 La géométrie du modèle et les conditions aux limites IV.3.a.2 Les propriétés des matériaux et les lois de comportement | n module de puissance178 | | | | |
| IV.3.a.3 Le maillage | | | | | |
| IV.3.b Influence des contraintes résiduelles | | | | | |
| IV.3.b.1 Après report IMC | | | | | |
| IV.2.c. Influence de l'andommer provincient induit en gralage thermique | | | | | |
| 1/2 a 1 Endemmente de l'encomblence breaé GAC de référence | | | | | |
| IV.3.c.2 Endommagement de l'assemblage IMC | | | | | |
| IV.4 Mise en œuvre du procédé de report IMC pour la réalisation d'ass | emblages spécifiques194 | | | | |
| IV.4.a Assemblage de puces en Si | | | | | |
| IV.4.a.1 Caractérisation des joints IMCs élaborés par report IMC avec barrié | re de diffusion195 | | | | |
| IV.4.a.2 Caractérisation des joints IMCs élaborés par report IMC sans barriè | re de diffusion196 | | | | |
| IV.4.b Assemblage d'un mur de boitier en kovar sur une semelle en cui | vre196 | | | | |
| IV.5 Conclusion : application du procédé de report IMC | 199 | | | | |
| Références bibliographiques | 200 | | | | |
| Conclusion générale et perspectives | 203 | | | | |

Table des symboles

AES : Spectroscopie d'électrons Auger (*Auger Electron Spectroscopy*)

Al₂O₃ : Alumine

AIN : Nitrure d'Aluminium

AMB : Active Metal Brazing

BSE : Electrons rétrodiffusés (*back-scattered electrons*)

CTE : Coefficient de dilatation thermique (Coefficient of Thermal Expansion [*ppm/K*])

D: Diamant

DBA : Direct Bonded Aluminium

DBC : Direct Bonded Copper

DNS : Double Notch Shear test

DRX : Diffractométrie de rayons X

DSC : Calorimétrie différentielle à balayage (*Differential Scanning Calorimetry*)

ECA : Electrically conductive adhesives

EBSD : Diffraction d'électrons rétrodiffusés (*Electron BackScatter Diffraction*)

EDS : Analyse dispersive en énergie (*Energy Dispersive X-ray Spectrometry*)

FC : Fibre de CarboneCu-40%FC : Composite à matrice cuivre renforcé par 40% de fibres de carbone

GaN : Nitrure de gallium

IC : Circuit intégré

IGBT : Insulated Gate Bipolar Transistor

IMC : Intermétallique

JFET : Junction Field Effect Transistor

LCP : Polymère à cristaux liquids (*Liquid Crystal Polymer*)

MEB : Microscope Électronique à balayage

MEMS : Microsystème électromécanique (*MicroElectroMechanical Systems*)

MOSFET : Transistor à effet de champ à grille métal-oxyde (*Metal Oxide Semiconductor Field Effect Transistor*)

PCB : Printed Circuit Board

PEEK : Polyétheréthercétone

PTFE : Polytétrafluoroéthylène (Teflon)

RoHS : Restriction of the use of certain Hazardous Substances in electrical and electronic equipment

PVD : Dépôt physique en phase vapeur (Physical Vapor Deposition)

SAM : Microscope acoustique à balayage (*Scanning Acoustic Microscopy*)

SAC : Alliage de brasure SnAg_{3,8}Cu_{0,7}

Si: Silicium

SiC : Carbure de silicium

Si₃N₄ : Nitrure de Silicium

SMI : Substrat Métallique Isolé

SMT : Composant monté en surface (*Surface Mounted Technology*)

TLPB : Report en Phase Liquide Transitoire (*Transient Liquide Phase Bonding*)

TLPS : Frittage en phase liquide transitoire (*Transient Liquide Phase Sintering*)

TSV : Through Silicon Via

Table des grandeurs physiques

- α : Coefficient de dilatation thermique [ppm/K]
- $\Delta_f H$: Enthalpie [J/mol]
- ϵ : Déformation [%]
- $\boldsymbol{\sigma}: \text{Contrainte} \; [\text{MPa}]$
- **σy** : limite élastique [MPa]
- D_i : coefficient de diffusion de l'espèce i $[m^2/s]$
- E : Module d'Young [GPa]
- J_i : Flux de diffusion de l'espèce i [mol/cm²]
- Nf : nombre de cycle à la rupture
- t : Temps [s]
- Tfus : Température de fusion [K]
- Thom : Température homologue [K]
- Tj : Température de jonction [K]
- Tref : Température de référence des dilatations [K]
- **V^m** : Volume molaire [cm³/mol]
- **W**_{in} : Densité d'énergie de déformation inélastique [J/m³]
- \boldsymbol{x}_i : Fraction volumique de l'espèce i

Introduction générale

Dans l'objectif de réduire notre consommation d'énergie fossile, l'industrie électronique connait actuellement un développement considérable dans plusieurs secteurs industriels, et notamment dans celui du transport. Un des enjeux majeurs de l'électronique est de pouvoir étendre l'utilisation des modules de puissance, dans lesquels transite l'information électrique, à des environnements sévères comme la haute température (supérieure à 200°C). En effet, le développement de modules de puissance, qui fonctionneraient à haute température, permettrait (1) une intégration accrue de composants (dont les pertes par effet Joule génèrent de la chaleur) et (2) de placer les dispositifs électroniques au plus près des systèmes qu'ils contrôlent (soit proches de sources de chaleurs tels que les moteurs automobiles ou aéronautiques). L'utilisation des modules de puissance à haute température a longtemps été freinée par la tenue en température limitée des composants en silicium. Depuis quelques années, le recours à des matériaux semi-conducteurs à large bande interdite, tel que le carbure de silicium (SiC), pouvant fonctionner en théorie à plus de 600°C, a apporté en partie une solution pour la conception de modules de puissance haute température. Dans ce cas, c'est l'environnement proche des composants, appelé globalement packaging, qui va limiter la température maximale d'utilisation des modules. Les principales fonctions du packaging sont d'assurer les connections électriques des composants, leur tenue mécanique et l'évacuation de chaleur dissipée par ces derniers. Les liaisons mécaniques, électriques et thermiques entre les composants et les matériaux du packaging sont assurées par l'intermédiaire de joints de brasure. Or, le vieillissement puis la rupture des brasures à relativement faible température (inférieure à 200°C) est une des principales causes de défaillance des modules de puissance. En effet, du fait de leur faible température de fusion et de leur instabilité microstructurale, ces matériaux sont sensibles à la fatigue thermomécanique. C'est pourquoi de nombreux industriels cherchent actuellement à développer de nouveaux procédés d'assemblage adaptés aux contraintes thermiques, comme alternative aux alliages de brasure. Le procédé de report Intermétallique (IMC) en Phase Liquide Transitoire (TLPB) est particulièrement intéressant pour des applications à haute température en électronique de puissance. En effet, ce procédé d'assemblage permet de former à basse température (typiquement inférieure à 250°C), un joint constitué de composés intermétalliques qui sont réputés pour leur stabilité chimique et mécanique à plus haute température (supérieure à 400°C). Le développement de ce procédé, à la fois prometteur mais peu étudié, fait l'objet de cette étude.

Ce travail de thèse se divise en quatre principales parties comprenant une étude bibliographique des technologies constituant les modules de puissance et du procédé de report Intermétallique, une étude expérimentale permettant la mise au point d'un procédé de report optimal, et enfin la caractérisation, à la fois expérimentale et numérique, du comportement thermomécanique des assemblages intermétalliques formés.

Le premier chapitre de ce manuscrit s'attache tout d'abord à définir les applications et les enjeux de l'électronique de puissance qui tend vers un fonctionnement à haute température. Ensuite, les matériaux constituant le packaging des composants de puissance actuels, leurs principaux modes de défaillance et les solutions technologiques permettant d'améliorer leur fiabilité à haute température seront présentés. Une attention particulière sera portée sur les différentes technologies de report alternatives aux alliages de brasure : le frittage de pâte d'argent, le frittage de

pâte en phase liquide transitoire, le collage par adhésifs conducteurs et le report intermétallique en phase liquide transitoire.

Le second chapitre est consacré à l'étude bibliographique du procédé de report intermétallique. Tout d'abord, le principe du procédé et l'intérêt d'utiliser des composés intermétalliques comme moyen d'attache seront illustrés. Ensuite, l'étude des principales phases intermétalliques formées en électronique et de leurs propriétés physico-chimiques permettra de sélectionner les matériaux adaptés au développement d'un procédé de report fiable et industrialisable. Nous rappellerons également les bases théoriques et les mécanismes de diffusion responsables de la croissance des composés intermétalliques. Enfin, l'étude des principaux exemples de report intermétallique, publiés dans la littérature, et notamment l'analyse de l'influence des paramètres d'élaboration sur la microstructure des joints, nous serviront de bases pour la mise en œuvre de cette technique de report.

Le troisième chapitre aborde le travail expérimental réalisé sur la mise en œuvre du procédé de report intermétallique. Le premier objectif de ces essais est de développer un procédé de report optimal permettant d'élaborer, dans des conditions industrialisables, des joints intermétalliques à faible taux de porosité. Dans cet objectif, l'influence des paramètres d'assemblage sur la microstructure des joints formés sera tout d'abord déterminée. Nous verrons que l'état de surface (rugosité et composition chimique) des substrats à assembler a une influence majeure sur les processus de diffusion et de croissance des phases intermétalliques. Après avoir mis au point un procédé de report intermétallique innovant, le second objectif de ce chapitre consiste à caractériser expérimentalement la fiabilité des assemblages intermétalliques dans les conditions de l'électronique de puissance haute température. Ainsi, l'évolution des propriétés mécaniques en cisaillement et de la microstructure des joints intermétalliques, après cyclage thermique et traitement thermique à haute température (supérieure à 500°C), sera quantifiée. La fiabilité des joints intermétalliques sera toujours comparée à celle d'une brasure de référence, afin d'évaluer leurs performances relatives.

Le quatrième et dernier chapitre de cette thèse est centré sur l'étude du comportement thermomécanique des assemblages IMCs à partir de modélisations numériques par éléments finis. L'évaluation numérique de l'endommagement induit dans les assemblages intermétalliques après report et après cyclage thermique, en comparaison avec celui induit dans les assemblages brasés de référence, nous permettra d'évaluer la possibilité d'intégrer les joints intermétalliques dans les modules électroniques actuels. Après avoir analysé, à partir d'outils numériques et d'essais expérimentaux, les performances des joints intermétalliques, le procédé de report intermétallique sera finalement mis en œuvre pour la réalisation d'assemblages de composants électroniques. La réalisation de ces assemblages permettra de valider la faisabilité du procédé pour l'assemblage de matériaux industriels à différents coefficients de dilatation.

Enfin, le bilan de l'ensemble des études expérimentales, ainsi que les perspectives de recherches ouvertes par ce travail seront présentés dans la conclusion générale.

<u>Chapitre I</u>. Etat de l'art des modules de puissance, des technologies d'assemblage et de leurs mécanismes de défaillance

| I.1 | L'électronique de puissance | 4 |
|--|--|--|
| I | 1.a Définition | 4 |
| I | 1.b Les enjeux de la haute température | 5 |
| I | .1.c Les applications de l'électronique de puissance | 6 |
| 1.2 | Le packaging d'un module de puissance | 7 |
| I | .2.a Les fonctions du packaging | 8 |
| I | .2.b Les puces semi-conductrices | 9 |
| I | .2.c Le substrat isolant | . 10 |
| I | .2.d Le drain thermique ou « semelle » | . 13 |
| I | .2.e Le boitier | . 15 |
| I | .2.f Le procédé d'assemblage par brasage | . 16 |
| I | .2.g L'encapsulation | . 21 |
| I | .2.h Le système de refroidissement | . 22 |
| I | .2.i Les interconnexions électriques | . 23 |
| | | |
| 1.3 | Les technologies d'assemblage alternatives | 25 |
| I.3 | Les technologies d'assemblage alternatives | 25 . 25 |
| I.3 | Les technologies d'assemblage alternatives .3.a Le frittage de pâte d'argent .3.b Le collage par adhésifs conducteurs | 25 . 25 . 29 |
| I.3 | Les technologies d'assemblage alternatives 3.a Le frittage de pâte d'argent 3.b Le collage par adhésifs conducteurs 3.c Le frittage de pâte en phase liquide transitoire (TLPS) : Procédé ORMET | 25 . 25 . 29 . 30 |
| I.3 | Les technologies d'assemblage alternatives | 25 . 25 . 29 . 30 . 33 |
| I.3 | Les technologies d'assemblage alternatives | 25 . 29 . 30 . 33 . 35 |
| I.3 | Les technologies d'assemblage alternatives | 25 . 29 . 30 . 33 . 3537 |
| I.3 .4 | Les technologies d'assemblage alternatives | 25 . 25 . 29 . 30 . 33 . 3537 |
| I.3 | Les technologies d'assemblage alternatives | 25 . 29 . 30 . 33 . 35 37 . 37 . 39 |
| I.3 | Les technologies d'assemblage alternatives | 25 . 25 . 30 . 33 . 35 . 37 . 37 . 39 . 41 |
| I.3 | Les technologies d'assemblage alternatives | 25 . 29 . 30 . 33 . 35 . 37 . 37 . 39 . 41 42 |

I.1 L'électronique de puissance

I.1.a Définition

L'électronique de puissance englobe tous les dispositifs électroniques qui permettent de convertir l'énergie électrique afin d'adapter toute source d'énergie électrique à tout type de récepteur. Par exemple, la conversion d'énergie électrique comprend la transformation du courant alternatif en continu (montages redresseurs), la transformation du continu en alternatif (montages onduleurs) ou la modification de la valeur moyenne d'une tension continue (montages hacheurs) [CHE05].

Du fait des fortes puissances mises en jeu, l'électronique de puissance nécessite de travailler à rendement maximal. Il s'agit donc d'une électronique de commutation, où les composants ne fonctionnent qu'en interrupteurs ouverts ou fermés. En effet, un interrupteur idéal ne dissipe aucune énergie et donc ne présente aucune perte. En pratique, il existe des pertes par effet Joule qui se divisent en deux catégories: les pertes en conduction dues aux inductances parasites et les pertes en commutation dues aux temps de commutation non nuls lors de l'ouverture et de la fermeture des composants. De plus, ces pertes par effet Joule sont proportionnelles à la fréquence de commutation, limitant l'utilisation des composants de puissance aux hautes fréquences. Les pertes par effet Joule entrainent une forte dissipation de chaleur et donc l'échauffement du composant, ce qui peut engendrer sa défaillance ou celle de son « packaging ». Les pertes totales sont de l'ordre de 2 à 10% de la puissance totale, sachant que les densités de puissance manipulées peuvent dépasser la centaine de watt par centimètre carré de silicium [LUT11].

Les composants semi-conducteurs de puissance sont constitués d'une puce en silicium (Si) qui a été élaborée dans le but de remplir une fonction d'interrupteur précise. Il existe différents types de composants de puissance propre à chaque domaine : le thyristor, le transistor bipolaire à grille isolée (IGBT), le transistor à effet de champ à grille métaloxyde (MOSFET), le transistor à effet de champ (JFET) et la diode. La figure I.1 illustre les performances des composants en terme de puissance manipulée (ou de tension d'alimentation) en fonction de la fréquence de travail (source Infineon [REI11]). Ainsi, une puce d'un centimètre de côté peut supporter des tensions de plusieurs kilovolts ou des courants de plus d'une centaine d'ampères. Dans ces conditions, il apparait que l'environnement de la puce de puissance, c'est-à-dire son boitier ou « packaging », joue un rôle primordial dans son fonctionnement. C'est en effet lui qui assure sa tenue mécanique, les connexions électriques et l'évacuation de la chaleur dissipée. Un module de puissance regroupe donc les composants de puissance ainsi que leur packaging.



I.1.b Les enjeux de la haute température

La température de fonctionnement et les cycles thermiques sont les éléments fondamentaux impactant la fiabilité et la durée de vie des modules de puissance. En effet, les modules de puissance sont soumis, durant leur utilisation, à des températures élevées qui peuvent varier brutalement. Ces variations de température peuvent être induites par l'environnement externe du module (cyclage passif) et par l'échauffement des composants (pertes) lors de leur fonctionnement (cyclage actif). Une température de fonctionnement trop importante peut endommager les matériaux du module tel que la puce en silicium. De plus, les variations de température génèrent d'importantes contraintes thermomécaniques à cause de la différence entre les coefficients de dilatation (CTE) des matériaux constituant le module, pouvant provoquer leur défaillance.

Ainsi, La criticité de la température conduit les fabricants à définir une zone limite de fonctionnement des modules de puissance qui dépend de la température à laquelle est soumise la puce (température de jonction) et de son calibre en tension. La figure I.2 présente le domaine d'utilisation (Safe Operating Area, SOA) d'une puce en silicium intégrée dans son boitier avec les technologies actuelles. La température maximale admissible par les composants en silicium à haute tension est comprise entre $125^{\circ}C$ et $175^{\circ}C$ (par exemple : $125^{\circ}C$ pour une puce $6,5 \ kV$). Pour les composantes basses tensions (inférieure à $1 \ kV$), la température de jonction maximale, admise par les puces en Si, est supérieure à $200^{\circ}C$. A ces températures, le packaging des composants est limitant et subit d'importantes défaillances du fait des contraintes thermomécaniques induites par les différences de CTE entre les matériaux du module.



Durant cinquante ans, la technologie des dispositifs électroniques a énormément progressé, pour atteindre, aujourd'hui, les limites théoriques d'utilisation des matériaux. Or, dans des domaines tels que l'automobile, l'aéronautique et le forage pétrolier de nouveaux besoins nécessitent de dépasser ces limites de température. L'utilisation de modules de puissance fonctionnant à des températures élevées (supérieure à 200°C) présente deux intérêts principaux :

- L'intégration de l'électronique dans des environnements extrêmes jusqu'alors inaccessibles : les modules électroniques sont amenés à fonctionner dans des environnements chauds et proches de sources de chaleurs tels que les moteurs automobiles, aéronautiques et en grande profondeur [BUT10],
- La densification massique et volumique des convertisseurs par réduction de la taille des systèmes de refroidissement et l'intégration accrue de composants : la tenue haute température des

modules de puissance permettrait de réduire l'effort de refroidissement et donc de réduire le volume, la masse et le coût global du système. L'augmentation de la densité de puissance des modules électroniques est un aspect primordial pour toute application d'électronique embarquée. La figure I.3 illustre l'évolution de la densité de puissance des modules IGBT (1,2kV) d'Infineon avec le temps. Nous constatons que la densité de puissance double tous les dix ans, et qu'en 2020, les modules de puissance sur le marché, présenteront une température de jonction de 200°C avec une densité de puissance de 250 kW/cm² [CHE05].



Depuis quelques années, le recours à des matériaux semi-conducteurs à large bande interdite tels que le carbure de silicium (SiC) ou le nitrure de gallium (GaN), a apporté en partie une solution pour la conception de modules de puissance fonctionnant à haute température (supérieure à 200 °C) et/ou haute tension (supérieure à 1 kV) [MAD14]. Le packaging des composants devient alors le facteur limitant l'utilisation des modules de puissance à haute température. Cela peut paraitre surprenant que la conception du boitier, qui fait appel, à priori, à des technologies moins avancées que la microélectronique, n'ait pas fait autant de progrès que la conception des puces. La difficulté réside dans la multiplicité des fonctions du packaging. En effet, le packaging doit assurer la tenue mécanique des puces, évacuer la chaleur dissipée, isoler électriquement les composants, mais aussi assurer les connexions électriques. De plus, des contraintes spécifiques comme la densité, la toxicité et le coût peuvent être ajoutées. Ainsi, le boitier nécessite l'assemblage de différents matériaux (céramiques, métaux, polymères) aux propriétés antinomiques, notamment en terme de dureté et de coefficient de dilatation. Le défi majeur de la conception d'un module de puissance est donc de trouver la combinaison optimale des matériaux pour la réalisation d'un assemblage fiable à haute température. Les travaux de recherche actuels visent à développer de nouveaux matériaux aux propriétés mécaniques, thermiques et électriques adaptées aux nouveaux environnements de fonctionnement.

I.1.c Les applications de l'électronique de puissance

Ces dernières années, la part de l'électronique embarquée dans l'industrie aéronautique ou automobile n'a cessé d'augmenter. Par exemple, l'électronique représente actuellement 11% du prix d'un avion (A350), soit environ 12 $M \in^{1}$. En effet, les dispositifs électroniques présentent un meilleur rendement que les circuits pneumatiques ou hydrauliques et permettent une diminution de la masse de l'avion et donc de réduire la consommation de carburant. Cependant, afin de réduire les coûts, les

¹ <u>http://www.electroniques.biz</u>

convertisseurs de puissance sont placés au plus près des dispositifs mécaniques qu'ils contrôlent. De ce fait, certains dispositifs devront fonctionner près des turbines des avions ou des moteurs des automobiles, soit à des températures comprises entre -50°C et 300°C. Outre la température extérieure, les composants sont soumis à du cyclage actif (auto-échauffement) lors de leur fonctionnement [KAS01]. De même, dans le domaine pétrolier, l'épuisement des ressources mène à creuser des puits de forage prospectifs de plus en plus profonds (jusqu'à 10 km sous l'écorce terrestre), où la température ambiante est proche de 300°C. Ainsi, certains dispositifs placés en profondeur (au plus près des têtes de forage) doivent être en mesure de fonctionner plusieurs années à haute température ambiante.

Ces applications utilisant l'électronique de puissance à haute température permettent de mettre en avant l'importance de développer des systèmes adaptés aux contraintes thermiques. La figure I.4 cidessous illustre quelques exemples d'application de l'électronique de puissance.



I.2 Le packaging d'un module de puissance

Afin de mieux appréhender la constitution des modules de puissance, la figure I.5 présente l'analyse fonctionnelle des différents éléments du module, de la fonction principale aux solutions technologiques.



I.2.a Les fonctions du packaging

Comme illustré figure I.5, même si la puce semi-conductrice constitue le composant actif du module de puissance, celle-ci ne peut fonctionner indépendamment de son packaging (ou boitier). Le packaging est un ensemble de matériaux constituant l'environnement rapproché de la puce de puissance. Afin d'assurer le bon fonctionnement de la puce, il doit remplir les contions suivantes :

- La tenue mécanique : le packaging permet de solidariser les composants au reste du système par l'intermédiaire de joints de brasures. De plus, il protège la puce mécaniquement mais aussi de l'humidité, de la poussière et de l'électricité statique grâce au boitier,
- La gestion thermique : une des fonctions principales du packaging est de maintenir la température de jonction des puces en-dessous de leur valeur critique. Le packaging doit donc fournir un chemin de faible résistance thermique pour pouvoir évacuer la chaleur dissipée par la ou les puces qu'il contient. Ainsi, des matériaux à hautes conductivités thermiques, comme les métaux, sont privilégiés afin de dissiper la chaleur par conduction,
- L'isolation électrique : le packaging doit protéger les composants de tout risque de court-circuit.
 Ainsi, les puces sont assemblées sur des substrats isolants (céramiques ou polymères) possédant des pistes métalliques conductrices isolées entre elles. Les surfaces externes sont généralement isolées par un gel d'encapsulation diélectrique,
- Les connexions électriques interne et externe : le boîtier doit fournir, par l'intermédiaire de pattes ou de terminaux, un moyen de connecter électriquement les électrodes des puces.

La structure d'un module de puissance est présentée figure I.6. Il est constitué de différents matériaux assemblés les uns aux autres par l'intermédiaire de joints de brasure. Ainsi, les puces semiconductrices sont brasées sur un substrat céramique isolant métallisé. Si le substrat n'est pas mécaniquement résistant, celui-ci est brasé sur une semelle métallique, constituant l'embase du boitier et permettant d'évacuer la chaleur.

Chaque matériau du boîtier doit être défini correctement pour lui permettre de remplir les quatre fonctions précédemment décrites, notamment vis à vis des contraintes imposées par la haute température.



Les caractéristiques des différents matériaux constituant les modules de puissance sont détaillées dans la suite de ce chapitre. L'analyse des propriétés des matériaux et de leurs mécanismes de défaillance, nous permettra d'évaluer la fiabilité des modules de puissance actuels à haute température.

I.2.b Les puce semi-conductrices

Les puces de puissance semi-conductrices sont les éléments actifs d'un module de puissance. Elles ont une structure verticale, c'est-à-dire que les faces inférieures et supérieures jouent un rôle électrique. Cela nécessite une attache de puce qui assure, en plus de la conduction de chaleur et de la tenue mécanique, la connexion électrique. Elles sont reportées à l'aide d'alliages de brasure sur un substrat céramique tandis que les connexions internes sont assurées par des fils de câblage en aluminium (voir figure I.7).



Les puces de puissance sont constituées de deux principaux éléments :

- Un matériau semi-conducteur : le silicium (Si) est le matériau le plus utilisé pour la réalisation des composants de puissance. Cependant, en raison de son champ de claquage restreint et de sa faible largeur de bande interdite, le silicium ne peut pas être utilisé à haute température/tension (voir figure I.2). Le développement de matériaux à large bande interdite tels que le nitrure de gallium (GaN), le diamant (D) et principalement le carbure de silicium (SiC) permet de s'affranchir des limitations en température. En particulier, le SiC est un des matériaux les plus prometteurs pour la réalisation de composants de puissance fonctionnant à haute température et haute tension (en théorie à plus de 400°C à 10 kV),
- Des électrodes métallisées sur la face supérieure (face avant) et sur la face inférieure (face arrière) : la métallisation face arrière permet le report de la puce sur le substrat céramique métallisé, tandis que la métallisation face avant permet l'assemblage des fils de câblage pour les connexions électriques. Le type de métallisation dépend de la technique d'assemblage utilisée. Pour des puces reportées par brasure, la face arrière est généralement métallisée par une couche d'argent d'une épaisseur de 1 à 3 micromètres (μm) [VIS14]. Dans la nouvelle technologie de packaging (.XT) développée par *Infineon* (température de jonction maximale de 175°C [Infineon]), la puce possède des métallisations face avant et arrière en cuivre, d'une épaisseur comprise entre 3 et 5 μm, soit plus importante que celle des métallisations standards (voir figure I.8). Les métallisations en cuivre permettent l'assemblage de fils de câblage en cuivre, qui possèdent de meilleures propriétés, électriques, mécaniques et thermiques que les fils en aluminium, ainsi que le report des puces sur le substrat par report intermétallique cuivre/étain (procédé TLPB présenté I.3.e).



<u>Figure I.8</u> : Puces IGBT *d'Infineon* métallisées en cuivre, avec fils de connexion en cuivre, reportées sur un substrat DBC [YAN12]

Ainsi, grâce à un important travail de recherche, des puces semi-conductrices en SiC sont disponibles pour la conception de modules de puissance fonctionnant à haute température. Le développement des métallisations des puces, comme des métallisations en cuivre, ouvre également la voie au remplacement des fils de câblage en aluminium et des joints de brasure par de nouveaux matériaux et de nouvelles techniques d'assemblage fiables à la haute température.

I.2.c Le substrat isolant

Ainsi, les puces semi-conductrices sont reportées sur un substrat isolant. Le substrat est constitué de pistes métalliques conductrices reposant sur un matériau diélectrique (isolant électrique) qui va isoler les pistes entre elles. Les fonctions du substrat sont les suivantes :

- Assurer l'interconnexion électrique entre les composants du module de puissance,
- Assurer l'isolation électrique entre les composants actifs du module et le reste du boitier,
- Evacuer la chaleur générée par les puces vers le dissipateur thermique,
- Assurer le support mécanique du circuit électrique,
- Homogénéiser les coefficients de dilatation (CTE) entre la semelle et les puces.

Ainsi, afin d'assurer ces différentes fonctions, les substrats doivent répondre à certaines exigences résumées tableau I.1. Le substrat idéal possède une importante rigidité diélectrique, une bonne conductivité thermique et une tenue mécanique à haute température. Cependant, il est très difficile de trouver un matériau qui concilie à la fois de bonnes propriétés mécaniques, thermiques et électriques.

| Electriques | Thermiques | Mécaniques | Masses et coûts | | | |
|--|--|-----------------------------|----------------------------|--|--|--|
| Rigidité diélectrique ² | Conductivité thermique | Tenue en flexion | Faible densité [<1] | | | |
| élevée [>10 kV/mm] | élevée [>50 W/m.K] | élevée [>300 MPa] | | | | |
| Résistivité ³ élevée | CTE proche de celui des | Haute ténacité ⁴ | Coût proche de celui | | | |
| [>10 ¹² Ω/cm] | puces [SiC : 3,7 ppm/K] | [>3MPa/vm] | de l'alumine (Al_2O_3) | | | |
| | Tenue mécanique à haute température [> 600°C] | Facilement usinable | | | | |
| Tableau I.1 : Propriétés optimales d'un substrat isolant | | | | | | |

² La rigidité diélectrique d'un matériau représente la valeur maximale d'un champ électrique que le milieu peut supporter avant le déclenchement d'un arc électrique et donc d'un court-circuit.

³ La résistivité électrique élevée du matériau permet de limiter les courants de fuites.

⁴ La ténacité d'un matériau représente sa capacité à résister à la propagation d'une fissure.

Le choix du substrat s'effectue en fonction de la puissance à dissiper ainsi que de la température d'utilisation. Pour des applications à faible puissance (inférieure à 1 kW) et faible température, des circuits imprimés PCB (pour « Printed Circuit Board ») ou des substrats métalliques isolés (SMI) sont employés. Ces substrats sont constitués d'un matériau diélectrique en polymère (résine époxy renforcée par des fibres de verre) sur lequel sont gravées des pistes conductrices en cuivre par laminage. Dans le cas du SMI, le diélectrique est ensuite collé sur une semelle métallique (de 1 à 3 *mm d'épaisseur*), le plus souvent en aluminium [BUT10]. Les diélectriques polymères sont peu chers mais présentent une faible température de transition vitreuse (125°C) ainsi qu'une faible conductivité thermique (0,3 W/m.K), ne leur permettant pas de dissiper de fortes puissances [BOU10]. Ainsi, pour de fortes puissances et des températures de fonctionnement élevées, des substrats céramiques métallisés sont utilisés. Ils sont constitués d'un matériau diélectrique en céramique sur lequel est déposé une couche métallique conductrice (le plus souvent en cuivre) de chaque côté de la céramique. Ces matériaux allient des propriétés d'isolation électrique et de conduction thermique intéressantes, tout en étant stable mécaniquement à haute température. Ainsi, nous allons nous intéresser aux différents substrats céramiques existants pour des applications à hautes températures/tensions.

Les matériaux diélectriques céramiques :

Les caractéristiques et les propriétés thermomécaniques (voir tableau I.2) des quatre principales céramiques utilisées en tant que diélectrique en électronique de puissance sont les suivantes:

- L'alumine (Al₂O₃) est la céramique la plus commune et la moins coûteuse. C'est un matériau dont les procédés de fabrication et de mise en forme sont bien maitrisés. Cependant, en raison de sa faible conductivité thermique (24 W/m.K) l'alumine est limitée aux applications de faibles puissances et températures,
- Le nitrure d'aluminium (AIN) présente une conductivité thermique sept fois supérieure à celle de l'alumine (180 W/m.K). Cependant, il présente une faible résistance mécanique par rapport aux autres céramiques, c'est pourquoi l'AIN n'est disponible qu'en épaisseur importante (entre 0,65 et 1 mm). Du fait de sa faible tenue mécanique, l'AIN et sa métallisation en cuivre présente une faible résistance au cyclage thermique. Enfin, le coût d'un substrat à base d'AIN est environ 2,5 fois plus élevé que celui d'un substrat à base d'Al₂O₃ [CURAMIK]. Les substrats AIN sont donc privilégiés pour des applications à hautes performances thermiques engendrant de faibles niveaux de sollicitation mécaniques,
- Le nitrure de silicium (Si₃N₄) allie à la fois une bonne conductivité thermique (90 W/m.K), un coefficient de dilatation thermique quasi-identique à celui des puces (2,7 ppm/K), ainsi que d'excellentes propriétés mécaniques (ténacité 6,5 MPa/Vm et tenue mécanique en flexion 700 MPa). Sa bonne tenue mécanique lui permet d'être utilisé sans semelle et à faibles épaisseurs (0,25 à 0,32 mm [CURAMIK]), ce qui présente un intérêt du point de vue thermique (limitation du nombre d'interfaces), mais aussi en terme de densité de puissance (massique et volumique). Ainsi, pour les applications à fortes amplitudes de cyclages thermiques, de nombreux fournisseurs proposent aujourd'hui des substrats en Si₃N₄. En revanche son coût reste élevé comparé à l'Al₂O₃,
- **L'oxyde de béryllium (BeO)** présente des propriétés intéressantes, cependant ce matériau est toxique sous forme de poudre et de vapeur, ce qui limite son utilisation [SHE05].

État de l'art des modules de puissance Chapitre I

| | Al ₂ O ₃ | AlN | Si ₃ N ₄ |
|--|--------------------------------|--------------------|--------------------------------|
| Rigidité diélectrique (kV/mm) | 12 | 15 | 12 |
| Conductivité thermique (W/m.K) | 24 | 170 | 90 |
| CTE (ppm/K) | 6,8 | 4,7 | 2,7 |
| Module d'élasticité (GPa) | 340 | 320 | 310 |
| Contrainte max. en flexion (MPa) | 450 | 350 | 700 |
| Ténacité K₁c (MPa/√m) | 4 | 3,2 | 6,5 |
| Densité (g/cm ³) | 3,8 | 3,2 | 3,4 |
| Coût relatif : ref. Al ₂ O ₃ | 1 | 2,5 | 4 |
| Tableau I.2 : Propriétés des céra | miques constituant | les substrats de i | ouissance [Curamik] |

Afin de remplir toutes ses fonctions, le substrat céramique est associé à une couche métallique épaisse.

Les métallisations des substrats céramiques :

Les métallisations ont pour objectifs de connecter électriquement les composants, d'assurer la liaison mécanique par brasage avec les puces et la semelle, mais aussi de faciliter le transfert du flux de chaleur provenant des puces. Ainsi, en plus d'être stable mécaniquement, les métallisations doivent être bonnes conductrices électrique et thermique. Les matériaux actuellement utilisés sont le cuivre et l'aluminium.

L'épaisseur des métallisations doit être suffisamment importante de façon à supporter des densités de courants importantes. Elle varie entre 150 et 500 μ m. Cependant, les techniques de dépôts par couche mince (électrolytique ou PVD) ne permettent pas de réaliser des métallisations d'épaisseur supérieure à 20 μ m. Ainsi, il existe deux principales techniques permettant de reporter des feuilles métalliques épaisses sur un substrat céramique :

- Le procédé de « Direct Bonded Copper» (DBC) : le DBC est le procédé le plus répandu et maitrisé. Il permet de reporter une feuille de cuivre (*de 200 à 600 µm*) des deux côtés d'une céramique en Al₂O₃ ou AlN. Comme illustré figure I.9, la technique consiste, tout d'abord, à traiter thermiquement une feuille de cuivre sous oxygène de manière à former une couche d'oxyde en surface. D'après le diagramme de phase figure I.9.b, il existe un eutectique entre le cuivre et l'oxygène (*0,39% d'O massique*) à une température légèrement inférieure à la température de fusion du cuivre (*1066°C contre 1088°C*). La feuille de cuivre oxydé est alors appliquée sur la céramique puis l'ensemble est porté à une température de *1070°C*. La fusion de l'oxyde de cuivre permet la création d'oxydes mixtes avec l'aluminium (AlCuO₂ ou AlCu₂O₄) et ainsi la formation d'une interface forte entre l'alumine et le cuivre [SCH03]. Ce procédé peut aussi être utilisé pour métalliser l'AlN (voir figure I.9.a). Une étape d'oxydation du substrat est préalablement nécessaire afin de former une fine couche d'alumine (*de 1 à 3 µm*) à la surface de l'AlN [SCH03]. Il est également possible de réaliser des substrats similaires avec des métallisations en aluminium, on parle dans ce cas de DBA (« Direct Bonding Aluminium »).

État de l'art des modules de puissance Chapitre I



La brasure active « Active Metal Brazing » AMD : c'est la méthode la plus répandue pour métalliser le Si₃N₄. Elle repose sur l'utilisation d'une brasure d'apport (de type Ag-Cu) pour former un joint entre la céramique et une feuille en cuivre ou aluminium. Cependant, les alliages de brasure ne mouillent pas suffisamment les céramiques pour obtenir un assemblage de bonne qualité. Ainsi, un élément actif (Ti, Zr, Be...) est ajouté à la brasure Ag-Cu afin de réagir chimiquement avec la céramique. La réaction forme des composés intermétalliques qui pourront être mouillés par la brasure. Le titane est fréquemment utilisé en raison de sa grande réactivité avec l'oxygène, l'azote et le carbone. La figure I.10 présente la microstructure de l'interface entre les métallisations Cu et la céramique Si₃N₄, formée à partir d'une brasure AgCuTi (67,7%Ag - 27,4%Cu -4,9%Ti). La fusion de l'alliage s'effectue à 1027°C et la réaction entre Ti et Si₃N₄ permet la formation des intermétalliques Ti₅Si₃ et TiN qui possèdent une meilleure affinité chimique avec la brasure Ag-Cu et permettent donc un bon mouillage [NOM99]. L'alliage de brasure réagit également avec les feuilles Cu de façon à créer une interface forte.



Ainsi, l'assemblage céramique/métal ne s'effectue qu'à haute température, supérieure à 1000°C. La différence de CTE entre les céramiques et les métallisations engendre alors des contraintes résiduelles importantes lors du refroidissement des assemblages et lors des premiers cycles d'utilisation. Ces contraintes engendrent des problématiques de fiabilité des substrats céramiques en cyclage thermique, comme nous le verrons dans le chapitre I.4.

I.2.d Le drain thermique ou « semelle »

Le substrat isolant, supportant les puces de puissance, est ensuite assemblé sur un drain thermique.

Le drain thermique est constitué d'une plaque métallique de plusieurs millimètres d'épaisseur (de 1 à 5 mm). Il a pour principales fonctions d'assurer le support mécanique du module ainsi que d'évacuer la chaleur dissipée par les composants, à travers le substrat, vers le système de refroidissement. Afin d'assurer au mieux ces fonctions, le matériau utilisé doit présenter les propriétés suivantes :

| Thermiques | Mécaniques | Masses et coûts | | | | |
|--|--|---------------------|--|--|--|--|
| Excellente conductivité thermique [>150 W/m.K] | Bonne rigidité et tenue mécanique en flexion [>300 MPa] | Faible densité [<4] | | | | |
| CTE accordé avec celui du substrat céramique [entre 3 et 7 ppm/K] | Facilement usinable | Faible coût | | | | |
| Tableau I.3 : Propriétés optimales des drains thermiques | | | | | | |

Dans les premières applications, le cuivre a été très employé, en raison de son excellente conductivité thermique, de son faible coût et de sa facilité de mise en forme [ZEA09]. Cependant, son important CTE ainsi que sa densité élevée sont des freins à son utilisation.

Afin de bénéficier des hautes conductivités thermiques des métaux et des faibles dilatations thermiques des céramiques, des matériaux composites à matrice métallique et à renforts céramiques ont été développés. L'incorporation de renforts à faible dilatation et à faible densité dans une matrice métallique permet de réduire le CTE et la densité du matériau composite. Afin d'assurer le transfert des propriétés entre la matrice et les renforts, une bonne interface, chimique ou mécanique, entre les deux matériaux doit être formée.

Les propriétés thermiques des principaux composites utilisés en tant que drain thermique sont résumées dans le tableau I.4. On y trouve des matrices métalliques en cuivre (Cu) et aluminium (Al) renforcés par des particules de carbure de silicium (SiC), de silicium (Si), de tungstène (W), des fibres de carbone (FC) ou du diamant (D). Les micro-sections de ces matériaux sont illustrées sur la figure I.11. Suivant le pourcentage volumique de renforts ajouté, il est possible de faire varier les propriétés du composite, de manière à, par exemple, obtenir un CTE accordé à celui du matériau à assembler.

| | CTE (ppm/K) | Conductivité thermique (W/m.K) | Masse volumique (g/cm ³) | | |
|---|----------------------------|-----------------------------------|---|--|--|
| Cu | 17,8 | 400 | 8,96 | | |
| Al | 23,6 | 220 | 2,7 | | |
| Kovar (FeNi ₂₉ Co ₁₇) | 5 | 17 | 8,36 | | |
| CuW (80 - 90%W) | 8,3 - 6,5 | 180 - 200 | 15,7 - 17 | | |
| AlSiC (63% SiC) | 8 | 170 | 3 | | |
| AlSi (27% - 70% Si) [Osprey] | 17 - 7 | 170 - 120 | 2,6-2,4 | | |
| Al/FC (50% FC) [ICMCB ; Novapack] | 7// ; 23⊥ anisotropique | 230// ; 90⊥ anisotropique | 2,4 | | |
| Cu/FC (40% FC) [ICMCB ; Novapack] | 6∥ ; 18⊥ anisotropique | 320// ; 120⊥ anisotropique | 6,2 | | |
| Al/D (60% D) [ICMCB ; Novapack] | 7 | 500 | 3,17 | | |
| Tableau I.4 : Propriétés physiques des matériaux utilisés en tant que drain thermique | | | | | |



Les composites à matrice métallique (cuivre et aluminium) et à renforts carbonés (fibres de carbone, diamants) semblent être les matériaux les plus prometteurs. En effet, le procédé de fabrication par métallurgie des poudres est simple et économique et les propriétés obtenues correspondent aux critères d'utilisation en électronique de puissance. L'avantage d'utiliser des fibres de carbone comme renforts est de pouvoir facilement usiner la plaque de composite en drain thermique, contrairement aux renforts diamantés.

I.2.e Le boitier

Après assemblage, les matériaux du module sont placés dans un boitier, qui a pour principale fonction de protéger les composants de puissance mécaniquement mais aussi de l'environnement externe (humidité, poussière). Afin d'assurer la fiabilité du module, le boitier doit présenter une bonne tenue mécanique à haute température, un CTE accordé avec celui de la semelle (ou du substrat), une bonne tenue diélectrique, ainsi qu'une faible densité et un faible coût.

Selon l'application visée, et surtout selon les températures de fonctionnement, le boitier peut être constitué de différents matériaux :

- Pour des applications de faible puissance (< 100 kW) et faible température, un boitier en plastique surmoulé est utilisé. Le boitier est alors constitué d'un matériau polymère tel que le polyétheréthercétone (PEEK), le téflon (PTFE) ou des polymères à cristaux liquides (LCP). Les polymères thermoplastiques (PEEK et PTFE) possèdent des températures de transition vitreuse élevées (environ 150 °C), et peuvent ainsi résister ponctuellement à des températures de plus de 200 °C [HO09]. Les LCP, ne présentant pas de transition vitreuse, peuvent être utilisés jusqu'à 300 °C. L'assemblage puce/substrat/semelle est inséré dans le boitier en plastique puis ce dernier est vissé sur la semelle. Un boitier de puissance en plastique construit par Infineon (econoPACK 4) est illustré figure I.12.a,
- Pour des applications de forte puissance et une utilisation à haute température, un boitier métallique est préféré : un cadre métallique est alors brasé sur la semelle puis un capot métallique vient fermer le boitier. Le choix du matériau constituant le cadre du boitier est

similaire à celui de la semelle, même si les propriétés thermiques ont moins d'importance. Son CTE doit être accordé à celui de la semelle et des connecteurs (traversées) afin de réduire les contraintes thermomécaniques. Ainsi, le Kovar (FeNiCo) est couramment utilisé pour la fabrication des murs de boitier (sous forme d'anneaux), car il présente un CTE accordé avec celui des verres de scellement (verres borosilicatés : *5,9 ppm/K*), utilisés pour isoler électriquement les connecteurs du boitier [DIE04]. Dans certain cas, l'utilisation d'un boitier hermétique est nécessaire. Ils sont, en général sous vide ou rempli d'un gaz neutre (Ar, N₂), ce qui permet de limiter l'apparition de certains phénomènes physico-chimiques réduisant la durée de vie du module. Ainsi, le joint d'assemblage entre la semelle et le cadre du boitier se doit d'être hermétique. Les figures I.12.b et I.12.c illustrent des boitiers métalliques élaborés par Kyocera constitués d'un cadre en Kovar brasé sur une céramique (Si₃N₄) ou sur une semelle (*KYCM®-260 W/mK*) en fond de boitier. La figure I.12.d présente un boitier constitué d'un cadre en Kovar brasé sur une semelle en AID (Thales Alenia Space).



I.2.f Le procédé d'assemblage par brasage

Le brasage est un procédé d'assemblage qui permet de joindre deux pièces par l'intermédiaire d'un métal d'apport à bas point de fusion. Durant le procédé, la fusion du métal d'apport permet d'établir une jonction chimique, par la formation de composés intermétalliques (IMCs), à l'interface avec les substrats solides. C'est le procédé le plus utilisé, à ce jour, pour l'assemblage en électronique de puissance. Cependant, la fiabilité des joints de brasure est souvent le facteur limitant l'utilisation des modules de puissance à haute température. En effet, de par leurs caractéristiques physiques et métallurgiques, notamment leur grande ductilité, ils concentrent la majorité des contraintes thermomécaniques en absorbant les déformations induites par la différence de CTE entre les matériaux du module. De plus, du fait de leur faible température de fusion, les propriétés mécaniques des joints de brasure sont dégradées en fonctionnement, par fluage (voir chapitre IV).

Le procédé de brasage s'effectue en trois étapes successives :

- Dépôt du métal d'apport entre les substrats à assembler : les alliages de brasure sont disponibles sous forme de feuilles (préformes) ou de pâtes constituées de poudres d'un alliage distribuées dans un flux organique,
- **Traitement thermique** : le profil du cycle thermique est adapté à chaque brasure et doit permettre un bon mouillage des substrats, tout en limitant les phénomènes de diffusion entre la

brasure et les substrats, qui sont responsables de la croissance de couches IMCs interfaciales fragilisant le joint. Le brasage s'effectue donc à une température de *10 à 20°C* supérieure à la température du liquidus de la brasure. Afin de limiter les processus de diffusion, la durée du palier en phase liquide doit être courte et les vitesses de montées et descentes en température préférablement élevées (de l'ordre de plusieurs degrés Celsius par seconde). Un exemple de profil de température pour le brasage d'un alliage SAC est présenté figure I.13. La qualité de la brasure est fortement influencée par le cycle de refusion, c'est pourquoi il doit être optimisé grâce à l'expérimentation,

 Refroidissement de l'assemblage : la brasure est figée très rapidement en dessous de son point de fusion puis refroidie jusqu'à la température ambiante. Une faible vitesse de refroidissement permet de réduire les contraintes résiduelles induites dans le joint.



Dans la conception d'un module de puissance, au moins deux étapes d'assemblage sont réalisées successivement (attaches puce/substrat ou boitier/semelle puis substrat/semelle). La température de brasage étant supérieure à la température de fusion de l'alliage de brasure, il faut donc choisir deux brasures ayant des températures de fusion distinctes. La température de fusion de la première brasure doit être supérieure de 40°C à la température de fusion du second alliage [SHE04]. De plus, la température de fusion doit être suffisamment basse pour ne pas endommager les composants du module, tels que les puces en Si, mais suffisamment importante pour une application du module à haute température. En effet, au-delà d'une certaine température, l'activation thermique et les processus de diffusion commencent à dégrader les propriétés mécaniques des joints : les déformations viscoplastiques par fluage deviennent prépondérantes devant les déformations élastiques. Afin de conserver l'intégrité des joints, une température maximale de fonctionnement, inférieure à la température de fusion de l'alliage, est définie. Elle est donnée par le ratio entre la température de fonctionnement du joint et sa température de fusion, appelé température homologue :

$$Th = \frac{Tnom}{Tfus}$$

T_h : Température homologue,

 T_{nom} : Température nominale de fonctionnement du joint de brasure [K],

T_{fus}: Température de fusion du joint de brasure [K].

En électronique de puissance, la température homologue est fixée à $0.8T_{fus}$. Par exemple, une brasure dont la température de fusion est de $300^{\circ}C$, aura une température limite de fonctionnement de $185^{\circ}C$. Ainsi, du fait d'une température d'élaboration élevée et d'une faible température d'utilisation, le procédé d'assemblage par brasage n'est pas optimal pour une application à haute température en électronique de puissance.

Le choix de l'alliage de brasure s'effectue donc en fonction de sa température de fusion (qui fixe les températures d'élaboration et d'utilisation) mais aussi selon ses propriétés mécaniques, thermiques et électriques. Les propriétés optimales des joints de brasure sont les suivantes :

- Une faible température d'élaboration : inférieure à *310*°C pour l'attache puce/substrat et inférieure à *250*°C pour l'attache substrat/semelle,
- Une tenue mécanique à haute température : la brasure puce/substrat doit posséder une température de fusion supérieure à 300°C pour une application à haute température (180°C),
- Une conductivité thermique élevée : supérieure à 50 W/m.K,
- Un faible CTE : proche de celui des puces et du substrat isolant (< 20 ppm/K),
- Un faible module d'Young (< 50 GPa) : un faible module d'élasticité permet à la brasure d'être flexible et donc de réduire les contraintes induites dans le joint,
- Une tenue mécanique en cisaillement élevée : supérieure à 50 MPa,
- Une bonne résistance à la fatigue thermomécanique afin d'être fiable en cyclage thermique,
- Un comportement élastique ou plastique à haute température : un comportement élastoplastique et non viscoplastique (ou en fluage) en température permet d'améliorer la tenue à la fatigue thermomécanique de la brasure en cyclage thermique,
- Une faible résistivité électrique : inférieure à 20 $\mu\Omega.cm$ (pour l'attache puce/substrat),
- Une faible toxicité pour l'homme et l'environnement : la directive européenne RoHS (Restriction of the use of certain Hazardous Substances in electrical equipment), entrée en vigueur en 2006, vise à interdire l'utilisation des métaux lourds, comme le plomb ou le cadmium, dans les équipements électroniques. Il existe cependant des exemptions pour utiliser des brasures à fort taux de plomb pour l'attache de puces, en particulier dans le domaine militaire [BUT10],
- Un faible coût.

Il existe une grande variété d'alliages de brasure qui peuvent être classées selon leur point de fusion et leurs propriétés mécaniques. On distingue les brasures tendres à « basse température » de fusion et les brasures à « haute température » de fusion.

Les solutions d'attache « basse température » :

Les alliages de brasure à basse température de fusion sont majoritairement constitués d'étain, de plomb ou d'indium. Du fait de sa faible température de fusion (*183°C*), la brasure Sn₆₃Pb₃₇ était très répandue pour des applications à basse température. Cependant, l'élimination du plomb dans la composition des brasures a entrainé le développement de nouveaux alliages composés d'étain, d'argent ou de cuivre. Par exemple, les plus utilisés sont les alliages eutectiques Sn_{96,5}Ag_{3,5} et Sn_{95.6}Ag_{3.5}Cu_{0.9} (SAC). Les éléments d'alliages argent et cuivre sont souvent ajoutés en faible quantité afin d'améliorer les propriétés mécaniques (résistance à la fatigue) et de diminuer les points de fusion (composition eutectique) des brasures. La microstructure de la brasure Sn_{96,5}Ag₃Cu_{0,5} et le diagramme d'équilibre Ag-Sn correspondant sont illustrés sur la figure I.14 [FOU01].

Les brasures à faible température fusion (< 220°C) permettent un brasage à relativement basse température (< 250°C), ce qui limite l'endommagement des matériaux du module et les contraintes thermomécaniques. De plus, l'importante ductilité de ces brasures permet de relaxer les contraintes induites lors de l'étape refroidissement durant le brasage.

Cependant, du fait de leur faible température de fusion et de leur ductilité, ces joints présentent en température (dès 100 à 150°C) un fluage mécanique, qui peut conduire à leur rupture par fatigue. De plus, ces joints présentent une instabilité microstructurale, à cause de la croissance de couches IMCs créant ainsi une nouvelle interface fragile. Par ailleurs, il est impossible de réaliser plusieurs joints successifs sur un même assemblage, par l'intermédiaire de brasures SAC, sans re-fusionner ou endommager le joint précédemment formé (intégration 3D impossible). Les propriétés mécaniques, thermiques et électriques des principales brasures basses température sont résumées dans le tableau I.5.

Ainsi, du fait de leur faible résistance à la fatigue thermomécanique et donc de leur faible durée de vie en cyclage thermique, les alliages de brasure basse température, type SAC, ne sont pas adaptés à une application à haute température dans les modules de puissance.



Les solutions d'attache « haute température » :

Les brasures à haute température de fusion (> 280°C) sont constituées majoritairement de plomb, d'or ou de zinc. Les propriétés mécaniques et thermiques des principales brasures hautes température sont résumées dans le tableau I.5.

Les alliages de brasure à base de plomb (pb) :

La température de fusion des alliages de brasure à base de plomb augmente avec leur teneur en plomb. Ainsi pour des applications à haute température, comme l'attache de puce, l'alliage de brasure Pb₉₅Sn₅ (ou Pb_{95,5}Sn₂Ag_{2,5}) est utilisé. Les brasures à base de plomb sont ductiles et se déforment plastiquement, ainsi elles absorbent et relaxent les contraintes lors du procédé de brasage. Cependant, durant le cyclage en température, ces brasures présentent un comportement viscoplastique (fluage) et donc une faible résistance à la fatigue thermomécanique [KIM09]. Ainsi, elles présentent une faible durée de vie en cyclage et une faible température maximale de fonctionnement (inférieure à 200°C). De plus, les alliages contenant de hautes teneurs en plomb, bien que bénéficiant toujours d'une exemption RoHS, sont amenés à disparaitre. Ainsi, ces brasures ne sont pas adéquates pour une application dans les modules de puissance haute température.

Les alliages de brasure à base d'or

Les alliages de brasures à base d'or sont largement utilisés dans des applications industrielles, pour le report de puces mais aussi pour l'assemblage de boitier (type kovar) sur des semelles (type composite). Quatre alliages de composition eutectique sont principalement employés, possédant des températures de fusion élevées mais compatibles avec les matériaux de l'électronique de puissance : $Au_{80}Sn_{20}$ ($T_{fus}=280$ °C), $Au_{88}Ge_{12}$ ($T_{fus}=361$ °C), $Au_{96.5}Si_{3.5}$ ($T_{fus}=363$ °C) et $Au_{81}In_{19}$ ($T_{fus}=487$ °C). Les brasures à base d'or sont très employées en raison de leur bonne conductivité thermique et électrique ainsi que de leur résistance à la corrosion. Ces brasures possèdent surtout une bonne résistance au cyclage et à la fatigue thermomécanique. En effet, elles présentent un comportement plastique en température avec une limite d'élasticité élevée (280 MPa à 25°C pour $Au_{80}Sn_{20}$) et non viscoplastique comme les brasures ductiles.

Du fait de sa température de fusion intermédiaire, l'alliage AuSn est particulièrement utilisé pour la réalisation d'assemblages hermétiques en électronique de puissance. Les métallisations typiques des substrats pour le brasage à l'AuSn sont le nickel (Ni) et l'or (Au) électrolytiques. La couche de nickel joue le rôle de barrière à la diffusion tandis que le dépôt d'or en surface des pièces permet d'assurer un bon mouillage de la brasure mais aussi d'alimenter la brasure en or lors du brasage (couche d'or sacrificielle). En effet, en phase liquide, les atomes d'or diffusent dans la brasure. L'enrichissement de la brasure en or par rapport à l'étain conduit à une augmentation de sa température de re-fusion (composition différente de l'eutectique) et ainsi à la possibilité de réaliser plusieurs brasures AuSn successives sur un même assemblage. La microstructure de la brasure eutectique Au₈₀Sn₂₀ et le diagramme de phase Au-Sn correspondant sont présentés figure I.15.

Cependant, les brasures à base d'or sont rigides (composées d'intermétalliques Au-Sn, voir figure I.15) et le procédé d'élaboration par fusion de l'alliage s'effectue à haute température (> 300°C), ce qui induit des contraintes thermomécaniques importantes dans l'assemblage durant le refroidissement après brasage, pouvant entrainer la rupture du joint. Enfin, comme la concentration en or dans les brasures est élevée (> 80% massique), et que l'or un des métaux les plus chers du marché, le coût des brasures est relativement important. Ainsi, même si les brasures à base d'or sont adaptées pour une application en électronique de puissance, de nombreux inconvénients limitent leur utilisation.



Le procédé d'assemblage par brasage n'étant pas optimal pour une application à haute température en électronique de puissance, des technologies d'assemblage alternatives seront présentées dans la partie I.3. Les mécanismes de défaillance des alliages de brasure seront résumés dans la partie I.4. État de l'art des modules de puissance Chapitre I

| | Tempé (° | érature C) | | ité le) | té le | (5) | ca. Ient | (e) (e) | e e | |
|--------------------------------------|-------------|------------------|------------------------|---|-----------------------------------|----------------------------|-----------------------------------|-------------------------------------|------------------------|--|
| | Solidus | Liquidus | CTE (ppm/K) | Conductiv thermiqu (W/m.K | Résistivi électriqu (μΩ.cm) | Module d'Young (GPa) | Tenue mé en cisaillem (MPa) | Comportem mécaniqu | Résistanc au fluago | |
| | | | Brasu | res basses | températu | ire de fusio | n | | | |
| Sn ₆₃ Pb ₃₇ | 183 | 183 | 24 | 51 | 14,5 | 16 | 30 | Viscoplastique loi de Anand | Très Faible | |
| Sn95.6Ag3.5Cu0.9 | 217 | 217 | 22 | 55 | 10-15 | 52 | 35 | Viscoplastique loi de Anand | Faible | |
| Sn _{96.5} Ag _{3.5} | 221 | 221 | 22 | 33 | 10-15 | 50 | 35 | Viscoplastique loi de Anand | Faible | |
| | | Bras | ures haut | te tempéra | ture de fus | ion à base | de plomb | | | |
| Pb92.5Sn5Ag2.5 | 299 | 304 | 25 | 26 | 25 | 18 | 25 | Viscoplastique loi de Anand | Faible | |
| $Pb_{95}Sn_5$ | 310 | 314 | 28 | 35 | 21 | 16 | 25 | Viscoplastique loi de Anand | Faible | |
| | | В | rasure ha | aute tempé | rature de f | usion à bas | se d'or | | | |
| $Au_{80}Sn_{20}$ | 280 | 280 | 16 | 57 | 16 | 65 | 275 | Plastique σ _y =275MPa | Modérée | |
| $Au_{88}Ge_{12}$ | 361 | 361 | 13 | 44 | 15 | 73 | 185 | σ _y =185MPa | Elevée | |
| Au96.5Si3.5 | 363 | 363 | 12 | 27 | 4 | 83 | 255 | σ _y =220MPa | Elevée | |
| $Au_{81}In_{19}$ | 487 | 487 | 15 | 28 | 20 | - | 250 | - | Elevée | |
| Tableau I.5 | : Proprié | etés méca IMA | niques, tł T151 [ZE | <u>Tableau I.5</u> : Propriétés mécaniques, thermiques et électriques des principaux alliages de brasure à 25°C [MAT15] [ZEA09] [ZHA14] [MPDB] [BOU10] [SON02] | | | | | | |

I.2.g L'encapsulation

Si le boitier n'est pas hermétique, l'utilisation d'un encapsulant est nécessaire afin de protéger les composants et les fils de bonding de l'environnement extérieur, et notamment de l'humidité et des différents gaz. L'encapsulant permet également d'améliorer la tenue en tension du module en apportant une isolation diélectrique supplémentaire entre les pistes conductrices (rigidité diélectrique de l'encapsulant doit être supérieure à celle de l'air (1 kV/mm)).

L'encapsulant le plus employé est le gel silicone (voir illustration figure I.16), mais ce dernier possède une tenue en température limitée à 175 °C. Les gels acryliques et époxys possèdent une meilleure tenue en température mais sont limités par leur grande rigidité pouvant endommager les composants durant leur fonctionnement. Ainsi, pour des environnements sévères, les boitiers hermétiques fermés sous azote (N₂) sont préférés aux gels d'encapsulations afin d'assurer la protection des puces contre les agents extérieurs polluants et d'améliorer leur tenue diélectrique (rigidité diélectrique de N₂ supérieure à 15 kV/mm) à haute température (> 200 °C).

⁵ Du fait des faibles températures de fusion des alliages de brasure, leurs propriétés mécaniques sont fortement dépendantes de la température. Les modules d'Young (et limites élastiques) des principales brasures en fonction de la température sont présentés dans le chapitre IV.

⁶ Les lois de comportement mécanique des principales brasures sont présentées chapitre IV. Ces lois sont utilisées pour la modélisation numérique du comportement thermomécanique des modules en température.



Figure I.16 : Encapsulation d'un module de puissance par un gel silicone transparent [WAC14]

I.2.h Le système de refroidissement

La puissance thermique dissipée par une puce en silicium de 1 cm^2 peut aller jusqu'à 300 W/cm^2 [ZEA09]. Ainsi, de façon à maintenir la température de jonction des composants en-dessous de leur valeur critique, le module de puissance est fixé sur un système de refroidissement. Ce dernier doit posséder d'excellentes propriétés thermiques, une grande surface de contact avec la semelle tout en limitant le nombre d'interface et une faible densité. Dans le domaine des fortes puissances, il existe plusieurs technologies dont les principales sont résumées ci-dessous :

- Dissipateurs à convection naturelle munis d'ailettes : les performances thermiques de ce type de dissipateur thermique sont assez faibles, avec une densité de flux de chaleur dissipée entre 20 et 80 W/cm² [MEN10],
- Plaque froide avec circulation forcée d'un fluide caloporteur : l'exemple le plus classique est l'utilisation d'une plaque à eau sur laquelle le module est fixé. Ce système présente une meilleure dissipation thermique (100 W/cm²) mais possède une masse importante et nécessite un système de refroidissement de l'eau qui s'est échauffée en traversant la plaque. De plus, afin d'assurer un bon contact entre la semelle (ou le substrat) et la plaque, c'est-à-dire sans bulle d'air peu conductrice thermique, une pâte thermique est appliquée entre les deux éléments. Cette pate se comporte comme une interface thermique supplémentaire, diminuant la densité de flux de chaleur dissipée,
- Afin de limiter le nombre d'interface entre les puces et le refroidisseur et donc de réduire la résistance thermique de l'assemblage, des systèmes de refroidissement intégrés dans la semelle ou le substrat sont développés : des ailettes ou des micro-canaux dans lesquels circule un fluide sont réalisés directement dans ces matériaux (voir figure I.17 [OCC98]),

Il existe de nombreuses possibilités pour le refroidissement des modules de puissances. Le choix d'une solution est réalisé en prenant en compte les spécificités de chaque application, notamment la densité de puissance à évacuer et les contraintes de masse et de volume.



I.2.i Les interconnexions électriques

La technologie la plus utilisée pour réaliser les connexions électriques internes des modules de puissance sont les fils de bonding. Ces derniers servent à relier électriquement les puces au substrat, les puces entre elles et les puces aux connecteurs externes. Les fils de bonding sont généralement constitués d'aluminium. L'aluminium est très employé car il est peu cher, possède une conductivité électrique suffisante et son procédé de soudage sur la métallisation face avant de la puce en aluminium est simple et maitrisé [MEN10]. Les fils de bonding, parcourus par de forts courants et à des fréquences élevées, sont associés en parallèle afin de limiter les pertes et leur auto-échauffement (voir figure I.18.a). Pour des courants importants, les fils de bonding mis en parallèle peuvent être remplacés par un ruban (voir figure I.18.b). Bien qu'il soit moins flexible qu'un fil de bonding, le ruban offre des performances électriques plus intéressantes. De plus, sa mise en place sur une métallisation d'une puce est moins coûteuse que celle de plusieurs fils de bonding.



1,5 mm) pour les connexions électriques d'une puce thyristor (*24 x 24 mm²*) [LUE05] Malgré la maturité technologique du procédé, les connexions électriques par fils de bonding en

Malgré la maturité technologique du procédé, les connexions électriques par fils de bonding en aluminium présentent des inconvénients limitant leur utilisation dans les modules de haute puissance. Les limites se situent à la fois aux niveaux mécaniques, thermiques et électriques :

- La différence de CTE entre la puce en silicium (2,5 ppm/K) et les fils en aluminium (24 ppm/K) engendre d'importantes contraintes thermomécaniques en température, conduisant à la déconnexion des fils de bonding. La fissuration ou le décollement des fils de câblage est un des principaux modes de défaillance des modules de puissance. Afin d'améliorer la fiabilité des interconnexions, des fils de bonding en cuivre peuvent être utilisés à la place de l'aluminium (procédé développé par Infineon, voir figure 1.8). En effet, par rapport à l'aluminium, le cuivre possède un CTE plus proche de celui du silicium, une meilleure tenue mécanique ainsi que de meilleures propriétés électriques et thermiques,
- D'un point de vue thermique, dans un module de puissance utilisant la technologie « wire bonding », le refroidissement des puces ne peut se faire que par la face arrière de celles-ci. Ainsi, les limites thermiques du module ne permettent pas de fonctionner avec des densités de puissance élevées,
- D'un point de vue électrique, les fils de bonding, avec leurs boucles et leurs longues distances d'interconnexion, se comportent comme des inductances parasites. Ces inductances parasites provoquent des surtensions au niveau de l'interrupteur de puissance et une augmentation des temps de commutation, induisant des pertes et un échauffement plus important. Les risques de court-circuit à cause des fils de bonding sont importants, pouvant induire des explosions à

l'intérieur du module lors de son fonctionnement à haute fréquence et haute puissance, comme illustré figure I.19 [SCH13].



<u>Figure I.19</u> : Explosion d'un module de puissance par court-circuit (sur-intensité liée aux connexions par fils de bonding en parallèles) [SCH13]

Ainsi, les limites mécaniques (défaillance des fils), électriques (inductance parasite) et thermiques (refroidissement simple face) des fils de bonding ne permettent pas d'obtenir des performances électromagnétiques suffisantes pour la montée en puissance et en fréquence. Ainsi, afin d'augmenter les densités de puissance de travail des modules électroniques, des technologies de packaging et d'interconnexions tridimensionnelles (3D) des puces semi-conductrices sont en cours de développement. En particulier, comme illustré sur la figure I.20, la technologie d'interconnexion 3D par report direct, qui consiste à effectuer un assemblage double face de la puce par deux DBC (assemblage DBC/puce/DBC), apparait comme une des solutions les plus adaptées. En effet, en plus de s'affranchir des problèmes de fiabilité des interconnexions par fils de câblage, ces structures présentent d'excellentes propriétés thermiques avec un refroidissement double face sur de larges surfaces. De plus, elles présentent de bonnes performances électriques en permettant le passage d'un important courant au travers de larges surfaces avec de faibles inductances parasites. Elles permettent également de bonnes densités d'intégration, avec la possibilité de réaliser des assemblages multicouche en 3D (DBC/Puce/DBC/Puce/DBC...) et donc d'augmenter la densité de puissance du module.



Cependant, afin de faciliter l'assemblage mais également d'améliorer la fiabilité en température du module, l'élimination des joints de brasure est nécessaire. En effet, ces derniers ne permettent pas la réalisation de plusieurs assemblages successifs et sont sensibles à la fatigue thermomécanique. C'est pourquoi, dans la troisième partie de ce premier chapitre, nous allons recenser et présenter les différents procédés d'assemblage alternatifs aux brasures, permettant d'améliorer la fiabilité des assemblages à haute température.

I.3 Les technologies d'assemblage alternatives

Comme décrit précédemment, l'évolution de l'électronique de puissance vers des températures de fonctionnement et des densités de puissance de plus en plus élevées nécessite le remplacement des joints de brasures par des techniques de report alternatives. Ces joints de report doivent présenter de meilleures propriétés que les brasures, à la fois au niveau électrique, thermique et mécanique. En particulier, ces derniers doivent présenter une tenue mécanique à une température supérieure à sa température d'élaboration, ainsi qu'une bonne fiabilité au cyclage et à la fatigue thermomécanique à haute température (supérieure à 200°C). Pour une application industrielle, le procédé d'élaboration se doit d'être adapté à la production de masse (par exemple sans application de pression) et aux matériaux de l'électronique (métallisations Cu, Ag, Au), mais aussi être peu coûteux. Les différents procédés alternatifs recensés dans la littérature, ainsi que les propriétés des joints formées sont détaillés dans la suite de ce chapitre.

I.3.a Le frittage de pâte d'argent

Le procédé de frittage d'une pâte d'argent permet de former à basse température, (inférieure à $300\,^{\circ}$ C, soit comparable à la température de fusion des brasures) un joint d'assemblage en argent possédant une température de fusion ($960\,^{\circ}$ C, soit la température de fusion de l'argent) plus élevée que sa température d'élaboration. Le principe du procédé est identique à celui du frittage en phase solide et consiste à densifier une poudre en matériau massif grâce à un apport d'énergie thermique, mais sans fusion des constituants. Contrairement aux brasures, la formation du joint s'effectue donc sans changement de phase, par diffusion entre les grains de poudre en phase solide. Ainsi, pour une application dans des conditions sévères de température ($200\,^{\circ}$ C), la température homologue d'un joint fritté argent est $0,38T_{fus}$ tandis qu'elle est de $0,85T_{fus}$ pour un joint de brasure AuSn, soit audessous de la valeur limite où l'activation thermique commence à dégrader les propriétés mécaniques des joints par des mécanismes de diffusion. Le joint d'argent présente donc une bonne résistance au fluage pour les températures d'utilisation du module. En plus de sa température de fusion élevée, l'argent massif présente d'excellentes conductivités thermiques et électriques (respectivement 429 W/m.K et $63.10^6 S.m^{-1}$) et une bonne résistance à l'oxydation permettant un frittage sous air.

Afin de simplifier le procédé et de pouvoir appliquer la poudre d'argent comme une pâte à braser, la poudre est transformée en pâte, par ajout de deux principaux additifs organiques : un liant permettant de disperser les particules d'argent et un diluant permettant de contrôler la viscosité de la pâte. Selon la taille des grains de poudre (principalement pour les tailles nanométriques), un dispersant peut être ajouté afin d'éviter l'agglomération des grains avant frittage. Les pâtes commerciales utilisées pour le frittage d'argent ont une concentration massique d'argent comprise entre 70 et 80 %.

Le procédé de frittage d'argent a commencé à être développé par Schwarzbauer and al. [SCH91] au début des années 1990 pour le report de puces en électronique de puissance. Ce procédé consiste tout d'abord à déposer une couche de pâte d'argent micrométrique (environ $100 \ \mu m$) sur le substrat par sérigraphie. Le substrat et les puces semi-conductrices doivent présenter une métallisation ayant une bonne affinité avec l'argent, comme l'or ou l'argent, afin de former des interfaces de bonnes qualités. Ensuite, comme illustré figure I.21, une importante pression, d'environ $40 \ MPa$, est

appliquée sur l'assemblage, afin de réduire la température de frittage entre 200°C et 300°C. Le frittage de micro-pâtes d'argent sous haute pression est aujourd'hui la technologie la plus avancée, puisqu'elle est utilisée dans le secteur industriel, notamment par la société *Semikron*, qui a déjà introduit ce procédé sur ses chaines de production. Un joint dense, possédant une tenue en cisaillement supérieure à 50 MPa, est alors élaboré en un temps court (5 minutes) à 250°C. La porosité du joint formé dépend très fortement de la pression appliquée lors du procédé. En effet, comme illustré sur les micrographies de *Semikron* figure I.21.b, avec une pression de 40 MPa la porosité du joint est de 5%, tandis qu'elle augmente à 20% lorsque la pression est divisée par quatre soit 10 MPa [GOB10]. Le taux de porosité a une grande influence sur les conductivités thermique et électrique du joint mais aussi sur son module d'Young et sa tenue mécanique. Ainsi, une faible porosité est préférable afin d'augmenter les conductivités et la tenue mécanique.



L'application d'une importante pression (40 MPa) est un frein au développement de cette technologie. En effet, contrairement aux brasures, où le procédé est réalisé dans un four classique, le frittage d'Ag sous pression nécessite l'utilisation d'un équipement spécifique ainsi qu'une attention particulière afin d'éviter d'endommager les composants à assembler. Le procédé d'élaboration complexe engendre donc des coûts de production supplémentaires. Afin de réduire la pression d'assemblage, tout en conservant les excellentes propriétés de l'argent fritté à 40 MPa, les pâtes d'argent ont connus un important développement depuis quelques années. Deux types de pâtes ont été mises au point afin de réduire la pression d'assemblage à 5 MPa, voire de réaliser le frittage sans pression : une pâte d'argent micrométrique avec ajout d'additif (mAgic) [XIN14] et une pâte d'argent nanométrique (NanoTach) [BAI05].

Les pâtes d'argent micrométriques avec ajout d'additif (mAgic) :

Hereaus est le principal fournisseur de pâte à fritter dont les particules d'argent, de type « flakes », sont de tailles micrométriques. Afin de réduire la pression de frittage, voire de réaliser un frittage sans pression, un additif est ajouté à la pâte en plus ou moins grande quantité. L'additif est le carbonate d'argent (Ag₂CO₃). Durant le traitement thermique, le carbonate d'argent se décompose en oxyde d'argent puis en nanoparticules d'argent. Ces nanoparticules très réactives peuvent s'insérer entre les grains micrométriques et permettent ainsi d'exacerber la force motrice de frittage.

Le profil thermique optimal pour le frittage consiste à effectuer, tout d'abord, un déliantage rapide de la pâte à 80°C durant 10 minutes, puis l'assemblage est fritté à 250°C durant 60 minutes, avec une vitesse de montée en température standard de 10°C/min. La pression optionnelle est appliquée après la phase de déliantage, afin de favoriser l'évaporation des solvants.
Sur la figure I.22, illustrant les microstructures des joints argent frittés sous faible pression (5 MPa) et sans pression (0 MPa), nous observons que l'application d'une charge est nécessaire afin de former un joint homogène et de bonne qualité. En effet, sous 5 MPa, le joint en argent est dense à 80% et possède une tenue mécanique en cisaillement supérieure à 70 MPa (supérieure à la limite du capteur de force de la machine de shear-test), ainsi qu'une conductivité thermique d'environ 150 W/m.K. En revanche, le frittage de la pâte avec additif sans pression engendre la formation d'un joint poreux (plus de 40% de porosité), affectant la tenue mécanique de la puce (20 MPa) ainsi que sa conductivité thermique (70 MPa). Les propriétés du joint d'argent fritté sans pression restent néanmoins toujours supérieures à celles des joints de brasure (voir tableau I.6).



Les pâtes d'argent nanométriques (NanoTach) :

La société *NbeTech* est le principal fournisseur de pâte contenant des particules d'argent de taille nanométriques (*30 nm*). L'intérêt de l'utilisation de nanoparticules très réactives est de pouvoir réaliser le frittage des particules sans appliquer de pression et donc de faciliter l'industrialisation du procédé d'assemblage. NbeTech commercialise trois types de pâte qui se différencient selon la nature des métallisations (Ag, Au ou Cu) des substrats et la température de frittage (*230 à 270°C*).

Cependant, du fait de la quantité importante d'additif (notamment de dispersant) contenu dans les pâtes nanométriques, le procédé de frittage est relativement complexe. En effet, plusieurs paliers de déliantage (à 50°C et 100°C) sont nécessaires afin d'éliminer les additifs organiques de façon lente et homogène, et ainsi d'éviter la formation de canaux d'évaporation qui dégraderaient la couche d'argent frittée. L'évaporation des solvants et le frittage des nanoparticules engendrent une diminution de 50 % de l'épaisseur du joint, empêchant l'élaboration d'un joint épais. De plus, cet important retrait du joint, qui est contraint entre les composants à assembler, engendre des contraintes internes pouvant entrainer sa délamination. Comme illustré figure I.23.a, du fait de la faible épaisseur du joint, le report d'une puce sur un substrat DBC rugueux est impossible par frittage d'argent nanométrique sans pression. Il est possible de contourner ce problème en déposant successivement deux couches de pâte d'épaisseur inférieure à 50 µm et en réalisant le déliantage de la première couche avant le dépôt de la seconde couche. Cependant, cette étape supplémentaire augmente la durée du procédé, qui est déjà très longue (déliantage d'une heure). Le frittage successif des deux couches de pâte sous une pression de 6 MPa permet la formation d'un joint argent dense (voir figure I.23.b). L'application d'une pression (< 6 MPa) semble nécessaire pour l'assemblage de grandes mais aussi de petites surfaces. Effet, elle permet d'assurer un bon contact et donc une bonne adhésion entre le joint fritté et les métallisations des composants, malgré l'évaporation du dispersant.



Actuellement, en raison du risque sanitaire des nanoparticules, de leur faible stabilité, de la complexité du procédé de frittage et du coût important de la production de nano poudres, le frittage de pâtes nanométriques fait plutôt l'objet de recherches académiques.

Les propriétés des joints argent frittés à partir d'une pâte *NbeTech*, en comparaison avec celles des pâtes frittées d'*Heraeus* et d'une brasure SAC, sont illustrées tableau I.6. Ces propriétés « fabricants » sont données à titre indicatif car ces valeurs dépendent des conditions expérimentales de frittage, mais aussi des méthodes de mesure. Par exemple, il est difficile de savoir si les propriétés annoncées par *NbeTech* sont obtenues à partir d'un procédé avec ou sans pression.

En conclusion, du fait des nombreux inconvénients liés à l'utilisation des nano pâtes d'argent, le procédé frittage de pâtes micrométriques, fournis par *Heraeus*, semble être le meilleur candidat pour le remplacement des joints de brasures. En effet, l'ajout d'additif dans les pâtes permet de réduire la pression d'assemblage à *5 MPa*, tout en formant un joint mécaniquement fiable à haute température et possédant d'excellentes propriétés thermiques et électriques. Cependant, une attention particulière devra être portée sur le choix des métallisations des substrats afin d'éviter la dégradation des interfaces joint/métallisations en cyclage ou vieillissement thermique. De plus, les pâtes d'argent sont relativement coûteuses et le procédé nécessite une pression d'assemblage importante, incompatible avec une production de masse.

| | Ag massif | Pâte μm <i>40 MPa</i> | mAgic 5 MPa | mAgic <i>0 MPa</i> | NanoTach <i>« 0 MPa »</i> | Brasure SAC |
|--|--------------|--------------------------|----------------|-----------------------|------------------------------|----------------|
| Température de fusion (°C) | 961 | 961 | 961 | 961 | 961 | 217 |
| Température d'assemblage (°C) | - | 250 | 250 | 250 | 285 | 250 |
| CTE (ppm/K) | 18 | 19 | 19 | 19 | 19 | 22 |
| Conductivité thermique (W/m.K) | 429 | 220 | 170 | 70 | 240 | 55 |
| Résistivité électrique (μΩ.cm) | 1,5 | <7 | <7 | 8 | 2,6 | 15 |
| Module d'Young (GPa) | 83 | 70 | 50 | 25 | 10 | 52 |
| Tenue en cisaillement (MPa) | 150 | >50 | >50 | 20 | 30 | 40 |
| Taux de porosité | - | 5% | <20% | 40% | <30% | - |
| <u>Tableau I.6</u> : Propriétés des joints d'argent fritté en fonction du type de pâte utilisé et des conditions | | | | | | |
| expérimen | tales [Hera | eus] [SCH10] | [XIN14] [ZF | IAU5] [KRA1 | 3] [BAI05] | |

I.3.b Le collage par adhésifs conducteurs

Les adhésifs conducteurs ou ECA (Electrically Conductive Adhesives) sont considérés comme une alternative intéressante aux alliages de brasure étain-plomb pour le montage de composants électroniques (par exemple par SMT (Surface Mount Technology) sur un PCB (Printed Circuit Board)), mais aussi pour l'attache de puce de puissance sur un substrat ou pour l'assemblage d'un substrat sur une semelle. Ils sont constitués d'une matrice polymère, assurant les propriétés mécaniques du joint ainsi que l'adhérence avec les substrats, chargée par des particules métalliques apportant les propriétés de conduction thermiques et électriques. Les polymères thermodurcissables tels que les résines époxy ou les silicones sont les matrices les plus courantes, tandis que les renforts les plus employés comme charge conductrice sont les particules d'argent.

Il existe deux types d'adhésif conducteur suivant la quantité de charge métallique qu'ils contiennent [LI05] :

- Les adhésifs conducteurs isotropiques (ICA) (voir figure I.24.a) : ces adhésifs présentent un taux de renfort supérieur au seuil de percolation (généralement supérieur à 20% volumique), permettant ainsi une conductivité dans les trois directions de l'espace. Le procédé de mise en œuvre de l'adhésif s'effectue dans des conditions douces et simples, par polymérisation de la matrice à faible température (*entre 150 et 200°C*). Les charges sont généralement sous forme de « flakes » d'argent, possédant une grande surface spécifique et donc assurant un maximum de contact entre les particules. Les résines époxy chargées argent sont les adhésifs conducteurs les plus employés (voir figure I.24.c),
- les adhésifs conducteurs anisotropiques (ACA) (voir figure 1.24.b) : ces adhésifs présentent un faible taux de charge métallique (entre 5 et 20%), inférieur au seuil de percolation. Ainsi, l'adhésif est isolant dans les plans X-Y à cause des faibles surfaces de contact entre les particules chargées. Cependant, durant la polymérisation de la matrice, l'application d'une pression verticale permet d'assurer une liaison entre les surfaces à connecter, au travers des charges métalliques. Ainsi, l'adhésif est conducteur suivant l'axe vertical.



Les propriétés moyennes des adhésifs conducteurs en comparaison avec celles des brasures SAC sont illustrées dans le tableau I.7 ci-dessous :

| | Adhésif conducteur | Brasure SAC | | | |
|---|--------------------|-------------|--|--|--|
| Température max. de fonctionnement (°C) | 200°C | 175°C | | | |
| Température d'assemblage (°C) | [150-200°C] | 250 | | | |
| CTE (ppm/K) | 50 | 22 | | | |
| Conductivité thermique (W/m.K) | <20 | 55 | | | |
| Résistivité électrique (μΩ.cm) | <50 | 15 | | | |
| Module d'Young (GPa) | 4 | 52 | | | |
| Tenue en cisaillement (MPa) | 15 | 40 | | | |
| <u>Tableau I.7</u> : Propriétés des adhésifs conducteurs en comparaison avec une brasure SAC [LI05] | | | | | |

Ainsi, le principal avantage des adhésifs conducteurs est la simplicité du procédé d'élaboration, qui s'effectue, par rapport aux brasures, dans des conditions moins sévères en termes de contraintes résiduelles (à faible température) et sans l'utilisation de matériaux nocifs pour l'environnement (pas de plomb ni de flux). Ce procédé permet de former un joint ductile, possédant une température de fonctionnement supérieure à sa température d'élaboration. Cependant, les faibles propriétés thermiques et électriques des joints sont un frein à l'utilisation de cette technologie en électronique de puissance. En effet, les faibles surfaces de contact entre les particules d'argent ne permettent pas une bonne conduction thermique. De plus, contrairement aux brasures, où l'adhésion entre le joint et les métallisations des substrats s'effectue par des liaisons métalliques, la quantité de résine est souvent importante proche des interfaces. Ainsi la résistance thermique d'interface des adhésifs conducteurs est importante. Enfin, les adhésifs conducteurs présentent une perte de leurs propriétés thermiques et électriques (perte du contact électrique) en cyclage thermique. Néanmoins, de nombreuses recherches sont actuellement en cours afin d'améliorer les propriétés thermiques et électriques des adhésifs conducteurs. Ces recherches portent sur l'incorporation de nouveaux renforts plus conducteurs, comme des nanotubes de carbone, et sur l'amélioration des interfaces entre les particules et les substrats. L'utilisation de nanoparticules d'argent a été étudiée afin de réaliser un frittage des particules durant la polymérisation et donc d'assurer un meilleur contact entre les particules et avec les métallisations des substrats. Toujours dans le but d'optimiser les contacts entres les charges et les métallisations, des particules à bas point de fusion (alliage étain/bismuth) ont été ajoutées dans la matrice polymère en plus des charges conductrices à haut point de fusion (cuivre, argent). La fusion des poudres à bas point de fusion, en dessous de la température de réticulation du polymère, permet de réaliser un réseau métallique et intermétallique conducteur entre les particules et les métallisations. Il s'agit du procédé de frittage en phase liquide transitoire qui est détaillé dans la suite de ce chapitre.

I.3.c Le frittage de pâte en phase liquide transitoire (TLPS)

Le frittage de pâte en phase liquide transitoire (TLPS) est un procédé hybride qui permet de former un joint d'interconnexion présentant à la fois les avantages des joints de brasure, à savoir une bonne conduction thermique et électrique grâce à la réalisation de liaisons métalliques, mais aussi des adhésifs conducteurs, c'est-à-dire une température de fonctionnement supérieure à la température d'élaboration du joint et une simplicité de mise en œuvre. Grâce à ses performances thermiques et électriques, les pâtes TLPS sont utilisées pour des applications d'attaches de puce de puissance ou pour la réalisation d'interconnexions en microélectronique (par exemple pour le packaging des wafers ou la fabrication de PCB), comme alternative aux alliages de brasure. La société *ORMET* est le principal fournisseur de ce type de pâte. Ainsi, le procédé TLPS est présenté en prenant pour exemple le frittage d'une pâte *Ormet* conçue pour l'attache de puce (pâte *Ormet 406*).

La pâte TLPS d'*Ormet* est constituée de différentes particules métalliques possédant des points de fusion différents, mélangés dans une phase organique. Avant traitement thermique, les différentes phases constituant la pâte sont les suivantes (voir figure I.25 [1]) [SHE14] :

- Des particules de cuivre à haut point de fusion (T_{fus}=1085°C) servant de charges conductrices,
- Des particules d'alliage étain/bismuth, à faible température de fusion : l'étain et le bismuth forment un eutectique de composition Sn61-Bi39, possédant une température de fusion de 138°C. La composition exacte de l'alliage n'est pas précisée, mais sa fusion s'effectue entre 175 et 215°C soit pour une concentration en étain supérieure à 80% atomique. La fusion de cette phase va permettre la formation d'un réseau métallique conducteur entre les charges en Cu et les substrats à assembler,
- Une phase organique en faible quantité par rapport à la composition des adhésifs conducteurs : cette phase joue le rôle de liant polymère (type résine époxy).

D'un point de vue expérimental, la pâte TLPS est tout d'abord déposée sur le substrat par sérigraphie ou par dispense, comme une pâte à braser standard. Ensuite, le profil du cycle thermique permettant le frittage de la pâte, c'est-à-dire la formation de liaisons métalliques entre les particules et les substrats, est similaire à celui du « reflow » d'une brasure SAC à *250°C* (voir figure I.25). L'évolution des différentes phases durant le traitement thermique est illustrée figure I.25 et commentée ci-dessous [SHE14]:

- 1) A température ambiante, la pâte est constituée de particules de Cu et d'alliage Sn/Bi en suspension dans une matrice polymère,
- 2) A 200°C, le flux contenu dans la phase organique réduit les couches d'oxyde de cuivre afin de permettre la réaction entre les particules de cuivre et la phase d'étain liquide,
- 3) Fusion de l'alliage Sn-Bi à 215°C : la phase liquide mouille les particules de Cu ainsi que les métallisations des substrats à assembler afin de créer un réseau métallique entre les différents matériaux. La phase liquide Sn et les particules de Cu vont alors inter-diffuser et réagir afin de former des composés intermétalliques (Cu₆Sn₅ et Cu₃Sn) à haut point de fusion (respectivement 415 et 676°C),
- 4) Les réactions de diffusion Cu/Sn vont alors former un réseau IMC solide (Cu₆Sn₅), liant métalliquement les charges de cuivre entre-elles et avec les substrats. La durée du procédé doit être suffisamment longue de façon à transformer l'étain liquide en IMC Cu₆Sn₅, mais suffisamment courte afin de ne pas consommer entièrement les grains de cuivre, très bon conducteurs. La durée en phase liquide est typiquement inférieure à *3 minutes*. L'étain étant entièrement consommé lors de la réaction de formation des IMCs, une phase de bismuth pure, possédant une température de fusion de *270°C*, solidifie et forme une phase tampon entre les composés IMCs. La phase polymère se situe également entre le réseau IMC.

Les propriétés physico-chimiques des joints TLPS (propriétés fabricant Ormet 406) en comparaison avec celles des adhésifs conducteurs et des brasures SAC sont présentées dans le tableau I.8.



| | TLPS | Adhésif conducteur | Brasure SAC | | | |
|---|---------------------|--------------------|-------------|--|--|--|
| Température max. de fonctionnement (°C) | > 260 | > 200°C | 175°C | | | |
| Température d'assemblage (°C) | < 250 | [150-200°C] | 250 | | | |
| CTE (ppm/K) | 22 | 50 | 22 | | | |
| Conductivité thermique (W/m.K) | 50 | < 10 | 55 | | | |
| Résistivité électrique (μΩ.cm) | < 35 | 50 | 15 | | | |
| Module d'Young (GPa) | > 50 | 4 | 52 | | | |
| Tenue en cisaillement (MPa) | 50 | 15 | 40 | | | |
| Tableau I.8 : Propriétés des joints TLPS en comparaison avec un adhésif conducteur et une | | | | | | |
| | brasure SAC [Ormet] | | | | | |

Ainsi, le frittage de pâte TLPS est un procédé hybride entre le brasage et le collage par adhésif conducteur. Le principal avantage du procédé TLPS est la possibilité de former un joint d'interconnexion possédant une température de fusion et donc une température de fonctionnement très supérieure à sa température d'élaboration (possibilité d'intégration 3D). En effet, la réaction entre une phase liquide transitoire d'alliage Sn-Bi, à faible température de fusion (entre *138°C et 230°C*), et les particules de cuivre permet la formation de composés IMCs solides Cu-Sn à haut point de fusion (supérieur à *400°C*). De plus, la fusion de la phase liquide, qui vient mouiller les différents éléments de l'interconnexion, à savoir les charges métalliques conductrices en Cu et les métallisations des substrats à assembler, permet la réalisation de liaisons métalliques entre ces matériaux. Ainsi, contrairement aux adhésifs conducteurs, les conductivités thermiques et électriques des joints TLPS sont plus élevées et la résistance thermique d'interface avec les substrats moins importante. La transformation de la phase liquide en IMC engendre la formation d'un réseau IMC reliant métalliquement les charges conductrices et les substrats. Ce réseau IMC permet

d'améliorer la fiabilité des interfaces charges/matrice à haute température et donc d'améliorer la stabilité des propriétés du joint en cyclage thermique. Cependant, la faible ductilité du joint, constitué d'un réseau IMC dur, engendre des contraintes thermiques importantes pouvant induire sa défaillance. Ainsi, des phases ductiles polymères (résine époxy) ou métalliques (Etain, Bismuth), jouant le rôle de couche tampon mécanique, peuvent être ajoutées au joint. Il existe donc différents types de pâte constitués d'une quantité de phase organique ou métallique plus importante afin de former des phases ductiles. Par exemple, la figure I.26 présente deux types de joint aux propriétés différentes : le joint figure I.26.a présente une quantité de phase organique ductile importante, tandis que dans le joints figure I.26.b la phase organique est remplacée par une phase métallique d'étain moins ductile.



<u>Figure I.26</u> : Différents joints formé par TLPS : (a) Joint avec réseau IMC et une phase tampon organique (résine époxy) [She14] ; (b) Joint avec réseau IMC et une phase tampon métallique (Sn) [JOR14]

I.3.d Le report par thermocompression Or-Or et Cuivre-Cuivre

Le report par thermocompression est un procédé industriel qui consiste à mettre en contact les métallisations de deux composants à assembler et à réaliser une attache entre les métallisations grâce à des processus de diffusion en phase solide. Il en résulte un joint métallique de même composition que les métallisations et qui possède donc les propriétés de ce métal. Afin d'assurer un contact intime entre les métallisations des composants à assembler, une pression relativement élevée est appliquée (entre 0,5 et 5 MPa), tandis que la diffusion est activée par un traitement thermique (entre 250 et 450°C). Des métaux ductiles, tels que le cuivre et l'or sont de bons candidats pour le report par thermocompression, car leurs déformations plastiques permettent un bon contact et une diffusion homogène entre les métallisations. De plus, ces métallisations sont très utilisées en électronique et présentent d'excellentes propriétés physico-chimiques.

Du fait de la faible rugosité et de la planéité des wafers de Si, le report par thermocompression est principalement employé pour le packaging des wafers (« wafer level packaging »), telles que l'intégration 3D des circuits intégrés (IC) par TSV (« Through Silicon Via ») ou le packaging de MEMS (Systèmes Micro-Electro-Mécaniques). En effet, les joints formés sont fiables mécaniquement, hermétiques et assurent les contacts électriques, même pour de faibles dimensions. Le procédé de thermocompression peut également être utilisé pour l'attache de puce type « flip-chip » ou l'assemblage de puce de puissance sur un substrat céramique. Pour ces applications, du fait de la rugosité et du faible parallélisme des substrats, l'épaisseur des métallisations doit être plus importante (de plusieurs micromètres).

Pour l'assemblage de wafers, le report par thermocompression s'effectue en trois principales étapes, de la préparation des substrats (wafers) à la formation du joint [FAN12] :

- 1) **Dépôt des métallisations** : tout d'abord, afin d'isoler le silicium du joint métallique, une couche de diélectrique SiO₂ est déposée sur le wafer. Ensuite, une couche barrière à la diffusion en titane (Ti), permettant d'éviter la diffusion de la métallisation dans le Si mais aussi d'améliorer l'adhésion du joint sur le wafer, puis une couche de germination en Cu ou Au sont déposées successivement par des techniques de dépôt physique en phase vapeur (PVD). Enfin, la métallisation en cuivre ou en or, dont l'épaisseur dépend de l'application (entre 0,2 et 10 μ m), est déposée par des techniques électrochimiques,
- 2) Traitement de surface : avant le report par thermocompression, un traitement des métallisations en cuivre est nécessaire afin de réduire les couches d'oxydes surfaciques. En effet, les oxydes sont des barrières à la diffusion et empêchent le contact et l'inter-diffusion entre les deux métallisations. Il existe différentes techniques de traitement, telles que le traitement humide à l'acide (wafers plongés dans l'acide chlorhydrique) ou le traitement thermique sous gaz réducteur (hydrogène sous forme d'acide formique ou H₂5%:Ar95%),
- 3) Report par thermocompression : les wafers, métallisés puis traités, sont enfin assemblés sous haute pression (entre 0,5 et 5 MPa) et à haute température (entre 250 et 450°C). La pression permet de déformer les substrats afin d'assurer un contact intime et une diffusion uniforme sur toute la surface des métallisations. La température doit être supérieure à 30% de la température de fusion des métallisations afin d'activer la diffusion de surface mais aussi aux joints de grains. Le palier en température nécessaire pour assurer la croissance cristalline à travers l'interface est relativement long, de 20 minutes à 1 heure [FAN12] [SPE09].

La figure I.27 présente un exemple d'assemblage de wafers par thermocompression Cu-Cu, réalisé sous vide, dans les conditions suivantes : sous 0,5 MPa à 300°C durant 1h, suivi d'un traitement thermique à 400°C durant 1h (sans pression) [TAN09]. Sur les micrographies, nous pouvons observer que le joint est constitué de cuivre et que l'interface initiale entre les deux métallisations n'est plus visible. Le joint en Cu présente également une relativement faible porosité, qui est induite par les irrégularités d'interface et par la contamination des surfaces. Cette porosité, influençant la tenue mécanique et les propriétés de conduction du joint, doit être diminuée.



Le report par thermocompression permet donc de former un joint métallique, de même composition que les métallisations des substrats à assembler (Cu ou Au), possédant une température de fusion supérieure à sa température d'élaboration (possibilité d'intégration 3D). Ainsi, ce joint présente d'excellentes propriétés mécaniques, thermiques et électriques, qui restent stables après cyclage et vieillissement à haute température. Cependant, ce procédé nécessite des conditions d'assemblage sévères, c'est-à-dire une importante pression de mis en contact des matériaux et une haute température. Ainsi, les matériaux de l'assemblage sont soumis à des contraintes mécaniques et thermomécaniques importantes pouvant induire leur endommagement. Enfin, ce procédé n'est pas adapté à l'assemblage de matériaux non plans ou possédant des métallisations rugueuses, comme l'assemblage puce/substrat ou substrat/semelle, car la surface de contact entre les métallisations serait faible et le joint non homogène. C'est pourquoi le procédé de thermocompression est particulièrement employé pour des assemblages de type « wafer-level ».

I.3.e Le report Intermétallique en phase liquide transitoire (TLPB)

Toujours dans le but d'élaborer un joint d'interconnexion stable mécaniquement à haute température et principalement à une température supérieure à sa température d'élaboration, le procédé de report intermétallique (IMC) en phase liquide transitoire (TLPB) a été développé. Il s'agit d'un procédé hybride entre le brasage à partir d'un alliage de brasure et le frittage de pâte TLPS. En effet, le report intermétallique TLPB repose sur la formation de composés IMCs comme moyen d'attache. Le procédé consiste à transformer entièrement un métal d'apport (sous forme de feuille métallique comme une préforme d'alliage de brasure) en composés IMCs, par des mécanismes de diffusion à basse température. Par exemple, l'étain constituant une brasure SAC va réagir avec les métallisations en cuivre des substrats à assembler, afin de former un joint constitué des phases IMCs Cu_6Sn_5 et Cu_3Sn . Les composés IMCs sont réputés pour leur température de fusion élevée et leur stabilité microstructurale à haute température. Ainsi, ce procédé d'assemblage permet de former à basse température (typiquement, inférieure à $300^{\circ}C$), un joint IMC chimiquement et mécaniquement stable à plus haute température (supérieure à $600^{\circ}C$ pour Cu_3Sn) et possédant de bonnes propriétés thermiques et électriques.

Le procédé de report IMC est donc une alternative aux joints de brasure pour des applications à haute température et/ou haute puissance, telles que l'attache de puces sur un substrat ou l'assemblage d'un boitier dans les modules de puissance. Le procédé TLPB permet également de réaliser des interconnexions de faibles épaisseurs et hermétiques pour le packaging au niveau des wafers, tels que l'intégration 3D par TSV ou l'encapsulation de MEMS, comme le procédé de thermocompression. La société *Infineon* a notamment développé et intégré ce procédé pour l'attache de puces dans ses modules de puissance (module .XT). Une micrographie du joint IMC Cu-Sn formé entre une puce métallisée en cuivre et un substrat DBC est illustrée figure I.28. L'assemblage est réalisé à faible pression (entre 5 *KPa et 5 MPa*), à une température supérieure à la température de fusion du métal d'apport, soit 250°C pour un alliage à base d'étain, durant 5 minutes [GUT12].



Les propriétés physico-chimiques d'un joint constitué de l'IMC Cu₃Sn, en comparaison avec celles des joints frittés argent et TLPS et des brasures SAC sont présentées dans le tableau I.9.

| | Cu₃Sn | Frittage Ag | TLPS | Brasure SAC | |
|--|-------|-------------|-------|-------------|--|
| Température max. de fonctionnement (°C) | > 400 | > 600 | > 260 | 175°C | |
| Température d'assemblage (°C) | 250 | 250 | 250 | 250 | |
| CTE (ppm/K) | 19 | 19 | 22 | 22 | |
| Conductivité thermique (W/m.K) | 70 | 170 | 45 | 55 | |
| Résistivité électrique (μΩ.cm) | 9 | < 7 | < 35 | 15 | |
| Module d'Young (GPa) | 110 | 50 | > 50 | 52 | |
| Tenue en cisaillement (MPa) | > 100 | > 50 | 50 | 40 | |
| <u>Tableau I.9</u> : Propriétés du joint Cu ₃ Sn élaboré par report IMC TLPB en comparaison avec les joints frittés Argent et TLPS et une brasure SAC [CHI07] | | | | | |

Ainsi, comme les différentes techniques de report alternatives aux brasures étudiées, le report intermétallique TLPB permet de former un joint possédant une température de fonctionnement $(>400^{\circ}C)$ supérieure à sa température d'élaboration $(250^{\circ}C)$. Le joint IMC formé (par exemple Cu₃Sn) présente également de bonnes propriétés mécaniques, thermiques et électriques, supérieures à celles des brasures SAC et AuSn. La phase IMC Cu₃Sn étant stable thermodynamiquement à haute température et dans le temps, les propriétés du joint n'évoluent pas en vieillissement et en cyclage thermique. De plus, contrairement au frittage d'argent, le procédé est simple (sans ou sous faible pression), économique (à partir d'un alliage de brasure à base d'étain) et propre (sans résidu de flux). Cependant, un inconvénient du procédé TLPB, freinant son industrialisation, est la dureté des composés IMCs, ne permettant pas au joint de relaxer les contraintes thermomécaniques induites durant le procédé d'assemblage ou son fonctionnement. Néanmoins, la ténacité des IMCs et leur adhésion sur les substrats étant élevées, une quantité d'énergie importante est nécessaire afin de fracturer les joints. Les contraintes sont alors relaxées par d'autres mécanismes non conventionnels (autre que la déformation viscoplastique de la brasure), comme la déformation des métallisations ou la microfissuration non destructive du joint. Ainsi, une meilleure compréhension du comportement mécanique des assemblages réalisés à partir d'un joint IMC, présentant une dureté supérieure à celle des métallisations, est nécessaire. Enfin, contrairement aux procédés de frittage de pâte d'argent et TLPS, où les fabricants fournissent la pâte et les conditions expérimentales d'élaboration du joint, il n'existe pas de protocole commercial et optimal pour le procédé de report IMC. Ce procédé nécessite donc un travail de développement et d'optimisation des paramètres d'assemblage.

En conclusion, cette étude nous a permis de déterminer trois principaux procédés de report alternatif aux alliages de brasure, adaptés au packaging des modules de puissance à haute température : le frittage de pâte d'argent et de pâte TLPS, ainsi que le report IMC en phase liquide transitoire. Le développement de ces procédés fait actuellement l'objet de nombreux travaux de recherche. Ces derniers sont même déjà industrialisés, par *Semikron* pour le frittage d'argent et par *Infineon* pour le report IMC. Cependant, du fait de la stabilité des composés IMCs à haute température et de leurs excellentes propriétés, mais aussi de la simplicité et du faible coût du procédé, adapté à une production de masse, nous avons choisi durant cette thèse de nous focaliser sur l'étude et le développement du procédé de report intermétallique en phase liquide transitoire TLPB.

I.4 Fiabilité des modules de puissance

L'aspect thermique est un des critères les plus importants à prendre en compte lors du choix du packaging des composants de puissance, car l'échauffement du module durant sa durée de vie est à l'origine de nombreuses défaillances. Les défaillances des modules interviennent au niveau de la puce de puissance et au niveau de son packaging, c'est-à-dire dans les joints de brasure, les substrats céramiques ou les fils de câblage. L'endommagement de ces différents matériaux conduit à des ouvertures de circuits électriques et/ou thermiques. Cela se traduit par le dysfonctionnement des modules, soit directement par perte de ses fonctions électriques (endommagement de la puce, des fils de câblage), soit indirectement par un échauffement excessif des composants, dû à l'augmentation des résistances thermiques par rupture des joints de brasure ou du substrat céramique.

L'endommagement des puces, par reconstruction de la métallisation en aluminium ou par fissuration du silicium, et la déconnexion des fils de câblage sont principalement liés aux contraintes induites par la différence de CTE entre le silicium constituant les puces (2,5 ppm/K) et l'aluminium (24 ppm/K) constituant les métallisations des puces et les fils de câblage. Dans cette partie, nous nous focaliserons sur la fiabilité et les principaux modes de défaillances des joints d'assemblage et des substrats céramiques, afin de déterminer les points faibles du packaging et de proposer des solutions alternatives.

I.4.a Les défaillances des joints de brasure

L'endommagement des joints de brasure est un des principaux modes de défaillance des modules de puissance, dont l'origine est principalement thermomécanique. Deux mécanismes d'endommagement sont généralement observés : la dégradation de la structure du joint au cours du temps par fatigue thermomécanique et la fissuration brutale du joint après brasage ou en fonctionnement due à sa fragilisation par croissance de couches intermétalliques ou par la présence de lacunes. Ces mécanismes de défaillance sont décrits ci-dessous :

L'endommagement par fatigue thermomécanique : durant le fonctionnement des puces, les variations cycliques de température, combinées aux différences de CTE des matériaux assemblés, induisent des contraintes thermomécaniques cycliques dans les joints de brasure. L'application cyclique des contraintes et l'accumulation de densité d'énergie de déformation dans la brasure est synonyme de fatigue. La fatigue se caractérise par l'amorçage puis la propagation de fissures pour des niveaux de contraintes pouvant être inférieurs à la limite d'élasticité du matériau. La dégradation du joint de brasure est causée par l'évolution de sa structure métallurgique avec la température et le temps par des mécanismes de fluage et de diffusion, ainsi que par les sollicitations thermomécaniques. La figure I.29 illustre le mécanisme d'endommagement par fatigue de la structure d'un joint de brasure. Cette structure initialement fine et régulière subit, avec la diffusion intergranulaire, une augmentation de la taille des grains par coalescence. Ce processus de croissance est activé par la température et l'énergie de déformation inélastique dissipée dans le joint durant le cyclage par fluage. Il s'accompagne de l'accumulation dans les joints de grains de différents oxydes et impuretés présents dans la brasure, jusqu'à leur fragilisation. À environ 25% d'avancement du processus de dégradation, des lacunes, créées par la diffusion rapide des impuretés dans les grains (effet Kirkendall), apparaissent aux intersections des joints de grains. Ces lacunes sont les zones de départ de microfissures qui se propagent le long des joints de grains avec un faible apport d'énergie, jusqu'à la rupture du joint de brasure [ENG97]. Par exemple, la figure I.30 présente la microstructure d'une brasure SAC endommagée par fatigue thermomécanique après cyclage thermique. Pour augmenter la durée de vie des joints en cyclage, ces derniers doivent présenter un point de fusion élevé par rapport à leur température de fonctionnement (soit une faible température homologue) afin de limiter les processus de diffusion, ainsi qu'un comportement élastique en température et non viscoplastique à l'origine des phénomènes de fluage dégradant la microstructure du joint.



Figure 1.29 : Mécanisme d'endommagement par fatigue d'un joint de brasure [ENG97]



Fissuration du joint à l'interface avec les couches intermétalliques (IMCs): durant le procédé de brasage, la dissolution des métallisations (Cu, Au, Ni) des pièces à assembler dans la brasure liquide entraine la formation et la croissance de couches IMCs, à l'interface entre le joint et les substrats. Durant le fonctionnement du module, les processus de diffusion en phase solide sont activés en température, ce qui engendre la croissance de ces couches IMCs. A fortes épaisseurs, elles peuvent conduire à l'affaiblissement des propriétés mécaniques du joint, se traduisant par l'initiation et la propagation de fissures à l'interface entre la couche IMC dure et la brasure ductile (voir figure I.31). Durant le brasage il est donc recommandé de réduire le temps d'exposition du joint en phase liquide et à haute température afin de minimiser les épaisseurs des couches IMCs.



Endommagement dû aux lacunes dans le joint de brasure : durant le refroidissement après brasage, les joints peuvent présenter des macro-pores (voir figure 1.32). Ces lacunes, en s'opposant à la conduction du flux thermique, sont responsables d'une augmentation de la résistance thermique de l'assemblage et engendrent la création de points chauds. Il se produit alors un échauffement excessif des puces, conduisant à leur dysfonctionnement. De plus, la présence de porosité dans le joint entraine une diminution de ses propriétés mécaniques et peut donc engendrer une rupture fragile du joint pour de faibles niveaux de contraintes. Afin d'améliorer la qualité du joint, le profil thermique de brasage doit être optimisé.



Dans la plupart des modules, les brasures inférieures substrat/semelle sont plus sollicitées mécaniquement que les attaches puce/substrat, du fait de la plus grande surface du joint et des plus grandes différences de CTE entre les matériaux assemblés. Cependant, le risque de défaillance au niveau de l'attache puce/substrat reste important, du fait des températures de fonctionnement élevées au contact de la puce. Afin de réduire ces contraintes et d'améliorer la fiabilité des assemblages, la diminution des surfaces d'assemblage et l'utilisation de matériaux à CTE adaptable, comme des semelles en matériaux composites, est souhaitable. De plus, le choix du procédé d'assemblage est crucial. Ce dernier doit permettre de former un joint peu sensible à la fatigue thermomécanique, présentant une microstructure stable à haute température et une faible porosité. Du fait de leur stabilité thermodynamique et de leur comportement élastique à haute température, les joints IMCs sont donc un excellent candidat pour le remplacement des joints de brasure.

I.4.b Les défaillances des joints de report alternatifs aux brasures

Afin d'évaluer la fiabilité et les mécanismes de défaillances des joints IMCs et des joints argent frittés, en comparaison avec les brasures de référence, des essais de vieillissements accélérés en cyclage actif ont été réalisés par la société *Infineon*. Le cyclage actif (ou power cycling) reproduit le fonctionnement d'un module électronique, où les contraintes sont induites par l'application d'un courant conduisant à l'auto-échauffement de la puce par effet joule. Des injections de puissance de courte durée (t_{on} de quelques secondes) favorisent l'endommagement de la puce et de son environnement proche (brasure, substrat), tandis qu'un cyclage de plus longue période (t_{on} de plusieurs dizaines de secondes) permet de solliciter l'assemblage complet (en particulier l'attache substrat/semelle). L'analyse de l'évolution des propriétés thermiques de l'assemblage au cours du cyclage, par mesure de sa résistance thermique, permet de suivre son endommagement. Le critère de rupture correspond à une augmentation de 20% de sa résistance thermique.

Des puces IGBT sont donc reportées sur des substrats DBC par report IMC, frittage d'argent et brasage SAC, puis sont câblées. Durant le test, de courtes impulsions de courant (t_{on} <3 s) sont

appliquées, afin d'induire des cycles de courtes périodes (4 s) et de contraindre uniquement le joint d'assemblage sous la puce. La température maximale de jonction de la puce (Tj_{max}) pour les assemblages IMCs et frittés est d'environ 170°C, tandis qu'elle est de 150°C pour l'assemblage brasé de référence. Les résultats de cyclage actif sont illustrés sur la figure I.33, représentant le nombre de cycle à la rupture des différentes technologies d'assemblage en fonction de la variation maximale de température dans l'assemblage (ΔTj).



Ces résultats montrent que le remplacement des alliages de brasure par un joint de report alternatif en argent ou en composés IMCs permet d'augmenter de *30 à 60 fois* la durée de vie des assemblages puce/substrat [HEU14]. En effet, contrairement aux brasures, les joints IMCs et argent ne sont pas sensibles à la fatigue thermomécanique. En revanche, il n'existe pas de différence significative entre la fiabilité des assemblages IMCs et frittés argent. Afin de mieux comprendre les mécanismes de défaillances des joints de report alternatifs, la figure I.34 illustre les microsections de ces différents assemblages après cyclage actif.



Sur ces micrographies, nous observons que pour une durée de vie quasi-identique les assemblages IMCs et frittés argent présentent des modes d'endommagement différents après cyclage :

- La rupture de l'assemblage IMC s'effectue par fissuration de la métallisation inférieure du DBC, sous la puce. En revanche, le joint IMC n'est pas endommagé : il ne présente pas de dégradation

(pas d'évolution des porosités ou des microfissures), ni de délamination aux différentes interfaces entre la puce, les métallisations Cu et le joint IMC,

 La rupture de l'assemblage fritté argent commence par l'initiation de fissure puis la délamination de l'interface entre le joint en argent et les métallisations en cuivre de la puce et du DBC. Ensuite, les propriétés mécaniques du joint en argent poreux et des métallisations en cuivre ductiles étant très proches, les fissures initiées aux interfaces se propagent verticalement dans le joint et dans la métallisation supérieure du DBC ainsi que dans celle de la puce.

La fiabilité des joints IMCs est liée à leur comportement élastique stable en cyclage, ainsi qu'à leur excellente adhésion sur les métallisations en cuivre. Cependant, l'importante rigidité de ces derniers par rapport aux joints en argent entraine une courbure plus importante de l'assemblage, contraignant la partie inférieure du DBC. Ces résultats d'*Infineon* confirment la nécessité de développer de nouvelles techniques de report afin d'améliorer la fiabilité du packaging des modules de puissance à haute température.

I.4.c Les défaillances des substrats céramiques métallisés

Les défaillances des substrats céramiques métallisés s'effectuent principalement par la rupture mécanique fragile de la céramique en cyclage thermique, pour des nombres de cycles relativement bas. Les mécanismes à l'origine de la fissuration des substrats céramiques sont similaires à ceux des puces en silicium. Leurs ruptures interviennent de manière brutale par propagation des défauts microscopiques créés dans le matériau lors de sa mise en œuvre, due à une augmentation progressive des contraintes durant le cyclage thermique. Ces contraintes sont induites à l'interface céramique/métal, par la différence de CTE entre la céramique et sa métallisation. La métallisation en cuivre possédant une faible limite élastique (inférieure à *70 MPa*), elle subit alors d'importantes déformations plastiques aux cours des cycles thermiques. Les déformations plastiques et permanentes des métallisations engendrent, du fait de leur durcissement par écrouissage, une augmentation constante des contraintes dans la céramique au cours des cycles, jusqu'à dépasser la tenue mécanique du matériau. Une fissure se propage alors dans la céramique et sous les métallisations (fissure conchoïdale), conduisant au décollement de la métallisation [DUP06]. Des exemples de rupture de substrat par fissuration conchoïdale des céramiques sont illustré figure 1.35.



Afin de réduire les contraintes thermomécaniques dans la céramique et ainsi d'améliorer la fiabilité des substrats, différentes solutions ont été développées :

 Réaliser des trous ou « dimples » aux extrémités des zones métallisées, où les contraintes sont les plus importantes, afin de réduire localement l'épaisseur des métallisations. La figure 1.36 illustre un exemple de substrat DBC avec « dimples », dont le procédé a été développé et breveté par Curamik,

- Utiliser une céramique plus résistante mécaniquement, telle que le nitrure de silicium Si₃N₄,
- Utiliser une céramique métallisée en aluminium par DAB plutôt qu'en cuivre : la métallisation en aluminium présente une limite élastique inférieure à celle du cuivre (20 MPa au lieu de 70 MPa pour le cuivre), ainsi qu'un faible durcissement par écrouissage, permettant de limiter l'augmentation des contraintes dans la céramique au cours des cycles thermiques. Cependant, le CTE important de l'aluminium, combiné aux larges déformations plastiques de la métallisation, peut engendrer des dégradations dans cette dernière. Ainsi, des études supplémentaires sont nécessaires, car le procédé DAB n'est pas, à notre connaissance, développé industriellement.



Comme observé précédemment (partie I.4.b), avec le développement de procédé de report alternatif aux brasures, les substrats céramiques isolants deviennent les maillons faibles du packaging des composants de puissance. C'est pourquoi, de nombreux travaux de recherche sont en cours afin d'améliorer la fiabilité mécanique et les performances thermiques des substrats céramiques.

I.5 Conclusion : évolution des technologies

Ainsi, ce premier chapitre nous a permis de définir les applications et les enjeux de l'électronique de puissance, qui sont liés à l'augmentation constante de la densité de puissance des modules électroniques et de leur température de fonctionnement. En effet, le développement de composants en SiC, pouvant fonctionner à haute température et haute tension, offre de nouvelles perspectives dans l'utilisation des dispositifs de puissance. Ces derniers sont amenés à fonctionner à haute puissance et dans des environnements extrêmes, c'est-à-dire à des températures supérieures à 200°C, tout en ayant un faible volume consacré au refroidissement. Ainsi le packaging des composants devient le facteur limitant le fonctionnement des modules de puissance.

Nous avons donc ensuite étudié le packaging des puces semi-conductrices actuelles, qui est constitué de différents matériaux (substrat isolant, drain thermique, boitier, fils de câblage) connectés les uns aux autres par l'intermédiaire de joints de brasure et qui a pour fonction d'assurer, à la fois, les connections électriques des puces mais aussi leur tenue mécanique, l'évacuation de chaleur vers l'extérieur du module et l'isolation électrique du reste du circuit.

Afin d'évaluer la possibilité d'utiliser ces différents matériaux à haute température, leur fiabilité et leurs mécanismes d'endommagement ont été analysés. Cette étude a permis d'identifier trois principales défaillance du packaging des composants de puissance en cyclage thermique : la

défaillance des fils de câblage soudés sur les métallisations des puces, la rupture de la céramique isolante des substrats DBC et la rupture en fatigue des joints de brasure. La température de fonctionnement du module, pouvant endommager les matériaux du packaging par activation des processus de diffusion et générant des contraintes thermomécaniques à cause de la différence de CTE entre les matériaux assemblés, est à l'origine de ces défaillances. Afin d'améliorer la fiabilité du packaging des puces à haute température, de nouveaux procédés permettant d'élaborer des matériaux possédant de meilleures propriétés électriques, thermiques et mécaniques, ainsi qu'une optimisation de la géométrie des assemblages sont nécessaires. En particulier, la suppression des joints de brasure instables et sensibles à la fatigue thermomécanique vers l'utilisation de joints de report alternatifs stables à haute température permettrait d'assurer la fiabilité des composants SiC en cyclage et leur intégration dans un module 3D.

Actuellement, les procédés d'assemblage alternatifs suscitant le plus d'intérêt pour des applications à haute température sont le procédé de frittage d'argent et le procédé de report IMC en phase liquide transitoire (TLPB). Du fait de la stabilité thermodynamique des composés IMCs à haute température et de leurs excellentes propriétés thermiques par rapport aux alliages de brasure SAC ou AuSn, mais aussi de la simplicité et du faible coût du procédé par rapport au frittage d'argent, nous avons choisi durant cette thèse de nous focaliser sur l'étude et le développement du procédé de report IMC. Cependant, un des inconvénients majeur du procédé réside dans la dureté des phases IMCs, engendrant des contraintes thermomécaniques importantes dans l'assemblage. Ainsi, l'objectif de ces travaux de thèse est double :

- Développer un procédé de report IMC optimal, adapté à une production industrielle,
- Evaluer la fiabilité des assemblages IMCs en fonctionnement, à partir d'essais expérimentaux et de modélisations numériques, afin de mieux comprendre leur comportement thermomécanique spécifique.

Ainsi, après un état de l'art du procédé TLPB, à la fois scientifique et industriel, nous étudierons l'influence des paramètres d'assemblage sur la microstructure et la composition chimique des joints IMCs formés, afin de développer un procédé optimal. Ensuite, à partir de caractérisations mécaniques mais aussi de modélisations numériques, nous chercherons à expliquer le comportement des assemblages IMCs en fonctionnement.

Références bibliographiques

[ALE13] Drevin-Bazin A., « Module de puissance à base SiC fonctionnant à haute température », Thèse de Doctorat de l'université de Poitiers, 2013.

[ALS] CPS technology: <u>http://www.alsic.com.</u>

[AMR05] Amro R., Lutz J., "Double-sided low-temperature joining technique for power cycling capability at high temperature", European Conference on Power Electronics and Applications, 2005.

[BAI05] Bai G., "Low-temperature sintering of nanoscale silver paste for semiconductor device interconnection", Thèse de doctorat, CPES (Center for Power Electronics Systems) Virginia Polytechnic Institute, 2005.

[BAY08] Bayerer R., Infineon Technologies AG, "Higher Junction Temperature in Power Modules – a demand from hybrid cars, a potential for the next step increase in power density for various Variable Speed Drives", PCIM 2008.

[BEC14] Beckedahl P., Spang M., Tamm O., "Breakthrough into the third dimension – Sintered multi-layer flex for ultra-low inductance power modules", CPIS 2014.

[BOU10] Bouarroudj-Berkani M., Dupont L., « Fatigue des composants électroniques de puissance – Physique de défaillance », Techniques de l'ingénieur, 2010.

[BUT07] Buttay C., Rashid J., Johnson M.C., Udrea F., "Compact Inverter Designed for High Temperature Operation", Power Electronics Specialists Conference IEEE, 2007.

[BUT10] Buttay C., "Modules et boitiers de puissance (packaging)", Techniques de l'ingénieur, 2010.

[CAL05] Calata J.N., Bai J.G., "Three-Dimensional Packaging for Power Semiconductor Devices and Modules", Advanced Packaging - IEEE Transactions, Vol. 28, 2005.

[CHE05] Chevassu C., « Composants de l'électronique de puissance », 2005.

[CHI07] Chin C. Lee, Pin J. Wang, Jong S. Kim, "Are Intermetallics in Solder Joints Really Brittle?", Electronic Components and Technology Conference, 2007.

[CHI11] Chidambaram V., Hattel J., Hald J., "High-temperature lead-free solder alternatives", Microelectronic Engineering, N. 88, 981–989, 2011.

[CIA00] Ciappa M., "Some Reliability Aspects of IGBT Modules for High-Power Applications", Doctor of technical sciences, Swiss federal institute of technology, Zürich, 2000.

[Curamik] Curamik Ceramic substrate, "Design rules, DBC and AMD technology" https://www.rogerscorp.com/pes/curamik/products/3/curamik-Ceramic-Substrates.aspx

[DEV11] Yole Developpement "Sic market and industry update. Proceedings", ISiCPEAW2011, Sweden, 2011.

[DIE04] Dieumegard D., Le Cloarec G., « Méthodes d'assemblage pour tubes et dispositifs hyperfréquences », Techniques de l'ingénieur, 2004.

[DUP06] Dupont L., Khatir Z., Lefebvre S., Bontemps S., "Effects of metallization thickness of ceramic substrates on the reliability of power assemblies under high temperature cycling", Microelectronics Reliability, N. 46, 1766-1771, 2006.

[ENG97] Engelmaier W.,"Solder Joints in Electronics: Design for Reliability," Design and Reliability of Solders and Solder Interconnections, 1997.

[FAN12] Fan J., Tan C.S., "Low Temperature Wafer Level Metal Thermo-Compression Bonding Thechnology for 3D integration", Metallurgy – Advances in Materials and Processes, 2012.

[FAR09] Farrens S., "Metal Based Wafer Bonding Techniques for Wafer Level Packaging", SUSS MicroTec Inc, 2009.

[FOU01] Fouassier O., « Brasure composite sans plomb de la conception à la caractérisation », Thèse de Doctorat de l'université de Bordeaux, 2001.

[GIL00] C. Gillot, « Étude et réalisation d'une fonction interrupteur en technologie hybride à haute intégration », Thèse de doctorat de l'INPG, 2000.

[GOB10] Gobl C., Faltenbacher J., SEMIKRON, "Low temperature sinter technology die attachment for power electronic applications", CIPS Nuremberg, 2010.

[GOU08] Gouel C., Kousnetzoff N., Salman H., « Commerce international et transports : tendances du passé et prospective 2020 », Technical report, 2008.

[GUT12] Guth K., Oeschler N., Böwer L., Speckels R., Strotmann G., Heuck N., Krasel S., Ciliox S., "New assembly and interconnect technologies for power modules", CIPS 2012, Nuremberg.

[HAR09] Harris J., Matthews M., "Selecting Die Attach Technology for High-Power Applications", Power Electronics Technology, 2009.

[HAS13] Hascoët S., Buttay C., Planson D., Chiriac R., Masson A., "Pressureless Silver Sintering Die-Attach for SiC Power Devices", 9th European Conference on Silicon Carbide and Related Materials, ECSCRM, 2012.

[HAU05] Haussonne J.M., "Céramiques et verres: principes et techniques d'élaboration" Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 2005.

[Heraeus] Heraeus, « mAgic – Novel sintering materials for die attach on DCB » <u>http://heraeus-contactmaterials.com/en/products/sinterpastes/sinterpastes.aspx</u>

[HEU14] Heuck N., Guth K., Thoben M., Müller A., Oeschler N., Böwer L., Speckels R., Krasel S., Ciliox A., "Aging of new Interconnect-Technologies of Power-Modules during Power-Cycling", CIPS Nuremberg, 2014.

[HO09] Ho J., Jow R., "Characterization of High Temperature Polymer Thin Films for Power Conditioning Capacitors", Army Research Laboratory, 2009.

[Infineon] Infineon, "Next Generation of internal Module Packaging Technology – Infineon's new .XT technology", Power Fortronic, 2012.

[INT07] Intel Packaging databook, "Board Reflow Process Recommendations".

[JIT99] Jittinorasett S., "UBM formation on single die/dice for flip chip applications", Ph.D. thesis, Virginia Polytechnic Institute, 1999.

[JOR14] Jordan R.C., Weber C., Ehrhardt C., Wilke M., "Advanced packaging methods for highpower LED modules", Conference Light-Emitting Diodes - Materials, Devices, and Applications for Solid State Lighting, San Francisco, 2014.

[KAS01] Kassakian J., Perreault D., "The future of electronics in automobiles", 13th International Symposium on Power Semiconductor Devices and ICs (ISPSD 01), 2001.

[KIM02] Kim K.S, Huh S.H, Suganuma K., "Effects of cooling speed on microstructure and tensile properties of Sn–Ag–Cu alloys", Materials Science and Engineering, 2002, 106–114.

[KRA13] Kraft S., Zischler S., Tham N., Schletz A., "Properties of a novel silver sintering die attach material for high temperature - high lifetime applications", AMA Conferences, 2013.

[KYO] KYOCERA,"Kyocera Power Module Substrate Si3N4 AMB Substrate", Kyocera Corporation, AMB vers6.1, 2004.

[Kyocera] Kyocera - TO ceramic Package / Copper-Bonded Silicon Nitride Packages for Power Modules: <u>http://global.kyocera.com/prdct/semicon/power/toceramic.html</u>

[LEI10] Lei T.G., Calata J.N., Lu G.-Q., "Low-Temperature Sintering of Nanoscale Silver Paste for Attaching Large-Area (>100mm2) Chips", IEEE transactions on components and packaging technology, Vol.33, N.1, 2010.

[LI05] Li Y., Wong C.-P., "Recent advances of conductive adhesives as a lead-free alternative in electronic packaging: Materials, processing, reliability and applications", Materials Science and Engineering, 2006.

[LIN12] Lin H.T., Wereszczak A.A., Waters S., "Low-Cost Direct Bonded Aluminum (DBA) Substrates", Vehiclphjle Technologies Annual Merit Review and Peer Evaluation Meeting, 2012.

[LU14] Lu G.-Q., "The science and application pf nanosilver chip bonding material", APEC Annual meeting, Fort Worth, 2014.

[LUT08] Lutz J., Herrman T., Feller M., Bayerer R., Licht T., Amro R., "Power cycling induced failure mechanisms in the viewpoint of rough temperature environment", Conference paper, CIPS (2008).

[LUT11] Lutz J., « Semiconductor power devices: physics, characteristics, reliability », Springer, 2011.

[MAD14] Madjour K., "Silicon Carbide market update: from discrete devices to modules", PCIM Europe 2014, Nuremberg.

[MAN11] Manikan V.R., Cheong K.Y., "Die Attach Materials for High Temperature Applications: a review", IEEE Transactions on Components, Packaging and Manufacturing technology, N.4, 2011.

[MAR90] Martin W., Waibel B., Laaser W., "Thermal resistance and temperature cycling endurance of DBC substrates", Hybrid circuits, 1990, N.22.

[MAS12] Masson A., « Mise en oeuvre de techniques d'attaches de puces alternatives aux brasures classiques pour des applications haute température », Thèse de Doctorat de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2012.

[MAT15] MATERION CORPORATION, "Materion Solder Alloys".

[MAY06] Mayer M., Zhou Y., "Footprint study of ultrasonic wedge-bonding with aluminum wire on copper substrate", Journal of electronic materials, Vol. 35, No. 3, 2006.

[MEN10] Menager L., Allard B., Bley V., "Conditionnement des modules de puissance", Techniques de l'ingénieur, 2010.

[MER06] Mermet-Guyennet M., "New structure of power integrated module", ALSTOM Transport.

[MON02] Montemayor L.C., "Electrically conductive silicon adhesive", SMTA International Conference, September 2002.

[MON10] Monti R., Coppola F., Gasbarri P., Lecci U., "Residual stress brazing process induced in hybrid package for ISP applications", Acta Astronautica, 2010, N.66, 897–913.

[MOU13] Mouawad B., « Assemblages innovants en électronique de puissance utilisant la technique de Spark Plasma Sintering », Thèse de Doctorat de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2013.

[MPDB] JAHM software Inc., "Material Property Database (MPDB)".

[NMIC] Nano Materials International Corporation, Aluminum Diamond Composites for Microelectronics and Optoelectronics, Brochure 2015: <u>http://www.nanomaterials-intl.com/wp-content/uploads/2011/10/AlDiamondBrochure.pdf</u>

[NOM99] Nomura M., Iwamoto C., Tanaka S.I., « Nanostructure of wetting triple line in Ag-Cu-Ti/Si₃N₄ reactive system », Acta materiala, Vol. 47, No. 2, 407-413, 1999.

[Novapack] Rapports internes - http://novapacktech.com/

[OCC98] Occhionero M., Adams R., Fennessy K., Hay R.A., "Aluminum Silicon Carbide (AlSiC) for Advanced Microelectronic Packages", IMAPS 1998 Boston Meeting.,

[Ormet] Ormet Circuits Inc., Interconnecting the next generation of electronic, technical datasheet, <u>http://www.ormetcircuits.com</u>

[OSP14] Coleman A., "Thermal management applications for Sandvik Osprey controlled expansion alloys", Conférence IMAPS, 2014.

[OUA14] Ouaida R., « Vieillissement et mécanisme de dégradation sur des composants de puissance en Carbure de Silicium (SiC) pour des applications haute température», Thèse de Doctorat de l'université de Lyon 1, 2014.

[OZM00] Ozmat B., Korma C.S., McConnelee P., Kheraluwala M., Fillion R., "A new power module packaging technology for enhanced thermal performance" GE Corporate Research and Development, 2000.

[RAT04] Ratchev P., Vandevelde B., De Wolf I., "Reliability and Failure Analysis of Sn-Ag-Cu Solder Interconnections for PSGA Packages on Ni/Au Surface Finish", IEEE Transactions on device and materials reliability, Vol. 4, No. 1, 2004.

[REI11] Reinhard P., "Power semis: Power versus frequency – Infineon covers the full range", IFX day 2011, Campeon.

[SCH03] Schulz-Harder J., "Advantages and new development of direct bonded copper substrates", Microelectronics Reliability, N.43, 359–365, 2003.

[SCH10] Schmitt W., « Novel silver contact paste lead free solution for die attach », CIPS Nuremberg, 2010.

[SCH13] Schuderer J., Drofenik U., Agostini B., Brem F., Mohn F., Canales F., "Challenges and new approaches for power module's next generation packaging technology", ABB CHCRC, iMAPS Workshop, 2013.

[SCH91] Schwarzbauer H., Kuhnert R., "Novel Large Area Joining Technique for Improved Power Device Performance", IEEE Transactions on industry applications, Vol. 27, No. 1, 1991.

[Semikron] SEMIKRON, "Power Electronics Packaging Revolution - Module without bond wires, solder and thermal paste", 2014, <u>http://www.semikron.com</u>

[SHE05] Sheng W.W., Colino R.P., "Power electronics modules: design and manufacture", CRC press, 2005.

[SHE14] Shearer C., Holcomb K., "Sintering Paste for Assembly Applications – Ormet 400", Ormet Circuits Inc., Décembre 2014.

[SON02] Ho Geon Song "Microstructural Evolution of Eutectic Au-Sn Solder Joints", PhD thesis, University of California, Berkeley, 2002.

[SPE09] Spearing S.M., Tsau H.C., Schmidt A.M., "Gold Thermocompression Wafer Bonding" The Massachusetts Institute of Technology, 2009.

[STE14] Stegner A.R., Auer T., Ciliox A., "Next generation 1700V IGBT and emitter controled diode with .XT technology", PCIM Europe 2014, Nuremberg.

[SUG11] Suganuma K., Sakamoto S., Kagami N., Wakuda D., Kim K.-S., Nogi M., "Low-temperature low-pressure die attach with hybrid silver particle paste", Microelectronics Reliabilityn N.52, 2012.

[TAN05] Tan C.S., Reif R., Theodore N.D., Pozder S., "Observation of interfacial void formation in bonded copper layers", Applied Physics Letter, Vol. 87, 2005.

[TAN09] Tan C.S., "Cu-to-Cu Thermo-compression Bonding and Its Recent Progress", International Workshop on 3D Design and Nanoelectronic System Technologie IPC, GA Tech, 2009.

[TOL12] Tollefsen T.A., Larsson A., Lovvik O.M., Aasmundtveit K., "Au-Sn SLID Bonding Properties and Possibilities", Metallurgical and materials transactions B, V. 43B, 2012.

[TOU07] Tournier D., « Composantes de puissance en SiC – Applications », Techniques de l'ingénieur, 2007.

[VEN13] O. Vendier, B. Bonnet, L. Raynaud, L. Mesthe, B. Espana, D. Névo, JF. Villemazet, S. Dareys, F.Courtade, "New materials for next generation of microwave packaging", Thales Alenia Space, EMPPS 2014.

[VOE12] Voeller U., Lehmeier B., « Silicon nitride substrates for power electronics » Curamik, 2012.

[VIS14] Vishay General Semiconductor « Schotty bare Die » http://www.vishay.com/docs/89212/4.pdf

[WAC14] Wacker SilGel http://www.wacker.com/

[WAN07] Wang T., Chen X., Lu G.-Q., Lei G.-Y., "Low-Temperature Sintering with Nano-Silver Paste in Die-Attached Interconnection", Journal of Electronics Materials, Vol. 36, No. 10, 2007.

[WEN02] Wen S., "Design and analysis of a dimple array interconnect technique for power electronics packaing", Ph.D thesis, Virginia Polytechnic Institute, 2002.

[WYK05] Van-Wyk J.D., Lee F.C., Liang Z., Chen R., Lu B., "Integrating Active, Passive and EMI-Filter Functions in Power Electronics Systems: A Case Study of Some Technologies", Transactions on power electronics IEEE, Vol. 20, 2005.

[XIN14] Xin Y.L., Heraeus "Sinter paste for power packages", IEEE 16th Electronics Packaging Technology Conference (EPTC), 2014.

[YAN12] Yannou J.-M., Avron A., "Analysis of innovation trends in packaging for power modules", 7th European Advanced Technology Workshop on Micropackaging and Thermal Management, IMAPS, 2012.

[YOO13] Yoon S.W., Glover M.D., Mantooth H.A., Shlozakl K., "Reliable and repeatable bonding technology for high temperature automotive power modules for electrified vehicles", Journal of micromechanics and micro engineering, Vol. 23, 2013.

[YU14] Yu F., Johnson R.W., Hamilton M., "Pressureless, Low Temperature Sintering of Microscale Silver Paste for Die Attach for 300°C Applications", IMAPS conference & Exhibition on HiTEN 2014, Albuquerque, New Mexico.

[ZEA09] Zéanh A., « Contribution à l'amélioration de la fiabilité des modules IGBT utilisés en environnement aéronautique », Thèse de Doctorat de l'université de Toulouse, 2009.

[ZEN12] Zeng G., McDonald S., Nogita K., "Development of high-temperature solders: Review", Microelectronics Reliability, N.52, 2012, 1306–1322.

[ZHA05] Zhang Z., "Processing and characterization of microscale and nanoscale silver paste for power semiconductor device attachment", Thèse de doctorat, CPES (Center for Power Electronics Systems) Virginia Polytechnic Institute, 2005.

[ZHA14] Zhang L., « Etude de fiabilité des modules d'électronique de puissance à base de composant SiC pour applications hautes températures », Thèse de Doctorat de l'université de Bordeaux, 2014.

<u>Chapitre II</u>. Définition du procédé de report intermétallique en Phase Liquide Transitoire (TLPB), des composés intermétalliques et de leurs mécanismes de formation

| II.1 | Le principe du procédé de Report Intermétallique TLPB | 52 |
|-------------|---|----------|
| H. | 1.a Les composés intermétalliques | 52 |
| H. | 1.b Le principe du procédé d'assemblage | 54 |
| H. | 1.c Historique | 55 |
| II.2 | Sélection des matériaux pour un report Intermétallique TLPB optimal | 56 |
| П | 2.a Les métaux d'apport à faible température de fusion | 56 |
| П | 2.b Etude des diagrammes d'équilibre des principales phases intermétalliques | 59 |
| | II.2.b.1 Le système Cuivre-Etain | 59 |
| | II.2.b.2 Le système Or-Etain | 61 |
| | II.2.b.3 Le système Argent-Etain II 2 h 4 Le système Nickel-Etain | 62 62 |
| п | 2 c. Les propriétés physiques des principales phases intermétalliques | 63 |
| п. | 2 d. Conclusion : choix du système métallisation/métal d'annort | 66 |
| 11 3 | Les mécanismes de diffusion du counte Cuivre/Etain | 60 |
| | 3 a La théorie de la diffusion atomique | 67 |
| | 3 h Les coefficients de diffusion | 69 |
| н. П | 2 e Los másanismos do formation et do croissance dos phasos intermátalliques Cuivra Etain | 05 |
| | | / 1 |
| | II.3.c.2 Dissolution de l'IMC Cu ₆ Sn ₅ aux joints de grains : formation des « scallops » Cu ₆ Sn ₅ | 73 73 |
| | II.3.c.3 Coalescence des grains IMCs Cu ₆ Sn ₅ | 74 |
| | II.3.c.4 Croissance plane de l'IMC Cu ₃ Sn | 75 |
| 11.4 | Etat de l'art du procédé de Report Intermétallique TLPB | 76 |
| П | 4.a Les techniques de dépôt des métallisations en cuivre et du métal d'apport en étain | 76 |
| | II.4.a.1 Dépôt en voie humide de type électrolytique | 76 |
| | II.4.a.2 Dépôt en voie sèche par PVD | 77 |
| | II.4.a.3 Metal d'apport sous forme de feuille laminée | 80 |
| II. | 4.b Exemples d'assemblages réalisés par Report Intermétallique Cu-Sn | 80 |
| II. | 4.c Influence des paramètres d'assemblage sur la microstructure des joints IMCs | 86 |
| | II.4.c.1 Formation de porosité au centre du joint | 86 |
| 11 5 | Conclusion : do l'étudo hibliographique à l'étudo evnérimentale | |
| 11.5 | Conclusion : de l'étude bibliographique à l'étude experimentale | 91 |
| Réfe Ann | érences bibliographiques exe II.1 : Les diagrammes de phase des métaux d'apport candidats au report IMC TLPB | 93 98 |

L'étude de la structure des modules de puissance et de ses modes de défaillance, réalisée dans le chapitre I, nous a permis de mettre en évidence la nécessité de développer un packaging adapté à l'évolution de l'électronique vers un fonctionnement à haute puissance et à haute température. C'est pourquoi de nombreux industriels cherchent actuellement à développer de nouveaux procédés d'assemblage, tel que le procédé de report intermétallique (IMC) en Phase Liquide Transitoire (TLPB), afin de former des joints d'interconnexion fiables à haute température. Ce second chapitre a pour objectif de présenter un état de l'art du procédé de report intermétallique TLPB. Ainsi, dans un premier temps, le principe du procédé et l'intérêt d'utiliser des composés IMCs comme moyen de report seront illustrés. Ensuite, l'étude des principales phases IMCs, pouvant être formées par réaction entre un métal d'apport à faible température de fusion et les métallisations des composants électroniques, et de leurs propriétés physico-chimiques permettra de sélectionner un système métallisation/métal d'apport adapté au développement d'un procédé de report IMC fiable et industrialisable. La formation des joints IMCs s'effectuant à partir de processus de diffusion, nous rappellerons également les bases théoriques de la diffusion, puis nous étudierons les mécanismes de formation et de croissance des composés IMCs à l'interface entre une brasure à base d'étain et un substrat cuivré. Enfin, une étude bibliographique du procédé TLPB, des techniques de dépôt des métallisations à l'influence des paramètres d'assemblage sur la structure du joint, sera présentée, afin de définir un plan d'expérience permettant de mettre en œuvre cette technique de report.

II.1 Le principe du procédé de Report Intermétallique TLPB

II.1.a Les composés intermétalliques

Les composés intermétalliques (IMCs), du fait de leurs propriétés uniques, font partie des matériaux les plus prometteurs d'un point de vue technologique et suscitent un intérêt grandissant de la part des industriels. En effet, ces matériaux présentent une température de fusion élevée, une excellente résistance mécanique à la déformation à haute température, une bonne résistance à la corrosion mais également des propriétés électriques, thermiques ou magnétiques spécifiques. Jusqu'à présent, très peu d'études ont été réalisées sur le développement des composés IMCs, en raison de leur comportement mécanique fragile (voir chapitre IV), limitant ainsi leurs applications industrielles. Cependant, l'évolution constante de l'industrie vers des performances accrues, souvent associées à l'utilisation des matériaux dans des conditions de plus en plus extrêmes, nécessite le développement et l'utilisation de nouveaux matériaux plus performants. Ainsi, les composés IMCs sont aujourd'hui des matériaux de premier choix pour des applications de hautes performances, telles que la fabrication d'ailettes de turbines dans les chambres de combustion de moteurs d'avion ou la formation de joints d'interconnexion en électronique de puissance.

Un composé IMC se définit comme une phase intermédiaire d'un système binaire, résultant de la solidification d'un mélange de deux métaux ou de l'inter-diffusion d'atomes métalliques de natures différentes, pour une composition chimique ainsi que des conditions de pressions et de températures données par le diagramme de phase. Les composés IMCs se différencient des alliages par les caractéristiques suivantes :

- Les phases IMCs possèdent un domaine d'existence étroit, inférieur à 10% atomique. Au contraire, les atomes d'une solution solide peuvent présenter une miscibilité sur de larges domaines de composition,

- Ainsi, les IMCs peuvent être décrits par une formule stœchiométrique précise : par exemple la phase Cu₃Sn est un composé IMC cuivre-étain dont le domaine d'existence correspond à une composition de 25% atomique d'étain et de 75% atomique de cuivre (voir le diagramme de phase Cu-Sn figure II.2),
- Les composés IMCs présentent une structure cristallographique ordonnée constituée d'une alternance périodique d'atomes. Au contraire, dans les alliages des atomes de natures différentes peuvent être répartis aléatoirement sur un même site cristallographique. Du fait de l'ordre chimique, les IMCs ne se déforment pas ou peu plastiquement. En effet, l'ordre chimique devant être conservé, le déplacement au niveau de la dislocation doit être d'au moins deux atomes au lieu d'un seul habituellement [WES95]. Ainsi, les IMCs sont généralement durs mais présentent une excellente résistance mécanique à haute température,
- Dans les phases IMCs, les liaisons atomiques ne sont plus strictement métalliques mais deviennent partiellement ioniques ou covalentes. En effet, les IMCs se forment préférentiellement lorsque les atomes du système binaire ont une forte différence d'électronégativité. Ainsi, la densité électronique devient hétérogène et plusieurs types de liaisons peuvent coexister [KLE92]. La mesure de l'enthalpie de formation (Δ*Hf*) des phases IMCs permet de caractériser la stabilité d'une molécule et de relier cette stabilité à la force et donc à la nature des liaisons qu'elle contient. En effet, une enthalpie négative est énergiquement favorable et plus l'énergie est élevée plus le composé est stable et ses liaisons fortes. Le tableau II.1 résume les enthalpies de formation caractéristiques des principales phases IMCs formées en électronique aux interfaces entre les métallisations (*Cu, Ag, Au ou Ni*) des composants et des brasures à base d'étain. Ainsi, nous pouvons observer que les IMCs formés en électronique conservent leur caractère métallique (liaisons métalliques), ce qui leur assure des propriétés de conduction thermique et électrique proches de celles des métaux.

| | Liaison métallique | Liaison ionique | Cu ₆ Sn₅ ղ | Cu₃Sn ε | Ag₃Sn ε | Au₅Sn ξ | Ni ₃ Sn ₄ | |
|--|-----------------------|---|--------------------------|------------|------------|------------|---------------------------------|--|
| Enthalpie formation Δ _f H à 298k (kJ/mol) | LM < -30 | -30 <li< -170<="" td=""><td>-6,1</td><td>-8,2</td><td>-4,5</td><td>-1,5</td><td>-24</td><td></td></li<> | -6,1 | -8,2 | -4,5 | -1,5 | -24 | |
| <u>Tableau II.1</u> : Enthalpies de formation caractéristiques des phases présentant des liaisons métalliques et ioniques et celles des principales phases IMCs [KLE92] [SAE13] [DEB11] | | | | | | | | |

Ainsi, du fait de leur structure ordonnée et métallique, les composés IMCs présentent une stabilité à haute température ainsi que de bonnes propriétés thermiques. Ces derniers sont donc adaptés à une application à haute température en électronique de puissance.

II.1.b Le principe du procédé d'assemblage

L'objectif du procédé de Report Intermétallique (IMC) en Phase Liquide Transitoire (TLPB) est de former un joint d'assemblage constitué de phases IMCs stables à haute température. Le procédé repose sur l'utilisation d'un système binaire qui est composé de deux métaux ayant des points de fusion différents : un métal d'apport à bas point de fusion (par exemple en étain (*Sn*)), intercalé entre les métallisations de deux composants à assembler à haut point de fusion (par exemple en cuivre (*Cu*)). Le métal d'apport peut être une feuille métallique ou être déposé sous forme de couche-mince sur les métallisations, par dépôt électrolytique ou par dépôt physique en phase vapeur (PVD). Dans des conditions adaptées (faible température et pression), l'interdiffusion des deux métaux permet l'enrichissement du joint en métal à haut point de fusion, engendrant la formation puis la croissance de composés IMCs aux interfaces métallisation/métal d'apport.

D'après Tuah-Poku et al. [TUA88], le procédé de report IMC peut-être divisé en quatre étapes. Le système cuivre/étain est pris pour exemple car ces matériaux sont très utilisés en électronique, mais le principe est identique pour tous les systèmes binaires formant des phases IMCs. La figure II.1 illustre les différentes étapes du procédé en s'appuyant sur le diagramme de phase de notre exemple Cu-Sn :

- Fusion du métal d'apport : le système est tout d'abord chauffé au-dessus du point de fusion du métal d'apport. Une phase liquide d'étain est formée, qui vient mouiller les substrats cuivrés (figure II.1.a),
- Dissolution des métallisations dans le métal d'apport : le cuivre diffuse alors très rapidement dans la phase liquide, jusqu'à saturation de cette dernière. A la fin de cette étape, la phase liquide, sursaturée en cuivre, possède une épaisseur maximale (figure II.1.b),
- Solidification isotherme du joint : à température constante (250°C), la diffusion en phase liquide du cuivre dans l'étain entraine la précipitation, puis la croissance de l'IMC Cu₆Sn₅. La réaction continue jusqu'à ce que la phase liquide soit entièrement transformée en Cu₆Sn₅ (figure II.1.c et d),
- 4) Homogénéisation du joint (figure II.1.e) : une fois la phase liquide consommée par la formation de la phase Cu₆Sn₅, l'interdiffusion en phase solide entre le cuivre et l'étain permet la croissance puis la transformation complète du joint en un second IMC riche en cuivre Cu₃Sn. Cet IMC est stable thermodynamiquement et possède une température de fusion supérieure à 676°C.

Ce procédé d'assemblage sans plomb est donc très attractif car il permet de former un joint IMC possédant une température de fusion ($676^{\circ}C$ pour la phase Cu₃Sn) très supérieure à sa température d'élaboration (typiquement inférieure à $250^{\circ}C$). De plus, comme étudié précédemment, les composés IMCs possèdent une stabilité à haute température et des propriétés thermiques proches de celles des métaux. Ce procédé constitue donc une alternative aux alliages de brasure afin d'améliorer la fiabilité et la durée de vie des interconnexions à haute température en électronique de puissance.



II.1.c Historique

Le procédé d'assemblage TLPB repose à la fois sur les mécanismes de fusion et de diffusion. Il diffère donc des procédés conventionnels de fusion, où la diffusion entre les substrats et la brasure est seulement interfaciale, et des procédés de diffusion à l'état solide. Dans la littérature, le procédé est présenté sous trois principales appellations :

- « Transient Liquid Phase Bonding » (*TLPB*) [BOS04], [LI11], [COO11].
- « Solid-Liquid Interdiffusion bonding » (SLID) [LIU12], [TOL13].
- « Diffusion bonding » : nom du procédé utilisé par Infineon [GUT10].

Bien que le report IMC soit connu depuis plusieurs dizaines d'années, l'industrialisation du procédé n'en est qu'à ses débuts. Le premier article publié sur ce sujet date de 1959 [LYN59] et traite de l'assemblage de substrats en titane (*Ti*) à partir d'une feuille d'alliage nickel-cuivre (*Ni-Cu*). Le procédé, décrit sous le nom d' « eutectic brazing », permet la formation à 955°C d'une interface composée entièrement d'une solution solide de titane. C'est en 1974, que le procédé est appelé « Transient Liquid Phase Bonding (TLPB) » par Duval et al. [DUV74]. Le procédé permet d'assembler des superalliages base-nickel à haut point de fusion à partir d'un alliage de nickel (*Ni-Co*) à plus faible température de fusion. L'objectif est de faire diffuser (*entre 1100-1200°C*) les éléments d'alliage (*Co*) dans les substrats (*Ni*), afin d'enrichir l'interphase en nickel et de former une solution solide. Ainsi, le procédé TLPB a tout d'abord été développé pour des applications aéronautiques (comme les turbines de moteur d'avion), afin d'assembler des matériaux à hautes températures de fusion comme le titane ou le nickel.

La première application du procédé TLPB pour l'assemblage de composants dans l'industrie des semiconducteurs a été développée par Bernstein [BER66] en 1966, sous le nom de « Solid-Liquid Indiffusion bonding» (SLID). Bernstein a réalisé l'assemblage de composants métallisés en or (Au), en argent (Ag) et en cuivre (Cu) à partir d'une feuille d'indium (In). L'objectif du procédé est de transformer le joint d'indium en composés IMCs Au-In, Ag-In ou Cu-In, dont les températures de fusion (>400°C) sont supérieures à leur température d'élaboration (200°C). En électronique, un procédé d'assemblage à basse température est nécessaire afin de réduire les contraintes thermomécaniques et d'éviter l'endommagement des matériaux. Or les métaux d'apport à bas point de fusion (<250°C), comme l'indium ou l'étain, forment des composés IMCs avec les métallisations (Cu, Ag, Au) des composants électroniques. A basse température, la présence de ces phases intermédiaires empêche la transformation de l'interphase en solution solide en ralentissant les processus de diffusion. C'est pourquoi l'objectif du procédé de report IMC est de transformé un métal d'apport à bas point de fusion en un composé IMC à haut point de fusion.

II.2 Sélection des matériaux pour un report IMC optimal

Afin d'élaborer dans des conditions industrialisables, c'est-à-dire à basse température, en un temps réduit et à moindre coût, un joint IMC fiable à haute température et possédant de bonnes propriétés physico-chimiques, il est tout d'abord nécessaire de sélectionner un système binaire métallisation/métal d'apport optimal. Dans cet objectif, les critères de sélection et le choix d'un métal d'apport à faible température de fusion seront tout d'abord présentés. Ensuite, l'étude des diagrammes d'équilibre des phases entre le métal d'apport retenu et les principales métallisations des composants en électronique, à savoir le cuivre (*Cu*), l'or (*Au*), l'argent (*Ag*) et le nickel (*Ni*), permettra de déterminer les phases IMCs stables pouvant être formées à basse température. A partir de l'analyse des propriétés physico-chimiques de ces phases IMCs, ainsi que du coût et de la disponibilité des matériaux, nous pourrons alors sélectionner le système métallisation/métal d'apport le plus adapté à l'assemblage IMC de composants électroniques.

II.2.a Les métaux d'apport à faible température de fusion

La sélection d'un métal d'apport adapté à une application industrielle du procédé de report IMC est une étape indispensable, préalable à l'optimisation des conditions d'assemblage. Les critères du choix du métal déposé entre les métallisations sont les suivants :

- Une faible température de fusion : inférieure à 230°C,
- L'aptitude à réagir avec les métallisations (*Cu, Ag, Au, Ni*) des composants, afin de former à basse température des composés IMCs stables à haute température (jusqu'à *300°C*) et possédant des propriétés mécaniques (ductilité et haute ténacité) et thermiques adaptées à l'assemblage des composants en électronique de puissance (voir chapitre I),
- L'aptitude à être déposé sous forme de couche-mince sur les substrats cuivrés ou à être produit sous forme de feuille de faible épaisseur (inférieure à 20 μm),
- Une bonne résistance à la corrosion,
- Une faible toxicité,
- Un prix abordable pour une application industrielle en électronique.

Après analyse des diagrammes binaires entre les métaux à bas point de fusion et les métallisations des composants électroniques, les métaux d'apport pouvant être utilisés pour la réalisation de joints IMCs sont regroupés dans le tableau II.2. Pour cette étude, les métallisations en cuivre (très répandu dans l'industrie électronique) sont choisies comme référence, mais les métaux à bas point de fusion (*Sn, In et Ga*) forment également des phases IMCs avec les autres métallisations des composants électroniques (*Ag, Au, Ni*).

| | Sn | In | Ga | | |
|---|---|---|---------------------|--|--|
| Température de fusion (°C) | 232 | 157 | 30 | | |
| Phases IMCs formées avec les métallisations en Cu (à <i>T<300°C</i>) | η-Cu ₆ Sn ₅ ε-Cu ₃ Sn | Cu ₁₁ In ₉ η-Cu ₂ In δ-Cu ₇ In ₃ | θ-CuGa₂ γ-Cu₃Ga₄ | | |
| CTE (ppm/K) | 22 | 26 | 32 | | |
| Conductivité thermique (W/ (m.k)) | 70 | 40 | 25 | | |
| Module d'élasticité (GPa) | 50 | 14 | 9 | | |
| Densité | 7,29 | 7,31 | 5,9 | | |
| $\Delta_{\rm f} G^{\circ}_{\rm oxide}$ (kJ.mol ⁻¹) | -475 à 230°C (SnO ₂) | -522 à 150°C (In ₂ O ₃) | Ga_2O_3 | | |
| Prix (USD/Kg) | 22 | 530 | 305 | | |
| <u>Tableau II.2</u> : Propriétés physico-chimiques des métaux d'apport potentiels pour le report IMC TLPB [MPDB] [ASM92]. Les diagrammes de phase correspondant sont illustrés annexe II.1 | | | | | |

Ainsi, l'étain (*Sn*), l'indium (*In*) et le gallium (*Ga*) sont les trois métaux d'apport pouvant être utilisés pour la réalisation de report IMC à basse température. En effet, ces métaux possèdent une faible température de fusion, sont non toxiques et peuvent réagir à basse température avec le cuivre (et les métallisations des composants électroniques) pour former des phases IMCs à haute température de fusion.

Du fait de sa très faible température de fusion, le gallium est un élément intéressant pour des applications d'assemblage à très basse température. Dans l'industrie microélectronique, le gallium est principalement utilisé sous la forme d'arséniure de gallium (GaAs) ou de nitrure de gallium (GaN) pour la fabrication des semi-conducteurs. Cependant, du fait de sa faible température de fusion, il est difficilement utilisable à l'état pur, sous forme de feuille métallique ou de dépôt électrolytique. De plus, bien que sa disponibilité soit suffisante pour une industrialisation à long terme, le gallium reste relativement cher. Ainsi, le report IMC à partir de gallium fera davantage l'objet de recherches académiques plutôt qu'un développement industriel.

A l'inverse, l'étain et l'indium sont des éléments déjà très largement utilisés dans la formulation des alliages de brasure pour l'industrie électronique (par exemple les alliages de brasure Sn-Ag-Cu ou In-Pb). Malgré sa faible température de fusion, l'indium présente l'inconvénient d'être un élément rare et cher. En effet, l'épuisement des réserves, allié à une demande exponentielle de ce métal (notamment pour la fabrication des écrans LCD) a engendré une augmentation importante de son coût. L'utilisation d'indium est donc à proscrire pour un développement industriel du procédé. Ainsi, du fait de ses propriétés thermiques et mécaniques, mais aussi de son faible coût, de sa disponibilité et de son utilisation avancée dans l'industrie électronique, l'étain constitue le métal d'apport le plus prometteur pour le développement d'un procédé de report IMC industrialisable. Le seul inconvénient

de l'étain est sa température de fusion relativement élevée (232°C), nécessitant un procédé d'assemblage à plus haute température (entre 250 et 260°C).

De façon à diminuer la température de fusion du matériau d'apport, des alliages de compositions eutectiques, constitués majoritairement d'étain, sont à considérer. De plus, l'incorporation en faible quantité d'un élément d'alliage, ne réagissant pas avec les métallisations des substrats ou réagissant préférentiellement avec l'étain, permet de former des phases isolées dans le joint IMC. Si les propriétés de ces phases sont favorables (haute température de fusion, faible CTE, importantes conductivités et ductilité), il est possible d'améliorer les propriétés physiques du joint par effet composite. Enfin, l'utilisation d'un alliage permet, dans certain cas, de diminuer le coût de revient des matériaux. Le tableau II.3 regroupe les principaux alliages à base d'étain candidats.

| | Sn-Ag-Cu | Sn-Mg | Sn-Zn | Sn-Bi | Sn-In |
|---|---------------------------------------|---|--------------------------------------|----------|---|
| Composition de l'eutectique (en % massique) | SnAg _{3,8} Cu _{0,7} | Sn _{97,9} Mg _{2,1} | Sn _{91,2} Zn _{8,8} | Sn43Bi57 | $\mathrm{Sn}_{49}\mathrm{In}_{51}$ |
| Température de fusion (°C) | 217 | 203 | 198 | 139 | 120 |
| Phases formées entre Cu et l'élément d'alliage | - | CuMg ₂ Cu ₂ Mg | CuZn5 Cu5Zn8 CuZn | - | Cu11In9 η-Cu2In δ-Cu7In3 |
| Phases formées entre Sn et l'élément d'alliage | Ag₃Sn | Mg_2Sn | - | - | γ-InSn ₃ β-In ₃ Sn |
| <u>Tableau II.3</u> : Propriétés des alliages eutectiques à base d'étain pour le report IMC [ASM92]. Les diagrammes de phase correspondant sont illustrés annexe II.1 | | | | | |

L'alliage de composition eutectique SnBi_{57} est constitué en majorité de bismuth, qui ne réagit ni avec l'étain, ni avec le cuivre. Cette phase à basse température de fusion (270°C) occupera alors un large volume du joint. Ainsi, cet alliage d'apport n'est pas adapté à une application d'assemblage à haute température.

L'alliage eutectique $SnIn_{51}$ est majoritairement constitué d'indium, mais à la fois l'étain et l'indium réagissent avec le cuivre pour former des phases IMCs à haut point de fusion, de type η -Cu₆(Sn,In)₅ et η -Cu₂(Sn,In). De plus, la température de fusion de l'alliage est très basse (*120°C*), ce qui permet de réaliser l'assemblage à faible température. Cependant, cet alliage étant constitué d'une quantité d'indium importante, sa production présente un coût élevé.

Du fait de leur faible température de fusion, les alliages eutectiques Sn-Mg et Sn-Zn sont des candidats intéressants. En particulier, le magnésium, incorporé en faible quantité, réagit avec l'étain pour former une phase intermédiaire Mg₂Sn ductile pouvant améliorer les propriétés finales du joint IMC Cu-Sn. Cependant, le magnésium et le zinc sont très sensibles à l'oxydation, c'est pourquoi la production de ces alliages n'est pas courante, ni industrialisée en masse.

Enfin, l'alliage ternaire de composition eutectique Sn-Ag-Cu est l'alliage le plus développé industriellement, comme brasure en électronique. Les propriétés de cet alliage, qui a fait l'objet de nombreuses études, sont bien comprises. De plus, l'ajout d'argent en faible quantité dans l'étain permet la formation de phases isolées Ag₃Sn, plus ductiles que les phases IMCs Cu-Sn. Ainsi, du fait de ses excellentes propriétés, de sa faible température de fusion et de son important développement

industriel, cet alliage sera à privilégier pour le développement d'un procédé de report Intermétallique TLPB industriel.

Dans la bibliographie, le report IMC à partir d'un métal d'apport en étain est le procédé le plus étudié [BOS04] [LI11]. Dans son procédé industriel, *Infineon* utilise l'alliage eutectique à base d'étain Sn-Ag_{3,5} [GUT10]. Cependant, certaines publications traitent également du report IMC à partir d'indium [TIA14], de l'alliage eutectique In-Sn [SOM07] et même récemment à partir du gallium [LIN14]. En effet, malgré leur prix, ces métaux d'apport à très faible température de fusion permettent de réduire la température de report. En revanche, aucune publication ne traite de l'assemblage IMC à partir d'alliages à base d'étain de type Sn-Mg et Sn-Zn, qui présentent pourtant un potentiel très intéressant.

Pour notre étude, dont l'objectif est de développer un procédé de report IMC fiable et industrialisable à bas coût, nous avons sélectionné l'alliage $SnAg_{3,8}Cu_{0,7}$ comme métal d'apport. Une fois le métal d'apport sélectionné, nous nous intéressons ensuite aux caractéristiques et aux propriétés physiques des différentes phases IMCs pouvant être formées par réaction à basse température entre l'étain et les métallisations (*Cu, Au, Ag et Ni*) des composants électroniques.

II.2.b Etude des diagrammes d'équilibre des principales phases IMCs

II.2.b.1 Le système Cuivre-Etain

Le diagramme de phase du système cuivre-étain illustré figure II.2 permet de mettre en évidence la présence de sept composés définis⁷ de compositions idéales : $Cu_{17}Sn_3$ (β), $Cu_{41}Sn_{11}$ (δ), $Cu_{10}Sn_3$ (ξ), Cu_3Sn (γ et ϵ) et Cu_6Sn_5 (η et η ').



Dans le domaine de température utilisé pour assembler les matériaux en électronique, c'est-à-dire entre *180°C et 350°C*, quatre phases solides et une phase liquide sont stables. D'après le diagramme binaire, les phases et les réactions pouvant intervenir à basse température sont les suivantes :

⁷ Les composés définis sont des composés intermédiaires dont le changement de phase se fait à température constante. L'existence d'une verticale sur le diagramme binaire indique la présence d'un composé défini.

- Une solution solide riche en étain (βSn) : la fusion de cette phase s'effectue à 232°C. A température ambiante, la limite de solubilité du cuivre dans cette phase est très faible, inférieure à 0,006% massique. A la fusion de la phase d'étain, la solubilité du cuivre dans la phase liquide reste toujours faible, environ 2% massique à 240°C. Ainsi, la saturation de l'étain par le cuivre est extrêmement rapide, c'est pourquoi la formation de l'IMC Cu₆Sn₅ peut être considérée comme instantanée,
- **Une réaction eutectique à 227°C** pour une composition en étain de *98,7% atomique (Cu_{0,7}Sn_{99,3} en pourcentage massique)* : L \rightarrow (β Sn) + Cu₆Sn₅ (η),
- Une phase IMC pauvre en cuivre Cu₆Sn₅ (ŋ) : cette phase est formée très rapidement à partir de processus de diffusion en phase liquide, à l'interface entre les métallisations (cuivre) et le métal d'apport (étain). En considérant un apport de cuivre en quantité infinie et un métal d'apport étain en faible quantité, la phase IMC Cu₆Sn₅ n'est pas stable thermodynamiquement en température,
- **Une phase IMC riche en cuivre Cu₃Sn (\epsilon)** : cette phase est formée et croît par consommation de la phase IMC pauvre en cuivre Cu₆Sn₅, à partir de processus de diffusion en phase solide relativement lent [LI11]. La phase Cu₃Sn est stable thermodynamiquement jusqu'à 350°C,
- Une solution solide riche en cuivre (αCu): la solubilité de l'étain dans cette phase est relativement faible, 0,7% at à 200°C et 6,2% at à 350°C. La transformation de la phase Cu₃Sn en solution solide de cuivre est donc extrêmement lente à des températures inférieures à 350°C.

Afin d'évaluer la stabilité des composés IMCs (Cu_6Sn_5 et Cu_3Sn) pour une application à haute température, il est nécessaire d'étudier le diagramme de phase dans le domaine haute température (supérieure à 350°C). Les principales transformations de phase observées à haute température sont les suivantes :

- Fusion non congruente⁸ de Cu₆Sn₅ (η) à 415 °C : consommation de la phase η pour former l'IMC Cu₃Sn (ϵ) et la phase liquide,
- Transformation de la phase Cu₃Sn (ϵ) en Cu₄₁Sn₁₁ (δ) par une réaction eutectoïde à partir de 350°C,
- Fusion non congruente de Cu₃Sn (ϵ) en phase (γ) et en phase liquide à 676°C,
- Fusion non congruente de γ pour former Cu₁₇Sn₃ (β) et la phase liquide à 755 °C. Puis nouvelle fusion non congruente de β en solution solide (Cu) et en phase liquide à 798 °C.

La phase Cu₃Sn est ainsi stable thermodynamiquement jusqu'à 350°C et possède une température de fusion supérieure à 676°C. Cependant, un des inconvénients majeur du système Cu-Sn est la formation de la phase IMC intermédiaire et instable Cu₆Sn₅, ne permettant pas la formation rapide de la phase stable Cu₃Sn, par diffusion en phase liquide. Afin d'éviter la diffusion en phase solide au travers d'une phase IMC intermédiaire et ainsi de réduire la durée de réaction lors du procédé de report, il serait préférable que le diagramme de phase du système binaire ne comporte qu'une seule phase IMC stable aux températures caractéristiques de l'électronique de puissance (<350°C). Ainsi, nous allons étudier les diagrammes de phase Au-Sn, Ag-Sn et Ni-Sn, afin de déterminer si ces derniers sont plus favorables que le système Cu-Sn.

⁸ La fusion non congruente des phases IMCs ne correspond pas à la formation d'une seule phase liquide mais engendre la formation d'une phase liquide et d'une autre phase solide de composition donnée par le diagramme de phase.

II.2.b.2 Le système Or-Etain

Comme illustré figure II.3, le diagramme de phase or-étain est relativement complexe puisque l'on recense six phases IMCs, qui sont formées à basse température ($<200^{\circ}C$) : AuSn₄ (η), AuSn₂ (ϵ), AuSn (δ), Au₅Sn (ξ ' et ξ) et Au₁₀Sn (β).



Cependant, la présence de deux eutectiques de composition $Au_{10}Sn_{90}$ et $Au_{80}Sn_{20}$ (en pourcentage massique), à faible température de fusion (respectivement 217°C et 278°C), permet de diviser le diagramme de phase en deux zones :

- **Une zone riche en or**, caractérisée par l'eutectique de composition $Au_{80}Sn_{20}$. Comme illustré dans le chapitre 1, après refroidissement, la microstructure de la brasure eutectique $Au_{80}Sn_{20}$ est constituée des phases IMCs AuSn (δ) et Au_5Sn (ξ). Un enrichissement du joint en or par diffusion permet de transformer rapidement l'ensemble du joint en la phase Au_5Sn (ξ). La phase Au_5Sn (ξ) est thermodynamiquement stable jusqu'à *200°C* et possède une température de fusion supérieure à *532°C* (fusion non congruente). En continuant la réaction à haute température (>*200°C*), cette phase peut être transformée en $Au_{10}Sn$ (β), puis en une solution solide d'or. Lors du procédé TLPB, les inconvénients de l'utilisation d'un métal d'apport eutectique ($Au_{80}Sn_{20}$) riche en or sont le coût important du matériau et sa température de fusion relativement élevée (>*280°C*),
- Une zone riche en étain, caractérisée par l'eutectique de composition Au₁₀Sn₉₀. La diffusion d'or dans la brasure entraine la formation successive des phases AuSn₄ (η), AuSn₂ (ε), AuSn (δ) puis de la phase stable à haute température (200°C) Au₅Sn (ξ). L'avantage d'utiliser un métal d'apport riche en étain et donc à basse température de fusion (217°C) est de pouvoir abaisser la température du procédé de report IMC. Cependant, quatre transformations de phases IMCs successives sont nécessaires afin de former la phase stable Au₅Sn (ξ). Ces transformations de phase, par consommation des phases précédemment formées à partir de processus de diffusion en phase solide, engendrent un procédé d'assemblage extrêmement long.

II.2.b.3 Le système Argent-Etain

Comme illustré figure II.4, le diagramme de phase argent-étain est plus simple que celui des systèmes Cu-Sn et Au-Sn. En effet, seulement deux phases IMCs riches en argent peuvent être formées par réaction entre l'argent et l'étain : une phase ordonnée Ag₃Sn (ϵ) et une phase non ordonnée (ξ) dont la composition en étain varie entre *13 et 22,8% atomique*.

Contrairement au binaire Cu-Sn, le système Ag-Sn présente l'avantage de permettre la formation, en un temps réduit, d'une phase IMC riche en argent Ag₃Sn (ϵ), grâce à des processus de diffusion rapides en phase liquide (pas de phase IMC intermédiaire). De plus, la phase Ag₃Sn est relativement stable du fait des faibles vitesses d'inter-diffusion entre l'argent et l'étain en phase solide. En effet, durant le report IMC Ag-Sn à 250°C, seule la phase Ag₃Sn est formée [OBI13]. La phase stable Ag₃Sn possède une température de fusion supérieure à 480°C (fusion non congruente). En continuant la réaction à plus haute température, la phase (ξ) peut être formée par consommation de la phase (ϵ) en phase solide. L'importante solubilité de l'étain dans l'argent, environ 10% atomique à 300°C, peut également induire la formation d'une solution solide d'argent.

Enfin, sur le diagramme de phase, nous pouvons observer la présence d'un eutectique riche en étain, de composition $Ag_{3,5}Sn_{96,5}$ (en pourcentage massique), dont la fusion s'effectue à 221°C.



II.2.b.4 Le système Nickel-Etain

Le diagramme de phase nickel-étain (voir figure II.5) met en évidence l'existence de trois phases IMCs à basse température : Ni_3Sn_4 , Ni_3Sn_2 et la phase Ni_3Sn .


En électronique, le nickel est généralement utilisé comme barrière de diffusion, entre un substrat en cuivre et une brasure en étain, afin d'éviter la croissance d'IMCs Cu-Sn épais. En effet, le cuivre étant insoluble dans le nickel, il est une excellente barrière à la diffusion du cuivre dans l'étain. De plus, le nickel présente une affinité avec l'étain grâce à la formation de composés IMCs, permettant d'assurer une bonne adhésion et une bonne mouillabilité de la brasure sur la métallisation. Ainsi, durant le brasage, la phase IMC Ni₃Sn₄ est formée à l'interface entre la brasure et la barrière de nickel. Cette phase IMC Ni₃Sn₄ sera moins épaisse et ainsi fragilisera moins l'interconnexion qu'une phase IMC Cu₆Sn₅, car les cinétiques de réaction entre le nickel et l'étain sont moins rapides que celles entre le cuivre et l'étain. Cependant, en continuant la réaction en phase liquide lors du procédé de report IMC Ni-Sn, il est possible de transformer l'ensemble du métal d'apport en composé IMC Ni₃Sn₄. Du fait des faibles vitesses de diffusion entre le nickel et l'étain en phase solide, cette phase est relativement stable et possède une température de fusion supérieure à 794°C (fusion non congruente) [YOO12]. A plus haute température (>300°C), il est possible de transformer la phase Ni₃Sn₄ en phase IMC Ni₃Sn₂ puis en phase Ni₃Sn, par consommation des phases précédemment formées, à partir de processus de diffusion lents en phase solide.

En résumé, les principales phases IMCs pouvant être formées par réaction à basse température entre un métal d'apport en étain et les métallisations (*Cu, Au, Ag, Ni*) des composants sont les suivantes : Cu₆Sn₅ & Cu₃Sn (métallisations Cu), Au₅Sn (métallisations Au), Ag₃Sn (métallisations Ag) et Ni₃Sn₄ (métallisations Ni).

II.2.c Les propriétés physiques des principales phases IMCs

Du fait de leur structure ordonnée et partiellement métallique, les composés IMCs sont généralement durs et ne se déforment pas ou peu plastiquement. De plus, comme présenté dans le chapitre I.4.a, la croissance non contrôlée de phases IMCs à l'interface entre les métallisations et une brasure est souvent à l'origine de la rupture fragile de l'interconnexion. En effet, la création d'une nouvelle interface, entre une phase IMC épaisse et une brasure, aux propriétés mécaniques différentes, fragilise l'interconnexion. C'est pourquoi de nombreux experts en packaging électronique considèrent les IMCs comme étant des matériaux fragiles. Mais un joint entièrement constitué d'une phase IMC, est-il fragile ?

Pour répondre à cette question, il est tout d'abord nécessaire de définir le terme « fragile ». Par définition, « fragile » signifie « qui se casse facilement ». En mécanique, un matériau fragile se caractérise par une fracture brutale sous contrainte, dans son domaine élastique. Sa fracture ne nécessite l'apport que d'une faible énergie. La fragilité dépend des forces de liaison entre les atomes mais également de la contribution des phénomènes de dissipation d'énergie, tels que les déformations plastiques, les microfissurations ou les recristallisations dynamiques. Ainsi, en règle générale, un matériau fragile est peu ductile et ne se déforme pas plastiquement. Cependant, la rigidité, évaluée par le module d'élasticité du matériau, et la dureté, qui correspond à la résistance en compression qu'oppose la surface du matériau à la pénétration d'un corps plus dur, ne sont pas des propriétés suffisantes pour caractériser le caractère fragile d'un matériau. L'évaluation de la fragilité des phases IMCs pourrait être alors déterminée à partir de la mesure de la contrainte maximale en tension ou en cisaillement avant rupture des matériaux. Cependant, les résistances mécaniques des phases IMCs ne sont pas disponibles dans la bibliographie. Ainsi, le critère de fragilité sélectionné est la ténacité des phases IMCs. La ténacité d'un matériau caractérise sa capacité à résister à la propagation d'une fissure. On peut également définir la ténacité comme étant la quantité d'énergie qu'un matériau peut absorber avant de rompre. Cette énergie, et donc la ténacité, est d'autant plus grande si le matériau peut relaxer de l'énergie par déformations plastiques ou par la formation de microfissures.

Afin de déterminer la fragilité relative des principales phases IMCs, leurs propriétés physiques en comparaison avec celles des métallisations et d'une brasure de référence SAC sont résumées dans le tableau II.4. Ces données sont issues de la bibliographie. Selon la technique de caractérisation utilisée (nano-indentation, compression, résonnance par ultrason), mais aussi selon le type de matériaux (« bulk », couche mince, couple de diffusion) et les conditions expérimentales d'élaboration des matériaux (fonderie, métallurgie des poudres, diffusion), les propriétés mécaniques d'une même phase IMC peuvent être différentes. C'est pourquoi, afin de se rapprocher d'une application d'assemblage, le module d'Young et la dureté des phases IMCs ont été obtenus par des mesures de nano-indentations réalisées directement sur les phases IMCs formées par diffusion en phase liquide, à l'interface substrat/brasure [DEN04]. L'analyse microstructurale des empreintes après indentation, par microscopie électronique à balayage (MEB) et par microscopie à force atomique (AFM), permet également de déterminer la ténacité et le degré de plasticité du matériau. En effet, un matériau à faible ténacité présentera des fissures dans les angles de l'empreinte d'indentation, tandis que la déformation plastique du matériau formera un amas ou « pile-up » au bord de l'empreinte [DEN04]. La mesure de la longueur de la fissure ou de la hauteur de l'amas du matériau se déformant plastiquement permet de déterminer respectivement la ténacité et la limite élastique du matériau. La ténacité, évaluée par indentation, est notamment donnée par la relation suivante [BHU03]:

$$K = 0.016 \times \left(\frac{Module \ d'Young}{Duret\acute{e}}\right)^{\frac{1}{2}} \times \left(\frac{Charge}{longueurfissure^{\frac{3}{2}}}\right)^{\frac{1}{2}} (\acute{e}quation \ II.1)$$

| | SAC | Cu | Au | Ag | Ni | Cu ₆ Sn ₅ | Cu₃Sn | Au ₅ Sn | Ag ₃ Sn | Ni ₃ Sn ₄ |
|---|-----|--------------|--------------|--------------|--------------|---------------------------------|-------|--------------------------|--------------------------|---------------------------------|
| Température de fusion (°C) | 217 | 1085 | 1064 | 962 | 1455 | 415 | 676 | 520 | 480 | 795 |
| Module d'élasticité (GPa) | 52 | 120 | 78 | 82 | 160 | 120 | 132 | 75 | 80 | 140 |
| Dureté (GPa) | 0,3 | 1,7 | 1,03 | 0,5 | 3,69 | 6,4 | 6,1 | 2,5 | 3 | 8.1 |
| Ténacité (MPa.m ^{1/2}) | - | [10- 100] | [10- 100] | [10- 100] | [10- 100] | 2,8 | 5,7 | Pas de fissure >10 | Pas de fissure >10 | 4,2 |
| Limite élastique (MPa) | 50 | 120 | 200 | 50 | [80- 500] | 2009 | 1790 | 830 | 800 | - |
| CTE (ppm/K) | 22 | 17 | 14,4 | 19,5 | 12,9 | 16,3 | 19 | 20 | - | 13,7 |
| Conductivité thermique (W/(m.k)) | 55 | 400 | 301 | 429 | 90 | 34 | 70 | - | 50 | 20 |
| Tableau II.4 : Propriétés thermomécaniques d'une brasure SAC, des métallisations et des phases IMCs | | | | | | | | | | |

rencontrées en électronique [CHI07] [DEN04] [JAN04] [CHR03] [CHR05] [YOS89] [FIE91] [GHO04] [FRE92]

Ces propriétés physiques permettent de mieux comprendre le comportement spécifique des différentes phases IMCs :

- Les phases IMCs présentent des rigidités proches de celles des métaux à haut point de fusion les constituant : en effet, les modules d'Young des phases Cu₃Sn (*130 GPa*), Au₅Sn (*75 GPa*), Ag₃Sn (*80 GPa*) et Ni₃Sn₄ (*140 GPa*) sont quasiment similaires à ceux des métallisations correspondantes, à savoir Cu (*120 GPa*), Au (*78 GPa*), Ag (*82 GPa*) et Ni (*160 GPa*). De plus, les phases Au₅Sn et Ag₃Sn, présentant un faible module d'élasticité, sont particulièrement élastiques [DEN04] [JAN04] [CHR05],
- Cependant, les phases IMCs présentent des duretés plus élevées que celles des métaux de base : la structure ordonnée et le caractère partiellement métallique des phases IMCs, qui empêchent leurs déformations plastiques, est responsable de leur importante dureté. Par exemple, la phase Cu₃Sn présente une dureté cinq fois supérieure à celle du cuivre, qui est un métal très ductile. Nous observons, à nouveau, que les phases Au₅Sn et Ag₃Sn sont plus molles que les phases Cu-Sn et Ni-Sn,
- Les ténacités des phases IMCs sont inférieures à celles des métallisations, mais restent relativement élevées : par exemple, la ténacité de la phase Cu₃Sn est deux fois plus importante que celle de Cu₆Sn₅ et cinq fois supérieure à celle du verre (environ 1 MPa/m^{1/2}). De plus, certaines études de nano-indentation sur la phase Cu₃Sn [DEN04] [JAN04] montrent l'absence de fissure au coin de l'empreinte d'indentation, mais au contraire la présence de faibles amas (ou « pile up ») caractéristique d'une faible déformation plastique. Ainsi, nous pouvons en déduire que la ténacité de la phase Cu₃Sn est supérieure à 6 MPa.m^{1/2}, soit plus importante que celle des matériaux fragiles. De même, les empreintes d'indentation des phases IMCs Au₅Sn et Ag₃Sn ne présentent pas de fissures mais un « pile up ». Ainsi, ces matériaux se déforment plastiquement et possèdent une ténacité élevée, supérieure à 10 MPa.m^{1/2} [GH004],
- Les phases IMCs présentent un certain degré de plasticité avec des limites élastiques très élevées (supérieures à 800 MPa) [DEN04].

L'étude des propriétés mécaniques des principales phases IMCs rencontrées en électronique nous permet de conclure que ces composés ne sont pas fragiles. En effet, les phases IMCs présentent des modules d'élasticité semblables à ceux des métallisations et des ténacités relativement élevées. Ainsi, une quantité d'énergie importante est nécessaire afin de fracturer les phases IMCs. De plus, grâce à leur comportement élastique à haute température, les joints IMCs sont fiables en cyclage thermique. En revanche, les composés IMCs sont durs en raison de leurs faibles degrés de plasticité.

Plus précisément, la phase riche en cuivre Cu₃Sn sera à privilégier devant la phase Cu₆Sn₅, car elle est moins dure et possède une plus grande ténacité, ainsi qu'une meilleure conductivité thermique (70 W/(m.k)). De plus, il est intéressant de noter les excellentes propriétés mécaniques des phases IMCs Au₅Sn et Ag₃Sn, riches en or et en argent. En effet, ces phases sont relativement ductiles et présentent des ténacités supérieures à celles des phases Cu-Sn et Ni-Sn. Enfin, la phase Ni₃Sn₄ est particulièrement dure et rigide, mais présente un faible CTE (*13,7 ppm/K*), permettant de réduire les contraintes thermomécaniques induites dans l'assemblage, comme nous le verrons à partir des modélisations numériques réalisées dans le chapitre IV.

II.2.d Conclusion : choix du système métallisation/métal d'apport

Le choix d'un couple métallisation/métal d'apport optimal pour le développement industriel du procédé de report IMC doit tenir compte de son aptitude à former en un temps réduit et à basse température une phase IMC stable à haute température. De plus, il est nécessaire de prendre en compte les propriétés physico-chimiques des phases IMCs formées, mais également le coût, la disponibilité et la facilité d'intégration des matériaux dans l'industrie électronique.

Tout d'abord, nous avons sélectionné un métal d'apport en étain, sous la forme de l'alliage eutectique SnAg_{3,8}Cu_{0,7}, du fait de sa faible température de fusion ($T_{fusion}=217^{\circ}C$), son faible coût et son aptitude à réagir avec les métallisations (*Cu, Au, Ag, Ni*) des composants électronique pour former des phases IMCs. D'après l'étude des diagrammes de phase entre Sn et les métallisations Cu, Au, Ag et Ni, les phases IMCs formées à basse température ($<250^{\circ}C$) et stables thermodynamiquement à haute température ($>300^{\circ}C$) sont les suivantes : Cu₃Sn, Au₅Sn, Ag₃Sn et Ni₃Sn₄. Afin de réduire la durée d'élaboration du joint, il est préférable que la première phase IMC formée à partir de la phase liquide soit stable thermodynamiquement aux températures caractéristiques de l'électronique de puissance. C'est notamment le cas des phases IMCs Ag₃Sn et Au₅Sn. Dans le cas du système Cu-Sn, la formation de la phase stable Cu₃Sn nécessite une transformation de phase supplémentaire, à cause de la présence de la phase intermédiaire Cu₆Sn₅.

Enfin, l'analyse des propriétés physiques des différentes phases IMCs a permis de montrer que ces composés possèdent des propriétés mécaniques et thermiques adaptées à une application à haute température en électronique de puissance. En particulier, les phases IMCs Ag₃Sn et Au₅Sn sont à privilégier pour la réalisation d'un joint fiable par report IMC, car en plus d'être formées rapidement, ces dernières sont relativement ductiles (faible dureté, haute ténacité). Cependant, l'élaboration de ces joints nécessite des métallisations en argent ou en or épaisses (de plusieurs micromètres), très coûteuses. Pour des applications « low-cost », la phase Cu₃Sn est intéressante puisqu'elle présente à la fois une bonne ténacité et une bonne conductivité thermique. Par ailleurs, en plus d'être peu cher et de présenter d'excellentes propriétés thermomécaniques, le cuivre est très répandu dans l'industrie électronique, notamment comme métallisation des substrats céramiques DBC ou comme drain thermique.

Ainsi, pour notre étude, nous avons choisi de nous focaliser sur le développement d'un procédé de report IMC à partir du système « *métallisation en cuivre/métal d'apport en étain* ». Néanmoins, le principe du procédé et les mécanismes de croissance des phases IMCs sont similaires pour les autres systèmes.

Les phases IMCs étant élaborées à partir de processus de diffusion, la suite de ce chapitre se consacrera sur l'étude des différents modes et cinétiques de diffusion, ainsi que sur les mécanismes de croissance des phases IMCs Cu-Sn à l'interface métallisation/brasure.

II.3 Les mécanismes de diffusion du couple cuivre/étain

II.3.a La théorie de la diffusion atomique

La diffusion est un phénomène de transport atomique thermiquement activé pouvant intervenir dans un système gazeux, un système liquide (par exemple dans une brasure après fusion) ou dans un système solide (par exemple dans une phase IMC solide). La diffusion en phase solide, qui correspond à des sauts effectués par les atomes dans les défauts cristallins, est généralement plus lente que la diffusion en phase liquide. Ainsi, nous allons nous intéresser plus particulièrement aux mécanismes de diffusion à l'état solide, à travers les phases IMCs, qui est l'étape limitant leur croissance. Afin d'activer la diffusion, c'est-à-dire que les atomes puissent se déplacer dans la maille cristalline, il est nécessaire que le réseau cristallin présente des sites atomiques vacants (ou lacunes), mais aussi de fournir de l'énergie au système afin de casser des liaisons et de créer une distorsion du réseau. Comme illustré figure II.6, on distingue deux mécanismes de diffusion, permettant le déplacement des atomes :

- La diffusion lacunaire (voir figure II.6.a) : le déplacement atomique dans le réseau cristallin s'effectue par sauts successifs des atomes de lacune en lacune, grâce à un apport d'énergie. En raison de l'encombrement stérique pris par chaque atome, la diffusion ne peut avoir lieu que s'il existe une lacune au voisinage immédiat de l'atome qui doit migrer. De plus, cet atome doit posséder une énergie suffisante pour quitter sa position d'équilibre et « sauter » dans la lacune (énergie d'activation) [GUI94],
- La diffusion interstitielle (voir figure II.6.b) : ce mécanisme de diffusion concerne les atomes à faibles rayons atomiques, qui peuvent s'insérer dans les sites interstitiels du réseau. Le déplacement atomique s'effectue par migration des atomes d'une position interstitielle à une autre position interstitielle, sous l'effet d'une énergie suffisante, mais sans nécessiter une trop grande déformation du réseau cristallin. Ce mécanisme n'est possible que pour des éléments ayant un rayon atomique inférieur à 0,1 nm, tel que le carbone, l'azote ou l'hydrogène.



Si l'on considère un matériau polycristallin, constitué de plusieurs monocristaux (ou grains), différents phénomènes de diffusion peuvent exister suivant la température et donc l'énergie fournie au système :

- A basse température, loin de la température de fusion (*T_{fus}*) (*T<0,3T_{fus}*) : il ne peut exister de mouvement atomique que dans les zones les plus libres du cristal, c'est-à-dire en surface, où des liaisons sont coupées,
- A température intermédiaire (0,3T_{fus} <T<0,5T_{fus}) : un phénomène de diffusion apparaît dans les zones les plus perturbées du cristal, c'est-à-dire dans les joints de grains. Les atomes migrent alors préférentiellement en échangeant leurs positions avec les défauts des joints de grain. Il s'agit d'une diffusion intergranulaire,
- A température élevée (T>0,7T_{fus}) : la diffusion dans le volume des grains prend de plus en plus d'importance par croissance exponentielle du nombre de défauts. C'est le phénomène de diffusion en volume [GUI94].

Afin de formaliser les phénomènes et les cinétiques de diffusion, des lois fondamentales ont été établies par Fick en 1855. L'application de la première loi de Fick, traduisant le fait que le flux de diffusion (*Ji*) d'un élément donné est dépendant du gradient de concentration ($\partial ci/\partial x$) de cet élément ($Ji = -Di \frac{\partial Ci}{\partial x}$), est présentée en détail dans l'annexe III.1 du chapitre III (voir équation (1)). Les lois de Fick permettent notamment de définir un coefficient de diffusion (*D*) caractéristique d'une mobilité à une température définie. Il peut être exprimé sous la forme d'une loi d'Arrhenius (voir équation II.2), où *Q*, *DO*, *R* et *T* sont respectivement l'énergie d'activation du phénomène de diffusion, le facteur de fréquence, la constante molaire des gaz parfaits et la température (*en K*) :

$$D = D0 * exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (Equation II.2)$$

Dans cette expression, le terme en exponentiel traduit la probabilité de saut d'un site atomique à un autre, et *DO* la fréquence à laquelle s'effectue cette tentative. L'énergie d'activation dépend de la nature des espèces migrantes, mais aussi du réseau cristallin dans lequel elles diffusent. Ce terme est donc fortement associé au mécanisme qu'empruntera l'espèce pour diffuser, c'est pourquoi nous l'utiliserons pour comparer les cinétiques de diffusion des atomes dans les différentes phases.

On distingue trois cas de diffusion suivant la nature des éléments présents et le type de système métallurgique. Lorsqu'un atome A est mobile dans son propre réseau, on parle d'autodiffusion. Si l'on considère la diffusion d'une impureté B dans le réseau cristallin A, on parle alors d'hétérodiffusion à dilution infinie des atomes B. Dans les deux cas, la cinétique de diffusion est caractérisée par un coefficient de diffusion intrinsèque des atomes A dans le réseau A ou des atomes B dans le réseau A. En revanche, si deux matériaux mis en contact, A et B, échangent des atomes par diffusion et engendrent la formation d'une nouvelle phase IMC, il est nécessaire de considérer à la fois la diffusion des atomes A et B dans leurs réseaux, mais également leurs interactions avec les défauts cristallins de la nouvelle phase formée. On parle ainsi d'interdiffusion. L'interdiffusion étant relativement complexe en raison du nombre de coefficients de diffusion élémentaires qu'il faut prendre en compte (D_{A-A}, D_{A-B}, D_{B-B}, D_{B-A}, D_{A-IMC}, D_{B-IMC}), un coefficient d'interdiffusion est défini à partir des coefficients de diffusion intrinsèques de A et de B et de leurs concentrations précises. Ce coefficient représente une moyenne de la diffusivité de tous les éléments dans la phase IMC et non la diffusivité de chaque atome.

Dans le cas de l'interdiffusion, il est également possible de mesurer expérimentalement l'épaisseur "e" des phases IMCs formées en fonction du temps. L'analyse des cinétiques de croissance des couches IMCs montre que l'évolution de l'épaisseur des phases IMCs peut être décrite par une loi de croissance parabolique de type:

$$\mathbf{e} = \mathbf{k} * \mathbf{t}^{\mathbf{n}} (Equation \, II.3)$$

- e : épaisseur mesurée d'une phase IMC (en m),
- k : coefficient de diffusion parabolique (en m²/s) suivant une loi d'Arrhenius : $k = k0 * \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$,
- t : temps de la réaction (en s),

- n : exposant de croissance.

La détermination de l'exposant de croissance (*n*) permet de caractériser le type de mécanisme contrôlant la cinétique de croissance des couches IMCs. En effet, selon la valeur de (*n*), les mécanismes de croissance des phases intervenant sont les suivants [PAR14]:

- Si n=1/2 : la croissance des IMCs obéit alors à une loi classique parabolique. Ce coefficient traduit le fait que la diffusion est le processus cinétiquement déterminant la formation des IMCs. Une diffusion volumique à longue distance sera alors observée,
- Si n=1/3 : ce coefficient caractérise une cinétique de croissance contrôlée par des mécanismes de diffusion aux joints de grain et limitée par la coalescence des grains (murissement d'Ostwald). Ainsi, lorsque le nombre de joints de grain est important (temps court) la diffusion est très rapide. Cependant, la diminution du nombre de joints de grain par coalescence au cours du temps, engendre une chute des cinétiques de croissance des phases IMCs,
- **Si n=1** : la croissance des phases IMCs s'effectue de façon linéaire au cours du temps. Les réactions chimiques à l'interface contrôlent alors la formation des IMCs.

II.3.b Les coefficients de diffusion

La connaissance des coefficients de diffusion du couple cuivre/étain permet d'expliquer l'évolution de la zone interfaciale entre le cuivre et l'étain. En particulier, les différences de diffusivité entre l'étain et le cuivre dans les phases considérées renseignent sur la direction de croissance privilégiée des composés IMCs et sur les phases qui seront prépondérantes. Dans la littérature, la détermination des coefficients de diffusion s'effectue principalement en phase solide à partir de traceurs. Ainsi, nous nous appuierons sur ces valeurs, tout en sachant que les processus de diffusion sont exacerbés en phase liquide. Le tableau II.5 présente les valeurs des constantes de diffusion du système cuivre/étain à l'état solide, à 220°C. Pour une meilleure lisibilité, la variation des coefficients de diffusion en fonction de la température est illustrée figure II.7.a.

| | $D_0 (m^2/s)$ | Q (kJ/mol) | $D_{220^{\circ}C} (m^2/s)$ | | |
|---|-------------------------|------------|----------------------------|--|--|
| D Cu dans Cu | 3,4 x 10 ⁻⁵ | 196 | 6,2 x 10 ⁻²⁶ | | |
| D Sn dans Sn | 1,2 x 10 ⁻⁹ | 43,9 | 2,6 x 10 ⁻¹⁴ | | |
| D Cu dans Sn | 2,4 x 10 ⁻⁷ | 33 | 7,6 x 10 ⁻¹¹ | | |
| D Sn dans Cu | 2,95 x 10 ⁻⁵ | 160 | 3,2 x 10 ⁻²² | | |
| <u>Tableau II.5</u> : Constantes de diffusion à l'état solide du couple Cu/Sn [DYS67] [HOS80] | | | | | |

Tout d'abord, nous pouvons observer que la diffusivité du cuivre dans l'étain est très supérieure à celle de l'étain dans le cuivre $(D_{Cu \rightarrow Sn}/D_{Sn \rightarrow Cu} \sim 10^{11})$. De plus, dans notre système, l'étain est en phase liquide et les processus de diffusion sont généralement plus rapides dans une phase liquide. C'est pourquoi, il est possible de négliger la diffusion de l'étain mais aussi du cuivre dans la phase solide en cuivre $(J_{Cu \rightarrow Cu} et J_{Sn \rightarrow Cu})$, devant la diffusion dans la phase liquide d'étain $(J_{Cu \rightarrow Sn} et J_{Sn \rightarrow Sn})$. Ainsi, durant l'assemblage, le cuivre sera très mobile dans l'étain liquide et pourra s'y dissoudre très rapidement pour former une phase IMC Cu₆Sn₅. La phase Cu₆Sn₅ va alors croître préférentiellement vers le centre du joint, par consommation de la phase liquide.

Cependant, ces coefficients de diffusion sont valables au début de la réaction, lorsque le cuivre est au contact de l'étain liquide, mais ne nous renseignent pas sur la diffusion dans les phases IMCs Cu_6Sn_5 et Cu_3Sn . Afin de prédire l'évolution des différentes phases, il est donc nécessaire de déterminer également les coefficients de diffusion du cuivre et de l'étain dans les phases IMCs formées. Les coefficients de diffusion des atomes Cu et Sn dans les phases IMCs ne sont que très peu documentés dans la littérature, en raison de la difficulté de la mesure ([CHA07], [WAN13], [KUM11]). En revanche, de nombreuses études traitent du calcul des coefficients d'interdiffusion des phases IMCs ([ONI75], [MEI92], [BAD95], [PAU10]). Les constantes d'interdiffusion des phases IMCs, ainsi que les coefficients de diffusion intrinsèques du cuivre et de l'étain dans les phases IMCs (à 200°C) sont présentés dans le tableau II.6. Pour une meilleure comparaison des résultats, la figure II.7.b illustre l'évolution des coefficients d'interdiffusion des résultats, la figure II.7.b illustre l'évolution des coefficients d'interdiffusion des résultats.

| | $D_0 (m^2/s)$ | Q (kJ/mol) | D (m²/s) | Température (°C) | |
|---|---------------|------------|-------------------------|------------------|--|
| D Cu ₆ Sn ₅ | 1,55 x 10-8 | 64,8 | 2,1 x 10 ⁻¹⁵ | 220 [ONI75] | |
| D Cu dans Cu ₆ Sn ₅ | | | 1,4 x 10 ⁻¹⁵ | 200 [KUM11] | |
| D Sn dans Cu ₆ Sn ₅ | | | 4,4 x 10 ⁻¹⁶ | 200 [KUM11] | |
| D Cu₃Sn | 1,43 x 10-8 | 70,7 | 4,6 x 10 ⁻¹⁶ | 220 [ONI75] | |
| D Cu dans Cu₃Sn | | | 1,8 x 10 ⁻¹⁵ | 200 [KUM11] | |
| D Sn dans Cu₃Sn | | | 9,5 x 10 ⁻¹⁶ | 200 [KUM11] | |
| Tableau II.6 : Coefficients d'interdiffusion dans les phases IMCs Cu ₆ Sn ₅ et Cu ₃ Sn | | | | | |



Les mesures des coefficients de diffusion présentent des incertitudes, notamment à cause de la

morphologie non plane des IMCs. Cependant, malgré une variation des valeurs selon les auteurs, les coefficients de diffusion dans les phases IMCs présentent une tendance commune :

- Les vitesses de diffusion dans les phases IMCs sont relativement lentes comparées à celles dans l'étain solide $(D_{Cu \rightarrow Sn}/D_{Cu \rightarrow Cu6Sn5} \sim 10^5)$ et dans l'étain liquide (où la différence est encore plus marquée). Ainsi, lors du report TLPB, la diffusion du cuivre à travers les phases IMCs pour atteindre la phase liquide d'étain, limitera les cinétiques de croissance des phases IMCs,
- L'interdiffusion dans la phase Cu_6Sn_5 est plus rapide que dans la phase Cu_3Sn (à 220°C, $D_{Cu6Sn5}/D_{Cu3Sn} \sim 5$). Celle-ci va donc croître préférentiellement et occuper une épaisseur plus importante que la phase Cu_3Sn . La phase Cu_6Sn_5 sera d'autant plus prépondérante du fait qu'elle croit au contact de la phase liquide d'étain (diffusion très rapide du cuivre dans l'étain liquide),
- L'énergie d'activation de l'interdiffusion dans la phase Cu₆Sn₅ est inférieure à celle dans la phase Cu₃Sn. A haute température, la croissance de la phase Cu₃Sn prendra alors plus d'importance par diminution du ratio *D_{Cu6Sn5}/D_{Cu3Sn}*. De plus, les faibles valeurs d'énergie d'activation de la diffusion dans les phases IMCs, comparées à celles attendues pour des matériaux à haut point de fusion, montrent la contribution importante de la diffusion aux joints de grains [MEI92],
- Le cuivre diffuse plus rapidement que l'étain dans les deux phases IMCs, bien que cette différence soit relativement faible (*A 200°C*, *D_{Cu}/D_{Sn}=3,2 dans Cu₆Sn₅ et D_{Cu}/D_{Sn}=1,9 dans Cu₃Sn*). La diffusion prépondérante de Cu dans la phase Cu₃Sn se traduit par une croissance préférentielle de l'IMC Cu₃Sn par consommation de l'IMC pauvre en cuivre Cu₆Sn₅ (soit vers le centre du joint). La diffusion de Sn dans Cu₃Sn n'étant pas négligeable, la croissance de Cu₃Sn s'effectue également dans le substrat en cuivre. En revanche, la diffusion de Cu dans la phase Cu₆Sn₅ (vers la phase liquide) étant bien plus rapide que la diffusion d'étain vers la phase Cu₃Sn, la phase Cu₆Sn₅ va croître préférentiellement par consommation de la phase liquide.

Ainsi, à cause des différentes diffusivité dans les phases IMCs Cu₆Sn₅ et Cu₃Sn, des réactions concurrentielles interviennent aux interfaces Cu/Cu₃Sn/Cu₆Sn₅/Sn. Ces interfaces sont donc instables. Afin de mieux comprendre les mécanismes de diffusion et de croissance des phases IMCs se déroulant aux interfaces, la suite de ce chapitre se consacrera à l'étude des différentes étapes de croissance des phases IMCs lors du brasage d'un métal d'apport en étain sur une métallisation en cuivre.

II.3.c Les mécanismes de formation et de croissance des phases IMCs Cu-Sn

Comme illustré figure II.8, une des particularités de la croissance de l'IMC Cu₆Sn₅, en contact avec la phase liquide d'étain, est qu'elle ne s'effectue pas de façon plane. En effet, les grains IMCs présentent des formes hémisphériques, que l'on appellera « scallops », en accord avec la bibliographie. Dans cette partie, nous cherchons à présenter les différentes étapes de croissance des phases IMCs et à expliquer les mécanismes physico-chimiques responsables de la morphologie non plane de l'IMC Cu₆Sn₅. Ces mécanismes sont valables lors du brasage, mais aussi lors des premières étapes du procédé report IMC, c'est-à-dire avant le contact des grains IMCs provenant des interfaces avec les deux métallisations à assembler. Pour cela, nous nous appuierons sur les lois de croissance parabolique des phases IMCs obtenues dans la littérature par la mesure de l'évolution des épaisseurs des phases, ainsi que sur les micrographies des interfaces en fonction du temps.



L'évolution de l'épaisseur de la phase IMC Cu₆Sn₅ par croissance en phase liquide à 240 °C est illustrée figure II.9. Sur ce graphe, nous pouvons observer trois régimes distincts, caractérisés par des vitesses de croissance différentes. En considérant une loi de croissance parabolique (voir équation II.3), nous pouvons en déduire les mécanismes de croissance de la couche Cu₆Sn₅ suivants :

- En début de réaction (régime I), la croissance IMC est très rapide (0,3 μm/s) et s'effectue de façon linéaire. L'exposant de croissance parabolique (n) est égal à 1, ce qui signifie que la croissance de Cu₆Sn₅ est limitée par les réactions chimiques à l'interface entre le cuivre et l'étain, et non par les processus de diffusion. En effet, l'épaisseur de la phase IMC étant faible, le cuivre est dissous directement dans la phase liquide et précipite de façon très rapide [ABD12],
- Dans un second temps (régime II), la vitesse de croissance de l'IMC Cu₆Sn₅ reste toujours importante (~0,1 μ m/s), mais cette dernière diminue avec le temps de façon parabolique. Plusieurs études rapportent des valeurs de (*n*) comprises entre 0,2 et 0,4 [PAR13] [BAD95] [LEE12]. La croissance IMC est donc contrôlée par des processus de diffusion aux joints de grain de la phase IMC. Au début de la réaction, la couche Cu₆Sn₅, constituée de nombreux grains en forme de « scallops » de faibles diamètres, favorise les processus de diffusion aux joints de grain puis dans la phase liquide et engendre une croissance rapide de la couche IMC. Cependant, au cours de la réaction, la coalescence et le grossissement des grains par un mécanisme comparable au mûrissement d'Oswald, engendre une diminution de la densité de joints de grain et ainsi la fermeture des chemins de diffusion rapides. La diffusion en volume devient alors prépondérante, ralentissant la cinétique de croissance de la couche IMC,
- Enfin dans un troisième temps (régime III), l'épaisseur de la couche IMC semble tendre vers une limite. Plusieurs phénomènes contribuent à cette évolution : le grossissement des grains, le développement de la phase IMC Cu₃Sn et l'augmentation de l'épaisseur de la zone interfaciale, induisant des processus de diffusion volumique en phase solide sur de plus longue distance.



La croissance de la phase IMC Cu₃Sn présente également deux régimes distincts ([PAR13], [LIU12], [BAD95] et [LEE12]):

- En début de réaction, la phase IMC Cu₆Sn₅ n'étant pas en équilibre thermodynamique avec le cuivre, une couche IMC Cu₃Sn est alors formée à l'interface Cu/Cu₆Sn₅. Du fait des réactions chimiques compétitives se déroulant aux interfaces Cu/Cu₃Sn et Cu₃Sn/Cu₆sn₅ (croissance préférentielle de Cu₆Sn₅) cette couche évolue très lentement (*10 nm/s*) et de façon linéaire (*n=1*),
- Lorsque l'épaisseur de la phase Cu₆Sn₅ est plus importante, ou que la phase liquide d'étain est entièrement consommée par la formation de Cu₆Sn₅ (cas du report TLPB), la croissance de la phase Cu₃Sn s'effectue de façon parabolique (*n=0,5*), par des processus de diffusion volumique. La croissance de la phase Cu₃Sn est plus lente que celle de Cu₆Sn₅ du fait des processus de diffusion en phase solide sur de longue distance.

Dans le but d'une meilleure compréhension des mécanismes mis en jeu entre le cuivre et l'étain liquide dans la zone interfaciale, les différentes étapes de formation et de croissance des phases IMCs sont illustrées par ordre chronologique.

II.3.c.1 Germination de l'IMC Cu₆Sn₅

Comme l'interface entre le cuivre et l'étain n'est pas à l'équilibre thermodynamique, l'activation thermique et les gradients de concentration vont entrainer un flux de diffusion du cuivre dans l'étain, jusqu'à atteindre sa limite de solubilité. La limite de solubilité de l'étain étant faible (0,006% *massique à température ambiante et 2% massique à 240°C*), la formation de germes Cu_6Sn_5 peut être considérée comme instantanée et commence en phase solide durant la montée en température du système. La germination de la phase Cu_6Sn_5 , par sursaturation de la phase étain en cuivre à partir de mécanismes de diffusion en phase solide durant le chauffage, engendre la formation d'une couche IMC Cu_6Sn relativement plane et de faible épaisseur (voir figure II.10.a) [LEE12].

II.2.c.2 Dissolution de l'IMC Cu₆Sn₅ aux joints de grains : formation des « scallops » Cu₆Sn₅

Une fois la température de fusion de l'étain atteinte, les processus de diffusion vont être modifiés du fait de la formation d'une phase liquide. En effet, en plus d'augmenter la diffusivité des atomes de Cu, la présence d'une phase liquide modifie l'énergie interfaciale entre l'IMC et la brasure, entrainant une compétition entre la croissance et la dissolution de l'IMC. La phase Cu₆Sn₅ présente alors une structure en « scallops ». Les phénomènes physiques expliquant la formation puis la stabilité des « scallops » Cu₆Sn₅ sont détaillés ci-dessous :

Tout d'abord, le mouillage de la phase IMC par la phase liquide entraine une modification de l'énergie interfaciale entre l'IMC et la phase d'étain. En effet, l'énergie d'une interface solide/liquide est inférieure à celle d'une interface solide/solide [MA02]. Ainsi, de façon à équilibrer les énergies interfaciales, la surface de contact entre la phase IMC et la phase liquide aura tendance à augmenter après la fusion de l'étain. L'augmentation de la surface de contact s'effectue au niveau des zones les plus perturbées du cristal de la phase IMC, c'est-à-dire aux joints de grain. Ainsi, comme illustré figure II.10, la structure de la phase Cu₆Sn₅ est modifiée par un phénomène de «creusement » aux joints de grains, appelé « grain boundary grooving »,

- Le changement de morphologie de l'interface $Cu_6Sn_5/Sn_{liquide}$ s'effectue par dissolution de la phase IMC dans la phase liquide, au niveau des joints de grain [SCH98]. La dissolution des atomes de cuivre de l'IMC engendre alors la formation de grains en forme de « scallops », séparés les uns des autres par des couloirs d'étain liquide (voir figure II.10.b). Ensuite, ces atomes de cuivre diffusent très rapidement dans la phase liquide vers le haut des grains, où la sursaturation de la phase liquide entraine leur précipitation et la croissance verticale des grains IMCs [CH000]. La dissolution des petits grains IMCs au profit des plus gros, par mûrissement d'Oswald en phase liquide, continue jusqu'à la saturation complète de la phase liquide. En effet, la vitesse de dissolution de l'IMC est proportionnelle à la différence entre la solubilité du cuivre dans l'étain et la concentration en cuivre. Si la concentration en cuivre est égale à la limite de solubilité, la dissolution est nulle [MA02]. Lors du procédé de report intermétallique TLPB, le système est considéré confiné, c'est-à-dire que le métal d'apport en étain, introduit en sandwich entre les substrats, est de faible épaisseur (inférieure à *20 µm*). Ainsi, la saturation de la phase liquide et donc la dissolution de l'IMC s'effectuent rapidement.

La dissolution de la phase IMC dans la phase liquide au niveau des joints de grain engendre donc la formation d'une structure colonnaire constituée de grains séparés les uns des autres par des « couloirs » de phase liquide. L'épaisseur de la phase IMC étant minimale au niveau des joints de grain IMCs, ces derniers sont des chemins de diffusion privilégiés des atomes de cuivre. Les processus de transports rapides de matière aux joints de grain IMCs, puis à travers les « couloirs » de phase liquide contribuent à stabiliser cette structure colonnaire.



II.3.c.3 Coalescence des grains IMCs Cu₆Sn₅

Après saturation de la phase liquide d'étain, la phase IMC n'est plus dissoute. Ainsi, cette dernière va croître de façon hémisphérique par diffusion des atomes de cuivre à travers les joints de grain de la phase IMC, puis dans les couloirs de phase liquide. En effet, les atomes de Cu ayant diffusés en phase liquide aux alentours de la surface des grains IMCs précipitent et provoquent la croissance hémisphérique de ces derniers (voir figure II.11).

Initialement la couche IMC Cu₆Sn₅ est constituée d'un nombre important de grains de petites tailles. Les cinétiques de diffusion à travers ces joints de grain sont alors rapides. Or, durant le procédé, les grains IMCs en forme de « scallops » entrent en contact, du fait de leur croissance horizontale. Ces grains IMCs voisins vont alors coalescer, par un procédé comparable au mûrissement d'Oswald, pour former des monocristaux possédant leur propre orientation cristallographique [HAN13]. La coalescence des grains IMCs a pour effet majeur de diminuer la densité des joints de grain et de fermer les « couloirs » de phase liquide entre les grains, qui sont des chemins de diffusion "rapide" (voir figure II.11). Ainsi, comme précisé lors de l'étude cinétique, la diffusivité dans la phase Cu₆Sn₅ va considérablement diminuer (voir figure II.9). Comme illustré figure II.11.b et c, la structure en « scallop » est tout de même conservée, du fait de la diffusion rapide du cuivre au niveau des joints de grain IMCs restants. Cependant, une fois que tous les grains Cu₆Sn₅ auront coalescés, alors une couche IMC continue, présentant un front de diffusion quasi-plan, recouvrira la surface.

Durant le report IMC (système confiné), la coalescence verticale des grains provenant de chaque interface intervient avant la coalescence horizontale de tous les grains Cu_6Sn_5 en forme de « scallops ». Ainsi, lors du report IMC, une couche homogène de Cu_6Sn_5 n'est formée qu'après la formation de ponts IMCs verticaux entre les substrats cuivrés.



II.3.c.4 Croissance plane de l'IMC Cu₃Sn

Le composé Cu_6Sn_5 n'étant pas en équilibre thermodynamique avec le cuivre, une couche continue de composé Cu_3Sn tend à se former entre le cuivre et la phase Cu_6Sn_5 . Contrairement aux « scallops » Cu_6Sn_5 , cette couche croît de façon plane par diffusion en phase solide. L'interface solide/solide entre le cuivre et l'IMC Cu_6Sn_5 se décompose alors en deux interfaces solide/solide : la première entre le cuivre et Cu_3Sn et la seconde entre Cu_3Sn et Cu_6Sn_5 (voir figure II.11.c).

Au début de la réaction, la phase Cu₃Sn n'est pas observée, car sa cinétique de formation est bloquée par la diffusion rapide des atomes Cu provenant du substrat, à travers les joints de grains de la phase Cu₆Sn₅ puis dans la phase liquide. En effet, la plus grande diffusivité du cuivre vers l'interface Cu₆Sn₅/Sn_{liquide}, empêche l'accumulation des atomes Cu dans la phase Cu₃Sn, limitant ainsi sa croissance [BAD95].

Or, après la coalescence des « scallops » Cu_6Sn_5 , la fermeture des « chemins » de diffusion rapides permet la croissance de la phase Cu_3Sn (voir figure II.11.b et c). La croissance de la phase Cu_3Sn , à partir de mécanismes de diffusion volumique en phase solide à travers les phases IMCs, est relativement lente.

Durant le report IMC (système confiné), la croissance de la phase Cu₃Sn s'effectue principalement une fois que l'étain liquide est entièrement consommé par la formation de la phase Cu₆Sn₅, pour les raisons évoquées précédemment.

II.4 Etat de l'art du procédé de report Intermétallique TLPB

Cette partie a pour objectif de résumer les différents résultats expérimentaux publiés dans la littérature sur le procédé de report IMC. Tout d'abord, nous présenterons les techniques industrielles permettant de métalliser les composants et de déposer le métal d'apport entre ces métallisations avant report IMC. Ensuite, les principaux exemples de report IMC Cu-Sn, à la fois académiques et industriels (brevets *Infineon, Toyota*), seront illustrés. En particulier, nous nous intéresserons aux conditions spécifiques d'assemblage employées ainsi qu'aux caractéristiques des phases IMCs formées. Enfin, nous étudierons l'influence des paramètres d'assemblage sur la formation de défauts au sein des joints IMCs. Ces informations nous serviront de bases pour la mise en œuvre et l'optimisation expérimentale de cette technique de report.

II.4.a Les techniques de dépôt des métallisations en cuivre et du métal d'apport en étain

Le métal d'apport et les métallisations peuvent être déposés sur les composants à assembler par trois différentes techniques : par dépôt en voie humide de type électrolytique, par dépôt physique en phase vapeur (PVD) ou sous la forme de feuille métallique. Ces techniques se diffèrent principalement par l'épaisseur limite du métal qu'il sera possible de déposer, par la pureté du métal, ainsi que par la difficulté et le temps de mis en œuvre du dépôt, c'est-à-dire son coût de production. Ces différentes techniques utilisées dans l'industrie électronique sont détaillées ci-dessous.

II.4.a.1 Dépôt en voie humide de type électrolytique

Les dépôts en voie humide nécessitent l'immersion des pièces à métalliser dans un bain contenant le matériau à déposer. Les mécanismes de déposition reposent sur des réactions d'oxydo-réduction. Ainsi, suivant le mode d'approvisionnement des électrons, on distingue différentes techniques : les dépôts électrolytiques (nécessitant une source de courant extérieur) et les dépôts chimiques par déplacement (immersion) ou par réduction chimique (dépôt electroless). Or, le report IMC faisant intervenir des processus de diffusion, ce procédé nécessite de déposer des couches épaisses (supérieure à $10 \,\mu m$) et pures. Ainsi, les dépôts par voie électrolytique seront privilégiés.

Le procédé de dépôt électrolytique est basé sur le principe de l'électrolyse, où les électrons sont fournis par un générateur de courant. Les ions métalliques nécessaires à la réaction sont issus de la dissolution d'un sel du métal à déposer. Par exemple, l'apport en ions cuivre (Cu^{2+}) s'effectue principalement via des sels de sulfate de cuivre $(CuSO_4)$. Le dépôt s'effectue dans des bains acides (acide sulfurique), à des températures comprises entre 20 et 50°C et à des densités de courant variant entre 5 et 20 A/dm² [BAD82]. Les réactions se déroulant aux électrodes sont les suivantes :

 $Cu \rightarrow Cu^{2+} + 2e^{-}$ (oxydation et dissolution à l'anode)

 $Cu^{2+} + 2e^{-} \rightarrow Cu$ (réduction et dépôt à la cathode)

D'après la loi de Faraday, ces réactions donnent une vitesse de dépôt de 0,22 μ m/min par A/dm² et pour un rendement de 100%.

De la même façon, le dépôt d'étain électrolytique s'effectue principalement à partir du sulfate d'étain (II) de formule SnSO₄, dans un bain acide (acide sulfurique) [END74].

En plus du sel métallique et de la solution acide, plusieurs additifs sont généralement ajoutés dans les bains, afin d'améliorer la qualité des dépôts. Les principaux additifs sont des brillanteurs, (sulfopropyldisulfite de sodium (SPS)), des agents mouillants (polyéthylène glycol (PEG)) et des niveleurs (butyne-1,4-diol) [DEF12] [COT09]. Durant le dépôt, ces additifs s'absorbent à la surface de ce dernier afin d'affiner la taille des grains (dépôt plus compact), de diminuer la tension superficielle du liquide ou de compenser les irrégularités de surface. Cependant, l'incorporation de molécules organiques est une source de contamination des dépôts.

Le procédé de dépôt électrolytique permet de déposer des épaisseurs de métal variant entre plusieurs micromètres et plusieurs dizaines de micromètres. Afin de former un dépôt de qualité, et notamment d'éviter les effets de pointe à la surface du dépôt, l'épaisseur maximale recommandée est de *15 µm*. Ces épaisseurs sont donc adaptées à la métallisation des composants et au dépôt du métal d'apport pour la réalisation du report IMC. Ce procédé nécessite une maitrise très stricte des paramètres de dépôt, tels que la composition et la concentration des bains, la température, le pH et la densité de courant. Ces paramètres influençant fortement la qualité du dépôt, nous avons choisi de sous-traiter la réalisation des dépôts électrochimiques sur les pièces à assembler. Les dépôts ont été réalisés en collaboration avec la société *L'ELECTROLYSE*, basée à Latresne (33), qui a un savoirfaire important pour le traitement et le revêtement de surface.

Cependant, un des inconvénients majeurs des dépôts électrolytiques est la faible pureté de ces derniers, lorsque les composants sont immergés dans des bains contenant des additifs organiques. En effet, durant le dépôt, les molécules organiques contenues dans les additifs s'absorbent à la surface du dépôt et peuvent y être incorporés. Du fait des processus de diffusion mis-en-jeux lors de la formation des joints IMCs ou lors du vieillissement thermique des brasures, cette contamination est problématique. Il a été montré ([KUM11], [KIM13]) que la présence d'impuretés dans les dépôts électrolytiques de cuivre était responsable de la formation de porosités, dites de «Kirkendall», à l'interface entre le dépôt Cu et l'IMC Cu₃Sn (voir figure II.29). En particulier, des analyses chimiques ont montré que le taux de porosité était directement lié à la concentration en souffre incorporé dans le dépôt. La contamination par le souffre dépend principalement de la concentration d'ions SO_4^- . Dans le chapitre IV, nous verrons que les dépôts électrolytiques réalisés par la société elgendernt la formation d'une importante porosité le long de l'interface Cu/Cu₃Sn, alors que ces pores ne sont pas observés à partir de dépôts réalisés par PVD.

En résumé, l'électrodéposition est une méthode simple à mettre en œuvre, rapide et peu coûteuse car les métaux complexés ont un coût moins élevé que celui des métaux purs. Cependant, l'incorporation d'impuretés durant les dépôts engendre la formation d'importants défauts dans les joints IMCs. Il est donc nécessaire d'optimiser les paramètres de dépôt (la quantité d'additif organiques et l'âge des bains) en collaboration avec la société *L'ELECTROLYSE*, afin d'obtenir un métal très pur. En effet, c'est par exemple par cette méthode que sont obtenues les poudres de très hautes puretés (supérieure à 99,99%).

II.4.a.2 Dépôt en voie sèche par PVD (Dépôt Physique en phase Vapeur)

A la différence des dépôts en voie humide, la voie sèche ne nécessite pas l'immersion des pièces à revêtir dans un bain contenant une solution du métal à déposer. En effet, les composants et le métal

à déposer sont introduits en vis-à-vis et sous forme solide dans une enceinte sous vide. Le mécanisme de déposition se divise en quatre étapes : la création d'une vapeur métallique à partir du métal source, son transport sous vide, sa condensation à la surface des composants puis la croissance de la couche. Suivant le mode d'obtention de la vapeur métallique on distingue deux techniques différentes : l'évaporation sous vide, où le métal source est évaporé par effet thermique, et la pulvérisation cathodique, où le métal est éjecté par effet mécanique (bombardement ionique). Les caractéristiques de ces deux techniques sont les suivantes :

• <u>L'évaporation sous vide :</u>

Afin d'évaporer le métal source, il existe deux méthodes : le chauffage par effet Joule (« resistance heated evaporation ») ou par faisceau d'électrons (« e-beam evaporation »). La technique d'évaporation par effet Joule consiste simplement à porter le métal à déposer à haute température par résistance, afin de l'évaporer. L'évaporation par faisceau d'électrons est plus sélective. En effet, un faisceau d'électrons à haute énergie est dirigé sur le matériau source, permettant de faire fondre et d'évaporer seulement sa surface [BES85]. Ensuite, les particules de métal évaporées se déplacent dans toutes les directions, par transport sous vide. La pression dans l'enceinte doit donc être faible (*inférieure à 10^{-4} mbar*), afin d'augmenter le libre parcours moyen des particules évaporées et ainsi de leur permettre d'atteindre les substrats à revêtir. Le libre parcours moyen d'une molécule correspond à la distance qu'elle peut parcourir sans entrer en collision avec une molécule de gaz. Plus la pression en oxygène est faible, plus cette distance est élevée et plus les particules de métal pourront se déposer sur les substrats. Enfin, les particules évaporées arrivent à la surface des substrats, où elles se condensent et permettent la croissance de la couche. Le mécanisme schématique du dépôt par évaporation sous vide est illustré figure II.12.



Les vitesses des dépôts réalisés par évaporation sont généralement élevées, d'environ une centaine de nanomètres par minute. De plus, cette technique permet de déposer des couches très fines (0,1 μ m), mais également des couches plus épaisses (*environ 10 \mum*). Elle est donc adaptée au dépôt industriel des métallisations et du métal d'apport pour le procédé de report IMC. De plus, un des principaux avantages de l'évaporation, par rapport au dépôt électrolytique, est l'obtention d'une couche de métal pure.

En revanche, cette technique présente les inconvénients liés au dépôt PVD dans une enceinte sous vide : en un dépôt, il n'est possible de métalliser qu'une seule face du composant et le nombre de composants à métalliser est limité par les dimensions de l'enceinte.

• La pulvérisation cathodique :

On parle de pulvérisation cathodique car le matériau précurseur à déposer est situé à la cathode. L'anode, disposée parallèlement à la cible, sert de porte substrat. Après avoir atteint un vide secondaire dans l'enceinte, on introduit un flux contrôlé d'argon. Sous l'effet du champ magnétique de la cible, les électrons de germes vont ioniser le gaz d'argon pour former un plasma. Les espèces positives du plasma (Ar^{\dagger}) sont alors accélérées vers la cathode par un champ électrique et entrent en collision avec le matériau à déposer. Ses atomes de surface sont ainsi pulvérisés dans l'enceinte du réacteur. La différence de potentiel entre les deux électrodes permet le dépôt des atomes sur le substrat puis la croissance d'une couche mince (voir figure II.13).



Nous disposons à l'ICMCB d'une enceinte de pulvérisation cathodique radiofréquence (*rf*). Le terme *rf* signifie que l'on utilise une alimentation alternative radiofréquence, permettant le dépôt sur des substrats isolants. Le dispositif est équipé de 4 porte-cibles, dont 2 sont orientables, de manière à déposer des alliages en copulvérisation.

Ainsi, les avantages de cette technique sont la possibilité de déposer un grand nombre de matériaux (dont des alliages) sur un grand nombre de substrats (notamment non conducteurs). De plus, par rapport à l'évaporation, ce procédé permet d'améliorer l'uniformité, l'adhérence et la pureté du dépôt. Cependant, les vitesses de dépôt sont extrêmement faibles, de plusieurs centaines de nanomètres par heure, et l'épaisseur maximale qu'il est possible de déposer est de $3 \mu m$. En effet, au-dessus de cette épaisseur, les contraintes induites dans la couche dense formée peuvent provoquer le décollement du dépôt. Ainsi, ce procédé sera principalement utilisé pour des applications nécessitant des métallisations de faibles épaisseurs (inférieure au micromètre) et d'une grande pureté, comme la métallisation des wafers.

En résumé, la PVD, qui permet de réaliser des couches minces d'une excellente pureté, est une technique plus complexe à mettre en œuvre que l'électrodéposition. Cependant, l'évaporation semble être la technique la plus adaptée à la métallisation des composants pour le report IMC, car elle permet de réaliser un dépôt pur en un temps réduit. En effet, malgré de nombreux avantages, l'électrodéposition nécessite une optimisation des conditions de dépôt afin d'obtenir des couches pures.

II.4.a.3 Métal d'apport sous forme de feuille laminée

Lorsque les composants à assembler sont déjà métallisées (par exemple, les puces (Ag,Cu), les substrats DBC (Cu) ou les semelles frittées (Cu), alors le métal d'apport peut être introduit entre les composants sous la forme d'une feuille métallique laminée, comme une préforme de brasure. Cependant, la préforme métallique doit présenter une faible épaisseur (inférieure à $20 \mu m$), afin de réduire l'épaisseur du joint IMC et ainsi la durée du report.

Durant notre étude, des préformes d'alliage de brasure $SnAg_{3,8}Cu_{0,7}$ (« SAC », fournies par la société *MATERION*) de 20 μ m d'épaisseur ont été principalement utilisés pour l'assemblage IMC de substrats cuivrés. Des dépôts d'étain sur les substrats cuivrés ont également été réalisés par pulvérisation cathodique, afin d'obtenir des métallisations de faible épaisseur (inférieure à 2 μ m). Enfin, des dépôts électrolytiques de cuivre (15 μ m) et d'étain (3 μ m) ont été effectués par la société *L'ELECTROLYSE*, afin de métalliser des anneaux en ferronickel pour la réalisation d'assemblages industriels.

II.4.b Exemples d'assemblages réalisés par report IMC Cu-Sn

Tout d'abord, nous nous intéressons aux différentes étapes de croissance des phases IMCs Cu-Sn durant le procédé de report TLPB. L'analyse de l'évolution des phases IMCs en fonction du temps a fait l'objet de nombreuses études ([LI11], [KAN02], [LEE11]), dont un exemple typique est illustré figure II.14 [HAN13]. Dans cet exemple, une feuille d'étain de *30 µm* d'épaisseur est placée entre deux substrats cuivrés (de *1 mm* d'épaisseur). Le système est alors mis sous une pression de *5 KPa* et chauffé à *240°C* pendant *20* à *960 minutes*. Dans un premier temps (figure II.14.a), la croissance des grains IMCs s'effectue en forme de « scallops », dont les mécanismes de croissance ont été décrits en détail dans la section II.3.c. Ensuite, le métal d'apport en étain étant introduit dans un système confiné, les grains IMCs hémisphériques provenant de chaque substrat entrent en contact et coalescent vers le centre du joint (voir figure II.14.b). Des « ponts » IMCs solides sont alors formés entre les deux substrats, fixant le volume du joint. En continuant la réaction, la phase liquide d'étain est entièrement transformée en composé IMC Cu₆Sn₅ (figure II.14.c). Enfin, après *960 minutes à 300°C* le joint est uniquement constitué de la phase IMC riche en cuivre et stable thermodynamiquement Cu₃Sn, dont la croissance s'effectue par consommation de la phase Cu₆Sn₅ (figure II.14.d).



Ensuite, afin de mieux comprendre le comportement mécanique des joints IMCs Cu₆Sn₅ et Cu₃Sn, il est nécessaire d'étudier leurs microstructures. Les microstructures des phases sont révélées à partir d'attaques chimiques [HAN13] ou d'un polissage par sonde ionique focalisée (FIB : Focused Ion Beam) [LI11] et sont ensuite analysées par microscopie électronique à balayage (MEB). La figure II.15 illustre les microstructures particulières des deux phases IMCs Cu-Sn. Sur la figure II.15.a, il apparait que la coalescence des grains Cu₆Sn₅ en forme de « scallops », engendre la formation de gros grains individuels. En particulier, la phase Cu_6Sn_5 ne présente pas de joints de grain « horizontaux » au centre du joint, entre les grains provenant des deux interfaces. Les joints de grain étant des zones fragiles mécaniquement, nous pouvons en déduire que la fracture de ce type de joint s'effectuera principalement à l'interface entre les deux phases IMCs Cu₆Sn₅ et Cu₃Sn (voir figure II.15.a). A l'inverse, la microstructure de la phase Cu₃Sn est constituée d'un nombre important de grains en forme de colonne de faible épaisseur (voir figure II.15.b). Au centre du joint, une ligne de contact (joints de grain) sépare les grains provenant des deux interfaces. Cette interface sera responsable de la rupture des joints Cu₃Sn. Ces résultats sont confirmés par des analyses de diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD) réalisées durant les différentes étapes de croissance des phases IMCs. Tout d'abord, les « scallops » Cu₆Sn₅, présentant des orientations cristallographiques différentes, sont formées et croissent à partir des substrats cuivrés (figure II.16.a). Ensuite, la coalescence des grains IMCs entraine la formation de gros grains Cu₆Sn₅, possédant leur propre orientation cristallographique (figure II.16.b). En revanche, la phase Cu₃Sn est constituée de nombreux grains allongés présentant des orientations différentes. A la fin du procédé, les grains Cu₃Sn ne peuvent pas coalescer et présentent toujours des orientations cristallines différentes, entrainant la formation de joints de grain au centre du joint.



<u>Figure II.15</u> : Les microstructures verticales des phases IMCs Cu-Sn : (a) Cu₆Sn₅ constitué de gros grains individuels ; (b) Cu₃Sn constitué de nombreux grains de forme colonnaire [LI11]



<u>Figure II.16</u> : Analyse EBSD des phases IMCs : (a) Les différentes orientations cristallines des « scallops » Cu_6Sn_5 ; (b) Coalescence des « scallops » en gros grains Cu_6Sn_5 ; (c) Les différentes orientations cristallines des grains colonnaires Cu_3Sn [HAN13]

A plus haute température, Bosco et al. [BOS05] montrent qu'il est possible de transformer entièrement le métal d'apport étain (épaisseur initiale 20 μ m) en phase IMC (δ) Cu₄₁Sn₁₁, puis en solution solide de cuivre (voir figure II.17).



Dans les exemples précédents, la pression est choisie faible (inférieure à 5 KPa), afin d'éviter l'éjection de la phase liquide en dehors de la surface d'assemblage et ainsi d'obtenir un joint épais (30 μ m). En effet, il est plus facile d'observer la croissance et la microstructure des phases IMCs à partir d'un joint épais que d'un joint fin. Les durées de réaction très importantes lors du procédé sont à relier aux fortes épaisseurs de la zone interfaciale. En effet, comme décrit précédemment (chapitre II.3.c), les cinétiques de diffusion diminuent fortement à partir d'une certaine épaisseur, à cause de la coalescence des grains IMCs, puis de la diffusion en phase solide à travers les phases IMCs sur de longues distantes. Ainsi, un joint de faible épaisseur sera à privilégier afin de diminuer le temps de report.

L'épaisseur du métal d'apport est donc un paramètre d'élaboration crucial, influençant à la fois la durée du procédé et la qualité du joint IMC. Son optimisation dépend de l'application considérée, et notamment de la rugosité et de la planéité des pièces à assembler. Par exemple, industriellement, le procédé de report IMC est particulièrement employé pour l'assemblage de wafers (« wafer-level bonding »), permettant l'intégration 3D des composants (voir chapitre I.3.e). Pour ces applications, de façon à minimiser la taille des systèmes microélectroniques, mais aussi du fait de la planéité et de la faible rugosité des wafers, les interconnexions IMCs sont de faibles épaisseurs (inférieures à 5 μ m). Un exemple d'assemblage de deux wafers par le procédé de report IMC est illustré figure II.18. Tout d'abord, les wafers sont métallisés par une couche de cuivre d'épaisseur comprise entre 1 et 5 μm , sur laquelle est déposé le métal d'apport en étain (ou en étain-argent) d'épaisseur 1,5 μm [MUN06]. Ces dépôts sont principalement réalisés par voie électrolytique, mais également par PVD. Le report IMC est effectué à 260°C, sous haute pression (3 MPa) et dans des temps très courts [HOI10]. En effet, le métal d'apport est transformé entièrement en IMC Cu₆Sn₅ en moins d'une minute. Une durée de 20 minutes est suffisante pour former un joint constitué de l'IMC Cu₃Sn, d'environ 5 μm d'épaisseur (voir figure II.18.b). L'objectif du procédé est alors de former la phase Cu₃Sn, qui est la phase stable thermodynamiquement et qui possède les meilleures propriétés physico-chimiques.

Cependant, la réaction de formation de l'IMC Cu_6Sn_5 étant très rapide et l'épaisseur de métal d'apport étant faible, la consommation totale de l'étain en phase IMC peut s'effectuer durant le chauffage du système par diffusion en phase solide, empêchant la formation d'une phase liquide. Or, la présence d'une phase liquide durant le procédé est nécessaire de façon à assurer un bon contact entre les couches par mouillage et ainsi d'obtenir un joint homogène. Ainsi, la vitesse de montée en

température et l'épaisseur du métal d'apport doivent être optimisées de manière à ce que de l'étain reste disponible pour la formation d'une phase liquide après chauffage. Afin de retarder la consommation du métal d'apport en phase solide, il est également possible d'insérer une barrière de diffusion entre le substrat et le métal d'apport (brevet d'*Infineon* [HUB07]). La barrière de diffusion peut-être une couche de nickel (Ni) ou de titane (Ti) d'épaisseur comprise entre 20 et 50 nm. Une fois la phase liquide formée, la barrière de diffusion est dissoute dans le métal d'apport, permettant la croissance des grains IMCs.



En revanche, pour l'assemblage IMC de matériaux industriels, c'est-à-dire rugueux et non-plans, comme la réalisation de reports puce/substrat ou substrat/semelle, l'épaisseur du métal d'apport devra être plus importante. Un temps d'assemblage long sera alors nécessaire pour transformer entièrement le joint en IMC Cu₃Sn, ce qui est incompatible avec un procédé industriel. Or, comme précisé dans le chapitre I, la société *Infineon* a déjà introduit ce procédé dans ses modules de puissance (*technologie .XT*), pour l'assemblage de composants. Ainsi, à partir de l'analyse des brevets et des articles publiés par *Infineon*, nous avons cherché à mieux comprendre les conditions et les caractéristiques de ce procédé industriel.

D'après les micrographies des joints IMCs publiées par *Infineon* ([GUT10] et [HEU14]) et illustrées figure II.19, l'épaisseur de la métallisation en cuivre des puces serait comprise entre 1 et 4 μm . Le métal d'apport, constitué de l'alliage étain-argent (de type $SnAg_{3.5}$), est ensuite déposé directement sur la métallisation en cuivre de la puce, préférentiellement par voie électrolytique. L'épaisseur du métal d'apport est choisie en fonction de la rugosité des composants à assembler, et notamment en fonction de la rugosité de la métallisation en cuivre du substrat DBC, qui est le matériau le plus rugueux. En effet, l'épaisseur du métal d'apport est minimisée de façon à être égale à la rugosité maximale (*Rz*) de la métallisation, qui correspond à la hauteur maximale du profil entre le pic le plus haut et le creux le plus profond. Par exemple, si la rugosité *Rz* du substrat DBC est comprise entre 4 *et 6* μm , et que la rugosité de la métallisation en cuivre de la puce est inférieure à 1 μm , alors l'épaisseur du métal d'apport sera comprise entre 2 et 8 μm (d'après le brevet d'*Infineon* [GUT08-1]).

Afin de minimiser la durée du report, l'objectif du procédé d'assemblage est de former un joint dont le volume est constitué à 90% de phase IMCs (Cu_3Sn , Cu_6Sn_5 et Ag_3Sn). L'assemblage s'effectue dans les conditions suivantes :

- Le substrat DBC est tout d'abord chauffé à une température supérieure au point de fusion du métal d'apport (*supérieure à 230°C*), par l'intermédiaire d'un plateau chauffant,

- La puce, sur laquelle est déposé le métal d'apport, est ensuite placée puis pressée sur le substrat à haute température, par l'intermédiaire d'un second plateau chauffant. Afin d'établir un contact intime entre les couches et de minimiser l'épaisseur du joint, une forte pression, comprise entre 0,5 et 5 MPa, est appliquée entre les deux composants,
- Le contact thermique entre les deux composants entraine la fusion du métal d'apport. La phase liquide sous pression vient alors mouiller et combler la rugosité de la métallisation du substrat DBC,
- En maintenant la température et la pression d'assemblage, la diffusion du cuivre dans la phase liquide entraine la formation et la croissance colonnaire de la phase IMC Cu₆Sn₅. La coalescence des grains IMCs provenant de chaque interface engendre la formation de « ponts » IMCs solides, reliant les métallisations en cuivre des deux composants à assembler. Une fois que « les ponts IMCs » à haute température de fusion sont formés, il est possible de retirer la pression appliquée,
- Si 90% du volume du joint est transformé en composés IMCs (principalement Cu₆Sn₅ et Ag₃Sn), alors l'assemblage est terminé. Sinon, un traitement thermique additionnel, sans pression, permet de compléter la réaction.

Du fait de la faible épaisseur du joint, la durée d'application de la pression à la température du report pour former les « ponts » IMCs en phase liquide est inférieure à *10 secondes*. La durée du traitement thermique supplémentaire, après relâchement de la pression, est d'environ *60 secondes*. Ainsi, un joint de *10 µm* d'épaisseur, majoritairement constitué de la phase IMC Cu₆Sn₅, mais aussi des phases Ag₃Sn et Sn (voir figure II.19) est formé en un temps très court (environ *2 minutes*). Néanmoins, sur les micrographies des joints, nous pouvons noter la présence de porosités résiduelles.



La société *Toyota Motor Engineering* a également déposé trois brevets portant sur le procédé de report intermétallique TLPB, pour des applications d'attache de puce sur un substrat DBC [YOO13-1-2-3]. Pour présenter ce procédé, *Toyota* a publié un exemple d'assemblage double face d'une puce entre deux substrats DBC (interconnexion 3D), par l'intermédiaire de deux joints IMCs Cu-Sn (voir figure II.20). Pour réaliser l'assemblage, la puce est tout d'abord métallisée faces avant et arrière par une couche de cuivre d'épaisseur 5 μ m. Ensuite, une feuille d'étain, d'épaisseur comprise entre *10 et 25* μ m, est insérée entre les métallisations en cuivre de la puce et du substrat céramique DBC. L'assemblage s'effectue à *250°C*, durant 30 *minutes à 2 heures*, sous une pression comprise entre *100 et 300 KPa* et sous atmosphère réductrice [YOO13-4]. Sur les micrographies, nous constatons que le joint est constitué de deux phases IMCs, Cu₆Sn₅ et Cu₃Sn, et que la métallisation en cuivre de la puce et l'adhésion du

joint IMC, mais aussi d'accommoder les déformations dans l'interconnexion, un excès de métallisation en cuivre est nécessaire. C'est pourquoi, l'utilisation d'une feuille d'étain d'épaisseur inférieure à 10 μ m est recommandée. En effet, comme illustré figure II.21, dans les mêmes conditions d'assemblage, le joint est entièrement transformé en IMC Cu₃Sn et une couche de cuivre reste toujours présente entre le joint et la puce.



Figure II.21: Micrographie d'un joint IMC Cu₃Sn élaboré par report IMC (Toyota) [YOO13-4]

L'analyse des exemples de report IMC publiés dans la littérature a permis de définir les étapes de croissance et les caractéristiques des joints IMCs Cu-Sn, ainsi que de présenter différentes conditions d'assemblage (épaisseur des métallisations, température, temps et pression d'assemblage), suivant les applications considérées. En revanche, peu d'études se consacrent à la caractérisation des propriétés thermomécaniques des joints IMCs. Il a tout de même été montré que l'assemblage de deux wafers par l'intermédiaire de la phase Cu₃Sn présente une excellente tenue mécanique en cisaillement, supérieure à *120 MPa* [VAR13]. La rupture de l'assemblage s'effectue au centre de la phase Cu₃Sn. Une autre étude [LEE11] montre que la tenue mécanique en cisaillement des joints IMCs dépend des conditions d'élaboration : un joint élaboré à haute température (*350°C*), constitué de la phase Cu₃Sn, présente une résistance au cisaillement de *50 MPa*, tandis qu'elle diminue à *20 MPa* lorsque le joint est élaboré à basse température (*250°C*) et est constitué des deux phases IMCs Cu₆Sn₅ et Cu₃Sn.

De plus, comme présenté dans le chapitre I, la société *Infineon* a évalué la fiabilité de l'assemblage IMC Cu-Sn d'une puce sur un DBC en cyclage actif. Ces résultats montrent que les joints IMCs

présentent une tenue en cyclage et donc à la fatigue thermomécanique très supérieure à celle des brasures de référence.

II.4.c Influence des paramètres d'assemblage sur la microstructure des joints IMCs

Afin d'assurer une tenue mécanique et des conductivités thermiques et électriques maximales, le joint IMC doit présenter un faible taux de défauts ou de porosités. Ainsi, dans la dernière partie de ce chapitre, nous cherchons à déterminer l'influence des paramètres d'élaboration sur la formation de défauts au sein des joints IMCs. Dans la littérature, on distingue deux types de porosités : la porosité formée au centre du joint IMC et la porosité formée à l'interface Cu/Cu₃Sn (porosité de « Kirkendall »).

II.4.c.1 Formation de porosité au centre du joint

Des exemples de porosités résiduelles formées au centre du joint lors du report IMC sont illustrées figure II.22. Lorsque le joint est élaboré à basse pression (inférieure à *100 KPa*), les pores présentent des formes circulaires de grandes dimensions (figure II.22.a). A plus haute pression (supérieure à *500 KPa*), les pores sont fins et allongés du fait de l'expulsion de la phase liquide (figure II.22.b). Cependant, ces deux types de porosité diminuent drastiquement les performances des joints IMCs.



Dans l'article [BOS04], Bosco est un des premiers auteurs à présenter un mécanisme de formation de la porosité au centre du joint IMC. Dans sa théorie, Bosco défini une épaisseur critique du métal d'apport à déposer, afin d'éviter la formation de porosité. En effet, suivant l'épaisseur initiale du métal d'apport, deux mécanismes différents interviennent (voir figure II.23) :

- Si l'épaisseur du métal d'apport est inférieure à l'épaisseur de la phase IMC formée en phase solide durant le chauffage, appelée épaisseur critique (figure II.23.a): les grains IMCs colonnaires provenant de chaque substrat se rencontrent et coalescent au centre du joint avant la fusion du métal d'apport. La phase d'étain se retrouve alors sous forme d'îlots, isolée entre les grains IMCs. Ainsi, une fois l'étain liquide, la réaction entre le cuivre et l'étain est contrainte par les grains IMCs solides séparant les deux substrats. La consommation d'étain pour former la phase IMC Cu₆Sn₅ entraine alors un déficit atomique dans le volume confiné et donc la formation de porosité au centre du joint,
- Si l'épaisseur du métal d'apport est supérieure à l'épaisseur critique (figure II.23.b): la fusion de l'étain s'effectue avant la coalescence des grains IMCs provenant de chaque substrat. Un joint sans porosité est alors formé.

Ainsi, Bosco préconise une épaisseur de métal d'apport et une vitesse de montée en température élevées. Cependant, cette théorie de formation de porosité présente des incohérences majeures.

Tout d'abord, la croissance IMC en phase solide durant le chauffage est lente (environ $1 \mu m$ pour une vitesse de chauffage de 5°C/min) et s'effectue de façon relativement plane. En effet, c'est en phase liquide que les « scallops » Cu₆Sn₅ sont formées. Ainsi, si la formation de porosité est liée à la coalescence des grains IMCs en forme de « scallops », alors l'épaisseur initiale du métal d'apport a peu d'influence sur cette porosité. Néanmoins, pour des épaisseurs d'étain très importantes (supérieure à $20 \mu m$), l'effet confiné du système est minimisé et les grains IMCs adjacents peuvent coalescer horizontalement, avant de coalescer verticalement avec les grains IMCs provenant de l'interface opposée. En effet, comme présenté dans la partie II.3.c, la coalescence des grains IMCs adjacents permet de former un front de diffusion relativement plan. Ainsi, un plus faible volume d'étain sera piégé entre les grains IMCs et la porosité résiduelle sera diminuée. En revanche la durée d'assemblage sera extrêmement longue.



Chuang et al., dans [CHU12], proposent également un mécanisme de formation de porosité, lors du report IMC Ni-Sn. Ce mécanisme est semblable à celui de Bosco, sauf que l'influence de la croissance IMC durant le chauffage est négligée. D'après Chuang, la formation de la porosité au centre du joint est liée à la coalescence des grains IMCs en forme de « scallops » provenant de chaque interface, fixant l'épaisseur du joint avant la consommation totale du métal d'apport. Une quantité importante d'étain est alors isolée entre les « ponts » IMCs. Or, d'après les volumes molaires des différentes phases, la réaction entre le nickel et l'étain pour former la phase IMC Ni₃Sn₄ (selon l'équation : 3 Ni + 4 Sn \rightarrow Ni₃Sn₄) entraine une contraction de volume de *11,3 %* [CHU12]. Afin d'accommoder la contraction de volume associée à la transformation de l'étain va alors diffuser en dehors de la zone de réaction, engendrant progressivement la formation de pores.

La figure II.24, illustre la formation de la porosité au centre du joint en fonction des différentes étapes de croissance des phases IMCs, pour le système $Ni/Sn(10\mu m)/Ni$. La surface du joint IMC figure II.24.b a été polie par sonde ionique (FIB) afin d'éviter que la formation de pores provienne d'artefacts liés au polissage mécanique.



Figure II.24: Micrographies illustrant la formation de porosité au centre du joint lors du report IMC
Ni-Sn : (a) Joint sans porosité avant coalescence des « scallops » provenant de chaque interface ;
(b) Formation de pores après fixation du volume du joint par coalescence des grains IMCs [CHU12]Cependant, ce mécanisme de formation de porosité reste une hypothèse, car aucun auteur ne
caractérise rigoureusement les flux de diffusion. C'est pourquoi, au cours de cette thèse, nous
chercherons également à développer un modèle numérique permettant de quantifier les flux de
diffusion d'étain durant les différentes étapes du report et ainsi de déterminer un mécanisme précis
de formation des macro-pores. Ces modélisations seront présentées dans le chapitre III.

Néanmoins, comme illustré figure II.25, le mécanisme de formation de porosité développé par Chuang est confirmé par le fait que sans substrat supérieur pour former une structure « sandwich », la transformation du métal d'apport en IMC ne forme aucune porosité résiduelle (voir figure II.25.b). En effet, le volume de l'interconnexion n'est jamais fixé par la coalescence des grains IMCs colonnaires provenant de chaque substrat, c'est pourquoi la contraction de volume associée à la formation de l'IMC peut être accommodée par une diminution de l'épaisseur du joint.



D'après les résultats publiés dans la littérature, trois principaux paramètres d'élaboration ont une influence sur le taux de porosité formée au centre du joint : la pression d'assemblage, la vitesse de montée en température et la composition du métal d'apport.

• Influence de la pression d'assemblage

Dans l'article [PAN12], Pachenko présente l'effet de la pression d'assemblage sur la formation de porosités dans les joints IMCs. Dans cette étude, le procédé de report IMC permet d'assembler des composants en Si, métallisés en cuivre et d'un alliage d'apport en SnAg_{3,5}, d'épaisseurs respectives 5 μm et 3 μm , par voie électrolytique. Les joints IMCs sont élaborés à 250°C durant 40 secondes sous différentes pressions.

Comme illustré figure II.26, l'augmentation de la pression de *O MPa à 2,42 MPa* permet de réduire le taux de porosité dans le joint IMC de *35,1% à 10,7%*. L'épaisseur du joint, constitué principalement de la phase IMC Cu₆Sn₅, diminue également de *3,8 µm à 2,4 µm*. L'application d'une forte pression (de plusieurs *MPa*) pourrait permettre de déformer plastiquement les « ponts » IMCs Cu₆Sn₅ formés entre les substrats et ainsi d'accommoder, en partie, la contraction de volume associée à la réaction de formation de la phase IMC [BAD94]. En effet, les composés IMCs étant rigides, une faible déformation engendre une relaxation importante de contrainte. Cependant, ce résultat est à minimiser par le fait qu'en augmentant la pression, l'épaisseur du joint diminue, mais la taille des pores diminue également (voir figure II.22.b). Ainsi, une observation à grossissement plus important est nécessaire pour quantifier la porosité.

Une forte pression d'assemblage est à privilégier, car en plus de diminuer le taux de porosité, elle permet d'assurer un contact homogène entre les couches et de réduire l'épaisseur du joint (et donc la durée du report).



• Influence de la rampe de montée en température

D'après Liu et al. [LIU12], la vitesse de montée en température durant le chauffage est un paramètre critique permettant de contrôler la morphologie des grains IMCs et donc la formation de porosité. En effet, comme illustré figure II.27, la distribution des grains IMCs en forme de « scallops » est plus ou moins homogène selon la rampe de montée en température :

- Une vitesse de chauffage élevée, au-delà du point de fusion du métal d'apport, entraine une dissolution rapide des atomes Cu du substrat dans la phase liquide, engendrant une croissance inhomogène et colonnaire des grains IMCs. La couche IMC présente alors une importante rugosité (voir figure II.27.a),
- Une faible vitesse de montée en température permet la formation d'une couche IMC fine et homogène sur toute l'interface, par diffusion en phase solide durant le chauffage. Cette couche IMC, entre le cuivre et l'étain, permet de réguler la diffusion du cuivre dans la phase liquide et ainsi d'homogénéiser la croissance des grains IMCs. La rugosité de la phase IMC est alors déduite (voir figure II.27.b).

La croissance d'une couche IMC relativement homogène permet de retarder la coalescence des grains IMCs opposés et ainsi de diminuer la quantité d'étain contraint entre les « ponts » IMCs. La porosité résiduelle est alors réduite. Ainsi, contrairement à Bosco, Liu préconise une faible vitesse de montée en température (*<5°C/mins*) afin de minimiser la formation de pores.



• Influence du métal d'apport

Afin de réduire la porosité, Yu et al. [YU15], proposent d'utiliser un alliage d'apport de type AgSn_{3,5}. En effet, l'ajout d'argent, non réactif avec le substrat, permet la formation puis la coalescence de phases Ag₃Sn par réaction avec le métal d'apport (*Sn*). Comme illustré figure II.28, les phases Ag₃Sn sont poussées par les fronts de diffusion jusqu'au centre du joint, puis viennent combler les porosités. Cependant, seuls les pores de faible dimension peuvent être comblés.

Enfin, comme décrit précédemment, l'insertion d'un métal d'apport très épais (supérieur à $20 \ \mu m$), permet d'homogénéiser la croissance des grains IMCs et ainsi de réduire la porosité, au détriment d'une augmentation importante des temps de réaction.



II.4.c.2 Formation de porosité à l'interface substrat/joint IMC : porosité de « Kirkendall »

Comme décrit dans la partie II.4.a, il a été montré que la contamination des dépôts électrochimiques (notamment par le souffre) était responsable de la formation d'une importante porosité, dite de « Kirkendall », le long de l'interface Cu/Cu₃Sn [KUM11]. L'effet « Kirkendall » correspond au mécanisme de formation de lacunes lorsque deux matériaux en contact ne diffusent pas à la même vitesse. Par exemple, la diffusivité du cuivre étant supérieure à celle de l'étain, les atomes de cuivre diffusent plus rapidement qu'ils ne sont remplacés par des atomes d'étain, formant ainsi des lacunes dans la phase IMC Cu₆Sn₅. Ces lacunes diffusent ensuite dans le sens opposé du flux de cuivre et s'agrègent à l'interface Cu/Cu₃Sn. Cependant, durant le procédé de report IMC ou le vieillissement des joints de brasure, des pores ne sont observés que lorsque les matériaux (métallisations en cuivre ou en étain) présentent des impuretés.

Ainsi, Yu et Kim [YU08] proposent un mécanisme expliquant la germination et la croissance des pores à partir d'impuretés présentes dans les matériaux. Ils suggèrent que la ségrégation de souffre (S) à

l'interface Cu/Cu₃Sn réduit l'énergie interfaciale et ainsi réduit l'énergie libre de germination de micropores. Ensuite, des contraintes locales de tension, induites par l'accumulation de lacunes, engendrent la croissance des pores. La formation des pores pourrait être également due à la vaporisation des impuretés organiques contenues dans la métallisation, lors de la diffusion du cuivre dans l'alliage de brasure [KUM11].

Un exemple de porosité de « Kirkendall » formée le long de l'interface Cu/Cu₃Sn est illustré figure II.29. Cette porosité à une influence sur les propriétés et la fiabilité du joint, mais aussi sur les processus de diffusion et de croissance des phases IMCs. En effet, la ligne de porosité séparant le substrat en cuivre du joint IMC empêche la diffusion des atomes de cuivre vers le joint, tandis que la diffusion d'étain vers le substrat reste inchangée. Ainsi, la phase Cu₃Sn est transformée en phase Cu₆Sn₅, puis une seconde phase IMC Cu₃Sn croit dans le substrat en cuivre par diffusion des atomes d'étain (voir figure II.29.c).

Afin d'éviter la formation de pores de « Kikendall » durant le report IMC, les matériaux doivent présenter une certaine pureté.



II.5 Conclusion : de l'étude bibliographique à l'étude expérimentale

Ce second chapitre avait pour premier objectif de présenter le principe du procédé de report intermétallique TLPB, ainsi que de définir les caractéristiques des composés IMCs et les processus de diffusion permettant leur formation. Le report IMC est un procédé d'assemblage qui repose sur la transformation complète d'un métal d'apport en composés IMCs, à partir de processus de diffusion avec les métallisations des composants. Afin de développer un procédé de report fiable et industrialisable à bas coût, nous avons tout d'abord cherché à sélectionner un couple métal d'apport/métallisation optimal. Du fait de sa faible température de fusion, de son aptitude à réagir avec les métallisations (Cu, Au, Ag, Ni) des composants et de son important développement industriel, l'alliage $SnAg_{3,8}Cu_{0,7}$ a été sélectionné comme métal d'apport. D'après les diagrammes de phase, la réaction entre un métal d'apport en étain et les métallisations des composants à basse température ($<250^{\circ}C$) permet de former les phases IMCs suivantes : Cu₃Sn, Ag₃Sn, Ni₃Sn₄ et Au₅Sn. Ces phases sont stables thermodynamiquement et possèdent une température de fusion (>400°C), supérieure à leur température d'élaboration. De plus, l'analyse des propriétés physiques des composés IMCs a permis de montrer tous les avantages d'utiliser ces composés comme joint d'interconnexion, pour des applications à haute température en électronique de puissance. En effet, ces derniers présentent un comportement élastique et une bonne résistance mécanique à haute température, mais aussi des performances thermiques supérieures à celles des brasures. Cependant,

du fait de leur structure ordonnée et partiellement métallique, les composés IMCs sont peu ductiles, c'est pourquoi une étude du comportement mécanique des assemblages IMCs en fonctionnement, et notamment des mécanismes de relaxation des contraintes, est nécessaire. Le cuivre étant très répandu dans l'industrie électronique, notamment comme métallisation des substrats céramiques DBC, nous avons choisi de nous focaliser sur le développement d'un procédé de report IMC à partir du système « métallisation en cuivre/métal d'apport en étain », dont l'objectif est de former la phase stable Cu₃Sn.

A partir de ces définitions, le second objectif de ce chapitre était de réaliser un état de l'art du procédé de report Intermétallique en Phase Liquide Transitoire (TLPB), de la présentation des différentes techniques de dépôt des métallisations, à l'étude de l'influence des paramètres d'élaboration sur les caractéristiques des phases IMCs formées. L'électrodéposition est la technique la plus simple et rapide à mettre en œuvre afin de déposer les différentes métallisations. Cependant, l'incorporation d'impuretés dans les dépôts engendre la formation de porosité de « Kirkendall » dans les joints IMCs. C'est pourquoi nous privilégierons les dépôts PVD, et notamment l'évaporation, qui permet de déposer rapidement des métaux purs. Ensuite, l'étude des principaux exemples de reports IMCs, à la fois académiques et industriels, publiés dans la littérature a permis de montré que la croissance des phases IMCs ne s'effectue pas de façon plane, mais en forme de « scallops », et que les phases IMCs présentent des microstructures verticales spécifiques. Les conditions d'assemblage sont assez similaires entre les auteurs et consistent à insérer le métal d'apport entre les métallisations des composants à assembler, puis à chauffer le système au-dessus de la température de fusion de l'étain (supérieure à 230°C), sous haute pression (supérieure à 100 KPa). Afin de limiter la durée du procédé, une faible épaisseur de métal d'apport est privilégiée. Le procédé de report IMC Cu-Sn a fait l'objet de nombreuses études et est aujourd'hui en plein essor pour des applications à haute température en électronique de puissance. Ce procédé est notamment déjà industrialisé par la société Infineon.

Cependant, nous avons remarqué que la coalescence des « scallops » IMCs provenant de chaque substrat, avant la consommation totale du métal d'apport, était responsable de la formation d'une importante porosité au centre du joint IMC. Cette porosité affecte la fiabilité et les propriétés du joint IMC. Afin de réduire le taux de porosité au sein du joint IMC, l'utilisation d'une pression d'assemblage élevée (*supérieure à 3 MPa*), d'une faible vitesse de montée en température (*inférieure à 10°C/min*) et d'un alliage d'apport très épais (*supérieure à 20 µm*) et pouvant former des phases secondaires au centre du joint (*de type SnAg_{3,5}*) sont recommandés dans la littérature. Cependant, ces paramètres sont incompatibles avec une industrialisation du procédé d'assemblage. En effet, une faible vitesse de chauffage et une forte épaisseur induisent un procédé d'assemblage long, tandis que l'application d'une importante pression est contraignante et peut endommager les matériaux à assembler. De plus, ces paramètres n'empêchent pas la croissance colonnaire des grains IMCs et donc la formation de porosité.

C'est pourquoi, l'objectif du troisième chapitre de cette thèse est de développer un procédé de report IMC innovant permettant de s'affranchir de ces restrictions. Après avoir développé un procédé de report IMC optimal, c'est-à-dire permettant de former un joint IMC sans défaut et dans des conditions industrielles, la fiabilité des joints IMCs sera évaluée. L'état de l'art du procédé de report IMC nous servira de base pour nos futurs raisonnements lors de la mise en œuvre expérimentale de cette technique de report.

Références bibliographiques

[ABD12] Abdelhadi O.M., Ladani L., "IMC growth of Sn-3.5Ag/Cu system: Combined chemical reaction and diffusion mechanisms", Journal of Alloys and Compounds 537, P.87-99, 2012.

[ASM92] ASM Handbook, "Alloy Phase Diagrams", Vol. 3, ASM International, 1992.

[BAD82] Badé Y., « Le cuivrage », Techniques de l'ingénieur, 1982.

[BAD95] Bader S., Gust W., Hieber H., "Rapid formation of intermetallic compounds by interdiffusion in the Cu-Sn and Ni-Sn systems", Acta metallurgica, Vol.43, No.1, PP. 329-337, 1995.

[BAR94] Bartels F., Morris J.W., "Intermetallic phase formation in thin solid-liquid diffusion couples", Journal of Electronic Materials, Vol. 23, No. 8, 1994.

[BER66] Bernstein L., "Semiconductor Joining by the Solid-Liquid-Interdiffusion (SLID) Process : The Systems Ag-ln, Au-ln, and Cu-ln", Journal of the Electrochemical society, (1966), Vol. 113, No. 12, 1282-88.

[BES85] Bessot J.-J., « Dépôts par évaporation sous vide », Techniques de l'ingénieur, 1985.

[BHU03] Bhushan B., Li X., "Nanomechanical characterisation of solid surfaces and thin films", International Materials Reviews, Vol. 48, No. 3, 125-164, 2003.

[BOR09] Bordignon M., « Limites d'utilisation des revêtements d'étain en connectique automobile », Thèse de doctorat, MINES ParisTech, 2009. En partenariat avec Renault.

[BOS04] Bosco N.S., Zok F.W., "Critical interlayer thickness for transient liquid phase bonding in the Cu–Sn system" Acta Materialia 52 (2004) 2965–2972.

[BOS05] Bosco N.S., Zok F.W., "Strength of joints produced by transient liquid phase bonding in the Cu–Sn system", Acta Materialia 53, 2019–2027, 2005.

[CHA07] Chao B., Chae S.H., Zhang X., Lu K.-H., Im J., Ho P.S., "Investigation of diffusion and electromigration parameters fos Cu-Sn intermetallic compounds in Pb-free solders using simulated annealing", Acta materialia, No. 55, P. 2805-2814, 2007.

[CHI07] Chin C. Lee, Pin J. Wang, Jong S. Kim, "Are Intermetallics in Solder Joints Really Brittle?" Electronic Components and Technology Conference, 2007.

[CHO00] Choi W.K., Lee H.M.," Effect of Soldering and Aging Time on Interfacial Microstructure and Growth of Intermetallic Compounds between Sn-3.5Ag Solder Alloy and Cu Substrate", Journal of Electronic Materials, Vol.29, N.10, 2000.

[CHR03] Chromik R.R., Vinci R.P., Allen S.L., Notis M.R.," Nanoindentation measurements on Cu– Sn and Ag–Sn intermetallics formed in Pb-free solder joints", J. Mater. Res., Vol. 18, No. 9, 2003.

[CHR05] Chromik R.R., Wang D.-N., Shugar A., Limata L., Notis M.R., Vinci R.P., "Mechanical properties of intermetallic compounds in the Au–Sn system", J. Mater. Res., Vol. 20, No. 8, 2005.

[CHU12] Chuang H.Y., Yang T.L., Kuo M.S., Chen Y.J., Yu J.J., Li C.C., Kao C.R., "Critical Concerns in Soldering Reactions Arising from Space Confinement in 3-D IC Packages" IEEE transactions on device and materials reliability, Vol. 12, 2012.

[COO11] Cook G.O., Sorensen C.D., "Overview of transient liquid phase and partial transient liquid phase bonding", Journal of Materials Science, (2011) 46:5305–5323.

[DEB11] Debski A., Gasior W., Moser Z., Major R., "Enthalpy of formation of Au–Sn intermetallic phases. Part II", Journal of Alloys and Compounds, N. 509, 6131–6134, 2011.

[DEF12] Defforge T., Gautier G., Tranvan F., « Dépôts électrochimiques de cuivre dans des matrices de macropores de silicium pour la réalisation de via traversant conducteurs », Université François Rabelais de Tours, 2012.

[DEN04] Deng X., Chawla N., Chawla K.K., Koopman M., "Deformation behavior of (Cu, Ag)–Sn intermetallics by nanoindentation", Acta Materialia 52 (2004) 4291–4303.

[DUV74] Duvall D.S., Owczarsk W.A., Paulonis D.F., Welding journal, 53 (1974) 203-214.

[DYS67] Dyson B.F., Anthony T.R., Turnbull D., "Interstitial Diffusion of Copper in Tin", Journal of Applied Physics, 38, 3408, 1967.

[END74] Endlé J., « L'étamage électrolytique », Techniques de l'ingénieur, 1974.

[EVA] Bruker, « EVA: XRD software ».

[FIE91] Fields R.J., Low S.P., "Physical and Mechanical Properties of Intermetallic Compounds Commonly Found in Solder Joints," Metallurgy Division, NIST, 1991.

[FLO14] Flötgen C., Pawlak M., Pabo E., Van de Wiel H.J., Hayes G.R., Dragoi V., "Wafer bonding using Cu–Sn intermetallic bonding layers", Microsystem Technologies, 653-662, 2014.

[FOU01] Fouassier O., « Brasure composite sans plomb de la conception à la caractérisation », Thèse de Doctorat de l'université de Bordeaux, 2001.

[FRE92] Frederikse H.P.R., Fields R.J., Feldman A., "Thermal and electrical properties of copper tin and nickel tin intermetallics", Journal of Applied Physics 72, 2879, 1992.

[GUI94] Guiralden P., "Diffusion dans les métaux", Techniques de l'ingénieur, 1994.

[GUT08-1] Guth K., Torwesten H., Infineon Technologies AG, "Power semiconductor module, method for producing a power semiconductor module, and semiconductor chip", Brevet US 2008/0230905 A1, 2008.

[GUT10] Guth K., Siepe D., Görlich J., Torwesten H., Roth R., Hille F., Umbach F., Infineon "New assembly and interconnects beyond sintering methods" PCIM 2010.

[GUT10-2] Guth K., Kemper A., Speckels R., Infineon Technologies AG, "Apparatus and method for connecting a component with a substrate", Brevet US No. 7,793,819 B2, 2010.

[HOI12] Hoivik N., Stark B., Elfing A., Wang K., Sensonor Technologies AS, "Bonding process for sensitive micro and nano-systems", Brevet US 2012/0321907 A1.

[HAN13] Hang C., Tian Y., Zhang R., Yang D., "Phase transformation and grain orientation of Cu–Sn intermetallic compounds during low temperature bonding process", Journal of material Science : Materials in Electronics, 3905–3913, 2013.

[HEU14] Heuck N., Guth K., Thoben M., Müller A., Oeschler N., Böwer L., Speckels R., Krasel S., Ciliox A., "Aging of new Interconnect-Technologies of Power-Modules during Power-Cycling", CIPS Nuremberg 2014.

[HOS80] Hoshino K., Iijima Y., Hirano K.-I., "Interdiffusion and kirkendall effect in Cu-Sn alloys", Transactions of the Japan Institute of Metals, Vol.21, No.10 P.674-682, 1980.

[HUB07] Hubner H., Infineon Technologies AG, "Method for diffusion soldering", Brevet US 2007/0205253 A1, 2007.

[JAN04] Jang G.-Y., Lee J.-W., Duh J.-G., "The Nanoindentation Characteristics of Cu_6Sn_5 , Cu_3Sn , and $N_{i3}Sn_4$ Intermetallic Compounds in the Solder Bump", Journal of Electronic Materials, Vol. 33.

[KAN02] Kang J.S., Gagliano R.A., Ghosh G., Fine M.E., "Isothermal Solidification of Cu/Sn Diffusion Couples to form thin-solder Joints" Journal of Electronic materials, Vol. 31, No. 11, 2002, No. 10, 2004.

[KAZ12] Kazimierczak H., Poplewska J., Bobrowski P., Gajewska M., Stan K., « Diffusion in multiphase systems », Interdyscyplinarne studia doktoranckie z zakresu inżynierii materiałowej z wykładowym językiem angielskim, 2012.

[KIM10] Kim J.Y., Yu J., "Secondary IMC formation induced by kirkendall voiding in Cu/Sn-3.5Ag solder joints", Journal of materials Research, Vol. 25, No. 9, 2010.

[KIM13] Kim S.K., Yu J., "Heat-treatment to suppress the formation of Kirkendall voids in Sn-3.5Ag/Cu solders joints", Materials Letters, 106, 75–78, 2013.

[KLE92] Klepser C.A., "Growth of Intermetallic Phases at Low Temperature", Degree of Doctorate of Science in Materials Engineering, Massachusetts Institute of Technology, 1996.

[KUM11] Kumar S., Handwerker C.A., Dayananda M. A., "Intrinsic and interdiffusion in Cu-Sn system", Journal of phase equilibria and diffusion Basic and applied research Section I, 2011.

[KUM11] Kumar S., Smetana J., Love D., Watkowski J., Parker R., Handwerker C.A., "Microvoid formation at solder-copper interfaces during annealing : a systematic study of root cause", Journal of Electronic Materials, Vol. 40, No. 12, 2011.

[LEE11] Lee B., Park J., Jeon S.-J., Kwon K.-W., Lee H.-J., "A Study on the Bonding Process of Cu Bump/Sn/Cu Bump Bonding Structure for 3D Packaging Applications", Journal of The Electrochemical Society, 2011.

[LEE12] Lee L.M., Mohamad A.A., "Interfacial Reaction of Sn-Ag-Cu Lead-Free Solder Alloy on Cu: A Review", Advances in Materials Science and Engineering, 2013.

[LIN14] Lin S.-K., Cho C.-L., Chang H.-M., "Interfacial Reactions in Cu/Ga and Cu/Ga/Cu Couples", Journal of Electronic Materials, 2013.

[LI11] Li J.-F., Agyakwa P.-A., Johnson C.-M., « Interfacial reaction in Cu/Sn/Cu system during the transient liquid phase soldering process", Acta Materialia 59, 1198–1211, 2011.

[LIU12] Liu H., Wang K., Aasmundtveit K.E., Hoivik N., "Intermetallic Compound Formation Mechanisms for Cu-SN Solid-Liquid Interdiffusion Bonding" Journal of Electronic Materials, Vol.41, No. 9, 2012.

[LUU13] Luu T.-T., Duan A., Aasmundtveit K.E., Hoivik N., "Optimized Cu-Sn Wafer-Level Bonding Using Intermetallic Phase Characterization", Journal of Electronic Materials, 2013.

[LYN59] Lynch J.F., Feinstein L., Huggins R.A, Welding journal, 61 (1959) 85-89.

[MA02] Ma D., Wang W.D., Lahiri S.K., "Scallop formation and dissolution of Cu-Sn intermetallic compound during solder reflow" Journal of applied physics, Vol. 91, No. 5, 2002.

[MAS03] Massénat M, « Circuits en couches minces – Couches minces traditionnelles », Techniques de l'ingénieur, 2003.

[MEI92] Mei Z., Sunwoo A.J., Morris J.W., "Analysis of low temperature intermetallic growth in copper-tin diffusion couples", Metallurgical transactions A, Vol. 23A, P. 857-864, 1992.

[MPDB] JAHM software Inc., "Material Property Database (MPDB)".

[MUN06] Munding A., Kaiser A., Benkart P., Kohn E., Heittmann A., Hübner H., Ramacher U., "Scaling aspect of microjoints for 3D chip interconnects", IEEE, 2006.

[NOG11] Nogita K., Gourlay C.M., McDonald S.D., Wu Y.Q., Reada J., Guc Q.F., "Kinetics of the η - η ' transformation in Cu₆Sn₅", Scripta Materialia 65, 922–925, 2011.

[OBI13] Obieta I., Jimenez C., Her,a,dez X., Newcobe D., Glass I., Evans K., Coulbeck L., "Reaction kinetics of Ag3Sn growth in a Transient liquid phase as joining process", 9th European Advanced Technology Workshop on Micropackaging and Thermal Management, iMPAS, 2013.

[OES14] Oeschler N., Trunov K., Speckels R., Infineon Technologies AG, "Semiconductor device including diffusion soldered layer on sintered silver layer", Brevet US No. 8,736,052 B2, 2014.

[ONI75] Onishi M., Fujibuchi H., "Reaction-Diffusion in the Cu-Sn System", Transactions of the Japon Institure of metals, P.539-547, 1975.

[PAN12] Panchenko I., Grafe J., Mueller M., Wolter K.-J., Effects of Bonding Pressure on Quality of SLID Interconnects", Electronic System-Integration Technology Conference (ESTC), 2012.

[PAR14] Park M.S., Gibbons S.L., Arroyave R., 'Prediction of processing maps for transient liquid phase diffusion bonding of Cu/Sn/Cu joints in microelectronics packaging" Microelectronics Reliability, No. 54, P. 1401-1411, 2014.

[PAU10] Paul A., Ghosh C., Boettinger W.J., "Diffusion Parameters and Growth Mechanism of Phases in the Cu-Sn System", Metallurgical and materials transactions A, Vol.42A, 2011.

[SAE13] Saeed U., Flandorfer H., Ipser H., "Lead-free Solder Alloys: Enthalpies of formation of (Ag,Cu,Ni)-Sn binary alloys", Institute of Inorganic Chemistry / Materials Chemistry University of Vienna.

[SCH98] Schaefer M., Fournelle R.A., Liang J., "Theory for Intermetallic Phase Growth between Cu and Liquid Sn-Pb Solder Based on Grain Boundary Diffusion Control", Journal of Electronic Materials, Vol.27, No.11, 1998. [SMI04] Smithells C.J., Gale W.F, Totemeier T.C., "Smithells metals reference book", Elsevier Butterworth Heinemann cop., 2004.

[SOM03] Sommadossi S., Gust W., Mittemeijer E.J., "Phase characterization and kinetic behavior of diffusion-soldered Cu/In/Cu interconnections" Journal of Materials Science and Technology (2003), 19(4):528.

[SOM07] Sommadossi S., Guillermet A.F., "Interface reaction systematics in the Cu/In-48Sn/Cu system bonded by diffusion soldering", Intermetallics, 15 912-917, 2007.

[TIA14] Tian Y., Hang C., Zhao X., Liu B., Wang N., Wang C., "Phase transformation and fracture behavior of Cu/In/Cu joints formed by solid-liquid interdiffusion bonding", Journal of material Science : Materials in Electronics, 2014.

[TOL13] Tollefsen T.A., Larsson A., Lovvik O.L., Aasmundtveit K.E., "High Temperature Interconnect and Die Attach Technology : Au-Sn SLID Bonding", IEEE transactions on components, packaging and manufacturing technology, Vol. 3, No. 12, 2013.

[TUA88] Tuah-Poku I., Dollar M., Massalski T.B., "A Study of the Transient Liquid Phase Bonding Process Applied to a Ag/Cu/Ag Sandwich Joint", Metallurgical transactions A, 1988, Vol. 19A, 675-86.

[VAR13] Vardoy A.-S., Van de Wiel H.J., Martinsen S., Aasmundtveit K.E., Lapadu A., Taklo M.V., "Void formation and bond strength investigated for wafer-level Cu-Sn solid-liquid interdiffusion (SLID) bonding", 46th International Symposium on Microelectronics, IMAPS 2013, Orlando USA.

[WAN13] Wang Y., Chae S.-H., Im J., Ho P.S., "Kinetic Study of Intermetallic Growth and its Reliability Implications in Pb-free Sn-based Microbumps in 3D Integration", Electronic Components & Technology Conference (IEEE), 2013.

[WES95] Westbrook J.-H., Fleischer R.L., Wiley L., "Intermetallic Compounds — Principles and Practice", Vol. 2, 1995.

[YOO13-1] Yoon S.W., Toyota Motor Engineering and Manufacturing North America, "Improvements of long term bondline reliability of power electronics operating at high temperatures", Brevet US 2013/0270327 A1, 2013.

[YOO13-2] Yoon S.W., Shiozaki K., Toyota Motor Engineering and Manufacturing North America, "Alloy formation control of transient liquid phase bonding", Brevet US 2013/0270326 A1, 2013.

[YOO13-3] Yoon S.W., Yasuda S., Shiozaki K., Toyota Motor Engineering and Manufacturing North America, "Bonding area design for Transient Liquid Phase Bonding process", Brevet US 8,803,001 B2, 2014.

[YOO13-4] Yoon S.W., Glover M.D., Mantooth H.A., Shiozaki K., "Reliable and repeatable bonding technology for high temperature automotive power modules for electrified vehicles", Journal of Micromechanics and Microengineering, No. 23, 015017, 2013.

[YOO13-5] Yoon S.W., Glover M.D., Shiozaki K., "Nickel–Tin Transient Liquid Phase Bonding Toward High-Temperature Operational Power Electronics in Electrified Vehicles", Power Electronics, IEEE Transactions, Vol. 28, 2013. [YOS89] Yost F.G., Karrnowsky M.M., Drotning W.D., Gieske J.H., "Thermal Expansion and Elastic Properties of High Gold-Tin Alloys", Metallurgical transactions A, Vol. 21A, 1989.

[YU08] Yu J., Kim J.Y., "Effect of residual S on Kirlendall void formation at Cu/Sn-3.5Ag solder joints", Acta Materiala 56, 5514-5523, 2008.

[YU15] Yu J.J., Yang C.A., Lin Y.F., Hsueh C.H., Kao C.R., "Optimal Ag addition for the elimination of voids in Ni/SnAg/Ni micro joints for 3D IC applications", Journal of Alloys and Compounds 629, 16–21, 2015.

[ZOU08] Zou H., Zhu Q., Zhang Z., "Growth kinetics of intermetallic compounds and tensile properties of Sn–Ag–Cu/Ag single crystal joint", Journal of Alloys and Compounds, 461, 410–417, 2008.

<u>Annexe II.1</u> : Les diagrammes de phase des principaux métaux d'apport candidats au report IMC TLPB








<u>Chapitre III</u>. Développement du procédé de report IMC en Phase Liquide Transitoire (TLPB) et caractérisation des joints IMCs formés

| III.1 | Mise en œuvre expérimentale du procédé de report IMC en Phase Liquide Transitoire | .102 |
|-------|--|-------|
| 111 | .1.a Caractérisation du métal d'apport à base d'étain | . 102 |
| Ш | .1.b Le dispositif et le protocole expérimental du report intermétallique TLPB | . 104 |
| 111 | .1.c Définition des paramètres d'assemblage | . 105 |
| III.2 | Etude de l'influence des paramètres d'assemblage sur la microstructure des joints IMCs | .108 |
| 111 | .2.a Cas idéal : substrats polis au micromètre | . 108 |
| | III.2.a.1 Effet du temps de mise en œuvre : mécanisme de croissance des phases IMCs | 108 |
| | III.2.a.2 Effet du profil du cycle thermique | 111 |
| | III.2.a.3 Effet de la pression d'assemblage | 113 |
| | III.2.a.4 Effet de la nature du métal d'apport : Sn et SAC | 114 |
| | III.2.a.5 Conclusion | 115 |
| III | .2.b Cas réal : substrats rugueux | . 115 |
| | III.2.b.1 Effet du temps de mise en œuvre : mécanisme de formation de porosité | 116 |
| | III.2.b.2 Modélisation numérique des processus de diffusion | 118 |
| | III.2.b.3 Effet du profil du cycle thermique | 124 |
| | III.2.b.4 Effet de la pression d'assemblage | 125 |
| | | 427 |
| 111 | .2.c Procede de report IMC innovant : insertion d'une barrière de diffusion de type IMC | . 127 |
| | III.2.c.1 Choix de la barrière de diffusion et de sa méthode de dépôt sur les substrats rugueux | 127 |
| | III.2.c.2 Effet du temps de mise en œuvre : mecanisme de croissance des phases IMCs | 128 |
| | III.2.c.4 Effet de la pression d'assemblage | 134 |
| | III.2.c.5 Conclusion | 135 |
| III.3 | Evaluation expérimentale de la fiabilité des assemblages IMCs | .136 |
| 111 | .3.a Caractérisation mécanique des joints IMCs en cisaillement | . 136 |
| | III.3.a.1 Mise en œuvre d'un test de cisaillement adapté aux assemblages de puissance | 136 |
| | III.3.a.2 Tenue mécanique des joints IMCs en cisaillement en fonction des conditions d'élaboration | 138 |
| | III.3.a.3 Analyse de la section des facies de rupture | 142 |
| 111 | .3.b Caractérisation de la fiabilité des joints IMCs en cyclage thermique | . 144 |
| | III.3.b.1 Report IMC de composites Cu-30%CF (14ppp/K) / Cu-40%CF (10ppm/K) | 144 |
| | III.3.b.2 Evolution des propriétés des assemblages IMCs au cours des cycles thermiques | 146 |
| 111 | .3.c Caractérisation de la stabilité des joints IMCs à haute température | . 150 |
| | III.3.c.1 Analyse DSC à haute température | 150 |
| | III.3.c.2 Analyse microstructurale après traitement thermique à haute température | 151 |
| III.4 | Conclusion : développement d'un procédé de report IMC optimal | .153 |
| Ann | exe III.1 : Modélisation numérique des mécanismes de croissance des phases IMCs Cu-Sn | .155 |

L'objectif de ce troisième chapitre est de développer un procédé de report IMC innovant permettant de mettre en œuvre, dans des conditions industrialisables, des joints IMCs présentant un faible taux de porosité. Ainsi, après avoir caractérisé le métal d'apport à base d'étain, le protocole expérimental et les principaux paramètres d'assemblage seront définis. Ensuite, les mécanismes de croissance des phases IMCs, ainsi que l'influence des paramètres d'assemblage sur la microstructure des joints IMCs formés seront analysés dans trois différentes configurations : dans un cas idéal où les substrats sont parfaitement plans, dans un cas « réel » avec des substrats rugueux, puis dans un cas innovant où une barrière de diffusion est insérée entre les substrats et le métal d'apport. Enfin, après avoir mis au point un procédé de report IMC optimal, la fiabilité des joints IMCs sera évaluée par caractérisation de leur tenue mécanique en cisaillement avant et après cyclage thermique, ainsi que par des analyses après traitement thermique à haute température (supérieure à *500°C*). La fiabilité des joints IMCs sera toujours comparée à celle d'une brasure de référence SAC, afin de mieux comprendre le comportement mécanique des assemblages IMCs.

III.1 Mise en œuvre expérimentale du procédé de report IMC TLPB

III.1.a Caractérisation du métal d'apport à base d'étain

Comme présenté dans le chapitre précédent, l'alliage $SnAg_{3,8}Cu_{0,7}$, appelé « SAC », est le métal d'apport à base d'étain sélectionné pour la mise en œuvre du report IMC. Afin d'analyser la microstructure de l'alliage, des brasures de référence SAC ont tout d'abord été réalisées suivant le profil de température décrit dans le chapitre I. Les figures III.1 et III.2 illustrent respectivement la microstructure et l'analyse chimique par spectroscopie d'électrons Auger⁹ de l'alliage SAC. Ce dernier présente les différentes phases suivantes :

- **Une matrice de composition eutectique** (figure III.1.b) : l'eutectique est constitué d'une fine dispersion de précipités IMCs Ag₃Sn (voir figure III.2) dans une matrice d'étain (βSn),
- Une fine couche IMC Cu₆Sn₅ à l'interface entre la brasure et les substrats en cuivre : la croissance de cette couche IMC s'effectue principalement lors de la fusion de la brasure par dissolution des atomes de Cu dans la phase liquide.



⁹ La spectroscopie d'électrons Auger (AES) permet l'identification des éléments présents en surface et renseigne sur la composition élémentaire de la surface de l'échantillon. Elle consiste à mesurer l'énergie cinétique des électrons Auger émis par un échantillon soumis à un bombardement d'électrons primaires. L'AES se caractérise par une excellente résolution latérale (≈ 20 nm).



Des couches minces d'étain, d'épaisseur inférieure à 2 μ m, ont également été déposées sur les substrats en cuivre afin d'être utilisées comme métal d'apport ou comme métallisation (Sn ou Cu₃Sn) des substrats. Les dépôts d'étain sont réalisés par pulvérisation cathodique (PVD). Cependant, un des inconvénients de la pulvérisation est la difficulté de déposer des matériaux à bas point de fusion. En effet, comme illustré figure III.3.a, le film d'étain formé est poreux et présente une importante rugosité. Nous expliquons ce phénomène par la fusion locale de la cible d'étain, formant des microgouttelettes métalliques. Des amas de métal sont alors déposés sur le substrat par un procédé hybride entre la pulvérisation et l'évaporation. Afin de réduire la fusion de la cible, et ainsi de favoriser la pulvérisation, une faible puissance appliquée à la cible et une faible pression d'argon sont recommandées. De plus, l'utilisation d'un canon à ions durant le dépôt permet de réduire la rugosité du film déposé. Les paramètres optimaux de dépôt sont résumés dans le tableau III.1 tandis que la microstructure de la couche d'étain correspondante est illustrée figure III.3.b. Bien que le dépôt ne soit toujours pas homogène et dense, le canon à ions a permis de « l'étaler » et ainsi de réduire sa rugosité. Des analyses par diffractométrie des rayons X (DRX) de la couche d'étain ont également montré que cette dernière est pure, c'est-à-dire qu'aucune phase IMC n'est formée durant le dépôt.



Dans un premier temps, de façon à optimiser le procédé, des substrats en cuivre sous forme de plaque de 1 mm d'épaisseur seront utilisés. Une fois les conditions d'assemblage optimisées, un procédé d'assemblage industriel sera développé en métallisant les matériaux à assembler par une couche de cuivre ($15 \mu m$) et une couche d'étain ($3 \mu m$) par voie électrochimique (voir chapitre IV).

III.1.b Le dispositif et le protocole expérimental du report IMC TLPB

Afin de mettre en œuvre le procédé de report IMC, un dispositif expérimental, dédié à cette technique d'assemblage, a été acquis dans le cadre de cette thèse. Comme illustré sur la figure III.4, ce dispositif est constitué d'une chambre hermétique dans laquelle sont placés deux plateaux chauffants. La température des deux plateaux chauffants est programmable séparément par deux régulateurs de température. La pression est appliquée au niveau du plateau inférieur par un système hydraulique. Le plateau supérieur est amovible (vis sans fin) et lié au bâti via une liaison rotule, lui permettant de s'adapter à la planéité des pièces à assembler. L'enceinte fonctionne sous vide secondaire (10^{-3} mbar) ou sous flux (gaz neutre (Ar) ou atmosphère réductrice (Ar/H₂)).



Avant la réalisation de l'assemblage, une étape de nettoyage des substrats et du métal d'apport est nécessaire de façon à éliminer les impuretés susceptibles de s'être accumulées à la surface des matériaux durant leur stockage. En particulier, un traitement réducteur des substrats cuivrés à l'acide chlorhydrique à 5% permet de réduire les couches d'oxyde surfacique, qui sont des barrières à la diffusion. Ensuite, le métal d'apport est inséré entre les deux substrats, puis le système « sandwich » est introduit entre les plateaux chauffants du dispositif de report. La pression sur les substrats est préférentiellement appliquée au début du chauffage de façon à établir un bon contact entre les couches. Enfin, le système est chauffé sous vide selon un profil de cycle thermique précis. Un cycle de température standard pour la réalisation du report IMC Cu-Sn est illustré figure III.5.



Sur le cycle thermique, un palier de température entre 150 et 200°C est ajouté de façon à homogénéiser la température dans l'ensemble du système avant la fusion du métal d'apport. Nous verrons dans la suite de ce chapitre qu'en plus du profil du cycle thermique (vitesse de chauffage, température et temps de mise en œuvre) et de la pression d'assemblage, l'état de surface des substrats en cuivre influence fortement les processus de diffusion et ainsi la qualité des joints IMCs.

III.1.c Définition des paramètres d'assemblage

L'optimisation du procédé de report IMC consiste à faire varier les paramètres d'élaboration afin d'améliorer une ou plusieurs réponses du système (par exemple, les performances mécaniques, thermiques ou électriques de l'assemblage). Pour notre étude, nous avons choisi d'analyser la microstructure de la section des joints IMCs en fonction des différentes conditions d'assemblage, afin d'évaluer la qualité des joints et notamment leur taux de porosité. En effet, les performances mécaniques, thermiques et électriques d'un assemblage sont intimement liées à la porosité qu'il contient. La tenue mécanique en cisaillement des joints IMCs sera également caractérisée afin d'identifier les différents modes et zones de rupture, via l'analyse des faciès de rupture.

A partir de l'état de l'art du procédé de report IMC (voir chapitre II) et d'essais préliminaires, les principaux paramètres d'assemblage ainsi que leurs valeurs minimales et maximales ont pu être définis et sont présentés ci-dessous.

III.1.c.1 La vitesse de montée en température

Suivant la vitesse de chauffage une fine couche IMC peut croître par diffusion en phase solide avant la fusion du métal d'apport. A faible rampe de température, la formation de la couche IMC en phase solide permet d'homogénéiser la croissance IMC. A l'inverse, une montée en température rapide permet de diminuer la durée du report, mais engendre une croissance irrégulière des grains IMCs et donc la formation de porosité résiduelle au centre du joint [LIU12].

Afin de caractériser l'épaisseur de métal d'apport consommée par la formation de phases IMCs durant le chauffage, des analyses DSC^{10} (Differential Scaning Calorimetry) ont été réalisées sur des assemblages constitués de feuilles de cuivre étamées par une couche mince de $1 \mu m$ d'épaisseur. Les assemblages $Cu/Sn(1 \mu m)-Sn(1 \mu m)/Cu$ sont chauffés jusqu'à 260°C, suivant différentes vitesses de montée en température (*de 5°C/min à 50°C/min*), puis refroidis à température ambiante. Sur les courbes de DSC obtenues (voir figure III.6) nous pouvons observer les caractéristiques suivantes :

- Une diminution de la surface sous le pic de fusion lorsque la vitesse de chauffage diminue : cette diminution est liée à la consommation de l'étain par diffusion en phase solide durant le chauffage. Afin d'exacerber le pic de fusion d'étain, en particulier à faible rampe de température, plusieurs échantillons sont analysés en même temps (de 1 à 6 échantillons cf figure III.6),
- **Pas de pic de solidification** : le chauffage à $260^{\circ}C$, puis le refroidissement engendre la transformation totale du métal d'apport de $2 \mu m$ d'épaisseur en composés IMCs.

¹⁰ La Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) est une technique d'analyse thermique qui consiste à mesurer les flux thermiques d'un échantillon à analyser par rapport à une référence (alumine) en fonction du temps et de la température. Les flux thermiques correspondent à des réactions endothermiques ou exothermiques (changement de phase) se produisant dans l'échantillon.



En considérant que la diffusion en phase solide n'est pas activée pour une vitesse de chauffage de 50°C/min, le rapport entre les enthalpies de fusion $\Delta_f H$ (aire sous le pic de fusion) à 50°C/min et aux différentes vitesses de chauffage permet de déterminer le pourcentage de la phase d'étain consommé en phase solide. Les résultats sont résumés dans le tableau III.2.

Ainsi, le chauffage à une vitesse inférieure à $5^{\circ}C/min$ engendre la formation d'une couche IMC Cu₆Sn₅ d'environ $1 \ \mu m$ d'épaisseur à chaque interface, avant la fusion du métal d'apport.

| | 50°C/min | 20°C/min | 10°C/min | 5°C/min | |
|---|----------|----------|----------|---------|--|
| Enthalpie de fusion Δ_{f} H (J/g) | 3,85 | 2,75 | 1,42 | 0,28 | |
| % Sn consommé en phase solide durant le chauffage (Δ _f H- Δ _f H _{50°C/min})/ Δ _f H _{50°C/min} | 0% | 29% | 63% | 93% | |
| <u>Tableau III.2</u> : Calcul du pourcentage de métal d'apport consommé en IMC durant le chauffage | | | | | |

De façon à former une couche Cu_6Sn_5 « épaisse » (*environ 1 µm*) durant le chauffage, la valeur minimale de la vitesse de montée en température lors du report IMC est fixée à **1**,5°C/min. La valeur maximale est limitée par le dispositif de report IMC à **10°C/min**.

III.1.c.2 La température de report

D'après l'étude bibliographique, la température de report doit être supérieure à la température de fusion du métal d'apport (217°C pour l'alliage SAC), afin de former une phase liquide. En effet, la présence d'une phase liquide permet d'assurer une interface homogène entre les matériaux par mouillabilité, mais aussi de dissoudre les couches d'oxydes qui sont des barrières à la diffusion. De plus, les cinétiques de diffusion sont plus rapides en phase liquide et à haute température. Cependant, pour des applications en électronique, nous cherchons à utiliser la température la plus faible possible. De plus, la phase IMC Cu₃Sn n'est stable thermodynamiquement que pour des températures inférieures à 350°C. C'est pourquoi, la valeur minimale de la température de report est fixée à **240°C**, tandis que la valeur maximale est fixée à **330°C**.

III.1.c.3 La durée de report

Le temps de mise en œuvre doit être suffisamment long pour permettre la transformation complète du métal d'apport en composés IMCs. Son optimisation dépend donc directement de la température de mise en œuvre et de l'épaisseur du métal d'apport. Ainsi, nous évaluerons l'effet du temps sur la croissance des phases IMCs à partir de la **fusion** du métal d'apport jusqu'à une durée de **10 h** à la température de report.

III.1.c.4 La pression de mise en contact des matériaux à assembler

La pression permet d'assurer l'alignement et un contact intime entre les matériaux à assembler. Comme décrit dans le chapitre II, elle pourrait également permettre de réduire le taux de porosité résiduelle du joint IMC [PAN12]. Enfin, la pression a une influence sur l'épaisseur du joint, par expulsion de la phase liquide en dehors de la surface d'attache. Ainsi, trois gammes de pressions sont utilisées : une faible pression (**de 5 à 20 KPa**), une pression intermédiaire (**de 100 et 500 KPa**) et une forte pression (**de 1 à 5 MPa**).

III.1.c.5 L'épaisseur du métal d'apport

Afin de limiter la durée d'élaboration du joint IMC, d'éviter une expulsion (squeezed-out) trop importante de la phase liquide et d'éviter la consommation totale des substrats par formation des phases IMCs, une faible épaisseur de métal d'apport est privilégiée. Cependant, l'épaisseur doit être suffisamment importante afin d'accommoder les défauts de planéité et de rugosité des substrats et de permettre la formation de la phase liquide. Pour cette étude, une préforme d'alliage SAC laminée de **20 \mu m** d'épaisseur sera utilisée comme métal d'apport.

III.1.c.6 L'état de surface des substrats à assembler

La nature de la surface entre les substrats et le métal d'apport a une influence très importante sur les mécanismes de croissance des phases IMCs et ainsi sur la formation de défaut dans le joint. Ainsi, l'optimisation des paramètres d'assemblage s'effectuera dans trois configurations distinctes :

- Substrats polis au micromètre (voir figure III.7.a): il s'agit d'un cas idéal où la surface des substrats est parfaitement plane. L'objectif des reports dans ce cas idéal est de caractériser les différentes étapes de croissance des grains IMCs, ainsi que d'évaluer l'effet des paramètres d'assemblage sur la microstructure des joints,
- Substrats rugueux (voir figure III.7.b): il s'agit d'un cas « industriel », où les substrats sont polis au papier SiC grade 800. L'objectif de ces essais est de mettre en évidence la formation de porosité au sein du joint IMC lorsque l'on s'éloigne du cas idéal et d'élaborer un modèle numérique des processus de diffusion permettant d'expliquer les mécanismes responsables de la formation de ces défauts. Dans un second temps, l'effet des paramètres d'assemblage sur le taux de porosité sera évalué,
- Insertion d'une barrière de diffusion (voir figure III.7.c) : dans cette configuration, une barrière de diffusion constituée de la phase IMC Cu₃Sn est déposée à la surface des substrats rugueux. L'objectif de la barrière de diffusion est de modifier les processus de diffusion à l'interface entre le substrat et le métal d'apport, afin d'éviter la croissance de grains IMCs en forme de

« scallops » responsables de la formation de porosité dans le joint. Ainsi, après avoir caractérisé l'effet de la barrière de diffusion sur les différentes étapes de croissance des grains IMCs, l'influence des paramètres d'assemblage sur la qualité des joints sera évaluée. L'objectif de ce plan d'expérience est de mettre au point un procédé de report IMC optimal et innovant, qui permet de former un joint IMC sans défaut et ceci dans des conditions industrielles.

Les différentes configurations ainsi que la nature des matériaux sont résumées dans la figure III.7 cidessous :



III.2 Etude de l'influence des paramètres d'assemblage

Dans cette partie, nous cherchons à déterminer l'effet des paramètres d'assemblage sur la microstructure des joints IMCs, dans les trois configurations présentées ci-dessus. La microstructure des joints IMCs est analysée à partir d'observations de leur section au microscope électronique à balayage (MEB). Les micrographies illustrées sont représentatives de l'ensemble de la longueur du joint. La nature chimique des différentes phases formées est caractérisée par spectroscopie à électron Auger (AES) ou par analyse dispersive en énergie¹¹ (EDS).

III.2.a Cas idéal : substrats polis au micromètre

III.2.a.1 Effet du temps de mise en œuvre : mécanisme de croissance des phases IMCs

<u>Conditions expérimentales :</u> Température de report **T=250°C** ; Vitesse de chauffage **1,5°C/min** ; Pression appliquée **P=5 KPa** ; Temps de mise en œuvre **t=[0-10h]**

L'objectif de cette première étude est d'identifier les différentes étapes de croissance des grains IMCs dans les conditions d'assemblage les plus favorables déterminées par l'étude bibliographique. Ainsi, la pression d'assemblage et la vitesse de chauffage sont fixées aux valeurs minimales, de façon à obtenir un joint épais. Une température standard de 250°C, utilisée en électronique pour le brasage SAC, est sélectionnée. L'effet du temps sur la croissance des phases IMCs est illustré figure III.8.

¹¹ L'analyse dispersive en énergie (EDS) est une méthode de microanalyse chimique élémentaire couplée au MEB. Elle consiste à bombarder un échantillon avec des électrons et à analyser le spectre des rayons X émis par l'échantillon. L'analyse des rayons X entraine une poire d'interaction de 1 μ m³. La résolution latérale de cette technique (~1 μ m) est donc moins précise que celle de la spectroscopie Auger (20 nm).



Afin de mieux comprendre les mécanismes de diffusion et de croissance des phases IMCs, la figure III.9 se focalise sur les différentes étapes de croissance d'un seul grain IMC.



A partir de ces micrographies (figure III.8 et 9), nous pouvons distinguer quatre étapes de croissance distinctes des phases IMCs :

- (1) Croissance des grains Cu₆Sn₅ (η) en forme de « scallops » (figure III.8.a-b et III.9.a-c) : nous retrouvons le mécanisme de croissance en phase liquide mis en évidence dans la littérature (cf chapitre II). Après formation d'une couche relativement plane, la dissolution de l'IMC dans la phase liquide entraine la formation de grains en forme hémisphérique (figure III.9.a-b). Cette structure favorise la diffusion rapide du cuivre à travers les joints de grain IMC, puis dans la phase liquide en contact. Le substrat en cuivre est donc particulièrement consommé entre les grains IMCs, se traduisant par la formation de creux (voir figure III.9.b). Ces chemins de diffusion rapide entrainent la sursaturation en cuivre de la phase liquide. Afin de retrouver l'équilibre, la phase IMC précipite autour des grains, assurant leur croissance hémisphérique (figure III.9.b-c). En début de réaction, les cinétiques de précipitation sont très rapides. Après 5 minutes à 250°C, l'épaisseur des grains IMCs est d'environ 7 μm et de nombreux grains adjacents ont déjà coalescés horizontalement (figure III.8.b),
- (2) Contact et coalescence des grains IMCs provenant de chaque interface (figure III.8.c-f et III.9.df) : à cause du système confiné, les grains provenant de chaque interface coalescent verticalement avant la consommation totale du métal d'apport. Des « ponts » IMCs solides entre les deux substrats sont alors formés, fixant l'épaisseur finale du joint. Une fois coalescés, les grains croissent de façon horizontale toujours par précipitation (voir figure III.9.d-f). Du fait de la fermeture de nombreux chemins de diffusion rapide (joints de grains), les cinétiques de croissance sont plus lentes que précédemment. Durant ces premières étapes, où l'étain reste disponible pour la réaction, l'épaisseur de la phase Cu₃Sn évolue peu (inférieure à $1 \mu m$),
- (3) Consommation totale du métal d'apport en composés IMCs (figure III.8.g) : le joint est alors principalement constitué de la phase Cu₆Sn₅ (η). Une fine couche d'IMC Cu₃Sn (ε) est également observée au niveau de chaque interface. Enfin, l'agglomération des particules d'Ag₃Sn, présentes dans l'alliage SAC (voir figure III.1.b), engendre la formation de macro-phases Ag₃Sn qui sont déplacées vers le centre du joint par la croissance des grains Cu₆Sn₅,
- (4) Homogénéisation du joint en l'IMC stable thermodynamiquement Cu₃Sn (ϵ) (figure III.8.h) : du fait de la diffusion en phase solide, la transformation du joint en Cu₃Sn est lente (plus de 10 h à 330°C pour un joint de 20 μ m). C'est pourquoi la température a été augmentée de 250 à 330°C.

Afin de confirmer la nature des phases formées, des analyses chimiques ont été réalisées sur les joints IMCs durant les différentes étapes de croissance. Tout d'abord, les différentes phases du joint élaboré après *chauffage à 250°C* ont été caractérisées par profil en ligne AES, du fait des faibles épaisseurs mises-en-jeu (voir figure III.10). Ensuite, le joint entièrement constitué de phases IMCs (*2 h à 250°C*) a été caractérisé par des analyses en ligne EDS (voir figure III.11).

Ces analyses chimiques confirment bien l'enchaînement des phases prédit par la thermodynamique : la phase IMC Cu₃Sn croit à l'interface avec le substrat en cuivre, tandis que l'IMC Cu₆Sn₅ se retrouve entre Cu₃Sn et la phase liquide d'étain. Sur l'analyse AES, il est intéressant de noter la présence de faibles gradients de concentration, notamment à l'interface Cu₆Sn₅/Sn (voir cercle vert figure III.10). Ces gradients traduisent la formation d'une interphase hors équilibre entre l'IMC Cu₆Sn₅ et la phase d'étain, responsable de l'évolution des interfaces.



<u>Figure III.10</u> : Profil en ligne AES d'un joint élaboré après *chauffage à 250°C* : (a) Micrographie MEB ; (b) Concentration atomique en fonction de la distance de la ligne



Ainsi, dans le cas idéal où les substrats sont polis au micromètre et où les conditions expérimentales sont douces (vitesse de montée en température minimale, faible pression et température), le joint IMC ne présente aucune porosité. Dans la suite de cette partie, nous allons étudier l'effet des paramètres d'élaboration sur la formation de défauts dans les joints, toujours dans le cas idéal.

III.2.a.2 Effet du profil du cycle thermique

<u>Conditions expérimentales :</u> Température de report **T=[230-270°C]** ; Vitesse de chauffage [**1**,**5** ; **10°C/min]** ; Pression appliquée **P=5 KPa** ; Temps de mise en œuvre **t=2h**

Afin d'étudier l'effet d'une augmentation de la vitesse de montée en température sur la formation de défauts dans les joints IMCs, la figure III.12 compare les microstructures de deux joints IMCs élaborés à faible ($1,5^{\circ}C/min$) et haute ($10^{\circ}C/min$) vitesse de chauffage.

D'après la définition des paramètres d'assemblage (voir III.1.*c.1),* une faible vitesse de chauffage permet la formation d'une fine couche IMC (~1 μm d'épaisseur) par diffusion en phase solide, avant la fusion du métal d'apport.



A faible vitesse de montée en température, comme observé précédemment, le joint est épais (20 μ m), homogène sur toute sa longueur et ne présente quasiment aucun défaut (voir figure III.12.a). A plus haute vitesse de chauffage, nous observons tout d'abord que des pores sont formés localement au centre du joint, sur l'ensemble de sa longueur (voir figure III.12.b). La formation de ces défauts est liée à la croissance plus irrégulière des « scallops » IMCs lorsque la vitesse de chauffage est plus importante. En effet, comme décrit par Liu et al. [LIU12] (cf chapitre II), la formation d'une couche IMC Cu₆Sn₅ durant le chauffage à faible vitesse permet de réguler la diffusion du cuivre dans la phase liquide et donc d'homogénéiser la croissance des grains IMCs. Nous constatons également que l'épaisseur du joint est inhomogène sur sa longueur et inférieure à celle du joint élaboré à faible rampe de température. Cette différence d'épaisseur s'explique par l'écoulement de la phase liquide sous pression, qui vient mouiller directement le substrat en cuivre de façon inhomogène. Au contraire, la présence d'une phase IMC intermédiaire, présentant une plus faible mouillabilité avec l'étain, permet d'éviter l'écoulement excessif de la phase liquide.

Ensuite, des reports IMCs à différentes températures, 230°C, 250°C, 260°C et 270°C ont été réalisés afin de déterminer l'effet de la température sur la microstructure des joints. Les micrographies représentatives des joints formés sont illustrées sur la figure III.13. Sur ces micrographies, nous pouvons constater que plus la température de report est élevée, plus le nombre de défauts dans le joint augmente. En effet, la diffusion du cuivre dans la phase liquide est plus rapide à haute température, ce qui entraine une croissance plus irrégulière des grains IMCs et donc la formation de porosité. Ainsi, une faible température de report est recommandée de manière à obtenir un joint de meilleure qualité. Cependant, à basse température, les cinétiques de transformation du joint en IMC sont plus lentes. Par exemple, un report à 230°C durant 2 h ne permet pas de transformer entièrement le métal d'apport en IMC. De même, la croissance de la phase Cu₃Sn est plus rapide à haute température : après 2 h à 250°C l'épaisseur de Cu₃Sn est de 1,8 μ m, tandis qu'elle est doublée à 270°C (3,5 μ m).

Ainsi, afin de former un joint de qualité dans un temps acceptable une faible vitesse de chauffage (1,5°C/min) et une température intermédiaire (250°C) sont sélectionnées. De plus, cette température correspond à la température standard de brasage, utilisée dans l'industrie électronique.



III.2.a.3 Effet de la pression d'assemblage

<u>Conditions expérimentales</u> : Température de report **T=250°C** ; Vitesse de chauffage **1,5°C/min** ; Temps de mise en œuvre **t=2 h** ; Pression appliquée **P=[5 KPa** ; **20 KPa** ; **500 KPa** ; **3 MPa]**

Les micrographies des joints IMCs élaborés sous quatre différentes pressions (*5 KPa, 20 KPa, 500 KPa, 3 MPa*) sont illustrées sur la figure III.14. Sur ces micrographies, nous pouvons observer que **dans le cas idéal**, la pression d'assemblage n'a pas d'influence sur la formation de macro-pores au centre du joint. En revanche, la pression a un effet sur l'épaisseur du joint IMC :

- A faible pression (5-20 KPa), la formation d'une fine couche IMC en phase solide permet de « contenir » la phase liquide au niveau de la surface d'attache, et ainsi de former un joint épais (12-20 μm),
- A pression intermédiaire (500 KPa), l'excès de phase liquide ne permettant pas d'accommoder les différences de planéité des substrats est expulsé de la surface d'attache. Un joint de faible épaisseur est alors obtenu (inférieure à 10 μm),
- A forte pression (3 MPa), la phase liquide est expulsée et les matériaux (substrats Cu et grains IMCs) sont déformés plastiquement de manière à former un joint de très faible épaisseur (inférieure à 5 μm).

De façon à diminuer la durée du report, une faible épaisseur et donc une pression élevée (*3 MPa*) est préférable. En effet, comme illustré figure III.14, après un report à 250°C durant 2 h sous 3 MPa, l'ensemble du joint IMC est transformé en Cu₃Sn, tandis que sous 5 KPa, le joint est majoritairement constitué de la phase instable Cu₆Sn₅. Cependant, une pression trop importante est difficile à mettre en œuvre industriellement et peut endommager les matériaux fragiles. C'est pourquoi une pression d'assemblage intermédiaire, de plusieurs centaines de KPa, est optimale.

| (a) | - | | | (b) | | بالحيرة وستلسي | |
|--|---|------------------------|--------------|--|---|----------------|-----------|
| SEM HV: 20.00 kV View field: 433.4 µm SEM MAG: 500 x | WD: 8.001 mm Det: BSE Date(m/d/y): 02/17/15 | L | | SEM HV: 20.00 kV View field: 433.4 µm SEM MAG: 500 x | WD: 7.983 mm Det: BSE Date(m/d/y): 02/17/15 | L | |
| ~ . | | | 20µm | | · | | 12µm |
| | | | ~ | - | | | |
| SEM HV: 20.00 kV View field: 108.3 µm SEM MAG: 2.00 kx | WD: 8.001 mm Det: BSE Date(m/d/y): 02/17/15 | 20 μm | | SEM HV: 20.00 kV View field: 108.3 µm SEM MAG: 2.00 kx | WD: 7.983 mm Det: BSE Date(m/d/y): 02/17/15 | 20 μm | |
| (c) | | | | (d) | | | |
| SEM HV: 20.00 kV View field: 433.4 µm SEM MAG: 500 x | WD: 8.087 mm Det: BSE Date(m/d/y): 03/30/15 | 100 µm | | SEM HV: 20.00 kV View field: 433.4 µm SEM MAG: 500 x | WD: 7.992 mm Det: BSE Date(m/d/y): 01/09/15 | L | |
| | | | 7µm | · | | e | 5µm |
| | | | | | | • | |
| SEM HV: 20.00 kV View field: 108.3 µm SEM MAG: 2.00 kx | WD: 8.019 mm Det: BSE Date(m/d/y): 03/04/15 | 20 μm | | SEM HV: 20.00 kV View field: 108.3 µm SEM MAG: 2.00 kx | WD: 7.936 mm Det: BSE Date(m/d/y): 01/09/15 | 20 μm | |
| Figure III | . <u>14</u> : Micros | tructures des | joints IMCs | élaborés d | urant 2 h à 2 | 250°C sous di | fférentes |
| | pres | sions : (a) 5 K | (Pa : (b) 20 | KPa ; (c) 50 | 0 KPa ; (d) 3 | MPa | |

III.2.a.4 Effet de la nature du métal d'apport : SAC ou Sn

<u>Conditions expérimentales :</u> Température de report **T=250-260°C** ; Vitesse de chauffage **1,5°C/min** ; Temps de mise en œuvre **t=2 h** ; Pression appliquée **P=5 KPa** ; **Métal d'apport [SAC ; Sn]**

La figure III.15 illustre les différences de microstructures entre des joints IMCs élaborés, dans les conditions idéales, à partir d'un métal d'apport en étain (*Sn*) et d'un alliage d'apport en étain-argent cuivre (*SnAg*_{3,8}*Cu*_{0,7}). Des essais préliminaires (non présentés dans ce manuscrit) ont montré que la température optimale de report à partir d'une préforme d'étain est de 260°C. En effet, la température de fusion de l'étain est supérieure à celle de l'alliage SAC (respectivement 232°C et 217°C). Ainsi, les reports sont effectués aux températures optimales, soit 260°C pour Sn et 250°C pour l'alliage SAC.



Sur ces micrographies, nous pouvons observer que les joints sont homogènes et ne présentent pas de défaut majeur. Ainsi, la nature du métal d'apport a peu d'influence sur la formation de pores au centre du joint. En revanche, à partir d'une feuille d'étain, une ligne de microporosité est formée le long de l'interface initiale entre la préforme et le substrat en cuivre (voir figure III.15.a). Cette porosité provient de la faible mouillabilité de l'étain sur les premières couches IMCs formées en phase solide. La mouillabilité de l'alliage SAC étant meilleure que celle de l'étain, cette porosité n'est pas présente. Sur la figure III.15.b, nous distinguons tout de même la présence locale de pores de faibles dimensions. Comme illustré figure III.16, la formation de ces pores est liée à la difficulté pour l'alliage liquide de venir mouiller la surface entre deux « scallops ». La coalescence des grains IMCs adjacents engendre alors la formation d'une porosité résiduelle. De plus, contrairement à l'étain, l'alliage SAC, qui contient 3,5% massique d'argent, permet la formation de phases Ag₃Sn au centre du joint. Les phases Ag₃Sn étant plus ductiles que les phases Cu₆Sn₅ (cf chapitre II), elles permettent de réduire la rigidité du joint. De plus, comme illustré sur la figure III.17, elles permettent également de résister à la propagation de fissure en agissant comme des inclusions (déviation des fissures).

Ainsi, l'utilisation d'un alliage SAC est recommandée car il présente trois principaux avantages :

- Une plus faible température de fusion, qui permet de réduire la température de report à 250°C,
- Une bonne mouillabilité sur les phases IMCs, qui permet d'obtenir un joint IMC homogène,
- La possibilité de former des phases Ag₃Sn, qui sont bénéfiques pour les propriétés mécaniques des joints IMCs.





III.2.a.5 Conclusion

Cette première partie nous a donc permis de déterminer l'effet des paramètres d'élaboration sur la microstructure des joints IMCs, dans le cas idéal où les substrats en cuivre sont parfaits (rugosité inférieure au micromètre). Tout d'abord, l'étude des différentes étapes de croissance des phases IMCs en fonction du temps a confirmé les mécanismes de croissance des grains IMCs en forme de « scallops » observés dans la littérature. De plus, des analyses chimiques nous ont permis de caractériser la nature des différentes phases constituant les joints : Cu_6Sn_5 , Cu_3Sn et Ag_3Sn . Ensuite un procédé d'élaboration optimal, permettant de former un joint IMC sans défaut a pu être déterminé. Le report optimal, pour transformer majoritairement le joint en la phase stable Cu_3Sn , s'effectue à 250°C (vitesse de chauffage 1,5°C/min), durant 2 h sous 500 KPa, à partir d'un métal d'apport SAC. Dans le cas idéal, nous avons pu observer que les joints sont homogènes et ne présentent pas de macro porosités.

III.2.b Cas réel : substrats rugueux

Tout d'abord, des reports IMCs préliminaires ont été effectués à partir de substrats rugueux, dans les conditions d'élaboration déterminées précédemment. Les microstructures représentatives des joints IMCs formés sont illustrées figure III.18.



Sur ces microstructures, nous pouvons observer que les joints contiennent des pores circulaires de grandes dimensions, répartis sur l'ensemble de leur longueur. Ainsi, dans un premier temps, afin de comprendre comment se forme cette porosité, nous cherchons à illustrer les différentes étapes de croissance des grains IMCs en fonction du temps. A partir de l'étude bibliographique du chapitre II, des micrographies des joints IMCs à différentes durées d'élaboration (III.2.b.1) et de modélisations numériques des processus de diffusion (III.2.b.2), nous pourrons alors définir un mécanisme de formation de cette porosité.

III.2.b.1 Effet du temps de mise en œuvre : mécanisme de formation de la porosité

<u>Conditions expérimentales :</u> Température de report **T=250°C** ; Vitesse de chauffage **1,5°C/min** ; Pression appliquée **P=5 KPa** ; Temps de mise en œuvre **t=[0-1 h]**

Dans les conditions d'élaboration optimales déterminées dans la partie III.2.a, les différentes étapes de croissance des grains IMCs en fonction du temps, à partir de substrats rugueux, sont illustrées sur la figure III.19.



L'étude de la croissance des phases IMCs en fonction du temps révèle les différentes étapes de formation des pores au centre du joint IMC :

- Après chauffage à 250°C (figure III.19.a), la croissance des grains IMCS en forme de « scallops allongées » n'engendre pas la formation de pores. En revanche, nous pouvons noter que par rapport à l'assemblage de substrats parfaitement plans (voir figure III.8.a), la rugosité des substrats induit une croissance plus irrégulière et plus rapide des grains IMCs. En effet, ces derniers croissent verticalement et non de manière hémisphérique. De plus, pour une même durée d'assemblage, la hauteur moyenne des grains IMCs est de 7 μm, tandis qu'elle est de 4 μm à partir de substrats polis. En effet, les substrats étant rugueux, la surface de contact entre le cuivre et la phase liquide est plus importante. Ainsi, en début de réaction, une plus grande quantité de cuivre est dissoute dans la phase liquide, entrainant la croissance rapide et inhomogène des grains IMCs. Enfin, nous observons que la phase IMC n'est pas formée au niveau des pics de rugosité les plus importants (voir figure III.19.a),
- Après 15 minutes à 250°C, la croissance irrégulière des grains IMCs engendre très rapidement la coalescence des grains IMCs provenant de chaque interface, fixant l'épaisseur du joint. Des pores sont alors formés au centre du joint (voir figure III.19.b). Nous observons que la porosité se forme principalement entre les « ponts » IMCs séparant les substrats, dans les zones où la croissance IMC est la plus lente, soit principalement au niveau des pics de rugosité,
- Après 30 minutes à 250°C, la transformation de l'étain résiduel en composés IMCs engendre la croissance des pores (figure III.19.c-d). Lorsque le joint est entièrement transformé en IMC, ce dernier présente un taux de porosité compris entre 15 et 20% (calculé à partir du logiciel d'analyse d'image «Image J» sur les micrographies III.18.b et III.19.d). Cette valeur est donnée à titre indicatif, car le système étant en 3D et les pores n'étant pas répartis régulièrement sur la longueur du joint, il est difficile de connaitre la valeur exacte du taux de porosité.

Ces observations microscopiques, en accord avec les hypothèses publiées dans la littérature (Chuang et al. [CHU12]), montrent que la combinaison de trois phénomènes physiques est responsable de la formation de porosité lors du report IMC :

- La croissance non plane de la phase IMC Cu₆Sn₅ : les grains IMCs colonnaires croissent à partir de chaque substrat de façon irrégulière. En effet, certains grains IMCs de grandes dimensions présentent une croissance rapide, tandis que la croissance des grains adjacents est faible, voire nulle, en particulier au niveau des pics de rugosité,
- Une réaction dans un espace confiné : les grains IMCs provenant de chaque interface coalescent au centre du joint et fixent l'épaisseur du joint avant la consommation complète du métal d'apport. Ainsi, une quantité importante d'étain reste isolée entre les grains IMCs. Cette quantité d'étain est plus importante lorsque la croissance IMC est irrégulière,
- Une variation du volume associée à la formation de l'IMC Cu_6Sn_5 : en considérant la précipitation de la phase IMC dans la phase liquide d'étain sursaturée en cuivre, la réaction entre les atomes Cu et Sn pour former Cu_6Sn_5 (selon l'équation $6Cu + 5Sn \rightarrow Cu_6Sn_5$) entraine une contraction de volume de **9** %. Le détail du calcul, se basant sur le volume molaire (V^m) des

différentes phases (calculé à partir du volume molaire partiel de Cu et Sn dans ces phases) est présenté dans le tableau III.3 (équation III.1) ci-dessous.

| | Cu _(s) | Sn _(liq) | Cu ₆ Sn ₅ | Cu₃Sn | | | |
|--|--------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|-------|--|--|--|
| Volume molaire partiel Sn (cm ³ /mol) | 16,3 | 17,0 | 15,9 | 15,9 | | | |
| Volume molaire partiel Cu (cm ³ /mol) | 7,1 | 7,3 | 6,2 | 6,2 | | | |
| Volume molaire des phases (cm ³ /mol) | 7,3 Cu saturée en Sn | 16,8 Sn saturée en Cu | 116,6 | 34,4 | | | |
| (Equation III.1) $\% \Delta V_{Cu_6Sn_5} = \left(\frac{V_{Cu_6Sn_5} - (V_{Cu} + V_{Sn})}{V_{Cu} + V_{Sn}}\right) = \left(\frac{V_{Cu_6Sn_5}^m - (6V_{Cu}^m + 5V_{Sn}^m)}{6V_{Cu}^m + 5V_{Sn}^m}\right) = -9\%$ | | | | | | | |
| <u>Tableau III.3</u> : Calcul de la variation de volume associée à la formation de l'IMC Cu ₆ Sn ₅ [FRE92] | | | | | | | |

A partir de ces constatations, nous cherchons à définir un mécanisme rigoureux de formation des macro-pores au centre du joint. Pour cela, il est nécessaire, au préalable, de modéliser les processus de diffusion et de croissance des phases IMCs lors du report TLPB en fonction des variations de volume molaire des différentes phases. La suite de ce chapitre se consacre à l'analyse des modèles numériques développés.

III.2.b.2 Modélisation numérique des processus de diffusion

La modélisation numérique des processus de diffusion permet de simuler l'évolution des interfaces Sn/Cu_6Sn_5 , Cu_6Sn_5/Cu_3Sn et Cu_3Sn/Cu en fonction du temps et dans différentes conditions : en fonction des mécanismes de croissance des phases IMCs et en prenant en compte les variations de volume molaire des espèces diffusantes dans les différentes phases. Cette étude à deux principaux objectifs :

- Définir le mécanisme de diffusion et de croissance prépondérant des phases IMCs durant le report TLPB,
- Mettre en évidence que de la croissance des phases IMCs durant le report TLPB engendre la formation d'un volume poreux et expliquer les mécanismes qui en sont responsables.

La croissance des phases IMCs peut s'effectuer par trois mécanismes, décrits ci-dessous, que nous cherchons à modéliser (la description des modèles, des équations de diffusion ainsi que de la méthodologie permettant leur résolution sont présentées en détail en **annexe III.1**) :

- (1) Mécanisme de précipitation de Cu₆Sn₅ à partir d'une solution d'étain liquide sur-saturée en cuivre : afin de satisfaire les conditions d'équilibre à l'interface avec Cu₆Sn₅, il existe un gradient de concentration en cuivre dans la phase liquide. Ce gradient de concentration engendre un flux de cuivre, puis la précipitation de la phase IMC Cu₆Sn₅ en phase liquide (voir figure 5.a de l'annexe III.1),
- (2) Mécanisme de croissance de Cu₆Sn₅ (et Cu₃Sn) par diffusion en phase solide, dans le cas d'une solution d'étain saturée en cuivre : la phase liquide étant à l'équilibre, la phase IMC Cu₆Sn₅ ne peut pas précipiter par transport de matière en phase liquide. Cependant, il existe de faibles gradients de concentration dans les phases IMCs pouvant générer des flux de diffusion et ainsi contribuer à la croissance des phases IMCs (voir figure 3 de l'annexe III.1),

(3) Mécanisme de croissance de Cu₆Sn₅ (et Cu₃Sn) par diffusion au travers les joints de grains Cu₆Sn₅/Cu₆Sn₅; la phase liquide étant comme précédemment à saturation : la diffusion aux joints de grains engendre des flux de diffusion supérieurs à ceux induits par transport de matière en phase solide à travers le volume des phases (voir figure III.22.a).

Dans un premier temps, nous cherchons à confirmer le mécanisme de croissance des phases IMCs durant le report TLPB, décrit dans l'étude expérimentale (voir chapitre III.2.a.1). Pour cela, les cinétiques de croissance des phases IMCs calculées à partir des trois mécanismes ci-dessus, pris séparément, sont comparées à celles observées expérimentalement. Pour cette étude, nous nous plaçons dans le cas idéal où les volumes molaires partiels de Cu et Sn sont identiques dans toutes les phases ; la porosité n'est donc pas formée.

Mécanisme de précipitation de Cu₆Sn₅ en phase liquide (modèle (1)) :

Pour cette modélisation, la phase liquide est initialement sur-saturée en cuivre, puis la diffusion du cuivre provenant du substrat dans la phase liquide est bloquée. Ainsi, seule la diffusion du Cu en phase liquide est modélisée, ce qui permet d'isoler le mécanisme de précipitation. L'influence de deux concentrations en Cu est analysée : $x_{cu}=10\%$ et $x_{cu}=30\%$. Les évolutions des interfaces à $250^{\circ}C$, au cours de la précipitation de la phase Cu₆Sn₅ sont illustrées sur la figure III.20.



Ce modèle numérique montre que les cinétiques de précipitation en phase liquide sont extrêmement rapides : une phase IMC Cu₆Sn₅ de 6 μ m d'épaisseur précipite en une durée inférieure à 0,15 s. Expérimentalement, nous avons observé que les cinétiques de croissance sont très rapides en début de réaction, lorsque le substrat en cuivre est en contact avec la phase liquide. En effet, après chauffage à 250°C des grains IMCs d'environ 6 μ m d'épaisseur sont formés (voir figure III.19.a). Cependant, après formation d'une couche IMC « épaisse », les cinétiques de croissance deviennent plus lentes. La transformation totale d'une phase liquide de 20 μ m d'épaisseur en Cu₆Sn₅ nécessite environ 1 h (voir figure III.19.d). Ainsi, la précipitation en phase liquide n'est pas l'étape limitante de la croissance des phases IMCs lors du report IMC. C'est pourquoi, nous nous intéressons ensuite à la cinétique de croissance des phases IMCs par transport de matières en phase solide.

• Mécanisme de croissance de Cu₆Sn₅ par transport de matière en phase solide (modèle (2)) :

Pour ce modèle, la phase liquide est saturée en cuivre, ainsi la diffusion s'effectue seulement en phase solide à travers les phases IMCs. L'évolution des interfaces en fonction du temps est illustrée sur la figure III.21.



En phase solide, les cinétiques de transformation sont extrêmement lentes : 50 h sont nécessaires pour consommer entièrement la phase liquide, tandis qu'expérimentalement cette transformation s'effectue en 1 h. Ainsi, la croissance des phases IMCs lors du report ne s'effectue pas (majoritairement) par transport de matière dans le volume des phases solides. C'est pourquoi, nous nous intéressons ensuite à la cinétique de croissance des phases IMCs à partir de mécanismes de diffusion plus rapides, à travers les joints de grains IMCs.

• <u>Mécanisme de croissance de Cu₆Sn₅ par diffusion aux joints de grains (modèle (3))</u> :

Afin de modéliser la diffusion aux joints de grain, un flux de cuivre est imposé à l'interface avec la phase liquide. D'après le calcul précédent (modèle (2)), le transport en phase solide à travers les phases IMCs conduit, en début de réaction, à un flux $J_{I_3}^4 = -J_{I_2}^3 \approx 5 \times 10^{-6} \text{ mol/cm}^2$. Ainsi, nous avons choisi de modéliser la diffusion aux joints de grains en imposant un flux de cuivre dix fois supérieur, soit $J_{I_3}^4 = -J_{I_2}^3 \approx 5 \times 10^{-5} \text{ mol/cm}^2$. L'évolution des interfaces en fonction du temps à 250°C est alors illustrée sur la figure III.22.b.



Sur la figure III.22.b, nous constatons que la cinétique de croissance IMC modélisée en prenant en compte la diffusion aux joints de grains est semblable à l'expérimentation : une durée d'environ une heure est suffisante pour transformer entièrement la phase liquide en Cu₆Sn₅. De plus, la phase Cu₃Sn évolue peu, comme observé expérimentalement. Ainsi, nous pouvons en déduire que la

diffusion aux joints de grains est le mécanisme prépondérant contrôlant la croissance des phases IMCs durant le report TLPB.

• Conclusions sur le mécanisme de croissance des phases IMCs durant le report TLPB :

Ces modèles numériques nous ont donc permis de montrer que la cinétique de croissance des phases IMCs durant le report TLPB est intermédiaire entre celle de la précipitation en phase liquide qui est extrêmement rapide, et celle du transport en phase solide qui est très lente. La croissance IMC est donc limitée cinétiquement par l'apport de cuivre dans la phase liquide. En effet, cet apport en cuivre est plus lent que la précipitation de la phase IMC, mais s'effectue par l'intermédiaire d'un mécanisme plus rapide que la diffusion dans le volume des phases IMCs. En adéquation avec l'étude expérimentale, nous pouvons conclure que le transport de matière s'effectue préférentiellement à travers des chemins de diffusion privilégiés : les joints de grains IMCs (voir figure III.23.a).

Afin de valider notre modèle numérique, nous avons également cherché à simuler la suite de la réaction, après consommation complète de la phase liquide d'étain en Cu_6Sn_5 . Dans cette configuration (phase liquide consommée), seuls les flux de diffusion en phase solide sont pris en compte. Comme illustré sur la figure III.23, la transformation totale de Cu_6Sn_5 en la phase stable Cu_3Sn de 20 µm d'épaisseur (deux fois 10 µm) nécessite **70 h à 250°C** et **10 h à 330°C**. Ces cinétiques de croissance correspondent à celles observées expérimentalement (voir figure III.8.h), ce qui confirme la validité de notre modèle.



Dans un second temps, les variations des volumes molaires partiels du cuivre et de l'étain dans les différentes phases sont prises en compte afin de mettre en évidence et de quantifier la formation de porosité durant la croissance des phases IMCs. En effet, le volume molaire de l'étain en phase liquide est, par exemple, différent du volume molaire de l'étain dans la phase IMC Cu₆Sn₅. La méthodologie du calcul et les valeurs des volumes molaires des différentes phases sont résumées dans la section 2.f de l'annexe III.1 et dans le tableau III.3.

L'effet de la variation des volumes molaires sur le déplacement des interfaces, modélisé à partir du mécanisme de précipitation en phase liquide et du mécanisme de croissance par transport de matière à travers les joints de grains, est illustré sur les figure III.24.a et III.24.b.



Dans les deux cas, nous observons le déplacement de l'interface Sn/Sn du centre du joint vers le substrat en cuivre entrainant la formation d'un volume poreux d'environ 9%. Ce volume de 9% correspond à la variation de volume molaire associée à la formation de l'IMC Cu₆Sn₅ (voir tableau III.3). En effet, l'épaisseur du joint étant fixée au temps initial (t₀), la diminution des volumes molaires du cuivre et de l'étain lors de la formation de la phase Cu₆Sn₅ engendre un déficit atomique dans la phase liquide et donc la formation d'un pore. Le volume de ce pore augmente avec l'avancement de la réaction de transformation de l'MC.

Néanmoins, l'ordre de grandeur du volume poreux calculé (au maximum 9%) est très inférieur à celui observé expérimentalement (environ 20%). Cette large porosité a donc pour origine d'autres mécanismes en plus de celui proposé, ayant pour effet de favoriser un flux d'étain vers la phase cuivre.

Parmi ces mécanismes, nous pouvons suggérer le mécanisme de couplage diffusion/contrainte. En effet, les contraintes mécaniques générées dans les phases au cours de leur transformation, du fait de leurs différences de volumes molaires, peuvent modifier de manière significative les processus de diffusion. Ce couplage diffusion/contrainte est en effet non négligeable lorsque des contraintes de l'ordre du GPa sont induites. Il serait donc intéressant de quantifier ces contraintes mécaniques pour des configurations de phases proches des morphologies expérimentales. On peut également suggérer un autre mécanisme mettant jeu un transport d'étain par flux inverses de lacunes dans la phase Cu₆Sn₅. Ce type de transport est présent lorsque le coefficient intrinsèque de diffusion d'un élément est très supérieur à celui de l'autre élément (effet Kirkendall). Or, à *250°C*, des auteurs rapportent un coefficient de diffusion de l'étain dix fois supérieur à celui du cuivre dans la phase Cu₆Sn₅. Ces données expérimentales tendent à appuyer cette hypothèse de formation d'une large porosité induite par un transport d'étain par flux inverses de lacunes dans la phase Cu₆Sn₅. La modélisation de ce mécanisme est en cours afin d'évaluer le taux de porosité formé.

A partir de ces considérations, nous proposons un mécanisme de formation de macro-pores au centre du joint. Ce mécanisme est schématisé figure III.25 et se divise en quatre étapes :

 Croissance des grains IMCs Cu₆Sn₅ en forme de « scallops » (figure III.25.a) : il n'y a pas de contact solide entre les grains IMCs provenant de chaque substrat. C'est pourquoi, la contraction de volume de 9 % induite lors de la précipitation de Cu₆Sn₅ peut être librement accommodée par la diminution de l'épaisseur du joint,

- 2) Coalescence des grains IMCs provenant de chaque substrat (figure III.25.b) : la formation de « ponts » IMCs solides, séparant les deux substrats, va alors contraindre le joint verticalement et fixer son épaisseur. Ainsi, la contraction de volume liée au changement de phase ne peut plus être accommodée par la diminution de l'épaisseur du joint. Or, la réaction de formation de Cu₆Sn₅ n'est pas terminée. En effet, du fait de la croissance verticale et irrégulière des grains IMCs (notamment au niveau des pics de rugosité), une quantité importante d'étain liquide reste disponible pour la réaction entre les « ponts » IMCs,
- 3) Relaxation de la phase liquide par formation d'un volume poreux (figure III.25.b-c): la variation de volume ne pouvant plus être accommodée, la précipitation de Cu₆Sn₅ dans le volume confiné va mettre la phase liquide sous tension. Afin de relaxer ces contraintes un volume poreux est formé au centre du joint (voir figure III.25.b). En plus de la contraction de la phase IMC, un flux d'étain peut également diffuser en dehors de la zone de réaction (de la phase liquide vers les substrats en cuivre) à cause des contraintes de tensions induites dans les substrats en cuivre et/ou de la diffusion plus rapide de l'étain par rapport au cuivre dans les phases IMCs à haute température. Des macro-pores sont alors formés au centre du joint,
- Homogénéisation du joint IMC (figure III.25.d) : la transformation de l'étain résiduel en IMC engendre la formation d'un joint IMC présentant un taux de porosité d'environ 20% (d'après l'expérimentation).



Expérimentalement, dans le cas où les substrats sont polis au micromètre, la croissance des grains IMCs est homogène, ce qui permet de retarder la fixation de l'épaisseur du joint. Ainsi, une faible quantité d'étain est contraint entre les grains ce qui permet d'éviter la formation de pores. En revanche, dans le cas de substrats rugueux, la croissance irrégulière des grains entraine la fixation très rapide de l'épaisseur du joint. Ainsi, la transformation d'une grande quantité d'étain en IMC engendre une importante variation de volume et donc la formation de pores.

Dans la suite de ce chapitre, nous chercherons à déterminer l'effet des paramètres d'élaboration sur la formation de pores au centre du joint, toujours à partir de substrats rugueux.

III.2.b.3 Effet du profil du cycle thermique

<u>Conditions expérimentales</u>: Température de report **T=[250 ; 270 ; 300°C]** ; Vitesse de chauffage **V=[1,5 ; 10°C/min] ;** Pression appliquée **P=5 KPa** ; Temps de mise en œuvre **t=2 h**

Tout d'abord, nous nous intéressons au paramètre, qui d'après l'étude dans le cas idéal, a le plus d'influence sur la microstructure des joints IMCs : la vitesse de montée en température. La figure III.24 illustre les microstructures des joints IMCs élaborés à faible ($1,5^{\circ}C/min$) et haute ($10^{\circ}C/min$) rampe de température.



Comme dans le cas idéal (surface polie – cf figure III.12), nous observons que plus la vitesse de chauffage est élevée, plus le joint IMC présente un taux de porosité important et une faible épaisseur. A haute vitesse de chauffage, la formation de nombreux pores s'explique encore par la croissance plus irrégulière des grains IMCs, selon le mécanisme développé précédemment. A l'inverse, à faible rampe de température, la couche IMC formée en phase solide à l'interface entre le substrat et le métal d'apport permet d'homogénéiser la croissance des grains IMCs et ainsi d'éviter la formation de nombreux pores. Cependant, à cause de la rugosité des substrats, la diffusion et la croissance des grains restent toujours rapides et irrégulières, c'est pourquoi le joint présente tout de même des macro-pores.

Ensuite, l'effet de trois différentes températures de report, 250, 270 et 300°C, sur la microstructure des joints est analysé. Les micrographies des joints IMCs élaborés à ces différentes températures sont illustrés figure III.25.



Sur ces micrographies, nous remarquons que plus la température de report est élevée, plus le taux de porosité dans les joints IMCs augmente. Comme précédemment, la formation de ces pores est liée à la croissance de plus en plus rapide et irrégulière des grains IMCs. En effet, à haute température, les cinétiques de diffusion sont plus rapides (loi d'Arrhenius), entrainant des flux de diffusion du cuivre plus importants. Nous pouvons également noter que l'épaisseur du joint diminue avec la température de report, car la brasure moins visqueuse est éjectée de la surface d'attache. En revanche, les cinétiques de diffusion étant plus rapides en température, l'épaisseur de la phase Cu₃Sn augmente.

Ainsi, afin de réguler les processus de diffusion et d'homogénéiser la taille des grains IMCs le long de l'interface, et donc afin de diminuer le taux de porosité dans les joints IMCs, une faible vitesse de chauffage (1,5°C/min) et une faible température de report (250°C) sont recommandées (comme dans le cas idéal).

III.2.b.4 Effet de la pression d'assemblage

<u>Conditions expérimentales</u>: Température de report **T=250 °C** ; Vitesse de chauffage **V=1,5 °C/min** ; Temps de mise en œuvre **t=2 h** ; Pression appliquée **P=[5 KPa ; 500 KPa ; 3 MPa]**

Dans la bibliographie (voir chapitre II), il a été montré par Pachenko et al., que la pression d'assemblage était un des principaux paramètres influençant la formation de porosité dans les joints IMCs. En effet, une augmentation de la pression pourrait permettre de réduire considérablement le taux de porosité des joints IMCs. Afin d'étudier l'effet de la pression d'assemblage sur la microstructure des joints IMCs, des reports sont réalisés sous les trois différentes gammes de pression définies précédemment : à faible pression (*5 KPa*), à pression intermédiaire (*500 KPa*) et à haute pression (*3 MPa*). Les micrographies des joints IMCs formés sont illustrées sur la figure III.26.



Contrairement au cas idéal, où aucun défaut n'était observé dans les joints IMCs, nous pouvons constater qu'à partir de substrats rugueux, la pression d'assemblage a une influence sur le taux de porosité et sur la géométrie des pores. Selon la gamme de pression, trois comportements distincts sont observés :

- A faible pression (5 KPa) : le joint IMC présente des pores de forme quasi circulaires (sphériques en 3D) et de grand diamètre. Le joint étant épais, la concentration en pore dans ce dernier reste faible comparée à celle du joint formé à pression intermédiaire (voir figure III.26.b). En effet, l'homogénéisation de la croissance des grains IMCs, avec l'épaisseur, permet la formation de larges zones d'attaches entre les pores, où le joint IMC ne présente pas de défauts,
- A pression intermédiaire (500 KPa) : il s'agit du cas le plus défavorable, où le taux de porosité est maximal. Les pores présentent une forme ovale du fait de la diminution de l'épaisseur du joint sous une pression verticale. En effet, sous une pression intermédiaire, l'expulsion de la phase liquide en dehors de la surface d'assemblage engendre le contact et la coalescence très rapide des « scallops » IMCs irrégulières provenant des deux interfaces. Or, cette pression est trop faible pour déformer plastiquement les grains IMCs et ainsi accommoder la contraction de volume associée à la croissance IMC. Une importante porosité est donc créée dans le joint IMC,
- A haute pression (3 MPa): le joint IMC présente un taux de porosité inférieur et les pores sont fins et allongés. En effet, l'application d'une forte pression permet, sur certaines zones, de déformer plastiquement les grains IMCs et ainsi d'accommoder la contraction de volume associée à la croissance IMC. Ainsi, le joint ne présente pas de défaut sur de larges surfaces.

Ainsi, afin de réduire le taux de porosité dans les joints IMCs, une forte pression d'assemblage (de plusieurs *MPa*) ou une faible pression (de plusieurs *KPa*) sont recommandées. En revanche, une pression intermédiaire, entrainant une diminution de l'épaisseur du joint par expulsion de la phase liquide mais ne permettant pas de déformer plastiquement les grains IMCs, engendre la formation d'un joint très poreux.

III.2.b.5 Conclusion

Ce second cas « industriel », nous a permis de montrer que contrairement au cas idéal, l'assemblage de substrats rugueux engendre la formation de nombreux défauts dans les joints IMCs. Ces défauts se présentent sous la forme de macro-pores, qui sont formés au centre du joint durant la croissance IMC. Tout d'abord un mécanisme de formation de cette porosité a été proposé à partir de l'étude des différentes étapes de croissance des phases IMCs et de la modélisation numérique des processus de diffusion. La formation des pores repose sur la coalescence des grains IMCs provenant de chaque interface, fixant l'épaisseur du joint, avant la consommation totale du métal d'apport. La quantité d'étain restant à transformer entre les « ponts » IMCs est d'autant plus importante que la croissance des grains IMCs en forme de « scallops » est irrégulière. Une fois l'épaisseur du joint fixée, la contraction de volume associée à la précipitation de la phase IMC ne peut plus être accommodée, engendrant des contraintes de tension dans la phase liquide. Afin de relaxer ces contraintes, un volume poreux est formé au sein de la phase liquide. Ensuite, l'étude de l'influence des paramètres d'élaboration sur le taux de porosité formé dans les joints IMCs, nous a permis de déterminer les conditions d'assemblage optimales pour l'assemblage de substrats rugueux. Afin de former un joint constitué de la phase Cu₃Sn et possédant un taux de porosité minimal, le report doit s'effectuer à 250°C (vitesse de chauffage de 1,5°C/min), durant 1 h sous 3 MPa. Cependant, ce procédé d'assemblage sous haute pression est contraignant, et surtout le joint IMC présente toujours une importante porosité, diminuant drastiquement ses performances (tenue mécanique, conduction thermique).

Ainsi, dans la troisième partie de ce chapitre, nous chercherons à développer un procédé de report IMC innovant, qui doit permettre, dans des conditions douces, de minimiser la formation de porosité au sein des joints IMCs.

III.2.c Procédé de report IMC innovant : insertion d'une barrière de diffusion de type IMC entre les substrats rugueux et le métal d'apport

III.2.c.1 Choix de la barrière de diffusion et de sa méthode de dépôt sur les substrats rugueux

D'après le mécanisme de formation de porosité développé dans la partie précédente, la croissance des grains IMCs en forme de « scallops » irrégulières est la principale cause responsable de la création de macro-pores. Ainsi, afin de supprimer ces pores, il est nécessaire d'éviter la croissance des grains IMCs en « scallops » ou d'homogénéiser la croissance de ces derniers. Pour cela, les processus de diffusion à l'interface entre le substrat et le métal d'apport doivent être modifiés. Le profil du cycle thermique ayant déjà été optimisé, la seule façon d'agir sur les processus de diffusion est d'insérer une barrière de diffusion à l'interface entre le substrat et le métal d'apport.

Cependant, le choix de la nature de la barrière de diffusion n'est pas aisé. Dans la littérature, l'utilisation d'une barrière de diffusion lors du report IMC, n'est que très peu documenté. Nous avons répertorié une publication (Munding et al. [MUN06]) et un brevet (Infineon [HUB07]) traitant de ce sujet. Dans ces deux cas, l'application visée est l'assemblage de wafers à partir d'un métal d'apport de faible épaisseur (inférieure à $3 \mu m$). La barrière de diffusion utilisée est une couche de nickel (Ni) de 50 nm d'épaisseur, qui a pour objectif de retarder la consommation du métal d'apport durant le

chauffage afin de pouvoir former une phase liquide. En effet, la couche de Ni empêche la diffusion du cuivre dans le métal d'apport. Cependant, une fois la phase liquide formée, la barrière de diffusion est dissoute dans le métal d'apport. Les substrats cuivrés sont alors en contact direct avec le métal d'apport liquide, engendrant des flux de diffusion très rapide de cuivre dans la phase liquide. Ainsi, la croissance IMC s'effectue toujours en forme de « scallops » et de façon très irrégulière, entrainant la formation d'une importante porosité résiduelle. Une barrière de diffusion de composition chimique différente du joint IMC à former, qui se dissous dans le métal d'apport, n'a donc que peu d'influence sur la morphologie des grains IMCs.

Lors de l'assemblage de substrats rugueux, mais également dans le cas idéal, nous avons remarqué que la qualité des joints IMCs est améliorée lorsque ces derniers sont élaborés à faible vitesse de montée en température. En effet, une faible vitesse de chauffage engendre la croissance d'une fine couche IMC en phase solide entre le substrat et le métal d'apport, qui permet d'homogénéiser la croissance des grains IMCs. C'est pourquoi nous avons choisi de déposer directement sur les substrats rugueux une couche IMC *Cu₃Sn* « homogénéisatrice » de la diffusion. Cette « barrière » IMC présente également l'avantage de ne pas affecter la composition chimique du joint à former.

De manière à réguler les processus de diffusion tout en évitant la formation d'un joint trop épais, l'épaisseur de la couche Cu₃Sn est fixée à 1 μ m. Dans le cadre de cette thèse, les métallisations en Cu₃Sn sont réalisées à partir d'un dépôt d'étain sur les substrats en cuivre par pulvérisation cathodique (selon le procédé présenté dans la partie III.1.a), suivi d'un traitement thermique de 10 *minutes à 250°C,* sous un gaz réducteur (*Argon/Hydrogène 5%*). Une micrographie de la section d'une métallisation Cu₃Sn formée sur un substrat en cuivre est illustrée sur la figure III.27. Nous pouvons constater qu'à cause du dépôt d'étain par pulvérisation, la couche Cu₃Sn présente une importante rugosité.



III.2.c.2 Effet du temps de mise en œuvre : mécanisme de croissance des phases IMCs avec ajout d'une barrière de diffusion de type IMC

<u>Conditions expérimentales :</u> Température de report **T=250°C** ; Vitesse de chauffage **1,5°C/min** ; Pression appliquée **P=5 KPa** ; Temps de mise en œuvre **t=[0-10h]**

Dans un premier temps, nous cherchons à déterminer l'effet de l'insertion d'une barrière de diffusion Cu₃Sn sur les processus de diffusion et de croissance des phases IMCs. Pour cela, des reports IMCs sont réalisés à différents temps de mis en œuvre, dans les conditions d'élaboration optimales déterminées précédemment. Les différentes étapes de croissance des grains IMCs en fonction du temps sont illustrées sur la figure III.28.



Sur ces micrographies, nous pouvons constater que l'insertion d'une barrière de diffusion entre les substrats et le métal d'apport modifie considérablement les processus de diffusion. En effet, la croissance des grains IMCs ne s'effectue pas en forme de « scallops » de l'interface avec les substrats cuivrés vers le centre du joint, mais préférentiellement sous forme de précipités au centre du joint. Ainsi, ce nouveau procédé permet d'éviter la formation de macro-pores au centre du joint. Un mécanisme de croissance des phases IMCs lors du report TLPB avec barrière de diffusion IMC, en cinq étapes, est proposé ci-dessous :

(1) Dissolution de la barrière de diffusion dans le métal d'apport (figure III.28.a). La couche Cu₃Sn n'étant pas en équilibre thermodynamique avec Sn, elle est transformée en Cu₆Sn₅ puis diminue en épaisseur par diffusion des atomes de cuivre dans le métal d'apport. La dissolution de la barrière continue jusqu'à saturation de la phase liquide en cuivre ($x_{cu}=3\%$). La dissolution homogène de la barrière de diffusion (au lieu du substrat cuivré aux joints de grains) dans la phase liquide permet de diminuer la concentration en cuivre à l'interface substrat/métal d'apport et ainsi d'éviter la formation de « scallops » IMCs. En effet, la concentration en cuivre à

l'interface avec la barrière IMC est trop faible pour sursaturer la phase liquide et former un germe IMC dont la croissance s'effectuerait en forme de « scallop » à partir du substrat,

- (2) Saturation de la phase liquide et précipitation de grains IMCs au centre du joint (figure III.28.a). Du fait des gradients de concentration dans la phase liquide, le cuivre diffuse vers le centre du joint, où les flux atomiques provenant de chaque substrat engendrent la sur-saturation de la phase liquide et ainsi la précipitation de grains IMCs,
- (3) Solidification isotherme au centre du joint (figure III.28.a-f). On distingue deux types de phases IMCs, séparées par un couloir de phase liquide : des précipités IMCs qui croissent au centre du joint et une couche IMC à chaque interface avec les substrats qui évolue peu avec le temps. En effet, une fois les grains centraux précipités, la croissance IMC s'effectue préférentiellement au centre du joint par un mécanisme de mûrissement d'Ostwald en phase liquide. Ce mécanisme repose sur la dissolution des grains IMCs interfaciaux de petites dimensions dans la phase liquide, puis sur leur reprécipitation au niveau des plus gros grains au centre du joint, afin de minimiser leur énergie interfaciale. Du fait de la dissolution de la couche IMC interfaciale, la phase liquide en contact n'est pas sursaturée en cuivre, empêchant la croissance des grains en forme de « scallops ». La croissance lente de la couche IMC aux interfaces s'effectue alors principalement par diffusion d'étain à travers cette couche vers le substrat en cuivre, formant la phase Cu₃Sn (en phase solide),
- (4) Coalescence des grains centraux et interfaciaux (figure III.28.f). La présence de couloirs d'étain liquide libres permet à l'interconnexion d'accommoder la variation de volume associée à la réaction de formation des IMCs et ainsi d'éviter la formation de macro-pores. Cependant, en fin de réaction, les grains IMCs centraux et interfaciaux vont coalescer. Des contacts locaux entre les deux phases vont entrainer une fixation du volume du joint, alors que l'étain n'est pas entièrement consommé. Ainsi, une porosité, très inférieure à celle induite par la croissance colonnaire des grains IMCs, est formée malgré la croissance plane des IMCs,
- (5) Homogénéisation du joint (figure III.28.g-h) : formation d'un joint IMC homogène, constitué des phases Cu₆Sn₅ et Cu₃Sn, ainsi que de précipités Ag₃Sn.

Afin de confirmer ce mécanisme, les profils de concentration en cuivre dans la phase liquide lors du report IMC avec et sans barrière de diffusion ont été comparés, à partir de cartographies et de profils en ligne Auger. Sur la cartographie d'un joint élaboré sans barrière de diffusion (figure III.29.b), nous observons que la concentration en cuivre dans la phase liquide est importante à l'interface avec la phase IMC, montrant la précipitation de cette dernière à partir du substrat en cuivre. Sur la ligne Auger, cette précipitation est illustrée par un faible gradient de concentration (voir figure III.29.c). A l'inverse, sur la cartographie d'un joint élaboré avec une barrière de diffusion (figure III.30.b), la concentration en cuivre dans la phase liquide, à l'interface avec la phase IMC, est faible, c'est pourquoi cette dernière ne précipite pas. Ce résultat est confirmé par le fait que, sur la ligne Auger figure III.30.c, aucun gradient de concentration n'est observé entre la phase IMC et la phase liquide.



<u>Figure III.29</u> : Analyse chimique AES d'un joint élaboré par report IMC sans barrière de diffusion, après *chauffage à 250°C* : (a) Micrographie MEB ; (b) Cartographie de la concentration atomique en cuivre ; (c) Concentration atomique en cuivre en fonction de la distance de la ligne



<u>Figure III.30</u> : Analyse chimique AES d'un joint élaboré par report IMC avec barrière de diffusion, après *chauffage à 250°C* : (a) Micrographie MEB ; (b) Cartographie de la concentration atomique en cuivre ; (c) Concentration atomique en cuivre en fonction de la distance de la ligne

Ces analyses chimiques confirment les différents mécanismes de précipitation des phases IMCs définis précédemment et qui sont résumés schématiquement sur la figure III.31 ci-dessous :



La barrière Cu₃Sn a donc pour objectif de ralentir la diffusion du cuivre dans le métal d'apport durant les premières étapes du report, afin d'éviter la formation de « scallops ». Ainsi, en début de réaction,

les cinétiques de croissance des phases IMCs sont plus lentes que celles observées sans barrière de diffusion. Par exemple, après *chauffage à 250°C*, quelques grains de faibles diamètres ($3 \mu m$) sont formés au centre du joint (voir figure III.28.a), tandis que des « scallops » de $7 \mu m$ d'épaisseur sont observés sans barrière (voir figure III.19.a). Cependant, avec l'avancement de la réaction, les cinétiques de croissance, avec et sans barrière de diffusion, deviennent similaires.

Enfin, sur les micrographies précédentes, nous pouvons remarquer que les grains IMCs, précipitant au centre du joint, sont très facettés. Ces facettes sont caractéristiques d'une croissance particulière, suivant la forme d'équilibre du cristal. Un cristal adopte sa forme d'équilibre lorsque son énergie de surface est minimisée dans toutes les directions de l'espace. Il existe une construction géométrique, appelée construction de Wulff, qui permet de représenter la variation de l'énergie de surface suivant les différentes orientations du cristal. En prenant l'énergie minimale, il est alors possible de prédire la forme d'équilibre du cristal. L'IMC Cu₆Sn₅ (η) cristallise dans une structure monoclinique. D'après le théorème de Wulff, sa forme d'équilibre correspondante est un polyèdre à base hexagonale, représentée sur la figure III.32 ci-dessous :



Sans barrière de diffusion, la croissance IMC à partir des substrats est contrainte, entrainant la formation de grains IMCs arrondies en forme de « scallops ». Par contre, grâce à l'ajout d'une barrière de diffusion, la croissance IMC s'effectue librement au centre de la phase liquide, ce qui permet aux grains de minimiser leur énergie de surface et ainsi d'adopter la forme d'équilibre du cristal. Ainsi, comme illustré sur la figure III.33, les grains IMCs se présentent sous la forme d'hexagones sur la vue en section et sous la forme de prismes hexagonaux sur la vue de dessus (après attaque chimique à l'acide chlorhydrique afin d'éliminer l'étain résiduel).



Dans la suite de cette partie, nous chercherons à étudier l'effet des paramètres d'élaboration sur la formation de défauts dans les joints IMCs. L'objectif est de déterminer si l'insertion d'une barrière de diffusion permet, en plus d'éviter la formation de macro-pores, d'optimiser le procédé de report. En particulier, l'utilisation d'une vitesse de chauffage élevée et d'une pression intermédiaire nous

intéresse particulièrement, afin de minimiser la durée du report tout en évitant d'endommager les matériaux à assembler.

III.2.c.3 Effet du profil du cycle thermique

<u>Conditions expérimentales</u>: Température de report **T=[250 ; 270 ; 300°C]** ; Vitesse de chauffage **V=[1,5 ; 10°C/min] ;** Pression appliquée **P=5 KPa** ; Temps de mise en œuvre **t=2 h**

Tout d'abord, afin de déterminer l'effet d'une augmentation de la vitesse de chauffage sur la microstructure des joints IMCs, des reports avec barrière de diffusion sont réalisés à faible (1,5°C/min) et haute (10°C/min) rampe de température. Les micrographies représentatives des joints formés sont illustrées sur la figure III.34.



Sur ces micrographies, nous constatons que dans les deux cas les joints IMCs sont homogènes et ne présentent pas de macro-pores. La croissance IMC s'effectue donc au centre du joint et non sous forme de « scallops » irrégulières. En revanche, les joints présentent une faible porosité résiduelle le long de l'interface initiale entre la métallisation Cu₃Sn et le métal d'apport. Comme illustré sur la figure III.35, le mécanisme de formation de cette porosité est semblable à celui de formation des macro-pores. Il résulte de la fixation du volume du joint avant la consommation totale du métal d'apport, lors de la coalescence des grains IMCs centraux et interfaciaux. La croissance spécifique des phases IMCs permet de contraindre qu'un faible volume d'étain et donc de former des micropores.

Contrairement au report sans barrière de diffusion, la rampe de montée en température n'a donc pas d'influence notable sur la qualité des joints IMCs. Une vitesse de chauffage élevée ($10^{\circ}C/min$) semble même réduire la porosité résiduelle, en plus de diminuer la durée du report. De plus, la plus faible mouillabilité de la brasure sur la métallisation Cu₃Sn, par rapport à celle sur les substrats en cuivre, permet d'éviter l'écoulement excessif de la phase liquide et ainsi de former un joint épais et homogène sur toute sa longueur, quelles que soit les conditions expérimentales (notamment à haute vitesse de chauffage).



Afin de confirmer ces résultats, l'influence de trois différentes températures de report, 250, 270 et 300°C, sur la formation de porosité au sein des joints IMCs est analysée. Les microstructures des joints IMCs élaborés à ces températures sont illustrées figure III.36.



A nouveau, contrairement au report IMC sans barrière de diffusion, les joints IMCs sont homogènes sur toute leur longueur, pour les trois températures de report. De plus, nous observons que plus la température de report est élevée, plus la microporosité à l'interface initiale entre la métallisation Cu₃Sn et le métal d'apport diminue. La réduction de cette microporosité à haute température et à haute rampe de température est probablement liée à la croissance plus plane des phases IMCs centrales et interfaciales grâce à l'accélération des cinétiques de diffusion, retardant la coalescence de ces deux phases.

Ainsi, l'insertion d'une barrière de diffusion de type IMC permet de former des joints IMCs homogènes, peu dépendant du profil du cycle thermique. Afin de réduire la microporosité à l'interface initiale entre la métallisation Cu₃Sn et le métal d'apport et de diminuer la durée du report, une vitesse de montée en température ($10^{\circ}C/min$) et une température de report ($270^{\circ}C$) élevées sont recommandées.

III.2.c.4 Effet de la pression d'assemblage

<u>Conditions expérimentales</u>: Température de report **T=270 °C**; Vitesse de chauffage **V=10 °C/min**; Temps de mise en œuvre **t=2 h**; Pression appliquée **P =[5 KPa ; 500 KPa ; 3 MPa]**

Afin d'évaluer l'influence de la pression d'assemblage sur la microstructure des joints, des reports IMCs sont effectués sous les trois gammes de pression définies précédemment (voir figure III.37).


Nous observons que pour les trois gammes de pression, les joints IMCs sont homogènes sur toute leur longueur et ne présentent pas de macro-pores. Nous constatons également que l'application d'une forte pression (*500 KPa* ou *3 MPa*) engendre une diminution de la porosité interfaciale. En effet, sous pression, l'expulsion de la phase liquide permet d'assurer un excellent contact entre les grains IMCs centraux et interfaciaux. La quantité d'étain située entre ces deux phases étant minimale, la porosité est réduite lors de leur coalescence.

Durant le procédé de report IMC avec barrière de diffusion, il est donc possible d'appliquer une pression intermédiaire optimale (*500 KPa*), afin de former un joint IMC sans défaut et de faible épaisseur, tout en limitant l'endommagement des matériaux.

III.2.c.5 Conclusion

Par l'insertion d'une barrière de diffusion de type IMC, de composition chimique voisine du joint à former, nous avons développé un procédé de report optimal et innovant, qui permet de former un joint IMC sans défaut. De plus, grâce à la barrière de diffusion, la qualité de ce joint est très peu dépendante des conditions expérimentales, contrairement au procédé de report IMC classique qui est limité sur de nombreux paramètres d'assemblage, comme la vitesse de chauffage ou la pression d'assemblage.

En effet, la barrière de diffusion permet de modifier les processus de diffusion atomique intervenant entre le substrat et le métal d'apport. Ainsi, la croissance IMC s'effectue préférentiellement au centre du joint ce qui permet de toujours laisser un degré de liberté à l'interconnexion pour accommoder son volume et donc d'éviter la formation de macro-pores. Ensuite, l'étude de l'influence des paramètres d'élaboration a permis de montrer que les joints IMCs sont homogènes sur toute leur longueur et ne présentent pas de macro-pores, quelles que soient les conditions expérimentales. Ainsi, un procédé de report IMC optimal, permettant de former un joint sans défaut, en un temps minimal et dans des conditions industrialisables a pu être déterminé. Afin de transformer majoritairement le joint en la phase stable Cu₃Sn, le report optimal s'effectue à 270°C (vitesse de chauffage $10^{\circ}C/min$), durant 2 h sous 500 KPa.

Après avoir développé un procédé de report IMC en phase liquide transitoire optimal, la partie suivante se consacrera sur la caractérisation de la fiabilité des assemblages IMCs formés.

III.3 Evaluation expérimentale de la fiabilité des joints IMCs

Le procédé de report IMC est développé pour des applications d'assemblage de matériaux en électronique de puissance. Or, comme décrit dans le chapitre I, les assemblages de puissance sont soumis à des contraintes de cisaillement durant leur fonctionnement à haute température, à cause des différences de CTE entre les matériaux assemblés. Ainsi, afin de caractériser leurs performances, les tenues mécaniques en cisaillement des joints IMCs, élaborés dans différentes conditions, seront tout d'abord déterminées. Ensuite, des assemblages IMCs de matériaux possédant des CTE différents seront soumis à des cycles thermiques, afin d'évaluer la fiabilité des joints IMCs en fonctionnement. Enfin, l'analyse du comportement des joints IMCs après traitement thermique à haute température, permettra de déterminer leur stabilité à haute température. La fiabilité des joints IMCs sera toujours comparée à celle d'une brasure de référence SAC.

III.3.a Caractérisation de la tenue mécanique en cisaillement des joints IMCs

Les tests d'adhésion mécanique en cisaillement des joints IMCs ont trois principaux objectifs :

- De déterminer l'effet des conditions d'élaboration (définies précédemment) sur le comportement et les propriétés mécaniques des joints IMCs. Il s'agit notamment de déterminer l'influence des différentes phases formées, Cu₆Sn₅ et/ou Cu₃Sn, sur les propriétés du joint,
- De mettre en évidence les modes et les zones de rupture des joints, afin de déterminer les forces et les faiblesses des systèmes,
- De comparer le comportement et les propriétés mécaniques des joints IMCs avec celles des brasures de référence SAC.

D'après l'étude bibliographique, une forte résistance au cisaillement est attendue pour les joints IMCs et les surfaces assemblées durant le report IMC sont relativement grandes (supérieures à 100 mm²). Or, les capteurs de force des dispositifs de test utilisés dans l'industrie électronique ne sont pas adaptés à ces fortes contraintes. Par exemple, le dispositif de shear test « Nordson Dage 4000¹²», très répandu dans l'industrie, présente une force maximale en cisaillement de 200 Kgf. La contrainte maximale mesurée pour une surface d'assemblage de 100 mm² serait alors de 20 MPa, ce qui est relativement faible pour un assemblage en électronique de puissance. C'est pourquoi, dans un premier temps, nous avons sélectionné et optimisé un test de cisaillement adapté aux fortes contraintes : il s'agit du « Double notch shear test ».

III.3.a.1 Mise en œuvre d'un test de cisaillement adapté aux assemblages de puissance : le « Double Notch Shear test »

Le « Double Notch Shear test » ou DNS test a été sélectionné du fait de sa simplicité de mise en œuvre. En effet, comme illustré sur la figure III.38, le principe de ce test consiste à créer deux entailles de chaque côté des substrats en cuivre qui viennent couper perpendiculairement le joint central. Ensuite, une force de pression est appliquée sur la partie supérieure de l'assemblage afin de contraindre la surface du joint entre les entailles en cisaillement. A la fin du test, les contraintes de cisaillement engendrent la fermeture des entailles par fracture du joint. La contrainte maximale avant rupture en cisaillement (*en MPa*) est alors donnée par la force maximale appliquée (*en N*),

¹² http://www.nordson.com/en/divisions/dage/test-types/die-shear

divisée par la surface du joint entre les entailles (*en mm*²). Ce test est donc « à moitié destructif », car même si le joint situé entre les entailles est fracturé, la surface du joint en dehors des entailles n'est pas contrainte et peut être analysée afin de déterminer la microstructure du joint testé.



Le DNS test suit la norme ISO 11003-2, qui porte sur la détermination du comportement en cisaillement d'adhésifs structuraux. D'après la norme, ce test peut être utilisé pour caractériser l'adhésion en cisaillement de tous types de matériaux : métal-métal, métal-plastique, etc... La norme donne également des indications sur la géométrie des échantillons. En particulier, le rapport de la longueur du joint entre les entailles sur l'épaisseur des substrats ($I_{entaile}/E_{Cu}$) doit être inférieur à 1 et les entailles doivent couper entièrement le joint central.

A partir de ces spécifications, nous avons cherché à optimiser la géométrie des échantillons et notamment la longueur et l'épaisseur des substrats, des entailles et du joint entre les entailles. L'objectif est de déterminer la géométrie optimale permettant d'engendrer, dans le joint entre les entailles, des contraintes de cisaillement uniformes et supérieures aux contraintes normales. Pour cela, la distribution des contraintes induites dans l'assemblage durant le test a été modélisée par éléments finis, en fonction de la géométrie de l'échantillon. Expérimentalement, seul le diamètre de l'entaille, réalisé à partir d'une scie à fil de diamant de diamètre *0,3 mm,* nous est imposé. Après optimisation, la cartographie des contraintes de cisaillement induites durant le test pour la géométrie optimale est illustrée sur la figure III.39. La figure III.40 présente la distribution des différentes contraintes au centre du joint, sur toute sa longueur entre les entailles.





Sur la cartographie (figure III.39), nous observons que, durant le test mécanique, les contraintes de cisaillement sont bien localisées au niveau du joint IMC situé entre les entailles. De plus, la distribution des contraintes montre que les contraintes de cisaillement induites dans le joint sont quasiment uniformes sur toute sa longueur et sont supérieures aux contraintes normales (voir figure III.40). Ainsi, le DNS test est adapté à la caractérisation de la tenue mécanique des joints IMCs en cisaillement. Afin d'améliorer la fiabilité de ce test, les principales recommandations sur la géométrie des échantillons sont les suivantes :

- La longueur du joint entre les entailles (*I_{entailles}*) doit être la plus faible possible. Cependant, afin d'analyser une surface de joint significative, nous avons fixé *I_{entaille}=2,5 mm*,
- L'épaisseur des substrats doit être la plus élevée possible : *E_{cu}=5 mm,*
- Les entailles doivent couper entièrement le joint : dans notre cas, elles dépassent le joint d'au moins 0,3 mm, soit le diamètre du fil diamanté,
- Le diamètre des entailles (**0,3 mm**) et la longueur des substrats en cuivre (**I**_{cu}=**15 mm**) ont peu d'influence sur la distribution des contraintes en cisaillement.



Une photographie d'un échantillon durant le test de cisaillement est illustrée sur la figure III.41.

III.3.a.2 Tenue mécanique des joints IMCs en cisaillement en fonction des conditions d'élaboration

Afin de déterminer l'influence des conditions d'élaboration sur les propriétés mécaniques des joints IMCs, quatre types de joints sont analysés :

- Un joint de faible épaisseur (inférieure à 10 μm) constitué de la phase IMC stable Cu₃Sn (voir figure III.37.c) : ce joint est élaboré sous très haute pression (3 MPa) durant 2 h à 250°C,
- Un joint de faible épaisseur (environ 10 μ m) constitué des deux phases IMCs Cu₆Sn₅ et Cu₃Sn (voir figure III.37.b) : ce joint est élaboré sous haute pression (*500 KPa*) durant 2 h à 250°C,
- Un joint épais (environ 20 μm) constitué uniquement de la phase IMC stable Cu₃Sn (voir figure III.28.h) : ce joint est élaboré sous faible pression (5 KPa) durant 10 h à 330°C,
- Un joint épais (environ 20 μ m) constitué des deux phases IMCs Cu₆Sn₅ et Cu₃Sn (voir figure III.28.g) : ce joint est élaboré sous faible pression (5 KPa) durant 2 h à 250°C,

Ces joints sont élaborés à partir du procédé de report IMC avec barrière de diffusion ; ils ne présentent donc pas de macro porosité.

Afin de comparer les performances des joints IMCs avec celles des joints de brasure, des brasures de référence SAC sont également réalisées (voir figure III.1), selon le profil de température décrit dans le chapitre I. Pour chaque type de joint, une population de 3 à 5 échantillons est testée mécaniquement. Des exemples représentatifs des courbes contraintes-déplacements obtenues lors du test de cisaillement des différents assemblages sont illustrés sur la figure III.42 ci-dessous.



A partir de ces courbes, nous pouvons constater que les assemblages IMCs présentent des comportements mécaniques différents selon l'épaisseur des joints, mais surtout suivant la nature des phases les constituant :

Le joint de faible épaisseur (8 μm) constitué uniquement de la phase stable Cu₃Sn, ne présente pas de fracture à la fin du test de cisaillement. En effet, tout d'abord, la contrainte augmente linéairement avec le déplacement, puis une rupture de pente caractéristique d'une déformation plastique est observée pour une contrainte d'environ 100 MPa. Cette valeur de contrainte correspond à la limite élastique du cuivre. Ainsi, durant le test, les contraintes de cisaillement

entraine la fermeture des entailles par déformation plastique des substrats en cuivre sans engendrer la délamination du joint. Le joint IMC Cu₃Sn possède donc une tenue mécanique en cisaillement supérieure à **100 MPa**,

- A l'inverse, le joint de faible épaisseur (10 μm) constitué des deux phases IMCs Cu₆Sn₅ et Cu₃Sn, présente une rupture fragile, pour une contrainte de 45 MPa,
- Le joint épais (20 μm) constitué uniquement de la phase stable Cu₃Sn, ne présente également pas de fracture à la fin du test de cisaillement. Ainsi, les contraintes engendrent la fermeture des entailles, sans entrainer la délamination du joint Cu₃Sn qui présente alors une tenue en cisaillement supérieure à 80 MPa. Cependant, du fait de l'épaisseur du joint, l'évolution des contraintes est différente de celle observée dans le joint fin (inférieure à 10 μm). Ainsi, afin de déterminer les mécanismes de déformation du joint IMC Cu₃Sn qui est supposé être dur et ne pas se déformer plastiquement, il est nécessaire d'étudier les facies de rupture des assemblages (voir partie III.3.a.3),
- Le joint épais (20 μm) constitué des deux phases IMCs Cu₆Sn₅ et Cu₃Sn présente à nouveau une rupture fragile pour une contrainte de 35 MPa. Cette contrainte à la rupture est inférieure à celle mesurée à partir d'un joint fin,
- La brasure de référence SAC présente un comportement différent des joints IMCs : nous observons la déformation plastique de l'alliage puis sa rupture pour une contrainte inférieure à 40 MPa.

Ainsi, ces observations mettent en évidence l'influence majeure de la composition chimique du joint IMC sur sa tenue mécanique. En effet, les joints constitués des deux phases IMCs (Cu₆Sn₅ et Cu₃Sn) présentent une rupture fragile pour une contrainte inférieure à 40 MPa, soit une tenue mécanique similaire à celle des brasures SAC (rupture ductile). En revanche, les joints constitués uniquement de la phase Cu₃Sn présentent une excellente résistance mécanique au cisaillement, supérieure à 100 MPa. Ces derniers ne se délaminent pas à la fin du test de cisaillement. L'épaisseur du joint a une influence secondaire. Néanmoins, les joints épais possèdent une plus faible résistance au cisaillement et présentent également de plus grandes déformations. L'étude des facies de rupture permettra d'expliquer les différents comportements mécaniques observés.

Ensuite, afin de déterminer la criticité de la formation des macro-pores au sein des joints IMCs, des joints élaborés à partir de substrats rugueux sans barrière de diffusion Cu₃Sn sont analysés mécaniquement. Les conditions d'élaboration des différents types de joint sont les suivantes :

- Report sous très haute pression (3 MPa) durant 2 h à 250°C : la haute pression permet de réduire le taux de porosité. Le joint IMC de faible épaisseur (inférieure à 10 μ m) est constitué uniquement de la phase stable Cu₃Sn (voir figure III.26.c),
- Report sous pression intermédiaire (500 KPa) durant 2 h à 300°C: il s'agit du cas le plus défavorable, où le joint présente un taux de porosité maximal. Le joint d'épaisseur 10 μm est uniquement constitué de la phase Cu₃Sn,
- Report sous pression intermédiaire (500 KPa) durant 2 h à 250°C : il s'agit à nouveau du cas le plus défavorable, mais le joint est constitué de deux phases IMCs Cu₆Sn₅ et Cu₃Sn (voir III.26.b),

Report sous faible pression (5 KPa) durant 2 h à 250°C : le joint IMC épais (20 μm) est constitué des deux phases IMCs et présente de nombreux pores circulaires au centre du joint (voir figure III.26.a).

Les courbes contraintes-déplacements obtenues après les tests de cisaillement des joints IMCs poreux sont illustrés sur la figure III.43 ci-dessous.



A partir de ces essais, nous pouvons constater que la formation de macro-pores au sein des joints IMCs influence leurs performances mécaniques. En effet, la résistance au cisaillement des joints très poreux élaborés à pression intermédiaire (cas le plus défavorable) diminue drastiquement par apport à celle des joints sans porosité. La chute des propriétés mécaniques est de plus de 50 % (de *80 MPa à 40 MPa*) lorsque le joint est entièrement transformé en Cu₃Sn et de plus de 60% (de *40 MPa à 15 MPa*) lorsque le joint présente 2 phases IMCs. De même, la tenue mécanique des joints élaborés à haute (*3 MPa*) et à faible (*5 KPa*) pression, qui possèdent pourtant un taux de porosité réduit et donc de nombreuses zones d'attache, est inférieure à celle des joints sans porosité (voir figure III.42) : le joint de faible épaisseur constitué de la phase Cu₃Sn présente une rupture pour une contrainte d'environ *100 MPa* (pas de rupture observée pour le même joint sans porosité) et la diminution de la tenue en cisaillement du joint épais constitué des 2 phases est d'environ *40%* (*de 35 à 20 MPa*). Ainsi, ces résultats montrent tout l'intérêt du procédé de report IMC avec barrière de diffusion, qui permet de former des joints sans porosité et donc d'améliorer la fiabilité mécanique des joints IMCs.

A nouveau, nous pouvons observer les excellentes propriétés de la phase IMC Cu₃Sn, qui présentent une haute résistance mécanique. En effet, malgré la présence de nombreux pores, les zones d'attaches locales résistent à la propagation de fissure. Par exemple, sur la courbe du joint Cu₃Sn de faible épaisseur, des fractures locales (chute de la pente) sont observées (sûrement au niveau des zones poreuses), mais le joint n'est pas entièrement fissuré. De même, le joint Cu₃Sn élaboré à pression intermédiaire, où les surfaces d'attaches sont faibles et très locales, présente une tenue au cisaillement d'environ 40 MPa.

III.3.a.3 Analyse de la section des facies de rupture

Afin de déterminer les mécanismes de déformation et de rupture des différents joints IMCs, leurs facies de rupture après le test de cisaillement sont étudiés. Afin de mieux visualiser les modes et les zones de ruptures des joints, les sections des facies de rupture sont observées au microscope électronique (MEB). Seuls les joints sans porosité, élaborés par report IMC avec une barrière de diffusion, sont analysés.

Tout d'abord, la figure III.44 présente la section du joint IMC Cu₃Sn de faible épaisseur située entre les entailles, avant et après le test de cisaillement.



Ces micrographies confirment nos hypothèses précédentes. En effet, durant le test, les contraintes de cisaillement (supérieure à *100 MPa*) engendrent la fermeture des entailles par déformation plastique des substrats en cuivre. Afin de relaxer ces contraintes, le joint IMC dur ne se déforme pas plastiquement comme les substrats en cuivre ou les alliages de brasure, mais présente localement des ruptures verticales (voir figure III.44.b). Ces fissures verticales permettent de dissiper l'énergie mécanique, sans entrainer la délamination du joint.

Le joint épais constitué uniquement de la phase Cu₃Sn présente le même mécanisme de déformation. Comme illustré sur la figure III.45, des fissures verticales sont formées au sein du joint IMC durant le test de cisaillement, lui permettant d'accommoder les déformations.



En revanche, d'après les courbes contraintes-déplacement, les joints constitués des deux phases IMCs Cu_6Sn_5 et Cu_3Sn présentent une rupture fragile. Afin de déterminer la zone de faiblesse responsable de la rupture des joints, la figure III.47 présente la section des facies de rupture après le test de cisaillement.



Sur ces facies de rupture, nous pouvons observer que la fissuration du joint s'effectue à l'interface entre les deux phases IMCs Cu_6Sn_5 / Cu_3Sn . La microporosité à l'interface initiale entre le métal d'apport et la métallisation Cu_3Sn n'a pas d'influence sur la propagation de la fissure.

Les différents comportements mécaniques des joints IMCs constitués de la phase Cu₃Sn ou des deux phases Cu₆Sn₅ et Cu₃Sn s'expliquent par leurs microstructures spécifiques. En effet, comme illustré sur la figure II.15 du chapitre II, les joints de grains verticaux des phases IMCs, qui sont des zones fragiles mécaniquement, permettent la formation des microfissures verticales. La microstructure verticale des phases IMCs et plus particulièrement celle de la phase Cu₃Sn, permet donc au joint IMC dur de se déformer, sans se délaminer. En revanche, l'interface entre les gros grains Cu₆Sn₅ et les grains colonnaires Cu₃Sn de faible épaisseurs et d'orientations cristallines différentes est fragile mécaniquement et se fissure avant les joints de grains verticaux.

Pour conclure cette étude mécanique, la figure III.47 illustre le facies de rupture de la brasure SAC. Nous pouvons observer la propagation d'une fissure à l'interface entre l'IMC Cu₆Sn₅ et la phase d'étain, entrainant la rupture du joint. Ainsi, l'interface entre un IMC dur et une brasure ductile est fragile, d'où l'intérêt de transformer entièrement le joint en IMC afin d'empêcher la propagation de fissures horizontales.



III.3.b Caractérisation de la fiabilité des joints IMCs en cyclage thermique

Afin de générer des contraintes thermiques dans l'assemblage durant le cyclage, il est nécessaire d'assembler des matériaux possédant des CTE différents. Pour cela, nous avons choisi d'élaborer des matériaux composites à matrice cuivre renforcé par 30% et 40% de fibres de carbone, dont les CTE sont respectivement 14 ppm/K et 10 ppm/K. Afin d'assembler ces composites par report IMC, ces derniers sont métallisés par une feuille de cuivre de 100 μ m d'épaisseur durant le frittage.

III.3.b.1 Report IMC de composites Cu-30%CF (14 ppm/K) / Cu-40%CF (10 ppm/K)

Dans un premier temps, nous cherchons à réaliser les assemblages IMCs de composites, puis à déterminer leurs propriétés mécaniques au temps initial (t0). Ainsi, des « plaques » de composites (Cu-30%CF sur Cu-40%CF) sont, tout d'abord, assemblées par report IMC dans différentes conditions. Les microstructures des différents joints IMCs formés sont illustrées sur la figure III.48.



Sur ces micrographies, nous pouvons constater que les contraintes résiduelles, induites lors du refroidissement de l'assemblage par la différence de CTE entre les composites à 30% et 40% de fibres, n'engendrent pas la délamination du joint. Néanmoins, des microfissures verticales sont créées, notamment dans la phase Cu₆Sn₅ (voir figure III.48.a), afin de relaxer ces contraintes. Les différents joints sont homogènes et ne présentent pas de macro pores sur toute leur longueur.

Ensuite, afin de mieux comprendre le comportement mécanique des différents assemblages de composites, leurs tenues mécaniques en cisaillement à t0 sont déterminées. Les courbes contraintesdéformation correspondantes sont illustrées sur la figure III.49.



Afin d'exploiter ces courbes contraintes-déplacement, qui présentent des comportements différents de ceux observés précédemment, l'analyse des facies de rupture des différents assemblages de composites est nécessaire (voir figure III.50).



Comme observé lors de l'étude mécanique précédente, les joints IMCs épais ($20 \ \mu m$) et de faible épaisseur ($10 \ \mu m$) constitués des deux phases IMCs Cu₆Sn₅ et Cu₃Sn présentent des ruptures fragiles pour des contraintes de *35 MPa* et *45 MPa* respectivement. D'après les facies de rupture (voir figure III.50.a et b), la fracture des joints intervient, à nouveau, à l'interface entre les deux phases IMCs. En revanche, les assemblages de composites à partir d'un joint IMC Cu₃Sn présentent une rupture fragile pour une contrainte inférieure à *55 MPa*, alors que la résistance au cisaillement de la phase Cu₃Sn est supérieure à *100 MPa*. En effet, sur les facies de rupture (voir figure III.50.c et d), nous pouvons constater que ce sont les substrats en composite qui se fracturent pour ces niveaux de contraintes. Les joints IMCs Cu₃Sn sont déformés et présentent des microfissures verticales afin d'accommoder les déformations, mais ne se délaminent pas.

La fiabilité des joints Cu₃Sn est donc supérieure à celle des substrats en composite. Cependant, la transformation totale du joint en Cu₃Sn nécessite une durée importante (*4h à 250°C* pour un joint de *10 µm* d'épaisseur), incompatible avec une application industrielle. C'est pourquoi, comme conclu dans la partie III.2.c.5, le procédé optimal consiste à former un joint IMC de faible épaisseur (inférieure à *10 µm*), constitué d'une phase Cu₆Sn₅ et d'une phase Cu₃Sn épaisse (voir III.48.b). En effet, ce joint, élaboré en un temps relativement court (*2h à 250°C*), possède une tenue mécanique en cisaillement comparable avec celle des substrats en composite (voir figure III.50.b). De plus, durant le cyclage thermique (ou le fonctionnement d'un module de puissance), l'activation thermique permettra de compléter la transformation de la phase Cu₆Sn₅ en Cu₃Sn et donc de garantir la fiabilité de l'interconnexion.

Afin d'analyser l'évolution des propriétés des joints IMCs au cours des cycles thermique, 10 reports IMCs de composites (Cu-30%CF sur Cu-40%CF) sont réalisés, selon le procédé optimal. Des matériaux composites sont également brasés de manière à comparer la tenue en cyclage des joints IMCs avec celle des brasures SAC de référence.

III.3.b.2 Evolution des propriétés des assemblages IMCs au cours des cycles thermiques

Une fois reporté, les assemblages sont placés dans une enceinte climatique et sont soumis à des cycles thermiques passifs sous air. Un exemple de cycle thermique est illustré sur la figure III.51. La durée d'un cycle est de 2 h, avec des paliers thermiques successifs de 20 minutes à 180°C puis à - 45°C.



Ces variations de température cycliques, combinées aux différences de CTE entre les matériaux assemblés, engendrent des contraintes thermiques dans l'assemblage. Afin d'évaluer la fiabilité des joints IMCs en cyclage, les évolutions de leurs propriétés mécaniques et de leurs microstructures au cours des cycles thermiques sont analysées à partir d'essais mécaniques en cisaillement et d'observations microscopiques obtenues par MEB.

La figure III.52 illustre l'évolution, au cours des cycles thermiques, du comportement mécanique en cisaillement des assemblages IMCs de composites en comparaison avec celui des assemblages brasés.



Tout d'abord, nous pouvons observer que tous les assemblages IMCs présentent des ruptures fragiles pour des contraintes comprises entre *35 et 45 MPa*. D'après l'analyse des facies de rupture, la fracture intervient dans les substrats composites pour l'ensemble des cycles analysées, à part au temps initial où la rupture s'effectue à la fois dans le joint IMC et dans le composite. La légère baisse de la contrainte à la rupture correspond donc à la diminution de la résistance au cisaillement des substrats composites, au cours du cyclage. Ainsi, après *1800 cycles*, les joints IMCs ne se délaminent pas et possèdent des contraintes à la rupture supérieures à *35 MPa*.

A l'inverse, nous observons que la tenue mécanique au cisaillement des brasures SAC diminue brusquement au cours du cyclage. En effet, la contrainte à la rupture des assemblages brasés chute de *30 MPa* au temps initial à *5 MPa* après *1200 cycles*, soit une diminution de plus de *80%*. D'après les facies de rupture, la fissuration des assemblages s'effectue bien au sein de l'alliage de brasure.

Afin d'expliquer le comportement mécanique des assemblages IMCs au cours du cyclage, l'évolution des microstructures des joints IMCs en fonction du nombre de cycle est illustrée sur la figure III.53.



cycles ; (c) 250 cycles ; (d) 500 cycles ; (e) 900 cycles ; (f) 1200 cycles

Les paliers thermiques à 180°C permettent, après 500 cycles, de transformer entièrement le joint, initialement constitué des deux phases IMCs, en la phase stable Cu₃Sn (voir figure III.53.d). Sur les micrographies, nous constatons également que les joints ne présentent pas de défaut sur de larges surfaces d'attache.

En revanche, sur la figure III.54, qui illustre toujours les microstructures des joints IMCs au cours du cyclage, nous pouvons constater que pour relaxer les contraintes induites durant les cycles thermiques, des microfissures verticales se développent localement au sein des joints IMCs. En effet, les flexions successives des assemblages de composites engendrent la propagation des fissures, toujours verticalement, de la phase Cu_6Sn_5 à la phase Cu_3Sn . Du fait, de l'excellente ténacité du cuivre, ces fissures verticales ne se propagent que très peu dans les métallisations en cuivre. Ces fractures locales verticales permettent d'accommoder les déformations de l'assemblage sans entrainer la délamination du joint IMC. Ainsi, grâce aux excellentes propriétés mécaniques des métallisations en cuivre et à la formation de fissures verticales dans les phases IMCs, les assemblages IMCs possèdent une excellente fiabilité au cyclage thermique. La transformation totale du joint en Cu_3Sn , durant les cycles thermiques, permet même d'améliorer les propriétés mécaniques des assemblages IMCs.



(a) 50 cycles ; (b) 900 cycles ; (c) 1200 cycles

L'évolution des microstructures des brasures SAC au cours du cyclage thermique est illustrée sur la figure III.55 ci-dessous :



Après 500 cycles, nous constatons la propagation d'une fissure le long de l'interface entre la couche IMC et l'alliage de brasure (voir figure III.55.b et c). Des fissures de fatigue, au sein même de l'alliage SAC, sont également observées. L'endommagement des alliages de brasure durant le cyclage thermique est responsable de la diminution des propriétés mécaniques des assemblages brasés (voir figure III.52). De plus, la brasure est instable microstructurellement. En effet, les cycles thermiques engendrent la croissance d'une couche IMC interfaciale épaisse, ainsi que l'agglomération des précipités Ag₃Sn qui fragilisent le joint. Ainsi, la fiabilité en cyclage thermique des joints IMCs est très supérieure à celle des joints de brasure SAC.

III.3.c Caractérisation de la stabilité des joints IMCs à haute température

Comme décrit dans le chapitre I, les systèmes électroniques sont amenés, dans un futur proche, à fonctionner à des températures supérieures à 400° C. Or, d'après le diagramme de phase du système cuivre-étain, la phase Cu₃Sn est stable thermodynamiquement jusqu'à 350° C et possède une température de fusion supérieure à 676° C. Ainsi, nous cherchons à caractériser le comportement des joints IMCs Cu₃Sn à très haute température, entre 400° C et 900° C.

III.3.c.1 Analyse DSC à haute température

Dans un premier temps, les joints IMCs sont caractérisés par DSC, afin de déterminer si ces derniers sont le siège de réactions thermiques, comme la formation d'une phase liquide, lors d'un traitement thermique à haute température.

Pour cela, une structure « sandwich » pressée $Cu/Sn(1 \mu m)$ - $Sn(1 \mu m)/Cu$ est placée dans la nacelle de DSC. L'assemblage est tout d'abord soumis à un cycle thermique à $260^{\circ}C$, puis refroidie à température ambiante, afin de transformer entièrement le métal d'apport en composés IMCs Cu₆Sn₅ et Cu₃Sn. Ensuite, le même assemblage est chauffé jusqu'à $500^{\circ}C$, puis refroidi à température ambiante. Les courbes DSC obtenues sont illustrées sur la figure III.56 ci-dessous :



Tout d'abord, nous pouvons observer que lors du traitement thermique à 500°C, la courbe DSC ne présente pas de pic de fusion à 230°C, contrairement au premier cycle à 260°C. Ainsi, le joint a bien été totalement transformé en phases IMCs, qui possèdent une température de fusion supérieure à celle de l'étain. Cette courbe ne présente également pas de pic sur la partie haute température, jusqu'à 500°C. Ainsi, nous pouvons conclure qu'un traitement thermique à 500°C n'engendre pas la fusion du joint IMC Cu-Sn.

Dans un second temps, afin de caractériser l'évolution à haute température des phases IMCs, des analyses chimiques et microstructurales de la section des joints IMCs sont effectuées après traitement thermique.

III.3.c.2 Analyse microstructurale après traitement thermique à haute température

Un joint constitué des phases IMCs Cu₆Sn₅ et Cu₃Sn est d'abord élaboré selon le procédé de report IMC optimal, à 250°C durant 2 h. Cet assemblage est ensuite découpé en trois parties, qui sont chacune soumises à différents traitements thermiques à haute température : 30 minutes à 500°C, 30 minutes à 700°C et 30 minutes à 900°C.

Les microstructures de la section du joint IMC initial et des différents joints après traitement thermique sont illustrées sur la figure III.57 ci-dessous :



Sur ces clichés MEB, nous constatons que les traitements thermiques à haute température (supérieure à 350°C) engendrent des transformations de phases au sein des joints IMCs. Afin de déterminer la nature des nouvelles phases formées, la composition chimique de ces dernières est déterminée par EDS. Les analyses chimiques en ligne de la section des joints IMCs après traitement thermique à 500°C et 700°C sont illustrées sur la figure III.58 ci-dessous :



A partir de ces analyses chimiques et du diagramme de phase Cu-Sn (voir figure II.2), nous pouvons expliquer l'évolution des phases IMCs durant les différents traitements thermiques :

- Après chauffage à 500°C: le joint est constitué d'une phase centrale d'épaisseur 5 μm (correspondant à l'épaisseur initiale de la phase IMC Cu₃Sn) et de deux interphases, entre le cuivre et la phase centrale, d'épaisseur 3 μm. D'après l'analyse chimique, la phase centrale correspond à la phase (δ) Cu₄₂Sn₁₁ du diagramme de phase, qui a été formée au détriment de la phase Cu₃Sn par son enrichissement en cuivre. Les interphases correspondent à une solution solide de cuivre riche en étain, dont la croissance s'effectue par diffusion d'étain provenant des phases IMCs vers les substrats en cuivre,
- Après chauffage à 700°C : le joint est entièrement constitué d'une solution solide de cuivre riche en étain (voir figure III.58.b). En effet, les processus de diffusion étant exacerbés à haute température, la diffusion rapide d'étain en dehors de la phase IMC centrale vers les substrats en cuivre, permet d'enrichir l'interface en cuivre. Ainsi, une interphase d'épaisseur 30 μm (solution solide de cuivre) est formée entre les substrats en cuivre,
- Après chauffage à 900°C : l'interface entre le joint initial et les substrats en cuivre n'est plus visible (seuls des pores résiduels permettent de localiser le joint initial). En effet, à plus haute température, l'étain diffuse sur de plus longues distances et se « dilue » dans les substrats en cuivre. Une solution solide de cuivre pauvre en étain est alors formée.

Durant le traitement à haute température, le joint Cu_3Sn est donc transformé en $Cu_{42}Sn_{11}$ puis en solution solide de cuivre, sans formation d'une phase liquide. Les propriétés (mécaniques et thermiques) du cuivre étant supérieures à celles des phases IMCs, le procédé de report IMC TLPB permet également de former un joint fiable à très haute température.

III.4 Conclusion : développement d'un procédé de report IMC optimal

L'objectif de ce troisième chapitre était double :

- Développer un procédé de report IMC optimal, permettant de former des joints IMCs présentant un faible taux de défaut (porosité) et dans des conditions industrielles, c'est-à-dire à faible pression et en un temps réduit,
- Après avoir mis au point un procédé de report IMC optimal, caractériser la fiabilité des assemblages IMCs.

Tout d'abord, afin d'optimiser le procédé de report IMC, l'effet des paramètres d'élaboration sur la formation de défauts au sein des joints IMCs a été étudié à partir d'analyses réalisées par microscopie électronique. La diffusion du cuivre dans la phase liquide d'étain étant le processus qui contrôle la croissance des phases IMCs, l'état de surface des substrats cuivrés est donc le paramètre ayant le plus d'influence sur la formation de défauts dans les joints IMCs. C'est pourquoi, l'optimisation des paramètres d'assemblage a été effectuée dans trois configurations distinctes :

- A partir de substrats polis au micromètre : dans ce cas idéal, la diffusion du cuivre dans la phase liquide est homogène sur toute la longueur du joint. La croissance des grains IMCs s'effectue alors sous forme de « scallops » hémisphériques à partir des substrats en cuivre, mais de façon régulière le long de l'interface. Ainsi, les joints IMCs formés ne présentent pas de macro pores. Néanmoins, afin d'éviter la formation de défauts dans les joints IMCs, il est nécessaire de ralentir les cinétiques de diffusion en diminuant la température de report (250°C) et la vitesse de chauffage (1,5°C/min). Cependant, ces paramètres sont incompatibles avec un procédé d'élaboration rapide,
- A partir de substrats rugueux : dans ce cas « réel », les irrégularités de surface engendrent des flux de diffusion rapides et inhomogènes le long de l'interface, responsables de la formation de nombreux pores au centre des joints IMCs. En effet, la formation de ces pores est liée à la coalescence des grains IMCs irréguliers provenant de chaque interface, fixant l'épaisseur du joint avant la consommation totale du métal d'apport. L'épaisseur du joint étant fixée, la variation de volume associée aux changements de phases ne peut plus être accommodée, engendrant un déficit atomique dans la phase d'étain et donc la formation de pores. Ces pores sont d'autant plus importants que la quantité d'étain contraint entre les « ponts » IMCs est importante et donc que la croissance des grains IMCs est irrégulière. Comme dans le cas idéal, la diminution de la température de report (250°C) et de la vitesse de chauffage (1,5°C/min) permet d'homogénéiser la croissance des grains IMCs et donc de réduire le taux de porosité. L'application d'une forte pression (3 MPa) permet également de réduire le nombre de défaut. Cependant, ce procédé d'élaboration est lent et contraignant et surtout les joints IMCs présentent toujours une importante porosité,
- Avec l'insertion d'une barrière de diffusion de type IMC entre les substrats rugueux et le métal d'apport : ce procédé de report IMC innovant permet de modifier les processus de diffusion à l'interface entre les substrats et le métal d'apport, sans affecter la composition chimique du joint. Ainsi, au début du report, la dissolution homogène de la barrière de diffusion (au lieu du substrat cuivré aux joints de grains) dans la phase liquide permet de diminuer la concentration

en cuivre à l'interface et ainsi d'éviter la formation de grains IMCs en forme de « scallops ». La croissance IMC s'effectue alors préférentiellement au centre du joint, ce qui permet de toujours laisser un degré de liberté à l'interconnexion pour accommoder son volume et donc d'éviter la formation de macro-pores. Le procédé de report IMC avec barrière de diffusion est donc optimal et fiable, car il permet de former un joint IMC sans défaut, qui est très peu dépendant des conditions expérimentales. Ainsi, les joints IMCs peuvent être élaborés dans des conditions industrielles, c'est-à-dire à haute vitesse de chauffage $(10^{\circ}C/min)$ et à pression intermédiaire (500 KPa).

Dans un second temps, la fiabilité des joints IMCs a été caractérisée expérimentalement. Tout d'abord, nous avons montré que la tenue mécanique en cisaillement des différents joints IMCs est supérieure à celle des brasures SAC. En effet, les joints constitués des deux phases IMCs (Cu₆Sn₅ et Cu₃Sn) présentent une rupture fragile pour une contrainte inférieure à 40 MPa, soit une tenue mécanique similaire à celle des brasures SAC (rupture ductile). La rupture de ces joints s'effectue à l'interface entre les deux phases IMCs Cu_6Sn_5/Cu_3Sn . En revanche, les joints constitués uniquement de la phase Cu₃Sn présentent une excellente résistance mécanique au cisaillement, supérieure à 100 MPa. Afin d'accommoder les déformations induites par les contraintes de cisaillement, les joints Cu₃Sn présentent des microfissures verticales. Ces fissures verticales permettent de relaxer les contraintes, sans entrainer la délamination du joint. Ensuite, nous avons mis en évidence l'excellente fiabilité en cyclage thermique des assemblages IMCs. En effet, après 1800 cycles, les joints IMCs ne se délaminent pas et présentent toujours d'excellentes résistances en cisaillement, contrairement aux joints brasés SAC qui se fissurent après 500 cycles. Afin de relaxer les contraintes induites lors des cycles thermiques et de garantir leur fiabilité, les joints IMCs durs présentent à nouveau des microfissurations verticales. Enfin, la fiabilité à haute température des joints IMCs a également été démontrée, à partir de traitements thermiques à haute température, entre 500°C et 900°C. A haute température, le joint Cu₃Sn est transformé en Cu₄₂Sn₁₁ puis en solution solide de cuivre, sans formation d'une phase liquide.

Ainsi, nous avons mis au point un procédé de report IMC optimal, qui permet d'élaborer des joints IMCs fiables pour un fonctionnement à haute température en électronique de puissance.

<u>Annexe III.1</u> : Modélisation numérique des mécanismes de croissance des phases IMCs

1- Description théorique du cas général



Le nombre de phases np = 4 considéré pour ce système sont :

- la phase cuivre Cu_(s) i=1
- la phase Cu₃Sn (ε), *i*=2
- la phase $Cu_6Sn_5(\eta)$, i =3
- la phase d'étain liquide Sn_(liq) i=4

La proximité des phases les unes par rapport aux autres suit la séquence de leur numérotation. Cela induit une série d'interfaces notées I_1 , I_2 , I_3 qui séparent respectivement les phases $Cu_{(s)}/\epsilon$, ϵ/η et $\eta/Sn_{(liq)}$.

Notons que la température d'élaboration du joint est supérieure à 250°C, condition pour laquelle la phase d'étain est à l'état liquide. Le seul transport de matière considéré est le transport diffusif.

1-a- Equations de diffusion

Le flux d'étain, $\mathbf{J}_{Sn}^{i}(X,t)$ à la position X du système et à l'instant t relatif à un gradient de concentration $\nabla C_{Sn}(X,t)$, est représentée par la première loi de Fick (Eq. (1)) que l'on peut également exprimer en fonction de la fraction volumique de l'étain $x_{Sn}^{i}(X,t)$ et du volume molaire atomique des éléments $V_{a}^{i}(X,t)$ relatifs à la phase *i*.

$$\mathbf{J}_{Sn}^{i}(X,t) = -D^{i}\nabla C_{sn}(X,t) = -D^{i}\nabla \left(\frac{x_{sn}^{i}(X,t)}{V_{a}^{i}(X,t)}\right)$$
(1)

où D^i est le coefficient d'inter-diffusion Cu/Sn dans la phase *i*. Ce volume molaire atomique, identique pour tous les éléments de la phase, est exprimé en fonction des volumes molaires partiels d'étain et de cuivre $\overline{V}_{sn}^i(X,t)$ et $\overline{V}_{cu}^i(X,t)$ relatifs à la phase *i*.

$$V_{a}^{i}(X,t) = x_{sn}^{i}(X,t) \times \overline{V}_{sn}^{i}(X,t) + x_{cu}^{i}(X,t) \times \overline{V}_{cu}^{i}(X,t)$$
(2)

L'utilisation du coefficient d'inter-diffusion D^i implique que la diffusion s'effectue par l'échange d'un atome d'étain par un atome de cuivre, ce qui implique qu'à tout flux d'atomes d'étain correspond un flux strictement inverse d'atomes de cuivre.

Pour un régime non permanent, la conservation de la masse implique une autre relation appelée seconde loi de Fick :

$$\nabla \mathbf{J}_{Sn}^{i}(X,t) = -\frac{\partial}{\partial t} \left(\frac{x_{sn}^{i}(X,t)}{V_{a}^{i}(X,t)} \right).$$
(3)

1-b- Condition d'équilibre aux interfaces

Les concentrations aux interfaces doivent être conformes à celles du diagramme de phases pour satisfaire la **condition d'équilibre local de l'interface**. Un bilan de flux non nul à l'interface contribue à modifier les concentrations d'équilibre. Un déplacement de l'interface est alors nécessaire pour rétablir cet équilibre. La vitesse de déplacement $\frac{dX_{I_i}(t)}{dt}$ d'un point de l'interface I_i entre les phases i et i+1 peut être déduite de l'égalité suivante faisant intervenir le bilan des flux $\mathbf{J}_{Sn}^i(X_{I_i},t) - \mathbf{J}_{Sn}^{i+1}(X_{I_i},t)$ arrivant et partant du point de cette interface :

$$-D^{i}\nabla\left(\frac{x_{sn}^{i}(X,t)}{V_{a}^{i}(X,t)}\right)\Big|_{I_{i}} + D^{i+1}\nabla\left(\frac{x_{sn}^{i+1}(X,t)}{V_{a}^{i+1}(X,t)}\right)\Big|_{I_{i}} = \left(\frac{x_{sn}^{i}(I_{i},t)}{V_{a}^{i}(I_{i},t)} - \frac{x_{sn}^{i+1}(I_{i},t)}{V_{a}^{i+1}(I_{i},t)}\right)\frac{dX_{I_{i}}(t)}{dt}.$$
(4)

où $x_{Sn}^{i}(I_{i},t)$, $x_{Sn}^{i+1}(I_{i},t)$ sont respectivement les concentrations d'équilibre à l'interface I_{i} de la phase *i* et de la phase *i*+1. De la vitesse de déplacement $\frac{dX_{I_{i}}(t)}{dt}$ de tous les points de l'interface I_{i} , il est possible de déduire sa position à l'instant t+dt:

$$X_{I_i}(t+dt) = X_{I_i}(t) + \frac{dX_{I_i}(t)}{dt}dt.$$
(5)

1-c- Déformations élastiques

Les différences de volume molaire atomique des éléments Cu et Sn $V_a^i(X,t)$ d'une phase à l'autre conduisent, lorsque leur fraction volumique change, à des déformations élastiques que l'on peut exprimer localement par la divergence du vecteur déplacement équivalent **U** à l'instant t + dt:

$$\nabla \cdot \mathbf{U} = -\frac{V_a^i(X, t+dt) - V_a^{i'}(X, t)}{V_a^i(X, t)} \tag{6}$$

où $V_a^{i'}(X, t + dt)$ et $V_a^i(X, t)$ sont les volumes molaires atomiques des phases *i'* et *i* impliquées par la transformation à la même position X et respectivement aux instants *t* et *t* + *dt*.

Cette déformation conduit à l'énergie de déformation élastique totale du système E :

$$E = \int_{V} \frac{1}{\chi_T} (\nabla \cdot \mathbf{U})^2 dV, \qquad (7)$$

qui est exprimée en fonction du coefficient de compressibilité isotherme χ_T relatif à chacune des phases. La relaxation de cette énergie de déformation élastique dépend des propriétés élastiques des phases et des conditions aux limites du système c'est-à-dire de volume constant ou de pression constante.

1-d- Bilan de quantité de matière dans les phases

La quantité d'étain $N^{i}(t)$ dans la phase *i* à l'instant *t* est calculée par intégration du profil de

concentration
$$\left(\frac{x_{sn}^{i}(X,t)}{V_{m}^{i}(X,t)}\right)$$
 entre les surfaces I_{i-1} et I_{i} .

$$\frac{N_{Sn}^{i}(t)}{S} = \int_{I_{i-1}(t)}^{I_{i}(t)} \frac{x_{sn}^{i}(X,t)}{V_{a}^{i}(X,t)} dV$$
(8)

De la même manière, on peut déterminer la quantité de cuivre dans la phase *i* à l'instant *t* par l'intégration :

$$\frac{N_{Cu}^{i}(t)}{S} = \int_{I_{i-1}(t)}^{I_{i}(t)} \frac{\left(1 - x_{sn}^{i}(X, t)\right)}{V_{a}^{i}(X, t)} dV$$
(9)2-

2- Résolution numérique

2-a- Simplification du système expérimental

Le système considéré pour la modélisation est un système simplifié dans lequel la succession des phases du système expérimental de morphologie complexe (cf figure 1) est représenté par une succession de phases planes de surface *S* (figure 2). L'épaisseur des phases considérée est conforme à celle du système expérimental mis à part la phase $Cu_{(S)}$ qui est infiniment plus large et qui est ici tronquée. La symétrie du système réduit la modélisation à un système d'épaisseur *L* suivant l'axe *X*.

Les conditions aux limites considérées pour la résolution des équations de diffusion sont :

$$\frac{dx_{Sn}}{dX} = 0 ; \qquad \qquad \frac{dx_{Sn}}{dY} = 0 ; \qquad \qquad \frac{dx_{Sn}}{dZ} = 0 . \tag{10}$$

Ceci correspond à aucune entrée de matière aux limites du système.

Les conditions aux limites pour la relaxation de l'énergie de déformation élastique (Eq. (7)), générée par la différence de volumes atomiques des éléments dans les phases, sont des conditions de surface *S* constante et de pression constante appliquée aux plans YZ limites des phases $Cu_{(s)}$ et $Sn_{(liq)}$. Dans la mesure où la taille *L* du système est fixée, cela revient à une sortie ou entrée de matière à la fraction atomique en étain constante relative à ces limites.



2-b- Simplification du profil de concentration et des caractéristiques physiques

Les profils de concentration considérés pour la modélisation sont schématisés dans la figure 3. Les concentrations d'équilibre aux interfaces sont celles relatives au diagramme de phase Cu-Sn que nous indiquons dans le tableau 1.



| | a (a a | a (a a | <i>(</i> | a a (a a | 0 0 /0 | a a /a |
|-------------------------|---------------|---------------|--|--|------------------------|------------------------|
| Interface | Cu/Cu₃Sn | Cu/Cu₃Sn | Cu ₃ Sn/Cu ₆ Sn ₅ | Cu ₃ Sn/Cu ₆ Sn ₅ | Cu ₆ Sn₅/Sn | Cu ₆ Sn₅/Sn |
| | $x_{I_1}^1$ | $x_{I_1}^2$ | $x_{I_2}^2$ | $x_{I_2}^3$ | $x_{I_3}^3$ | $x_{I_1}^1$ |
| Pourcentage massique | 4 | 36,6 | 38 | 60,0 | 60,8 | 98,8 |
| Pourcentage atomique | 2,2 | 23,6 | 24,7 | 44,5 | 45,4 | 97,8 |
| Tableau 1 : Fr | action massic | que et atomiq | ue d'équilibre au | ıx interfaces des | phases du sys | stème Cu-Sn |

Notons :

- que les volumes molaires atomiques des éléments dans les phases solides *i* (*i*=1, 2, 3, 4) sont considérés constants $V_a^i(X,t) = V_a^i$ compte tenu de la faible variation de la fraction atomique $x_{Sa}^i(X,t)$ dans ces phases.

- que la phase Cu_(s) est toujours considérée saturée en étain. Cette condition d'équilibre, peu représentative de la réalité physique (faible diffusion du cuivre dans l'étain), a néanmoins une faible influence sur l'évolution des fractions volumiques des phases puisque $\mathbf{J}_{Sn}^{1}(X_{I_{1}},t) = 0$ et $x_{I_{1}}^{1} = 0.022 \approx 0$, qui sont des conditions compatibles avec un coefficient de diffusion très faible par rapport à celui des autres phases $D^{1} \leq 10^{-9} D^{i}$ (*i*=2,3,4).

- que le gradient de concentration dans les phases *i* (*i*=1, 2, 3, 4) est constant et dépend des valeurs des concentrations en étain aux interfaces I_{i-1} et I_i de la phase *i*.

Le profil de concentration considéré, lorsque la phase d'étain liquide a entièrement disparu, est présenté figure 4. La phase Cu₆Sn₅ est dans ce cas à l'équilibre (pas de transport de matière) à fraction atomique constante $x_{L_5}^3$.



2-c- Calcul des flux aux interfaces

Les profils de concentrations définis ci-dessus induisent des régimes permanents de diffusion à l'intérieur de chacune des phases ($\nabla \mathbf{J}_{Sn}^{i}(X,t) = 0$) c'est-à-dire sans variation locale de concentration. Les flux perpendiculaires aux interfaces I_{i-1} et I_i de la phase *i* s'écrivent alors à chaque instant *t* sous forme algébrique:

$$J_{Sn}^{i}(X_{I_{i-1}},t) = J_{Sn}^{i}(X_{I_{i}},t) = -D^{i} \frac{X_{I_{i}}^{i} - X_{I_{i-1}}^{i}}{\left(X_{I_{i}}(t) - X_{I_{i-1}}(t)\right)V_{a}^{i}}$$
(11)

pour i= 1, 2, 3 et 4 à saturation

2-d- Calcul du déplacement des interfaces

Compte tenu des hypothèses précédentes, le bilan des flux à l'interface I_i (Eq. (4)),

$$J_{Sn}^{i}(X_{I_{i}},t) - J_{Sn}^{i+1}(X_{I_{i}},t) = \left(\frac{x_{I_{2}}^{i}}{V_{a}^{i}} - \frac{x_{I_{2}}^{i+1}}{V_{a}^{i+1}}\right) \frac{(X_{I_{i}}(t + \Delta t) - X_{I_{i}}(t))}{\Delta t},$$

permet de déterminer sa nouvelle position après un incrément de temps de Δt suivant la relation :

$$X_{I_{i}}(t + \Delta t) = X_{I_{i}}(t) + \frac{\left(J_{S_{n}}^{i}(X_{I_{i}}, t) - J_{S_{n}}^{i+1}(X_{I_{i}}t)\right)\Delta t}{\left(\frac{x_{I_{i}}^{i}}{V_{a}^{i}} - \frac{x_{I_{i}}^{i+1}}{V_{a}^{i+1}}\right)} \quad .$$
(12)

2-e- Cas de la précipitation de Cu₆Sn₅ liée à une sur-saturation en cuivre de la phase liquide

La précipitation de Cu₆Sn₅ relative à une sous-saturation en étain (équivalent à une sursaturation en cuivre) de la phase liquide correspond à un régime non stationnaire lié à un profil non linéaire de concentration (voir figure 5.a). Dans ce cas, pour résoudre les équations de diffusion, on se réfère au modèle géométrique de Zener dans lequel le profil de concentration est approximé par deux droites (voir figure 5.a). Le point d'intersection de ces deux droites est définie à l'instant *t* par sa position $I_d(t)$. D'autre part, la forte variation de la fraction atomique $x_{Sn}^i(X,t)$ dans la phase nécessite de prendre en compte la dépendance du volume molaire atomique en fonction de cette fraction atomique (Eq. (2)) décrite ici par la relation :

$$V_a^4(X,t) = x_{Sn}^i(X,t)\overline{V}_{Sn}^4 + (1 - x_{Sn}^i(X,t))\overline{V}_{Ci}^4$$

où \overline{V}_{Sn}^4 et \overline{V}_{Sn}^4 sont respectivement les volume molaires partiels de l'étain et du cuivre dans la phase liquide. La concentration en étain $C_{Sn}^4(X,t)$ à la position X et à l'instant t dans la phase liquide est définie par la relation suivante.

$$C_{Sn}^{4}(X,t) = \frac{x_{Sn}^{4}(X,t)}{V_{a}^{4}(X,t)}.$$
(13)

Le calcul du flux perpendiculaire à l'interface I_3 s'écrit alors sous sa forme algébrique :

$$J_{Sn}^{4}(X_{I_{3}},t) = -D^{4} \frac{C_{Sn}^{4}(l_{d},t) - C_{I_{3}}^{4}(X_{I_{3}},t)}{\left(l_{d}(t) - X_{I_{3}}(t)\right)}.$$
(14)

Le déplacement de l'interface I_3 est calculé à partir de l'équation (4) pour i =3 et en considérant $J_{Sn}^3(X_{I_3},t)=0$ (le coefficient de diffusion dans la phase d'étain liquide est au moins quatre ordres de grandeur supérieurs que dans les phases solides).

$$X_{I_3}(t + \Delta t) = X_{I_3}(t) + \frac{-J_{Sn}^4(X_{I_3}t)\,\Delta t}{\left(C_{Sn}^3(X_{I_3}, t) - C_{Sn}^4(X_{I_3}, t)\right)}.$$
(15)

Après le déplacement de l'interface I_3 , la réactualisation de la position du point d'intersection $I_d(t+\Delta t)$ à l'instant $t+\Delta t$ s'effectue par un bilan de conservation de matière qui géométriquement correspond à une égalité des surfaces hachurées bleue et rouge de la figure 5.b. On a :

$$l_{d}(t + \Delta t) = l_{d}(t) + \frac{\left(C_{Sn}^{4}(X_{I_{4}}, t) + C_{Sn}^{4}(X_{I_{3}}, t) - 2C_{Sn}^{3}(X_{I_{3}}, t)\right)\left(X_{I_{3}}(t + \Delta t) - X_{I_{3}}(t)\right)}{C_{Sn}^{4}(X_{I_{3}}, t) - C_{Sn}^{4}(X_{I_{4}}, t)}.$$
(16)

Lorsque I_d atteint l'interface I_4 , le bilan de matière pour une condition à la limite $\frac{\Delta C_{sn}^4(X_{I_4},t)}{\Delta X} = 0$, induit une augmentation de la concentration $C_{sn}^4(X_{I_4},t)$ en étain à cette interface. La réactualisation de la concentration $C_{sn}^4(X_{I_4},t+\Delta t)$ à l'instant $t+\Delta t$ s'effectue par un bilan de conservation de matière qui géométriquement correspond à une égalité des surfaces hachurées bleue et rouge de la figure 5.c.

$$C_{Sn}^{4}(X_{I_{4}}, t + \Delta t) = \frac{\left(C_{Sn}^{4}(X_{I_{3}}, t) - 2C_{Sn}^{3}(X_{I_{3}}, t)\right)\left(X_{I_{3}}(t + \Delta t) - X_{I_{3}}(t)\right) + C_{Sn}^{4}(X_{I_{4}}, t)\left(X_{I_{4}}(t) - X_{I_{3}}(t)\right)}{\left(X_{I_{4}}(t) - X_{I_{3}}(t + \Delta t)\right)}$$
(17)

A partir de ce moment, le calcul du flux à l'interface I₃ s'écrit alors :

$$J_{Sn}^{4}(X_{I_{3}},t) = -D^{4} \frac{C_{Sn}^{4}(X_{I_{4}},t) - C_{I_{3}}^{4}(X_{I_{3}},t)}{\left(X_{I_{4}}(t) - X_{I_{3}}(t)\right)}.$$
(18)



2-f- Relaxation des déformations élastiques générées par des volumes molaires partiels d'étain et de cuivre variant d'une phase à l'autre

Le calcul de la relaxation de l'énergie de déformation élastique (Eq. (7)) des phases en cours de transformation induite par la différence de volume molaire atomique des différentes phases est non trivial. Il dépend des propriétés élastiques des différentes phases et des conditions aux limites du système. Pour simplifier, seule la variation de volume molaire partiel des phases est prise en compte afin d'évaluer son influence sur le volume total du système. Les propriétés de volume molaire partiel des éléments Cu et Sn dans chacune des phases sont indiquées dans le tableau 2. Elles montrent que des déformations élastiques sont à prendre en compte pour les transformations aux interfaces $Cu_{(S)}/Cu_3Sn$ et $Cu_6Sn_5/Sn_{(liq)}$.

| Phases | Cu _(s) | Cu₃Sn | Cu ₆ Sn₅ | Sn _(liq) | | |
|---|-------------------|-------|---------------------|---------------------|--|--|
| Volume molaire partiel d'étain (cm ³ /mol) | 16.3 | 15,9 | 15,9 | 17,0 | | |
| Volume molaire partiel de cuivre (cm ³ /mol) | 7,1 | 6,2 | 6,2 | 7,3 | | |
| <u>Tableau 2</u> : Volumes molaires partiels du cuivre et de l'étain dans les différentes phases du système | | | | | | |
| Cu-Sn | | | | | | |

Le déplacement de ces interfaces représenté schématiquement dans la figure 6, conduit à des zones de transformation dans lesquelles des quantités d'étain et de cuivre subissent une diminution de volume molaire partiel générant des contraintes de tension. La relaxation des contraintes à l'interface Cu₆Sn₅/Sn_(liq) peut s'effectuer de manière totale au travers de la phase liquide avec la formation d'une phase vapeur. La relaxation des contraintes à l'interface Cu_(S)/Cu₃Sn peut s'effectuer par la déformation de la phase cuivre qui restera négligeable compte tenu du grand volume de cette phase. Dans la mesure où la taille *L* du système est fixée, cela revient à une entrée de matière à l'interface *I*₀ à la fraction atomique en étain constante $x_{I_0}^1$. Si la phase d'étain liquide est confinée dans une phase solide, ce volume de phase vapeur sera difficilement éliminé par un rapprochement des phases opposées et constituera lors du refroidissent du système à un volume poreux.



Le déplacement algébrique $l_r(t + \Delta t)$ de l'interface l_4 relative à la relaxation des contraintes à l'interface de transformation Cu₆Sn₅/Sn_(liq) peut être quantifié par un bilan de matière. Ce bilan de matière est effectué à partir de la phase dont la fraction atomique en étain varie peu ou pas pendant la transformation. C'est le cas de la phase liquide qui disparaît (figure 6) par avancement de l'interface l_3 entre les instants t et $t+\Delta t$ (cas où la phase Cu₆Sn₅ est formée par transport par la phase solide (figure 2). Les quantités d'étain et de cuivre liquide qui disparaissent sont définies par les relations suivantes.

$$\frac{\Delta N_{Sn}^4(t+\Delta t)}{S} = -\frac{x_{I_3}^4}{V_a^4} \left(X_{I_3}(t+\Delta t) - X_{I_3}(t) \right)$$
(19)

$$\frac{\Delta N_{Cu}^{4}(t+\Delta t)}{S} = -\frac{\left(1-x_{I_{3}}^{4}\right)}{V_{a}^{4}} \left(X_{I_{3}}(t+\Delta t) - X_{I_{3}}(t)\right)$$
(20)

On peut en déduire le déplacement $l_r(t + \Delta t)$ relatif aux différences de volumes molaires partiels d'étain et de cuivre entre la phase liquide et la phase Cu₆Sn₅; c'est-à-dire \overline{V}_{Sn}^4 et \overline{V}_{Cu}^4 pour la phase 4 et, \overline{V}_{Sn}^3 et \overline{V}_{Cu}^3 pour la phase 3.

$$l_{r}(t + \Delta t) = -\frac{\Delta N_{Sn}^{4}(t + \Delta t)}{S} (\overline{V}_{Sn}^{3} - \overline{V}_{Sn}^{4}) - \frac{\Delta N_{Cu}^{4}(t + \Delta t)}{S} (\overline{V}_{Cu}^{3} - \overline{V}_{Cu}^{4})$$
(21)

Les positions $X_{I_i}(t + \Delta t)$ des interfaces I_i (i=3,4) à l'instant $t + \Delta t$ après relaxation des contraintes élastiques est alors définie par la relation suivante.

$$X_{I_i}(t + \Delta t) = X_{I_i}(t + \Delta t) + l_r(t + \Delta t).$$
⁽²²⁾

Dans le cas de la précipitation, le bilan de matière est effectué par rapport à la phase Cu_6Sn_5 qui apparaît et pour laquelle les fractions atomiques varient de manière négligeable pendant la transformation. Dans ce cas on a pour l'étain:

$$\frac{\Delta N_{Sn}^3(t+\Delta t)}{S} = \frac{N_{Sn}^3(t+\Delta t)}{S} - \frac{N_{Sn}^3(t)}{S}$$
(23)

$$\frac{N_{S_n}^3(t)}{S} = \left(\frac{\left(x_{I_3}^3 - x_{I_2}^3\right)}{2V_a^3} + \frac{x_{I_2}^3}{V_a^3}\right) \left(X_{I_3}(t) - X_{I_2}(t)\right)$$
(24)

avec

$$\frac{N_{S_n}^3(t+\Delta t)}{S} = \left(\frac{\left(x_{I_3}^3 - x_{I_2}^3\right)}{2V_a^3} + \frac{x_{I_2}^3}{V_a^3}\right) \left(X_{I_3}(t+\Delta t) - X_{I_2}(t+\Delta t)\right).$$
(25)

La quantité de cuivre dans la phase Cu₆Sn₅ qui apparaît $\Delta N_{Cu}^3(t + \Delta t)$ est calculée de la même manière en remplaçant $x_{I_3}^3$ et $x_{I_2}^3$ par $(1 - x_{I_3}^3)$ et $(1 - x_{I_2}^3)$ dans les relations précédentes (Eqs. (23)-(25)). Le déplacement $l_r(t + \Delta t)$, est défini par la relation :

$$l_{r}(t + \Delta t) = \frac{\Delta N_{Sn}^{3}(t + \Delta t)}{S} (\overline{V}_{Sn}^{3} - \overline{V}_{Sn}^{4}) + \frac{\Delta N_{Cu}^{3}(t + \Delta t)}{S} (\overline{V}_{Cu}^{3} - \overline{V}_{Cu}^{4})$$
(26)

et les positions $X_{I_i}(t + \Delta t)$ des interfaces I_i (*i*=3,4) sont déterminés comme précédemment en utilisant l'équation 22.

Le déplacement de l'interface I_1 relatif à la relaxation des contraintes à l'interface $Cu_{(S)}/Cu_3Sn$ est déterminé par la même méthode.

<u>Chapitre IV</u>. Evaluation numérique de la fiabilité des assemblages IMCs et exemples d'applications du procédé de report IMC

| IV.1 | La modélisation par éléments finis et les contraintes thermomécaniques | 166 |
|------------------------|---|---|
| ١v | /.1.a Introduction sur la méthode des éléments finis | 166 |
| ١v | /.1.b Les contraintes thermomécaniques | 167 |
| ١v | /.1.c Possibilités et limites de la modélisation numérique | 168 |
| IV.2 | Propriétés et lois de comportement mécanique des matériaux | 169 |
| ١v | /.2.a Les lois de comportement mécanique | 169 |
| | IV.2.a.1 Loi de comportement élastique | 170 |
| | IV.2.a.2 Loi de comportement élasto-plastique | 170 |
| | IV.2.a.3 Loi de comportement viscoplastique | 171 |
| ١V | /.2.b Propriétés et lois de comportement des matériaux utilisés en électronique de puissance | 172 |
| | IV.2.b.1 Modélisation du comportement des puces et des substrats céramiques | 172 |
| | IV.2.b.2 Modélisation du comportement des semelles et des boitiers métalliques | 173 |
| | IV.2.b.3 Modelisation du comportement des metallisations | 173 |
| | | 476 |
| IV | 7.2.c Definition des grandeurs thermomecaniques analysées en post-traitement | 176 |
| | IV.2.c.1 Les contraintes de Von-Mises | 176 |
| | IV.2.c.2 Les déformations inélastiques | .1// |
| IV.3 | Evaluation numérique de la fiabilité des assemblages IMCs dans un module de puissance | 178 |
| | | |
| ١V | /.3.a Description du modèle numérique | 178 |
| ١V | /.3.a Description du modèle numérique IV.3.a.1 La géométrie du modèle et les conditions aux limites | 178 . <i>178</i> |
| ١v | /.3.a Description du modèle numérique IV.3.a.1 La géométrie du modèle et les conditions aux limites IV.3.a.2 Les propriétés des matériaux et les lois de comportement | 178 178 179 |
| IV | /.3.a Description du modèle numérique IV.3.a.1 La géométrie du modèle et les conditions aux limites IV.3.a.2 Les propriétés des matériaux et les lois de comportement IV.3.a.3 Le maillage | 178 .178 .179 .179 |
| IV IV | /.3.a Description du modèle numérique IV.3.a.1 La géométrie du modèle et les conditions aux limites IV.3.a.2 Les propriétés des matériaux et les lois de comportement IV.3.a.3 Le maillage /.3.b Influence des contraintes résiduelles | 178 .178 .179 .179 180 |
| IV IV | /.3.a Description du modèle numérique <i>IV.3.a.1 La géométrie du modèle et les conditions aux limites</i> <i>IV.3.a.2 Les propriétés des matériaux et les lois de comportement</i> <i>IV.3.a.3 Le maillage</i> /.3.b Influence des contraintes résiduelles <i>IV.3.b.1 Après report IMC</i> | 178 .178 .179 .179 180 .181 |
| IV IV | /.3.a Description du modèle numérique | 178 178 179 179 180 181 181 |
| I∿ I∿ | /.3.a Description du modèle numérique | 178 .178 .179 .179 180 .181 .181 .184 |
| I∿ I∨ | /.3.a Description du modèle numérique | 178 178 179 179 180 181 184 187 187 190 |
| IV IV IV | /.3.a Description du modèle numérique | 178 178 179 179 180 181 184 187 187 190 194 |
| ۱۷ ۱۷ ۱۷ ۱۷ | /.3.a Description du modèle numérique | 178 179 179 180 181 184 187 190 194 195 |
| IV IV IV IV.4 | /.3.a Description du modèle numérique | 178 179 179 180 181 184 187 190 194 195 195 |
| IV IV IV IV.4 | /.3.a Description du modèle numérique | 178 179 179 180 181 184 187 190 194 195 195 195 |
| IV IV IV.4 IV | /.3.a Description du modèle numérique | 178 179 179 180 181 184 187 190 194 195 195 196 |

Afin de garantir la fiabilité des joints IMCs, les essais expérimentaux réalisés dans le chapitre III doivent être associés à des modèles numériques. En effet, la modélisation par la méthode des éléments finis est l'approche la plus performante pour caractériser le comportement thermomécanique des assemblages sous les sollicitations induites durant leur durée de vie. Ainsi, l'objectif principal de ce quatrième et dernier chapitre est de développer un modèle numérique permettant d'évaluer la fiabilité des assemblages IMCs en fonctionnement. Afin de confirmer la faisabilité du procédé de report IMC développé au cours de cette thèse, des assemblages IMCs de matériaux industriels possédant des CTE différents seront également réalisés.

Ainsi, ce chapitre introduira tout d'abord la méthode de simulation numérique par élément finis avec ses possibilités et limites, puis se consacrera à l'identification des propriétés et lois de comportement mécanique des matériaux, nécessaires à l'élaboration de modèles de calcul précis. Ensuite, la fiabilité en fonctionnement de l'assemblage IMC d'un DBC sur une semelle en matériaux composite sera évaluée à partir d'un modèle numérique. La fiabilité de l'assemblage IMC sera toujours comparée à celle d'un assemblage brasé, afin de mieux comprendre le comportement thermomécanique spécifique des joints IMCs. Enfin, des exemples d'assemblages IMCs de composants électroniques, réalisés au cours de cette thèse, seront illustrés.

IV.1 La modélisation par éléments finis et les contraintes thermomécaniques

IV.1.a Introduction sur la méthode des éléments finis

Devant la nécessité de prendre en compte des géométries complexes et les comportements non linéaires et dépendants de la température des différents matériaux, les éléments finis sont devenus la méthode incontournable pour la modélisation du comportement thermomécanique des modules de puissance. En effet, cette méthode permet, dans différentes conditions, d'accéder aux valeurs des contraintes et déformations induites dans les matériaux des modules et ainsi de modéliser leur endommagement, leur fiabilité et leur durée de vie.

La modélisation par éléments finis consiste à discrétiser une structure en un grand nombre d'éléments finis pour ensuite regrouper les solutions de chaque élément fini en une solution complète et détaillée de la structure. Une importante discrétisation de la structure (nombre d'éléments finis élevé) permet d'obtenir une solution complète et proche de la réalité, mais engendre une augmentation de la durée de calcul. Un compromis entre temps de calcul et précision des résultats est donc nécessaire. Cette méthode permet d'éviter certains essais expérimentaux de fiabilité et donc de diminuer les coûts de conception.

La modélisation du comportement d'un assemblage en microélectronique fait intervenir trois domaines : la thermique, la mécanique et la métallurgie. En effet, durant le procédé d'assemblage, des phénomènes associés à chacun de ces domaines peuvent influencer le développement des contraintes dans le joint. Par exemple, les différences de dilatations d'origine thermique ou métallurgique pendant le refroidissement peuvent engendrer des contraintes au sein de l'assemblage. De plus les propriétés mécaniques des matériaux dépendent de la température ainsi que des différents états métallurgiques (taille des grains par exemple). Il est alors nécessaire de bien connaitre et de bien définir ces propriétés et loi de comportements lors de l'élaboration du modèle. De nombreux logiciels de calcul par éléments finis permettent des analyses multi-physiques (Abaqus, Ansys et Comsol) en intégrant dans une même procédure de calcul plusieurs physiques (mécanique, thermique, électrique ou fluidique). Pour nos travaux, nous avons utilisé le logiciel Comsol-Multiphysics. L'analyse par éléments finis peut être divisée en 6 étapes : la définition (1) de la géométrie, (2) des propriétés des matériaux et des lois de comportement, (3) des conditions aux limites, (4) de la (ou des) physique(s), (5) la conception du maillage et enfin (6) le post-traitement des résultats.

IV.1.b Les contraintes thermomécaniques

Un module de puissance est constitué de matériaux aux fonctions et aux propriétés différentes qui sont assemblés les uns aux autres par l'intermédiaire de joints de brasure. Durant leur durée de vie, les modules de puissance sont soumis à des températures élevées qui peuvent varier brutalement. Ces variations de température peuvent être induites par le procédé d'assemblage, l'environnement externe du module (cyclage passif) ou par l'échauffement des composants lors de leur fonctionnement (pertes électriques). Or, les variations de température génèrent d'importantes contraintes thermomécaniques dans le module dues aux différences de coefficients de dilatations (CTE) entre les matériaux assemblés. En effet, comme illustré figure IV.1, lorsque deux matériaux qui possèdent des CTE différents sont soumis à une variation de température, ils se dilatent de façon différente. Les différences de dilatations entre les matériaux, assemblés mécaniquement par un joint de brasure, provoquent la déformation de l'assemblage (effet bilame). Par exemple, durant le refroidissement après brasage (T<Tref), le matériau avec le plus grand CTE (α 1) subit des contraintes de tension tandis que le matériau avec le plus petit CTE ($\alpha 2$) subit des contraintes de compression. Par conséquent, l'interface entre les deux matériaux est soumise à des contraintes de cisaillement. De par leurs caractéristiques physiques et métallurgiques, notamment leur grande ductilité, les joints de brasures concentrent la majorité des contraintes thermomécaniques en absorbant les déformations induites par la différence de CTE entre les matériaux du module.



Les déformations induites par la dilatation des matériaux sont proportionnelles à la variation de température ($\Delta T=T-Tref$) :

$$\varepsilon = \alpha \times (T - Tref)$$
 [Équation IV.1]

<u>Avec</u> :

ε : déformation par dilatation,

 α : coefficient de dilatation thermique [1/K]

Tref : température de référence pour laquelle les dilatations sont supposées nulles [K].

Ainsi, suivant l'amplitude de l'écart de température, on distingue deux types de contraintes thermomécaniques pouvant induire la défaillance d'un module électronique de puissance :

- Les contraintes résiduelles induites durant le refroidissement après assemblage : ce sont les contraintes maximales qui seront induites dans le module durant sa durée de vie. En effet, durant le procédé d'assemblage, la température appliquée est supérieure à la température de fonctionnement du module, de façon à faire fondre le métal d'apport. Durant le chauffage jusqu'à la température de fusion du métal d'apport, les matériaux se dilatent suivant le CTE qui leur est propre. Cependant, ils ne sont pas contraints puisqu'il n'y a aucune accroche mécanique entre eux. Partant de cet état non contraint mais dilaté des matériaux, le joint d'assemblage va être figé, puis refroidi jusqu'à la température ambiante. C'est durant cette étape que se forment les contraintes résiduelles dans l'assemblage. Un joint de brasure ductile, se déformant inélastiquement, pourra relaxer ces contraintes durant le refroidissement. Au contraire, pour un joint IMC dur, les contraintes devront être relaxées par d'autres matériaux ou par d'autres phénomènes physiques,
- Les contraintes de cyclage induites par l'environnement ou par l'échauffement des puces durant leur fonctionnement : les variations cycliques de température combinées aux différences de CTE des matériaux assemblés induisent des contraintes thermomécaniques cycliques dans les joints d'assemblages. Ces contraintes sont moins importantes que les contraintes résiduelles car les températures de fonctionnement des modules sont inférieures à la température de fusion des métaux d'apport. Cependant, l'application cyclique des contraintes engendre l'accumulation de de déformations inélastiques dans les brasures, synonyme de fatigue.

IV.1.c Possibilités et limites de la modélisation numérique

Associés aux essais expérimentaux, les outils de modélisation numérique permettent de déterminer la fiabilité, la durée de vie des assemblages ainsi que de localiser les zones de fortes contraintes, en fonction de différents paramètres, tels que la géométrie et les propriétés des matériaux ou les cycles thermiques. Deux types de calculs sont généralement réalisés afin de caractériser le comportement thermomécanique des assemblages de puissance durant leur fonctionnement :

- Le calcul des contraintes résiduelles après assemblage : en comparant les contraintes maximales (calculées) à la tenue mécanique des matériaux (déterminée expérimentalement), il est possible de prédire la fiabilité du module après assemblage,
- Le calcul des déformations inélastiques accumulées dans les matériaux (en particulier dans les brasures) au cours des cycles thermiques : associé à des résultats expérimentaux (cyclage passif), ce calcul permet de définir un critère de rupture des joints de brasure en fatigue dans les modules de puissance.

Cependant, afin d'assurer la qualité et la pertinence des résultats de simulation, il est important que le modèle soit le plus représentatif possible du système réel sur toute l'étendue de son domaine de sollicitation mécanique et thermique. En particulier, deux problèmes majeurs limitent la précision et la fiabilité des calculs numériques :

- La détermination exacte des propriétés des matériaux et des lois de comportement selon leurs géométries et la nature des sollicitations auxquelles ils sont (ou ont été) soumis. Par exemple, les propriétés mécaniques de la métallisation en cuivre du DBC sont très différentes de celles du cuivre massif. En effet, la métallisation est sous forme de couche-mince et a subi un traitement thermique (proche de la température de fusion du cuivre) durant son assemblage sur la céramique, modifiant la taille des grains et donc sa limite élastique. Il est également nécessaire de connaitre les lois de comportement et les propriétés mécaniques des matériaux associés aux températures de fonctionnement du module électronique. Par exemple, les brasures ductiles sont soumises à des températures de fonctionnement supérieures à la moitié de leur température de fusion. Ainsi, elles présentent un comportement viscoplastique (fluage) durant le fonctionnement du module. Les déformations viscoplastiques sont irréversibles et engendrent de la fatigue dans les joints de brasure, mais permettent aussi de relaxer les contraintes résiduelles lors du brasage. En modélisant les brasures par une loi élastique, les contraintes seront alors surestimées (pas de relaxation). Dans notre étude, les propriétés et les lois de comportement des matériaux sont tirées de la bibliographie en prenant en compte la nature des sollicitations, la géométrie et le vécu des matériaux. Idéalement, les caractérisations des matériaux sont effectuées directement sur les matériaux des modules de puissance (nano-indentation sur DBC [ZEA09]),
- Les singularités géométriques du modèle, comme les angles droits. Afin de s'affranchir de ces singularités, il est possible de calculer les valeurs des grandeurs thermomécaniques (par exemple les contraintes et déformations inélastiques) moyennées sur le volume du domaine (par exemple, l'ensemble du joint de brasure) ou de choisir un nœud proche de la singularité où les grandeurs sont importantes. Au prix d'un alourdissement du modèle, il est également possible de modéliser la géométrie réelle du module (par exemple un joint de brasure avec un congé de raccordement).

Ainsi, dans la suite de ce chapitre, les propriétés et les lois de comportement des matériaux constituant les modules de puissance seront résumés.

IV.2 Propriétés et lois de comportement mécanique des matériaux

IV.2.a Les lois de comportement mécanique

Suivant les propriétés physiques des matériaux (module d'Young, limite d'élasticité, CTE) et leur domaine de sollicitation (contraintes mécaniques, température), le comportement mécanique des matériaux peut suivre une loi de déformation élastique, élasto-plastique ou viscoplastique. La figure IV.2 représente le comportement caractéristique de la métallisation en cuivre d'un DBC en traction, illustrant les comportements élastique et plastique.



IV.2.a.1 Loi de comportement élastique

Un matériau présente un comportement élastique, lorsque qu'il est soumis à des niveaux de contraintes ne dépassant pas sa limite élastique (σy). Dans ce domaine, la déformation du matériau est proportionnelle à la contrainte appliquée et réversible, c'est-à-dire que le matériau retrouve son état initial lors de l'annulation de la contrainte (voir figure IV.2). Les déformations étant non permanentes, le matériau ne subit aucune fatigue (accumulation de déformations). Ainsi, en fonctionnement, les contraintes et les déformations induites dans le matériau restent constante au cours des cycles thermiques. La relation contrainte/déformation est décrite par une équation linéaire, la loi de Hooke :

$$\sigma = \mathbf{E} \times \boldsymbol{\varepsilon}$$
 [Équation IV.2]

- E : module d'élasticité caractéristique du matériau [Pa],
- ε : déformation élastique du matériau,
- σ : contrainte appliquée au matériau [*Pa*].

La modélisation du comportement élastique d'un matériau qui se déforme en réalité inélastiquement, durant son application, entrainera une surestimation des contraintes. En effet, les déformations inélastiques du matériau permettent de relaxer les contraintes. Les propriétés nécessaires pour modéliser le comportement élastique d'un matériau sont le module d'élasticité et le coefficient de Poisson¹³.

IV.2.a.2 Loi de comportement élasto-plastique

Lorsque la contrainte appliquée est supérieure à la limite élastique du matériau, celui-ci se fracture s'il présente un comportement élastique fragile (par exemple les matériaux céramiques) ou subit une déformation plastique s'il est ductile (par exemple la plupart des métaux comme le cuivre). La déformation plastique est irréversible et indépendante du temps. Le matériau ne retrouve donc plus son état initial après l'annulation de la contrainte.

La déformation plastique permanente d'un matériau, comme une métallisation en cuivre, permet la relaxation des contraintes dans l'assemblage. Cependant, l'accumulation des déformations

¹³ Le coefficient de Poisson « ν » est une constante élastique permettant de caractériser la contraction de la matière perpendiculairement à la direction de l'effort appliqué ($\nu = \frac{Contraction transversale}{Allongement axial}$). Cette constante est généralement comprise entre 0,2 (matériaux durs) et 0,4 (matériaux ductiles).
plastiques irréversibles au cours des cycles thermiques peut induire une augmentation des contraintes par écrouissage à l'interface avec un autre matériau, comme par exemple la céramique du DBC. Les propriétés nécessaires pour modéliser le comportement plastique d'un matériau sont la limite élastique et les paramètres d'écrouissages (module tangent isotrope ou cinématique).

IV.2.a.3 Loi de comportement viscoplastique

La viscoplasticité décrit l'écoulement par fluage de la matière, qui dépend du temps et de la température. Ainsi, les matériaux viscoplastiques présentent des déformations permanentes, comme les matériaux plastiques, mais subissent en plus un écoulement de matière par fluage. Il est généralement admis qu'un matériau est sensible au fluage pour des températures supérieures à la moitié de de son point de fusion ($T_{fus}/2$, avec T_{fus} exprimée en Kelvin).

Ainsi, en électronique, les brasures présentent un comportement viscoplastique. Pour modéliser ce comportement, plusieurs lois analytiques ont été développées, en particulier la loi d'Anand et la loi de Busso. Ces modèles sont principalement basés sur la loi d'Arrhenius qui introduit une énergie d'activation thermique Q, et qui indique que plus la température est élevée, pour une contrainte donnée, plus la vitesse de déformation sera grande. Il a été montré [WAN01] [GUE05] que le modèle proposé par Anand [ANA85] est la meilleure solution à adopter pour prendre en compte le comportement complexe des alliages de brasure aux températures d'utilisation de l'électronique (- $50^{\circ}C/+180^{\circ}C$).

En effet, la loi d'Anand permet de représenter à la fois le comportement plastique et le fluage des brasures en intégrant une variable interne (*s*) appelée « résistance à la déformation » dans la loi hyperbolique (équation IV.3). Cette variable n'a pas de sens physique précis, mais elle dépend de l'état de l'écrouissage et peut être considérée comme un "reflet" de l'état microstructural du matériau. En régime stationnaire, la variable (*s*) tend vers une valeur d'équilibre (*s**) qui dépend de la vitesse de déformation plastique équivalente et de la température. Sa valeur initiale est notée *sO* [ANA85].

La vitesse de déformation plastique est donnée par l'équation IV.3 :

$$\frac{d\varepsilon p}{dt} = A \times exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \times \left[sinh\left(\xi\frac{\sigma}{s}\right)\right]^{\frac{1}{m}} \quad [\acute{e}quation \ IV.3]$$

<u>Avec</u>:

εp : Déformation plastique,

- A : Facteur pré-exponentiel $[s^{-1}]$,
- ξ : Terme multiplicatif de la contrainte,
- σ : Contrainte équivalente [*Pa*],
- s : Résistance à la déformation $[Pa^{-1}]$,
- m : Sensibilité du taux de déformation,
- Q : Energie d'activation thermique du fluage [J/mol],
- R : Constante des gaz parfait [kJ/mol.K].

La vitesse de résistance à la déformation plastique est donnée par l'équation IV.4 :

$$\dot{s} = \left[ho \left| 1 - \frac{s}{s^*} \right|^a \times sign\left(1 - \frac{s}{s^*} \right) \right] \times \frac{d\varepsilon p}{dt} \quad [\acute{e}quation \, IV.4]$$

<u>Avec</u>:

h₀: Constante de durcissement/adoucissement [MPa],

s* : Valeur de saturation de la résistance à la déformation [*MPa*] associé à une valeur de T et de $\frac{d\varepsilon p}{dt}$,

a > 1 : Sensibilité de la consolidation ou de l'adoucissement avec la vitesse de déformation.

La valeur de saturation de la résistance à la déformation plastique est donnée par l'équation IV.5:

$$s^* = \hat{s} \left[\frac{\hat{c}p}{A} \times exp\left(\frac{Q}{RT} \right) \right]^n$$
 [équation IV.5]

<u>Avec</u>:

 \hat{s} : Coefficient de la valeur de saturation de la résistance à la déformation [*MPa*],

n : Sensibilité à la déformation de la valeur de saturation de la résistance à la déformation.

L'application du modèle d'Anand se fait au travers des 9 paramètres vus précédemment : s_0 , \hat{s} , h0, A, Q, n, ξ et a. Le module d'Young en fonction de la température doit également être défini afin de modéliser la diminution de la rigidité de la brasure en température.

IV.2.b Propriétés et lois de comportement des matériaux utilisés en électronique de puissance

A partir de caractérisations mécaniques, dans le domaine de sollicitation des matériaux en électronique, et de l'analyse des défaillances réalisée au chapitre I.4 (rupture des puces et substrats avec écrouissage des métallisations, fatigue des joints de brasure), le comportement et les propriétés mécaniques des matériaux utilisés en électronique de puissance sont résumés ci-dessous.

IV.2.b.1 Modélisation du comportement des puces et des substrats céramiques

Les puces et les substrats céramiques présentent une rupture brutale sans déformation permanente : ils sont donc modélisés par une loi thermo-élastique linéaire fragile. Les constantes élastiques et thermiques permettant la modélisation de ces matériaux sont issues de la bibliographie et sont résumées dans le tableau IV.1. Les propriétés sont considérées comme indépendantes de la température dans le domaine de sollicitation en électronique : -50°C/+180°C.

| | Si | SiC | Al ₂ O ₃ | AlN | Si ₃ N ₄ |
|---|------|------|--------------------------------|------|--------------------------------|
| Module d'élasticité [GPa] | 130 | 410 | 370 | 340 | 315 |
| Coefficient de Poisson | 0,22 | 0,16 | 0,25 | 0,25 | 0,26 |
| Contrainte max. en flexion [MPa] | 200 | 550 | 450 | 350 | 700 |
| CTE [ppm/K] | 2,5 | 3,7 | 6,8 | 4,7 | 2,7 |
| Densité | 2,3 | 2,5 | 3,95 | 3,3 | 3,4 |
| <u>Tableau IV.1</u> : Propriétés thermomécaniques des puces semi-conductrices et des substrats céramiques des modules de puissance [CURAMIK] [ZEA09] [ZHA14] [MPDB] | | | | | |

IV.2.b.2 Modélisation du comportement des semelles et des boitiers métalliques

En raison de leurs épaisseurs relativement importantes (plusieurs millimètres), les semelles et les murs de boitiers subissent des niveaux de contraintes inférieurs à leurs limites d'élasticité durant le fonctionnement d'un module de puissance. En effet, la plupart des semelles en matériaux composites à hautes fractions volumiques de renforts et les murs de boitier en kovar présentent une limite élastique très importante ou un comportement élastique fragile. Ainsi, un modèle thermoélastique linéaire est suffisant pour décrire leur comportement. Les propriétés physiques des semelles et murs de boîtiers sont présentées tableau IV.2.

| | Cu | Al | Kovar <i>FeNiCo</i> | Cu/W 80%W | AlSiC 63%SiC | AlSi 70%Si | Al/CF 50%CF | Cu/CF 40%CF | Al/D 60%D |
|---|--------------|--------------|------------------------|--------------|-----------------|---------------|----------------|----------------|--------------|
| Module d'élasticité [GPa] | 120 | 68 | 150 | 310 | 180 | 125 | 95 | 90 | 310 |
| Coefficient de Poisson | 0,35 | 0,34 | 0,3 | 0,25 | 0,27 | 0,26 | 0,3 | 0,3 | 0,25 |
| Résistance max. en flexion [MPa] | 300 | 200 | 500 | 1150 | 450 | 143 | 130 | 110 | 206 |
| Limite élastique [MPa] | [200 -30] | [200 -20] | 280 | - | 250 | 130 | 90 | 90 | - |
| CTE [ppm/K] | 17 | 24 | 5,5 | 6,5 | 7,5 | 7,2 | // 7 ⊥ 23 | //6 ⊥18 | 7 |
| Densité | 8,96 | 2,7 | 8,4 | 17 | 3 | 2,5 | 2,4 | 6,2 | 3,2 |
| <u>Tableau IV.2</u> : Propriétés thermomécaniques des semelles et boitiers métalliques des modules de puissance [OCC98] [GEF08] [OSP14] [NOVAPACK] [NMIC] [MPDB] [ZEA09] [ICMCB] | | | | | | | | | |

IV.2.b.3 Modélisation du comportement des métallisations

L'analyse des défaillances a montré que les métallisations en cuivre et en aluminium pouvaient se déformer plastiquement durant les cycles thermiques jusqu'à la rupture fragile des substrats. De plus, suivant le type de métallisation (électrochimique, PVD, feuille épaisse), leur degré de plasticité peut être plus ou moins marqué. Par exemple, les métallisations en cuivre (ou aluminium) d'un substrat céramique isolant, élaborées à partir d'un procédé haute température (procédé DBC ou AMD, par exemple), présenteront d'importantes déformations plastiques. En effet, durant le traitement thermique, la taille des grains des métallisations augmente entraînant une diminution importante de leur limite élastique (loi de Hall-Petch).

Les métallisations en cuivre et en aluminium sont donc modélisées par un comportement thermoélasto-plastique. Les propriétés et lois de comportement des métallisations ont été identifiées directement sur des substrats céramiques métallisés commerciaux (AIN-Cu et AIN-AI) [ZEA09]. Les dimensions des échantillons n'étant pas adaptées à la réalisation d'essais de tractions classiques, le module d'Young et les paramètres de plasticité (limite élastique, module tangent) des métallisations ont été déterminés par des essais de nano-indentations. Le coefficient de Poisson des métallisations a été déterminé par des mesures ultrasonores toujours sur les substrats métallisés [ZEA09]. Dans le domaine de température de fonctionnement d'un module de puissance, le module d'Young de ces métaux dépend de la température. Les propriétés des métallisations en fonction de la température sont résumées tableaux IV.3.

| | Cu | Al | | |
|--|---------------------------|-------------------------|--|--|
| Module d'élasticité [GPa] | E(T(K))= -0,1203*T(K)+155 | E(T(K))=-0,1057*T(K)+98 | | |
| Coefficient de Poisson | 0,35 | 0,35 | | |
| Limite élastique [MPa] | 35 | 20 | | |
| Module tangent [MPa] | 200 | 100 | | |
| CTE [ppm/K] | 17 | 24 | | |
| Densité | 8,96 | 2,7 | | |
| <u>Tableau IV.3</u> : Propriétés thermomécaniques des métallisations des substrats céramiques [ZEA09] [DUP06] | | | | |

IV.2.b.4 Modélisation du comportement des joints de brasure

L'endommagement par fatigue thermomécanique des brasures a été identifié comme l'un des principaux modes de défaillance des modules de puissance. En effet, les alliages de brasure ductiles à faible température de fusion (par exemple SnPb ou SnAgCu) sont soumis à des températures absolues de fonctionnement supérieures à la moitié de leur point de fusion. Leurs déformations viscoplastiques par fluage deviennent alors prédominantes sur leurs déformations élastiques et plastiques instantanées. La prise en compte de ces trois types de déformation est nécessaire à la bonne approximation de leur comportement. Ainsi les brasures ductiles, à faible température de fusion, présentent un comportement thermo-élasto-viscoplastiques. Comme décrit précédemment, le comportement viscoplastique des brasures ductiles peut être modélisé par la loi d'Anand. De plus, afin de modéliser la diminution de la viscosité des brasures proche de leur point de fusion, la dépendance de leur module d'Young avec la température est prise en compte. Ce dernier est considéré linéaire dans le domaine de température de fonctionnement du module de puissance (20°C-200°C [ZEA09]) puis diminue fortement proche du point de fusion de la brasure (voir figure IV.3). Le module d'Young est défini comme étant très faible (0,1 GPa) au-dessus de la température de fusion de la brasure. Les propriétés physiques ainsi que les paramètres d'Anand des brasures ductiles sont résumées tableau IV.4.

A l'inverse, les composés IMCs sont des matériaux durs, qui ne se déforment pas plastiquement. De plus, comme illustré dans le chapitre III, les joints IMCs présentent une rupture fragile, ainsi qu'une excellente résistance à la fatigue thermomécanique. Ainsi, ces derniers sont modélisés par une loi élastique linéaire. Les propriétés physiques du joint IMC Cu₃Sn sont résumées tableau IV.4.

| | Sn _{96,5} Ag _{3,5} | Sn _{95,5} Ag _{3,8} Cu _{0,7} | Pb ₉₅ Sn ₅ | $Au_{80}Sn_{20}$ | Cu₃Sn | | |
|-------------------------------------|---|--|----------------------------------|------------------|-------|--|--|
| Module d'élasticité [GPa] – 20°C | 50 | 52 | 16 | 65 | 110 | | |
| Coefficient de Poisson | 0,4 | 0,4 | 0,44 | 0,35 | 0,3 | | |
| Limite élastique [MPa] | - | - | - | σ(T°C)=306-0,9×T | - | | |
| CTE [ppm/K] | 22 | 22 | 28 | 16 | 18 | | |
| Densité | 7,36 | 7,39 | 10,8 | 14,51 | 8,9 | | |
| Résistance max. en tension [MPa] | 35 | 35 | 25 | 275 | >100 | | |
| Paramètre d'Anand | | | | | | | |
| s ₀ [MPa] | 5,07 | 10,05 | 15,09 | | | | |
| Q/R [K] | 12548,7 | 8871,3 | 15583 | | | | |
| A [s ⁻¹] | 3,088e ⁸ | 1,977e ⁵ | 3,25e ¹² | | | | |
| ξ | 7 | 7 | 7 | | | | |
| m | 0,27 | 0,304 | 0,143 | | | | |
| h ₀ [MPa] | 2503 | 1508 | 1787 | | | | |
| ŝ [MPa] | 28,08 | 43,77 | 72,73 | | | | |
| n | 0,08 | 0,059 | 0,0044 | | | | |
| а | 3,17 | 1,17 | 3,73 | | | | |
| Tableau | Tableau IV.4 : Propriétés thermomécaniques des brasures électroniques | | | | | | |



Ainsi, la prise en compte des propriétés et lois de comportement des matériaux définies précédemment permet de modéliser le comportement thermomécanique des assemblages de puissance de façon plus précise et plus proche de la réalité qu'avec des lois linéaires élastiques simples. En revanche, la modélisation du comportement inélastique des matériaux engendre une augmentation importante des durées de calcul.

IV.2.c Définition des grandeurs thermomécaniques

Il existe différents types de contraintes (contraintes de cisaillement, de tension, de compression, de Von-Mises), et de déformations (tenseur des déformations, déformations effectives, déformations plastiques effectives), mais aussi des densités d'énergies (densité d'énergie de déformation inélastiques) permettant de caractériser le comportement thermomécanique d'un module de puissance. Nous allons donc définir les grandeurs qui nous intéressent particulièrement.

IV.2.c.1 Les contraintes de Von-Mises

De manière générale, les contraintes mécaniques provoquées par les sollicitations thermiques peuvent être des contraintes de traction-compression (σx , σy , σz) ou de cisaillement (τxy , τxz , τyx , τyz , τzx , τzy). La figure IV.4 représente la distribution de ces contraintes dans un plan élémentaire.



Ainsi, le tenseur des contraintes suivant les trois directions de l'espace x, y et z s'écrit :

$$\begin{bmatrix} \sigma x & \tau xy & \tau xz \\ \tau yx & \sigma y & \tau yz \\ \tau zx & \tau zy & \sigma z \end{bmatrix}$$
 Équation IV.6

En température, la flexion d'un assemblage de matériaux ayant des CTE différents (effet bilame) induit des contraintes de cisaillement dans le joint mais également des contraintes de tension et de compression. Afin de simplifier le post-traitement des simulations et d'éviter l'analyse des contraintes dans chaque direction de l'espace, le critère de Von-Mises a été défini. La contrainte de Von-Mises (*S*), dont l'expression est illustrée par l'équation IV.7, donne une valeur « moyenne » des contraintes que peut subir un matériau. La contrainte de Von-Mises est également utilisée comme un critère de plasticité. En effet, si la contrainte de Von-Mises induite est supérieure à la limite d'élasticité du matériau alors on peut considérer que le matériau se déformera plastiquement. A l'inverse, si la contrainte de Von-Mises est inférieure à la limite élastique du matériau alors celui-ci restera dans son domaine élastique [MER05].

$$S = \sqrt{\frac{1}{2} [(\sigma x - \sigma y)^2 + (\sigma y - \sigma z)^2 + (\sigma x - \sigma z)^2 + 6(\tau x y^2 + \tau y z^2 + \tau x z^2)]}$$

Equation IV.7 : Expression de la contrainte de Von-Mises [COMSOL1]

Durant notre étude, les contraintes de Von-Mises seront utilisées afin de caractériser l'endommagement des différents assemblages.

IV.2.c.2 Les déformations inélastiques

De la même manière que pour les contraintes, il existe un tenseur de déformations élastiques, plastiques et viscoplastiques dans les trois directions de l'espace. Dans notre étude, nous nous intéresserons particulièrement aux déformations plastiques et viscoplastiques des matériaux.

Afin de caractériser l'endommagement des métaux, comme les métallisations en cuivre, les déformations plastiques effectives ($\epsilon p e$) seront analysées. Comme pour les contraintes de Von-Mises, il s'agit d'une « moyenne des déformations plastiques », dont l'expression est définie équation IV.8.

$$\varepsilon pe = \int_0^t \dot{\varepsilon} pe.\,dt$$

$$\dot{\varepsilon}pe = \sqrt{\frac{1}{2}[(\dot{\varepsilon}px - \dot{\varepsilon}py)^2 + (\dot{\varepsilon}py - \dot{\varepsilon}pz)^2 + (\dot{\varepsilon}px - \dot{\varepsilon}pz)^2 + 6(\dot{\varepsilon}pxy^2 + \dot{\varepsilon}pyz^2 + \dot{\varepsilon}pxz^2)]}$$

<u>Equation IV.8</u> : Expression de la déformation plastique effective où *èpe* représente le taux de déformation plastique effective [COMSOL1]

L'endommagement des brasures (comportement viscoplastique) sera caractérisé par le calcul de la densité d'énergie de déformation inélastique accumulée dans les joints au cours du brasage et des cycles thermiques. En effet, lors de déformations induites par une contrainte, une énergie de déformation est dissipée dans le matériau contraint. Pour un matériau parfaitement élastique, l'énergie absorbée lors du chargement est entièrement restituée lors du déchargement. Dans le cas de comportements inélastiques, une partie de l'énergie de chargement est dissipée dans le matériau par des mécanismes de friction, des mouvements de dislocations ou du fluage. Ainsi, l'accumulation de la densité d'énergie dissipée par fluage constituera un critère de fracture des joints de brasures. Au-dessus d'un certain niveau d'énergie, déterminé par l'expérience, la brasure sera défaillante. La densité d'énergie de déformation inélastique dissipée est donnée par l'aire sous la courbe contrainte-déformation (équation IV.9)

$$W = \int_{\varepsilon i j initiale}^{\varepsilon i j f inale} \sigma \, . \, d\varepsilon$$

<u>Equation IV.9</u> : Expression de la densité d'énergie de déformation dissipée (W en [J/m³]) où σ représente les contraintes et εij les déformations inélastiques [COMSOL2]

Ainsi, nous avons défini les propriétés des matériaux ainsi que les grandeurs thermomécaniques permettant la modélisation la plus proche possible de la réalité du comportement des assemblages en électronique de puissance. Dans la troisième partie de ce chapitre, la fiabilité des assemblages IMCs, par rapport aux brasures SAC, sera évaluée à partir du développement d'un modèle numérique.

IV.3 Evaluation numérique de la fiabilité des assemblages IMCs

Le procédé de report IMC a été principalement développé pour l'assemblage de substrats DBC sur des drains thermiques, pour des applications à haute température en électronique de puissance. En effet, les joints IMCs présentent une excellente tenue mécanique en cisaillement. De plus, une des problématiques du groupe 4 de l'ICMCB « *Métallurgie et Matériaux Fonctionnels* » est de développer des drains thermiques en matériaux composites à CTE adaptable, afin de réduire les contraintes thermomécaniques entre le DBC et le drain thermique. Ainsi, dans cette partie, nous cherchons à évaluer, à l'aide des outils numériques, la possibilité d'intégrer l'assemblage IMC d'un DBC sur une semelle en matériau composite à CTE contrôlé, utilisé dans les modules de puissance.

Afin de caractériser la fiabilité et le comportement thermomécanique des assemblages IMCs durant leur durée de vie, les contraintes résiduelles après report IMC puis l'endommagement induit en cyclage thermique seront déterminés par simulation numérique par éléments finis. Cet endommagement sera comparé à celui induit dans les brasures SAC afin de caractériser leurs performances relatives.

IV.3.a Description du modèle numérique

IV.3.a.1 La géométrie du modèle et les conditions aux limites

Le DBC est constitué d'une céramique en alumine de dimension 15 mm x 15 mm x 0,63 mm métallisée sur ces deux faces par une couche de cuivre de 0,3 mm d'épaisseur. Le drain thermique en matériau composite est une «plaque» de 30 mm x 30 mm x 2 mm, également métallisée par une couche de cuivre de 0,1 mm d'épaisseur. Un joint IMC, d'épaisseur 0,025 mm, permet d'assembler l'ensemble de la surface de la métallisation du DBC sur le drain thermique. La géométrie du modèle est illustrée sur la figure IV.5.a. Sur cette figure, nous pouvons observer que la géométrie réelle des matériaux est modélisée afin de s'affranchir des irrégularités géométriques (angles droits).

Expérimentalement (voir chapitre III), nous avons remarqué que le joint IMC se fissurait verticalement, afin de relaxer les contraintes appliquées. Ainsi, comme présenté sur la figure IV.5.b, un second modèle permettant de modéliser le comportement thermomécanique de l'assemblage avec un joint IMC fissuré verticalement a été développé.

Enfin, un troisième modèle a été mis au point afin de simuler le comportement des assemblages brasés. Dans ce modèle, une brasure SAC de *0,1 mm* d'épaisseur remplace le joint IMC (voir figure IV.13)

Au niveau des conditions aux limites, l'assemblage est modélisé en 2D avec un axe de symétrie au centre du modèle (modélisation de la moitié de l'assemblage), afin de réduire la durée du calcul. La température est appliquée uniformément dans tout l'assemblage.



IV.3.a.2 Les propriétés des matériaux et les lois de comportement

Comme présenté dans la partie IV.2, tous les matériaux (céramique, joint IMC et semelle) présentent un comportement élastique linéaire, sauf les métallisations en cuivre qui présentent un comportement plastique, avec une limite élastique relativement faible ($\sigma y=35$ MPa). La brasure SAC, ductile, est modélisée par un comportement viscoplastique qui lui permet de se déformer inélastiquement. Les propriétés des matériaux sont résumées dans la partie IV.2. Le CTE du drain thermique en matériau composite pourra varier de 5 ppm/K à 17 ppm/K, soit de valeurs inférieures et supérieures au CTE du substrat DBC (qui correspond à celui de l'alumine, soit 6,8 ppm/K).

IV.3.a.3 Le maillage

Afin de réduire la durée du calcul, nous cherchons à optimiser la taille des éléments du maillage, à partir d'une étude de convergence. Cette étude consiste à faire varier la taille des mailles et à suivre l'évolution d'une grandeur thermomécanique considérée. Pour notre étude, nous avons choisi de calculer l'évolution des contraintes de Von-Mises intégrées sur l'ensemble de la surface analysée, afin de prendre en compte tous les nœuds de cette surface. Une force moyenne (*en N*) est alors obtenue.

La figure IV.6 illustre la variation de la force appliquée sur la surface du joint IMC (entre deux fissures verticales), en fonction de la taille moyenne des éléments du maillage. Cette figure montre une stabilisation de la force pour des tailles moyennes d'éléments inférieures à 0,04 mm. Avec des tailles d'éléments en dessous de cette valeur, l'erreur relative reste inférieure à 3% par rapport à la plus petite taille d'élément considérée (0,015 mm). La stabilisation des gradeurs thermomécaniques confirme l'absence de singularité géométrique et donc la validité de notre modèle.

Ainsi, les modèles sont maillés à partir d'éléments triangulaires de taille moyenne 0,04 mm.



IV.3.b Influence des contraintes résiduelles

Tout d'abord, nous cherchons à évaluer l'effet du procédé d'assemblage, par report IMC et par brasage SAC, sur l'endommagement de l'interconnexion. Les contraintes résiduelles induites après assemblage sont alors quantifiées en fonction du CTE du drain thermique et de la fissuration verticale du joint IMC.

Les procédés de report IMC et de brasage SAC sont modélisés par une même technique décrite cidessous, où seules les propriétés des matériaux sont différentes. Comme illustré sur la figure IV.7, le procédé est simulé en deux parties :

- Simulation de la montée en température de l'ambiante (25°C) à une température supérieure à la température de fusion du métal d'apport, soit 250°C. La montée en température est simulée avec une température de référence des dilatations de 25°C, afin de quantifier les déformations des matériaux en température. Durant cette phase, les valeurs du module d'Young des joints IMC et SAC sont imposées à 0,01 GPa car le DBC n'est pas encore lié mécaniquement à la semelle,
- Simulation de la descente en température jusqu'à l'ambiante avec une pente de 10°C/min. Du fait de l'accrochage mécanique à 250°C, le refroidissement est simulé avec une température de référence égale à 250°C. Les déformations calculées dans la simulation précédente sont appliquées à cette seconde simulation en conditions initiales. L'effet de la vitesse de refroidissement est pris en compte car les brasures présentent un comportement viscoplastique dépendant du temps. Le durcissement de la brasure durant le refroidissement est modélisé par l'augmentation de son module d'Young. Dans le cas d'un joint IMC, le module d'Young est considéré constant (voir tableau IV).



IV.3.b.1 Après report IMC

La figure IV.8 illustre la distribution des contraintes résiduelles de Von-Mises, ainsi que la déformation des assemblages IMCs après refroidissement, en fonction du CTE du drain thermique. Le drain thermique en matériau composite présente cinq valeurs de CTE différentes : *5, 7, 10, 14 et 17 ppm/K.*



Nous observons que plus la différence de CTE entre le DBC (*6,8 ppm/K*) et le drain thermique est importante, plus l'assemblage est déformé après refroidissement par effet bilame (flexion concave (voir figure IV.c-e) ou convexe (voir figure IV.a)). Ainsi, suivant le CTE du drain thermique, la distribution des contraintes de Von-Mises, mais également les valeurs et la localisation des contraintes maximales sont différentes. La figure IV.9 quantifie les contraintes maximales de Von-Mises induites dans les matériaux les plus contraints, à savoir le joint IMC et le DBC, en fonction du CTE du drain thermique.



Nous constatons que les contraintes induites dans le joint IMC sont élevées, entre *160 et 250 MPa*. En effet, durant le refroidissement, le joint IMC modélisé par un comportement élastique ne peut pas relaxer les contraintes par déformation inélastique, contrairement aux alliages de brasure. En revanche, d'après les essais mécaniques du chapitre III, ces valeurs de contraintes engendrent très certainement la formation locale de microfissures verticales au sein du joint IMC lui permettant de dissiper une quantité importante d'énergie et donc d'éviter sa délamination. Paradoxalement, nous observons que les contraintes dans le joint IMC augmentent lorsque le CTE du drain thermique diminue et s'accorde avec celui du DBC. En effet, à faible CTE (par exemple *7 ppm/K*), l'augmentation des contraintes s'explique par la différence de CTE entre le joint IMC dur (*18 ppm/K*) et les matériaux de l'assemblage (Al₂O₃ et le drain thermique). A CTE élevé (par exemple *17 ppm/K*), la flexion de l'assemblage, induite par la différence de CTE entre le drain thermique et le DBC, génère dans le joint IMC des contraintes plus faibles. Ces contraintes sont localisées au centre du modèle (sur l'axe de symétrie), où la flexion de l'assemblage est maximale.

En revanche, les contraintes induites dans le DBC sont minimales lorsque le CTE du drain thermique est accordé avec celui de l'alumine (*6,8 ppm/K*). En effet, l'assemblage est alors peu déformé. Lorsque le CTE du drain thermique augmente, la flexion de l'assemblage engendre des contraintes thermomécaniques importantes dans l'alumine, au centre de l'assemblage.

Les métallisations en cuivre étant très ductiles (limite élastique de *35 MPa*), ces dernières se déforment plastiquement durant le report IMC, en particulier au niveau de leurs extrémités. Ainsi, à l'extrémité de l'assemblage, les contraintes dans le joint IMC sont faibles (relaxation des contraintes

dans les métallisations). Les contraintes induites dans les métallisations sont toujours inférieures à leur limite élastique.

La figure IV.10 ci-dessous illustre l'effet de la fissuration verticale du joint IMC sur la distribution des contraintes résiduelles dans l'assemblage après report IMC, toujours en fonction du CTE du drain thermique (trois valeurs de CTE représentées 7, 10 et 17 ppm/K) :



Le même comportement qu'avec un joint IMC homogène est observé, à savoir la flexion de l'assemblage de plus en plus importante lorsque la différence de CTE entre le DBC et le drain thermique augmente. Afin de quantifier les contraintes résiduelles, la figure IV.11 présente les contraintes maximales induites dans le joint IMC fissuré et dans le DBC correspondant en fonction du CTE du drain thermique, et en comparaison avec celles calculées précédemment à partir d'un joint IMC homogène.



Nous pouvons observer que la fissuration du joint IMC engendre une diminution importante des contraintes dans ce dernier, de plus de 60%. En effet, les fissures verticales permettent au joint IMC d'accommoder plus facilement les déformations de l'assemblage, en relaxant ses contraintes dans les métallisations en cuivre au niveau de chaque fissure et pas seulement au niveau de l'extrémité de l'assemblage. Ainsi, comme illustré sur la figure IV.12 et comme observé expérimentalement (voir figure III.54 du chapitre III), les métallisations en cuivre présentent des déformations plastiques au niveau de chaque fissure, afin d'absorber les déformations de l'assemblage.



En revanche, le comportement thermomécanique du substrat DBC est identique après report à partir d'un joint IMC fissuré ou homogène. Les contraintes résiduelles sont minimisées lorsque la flexion de l'assemblage est la plus faible, c'est-à-dire lorsque le CTE du drain thermique est accordé avec celui de l'alumine (6,8 ppm/K).

En conclusion, afin de réduire les contraintes résiduelles dans le joint IMC et d'éviter une augmentation trop importante des contraintes dans l'alumine du DBC (flexion de l'assemblage), il est recommandé de sélectionner un drain thermique possédant un CTE compris entre 7 ppm/K et 10 ppm/K. Un matériau composite à matrice cuivre renforcé par 40 % de fibre de carbone, de CTE 10 ppm/K, semble donc optimal. Les contraintes résiduelles maximales induites après report sont alors d'environ 200 MPa dans un joint IMC homogène et 70 MPa dans un joint IMC fissuré verticalement, soit une valeur bien inférieure à la limite mécanique des joints IMCs en cisaillement (qui est supérieure à 100 MPa, voir chapitre III). Ainsi, ce modèle numérique montre qu'il est possible d'assembler par report IMC un substrat DBC sur une semelle en composite dans les modules de puissance, sans risque de fracture catastrophique.

IV.3.b.1 Après brasage SAC

Afin de comparer le comportement des assemblages élaborés à partir d'un joint IMC dur et d'une brasure SAC ductile de référence, la figure IV.13 illustre la distribution des contraintes résiduelles de Von-Mises, ainsi que la déformation des assemblages après brasage SAC, en fonction du CTE du drain thermique.



A nouveau, nous observons que plus la différence de CTE entre le drain thermique et le DBC est importante, plus l'assemblage brasé est déformé et les contraintes résiduelles sont importantes après refroidissement. Cependant, la flexion de l'assemblage et donc les contraintes résiduelles sont très inférieures à celles observées après report IMC. Par exemple (voir figure IV.14), pour un drain thermique de CTE *10 ppm/K*, les contraintes maximales dans le DBC et dans la brasure sont de *61 MPa* et *8 MPa*, tandis qu'elles atteignent respectivement *80 MPa* et *70 MPa* dans un assemblage IMC fissuré.



Les déformations inélastiques de la brasure SAC lors du refroidissement expliquent les plus faibles contraintes résiduelles dans les assemblages brasés, par rapport aux assemblages IMCs. En effet, la brasure SAC étant épaisse (100 μ m) et ductile, elle permet d'absorber et de relaxer une grande partie des déformations de l'assemblage, contrairement au joint IMC dur. La dilatation de la brasure ayant peu d'influence, les contraintes et l'endommagement de l'assemblage sont minimisés lorsque le CTE du drain thermique est accordé avec celui du DBC, soit environ 7 ppm/K.

Comme illustré sur la figure IV.15.a, les contraintes maximales dans les brasures se localisent au coin de l'interface avec la métallisation en cuivre du DBC. Sur la figure IV.15.b, nous constatons que les zones de fortes contraintes correspondent aux zones où la densité d'énergie de déformation inélastique dissipée dans la brasure (W_{in}) et donc l'endommagement de cette dernière sont maximaux. En effet, l'accumulation de la densité d'énergie dissipée par fluage au cours des cycles thermiques est la grandeur thermomécanique utilisée pour caractériser la durée de vie des brasures en fatigue (voir chapitre IV.2.c.2). Initialement, après brasage, la densité d'énergie de déformation maximale est de 12 *KJ/m*³ pour un drain thermique de CTE 10 *ppm/K*, tandis qu'elle est plus de dix fois supérieure (150 *KJ/m*³) quand le CTE du drain thermique est 17 *ppm/K*. Expérimentalement (voir figure IV.15.c), nous observons que la fissuration de la brasure est initiée au même endroit (à l'angle de la métallisation), ce qui confirme la validité de notre modèle.



En conclusion, le procédé de brasage SAC induit un endommagement (contraintes et déformations) moins important que le procédé de report IMC. Cependant, les brasures, qui présentent un comportement viscoplastique, sont très sensibles à la fatigue thermomécanique, contrairement aux joints IMCs élastiques. C'est pourquoi, afin de comparer la fiabilité de ces deux procédés de report en fonctionnement, il est nécessaire de modéliser l'endommagement induit dans les assemblages brasés et IMCs en cyclage thermique.

IV.3.c Influence de l'endommagement induit en cyclage thermique

De manière à déterminer l'influence du procédé de report, par brasage ou report IMC, sur la durée de vie des assemblages en fonctionnement, l'endommagement du joint brasé en cyclage thermique est tout d'abord évalué. Son endommagement est lié à l'accumulation d'énergie de déformation inélastique dissipée dans le joint au cours des cycles thermiques. Ensuite, le comportement thermomécanique de l'assemblage IMC sera comparé à celui de l'assemblage brasé. Le joint IMC étant modélisé par un comportement élastique, l'endommagement de l'assemblage IMC sera évalué en suivant l'accumulation des déformations plastiques permanentes dans les métallisations en cuivre du DBC au cours du cyclage.

La modélisation du cyclage des assemblages est réalisée à partir d'un drain thermique en matériau composite à matrice cuivre renforcé par 40% de fibre de carbone, de CTE 10 ppm/K. Les cycles thermiques simulés sont similaires à ceux définis dans le chapitre III (voir figure III.51) : +180°C/-45°C durant 1h.

IV.3.c.2 Endommagement de l'assemblage brasé SAC de référence

Afin de localiser les zones où se concentrent les contraintes durant le cyclage thermique de l'assemblage brasé, la figure IV.16 illustre la distribution des contraintes de Von-Mises, ainsi que la déformation de l'assemblage durant le troisième cycle thermique.



Durant le cyclage, les contraintes les plus importantes sont induites lorsque la température de l'assemblage est de -45°C (voir figure IV.16.b). Paradoxalement, à 180°C (voir figure IV.16.a), les

contraintes dans le DBC sont minimales (inférieures aux contraintes induites après retour du système à $20^{\circ}C$!), alors que c'est à cette température que les matériaux sont les plus dilatés (variation de température maximum par rapport à l'équilibre à $20^{\circ}C$: $\Delta T=160^{\circ}C$). En effet, à $180^{\circ}C$, les déformations inélastiques de l'alliage de brasure très ductile engendrent une relaxation des contraintes dans le joint qui retrouve un état proche de l'équilibre, alors que les matériaux élastiques comme la céramique du DBC ou la semelle restent dans un état dilaté. Ainsi, lors du refroidissement à $-45^{\circ}C$, en plus de l'augmentation de la rigidité de la brasure ($E_{SAC}=60$ GPa à $-45^{\circ}C$), la variation de température avec la nouvelle position d'équilibre à $180^{\circ}C$ est maximal ($\Delta T=225^{\circ}C$), ce qui engendre de fortes contraintes dans le DBC. Il faut également noter qu'après seulement 3 cycles de température ($+180/-45^{\circ}C$), le système n'est plus à l'équilibre à $20^{\circ}C$ et des contraintes importantes restent appliquées à l'extrémité de l'assemblage, à l'interface entre la céramique et la métallisation en cuivre (60 MPa, voir figure IV.16.c). Ces contraintes sont induites par les déformations inélastiques de la brasure et des métallisations en cuivre du DBC et augmentent, de ce fait, au cours des cycles.

La figure IV.17 illustre l'évolution de la contrainte de Von-Mises au cours de six cycles thermiques, sur un nœud dans la brasure qui se situe à l'angle de l'interface avec la métallisation en cuivre. D'après la figure IV.15, ce nœud correspond à la zone la plus endommagée de la brasure.



A nouveau, la contrainte est maximale lors de la phase de refroidissement jusqu'à -45°C, du fait des importantes déformations inélastiques de la brasure à 180°C qui trouve un nouvel d'état d'équilibre et de l'augmentation de la rigidité de cette dernière à basse température. Lors du chauffage, les contraintes dans la brasure diminuent pour atteindre un minimum à 180°C.

Nous pouvons également observer qu'à chaque palier de température, les contraintes sont partiellement relâchées par fluage dans la brasure. Cependant, l'accumulation de déformations inélastiques par fluage engendre de la fatigue dans la brasure. Afin de quantifier l'endommagement par fatigue au cours des cycles thermique, la figure IV.18 présente l'accumulation de la densité d'énergie inélastique dissipée dans le joint brasé en fonction du temps.



La densité d'énergie de déformation s'accumule dans la brasure lors des changements de phase du cyclage, et principalement lors du refroidissement à -45 °C. En effet, c'est durant cette phase que les contraintes appliquées dans le joint sont les plus importantes (voir figure IV.17). Sur la figure IV.19, nous constatons que la densité d'énergie de déformation inélastique accumulée dans le joint brasé augmente linéairement avec le nombre de cycle. Ainsi, la densité d'énergie de déformation (ΔW_{in}) en fonction du nombre de cycles (N) est donnée par la relation suivante :

$$\Delta W_{in} = 345, 2 \times N - 285$$
 Équation IV.10

Avec, ΔW_{in} : densité d'énergie de déformation inélastique [KJ/m³],

N : nombre de cyles thermiques.

Nous pouvons également noter que la densité d'énergie de déformation accumulée lors du cyclage (par exemple 720 KJ/m³ après trois cycles) est très supérieure à celle induite lors du procédé de brasage (12 KJ/m³). Ainsi, pour les alliages de brasure, l'endommagement résiduel après brasage est négligeable devant celui induit lors du cyclage thermique.



Afin de déterminer la durée de vie des joints brasés, des modèles de fatigue sont développés dans la littérature. Ces modèles en loi de puissance, de type Coffin-Manson, expriment le nombre de cycles à rupture en fonction du niveau de la sollicitation cyclique appliquée. Ils nécessitent donc la connaissance d'une grandeur physique cyclique induite dans la brasure, telle que l'amplitude de déformation inélastique ou la densité de travail inélastique par cycle. Afin de se rapprocher de notre application, nous avons choisi d'utiliser la loi de Morrow modifiée en fréquence [PAN04], qui permet de déterminer le nombre de cycle à rupture en fonction de la densité d'énergie de déformation accumulée par cycle et de la fréquence de la sollicitation. La loi de Morrow modifiée en fréquence et les valeurs des paramètres du modèle de fatigue sont décrites ci-dessous [PAN04] :

 $(N_f \times v^{k-1})^{\alpha} \Delta W_{in} = \theta$ Équation IV.11

Avec, ΔW_{in} : densité d'énergie de déformation inélastique accumulée pendant un cycle [J/m^3],

- N_f: nombre de cycles thermiques à rupture,
- v : fréquence de la sollicitation [Hz],
- k : exposant de fréquence = 0,76,
- α : exposant de ductilité en fatigue = **0,89**,
- Θ : coefficient de ductilité en fatigue = **445,4 MPa.Hz**^{(k-1) α .}

L'identification des paramètres du modèle s'effectue par la mesure directe de la déformation et du nombre de cycles à défaillance sur des éprouvettes spécifiques de cisaillement. Une seconde méthode consiste à mesurer le nombre de cycles à défaillance de composants électroniques assemblés sur des cartes de test par un suivi électrique de l'assemblage. Ensuite, un modèle par éléments finis permet de calculer la densité d'énergie de déformation inélastique cumulée par cycle correspondant à la rupture. D'après notre modèle numérique, la densité d'énergie de déformation inélastique accumulée pendant un cycle est de **345 KJ/m³** et la fréquence de sollicitation de **0,2 mHz**.

Ainsi, par calcul, nous pouvons prédire la rupture par fatigue du joint de brasure réalisant l'assemblage d'un DBC sur une semelle en composite de *CTE 10 ppm/K* après un nombre de cycles relativement faible : **405 cycles**. Dans la littérature [BOU08], des essais expérimentaux de cyclage passif (+120/-40°C) d'un substrat DBC brasé ($SnCu_{0,7}$) sur une semelle en cuivre (17 ppm/K) ont montré que la rupture du joint intervient après 200 cycles (voir figure IV.15.c). Ainsi, la loi de Morrow donne un ordre de grandeur cohérent du nombre de cycle à la rupture par fatigue des alliages de brasure. Ce modèle est appliqué à titre indicatif et n'est pas strictement rigoureux car les paramètres de la loi, déterminés expérimentalement, peuvent varier selon la géométrie du joint et les modélisations numériques effectuées.

Néanmoins, nous pouvons conclure que les joints de brasure sont très sensibles à la fatigue thermomécanique lors du cyclage, ce qui rend les assemblages brasés peu fiables en fonctionnement pour des applications à haute température (supérieure à *180°C*).

IV.3.c.2 Endommagement de l'assemblage IMC

Afin de comparer le comportement thermomécanique en cyclage thermique de l'assemblage IMC à celui de l'assemblage brasé, la figure IV.20 illustre la distribution des contraintes de Von-Mises et la déformation de l'assemblage IMC à trois différentes températures (*180°C, -45°C et retour à 20°C*) lors du 3^{ème} cycle thermique.

Pour une meilleure compréhension, les évolutions des contraintes maximales induites durant le cyclage dans le substrat DBC des assemblages IMCs et brasés sont également analysées et comparées sur la figure IV.21.





Contrairement à l'assemblage brasé, les contraintes maximales dans l'assemblage IMC sont induites à 180° C, lorsque les matériaux sont les plus dilatés (variation de température maximum par rapport à l'équilibre à 20° C : $\Delta T = 160^{\circ}$ C). En effet, le joint IMC ayant un comportement élastique, il ne peut pas

« absorber » les déformations de l'assemblage par fluage à haute température, engendrant des contraintes importantes. Cependant, lors du refroidissement à -45°C, le joint IMC élastique repasse par une position d'équilibre non dilaté à 20°C, ce qui permet une diminution des contraintes dans le DBC ($\Delta T=65^{\circ}C$). A l'inverse, avec une brasure déformée inélastiquement à 180°C (nouvel état d'équilibre), les contraintes dans le DBC augmentent linéairement lors du refroidissement ($\Delta T=225^{\circ}C$) (voir figure IV.21, courbe bleue). Ainsi, en cyclage, les contraintes maximales appliquées dans le DBC de l'assemblage IMC (à 180°C) sont inférieures à celles induites dans le DBC de l'assemblage brasé (à -45°C), à cause des déformations inélastiques des brasures. Nous pouvons également noter qu'à 20°C, l'assemblage IMC ne retrouve pas totalement sa position d'équilibre, à cause des déformations plastiques et permanentes des métallisations en cuivre du DBC.

Afin de confirmer ce comportement, la figure IV.22 illustre l'évolution de la contrainte maximale de Von-Mises appliquée dans le joint IMC au cours de six cycles thermiques.



A nouveau, nous observons que les contraintes dans le joint IMC augmentent lors de la phase de chauffage à 180°C et diminuent lors du refroidissement à 20°C, à l'inverse du comportement des alliages de brasure (voir figure IV.17). A 180°C, des contraintes relativement importantes, d'environ 170 MPa, sont induites, principalement à cause de la rigidité du composé IMC. Cependant, ces contraintes sont inférieures aux contraintes résiduelles après report (environ 200 MPa) et restent constantes au cours des cycles thermiques. Ainsi, si le joint IMC ne se délamine pas sous les contraintes résiduelles après report, alors ce dernier sera extrêmement fiable en cyclage thermique.

Cependant, comme présenté dans la chapitre I (voir la figure I.34 d'*Infineon*), la défaillance des assemblages IMCs en cyclage thermique est principalement induite par la rupture de la métallisation en cuivre inférieure du DBC [HEU14]. Ainsi, afin d'évaluer la fiabilité des assemblages IMCs, il est nécessaire de quantifier l'endommagement des métallisations en cuivre au cours du cyclage et à le comparer avec celui des métallisations des assemblages brasés. C'est pourquoi, la figure IV.23 présente l'évolution des déformations plastiques accumulées dans les métallisations en cuivre du DBC des assemblages IMC et brasé SAC en fonction du temps au cours de cinq cycles thermiques.



Comme l'énergie de déformation inélastique dissipée dans les brasures, les déformations plastiques dans les métallisations en cuivre du DBC s'accumulent lors des changements de phase du cyclage. Sur la figure IV.23, nous constatons que les déformations plastiques des métallisations de l'assemblage brasé sont plus importantes que celles des métallisations de l'assemblage IMC. En effet, comme illustré sur la figure IV.21, les contraintes induites en cyclage thermique dans le DBC de l'assemblage brasé sont supérieures à celles induites dans l'assemblage IMC. Ainsi, en fonctionnement, la durée de vie des métallisations en cuivre du DBC de l'assemblage IMC sera supérieure à celle du DBC brasé.

De plus, ces déformations plastiques augmentent linéairement avec le nombre de cycles. Ainsi, les déformations plastiques (ΔEp) des métallisations des assemblages IMCs et brasés peuvent être calculées en fonction du nombre de cycles (N) par les relations suivantes :

| - | Assemblage SAC : | $\Delta 	extsf{Ep}_{	extsf{SAC}} = 0,014	imes N-0,0021$ | Équation IV.11 |
|---|------------------|---|----------------|
| - | Assemblage IMC : | $\Delta Ep_{IMC} = 0,011 \times N - 0,0031$ | Équation IV.12 |

En connaissant le nombre de cycle menant à la rupture des métallisations en cuivre de l'assemblage IMC (à partir d'un essai expérimental de cyclage passif) et de l'équation mathématique IV.12, il est possible de déterminer la valeur de déformation plastique accumulée dans les métallisations engendrant leur fissure. A partir de ce critère de rupture et d'un modèle numérique applicatif, nous pouvons alors déterminer la défaillance des métallisations et donc la durée de vie de l'assemblage IMC dans n'importe quelle application.

Pour conclure, cette analyse numérique nous a permis de montrer que l'endommagement en cyclage induit dans les assemblages IMCs est inférieur à celui induit dans les assemblages brasés, que ce soit au niveau du joint ou des métallisations en cuivre. Ainsi, les modèles numériques développés au cours de cette thèse confirment nos résultats expérimentaux (chapitre III) et ceux de la littérature (*Infineon*) : le remplacement des joints de brasure par des joints IMCs permet d'améliorer la fiabilité des modules de puissance pour des applications à haute température (supérieure à 180°C).

IV.4 Mise en œuvre du procédé de report IMC TLPB

Au cours des chapitres précédents nous avons développé un procédé de report IMC optimal et démontré la fiabilité des joints IMCs en cyclage à partir de matériaux "modèles" élaborés à l'ICMCB (substrats en cuivre ou en composite cuivre / fibres de carbone). De plus, le développement de modèles numériques a permis de quantifier l'endommagement "théorique" des assemblages IMCs dans les modules de puissance en fonctionnement. Ainsi, afin de confirmer ces résultats au niveau industriel, nous cherchons, dans la dernière partie de cette thèse, à mettre en œuvre le procédé de report IMC pour l'assemblage de composants électroniques. L'assemblage IMC de matériaux industriels a deux principaux objectifs :

- Confirmer les mécanismes du procédé de report IMC développé au cours de cette thèse. Il s'agit notamment de démontrer la nécessité d'insérer une barrière de diffusion Cu₃Sn afin de réduire la porosité dans les joints IMCs et de s'affranchir des limitations sur les paramètres d'assemblage,
- Démontrer la possibilité d'assembler par report IMC des matériaux à faible CTE, comme des puces en Si (2,5 ppm/K) ou des murs de boitier en ferronickel (FeNi, 4 ppm/K), sans entraîner la rupture des joints IMCs. En effet, par simulation numérique, nous avons mis en évidence que des contraintes résiduelles importantes été induites dans le joint IMC à cause de la différence de CTE entre le joint IMC dur et les matériaux à assembler.

Avant report IMC, les composants électroniques sont métallisés par une couche de cuivre et d'étain, préférentiellement par voie électrolytique afin de limiter les coûts de production. Comme décrit dans le chapitre II.3, les dépôts électrochimiques sont réalisés en sous-traitance par la société *l'ELECTROLYSE*. Cependant, il est nécessaire de déterminer les épaisseurs optimales des couches à déposer et notamment celle de la métallisation en cuivre, qui a une influence importante sur la fiabilité de l'interconnexion. En effet, cette dernière doit être suffisamment épaisse de façon à éviter sa consommation complète lors de la réaction avec l'étain pour former les phases IMCs. Un excès de métallisation en cuivre dans l'interconnexion permet notamment d'assurer une bonne adhésion du joint sur les composants. De plus, elle joue un rôle de couche tampon permettant de relaxer les contraintes mécaniques et d'absorber les déformations induites durant l'assemblage. Cependant, pour l'assemblage de matériaux fragiles et de faibles épaisseurs comme les puces en Si, une épaisseur de Cu trop importante peut engendrer des contraintes thermomécaniques à l'interface puce/métallisation et ainsi réduire la fiabilité de l'interconnexion.

Le ratio entre les épaisseurs de cuivre et d'étain consommées par la réaction de formation de l'IMC Cu₃Sn, suivant la réaction $3Cu + Sn \rightarrow Cu_3Sn$, est donné par la relation suivante :

$$\frac{ecu}{esn} = \frac{mcu \times \rho sn}{msn \times \rho cu} = \frac{3 \times Mcu \times \rho sn}{Msn \times \rho cu} = 1.31 \quad (équation IV. 13)$$

Ainsi, si l'épaisseur du métal d'apport est de 10 μ m, la transformation de Sn en Cu₃Sn engendre la consommation d'une épaisseur totale de cuivre de 13,1 μ m. Il est donc nécessaire de déposer une métallisation d'épaisseur supérieure à $\frac{13,1}{2}$ ~6,5 μ m sur chaque composant à assembler, car le cuivre est consommé au niveau des deux interfaces. En pratique, l'épaisseur totale de cuivre devra être 1,5 *fois* supérieure à celle de la phase d'étain, afin que l'interconnexion contienne une phase de cuivre à la fin de la réaction.

IV.4.a Assemblage de puces en Si

Dans un premier temps, afin de démontrer la faisabilité du procédé de report IMC pour l'assemblage de composants électroniques à faible CTE, deux puces en Si de CTE 2,5 ppm/K sont assemblés à partir d'un joint IMC. Les puces, de dimensions 4 x 4 x 0,725, sont métallisées par une couche de cuivre et d'étain d'épaisseur respective 10 μ m et 3 μ m.

IV.4.a.1 Caractérisation des joints IMCs élaborés par report IMC avec barrière de diffusion

L'assemblage des deux puces en Si est tout d'abord réalisé à partir du procédé de report IMC innovant, avec insertion d'une barrière de diffusion IMC Cu₃Sn. La métallisation Cu₃Sn est formée par un traitement thermique de la métallisation Sn à 250°C durant 30 minutes. Les micrographies du joint IMC entre les deux puces métallisées, élaboré à faible pression (5 KPa) durant 2 h à 250°C sous vide, sont illustrées sur la figure IV.24.



Sur ces micrographies, nous constatons que le report IMC de puces en Si à faible CTE n'engendre ni la fissuration des puces fragiles, ni la fracture du joint IMC. De plus, le joint IMC formé est homogène et ne présente pas de défaut majeur, tel que des macro-pores au centre du joint, quelles que soient les conditions expérimentales. En revanche, nous pouvons observer la formation de microporosité de Kirkendall à l'interface Cu/Cu₃Sn, due aux impuretés incorporées dans les métallisations lors des dépôts électrolytiques (voir chapitre II.3). Comme illustré sur la figure IV.25, le joint IMC présente également trois microfissures verticales le long de l'interconnexion permettant de relaxer les contraintes résiduelles lors du refroidissement. Ces défauts restent très locaux et n'ont pas

d'influence majeure sur les propriétés physico-chimiques du joint IMC.



Ainsi, le procédé de report IMC avec barrière de diffusion est fiable car il permet l'assemblage dans des conditions industrielles de matériaux fragiles à faible CTE, sans risque de rupture de l'interconnexion. Du fait de son faible taux de défaut et de sa faible épaisseur, le joint IMC formé présente d'excellentes propriétés thermiques et mécaniques.

IV.4.a.2 Caractérisation des joints IMCs élaborés par report IMC sans barrière de diffusion

Afin de mettre en évidence tout l'intérêt d'insérer une barrière de diffusion IMC entre les substrats et le métal d'apport, les puces sont également assemblées par le procédé de report IMC « classique », sans métallisation Cu₃Sn. Le report est alors effectué dans les conditions optimales déterminées dans le chapitre III, c'est-à-dire sous faible pression (*5 KPa*), à *250°C* avec une vitesse de chauffage de *1,5°C/min*, durant *2 h*, afin de limiter la formation de pores. Les micrographies du joint IMC formé sont illustrées sur la figure IV.26 ci-dessous :



Ces résultats confirment que sans barrière de diffusion, le joint IMC n'est pas homogène et présente un important taux de porosité. En effet, des macro-pores sont formés au centre du joint, à cause de la croissance irrégulière des grains IMCs en forme de « scallops ». La formation de ces pores est néfaste pour les propriétés thermomécaniques du joint IMC, c'est pourquoi le procédé de report avec barrière de diffusion, développé au cours de cette thèse, est à privilégier.

IV.4.b Assemblage d'un mur de boitier en kovar sur une semelle en cuivre

L'assemblage de boitier hermétique en électronique de puissance est une autre application envisagée pour le procédé de report IMC, comme alternative aux alliages de brasure à base d'or. C'est pourquoi, dans un second temps, nous cherchons à reporter un cadre en Kovar (*FeNi*₄₂) de CTE *4 ppm/K* sur une semelle en cuivre de CTE *17 ppm/K* par l'intermédiaire d'un joint IMC. L'objectif est de démontrer la possibilité d'assembler, par report IMC, des matériaux industriels à grande différence de CTE. En effet, d'après les simulations numériques précédentes, la différence de CTE entre le cuivre et le kovar engendre des contraintes thermomécaniques importantes dans le joint IMC, mais aussi dans les matériaux du boitier à cause de la flexion de l'assemblage par effet bilame. Un assemblage brasé SAC est également réalisé afin de comparer les deux procédés de reports.

Avant report IMC, le cadre en kovar est tout d'abord métallisé, par voie électrolytique, par une couche de cuivre et d'étain d'épaisseur respective 15 μ m et 3 μ m. La semelle en cuivre d'épaisseur 2

mm est étamé (1 μ m) par PVD. Ensuite, les métallisations en étain sont transformées en barrière de diffusion Cu₃Sn par un traitement thermique à 250°C durant 30 *minutes*.

Sur la photographie de l'assemblage illustrée figure IV.27, nous pouvons observer que le joint IMC n'est pas délaminé après report IMC, malgré l'importante flexion de l'assemblage.



Tout d'abord, nous cherchons à mettre en évidence la présence de défauts dans le joint IMC après report par une méthode de contrôle non destructive, afin d'éviter d'endommager l'assemblage lors de la caractérisation. En effet, la réalisation de micro-sections, associée à des observations microscopiques engendre la destruction de l'assemblage. Ainsi, nous avons choisi de caractériser les assemblages par microscopie acoustique à balayage (SAM). Les cartographies acoustiques des assemblages IMC et brasé d'un cadre en kovar sur une semelle en cuivre sont illustrées respectivement sur les figures IV.28.a et b.



Sur les cartographies acoustiques, les défauts dans les matériaux, tels que des porosités ou des fissures, sont visualisés par des pixels blanc. En effet, ces défauts sont assimilés à de l'air par les ondes acoustiques, qui sont alors réfléchies.

Sur la cartographie du joint IMC (figure IV.28.a), nous pouvons observer qu'après report, le joint est homogène sur toute la surface du cadre, mais présente localement des défauts. En particulier, les fortes contraintes appliquées dans le joint IMC engendrent la formation de fissures aux angles du cadre. Le joint de brasure ductile ne présente pas de fissure mais de larges pores, assimilables à des bulles d'air, le long de l'interface. Pour des applications aérospatiales, des boitiers électroniques hermétiques sont nécessaires. C'est pourquoi, dans un second temps, nous cherchons à caractériser l'herméticité du joint IMC. Comme illustré sur la figure IV.29, l'étanchéité des assemblages est testée en pompant l'intérieur de la cavité formée par le cadre en kovar, puis en injectant de l'hélium gazeux sur la partie extérieure du joint d'assemblage. Du fait de la flexion importante de l'assemblage, un joint en silicone est utilisé afin d'assurer l'étanchéité de la liaison entre le cadre FeNi retourné et le joint en caoutchouc du détecteur de fuite.



Sur le tableau IV.5, présentant les résultats d'herméticité, nous notons que les débits de fuite en hélium des deux assemblages, IMC et brasé, sont remarquablement bas (10⁸ mbar.l/s). Ainsi, malgré les défauts observés dans le joint IMC et dans la brasure SAC par microscopie acoustique, ces derniers sont hermétiques.

| | Assemblage IMC | Assemblage brasé | | |
|---|--------------------|--------------------|--|--|
| Débit de pompage (mbar.l/s) | 1×10 ⁻⁹ | 1×10 ⁻⁹ | | |
| Débit de fuite He (mbar.l/s) | 1×10 ⁻⁸ | 1×10 ⁻⁸ | | |
| <u>Tableau IV.5</u> : Débit de pompage et de fuite des assemblages IMC et brasé | | | | |

Enfin, afin de corréler ces résultats à la microstructure du joint IMC, la section de l'assemblage est également observée au microscope électronique. Les micrographies de l'interconnexion sont illustrées sur la figure IV.30.

Comme observé sur la cartographie acoustique, ces micrographies montrent que le joint IMC est homogène et présente un faible taux de porosité sur toute la surface d'assemblage. C'est pourquoi, l'assemblage IMC est hermétique. A plus fort grossissement, nous remarquons la formation de microfissures verticales dans le joint après report IMC. Ces fissures locales permettent au joint IMC d'accommoder les importantes déformations de l'assemblage induites lors du refroidissement, sans dégrader ses performances thermomécaniques. Nous pouvons donc conclure que les joints IMCs sont fiables lors de l'assemblage, sous hautes contraintes, de matériaux possédant une grande différence de CTE.



IV.5 Conclusion : application du procédé de report IMC

Après avoir développé un procédé de report IMC optimal et évalué expérimentalement la fiabilité des joints IMCs à partir de matériaux modèles, ce quatrième et dernier chapitre était orienté vers l'intégration industrielle du procédé. L'objectif de ce chapitre était donc d'évaluer la faisabilité du procédé de report IMC pour le packaging des modules de puissance, comme alternative aux alliages de brasure.

Dans un premier temps, des modèles numériques en éléments finis ont été développés afin de déterminer le comportement thermomécanique et la fiabilité en fonctionnement de l'assemblage IMC d'un DBC sur un drain thermique en matériau composite. Nous avons mis en évidence que même si les contraintes résiduelles induites après report dans l'assemblage IMC sont supérieures à celles induites dans l'assemblage brasé, l'assemblage IMC présente une plus grande durée de vie que l'assemblage brasé en cyclage thermique. En effet, les alliages de brasure sont sensibles à la fatigue thermomécanique contrairement aux joints IMCs élastiques. De plus, à cause des déformations inélastiques des brasures (équilibre à 180°C), l'endommagement induit dans le DBC de l'assemblage brasé en cyclage thermique est supérieur à celui induit dans l'assemblage IMC. Ainsi, si l'assemblage résiste au report IMC, alors le remplacement des joints de brasure par des joints IMCs permet d'améliorer la fiabilité des modules de puissance pour des applications à haute température.

Ensuite, afin de confirmer la faisabilité du procédé de report IMC, ce dernier a été mis en œuvre pour l'assemblage de matériaux industriels possédant des CTE différents. Il a été montré que malgré les importantes contraintes induites (notamment dans les joints IMCs), il est possible d'assembler par report IMC des matériaux fragiles à faible CTE comme des puces en Si, ainsi des matériaux à grande différence de CTE comme un cadre en Kovar sur une semelle en cuivre, sans entrainer la rupture du joint ni celle des matériaux de l'assemblage. De plus, les joints IMCs formés sont homogènes sur toute la surface d'assemblage et présentent un faible taux de porosité. Les joints IMCs sont donc hermétiques et possèdent d'excellentes propriétés thermomécaniques. Afin de relaxer les contraintes induites lors du report, des microfissures verticales sont formées au sein des joints IMCs. Ces défauts locaux n'ont pas d'influence sur les propriétés thermomécaniques des joints IMCs.

Ainsi, les assemblages IMCs sont fiables après report, ainsi qu'en cyclage thermique. Le procédé de report IMC développé au cours de cette thèse est donc prêt à être industrialisé pour le remplacement des joints de brasure en électronique de puissance.

Références bibliographiques

[ANA85] Anand L., "Constitutive equations for hot-working of metals", International Journal of Plasticity, vol. 1, 1985.

[BOU10] Bouarroudj-Berkani M., Dupont L., « Fatigue des composants électroniques de puissance – Physique de défaillance », Techniques de l'ingénieur, 2010.

[DUP06] Dupont L., Khatir Z., Lefebvre S., Bontemps S., "Effects of metallization thickness of ceramic substrates on the reliability of power assemblies under high temperature cycling", Microelectronics Reliability, N. 46, 1766-1771, 2006.

[CAZ07] Cazajus V., « Approches numérique et expérimentale de la liaison céramique métal réalisée par brasage en vue de la création d'un outil d'aide à la conception», Thèse de l'Institut National Polytechnique de Toulouse, 2007.

[CURAMIK] Curamik Ceramic substrate, Design rules, DBC and AMD technology https://www.rogerscorp.com/pes/curamik/products/3/curamik-Ceramic-Substrates.aspx

[COMSOL1] COMSOL, « Structural Mechanics Module – User's Guide » version 4.3b.

[COMSOL2] COMSOL, « Nonlinear Structural Mechanics Module – User's Guide » version 4.3b.

[DEN04] Deng X., Chawla N., Chawla K.K., Koopman M., "Deformation behavior of (Cu, Ag)–Sn intermetallics by nanoindentation", Acta Materialia 52 (2004) 4291–4303.

[GEF08] Geffroy P.M., Mathias J.D., Silvain J.F., "Heat Sink Material Selection in Electronic Devices by Computational Approach", Advanced Engineernig Materials 4, 2008.

[GUE05] Guédon-Garcia A., « Contribution à la conception thermo-mécanique optimisée d'assemblages sans plomb », Thèse de Doctorat de l'université de Bordeaux, 2005.

[HEU14] Heuck N., Guth K., Thoben M., Müller A., Oeschler N., Böwer L., Speckels R., Krasel S., Ciliox A., "Aging of new Interconnect-Technologies of Power-Modules during Power-Cycling", CIPS 2014, Nuremberg.

[MAT15] MATERION CORPORATION, "Materion Solder Alloys".

[MER05] Merle R., « Identification de modèle de comportements pour le crash-test automobile-Annexe : les critères de plasticité », Science de l'ingénieur, 2005.

[MON10] Monti R., Coppola F., Gasbarri P., Lecci U., "Residual stress brazing process induced in hybrid package for ISP applications", Acta Astronautica, 2010, N.66, 897–913.

[MPDB] JAHM software Inc., "Material Property Database (MPDB)".

[NMIC] Nano Materials International Corporation, Aluminum Diamond Composites for Microelectronics and Optoelectronics; <u>http://www.nanomaterials-intl.com/aluminum-diamond</u>

[OCC98] Occhionero M., Adams R., Fennessy K., Hay R.A., "Aluminum Silicon Carbide (AlSiC) for Advanced Microelectronic Packages", IMAPS 1998 Boston Meeting.

[OSP14] Coleman A., "Thermal management applications for Sandvik Osprey controlled expansion alloys", Conférence IMAPS, 2014.

[PANG04] Pang, J.H.L., Xiong, B.S., Low, T.H., "Low cycle fatigue models for lead-free solders", Thin Solid films 462-463, 408-412, 2004.

[PANG05] Pang, J.H.L., Xiong, B.S., "Mechanical properties for 95.5Sn-3.8Ag-0.7Cu Lead-Free Solder Alloy, Trans. on Components and Packaging Technologies , Vol 28, No 4, 2005.

[WAN01] Wang G.Z., Cheng Z.N, Becker K., Wilde J., "Applying Anand Model to Represent the Viscoplastic Deformation Behavior of Solder Alloys", Journal of Electronic Packaging, vol.123, 2001.

[ZEA09] Zéanh A., « Contribution à l'amélioration de la fiabilité des modules IGBT utilisés en environnement aéronautique », Thèse de Doctorat de l'université de Toulouse, 2009.

[ZHA14] Zhang L., « Etude de fiabilité des modules d'électronique de puissance à base de composant SiC pour applications hautes températures », Thèse de Doctorat de l'université de Bordeaux, 2014.

Conclusion générale et perspectives

Les travaux de recherche effectués dans le cadre de cette thèse ont porté sur le développement d'une nouvelle technologie d'assemblage adaptée à l'évolution de l'électronique vers un fonctionnement à haute température. Le procédé de report Intermétallique (IMC) en Phase Liquide Transitoire (TLPB) a été sélectionné pour répondre à cette problématique. Les objectifs de cette étude étaient de mettre au point un procédé de report adapté à une production industrielle ainsi que d'évaluer, à partir d'outils expérimentaux et numériques, la fiabilité thermomécanique des assemblages IMCs, en comparaison avec celle des assemblages brasés de référence.

Du fait de l'augmentation constante de leur densité de puissance, les modules de puissance de demain doivent être en mesure de fonctionner à des températures supérieures à 200°C tout en ayant un faible volume consacré au refroidissement. Or, l'analyse des matériaux constituant les modules de puissance a montré que les technologies actuelles ne sont pas adaptées à une application à haute température. En particulier, l'utilisation de joints de brasure à faible température de fusion et sensibles à la fatigue thermomécanique est une des principales causes de défaillance des modules de puissance. Actuellement, les procédés d'assemblage alternatifs aux alliages de brasure qui suscitent le plus d'intérêt pour des applications à haute température sont le procédé de frittage de pâte d'argent et le procédé de report IMC en Phase Liquide Transitoire (TLPB). Du fait de la stabilité des composés IMCs à haute température, mais aussi de la simplicité et du faible coût du procédé par rapport au frittage d'argent, nous avons choisi durant cette thèse de nous focaliser sur l'étude et le développement du procédé de report IMC.

Ce procédé d'assemblage repose sur la transformation complète d'un métal d'apport en composés IMCs, à partir de processus de diffusion à basse température avec les métallisations des composants. Afin de développer un procédé de report fiable et industrialisable à bas coût, nous avons sélectionné un alliage d'apport $SnAg_{3,8}Cu_{0,7}$ à faible température de fusion (217°C) et des métallisations en cuivre. En effet, les métallisations cuivre sont très répandues dans l'industrie électronique, notamment comme métallisation des substrats céramiques DBC. L'objectif du procédé est de transformer entièrement le joint en la phase IMC Cu₃Sn qui est stable thermodynamiquement jusqu'à 350°C et qui possède une température de fusion supérieure à 676°C. En plus de posséder une température de fusion supérieure à sa température d'élaboration, cette phase présente une bonne conductivité thermique (70 W/m.k) ainsi qu'une ténacité relativement élevée (supérieure à 6 MPa/m^{1/2}). En revanche, cette dernière est dure et peu ductile comparée aux alliages de brasure.

Le développement de cette nouvelle technologie d'assemblage a suivi une démarche en deux étapes, partant de l'optimisation des paramètres d'élaboration vers la caractérisation de la fiabilité des joints formés. L'expérimentation et la simulation numérique sont les deux outils nécessaires à la qualification du procédé.

La partie expérimentale s'est consacrée, dans un premier temps, à l'optimisation du procédé de report. L'objectif était d'élaborer dans des conditions compatibles avec les attentes industrielles, c'est-à-dire à basse température, à faible pression et en un temps réduit, des joints IMCs présentant un faible taux de porosité. Dans cet objectif, l'influence des paramètres d'assemblage (le profil du cycle thermique et la pression d'assemblage) sur la microstructure des joints a été évaluée en

fonction de l'état de surface (rugosité et nature chimique) des substrats à assembler. Il a été montré que l'état de surface des substrats a une influence majeure sur les processus de diffusion et de croissance des phases IMCs. En effet, l'assemblage de substrats parfaits, polis au micromètre, permet la formation de joints IMCs homogènes et sans porosité. En revanche, lors de l'assemblage de substrats rugueux, des macro-pores sont formés au centre du joint. La formation de ces défauts s'explique par la croissance colonnaire et très irrégulière des grains IMCs qui est induite par les irrégularités de surface des substrats. Du fait de leur croissance irrégulière, les grains IMCs provenant de chaque interface coalescent rapidement et fixe alors l'épaisseur du joint avant la consommation totale du métal d'apport. L'épaisseur du joint étant fixée, la contraction de volume associée à la réaction de formation de la phase IMC engendre la formation d'un volume poreux.

A partir de ces observations, un procédé de report IMC innovant, permettant d'éviter la formation de ces défauts, a été mis au point. Ce procédé consiste à insérer entre les substrats et le métal d'apport une barrière de diffusion de type IMC de même composition que le joint à former. Grâce à l'insertion d'une barrière Cu₃Sn, la croissance IMC s'effectue au centre du joint sous forme de précipités facettés, alors que sans barrière des grains IMCs colonnaires croissent à partir de chaque substrat. La croissance IMC libre au centre de la phase liquide permet aux grains de minimiser leur énergie de surface et ainsi d'adopter la forme d'équilibre du cristal (polyèdre à base hexagonale). Elle permet également de toujours laisser un degré de liberté à l'interconnexion pour accommoder ses variations de volume et donc d'éviter la formation de macro-pores. De plus, la qualité du joint est très peu dépendante des conditions expérimentales. Ainsi, les joints IMCs peuvent être élaborés dans des conditions industrielles, c'est-à-dire à haute vitesse de chauffage (supérieure à 10°C/min) et à faible pression (inférieure à 500 KPa).

Après avoir mis au point un procédé de report IMC optimal, les propriétés et la fiabilité des joints IMCs ont été caractérisées expérimentalement. Des analyses mécaniques réalisées avant et après vieillissement thermique ont montré que les joints Cu₃Sn, élaborés par report IMC avec barrière de diffusion (sans porosité), présentent une excellente tenue mécanique au cisaillement (supérieure à *100 MPa*) ainsi qu'une fiabilité en cyclage thermique très supérieure à celle des alliages de brasure de référence SAC. Il a également été montré que des microfissures verticales se développent localement au sein des joints IMCs durant le cyclage afin de relaxer les déformations de l'assemblage. Du fait des excellentes propriétés mécaniques du cuivre, ces fissures ne se propagent pas dans les métallisations, ce qui garantit la fiabilité de l'assemblage. Enfin, le traitement thermique des joints IMCs à très haute température a permis de montrer que ces derniers sont également fiables à des températures supérieures à *500°C*.

Ensuite, afin d'évaluer la possibilité d'intégrer des joints IMCs dans les modules de puissance, la fiabilité et le comportement thermomécanique de l'assemblage IMC d'un substrat DBC sur un drain thermique en matériau composite ont été déterminés à partir de modélisations numériques par éléments finis. Ces modèles montrent que grâce au comportement élastique des joints IMCs l'endommagement induit dans les assemblages IMCs en cyclage thermique est inférieur à celui induit dans les assemblages brasés. Ainsi, le remplacement des joints de brasure par des joints IMCs permettrait d'améliorer la durée de vie des modules de puissance à haute température (supérieure à 180°C). Enfin, après avoir caractérisé à partir d'essais expérimentaux et d'outils numériques les excellentes performances des joints IMCs, le procédé de report IMC a été mis en œuvre pour l'assemblage de matériaux à faible CTE (puces en Si) et de matériaux à grande différence de CTE (cadre en Kovar sur une semelle en cuivre). Les joints IMCs formés sont homogènes et ne présentent pas de défaut majeur.

Les objectifs de cette étude ont donc été menés à terme puisque le procédé de report IMC avec barrière de diffusion développé au cours de cette thèse permet d'élaborer, dans des conditions industrielles, des joints IMCs fiables et présentant d'excellentes propriétés thermomécaniques. Cette étude permet également de dégager plusieurs perspectives pour de futurs travaux sur cette technologie d'assemblage.

Tout d'abord, concernant le procédé, une meilleure compréhension des mécanismes de formation de la porosité au centre du joint, lorsque des substrats en cuivre rugueux sont employés, est nécessaire. En effet, la contraction de volume de 9% associée à la formation de la phase IMC ne peut pas, à elle seule, expliquer la formation d'un volume poreux d'environ 20%. Ainsi, d'autres mécanismes favorisant des flux d'étain en dehors de la zone de réaction interviennent, comme la présence de contraintes de tension dans les substrats cuivrés ou la diffusion d'étain par flux inverses de lacunes (effet Kirkendall). Par ailleurs, l'étude de l'influence de l'épaisseur de la métallisation Cu₃Sn sur les mécanismes de croissance des phases IMCs permettrait d'optimiser le procédé de report IMC avec barrière de diffusion. En effet, une trop faible épaisseur (inférieure à $1 \mu m$) peut engendrer la dissolution complète de la métallisation Cu₃Sn avant la saturation de la phase liquide, ce qui empêcherait la précipitation de la phase IMC au centre du joint. La croissance IMC s'effectuerait alors à partir des substrats sous forme de « scallops » irrégulières entrainant la formation de porosité. A l'inverse, avec une épaisseur trop importante (supérieure à $1 \mu m$), les grains IMCs ayant précipités au centre de la phase liquide seraient dissous dans la phase liquide au profit des plus gros grains situés à l'interface avec les substrats, par mûrissement d'Ostwald. Ainsi, la croissance IMC s'effectuerait en « scallops » mais de façon homogène, ce qui limiterait la formation de pores. Enfin, il serait intéressant de démontrer expérimentalement que le procédé de report IMC avec barrière de diffusion IMC est également transposable aux autres systèmes binaires Ag-Sn ou Ni-Sn. Par exemple, il serait alors possible d'assembler des composants métallisés par une couche d'argent et une barrière de diffusion en Ag₃Sn par l'intermédiaire d'un joint ductile Ag₃Sn sans défaut.

Ensuite, lors de l'analyse de la fiabilité des assemblages IMCs en cyclage thermique, nous avons observé le développement local de microfissures verticales au sein des joints IMCs. Etant locales et verticales, ces fissures n'ont que peu d'influence sur les performances thermiques et mécaniques des joints, contrairement à la formation de macroporosités. De plus, durant nos essais, ces fissures ne se propagent que très peu dans les métallisations en cuivre des matériaux après un nombre de cycle très important. Cependant, pour certaines applications, ces fissures peuvent fragiliser les métallisations des composants et ainsi engendrer leur rupture. A partir d'essais expérimentaux couplés à des modèles numériques, il serait intéressant de quantifier la valeur de la contrainte induisant la formation de ces microfissures. Afin de réduire les contraintes dans le joint et d'éviter sa fissuration verticale, il est préférable d'assembler des matériaux à CTE proche de celui du joint (*17 ppm/K*) à partir d'une phase IMC plus ductile que Cu₃Sn, telle que la phase Ag₃Sn.

Enfin, la réalisation expérimentale de reports IMCs de substrats DBC sur des semelles en composite et l'analyse de la fiabilité de ces assemblages en cyclage thermique permettraient de compléter les résultats de modélisation numérique. En effet, connaissant le nombre de cycles à la rupture (expérimentation) et l'endommagement correspondant (modélisation numérique), il est

possible de déterminer un critère de rupture des assemblages IMCs. Ce critère peut alors être appliqué à tout assemblage IMC dans n'importe quelle application afin de déterminer sa durée de vie.

D'un point de vue général, il serait aussi intéressant de comparer le comportement thermomécanique et les performances relatives des joints IMCs avec ceux des autres joints de report alternatifs aux brasures, et notamment ceux des joints frittés argent, afin de sélectionner un procédé de report optimal pour une application à haute température.
Le procédé de report intermétallique en Phase Liquide Transitoire (TLPB) : du développement du procédé à la caractérisation des assemblages intermétalliques

Résumé : Un des enjeux majeur de l'électronique de puissance est de pouvoir étendre l'utilisation des modules de puissance à haute température, supérieure à 200°C. Or, en température, l'endommagement des joints de brasure est un des principaux modes de défaillance des modules de puissance. C'est pourquoi, l'objectif de cette thèse consiste à développer un procédé d'assemblage alternatif : le procédé de report intermétallique (IMC) en phase liquide transitoire (TLPB) à partir du système binaire cuivre-étain. Ce procédé est très attractif car il permet de former à basse température $(250^{\circ}C)$, un joint entièrement constitué de phases IMCs qui sont réputées pour leur stabilité à très haute température (supérieure à $600^{\circ}C$ pour la phase Cu_3Sn). Afin d'optimiser le procédé, l'influence des paramètres d'assemblage sur les mécanismes de croissance des phases IMCs a été déterminée. Cette étude a permis de mettre en évidence la nécessité d'insérer une barrière de diffusion de type IMC entre les substrats et le métal d'apport afin de modifier les processus de diffusion atomique aux interfaces et ainsi d'éviter la formation d'une importante porosité au sein des joints IMCs. Après avoir mis au point un procédé de report innovant et optimal, la fiabilité des assemblages IMCs a été évaluée à partir d'essais expérimentaux et de modèles numériques par éléments finis. Il a été montré que la fiabilité en cyclage thermique des joints IMCs est très supérieure à celle des alliages de brasure de référence SnAgCu. Le procédé de report IMC développé au cours de cette thèse est donc un excellent candidat au remplacement des alliages de brasure pour des applications à haute température.

Mots clés : Intermétallique, Diffusion, Propriétés mécaniques, Fiabilité, Modélisation par éléments finis, Assemblage, Electronique de puissance

The Transient Liquid Phase Bonding process (TLPB): from process development to the characterization of the intermetallic assemblies

Abstract: To meet the future requirements of power electronics, the packaging technologies of power modules must withstand higher operation temperatures, higher than 200°C. However, an increase of the operation temperatures leads to a significant decrease of the solder joints reliability and thus to the failure of the power modules. That's why the main objective of this PhD thesis is to develop an alternative bonding technic for high temperature applications: the Transient Liquid Phase Bonding process (TLPB) based on the copper-tin binary system. This process is very attractive because it allows the formation, at low temperature, of a joint entirely composed of intermetallic (IMC) compounds which are well known for their high thermal stability. To optimize the process, the influence of the main bonding parameters on the growth of the IMC phases has been first investigated. The results indicate that the deposition of an IMC diffusion barrier is required to alter the atomic diffusion motion at the interfaces between the Cu substrates and the Sn interlayer and to avoid the formation of large pores along the bond mid-plane. After the development of an innovative and optimal bonding process, the reliability of the IMC assemblies has been investigated through experimental tests and finite element simulations. The IMC joints show a higher thermal cycling reliability than the reference SnAgCu solder alloys. Hence, the IMC bonding process developed during this PhD thesis is an excellent alternative to the soft solder alloys for high temperature applications.

Keywords: Intermetallic, Diffusion, Reliability, Finite element analysis, Power electronic Assembly

Unité de recherche : ICMCB, UPR 9048, 87 av. Du. Dr. Schweitzer, 33608 PESSAC CEDEX