

Université
de Toulouse

THÈSE

En vue de l'obtention du
DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :

Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse)

Discipline ou spécialité :

Génie Mécanique, Mécanique des Matériaux

Présentée et soutenue par : *Sabeur MSOLLI*

Le 10 Novembre 2011

TITRE

*Modélisation thermomécanique de l'assemblage d'un composant diamant
pour l'électronique de puissance haute température*

JURY

<i>M. Moussa NAÏT ABDELAZIZ</i>	<i>Professeur des Universités, Polytech'Lille</i>	<i>Rapporteur</i>
<i>M. Eric LACOSTE</i>	<i>Professeur des Universités, IUT Bordeaux I</i>	<i>Rapporteur</i>
<i>M. Zoubir KHATIR</i>	<i>Directeur de Recherche à l'INRETS</i>	<i>Président</i>
<i>M. Moussa KARAMA</i>	<i>Professeur des Universités, ENIT</i>	<i>Directeur de thèse</i>
<i>M. Olivier DALVERNY</i>	<i>Maître de Conférences, ENIT</i>	<i>Co-directeur de thèse</i>
<i>M. Joël ALEXIS</i>	<i>Maître de Conférences, ENIT</i>	<i>Co-Encadrant</i>

École doctorale : *Mécanique, Énergétique, Génie civil et Procédés (MEGeP)*

Unité de recherche : *Laboratoire Génie de Production - École Nationale d'Ingénieurs de Tarbes*

Directeur de thèse : *M. Moussa KARAMA*

Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au sein du Laboratoire Génie de Production de Tarbes, équipes IMF et M2SP.

Je tiens à remercier les membres de mon Jury de thèse : le président, M. Zoubir KHATIR pour sa disponibilité et sa gentillesse, M. Moussa NAIT ABDELAZIZ et M. Eric LACOSTE pour avoir rapporté sur mon manuscrit dans un délai record. Leurs questions pertinentes, leurs interrogations et remarques bénéfiques reflètent leur intérêt pour ce sujet.

Je remercie M. Daniel NOYES, directeur de Laboratoire Génie de Production pour m'avoir accueilli au sein du laboratoire.

Merci à mon directeur de thèse M. Moussa KARAMA pour sa disponibilité et sa confiance lors de cette thèse.

Une pensée toute particulière à Mes encadrants de thèse M. Olivier DALVERNY et M. Joël ALEXIS. La simulation numérique par éléments finis a pris une place non négligeable dans mon travail de thèse et c'est grâce à sa patience et sa pédagogie que M. DALVERNY m'a pu apporter une grosse progression. Je n'aurais jamais imaginé que j'arriverais à finaliser ma partie pratique sans l'expérience et le « pulse » de M. ALEXIS qui a contribué de façon incontournable dans une partie considérable de ce travail. Mes encadrants m'ont permis de façonner librement mon étude. Leur recul et leur analyse ont donné du poids à mon travail.

Une pensée à tous les gens qui m'ont apporté soutien et aide pendant cette thèse particulièrement Mme Nathalie AUBAZAC, M. Jean Deny BEGUIN et M. Jean Marie CECCON.

Je tiens à remercier M. Jacques DEBARD pour son aide précieuse à la réalisation des traitements de surface et ses conseils très utiles dans ce travail de thèse.

Très reconnaissant pour M. Philippe LASSERRE pour son coup de main dans l'exploitation des moyens technologiques dans PEARL à ALSTOM.

Sans oublier M. Henri SCHNEIDER, directeur de recherche au CNRS-LAAS pour son apport sur les dépôts diamant.

Merci à ma femme « Wiza » pour sa fameuse expression « au boulot » et son incontournable « quand est-ce que tu vas bosser ? ».

Mes derniers remerciements vont à mes parents. C'est grâce à eux que je suis arrivé à ce stade et que je suis devenu l'Homme, l'ingénieur et le chercheur. Je présente toute ma reconnaissance à eux.

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE	13
CHAPITRE 1. ÉTAT DE L'ART SUR LES PACKAGINGS D'ELECTRONIQUE DE PUISSANCE HAUTE TEMPERATURE	17
1 CONTRAINTES LIEES AU PACKAGING HAUTE TEMPERATURE.....	18
1.1 COMPOSITION D'UN PACKAGING ELEMENTAIRE	18
1.2 LES CONTRAINTES TECHNOLOGIQUES DANS LES ASSEMBLAGES	19
1.2.1 <i>Différence de dilatation thermique entre les matériaux</i>	19
1.2.1.1 Différence des CTE au niveau des jonctions brasées	19
1.2.1.2 Différence des CTE au niveau des fils de connexion	20
1.2.2 <i>Propriétés thermomécaniques faibles des matériaux du packaging</i>	21
1.2.3 <i>Diffusion et contamination des matériaux d'assemblage</i>	21
1.2.4 <i>Contraintes liées à l'architecture de l'assemblage et aux conditions environnantes</i>	23
1.3 CRITERES DE CHOIX POUR LES MATERIAUX DU PACKAGING	23
2 SOLUTIONS ADAPTEES POUR LE PACKAGING HAUTE TEMPERATURE	24
2.1 SUBSTRAT CERAMIQUE	24
2.2 ASSEMBLAGE DES ELEMENTS	26
2.2.1 <i>Emploi d'alliages de brasure à température de fusion élevée</i>	27
2.2.2 <i>Utilisation d'autres techniques d'assemblage alternatives</i>	27
2.2.2.1 Frittage avec résine ou nanoparticules d'argent ou technique « LTJT ».....	27
2.2.2.2 Procédure de brasage-diffusion ou TLPS	29
2.2.2.2.1 Diffusion en phase solide dans l'or	29
2.2.2.2.2 Diffusion en phase solide dans l'argent.....	29
2.3 CONNEXION ELECTRIQUE PAR CABLAGE FILAIRE.....	30
2.3.1 <i>Les fils de connexion en or</i>	30
2.3.2 <i>Les fils de connexion en platine</i>	30
2.3.3 <i>Les fils de connexion en Aluminium</i>	30
2.4 ARCHITECTURE DU PACKAGING	31
2.5 METALLISATIONS	32
2.5.1 <i>Céramique</i>	32
2.5.2 <i>Métallisation de finition</i>	33
2.5.3 <i>Revêtements sur DBC</i>	33
2.6 SEMELLE	34
2.7 RADIATEUR	34
3 CHOIX TECHNOLOGIQUES POUR LE PACKAGING HAUTE TEMPERATURE.....	37
3.1 CHOIX DE L'ARCHITECTURE	37
3.2 CHOIX DES MATERIAUX.....	38
3.2.1 <i>Choix des alliages de brasure</i>	38
3.2.2 <i>Choix des métallisations</i>	39
CONCLUSION DU CHAPITRE 1.....	40
CHAPITRE 2. CARACTERISATION EXPERIMENTALE DES MATERIAUX DU PACKAGING	43
1 ÉTUDE DES DEPOTS.....	44
1.1 ETUDE DES METALLISATIONS DE FINITION SUR SUBSTRAT DIAMANT	44
1.1.1 <i>Dépôts monocouches</i>	45
1.1.1.1 Elaboration des dépôts.....	45
1.1.1.2 Morphologie des dépôts	45

1.1.1.3	Adhérence des dépôts	46
1.1.2	Dépôts multicouches	51
1.1.2.1	Procédure expérimentale	51
1.1.2.1.1	Elaboration des dépôts.....	51
1.1.2.1.2	Caractérisation mécanique.....	52
1.1.2.1.3	Caractérisation de l'adhérence.....	53
1.1.2.2	Etude de la métallisation Si/Al	54
1.1.2.2.1	Morphologie des dépôts <i>Si/Al</i>	54
1.1.2.2.2	Composition chimique des dépôts <i>Si/Al</i>	54
1.1.2.2.3	Propriétés mécaniques des dépôts <i>Si/Al</i>	55
1.1.2.2.4	Adhérence des dépôts <i>Si/Al</i>	58
1.1.2.2.5	Synthèse de l'étude des dépôts <i>Si/Al</i>	61
1.1.2.3	Etude de la métallisation Ti/Pt/Au	61
1.1.2.3.1	Morphologie du multicouches <i>Ti/Pt/Au</i>	61
1.1.2.3.2	Analyses chimiques des dépôts <i>Ti/Pt/Au</i>	62
1.1.2.3.3	Propriétés mécaniques du multicouches <i>Ti/Pt/Au</i>	62
1.1.2.3.4	Adhérence du multicouches <i>Ti/Pt/Au</i>	66
1.1.2.3.5	Synthèse de l'étude des dépôts <i>Ti/Pt/Au</i>	68
1.1.2.4	Etude de la métallisation Ti/Cr/Au	68
1.1.2.4.1	Morphologie des dépôts <i>Ti/Cr/Au</i>	68
1.1.2.4.2	Propriétés mécaniques du multicouches <i>Ti/Cr/Au</i>	69
1.1.2.4.3	Adhérence des dépôts <i>Ti/Cr/Au</i>	71
1.1.2.4.4	Synthèse de l'étude des dépôts <i>Ti/Cr/Au</i>	72
1.2	ETUDE DES REVETEMENTS SUR SUBSTRAT CUIVRE.....	74
1.2.1	Procédure expérimentale.....	74
1.2.1.1	Réalisation des dépôts.....	74
1.2.1.2	Essais de microtraction sous MEB	75
1.2.2	Résultats d'essais.....	76
1.2.2.1	Dépôts électrochimiques Ni/Au sur cuivre	76
1.2.2.2	Dépôts électrochimiques Ni/Cr sur cuivre.....	78
1.2.2.3	Dépôts électrochimiques Ni/Cr/Au sur cuivre	80
1.2.2.4	Calcul de la contrainte interfaciale pour chaque revêtement.....	81
1.3	CONCLUSION.....	82
2	ETUDE DES ALLIAGES DE BRASURE	84
2.1	PROPRIETES MECANIQUES	85
2.1.1	Essais de nano-indentation	85
2.1.2	Essais de nano-indentation sur l'alliage AuGe.....	86
2.1.2.1	Essais de nano-indentation à charge monotone	86
2.1.2.2	Essais de nano-indentation à charge cyclique.....	86
2.1.3	Essais de nano-indentation sur l'alliage AlSi	87
2.1.3.1	Essais de nano-indentation à charge monotone	87
2.1.3.2	Essais de nano-indentation cycliques.....	88
2.1.4	Conclusion	89
2.2	MISE EN ŒUVRE DES ALLIAGES	89
2.2.1	Procédure expérimentale.....	90
2.2.2	Refusion de l'alliage AuGe	90
2.2.3	Refusion de l'alliage AlSi.....	92
2.2.4	Elaboration de la jonction AgIn.....	93
3	ETUDE D'ASSEMBLAGES BRASES	94
3.1	PROCEDURE EXPERIMENTALE	94
3.2	ETUDE DES JONCTIONS AU GE	95
3.2.1	Brasage sur Cuivre revêtu Ni/Au	95
3.2.2	Brasage sur substrat cuivre	96
3.3	ETUDE DES JONCTIONS ALSI	99

3.4	ETUDE DES JONCTIONS AGIN.....	100
3.5	CONCLUSION	102
CONCLUSION DU CHAPITRE 2.....		103
CHAPITRE 3. DEVELOPPEMENT D'UN MODELE DE COMPORTEMENT POUR LES JONCTIONS BRASEES		105
NOTATIONS.....		106
1	COMPORTEMENT DES BRASURES SOUS DES CHARGEMENTS THERMOMECANIQUES....	107
1.1	ÉCROUISSAGE VISCOPLASTIQUE	108
1.2	FLUAGE/RELAXATION.....	109
1.3	CHARGEMENTS CYCLIQUES	110
1.4	ENDOMMAGEMENT.....	112
2	MODELISATION DES JONCTIONS BRASEES	113
2.1	FORMULATION GENERALE DES MODELES DE COMPORTEMENTS VISCOPLASTIQUES UNIFIES	113
2.1.1	<i>Équation d'écoulement inélastique</i>	<i>113</i>
2.1.2	<i>Approche des variables internes</i>	<i>114</i>
2.1.2.1	Contrainte de traînage ou « drag stress ».....	114
2.1.2.2	Contrainte de retour ou « back stress ».....	114
2.2	COUPLAGE DU MODELE VISCOPLASTIQUE A UN MODELE D'ENDOMMAGEMENT.....	115
2.2.1	<i>Présentation du modèle viscoplastique unifié</i>	<i>115</i>
2.2.1.1	Formulation thermodynamique du modèle.....	116
2.2.1.2	Formulation des équations constitutives.....	117
2.2.2	<i>Couplage du modèle viscoplastique à un modèle d'endommagement ductile.....</i>	<i>119</i>
2.2.3	<i>Intégration du modèle de comportement.....</i>	<i>121</i>
2.2.3.1	Principe d'intégration	121
2.2.3.2	Calcul du tenseur tangent	124
2.2.4	<i>Résultats d'implémentation.....</i>	<i>124</i>
2.2.4.1	Validation de l'intégration du modèle de comportement.....	124
2.2.4.2	Convergence du modèle viscoplastique sous chargement thermique cyclique.....	126
2.2.4.3	Évolution du modèle d'endommagement	129
3	IDENTIFICATION DES PARAMETRES DU MODELE POUR LES DIFFERENTES JONCTIONS	130
3.1	DEMARCHE D'IDENTIFICATION DES PARAMETRES	131
3.1.1	<i>Considérations issues de la bibliographie</i>	<i>131</i>
3.1.2	<i>Méthodologie adoptée.....</i>	<i>132</i>
3.2	RESULTATS D'IDENTIFICATION DES PARAMETRES DU MODELE.....	135
CONCLUSION DU CHAPITRE 3.....		137
CHAPITRE 4. MODELISATION THERMOMECANIQUE DE L'ASSEMBLAGE D'UN COMPOSANT DIAMANT		139
1	SIMULATION 2D D'UN ASSEMBLAGE ELEMENTAIRE D'UN COMPOSANT DIAMANT.....	140
1.1	PRESENTATION DES DONNEES MODELE DE L'ASSEMBLAGE ELEMENTAIRE	140
1.2	ÉVALUATION DES NIVEAUX DE CONTRAINTE ET DE DEFORMATION DANS L'ASSEMBLAGE.....	142
1.2.1	<i>État de l'assemblage à l'issue de la phase d'élaboration.....</i>	<i>142</i>
1.2.1.1	Variation globale de la contrainte au sein des assemblages.....	142
1.2.1.2	Comportement des alliages de brasure	143
1.2.2	<i>État de l'assemblage pendant et après Chargement thermique</i>	<i>143</i>
1.2.2.1	Variation globale de la contrainte au sein des assemblages.....	143
1.2.2.2	Comportement des alliages de brasure	144
1.2.2.3	Comportement de la céramique	146

1.3	CONCLUSION.....	146
2	SIMULATION 3D D'UN VEHICULE TEST	147
2.1	ANALYSE DES ASSEMBLAGES SUITE A LA PHASE D'ELABORATION	150
2.1.1	<i>Cas de l'assemblage A1 (insert et intercalaire cuivre \hat{R} métallisation cuivre)</i>	<i>150</i>
2.1.2	<i>Cas d'un assemblage A2 (insert et intercalaire molybdène \hat{R} métallisation cuivre).....</i>	<i>152</i>
2.1.3	<i>Cas de l'assemblage A3 (insert et intercalaire molybdène \hat{R} métallisation molybdène).....</i>	<i>154</i>
2.2	ANALYSE DU COMPORTEMENT DE L'ASSEMBLAGE AU CYCLAGE THERMIQUE	156
	CONCLUSION DU CHAPITRE 4	160
	CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES.....	161

Liste des Figures

FIGURE 1 : COMPOSITION D'UN PACKAGING ELEMENTAIRE.....	18
<i>FIGURE 2 : DELAMINAGE DE SUBSTRAT DBC PAR RUPTURE DE LA COUCHE OXYDE-CUIVRE [CALATA ET AL., 2007].....</i>	<i>20</i>
FIGURE 3 : DEGRADATION DES FILS DE CONNEXION, (A) DECOHESION DES FILS (B) FUSION DES FILS [CIAPPA, 2001, AMRO ET AL., 2005].....	20
FIGURE 4: DELAMINAGE DE SUBSTRAT DBC (A) PAR FISSURATION DE LA CERAMIQUE [DUPONT ET AL., 2006] (B) PAR FISSURATION DU SUBSTRAT PRES D'UN FIL DE CONNEXION EN OR.....	21
FIGURE 5: COMPARAISONS DES PROPRIETES THERMOMECHANIQUES DES MATERIAUX CONSTITUTIFS DES SUBSTRATS [SCHNEIDER ET AL., 2005].....	25
<i>FIGURE 6: PRESENCE DE RIDES OU « DIMPLES » AUX BORDS DE LA PLAQUE DE CUIVRE D'UN SUBSTRAT METALLISE [DUPONT ET AL., 2006].....</i>	<i>26</i>
FIGURE 7: ZONES D'APPLICATION DU FRITTAGE DANS LE MODULE DE PUISSANCE [AMRO ET AL., 2005].	28
FIGURE 8 : SCHEMA SIMPLIFIE DU PROCEDE TLPS.....	29
FIGURE 9 : CONNEXION ENTRE SEMI-CONDUCTEUR ET SUBSTRAT PAR DES INSERTS CYLINDRIQUES EN CUIVRE, (A) DISPOSITION SOUS FORME DE « BUMPS », (B) DISPOSITION SOUS FORME DE CuC.....	32
FIGURE 10 : ARCHITECTURE DU PACKAGING ELEMENTAIRE.	37
FIGURE 11 : PRESENTATION DES SOLUTIONS POUR L'ASSEMBLAGE DES COMPOSANTS.	39
FIGURE 12 : DIAMANT REVETU DE QUATRE TYPES DE DEPOTS : Cr, W, Al, Ni.....	45
FIGURE 13 : MORPHOLOGIES DES REVETEMENTS, (A) D'ALUMINIUM, (B) DE CHROME, (C) DE NICKEL, (D) DE TUNGSTENE ET (E) DE TITANE.....	46
FIGURE 14 : PROCEDURE D'UN ESSAI DE NANORAYAGE, (A) PRINCIPE DE L'ESSAI, (B) PROFIL DE LA FORCE NORMALE.....	47
FIGURE 15 : ESSAI DE NANORAYAGE REALISE SUR LE REVETEMENT ALUMINIUM, (A) OBSERVATION MEB DE L'EXTREMITE DE LA RAYURE, (B) CARTOGRAPHIE EDX, (C) PROFIL DE LA PROFONDEUR DE PENETRATION, (D) COMPOSITION CHIMIQUE EN FOND DE RAYURE.....	48
FIGURE 16 : ESSAI DE NANORAYAGE REALISE SUR LE REVETEMENT TUNGSTENE, (A) OBSERVATION MEB DE L'EXTREMITE DE LA RAYURE, (B) CARTOGRAPHIE EDX, (C) PROFIL DE LA PROFONDEUR DE PENETRATION, (D) COMPOSITION CHIMIQUE EN FOND DE RAYURE.....	48
<i>FIGURE 17 : ESSAI DE NANORAYAGE REALISE SUR LE REVETEMENT CHROME, (A) OBSERVATION MEB DE L'EXTREMITE DE LA RAYURE, (B) CARTOGRAPHIE EDX, (C) PROFIL DE LA PROFONDEUR DE PENETRATION, (D) COMPOSITION CHIMIQUE EN FOND DE RAYURE.....</i>	<i>49</i>
FIGURE 18 : ESSAI DE NANORAYAGE REALISE SUR LE REVETEMENT TITANE, (A) OBSERVATION AU MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE DE L'EXTREMITE DE LA RAYURE, (B) PROFIL DE LA PROFONDEUR DE PENETRATION.....	50
FIGURE 19 : ESSAI DE NANORAYAGE REALISE SUR LE REVETEMENT NICKEL, (A) OBSERVATION MEB DE L'EXTREMITE DE LA RAYURE, (B) CARTOGRAPHIE EDX, (C) PROFIL DE LA PROFONDEUR DE PENETRATION, (D) COMPOSITION CHIMIQUE EN FOND DE RAYURE.....	50
FIGURE 20 : COURBE CHARGEMENT-DECHARGEMENT ET PROFIL DE L'EMPREINTE.....	52
FIGURE 21 : MICROGRAPHIES DE LA SURFACE DES DEPOTS Si/AL OBTENUES PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE.....	54
FIGURE 22 : COMPOSITION GLOBALE AU CENTRE DE LA SURFACE CORRESPONDANT A LA REGION 3 DE LA MICROGRAPHIE DE LA FIGURE 21 ; COMPOSITION D'UN AMAS CORRESPONDANT A LA ZONE 4 DE LA MICROGRAPHIE DE LA FIGURE 21.....	55
<i>FIGURE 23 : CARTOGRAPHIE EDX DE LA ZONE DE DECOHESION.....</i>	<i>55</i>
FIGURE 24 : COURBES CHARGEMENT-DECHARGEMENT EN FONCTION DE LA PROFONDEUR DE PENETRATION.....	56
FIGURE 25 : VALEURS MOYENNES DES PROPRIETES MECANIQUES DE DURETE ET DE RIGIDITE EN FONCTION DE LA PROFONDEUR D'INDENTATION.....	56
FIGURE 26 : EMPREINTE REALISEE SUR LES DEPOTS Si/AL, (A) MORPHOLOGIE, (B) CARTOGRAPHIE EDX.....	57
FIGURE 27 : ANALYSE CHIMIQUE PAR PROFILOMETRIE EDX DE L'EMPREINTE REALISEE SUR LES DEPOTS Si/AL.....	57
FIGURE 28 : COURBES CHARGEMENT-DECHARGEMENT EN FONCTION DE LA PROFONDEUR DE PENETRATION.....	58
<i>FIGURE 29 : VALEURS MOYENNES DES PROPRIETES MECANIQUES DE DURETE ET DE RIGIDITE EN FONCTION DE LA PROFONDEUR D'INDENTATION.....</i>	<i>58</i>

FIGURE 30 : EVOLUTION DE LA PROFONDEUR DE PENETRATION EN FONCTION DE LA DISTANCE DE RAYAGE POUR LES DEPOTS Si/AL.....	59
FIGURE 31 : VARIATION DU COEFFICIENT DE FROTTEMENT EN FONCTION DE LA DISTANCE DE RAYAGE.....	59
FIGURE 32 : MICROGRAPHIE DES RAYURES REALISEES SUR LA METALLISATION Si/AL, (A) MORPHOLOGIE DES RAYURES ENTIERES, (B) EXTREMITE DE LA RAYURE OBSERVEE EN MODE ELECTRONS SECONDAIRES, (C) EXTREMITE DE LA RAYURE OBSERVEE EN MODE ELECTRONS RETRODIFFUSES.....	60
FIGURE 33 : MICROGRAPHIES OBTENUES PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE DE LA SURFACE DU MULTICOUCHES Ti/Pt/AU.....	61
FIGURE 34 : ANALYSES EDX DU MULTICOUCHES Ti/Pt/AU.....	62
FIGURE 35 : COURBES CHARGEMENT-DECHARGEMENT TYPIQUES DE L'ECHANTILLON METALLISE Ti/Pt/AU.....	63
FIGURE 36 : VALEURS MOYENNES DES PROPRIETES MECANIQUES DE DURETE ET DE RIGIDITE EN FONCTION DE LA PROFONDEUR D'INDENTATION.....	63
FIGURE 37 : OBSERVATIONS MEB DE L'EMPREINTE (A) EN MODE ELECTRONS SECONDAIRES, (B) EN MODE ELECTRONS RETRODIFFUSES REALISEES SUR LES DEPOTS Ti/Pt/AU.....	64
FIGURE 38 : OBSERVATIONS MEB DES EMPREINTES ET CARTOGRAPHIE EDX ASSOCIEE REALISEES SUR LES DEPOTS Ti/Pt/AU.....	64
FIGURE 39 : PROFIL DE COMPOSITION CHIMIQUE DE L'EMPREINTE DANS LE DEPOT Ti/Pt/AU.....	65
FIGURE 40 : COURBES CHARGEMENT-DECHARGEMENT EN FONCTION DE LA PROFONDEUR D'INDENTATION.....	65
FIGURE 41 : VALEURS MOYENNES DES PROPRIETES MECANIQUES DE DURETE ET DE RIGIDITE EN FONCTION DE LA PROFONDEUR D'INDENTATION.....	66
FIGURE 42 : EVOLUTION DE LA PROFONDEUR DE PENETRATION EN FONCTION DE LA DISTANCE DE RAYAGE POUR LE DEPOT Ti/Pt/AU.....	66
FIGURE 43 : VARIATION DU COEFFICIENT DE FROTTEMENT EN FONCTION DE LA DISTANCE DE RAYAGE POUR LE DEPOT Ti/Pt/AU.....	67
FIGURE 44 : MORPHOLOGIE DE LA RAYURE SUR DEPOT Ti/Pt/AU, (A) MICROGRAPHIE DE LA RAYURE ENTIERE, (B) EXTREMITE DE LA RAYURE OBSERVEE EN MODE ELECTRONS SECONDAIRES, (B) EXTREMITE DE LA RAYURE OBSERVEE EN MODE ELECTRONS RETRODIFFUSES.....	67
FIGURE 45 : OBSERVATIONS MEB DE LA MORPHOLOGIE DU DEPOT Ti/Cr/AU, (A) EN MODE ELECTRONS SECONDAIRES, (B) EN MODE ELECTRONS RETRODIFFUSES.....	68
FIGURE 46 : ANALYSE CHIMIQUE DE LA SURFACE DU DEPOT Ti/Cr/AU.....	68
FIGURE 47 : COURBES CHARGEMENT-DECHARGEMENT EN FONCTION DE LA PROFONDEUR D'INDENTATION POUR LE DEPOT Ti/Cr/AU.....	69
FIGURE 48 : VALEURS MOYENNES DES PROPRIETES MECANIQUES DE DURETE ET DE RIGIDITE EN FONCTION DE LA PROFONDEUR D'INDENTATION POUR LE DEPOT Ti/Cr/AU.....	69
FIGURE 49 : OBSERVATIONS AU MEB DE L'EMPREINTE REALISEE SUR LE DEPOT Ti/Cr/AU, (A) EN MODE ELECTRONS SECONDAIRES, (B) EN MODE ELECTRONS RETRODIFFUSES.....	70
FIGURE 50 : CARTOGRAPHIE EDX DE L'EMPREINTE REALISEE SUR DEPOT Ti/Cr/AU.....	70
FIGURE 51 : VALEURS MOYENNES DES PROPRIETES MECANIQUES DE DURETE ET DE RIGIDITE EN FONCTION DE LA PROFONDEUR D'INDENTATION POUR LE DEPOT Ti/Cr/AU MESUREES A FAIBLE CHARGE.....	71
FIGURE 52 : VALEURS MOYENNES DES PROPRIETES MECANIQUES DE DURETE ET DE RIGIDITE EN FONCTION DE LA PROFONDEUR D'INDENTATION POUR LE DEPOT Ti/Cr MESUREES A FAIBLE CHARGE.....	71
FIGURE 53 : EVOLUTION DE LA PROFONDEUR DE PENETRATION EN FONCTION DE LA DISTANCE DE RAYAGE POUR LE DEPOT Ti/Cr/AU.....	72
FIGURE 54 : MORPHOLOGIE DE LA RAYURE SUR DEPOT Ti/Cr/AU A PLUSIEURS GRANDISSEMENTS, (A) MICROGRAPHIE DE LA RAYURE ENTIERE, (B) EXTREMITE DE LA RAYURE OBSERVEE EN MODE ELECTRONS SECONDAIRES, (C) CARTOGRAPHIE EDX DE LA TERMINAISON DE LA RAYURE.....	72
FIGURE 55 : EPROUVETTE DE MICROTRACTION POUR LE TEST D'ADHERENCE DES REVETEMENTS SUR SUBSTRAT DBC, (A) GEOMETRIE, (B) EPROUVETTE REVETUE DES DEPOTS Ni/AU.....	75
FIGURE 56 : BANC D'ESSAI DE MICRO-TRACTION.....	76
FIGURE 57 : MORPHOLOGIE DES DEPOTS Ni/AU.....	76
FIGURE 58 : FISSURATION DU REVETEMENT Ni/AU AU COURS DE L'ESSAI DE MICROTRACTION.....	77
FIGURE 59 : OBSERVATIONS PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE APRES ESSAI DE TRACTION DE L'EPROUVETTE DE CUIVRE REVETUE DES DEPOTS Ni/AU.....	77

FIGURE 60 : (A, B, C) CARTOGRAPHIES EDX DE LA ZONE DE RUPTURE, (D) SCHEMATISATION DE LA DECOHESION DES DEPOTS Ni/AU.....	78
FIGURE 61 : MICROGRAPHIES EN SECTION DES REVETEMENTS NiCr.	79
FIGURE 62 : FISSURATION DU REVETEMENT Ni/Cr AU COURS DE L'ESSAI DE MICROTRACTION.....	79
FIGURE 63 : FISSURATION DANS LE DEPOT, (A) AMORÇAGE DE FISSURE DANS LE CHROME, (B) FISSURATION TOTALE DU DEPOT, (C) DELAMINAGE DU DEPOT.	80
FIGURE 64 : CARTOGRAPHIE EDX DE LA FISSURATION DU DEPOT Ni/Cr/Au AU VOISINAGE DU FACIES DE RUPTURE.	80
FIGURE 65 : SCHEMATISATION DE LA DECOHESION DES DEPOTS Ni/Cr/Au.....	80
FIGURE 66 : CARTOGRAPHIE EDX DE LA REGION ENDOMMAGEE DU DEPOT Ni/Cr/Au LOIN DE LA ZONE DE RUPTURE.....	81
FIGURE 67 : FISSURATION DU REVETEMENT Ni/Cr/Au AU COURS DE L'ESSAI DE MICROTRACTION.	81
FIGURE 68 : ÉVOLUTION DE LA DENSITE DE FISSURES EN FONCTION DE LA DEFORMATION POUR LES TROIS REVETEMENTS LORS DE L'ESSAI DE MICROTRACTION.....	82
FIGURE 69 : MICROSTRUCTURE DES ALLIAGES (A, B) ALSi ET (C, D) AUge.	84
FIGURE 70 : DEUX CYCLES DE CHARGEMENT LORS DES ESSAIS DE NANO-INDENTATION CYCLIQUE A CHARGE IMPOSEE.	85
FIGURE 71: EVOLUTION DES PROPRIETES MECANIQUES MOYENNES DE L'ALLIAGE AUge EN FONCTION DE LA PROFONDEUR INDENTEE.	86
FIGURE 72: COURBES CHARGEMENT-DECHARGEMENT DE L'ALLIAGE AUge EN FONCTION DE LA PROFONDEUR INDENTEE.	86
FIGURE 73: COMPORTEMENT DE L'AUge LORS DES ESSAIS DE NANO-INDENTATION CYCLIQUE, (A) COURBES CHARGEMENT-DECHARGEMENT, (B) ÉVOLUTION DE LA PROFONDEUR INDENTEE AU COURS DU TEMPS.	87
FIGURE 74: EVOLUTION DES PROPRIETES MECANIQUES MOYENNES DE L'ALLIAGE ALSi EN FONCTION DE LA PROFONDEUR D'INDENTATION.....	88
FIGURE 75: COURBES CHARGEMENT-DECHARGEMENT DE L'ALLIAGE ALSi EN FONCTION DE LA PROFONDEUR INDENTEE.	88
FIGURE 76: COMPORTEMENT DE L'ALLIAGE ALSi LORS DES ESSAIS DE NANO-INDENTATION CYCLIQUE, (A) COURBES CHARGEMENT-DECHARGEMENT, (B) ÉVOLUTION DE LA PROFONDEUR INDENTEE AU COURS DU TEMPS.	89
FIGURE 77 : DIAGRAMME DE PHASE DE L'ALLIAGE AUge [CHEVALIER, 1989].	90
FIGURE 78 : PROFIL DE REFUSION TYPIQUE DE L'ALLIAGE 88Au12Ge (LIAU, 2006).	91
FIGURE 79 : ANALYSE CALORIMETRIQUE DE L'ALLIAGE 88Au12Ge REALISEE AVEC DES RAMPES DE CHAUFFAGE DE 10°C/MIN ET 2°C/MIN.	91
FIGURE 80 : PROFIL DE REFUSION FINAL DE L'ALLIAGE 88Au12Ge UTILISE POUR LE BRASAGE DES ECHANTILLONS.	92
FIGURE 81 : DIAGRAMME DE PHASE DE L'ALLIAGE ALSi.	92
FIGURE 82 : PROFIL DE REFUSION MIS EN PLACE POUR L'ALLIAGE 88Al12Si.	93
FIGURE 83 : PRESENTATION DES ETAPES DE FORMATION DE LA JONCTION CONSTITUEE DE LA PHASE SOLIDE RICHE EN Ag.	93
FIGURE 84 : GEOMETRIE DE L'EPROUVETTE DE CARACTERISATION THERMOMECHANIQUE DES JONCTIONS.	94
FIGURE 85: CARACTERISATION THERMOMECHANIQUE DES ALLIAGES, (A) BANC D'ESSAI DE TRACTION, (B) EPROUVETTES DE CARACTERISATION DES ALLIAGES, (C) MONTAGE DE L'EPROUVETTE.....	95
FIGURE 86 : RESULTATS D'ANALYSE DE LA JONCTION REALISEE PAR REFUSION DE L'ALLIAGE AUge SUR UN REVETEMENT Ni/Au, (A) MICROGRAPHIE DE LA JONCTION, (B) CARTOGRAPHIE EDX MONTRANT LA COMPOSITION CHIMIQUE.....	95
FIGURE 87 : ANALYSE DU FACIES DE RUPTURE, (A) MICROGRAPHIE DU FACIES, (B) CARTOGRAPHIE EDX.....	96
FIGURE 88 : ANALYSE DU FACIES DE RUPTURE, (A) MICROGRAPHIE DU FACIES, (B) CARTOGRAPHIE EDX.....	96
FIGURE 89: LIAISON BRASEE AVEC L'ALLIAGE 88Au12Ge :(A) MICROSTRUCTURE, (B) CARTOGRAPHIE EDX DE LA BRASURE.	97
FIGURE 90 : ANALYSE DES FACIES DE RUPTURE D'UNE EPROUVETTE BRASEE AVEC L'ALLIAGE 88Au12Ge ET CYCLEE A 300°C, (A) FACIES DE RUPTURE DES DEUX DEMI-EPROUVETTES, (B) RUPTURE DUCTILE DE L'ALLIAGE AVEC PRESENCE DE PORES.	97
FIGURE 91: RESULTATS DES ESSAIS EXPERIMENTAUX SUR L'ALLIAGE AUge, A) ESSAIS D'ECROUISSAGE POUR DIFFERENTES VITESSES ET TEMPERATURES DE SOLLICITATION, B) ESSAIS DE FLUAGE POUR DIFFERENTES CHARGES ET TEMPERATURES DE SOLLICITATION.	98
FIGURE 92: RESULTATS DES ESSAIS EXPERIMENTAUX SUR L'AUge, (A,B) ESSAIS D'ECROUISSAGE CYCLIQUE A 25°C ET A 200°C, C) COURBES $\Sigma_{MAX}-N$ A 10^{-3} MM/S POUR DIFFERENTES TEMPERATURES DE SOLLICITATION.	98

FIGURE 93 : ANALYSE DU FACIES DE RUPTURE D'UNE EPROUVETTE BRASEE AVEC L'ALLIAGE ALSI ET CYCLEE A 200°C, (A) GRANDISSEMENT X40, (B) GRANDISSEMENT X100.....	99
FIGURE 94: RESULTATS DES ESSAIS EXPERIMENTAUX SUR L'ALLIAGE ALSI, A) ESSAIS D'ECROUISSAGE MONOTONE POUR DIFFERENTES VITESSES ET TEMPERATURES DE SOLLECITATION, B) ESSAIS DE FLUAGE POUR DIFFERENTES CHARGES ET TEMPERATURES DE SOLLECITATION.....	100
FIGURE 95: RESULTATS DES ESSAIS EXPERIMENTAUX SUR L'ALLIAGE ALSI POUR DIFFERENTES VITESSES ET TEMPERATURES DE SOLLECITATION, A) ESSAIS D'ECROUISSAGE CYCLIQUE, B) COURBES $\Sigma_{MAX}-\dot{N}$ POUR DIFFERENTES TEMPERATURES ET VITESSES DE SOLLECITATION.....	100
FIGURE 96 : MORPHOLOGIE DE LA JONCTION AGIN, (A) OBSERVATION EN COUPE AVANT RUPTURE, (B) FACIES DE RUPTURE.....	101
FIGURE 97 : ANALYSE DE LA COMPOSITION CHIMIQUE DE LA JONCTION AGIN REALISEE.....	101
FIGURE 98 : ETUDE DE LA JONCTION AGIN, (A) MICROGRAPHIE DE LA LIAISON AVANT RUPTURE, (B) EVALUATION DE LA COMPOSITION CHIMIQUE EN SECTION.....	102
FIGURE 99 : ETUDE DE LA JONCTION AGIN, (A) MICROGRAPHIE DE LA LIAISON APRES RUPTURE, (B) EVALUATION DE LA COMPOSITION CHIMIQUE PROCHE DE LA ZONE DE RUPTURE.....	102
FIGURE 100 : COMPORTEMENT D'UN ASSEMBLAGE DE DIFFERENTS MATERIAUX POUR UNE VARIATION DE TEMPERATURE DONNEE.....	108
FIGURE 101 : EFFET DES PHENOMENES VISCOPLASTIQUES SUR LE COMPORTEMENT EN TRACTION D'UN ALLIAGE SN3.5AG (A) SENSIBILITE A LA TEMPERATURE D'ESSAI, (A) SENSIBILITE A LA VITESSE DE DEFORMATION [CHEN ET AL., 2004].....	108
FIGURE 102 : EMPILEMENT DES DISLOCATIONS CONTRE UN JOINT DE GRAIN GENERANT LA CONTRAINTE DE RETOUR.....	109
FIGURE 103 : REPNSES DU MATERIAU A UN CHARGEMENT CYCLIQUE EN CISAILLEMENT.....	110
FIGURE 104 : REPNSE A LA FATIGUE THERMOMECHANIQUE EN CISAILLEMENT DE DEUX ALLIAGES D'ETAIN [LAU ET AL., 2004].....	111
FIGURE 105 : LES DIFFERENTS COMPORTEMENTS SUBIS PAR UN ALLIAGE DE BRASURE LORS D'UN CYCLAGE EN TEMPERATURE [EVANS, 2007].....	111
FIGURE 106 : PRESENCE DE PORES DANS LA COUCHE DE BRASURE AU8E (ICI EN BLEU) UTILISEE POUR BRASER DEUX PLAQUETTES DE CUIVRE, (A) AVANT RUPTURE, (B) APRES RUPTURE.....	112
FIGURE 107: REPRESENTATION DES ETATS INITIAUX ET A SATURATION POUR UN ESSAI DE TRACTION UNIAXIALE [STOUFFER AND DAME, 1996].....	115
FIGURE 108 : STABILITE DE L'ALGORITHME D'INTEGRATION SOUS PAS DE TEMPS VARIABLES.....	125
FIGURE 109 : COMPARAISON ENTRE LES RESULTATS DE SIMULATION NUMERIQUE ET LES RESULTATS DE REFERENCE, (A,B) TRACTION SOUS DES VITESSES DE DEFORMATION DE $10^{-2}/s$ ET $10^{-4}/s$ RESPECTIVEMENT, (C) TRACTION SEQUENTIELLE DE $10^{-5}/s$ A $10^{-2}/s$	125
FIGURE 110 : ÉVOLUTION DE LA REPNSE DU MATERIAU AU COURS DU CHARGEMENT CYCLIQUE, (A) EVOLUTION DE LA FRACTION VOLUMIQUE DE PORES F, (B) CHUTE DE LA CONTRAINTE MAXIMALE.....	126
FIGURE 111 : MAILLAGE ELEMENTS FINIS ET CONDITIONS AUX LIMITES DE L'ASSEMBLAGE ELEMENTAIRE.....	127
FIGURE 112 : ÉVOLUTION DU PAS DE CALCUL SUIVANT LE REGIME DE CHARGEMENT.....	127
FIGURE 113 : NOMBRE D'ITERATIONS DE CALCUL ISSU D'UN SOLVEUR ASYMETRIQUE UTILISANT UNE TECHNIQUE DE RESOLUTION DE NEWTON (A) DP EN FONCTION DU TEMPS (B) NOIE ET DU NOIU EN FONCTION DU TEMPS.	128
FIGURE 114 : MODELE ELEMENTS FINIS DE LA PLAQUE TROUEE, (A) MAILLAGE ET CONDITIONS AUX LIMITES, (B,C) CARTOGRAPHIE DE F RESPECTIVEMENT POUR LE PREMIER ET LE DERNIER CYCLE.....	129
FIGURE 115 : ÉVOLUTION DE LA FRACTION VOLUMIQUE DE PORES SUR L'AXE HORIZONTAL DE LA PLAQUE.....	129
FIGURE 116: MODELE ELEMENTS FINIS DE L'EPROUVETTE DE CARACTERISATION.....	134
FIGURE 117 : ORGANIGRAMME PRESENTANT LES DIFFERENTES ETAPES DE LA DEMARCHE D'IDENTIFICATION DES PARAMETRES DU MODELE VISCOPLASTIQUE ENDOMMAGEABLE.....	134
FIGURE 118: RESULTATS D'IDENTIFICATION DES PARAMETRES DU MODELE VISCOPLASTIQUE ENDOMMAGEABLE POUR L'AUGE A DIFFERENTES T° DE SOLLECITATION, A) ESSAIS D'ECROUISSAGE POUR DIFFERENTES VITESSES, B) ESSAIS DE FLUAGE POUR DIFFERENTES CHARGES, C) ESSAIS DE CYCLAGE A 25°C ET 10^{-3} MM/S, D) COURBES $\Sigma_{MAX}-\dot{N}$ A 10^{-3} MM/S.....	136

<i>FIGURE 119: RESULTATS D'IDENTIFICATION DES PARAMETRES DU MODELE VISCOPLASTIQUE ENDOMMAGEABLE POUR L'ALSi A DIFFERENTES T° DE SOLLICITATION, A) ESSAIS D'ECROUISSAGE POUR DIFFERENTES VITESSES, B) ESSAIS DE FLUAGE POUR DIFFERENTES CHARGES, C) ESSAIS DE CYCLAGE POUR DIFFERENTES VITESSES, D) COURBES $\Sigma_{MAX} \cdot N$ POUR DIFFERENTES VITESSES.</i>	136
FIGURE 120 : GEOMETRIE ET DIMENSIONS DE L'ASSEMBLAGE ELEMENTAIRE DU COMPOSANT DIAMANT (MM).	140
<i>FIGURE 121 : PROFILS DE TEMPERATURE APPLIQUES A L'ASSEMBLAGE PENDANT LA MISE EN ŒUVRE ET LE CYCLAGE THERMIQUE ENTRE -50°C ET +300°C DANS LES CAS DES DIFFERENTS TYPES DE JONCTION.</i>	141
FIGURE 122 : MAILLAGE DE LA STRUCTURE DE L'ASSEMBLAGE ET CONDITIONS AUX LIMITES.	142
FIGURE 123 : CARTOGRAPHIE DE LA REPARTITION DE LA CONTRAINTE EQUIVALENTE DE VON MISES (MPA) DANS L'ASSEMBLAGE ELEMENTAIRE POUR LES DEUX TYPES D'ALLIAGES, (A) AUge, (B) ALSi, CONSECUTIVEMENT AU CYCLE D'ELABORATION.	142
FIGURE 124: CARTOGRAPHIE DE LA REPARTITION DE LA CONTRAINTE EQUIVALENTE DE VON MISES (MPA) DANS LA CERAMIQUE POUR LES DEUX TYPES D'ALLIAGES AUge ET ALSi CONSECUTIVEMENT AU CYCLE D'ELABORATION.	142
FIGURE 125 : CARTOGRAPHIE DE LA CONTRAINTE EQUIVALENTE DE VON MISES (MPA) DANS LES BRASURES A LA FIN DE L'ETAPE DE L'ELABORATION, (A) CARTOGRAPHIE DES CONTRAINTES, (B) PROFIL DE LA CONTRAINTE EN FONCTION DE LA DEFORMATION DE CISAILLEMENT.	143
FIGURE 126 : CARTOGRAPHIE DE LA CONTRAINTE EQUIVALENTE DE VON MISES (MPA) DANS L'ASSEMBLAGE, (A) PENDANT LE REFROIDISSEMENT, (B) PENDANT LE CHAUFFAGE.....	144
FIGURE 127 : CARTOGRAPHIE DE LA CONTRAINTE EQUIVALENTE DE VON MISES (MPA) DANS LES BRASURES A BASSE TEMPERATURE ET HAUTE TEMPERATURE, (A) ALSi, (B) AUge	144
FIGURE 128 : PROFIL DE LA CONTRAINTE DE CISAILLEMENT (MPA) DANS LES BRASURES, (A) ALSi, (B) AUge.	145
FIGURE 129 : ÉVOLUTION DE LA CONTRAINTE DE CISAILLEMENT (MPA) EN FONCTION DE LA DEFORMATION DE CISAILLEMENT POUR LES DEUX TYPES D'ALLIAGE, (A) ALSi, (B) AUge.	145
FIGURE 130 : PROFIL DE L'ENDOMMAGEMENT DANS LES DEUX ALLIAGES DE BRASURE, (A) EVOLUTION DE F EN FONCTION DU TEMPS DE CHARGEMENT, (B) CARTOGRAPHIE DE L'ENDOMMAGEMENT A LA FIN DU CHARGEMENT.	146
FIGURE 131 : ÉVOLUTION DE LA CONTRAINTE PRINCIPALE MAXIMALE DANS LA CERAMIQUE (MPA), (A) CARTOGRAPHIE DE LA CONTRAINTE POUR TOUTES LES ETAPES DE CHARGEMENT, (B) PROFIL DE LA CONTRAINTE DANS LES DEUX ZONES A ET B LES PLUS SOLLICITEES DE LA CERAMIQUE.	146
FIGURE 132 : SCHEMA ET MISE EN PLAN DU VEHICULE TEST 3D.	148
FIGURE 133 : VUE EN PERSPECTIVE DU VEHICULE TEST COMPLET POUR LES CALCULS NUMERIQUES PAR ELEMENTS FINIS, LA PLAQUE SUPERIEUR EST PARTIELLEMENT ENLEVEE.	148
FIGURE 134 : MAILLAGE DES DIFFERENTES SOUS PARTIES DE LA STRUCTURE (A) BUMP MECANIQUE, (B) JONCTION PUCE, (C) SUBSTRAT METALLISE SUPERIEUR.	149
FIGURE 135 : CONDITIONS AUX LIMITES APPLIQUEES A LA STRUCTURE.	149
FIGURE 136 : DISTRIBUTION DE LA CONTRAINTE EQUIVALENTE DE VON MISES (MPA) DANS L'ASSEMBLAGE A1 APRES L'ETAPE D'ELABORATION, (A) VEHICULE TEST COMPLET, (B) PUCE DIAMANT, (C) CERAMIQUE, (D) BRASURES DE L'ASSEMBLAGE, (E) METALLISATIONS SUPERIEURE ET INFERIEURE.	151
<i>FIGURE 137 : DISTRIBUTION DE LA CONTRAINTE EQUIVALENTE DE VON MISES (MPA) DANS L'ASSEMBLAGE A2 APRES L'ETAPE D'ELABORATION, (A) VEHICULE TEST COMPLET, (B) PUCE DIAMANT, (C) CERAMIQUE, (D) BRASURES DE L'ASSEMBLAGE, (E) METALLISATIONS SUPERIEURE ET INFERIEURE.</i>	153
FIGURE 138 : PRESENTATION DE LA CONTRAINTE PRINCIPALE MAXIMALE (MPA) DANS LES BRASURES DES INSERTS DANS LE CAS DE L'ASSEMBLAGE A2.	154
FIGURE 139: DISTRIBUTION DE LA CONTRAINTE EQUIVALENTE DE VON MISES (MPA) DANS L'ASSEMBLAGE A3 APRES L'ETAPE D'ELABORATION, (A) VEHICULE TEST COMPLET, (B) PUCE DIAMANT, (C) CERAMIQUE, (D) BRASURES DE L'ASSEMBLAGE, (E) METALLISATIONS SUPERIEURE ET INFERIEURE.	155
FIGURE 140 : VARIATION DE LA CONTRAINTE (MPA) DANS LE PUCE DIAMANT PENDANT LE CYCLAGE THERMIQUE, (A) APRES MAINTIENS A HAUTE ET BASSE TEMPERATURE, (B) PROFIL DE LA CONTRAINTE DURANT LE CYCLAGE THERMIQUE DANS L'ELEMENT LE PLUS SOLLICITE.	156

FIGURE 141 : VARIATION DE LA CONTRAINTE EQUIVALENTE DE VON MISES (MPA) DANS LES METALLISATIONS PENDANT LE CYCLAGE THERMIQUE, (A) APRES MAINTIEN BASSE TEMPERATURE, (B) APRES MAINTIEN A HAUTE TEMPERATURE , (C) PROFIL DE LA CONTRAINTE DANS L'ELEMENT LE PLUS SOLLICITE.	157
FIGURE 142 : COMPORTEMENT DES BRASURES SOUS CYCLAGE THERMIQUE, (A) DISTRIBUTION DE LA CONTRAINTE DE VON MISES DANS LES BRASURES APRES CHAUFFAGE, (B) APRES REFROIDISSEMENT, (C) VARIATION DE LA CONTRAINTE EN FONCTION DU TEMPS POUR LES QUATRE ELEMENTS REPRESENTATIFS DES BRASURES.	158
FIGURE 143 : ÉTAT DE L'ENDOMMAGEMENT DANS LES BRASURES, (A) CARTOGRAPHIE DE L'ENDOMMAGEMENT DANS LES BRASURES DE LA JONCTION, (B) DANS LES BRASURES DES INSERTS, (C) EVOLUTION DE L'ENDOMMAGEMENT AU COURS DU TEMPS POUR DIFFERENTES ZONES DANS LES BRASURES.	159

Liste des Tableaux

TABLEAU 1 : COMBINAISONS METALLISATION RIFILS DE CONNEXION UTILISEES.	22
TABLEAU 2 : PROPRIETES D'UNE JONCTION EN ARGENT OBTENU PAR FRITTAGE [BECKEDAHN ET AL., 2006].	28
TABLEAU 3 : PROPRIETES THERMIQUES ET ELECTRIQUES DE QUELQUES MATERIAUX DE METALLISATION [SAVRUN ET AL., 1998].	33
TABLEAU 4 : CARACTERISTIQUES DES MATERIAUX DE LA SEMELLE [LEFRANC, 2005].	34
TABLEAU 5 : CARACTERISTIQUES DE QUELQUES MATERIAUX DU RADIATEUR.	36
TABLEAU 6 : NATURE DES DEPOTS REALISES SUR LES DIFFERENTS SUBSTRATS EN FONCTION DE LA TECHNIQUE DE DEPOSITION.	44
TABLEAU 7: PARAMETRES DES ESSAIS DE NANORAYAGE.	47
TABLEAU 8 : CONDITIONS OPERATOIRES POUR LES ESSAIS DE NANO-INDENTATION.	52
TABLEAU 9 : CONDITIONS OPERATOIRES POUR LES ESSAIS DE NANORAYAGE SUR LES MULTICOUCHES.	53
TABLEAU 10 : CONDITIONS D'ELECTRODEPOSITION POUR LA REALISATION DES DEPOTS D'OR, D'ARGENT ET D'INDIUM.	75
TABLEAU 11 : CALCUL DE LA CONTRAINTE INTERFACIALE A PARTIR DU MODELE D'AGRAWAL AND RAJ POUR LES REVETEMENTS Ni/Au, Ni/Cr ET Ni/Cr/AU.	82
TABLEAU 12 : PROPRIETES DE L'ALLIAGE DE BRASURE 88AU12GE.	84
TABLEAU 13 : PROPRIETES DE L'ALLIAGE DE BRASURE 88AL12SI.	85
TABLEAU 14 : CONDITIONS OPERATOIRES POUR LES ESSAIS DE NANO-INDENTATION MONOTONE ET CYCLIQUE SUR LES PREFORMES.	85
TABLEAU 15 : PROFONDEUR D'INDENTATION POUR CHAQUE CYCLE DE CHARGEMENT DE L'AUGE.	87
TABLEAU 16 : PROFONDEUR D'INDENTATION POUR CHAQUE CYCLE DE CHARGEMENT DE L'ALSI.	89
TABLEAU 17 : DEPOTS TESTES EN FONCTION DE LA NATURE DES ALLIAGES DE BRASURE ET DES SUBSTRATS METALLIQUES.	94
TABLEAU 18 : PARAMETRES DU MODELE DE MCDOWELL IDENTIFIES POUR DIFFERENTS MATERIAUX. [FU ET AL., 1998A, NEU ET AL., 2000, FU ET AL., 1998B].	119
TABLEAU 19 : PROPRIETES THERMOELASTIQUES DES CONSTITUANTS DE L'ASSEMBLAGE [COPPOLA ET AL., 2007, ZEANH ET AL., 2008A].	127
TABLEAU 20 : CARACTERISTIQUES DU CALCUL NUMERIQUE EN FONCTION DU TENSEUR TANGENT ET DU TYPE D'ALGORITHME DE CALCUL PAR ELEMENTS FINIS.	128
TABLEAU 21 : ÉVOLUTION DU NOIE EN FONCTION DU NUMERO DE L'INCREMENT POUR CHAQUE TYPE DE SIMULATION.	128
TABLEAU 22 : VALEURS DU TEMPS DE CALCUL ET DE LA FONCTION COUT POUR CHAQUE ETAPE DE LA PROCEDURE D'IDENTIFICATION.	134
TABLEAU 23: PARAMETRES DU MODELE DE MCDOWELL IDENTIFIES POUR LES ALLIAGES AUGE ET ALSI.	135
TABLEAU 24 : VALEURS MAXIMALES DE LA CONTRAINTE EQUIVALENTE DE VON MISES ATTEINTES DANS LES ELEMENTS DES DIFFERENTS ASSEMBLAGES, APRES LA PHASE D'ELABORATION.	156

Introduction générale

De nos jours, de plus en plus d'avancées technologiques importantes voient le jour dans la conception des modules d'électronique de puissance ou module IGBT¹. Ces avancées se concrétisent aussi bien dans la mise au point de nouveaux composants ou semi-conducteurs, d'assemblages, de matériaux plus performants que dans l'amélioration de la fiabilité ou la durée de vie de ces modules. Les modules IGBT à base de semi-conducteur silicium (*Si*) sont parmi les premiers modules à être industrialisés que ce soit dans le secteur ferroviaire ou dans les secteurs militaire et aéronautique. Les composants en *Si* sont largement utilisés en raison de la maîtrise des étapes technologiques de fabrication. Ce type de module satisfait à des conditions précises de fonctionnement telles que les conditions thermique et électrique (température maximale de 175°C avec des tensions de 6 à 7 kV). Ces modules de puissance ont évolué ensuite vers des modules à base de carbure de silicium (*SiC*), matériau à large bande d'énergie interdite, permettant d'exploiter ces composants dans des environnements plus sévères en termes de température et de chargement actif [Tolbert et al., 2001, Yin et al., 2007, Chen et al., 2007]. Le *SiC* est capable de fonctionner théoriquement à des températures supérieures à 600°C et de supporter des densités de courant 3 à 4 fois plus élevées que le *Si*. Bien que commercialement moins disponible, sa technologie pourrait avoir un impact important sur la conception de packaging haute température en électronique de puissance [Godignon, 2006, Melkonyan, 2007, Buttay et al., 2009, Seki et al., 2010].

Pour aller vers des domaines d'utilisation toujours plus sévères en terme de température, de densité de courant et de tension, une alternative au carbure de silicium pourrait venir de composants à base de diamant. Le programme de recherche Diamonix, à l'origine de nos travaux de thèse, concerne l'élaboration et la mise en œuvre de tels composants et s'attache à faire sauter certains verrous technologiques les concernant. Contrairement au *SiC*, le diamant possède une combinaison unique de propriétés qui le rend prometteur pour des applications forte tension et fort courant en électronique de puissance. Le diamant supporte des températures bien au-delà de 300°C et se distingue par une excellente stabilité mécanique à haute température et des propriétés physico-chimiques intéressantes.

Tout d'abord, l'obtention d'un substrat diamant dopé et de qualité électronique satisfaisante passe par plusieurs étapes d'élaboration dont la maîtrise reste à parfaire. Ensuite, les caractéristiques physico-chimiques des matériaux à assembler au composant doivent être compatibles avec celles du diamant et avec les exigences de l'assemblage électronique (poids du système, volume, interface, procédures d'assemblage...). Ces nouveaux composants devront travailler à haute température (>300°C) ce qui pose aujourd'hui de nouveaux et nombreux problèmes technologiques. En effet, tous les polymères et les matériaux standards utilisés pour le packaging des composants d'électronique, dont notamment les brasures, ne sont pas utilisables à ces températures. Le choix de la combinaison des matériaux devant constituer l'assemblage du composant diamant ne peut se faire que si les contraintes et les règles d'utilisation sont identifiées, non seulement à partir des données sur le diamant lui-même, mais aussi à partir des expériences et données sur les assemblages d'électronique de puissance actuels à base de *Si* et de *SiC*.

¹ Insulated Gate Bipolar transistor

Afin de franchir de nouvelles étapes permettant d'aller au-delà des verrous technologiques présents, le programme de recherche Diamonix s'intéresse à l'élaboration du composant diamant, mais aussi à sa mise en œuvre et à la confection d'un packaging haute température dédié. Plusieurs laboratoires et partenaires industriels ont travaillé sur l'ensemble du cycle d'élaboration du composant et de son assemblage. Les étapes constituant les différents lots de travail sont nombreuses. Il y a tout d'abord le polissage d'un substrat diamant qui sert à enlever les défauts de structure (couche écrouie) et à obtenir un meilleur état de surface (topographie) pour l'exploitation du composant. Ensuite, vient l'étape de croissance épitaxiale à l'issue de laquelle un substrat sous forme de film de diamant monocristallin est obtenu par croissance des couches à partir du substrat initial brut. Le dopage au bore ou au phosphore par implantation de ce film permet d'augmenter la mobilité des électrons afin d'obtenir une bonne qualité électronique du substrat. La métallisation des contacts diamant permet ensuite d'améliorer la résistivité électrique du composant selon les métallisations choisies. Le substrat obtenu est gravé au moyen d'un faisceau d'électrons pour créer les chemins de contact.

Le composant actif étant réalisé, il est nécessaire ensuite d'étudier son packaging. Le choix et les tests des matériaux du packaging haute température ont été réalisés au sein du Laboratoire Génie de Production afin de mettre au point un véhicule test exploité pour les essais électriques.

Cette thèse s'inscrit dans le cadre du lot de travail 7, intitulé « Véhicule test redresseur » dont le but concerne la définition de solutions hautes températures pour le packaging d'électronique de puissance. Il inclut dans un premier volet le choix et la caractérisation mécanique de matériaux et la définition d'un véhicule test. Le second volet concerne les outils de modélisation thermomécanique du packaging des composants. Nous nous sommes donc tout d'abord intéressés au développement de lois de comportement adaptées à une description fine du comportement viscoplastique endommageable des brasures pour ensuite mettre en œuvre des modèles de simulation.

Le premier chapitre du manuscrit est consacré à l'étude bibliographique. Nous présentons tout d'abord les contraintes spécifiques liées au packaging haute température, ainsi que les solutions technologiques envisageables pour notre cas d'étude. Ainsi, trois types d'assemblage du composant diamant seront choisis pour répondre notamment à la contrainte de température de fonctionnement supérieure à 300°C. Ces différents assemblages sont issus d'un cahier des charges généré à partir des attentes du programme Diamonix tenant compte d'une part de la tenue mécanique des matériaux du packaging en cyclage thermique entre -50°C et 300°C et d'autre part des contraintes technologiques présentées. En fin de chapitre nous présentons le véhicule test défini.

Le chapitre 2 concerne l'étude expérimentale de caractérisation des matériaux d'assemblage et des interfaces entre ces derniers. Pour étudier le comportement mécanique des différents constituants de notre assemblage d'électronique de puissance, nous mettons en œuvre plusieurs techniques expérimentales spécifiques permettant des caractérisations à plusieurs échelles. La nature des essais est fonction des zones du packaging étudiées et plus particulièrement de leur dimension (épaisseur). L'ensemble des essais concernant les métallisations comprend les essais de nano-indentation pour la détermination des propriétés

mécaniques des matériaux constitutifs, les essais de nanorayage et de micro-traction pour l'estimation de l'adhérence des couches. Concernant les brasures, des essais d'écroutissage, de fluage, de chargement cyclique ainsi que des essais de nano-indentation ont aussi été effectués. L'ensemble de ces essais servira à construire une base de données nécessaire à la modélisation et à l'identification du comportement de ces alliages de brasure. Ces données mécaniques ont été associées à une expertise métallurgique.

Le chapitre 3, permet la mise en place des outils de modélisation. Nous présentons tout d'abord une formulation d'un modèle de comportement viscoplastique unifié couplé avec un modèle d'endommagement. Ce modèle servira à la modélisation thermomécanique des assemblages d'électronique de puissance et notamment à la modélisation du comportement des brasures. Nous décrivons la procédure d'intégration numérique des équations du modèle viscoplastique endommageable choisi. Le modèle est ensuite implémenté sous la forme d'une sous-routine UMAT dans le code de calcul Abaqus®. La dernière partie du chapitre est consacrée à la validation du modèle implémenté à partir de données issues de la littérature, puis à l'identification des paramètres du modèle en utilisant les résultats de la caractérisation présentée au chapitre 2.

Dans le chapitre 4, nous mettons en œuvre des modélisations thermomécaniques intégrant notre modèle de comportement afin de comparer les trois solutions d'assemblage définies au chapitre 1. Nous étudions dans un premier temps un assemblage 2D élémentaire d'un composant diamant. Dans un second temps, la configuration la plus pertinente est analysée au travers d'une modélisation numérique 3D du véhicule de test envisagé pour le prototype.

Pour finir, les résultats majeurs de cette étude sont présentés et commentés dans la conclusion. Des pistes pour des études futures tant du point de vue académique qu'industriel sont également exposées.

Chapitre 1. État de l'art sur les packagings d'électronique de puissance haute température

1	<u>CONTRAINTES LIEES AU PACKAGING HAUTE TEMPERATURE</u>	18
1.1	<u>COMPOSITION D'UN PACKAGING ELEMENTAIRE</u>	18
1.2	<u>LES CONTRAINTES TECHNOLOGIQUES DANS LES ASSEMBLAGES</u>	19
1.2.1	<u>Différence de dilatation thermique entre les matériaux</u>	19
1.2.1.1	<u>Différence des CTE au niveau des jonctions brasées</u>	19
1.2.1.2	<u>Différence des CTE au niveau des fils de connexion</u>	20
1.2.2	<u>Propriétés thermomécaniques faibles des matériaux du packaging</u>	21
1.2.3	<u>Diffusion et contamination des matériaux d'assemblage</u>	22
1.2.4	<u>Contraintes liées à l'architecture de l'assemblage et aux conditions environnantes</u>	23
1.3	<u>CRITERES DE CHOIX POUR LES MATERIAUX DU PACKAGING</u>	23
2	<u>SOLUTIONS ADAPTEES POUR LE PACKAGING HAUTE TEMPERATURE</u>	24
2.1	<u>SUBSTRAT CERAMIQUE</u>	24
2.2	<u>ASSEMBLAGE DES ELEMENTS</u>	26
2.2.1	<u>Emploi d'alliages de brasure à température de fusion élevée</u>	27
2.2.2	<u>Utilisation d'autres techniques d'assemblage alternatives</u>	27
2.2.2.1	<u>Frittage avec résine ou nanoparticules d'argent ou technique « LTJT »</u>	27
2.2.2.2	<u>Procédure de brasage-diffusion ou TLPS</u>	29
2.2.2.2.1	<u>Diffusion en phase solide dans l'or</u>	29
2.2.2.2.2	<u>Diffusion en phase solide dans l'argent</u>	29
2.3	<u>CONNEXION ELECTRIQUE PAR CABLAGE FILAIRE</u>	30
2.3.1	<u>Les fils de connexion en or</u>	30
2.3.2	<u>Les fils de connexion en platine</u>	30
2.3.3	<u>Les fils de connexion en Aluminium</u>	30
2.4	<u>ARCHITECTURE DU PACKAGING</u>	31
2.5	<u>METALLISATIONS</u>	32
2.5.1	<u>Céramique</u>	32
2.5.2	<u>Métallisation de finition</u>	33
2.5.3	<u>Revêtements sur DBC</u>	33
2.6	<u>SEMELLE</u>	34
2.7	<u>RADIATEUR</u>	34
3	<u>CHOIX TECHNOLOGIQUES POUR LE PACKAGING HAUTE TEMPERATURE</u>	36
3.1	<u>CHOIX DE L'ARCHITECTURE</u>	36
3.2	<u>CHOIX DES MATERIAUX</u>	37
3.2.1	<u>Choix des alliages de brasure</u>	37
3.2.2	<u>Choix des métallisations</u>	38
	<u>CONCLUSION DU CHAPITRE 1</u>	39

1 Contraintes liées au packaging haute température

Dans cette partie, la structure d'un packaging élémentaire qui est considéré comme la partie principale du module de puissance est définie. Les fonctions assurées par chaque constituant du packaging sont ensuite données. Enfin, les contraintes technologiques liées à l'élaboration ou à l'utilisation du module de puissance sont explicitées afin de permettre d'établir les différents critères qui guideront les propositions de solutions et les choix des matériaux des éléments constitutifs du packaging.

1.1 Composition d'un packaging élémentaire

Un module de puissance est généralement constitué de plusieurs assemblages élémentaires à base d'IGBT et de diodes. Ces assemblages sont généralement répartis symétriquement sur le plan qui supporte l'ensemble des éléments du module. Ce dernier est généralement connecté aux autres organes électriques par des « pattes » de connexion servant à l'extraction de puissance.

Un cas typique d'un packaging avec fils de connexion est présenté (Figure 1). Le packaging élémentaire est composé ici d'un semi-conducteur métallisé (la puce), brasé ou connecté à une plaque ou substrat métallisé en céramique électriquement isolant. Par convention, seront distinguées les métallisations « de finition » de la puce (revêtements de quelques centaines de nanomètres) des métallisations de la céramique dites « épaisses » (revêtements de quelques centaines de micromètres). L'assemblage est lié par brasage à une plaque de base ou semelle pour véhiculer la chaleur à travers une graisse thermique vers un radiateur. Cet assemblage est inséré dans un boîtier polymère après la mise en place d'un gel isolant et diélectrique. Les métallisations, la brasure et les fils de connexion ont pour fonction le transfert de courant. La céramique joue le rôle d'isolant électrique. La semelle constitue un support rigide de l'ensemble ; elle permet également d'améliorer le transfert de chaleur vers l'extérieur du module.

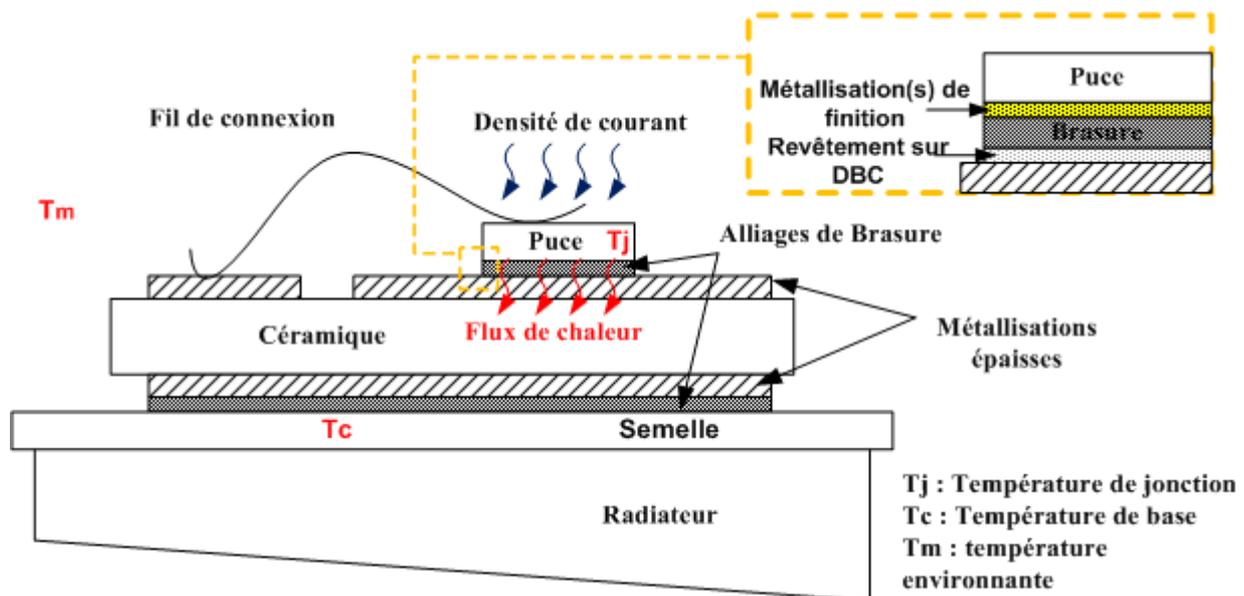


Figure 1 : Composition d'un packaging élémentaire.

Mise à part l'utilisation de fils de connexion, il existe d'autres moyens pour réaliser la liaison électrique du composant diamant. Par exemple, la connexion peut être assurée par

l'utilisation d'inserts [Zèanh et al., 2008a] ou encore par le biais d'un assemblage pressé symétriquement par rapport au plan médian horizontal de la puce [Gollentz and Dirand, 2007].

La commutation électrique produit à haute fréquence un flux de chaleur (pertes) véhiculé à travers la puce vers l'extérieur du packaging (vers le radiateur) [Sokolovs and Galkin, 2010]. Pour les composants haute température, la température de jonction au niveau de la puce T_j est généralement supérieure à 200°C, tandis que la température ambiante T_m dans le cas d'application aéronautique peut atteindre -50°C suivant l'altitude de vol.

Le défi majeur de la conception des modules de puissance est donc de trouver une combinaison acceptable de matériaux pour la réalisation de l'assemblage. Le choix de ces matériaux suit des règles de conception corrélées aux conditions sévères de fonctionnement (température, propriétés électromécaniques, propriétés chimiques, directives RoHS² et WEEE³, aspect économique,...). L'assemblage doit répondre aux contraintes de façon à assurer un fonctionnement normal du système selon son environnement en service. Les contraintes technologiques d'assemblage sont nombreuses et empiriques. Elles sont obtenues souvent à partir des expériences précédentes, notamment des données concernant les composants des modules à base de *SiC* et de *Si*. Ces contraintes sont également déterminées en termes de défauts critiques, de fiabilité, de propriétés intrinsèques, mais aussi de compatibilité au niveau des propriétés physico-chimiques des matériaux assemblés, etc. Elles font l'objet du paragraphe suivant.

1.2 Les contraintes technologiques dans les assemblages

1.2.1 Différence de dilatation thermique entre les matériaux

Parmi les problématiques de conception rencontrées, la différence des coefficients de dilatation thermique (CTE) est un facteur de premier ordre. Cette différence est présente dès que plusieurs matériaux de nature et de structure différentes sont utilisés [Yin et al., 2007]. Dans ce cas, il se produit entre ces matériaux une contrainte d'origine thermique qui se manifeste au fur et à mesure que le cycle chauffage-refroidissement du système est actif. La contrainte résiduelle provoquée par ce chargement cyclique induit des microfissures qui se propagent dans ces matériaux ou aux interfaces et entraînent par voie de conséquence la rupture de l'assemblage [Ye et al., 2002].

1.2.1.1 Différence des CTE au niveau des jonctions brasées

La différence des CTE est à l'origine de plusieurs phénomènes. Parmi ces phénomènes, la flexion des éléments assemblés peut être observée lors du refroidissement provoquant l'amorçage de fissures dans les brasures entraînant à son tour la diminution des surfaces de contact [Scheuermann, 2008]. La présence de fissures s'accompagne aussi de l'augmentation locale de la résistance thermique induisant un échauffement de tout le système et enfin un court-circuit. Mise à part les brasures, l'interface métallisation épaisse/céramique peut se rompre prématurément aux hautes températures de cyclage (-50°C à 250°C). La Figure 2 montre clairement la décohérence de la métallisation en cuivre du substrat céramique en raison de la différence des CTE entre ces deux matériaux. Cette différence génère des contraintes planes

² EU Directive on the Restriction of the use of certain Hazardous Substances in electrical and electronic equipment

³ Waste Electric and Electronic Equipment

durant le cyclage en température provoquant la rupture de la couche oxyde-cuivre qui lie la métallisation au substrat.

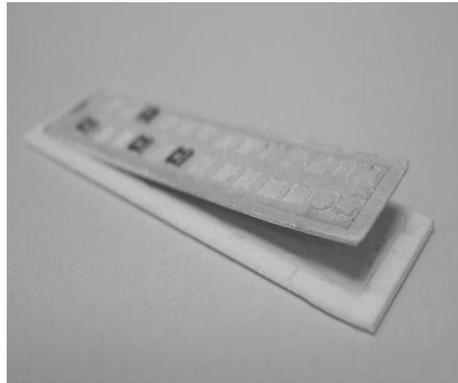


Figure 2 : Délaminage de substrat DBC⁴ par rupture de la couche oxyde-cuivre [Calata et al., 2007].

Cette couche d'oxyde peut aussi être altérée par la procédure de brasage elle-même. En effet, les procédures de brasage font généralement intervenir de l'hydrogène pour empêcher l'oxydation au cours du cycle de chauffage, ce qui peut réduire la résistance de la jonction entre le substrat et la métallisation en cuivre [Olszewski, 2007].

1.2.1.2 Différence des CTE au niveau des fils de connexion

Le câblage filaire ou « wire bonding » est une technique d'assemblage qui a atteint une bonne maturité par rapport aux assemblages pressés ou avec inserts. Cependant, certains problèmes au niveau des connexions des fils conducteurs lors du fonctionnement du module de puissance sont observés. Au cours du cyclage thermique, le module se dilate et se contracte. Les dilatations du semi-conducteur et du substrat sont faibles par rapport à celle des fils conducteurs et provoquent des contraintes dans le fil. Le fil conducteur et/ou la liaison du fil conducteur avec le semi-conducteur ou le substrat peuvent alors se rompre pendant le cyclage thermique [Olszewski, 2007] comme le montre la Figure 3(a).

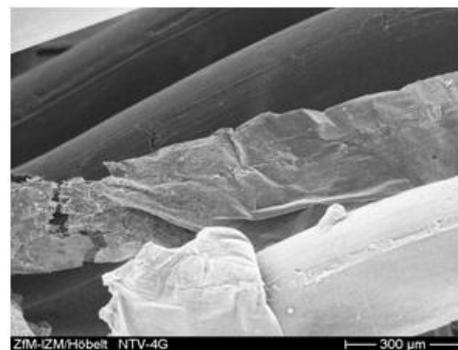
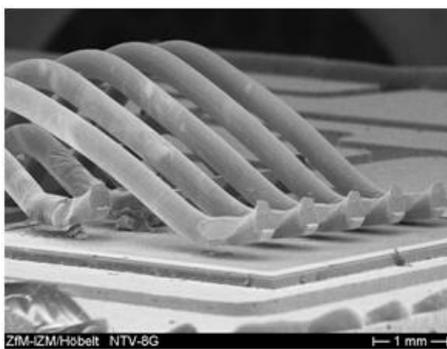


Figure 3 : Dégradation des fils de connexion, (a) décohésion des fils (b) fusion des fils [Ciappa, 2001, Amro et al., 2005].

Cet événement fréquemment rencontré pour les fils d'aluminium est dû à la différence de CTE entre les composants du module et le fil conducteur [Ciappa, 2001]. Il peut s'accompagner d'une augmentation de la densité de courant nominal dans les fils non endommagés générant une

⁴ Direct Bonded Copper

augmentation de leur température responsable à son tour de la fusion des fils conducteurs comme montré sur la Figure 3(b).

1.2.2 Propriétés thermomécaniques faibles des matériaux du packaging

Les matériaux généralement mis en cause dans la défaillance des modules en raison de leurs propriétés thermomécaniques limitées sont les alliages de brasure et les céramiques. Pour ce qui concerne l'alliage de brasure, sa température de fusion est un facteur essentiel qui régit l'évolution des phénomènes viscoplastiques au sein même du matériau. Une faible température de fusion entraîne une dégradation plus rapide de l'alliage par fatigue thermomécanique et une défaillance du module. Pour ce qui concerne la céramique, c'est son caractère fragile (faible ténacité) et son impossibilité d'accommodation plastique qui rendent problématique son utilisation. Sa résistance à la traction constitue un paramètre décisif pour limiter la fissuration fragile. En effet, nous pouvons remarquer que la décohésion de la métallisation cuivre du DBC est amorcée par la fissuration du matériau céramique lui-même [Dupont et al., 2005, Hornberger et al., 2005] comme présenté sur les Figure 4(a) et 4(b).

La fissuration du matériau céramique est aussi observée pour des amplitudes de température moins larges entre -30°C et $+180^{\circ}\text{C}$, mais avec une durée de vie qui est inversement proportionnelle à l'épaisseur de la métallisation du cuivre. Ceci peut être interprété comme le résultat de l'écrouissage du cuivre induit par le cyclage thermomécanique. En effet, le cuivre possède une limite d'élasticité élevée et un taux d'écrouissage important. Ainsi, les contraintes mécaniques reportées sur le matériau céramique augmentent avec le chargement thermique et cyclique. Ces contraintes sont plus élevées en bordure du cuivre et lorsqu'elles atteignent la résistance à la rupture de la céramique, celle-ci se rompt [Moazed et al., 1990, Dupont et al., 2006]. Ce phénomène peut être atténué en utilisant par exemple une métallisation aluminium (DAB⁵) dont l'aptitude à l'écrouissage est moindre [Zéanh et al., 2008b]. De plus et parallèlement à la différence des CTE entre les matériaux empilés, la différence de rigidité peut avoir une influence sur le comportement thermomécanique de ces matériaux et sur les contraintes générées aux interfaces.

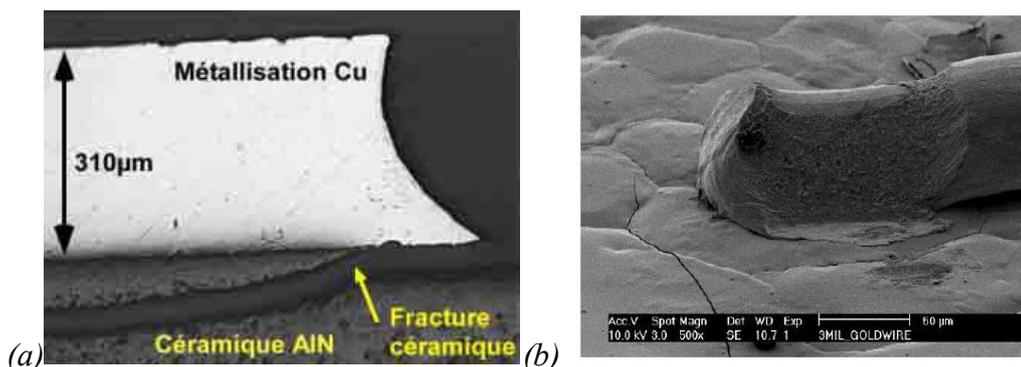


Figure 4: Délaminage de substrat DBC (a) par fissuration de la céramique [Dupont et al., 2006] (b) par fissuration du substrat près d'un fil de connexion en or.

1.2.3 Diffusion et contamination des matériaux d'assemblage

Les phénomènes de diffusion prennent de l'ampleur à hautes températures dans les interfaces des composants assemblés. Les interfaces les plus concernées sont brasure /

⁵ Direct Aluminium Bonding

métallisation épaisse et métallisation épaisse / fil conducteur. Des interdiffusions d'atomes *Al* et *Ni* peuvent notamment se produire entre le fil conducteur en aluminium et la métallisation épaisse en nickel générant la formation d'une phase intermétallique avec des propriétés mécaniques et électriques très limitées [Hornberger et al., 2005]. Néanmoins, il a été montré que les fils en aluminium liés au revêtement en nickel ne changent pas de résistivité après vieillissement à des températures supérieures à 300°C, et que la proportion des phases intermétalliques formées est très faible [Palmer, 1977]. La liaison *Al/Ni* garde une bonne résistance aux essais d'arrachement ou « lift-off »⁶ [Mustain et al., 2005].

Le système fil conducteur en or/métallisation nickel est caractérisé par une cinétique de formation de phase intermétallique faible ce qui permet de l'utiliser à des températures supérieures à 125°C. Les températures au-delà de 300°C nécessitent des contacts monométalliques des fils conducteurs tel que le système *Au/Au*.

La diffusion peut se produire pour d'autres types de métallisation : l'aluminium et le cuivre peuvent former un précipité qui peut affaiblir la jonction entre le cuivre et le fil en aluminium. Dans ce cas de figure, la présence de l'air entraîne la formation d'oxyde qui joue le rôle de barrière de diffusion, malgré la diminution de la résistance de la jonction au cyclage thermique.

Les phénomènes de diffusion peuvent entraîner la formation d'oxydes lorsque la barrière de diffusion ne peut plus empêcher la migration des atomes de l'entité oxydée vers d'autres couches [Chang, 1986]. Ce problème est plus sévère à haute température et se produit généralement entre brasures et métallisations ou dans les couches de métallisation elle-même [Chang, 1986]. Dans le cas d'un substrat DBC, le nickel qui empêche les atomes de cuivre de diffuser vers l'or, peut perdre sa capacité protectrice à des températures supérieures à 300°C et peut rapidement diffuser lui-même pour permettre au cuivre de diffuser à haute température. Le Tableau 1 fait la synthèse des combinaisons les plus communes de matériaux constitutifs d'assemblage métallisation/fil de connexion ainsi que leurs avantages et inconvénients.

	Fils de connexion	
Métallisation	Aluminium	Or
Aluminium	+ Pas de phase intermétallique	× Solution inexistante
Or	- Formation de cavités et de phases $AuAl_2$, $AuAl$, Au_5Al_2 , Au_4Al , Au_2Al	+ Très fiable à haute température
Cuivre	- Formation de phases intermétalliques $CuAl_2$	- Formation de phases Au_3Cu , $AuCu$, $AuCu_3$
Argent	- Formation de cavités et de plusieurs phases intermétalliques comme Ag_3Al	+ Très fiable à haute température

Tableau 1 : Combinaisons métallisation/fils de connexion utilisées.

Enfin, la formation de cavités aux interfaces est un des problèmes issus de la différence de vitesse de diffusion lacunaire des éléments chimiques présents. Il est lié au câblage filaire et plus spécialement aux connexions de fils en aluminium sur des métallisations en or. L'augmentation de la température au cours du fonctionnement peut provoquer des cavités de *Kirkendall* en plus des phases intermétalliques à l'interface *Al/Au* ce qui diminue la surface de contact et le passage

⁶ Essais standards visant à mesurer la force nécessaire pour rompre la liaison fil/métallisation

du courant dans le module de puissance [Yamada et al., 2007]. Pour minimiser ces problèmes d'interface entre Au et Al , des barrières de diffusion comme le $Mo/kovar$ ($Ni + Fe$) peuvent être mises en place.

Dans un autre contexte, d'autres défauts peuvent être observés comme la contamination des revêtements ce qui dégrade entre autres le transfert électrique. Par exemple, la formation de couche de nickel (barrière de diffusion) sur le substrat DBC passe par l'immersion de celui-ci dans une solution de phosphure de nickel. A hautes températures i.e. $350^{\circ}C$, il y a une dissociation des atomes de cette solution solide et la formation d'une couche de nickel et une autre de phosphore qui contamine les connexions et réduit la fiabilité à long terme [Hornberger et al., 2005, Mustain et al., 2005]. Des problèmes de contamination au phosphore ont également été observés après un cyclage thermique entre $-55^{\circ}C$ et $+400^{\circ}C$ pendant 10 minutes [Mustain et al., 2005].

1.2.4 Contraintes liées à l'architecture de l'assemblage et aux conditions environnantes

Hormis les créations de fissures et défauts aux interfaces d'assemblages, d'autres défauts peuvent subsister comme la surchauffe du module en raison du manque d'espace pour évacuer les pertes thermiques. Ces pertes sont générées par les courants de fuite. De plus, généralement seule la face arrière de la puce dans le cas d'un packaging à câblage filaire, permet l'évacuation de la chaleur vers l'extérieur du module [Liu et al., 2000]. Dans le cas d'un assemblage pressé, les risques d'avoir une rupture électrique due à la tension de claquage, augmente en raison de la faible distance d'isolement entre les métallisations. L'humidité et la corrosion peuvent entraîner le même effet de court-circuit en cas de mauvaise isolation électrique de l'assemblage ou plus précisément de dégradation des propriétés physico-chimiques de l'encapsulant et du gel isolant [Do et al., 2006]. Enfin, la présence de vibrations et de chocs comme facteurs externes a une influence directe sur la tenue mécanique des matériaux de l'assemblage et la durée de vie de ce dernier [Lall et al., 2005].

1.3 Critères de choix pour les matériaux du packaging

Les contraintes technologiques précédemment détaillées ont servi à dégager un ensemble de critères de choix qui a été utilisé pour définir des solutions à développer. Ces critères sont :

- a) limiter la différence des CTE entre les matériaux mis en jeu : cette différence est en majeure partie à l'origine des contraintes thermomécaniques vues par la brasure et les interfaces brasure / métallisations,
- b) assurer une bonne conductivité thermique des éléments dans le but de mieux véhiculer le flux de chaleur vers l'extérieur du module, en partant de la puce jusqu'à la semelle,
- c) choisir des brasures dont la température de fusion de l'alliage est deux fois supérieure à la température de service (température de jonction T_j dans le composant électronique) comme le préconise Zelmat [Zelmat, 2006],
- d) tenir compte des directives RoHS et WEEE : ces réglementations interdisent l'utilisation de substances toxiques comme le plomb dans les brasures,
- e) choisir des matériaux qui ont des propriétés thermomécaniques intéressantes et stables pour les applications haute température (conductivité thermique, dureté, module d'Young, ...),

- f) assurer une compatibilité chimique des matériaux : cette compatibilité entre entités chimiques permet d'éviter la formation de composants intermétalliques fragiles néfastes au bon fonctionnement du module de puissance,
- g) minimiser le nombre d'espèces présentes dans la brasure pour éviter les phénomènes de diffusion et de formation de précipités ou de cavités,
- h) choisir des alliages de brasure avec une bonne mouillabilité pour favoriser leur adhérence aux divers constituants et afin de limiter la présence de pores pour les brasures de forte étendue,
- i) concevoir une architecture optimisée pour véhiculer la chaleur dissipée par la puce due à la fréquence de commutation électrique élevée,
- j) tenir compte des contraintes technologiques diverses, relatives à la mise en œuvre et à la faisabilité des jonctions.

2 Solutions adaptées pour le packaging haute température

2.1 Substrat céramique

Le substrat céramique a, pour le module, deux fonctions principales concernant d'une part un rôle d'isolant électrique à forte tension de claquage et d'autre part un rôle de conducteur thermique pour faciliter l'évacuation de la chaleur vers l'extérieur du module via le radiateur [Coppola et al., 2007]. Les matériaux les plus utilisés sont les matériaux céramiques tels que ceux présentés ci-après.

a. L'alumine (Al_2O_3)

L'alumine est une céramique oxyde très répandue et peu onéreuse. C'est un très bon matériau diélectrique qui possède en outre un coefficient de dilatation assez faible mais sans doute encore trop élevé par rapport à celui du diamant. De plus, sa faible conductivité thermique est, elle aussi, un handicap important.

b. Le nitrure d'aluminium (AlN)

Cette céramique a une excellente conductivité thermique, une bonne stabilité chimique et possède le CTE le plus proche de celui du diamant après le nitrure de silicium (Si_3N_4). Un bon compromis entre la conductivité électrique et la résistance mécanique, existe pour l' AlN par rapport aux matériaux couramment utilisés pour la fabrication des substrats. Néanmoins, en raison de sa résistance à la rupture « moyenne », une semelle est préférable pour améliorer la tenue mécanique de l'ensemble. Trois types de substrat pour l'électronique à base d' AlN existent : le substrat DBC (métallisation de cuivre), le substrat DAB (métallisation d'aluminium) et les substrats métallisés avec la technique AMB⁷ (AlN ou Si_3N_4 avec diverses métallisations). La performance des substrats DBC à base d' AlN dépend des épaisseurs du cuivre et du substrat, de la technique de dépôt et de la nature de l'interface. La fissuration des substrats DBC est fréquemment relevée pour des plages de température réduites. La différence entre les substrats obtenus par la technique AMB et les autres types de substrat réside dans le fait que la couche de cuivre est brasée sur la céramique par un alliage (en général $Ag-Cu-Ti$), au lieu d'avoir un oxyde comme couche d'adhérence.

⁷ Active Metal Brazing

c. *Le nitrure de silicium (Si_3N_4)*

Le Si_3N_4 possède le CTE le plus faible comparativement aux autres matériaux de substrat et sa haute résistance mécanique le rend même utilisable sans semelle. Sa conductivité thermique moyenne peut être compensée par l'augmentation de l'épaisseur de la métallisation en cuivre pour diffuser plus largement la chaleur à dissiper et gérer des courants électriques plus importants. Contrairement à l' AlN , il est peu répandu et ne peut pas être métallisé par la technique dite DBC. La métallisation doit être brasée ce qui peut affaiblir la jonction et entraîner un délaminage prématuré de cette dernière [McCluskey, 2007].

d. *Le diamant polycristallin*

Les caractéristiques exceptionnelles du diamant peuvent être exploitées pour la fabrication de substrat de grande performance. Le diamant polycristallin peut avoir une conductivité thermique 10 fois supérieure à celle de l' AlN [Schneider et al., 2005].

La Figure 5 met en évidence le positionnement relatif de chaque matériau utilisé dans les substrats de module de puissance par rapport au diamant selon la conductivité thermique et le coefficient de dilatation thermique. Cette figure montre que l' AlN , le Si_3N_4 et le SiC ont des CTE proches de celui du diamant. Ainsi, l'utilisation de ces matériaux comme substrat permettrait de réduire de façon importante les contraintes d'origine thermique.

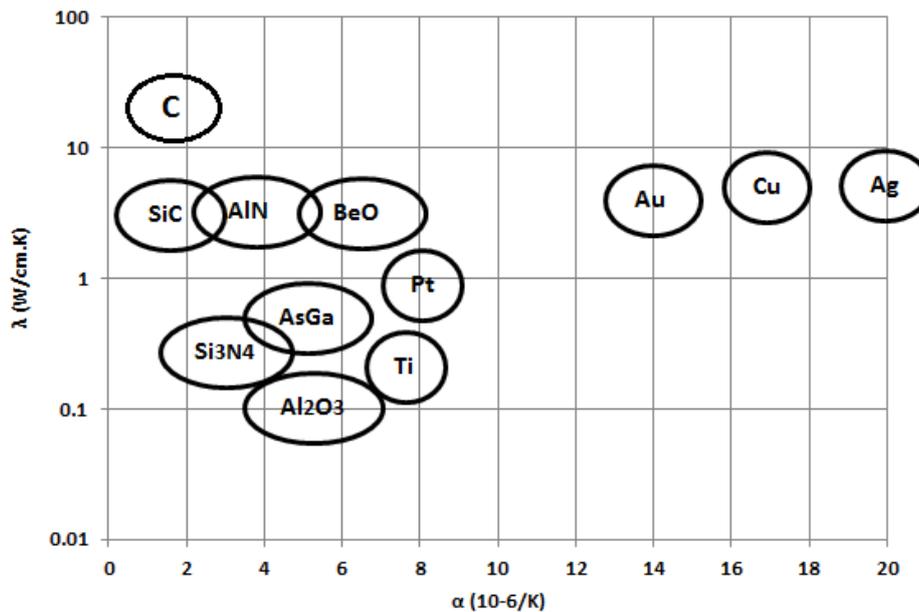


Figure 5: Comparaisons des propriétés thermomécaniques des matériaux constitutifs des substrats [Schneider et al., 2005].

Il est à noter que l'utilisation du SiC , très bon conducteur électrique et thermique, est possible si on prévoit une isolation électrique convenable à ce type de composant. Dans cette démarche, un dépôt d' AlN produit par SPS⁸ peut être une bonne solution pour assurer à la fois une isolation électrique et un bon transfert thermique. La technique de dépôt SPS permet d'éviter les effets négatifs des ajouts inhérents au frittage de l' AlN [Dagdag, 2005]. L'utilisation de substrat IMS ⁹ (Substrat isolant à base métallique) est une autre solution à retenir [Calata et al., 2007]. L'emploi du molybdène comme métal de base dans ce type de substrats est fréquent

⁸ Spark Plasma Sintering

⁹ Insulated Metal Substrate

puisqu'il a un CTE de l'ordre de 4.10^{-6} ppm/K proche de celui d' Al_2O_3 , une conductivité thermique de 1,42 W/cm.K à température ambiante et une résistivité électrique de 59.10^{-9} ohm.m. L'isolation électrique du métal est réalisée à l'aide de couches en céramique ou en verre.

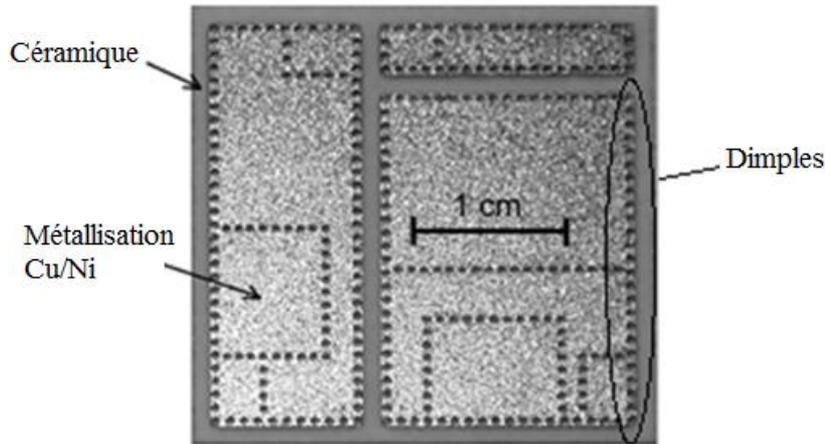


Figure 6: Présence de rides ou « dimples » aux bords de la plaque de cuivre d'un substrat métallisé [Dupont et al., 2006].

Pour augmenter l'endurance des substrats métallisés vis-à-vis d'un chargement thermomécanique, plusieurs solutions sont utilisées :

- diminuer l'épaisseur des couches de cuivre,
- prévoir des rides ou « dimples » en bordure de métallisation (Figure 6) pour atténuer les contraintes dans ces zones,
- utiliser les céramiques mécaniquement les plus résistantes parmi celles qui ont été citées,
- utiliser le DAB comme substrat malgré le plus grand CTE de l'aluminium qui peut générer des contraintes et des fissures dans la barrière de diffusion en nickel.

2.2 Assemblage des éléments

Les alliages de brasures sont les solutions les plus répandues pour l'assemblage des composants des packagings. Les alliages « durs » à base d'or comme l' $AuSn$, l' $AuGe$ ou l' $AuSi$ sont fréquemment cités malgré des contraintes économiques dues à l'emploi du métal précieux et des contraintes technologiques liées à la température de refusion élevée de l'ordre de $300^{\circ}C$ de ces brasures [Tjong et al., 2001]. Les perspectives qu'offrent ce type d'alliages sont dues à leur conductivité thermique élevée et à leur intéressante résistance aux phénomènes de fatigue et de fluage. Ils ont été utilisés avec succès lors d'assemblages avec du silicium et ce malgré la différence des CTE (16.10^{-6} ppm/K pour $AuSn$, 12.10^{-6} ppm/K pour $AuSi$)¹⁰. Toutefois, pour l'application visée dans cette étude (Température $> 300^{\circ}C$), ces alliages ont des températures de fusion trop basses. Soumis à la fatigue thermomécanique, ces alliages se dégradent rapidement pour des chargements peu conséquents. Pour augmenter la fiabilité des jonctions brasées, plusieurs solutions technologiques citées dans la littérature sont présentées dans les paragraphes suivants.

¹⁰ Quelques propriétés thermomécaniques d'alliages de brasure sont proposées sur le site de la société INDIUM Corporation

2.2.1 *Emploi d'alliages de brasure à température de fusion élevée*

Les recherches concernant l'utilisation des alliages de brasure hautes températures pour l'assemblage des composants électroniques sont rares malgré la disponibilité de ces derniers. La température de fusion élevée ainsi que le coût de production de ces alliages représentent des handicaps majeurs à leur utilisation. Il faut noter aussi que la plupart des alliages qui fonctionnent à des températures supérieures à 500°C sont des alliages ternaires pouvant être potentiellement à l'origine de la formation défavorable de phases intermétalliques dans les interfaces. Des études ont été menées sur quelques alliages ternaires tels que les systèmes *AuAgGe* et *AgCuSb*. Il a été montré que pour le système *AgCuSb*, la mouillabilité, la température de fusion, la qualité de l'interface ainsi que la microstructure, sont favorables pour un fonctionnement entre 400°C et 500°C et ce avec un substrat *AlSiC* métallisé avec le bicouche *Ni/Au*. Aucune fissure ni phase intermétallique fragile n'a été mise en évidence [Li et al., 2007]. Il est à noter que l'antimoine *Sb* est un élément classifié parmi les substances toxiques bien qu'il ne soit pas concerné par les directives RoHS et WEEE. Des travaux sont en cours pour tester l'alliage *AuAgSi* avec le même type de métallisation [Johnson and Williams, 2004]. D'autres alliages comme le *62Cu35Au3Ni*, le *70Ti15Cu15Ni*, le *87.9Cu11.8Ge0.3Ni*, et le *92.8Cu3Si2.2Ti2Al* ont été testés par Sienna technologies. Seul l'alliage quaternaire *92.8Cu3Si2.2Ti2Al* a été testé avec succès au-delà de 700°C pour un assemblage semi-conducteur *SiC* / substrat *AlN/W-Si* sans changement au niveau de la stabilité de l'interface alliage/*W-Si* [Savrun et al., 1998]. L'inconvénient majeur de cet alliage concerne sa température de fusion très élevée de l'ordre de 958°C, qui nécessite une température de refusion supérieure à 1000°C. Une telle montée en température pourrait être fatale à la tenue thermoélectrique du semi-conducteur diamant mais aussi à l'ensemble des composants du packaging lors du brasage. Ces mêmes inconvénients sont observés avec des techniques évoluées comme l'assemblage des puces sur des substrats céramiques métallisés or [Chen et al., 2001, Meyyappan et al., 2003]. Dans ce cas, l'assemblage se fait à une température supérieure à 600°C mais la fiabilité de la jonction reste à vérifier. Les conditions d'élaboration sont présentées de façon détaillée par Chen et al, [Chen et al., 2001].

2.2.2 *Utilisation d'autres techniques d'assemblage alternatives*

Une autre façon de résoudre le problème de fatigue des brasures est de remplacer la technique de brasage par une autre technique satisfaisant les conditions de réalisation du système et répondant aux conditions de service du module. Ceci est réalisable en remplaçant la jonction puce/substrat et la liaison par fils de connexion, par une technique d'assemblage à basse température faisant intervenir des matériaux plus résistants et permettant ainsi de minimiser les précontraintes dues aux étapes d'élaboration. Dans les sous paragraphes suivants, nous présentons l'élaboration des jonctions par frittage puis par brasage diffusion.

2.2.2.1 *Frittage avec résine ou nanoparticules d'argent ou technique « LTJT¹¹ »*

La technique de frittage consiste à utiliser un alliage sous forme de poudre et à lui faire subir un traitement thermomécanique (température et pression) de façon à réaliser la cohésion et la densification des particules à une température inférieure à la température de fusion du/des constituant(s) de base. Des ajouts de frittage sont utilisés pour favoriser le procédé. Dans le cas

¹¹ Low Temperature Joining Technique

de l'électronique, le matériau le plus couramment utilisé est la poudre constituée de nanoparticules d'argent [Zhang and Lu, 2002, Amro et al., 2005, Beckedahl et al., 2006, Calata et al., 2008]. Dans ce cas, la résistance au cyclage actif peut être fortement augmentée et un accroissement supplémentaire de la durée de vie du composant électronique peut être atteint.

La Figure 7 présente un exemple de jonction pouvant être réalisée par frittage [Amro et al., 2005]. Un ruban en argent est assemblé directement par frittage de nanoparticules d'argent sur un DBC métallisé nickel et or. Cette technique est réalisée à une température de 220°C et une pression de 40 MPa durant une minute dans l'air à l'aide d'une presse hydraulique à pression et température contrôlées.

Les surfaces des matériaux à assembler par cette technique doivent avoir une métallisation noble [Thomas et al., 2010] comme l'or et l'argent (un plaquage or sur la métallisation épaisse en cuivre du substrat DBC, par exemple). L'interface d'argent fritté a une épaisseur de 15 µm et une porosité de 15%. Les propriétés de l'alliage résultant sont résumées dans le Tableau 2.

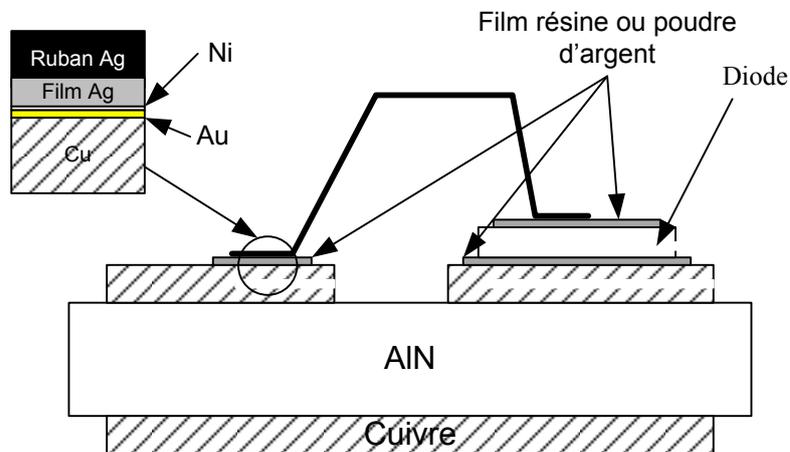


Figure 7: Zones d'application du frittage dans le module de puissance [Amro et al., 2005].

Propriétés	Valeurs
Conductivité thermique ($W/m.K$)	250
Conductivité électrique (MS/m)	40
Température de fusion ($^{\circ}C$)	961
Coefficient de dilatation thermique ($10^{-6}/^{\circ}C$)	19
Résistance à la traction (MPa)	55
Densité (g/cm^3)	8,5

Tableau 2 : Propriétés d'une jonction en argent obtenu par frittage [Beckedahl et al., 2006].

Toutes les jonctions frittées des assemblages semi-conducteur/DBC, fil conducteur/semi-conducteur et fil conducteur/DBC peuvent être réalisés dans les mêmes conditions (40 MPa et 220°C). L'inconvénient majeur de cette technique est la pression de 40 MPa assez élevée pour fissurer les composants du module, sans oublier le problème de fixation des éléments à assembler avant application de la pression. Cette technique prometteuse n'est qu'au stade de la recherche. Elle n'est pas mûre sur le plan industriel.

2.2.2.2 Procédure de brasage-diffusion ou TLPS¹²

Une autre voie, concerne l'exploitation des mécanismes de diffusion pour produire à basse température des jonctions résistantes à hautes températures [Cilio et al., 2006]. Le principe consiste généralement à assembler deux parties avec un métal à bas point de fusion, puis à effectuer un traitement thermique pour permettre la diffusion en phase solide ou liquide du métal de refusion vers les substrats. La liaison obtenue présente une température de fusion supérieure à la température de traitement thermique (Figure 8).

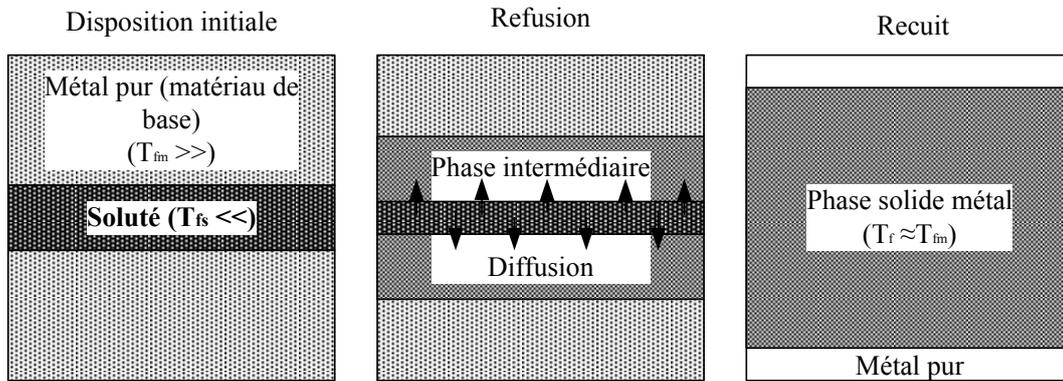


Figure 8 : Schéma simplifié du procédé TLPS.

Parmi les liaisons obtenues par ce procédé, nous trouvons les jonctions formées par des multicouches *Au/In* (alliage binaire résistant) [Chen and Chin, 1993, So et al., 2000], *Ag/In*, *Ag/Sn* (alliages binaires résistant puis jonction formée d'une phase solide riche en argent), et surtout *Au/Sn* (jonction formée d'une phase solide riche en or).

2.2.2.2.1 Diffusion en phase solide dans l'or

Des études ont pu aboutir à la réalisation d'assemblage très résistant entre la métallisation *NiSi₂/Cr/NiCr/Au* d'un semi-conducteur et l'alliage *AuSn* après un recuit de 2000 heures à 350°C [Johnson and Williams, 2004]. En essayant de faire diffuser l'étain dans le matériau de la métallisation, le pourcentage de *Sn* dans *Au* est réduit afin d'augmenter la température de fusion de la jonction. Ces recherches sont menées au JPL¹³ [Castillo et al., 2007] et au sein de l'AFRL¹⁴ [Williams et al., 2006]. Une attention particulière a été aussi consacrée aux alliages *AuIn* formés avec un composant indium très adhérent possédant une température de fusion de 157°C. La refusion de l'indium, est réalisée à 200°C pour obtenir des brasures *AuIn* pouvant résister jusqu'à 450°C [Chen and Chin, 1993, So et al., 2000]. Les contraintes économiques liées au coût d'alliages et au processus d'élaboration des jonctions brasées, favorisent l'exploitation de l'indium avec d'autres métaux comme le cuivre ou surtout l'argent.

2.2.2.2.2 Diffusion en phase solide dans l'argent

La procédure d'obtention d'une jonction résistante à haute température avec l'argent et l'indium n'est pas unique. La jonction peut être obtenue par dépôt d'indium sur des couches épaisses en argent, ou des préformes très fines d'indium posées simplement sur le substrat. Une autre solution est basée sur la refusion de l'alliage *SnAg* puis la diffusion de l'étain (*Sn*) dans les

¹² Transient Liquid Phase Soldering

¹³ Jet Propulsion Laboratory RNASA

¹⁴ Air Force Research Laboratory

métallisations *Ag*. Cette technique est similaire à la diffusion en phase solide d'*AgIn* mais met en jeu l'étain au lieu de l'indium.

En utilisant la première technique, un assemblage entre un semi-conducteur à base de silicium métallisé *Cr/Au/Ag* et un substrat cuivre métallisé *Ag/In/Ag* a été réalisée permettant d'avoir une jonction formée d'une solution solide riche en argent. Le processus d'élaboration de la jonction se fait à une température de l'ordre de 280°C. A l'issue de cette opération, une jonction très résistante est produite, formée par un empilement de couches *Ag/AgIn₂/Ag*. Par la suite, des tentatives ont été réalisées pour accroître la diffusion de l'indium et convertir la couche *AgIn₂* en une couche d'*Ag* sans phase intermétallique [Lee and So, 2000, Chuang and Lee, 2002, Kim et al., 2008]. Les conditions d'élaboration de la jonction haute température c'est-à-dire les températures, les temps de recuit et les épaisseurs nécessaires des couches d'argent et d'indium, varient selon les auteurs mais dans tous les cas, la jonction formée de la solution solide riche en argent est obtenue et peut résister à des températures beaucoup plus élevées proches de 850°C. Les travaux de Quintero ont permis de déterminer l'influence de conditions expérimentales sur la qualité de la jonction obtenue [Quintero, 2008]. Le même type de jonction a été réalisé avec *Sn* en utilisant un semi-conducteur à base de silicium métallisé *Cr/Au* et un substrat cuivre métallisé *Ag/Sn/Au* [Yokozuka et al., 2007].

2.3 Connexion électrique par câblage filaire

Ces éléments servent à connecter le composant actif au substrat ou à d'autres parties et doivent avoir une bonne conductivité électrique et thermique. Il est préférable d'avoir le fil de connexion et la métallisation du substrat du même matériau pour éviter la formation de phases intermétalliques ou des phénomènes de corrosion comme cela a été précédemment décrit. Pour des applications hautes températures (> 300°C), les fils sont en aluminium, en platine, en palladium ou en or.

2.3.1 Les fils de connexion en or

Ces fils présentent une très bonne tenue à la fatigue thermique lorsqu'ils sont connectés à un substrat DBC [Hornberger et al., 2005]. En effet, pour la plage de cyclage de température entre -55°C et 300°C, ces fils restent intacts même si l'on peut observer des fissures apparentes sur la surface du substrat. À hautes températures, les fils d'or sont plus résistants à l'électromigration que les fils d'aluminium. D'autres études montrent que l'interface *Au/Au* ne présente aucune dégradation lorsqu'une température de 350°C est appliquée pendant plus de 300 heures [Harman, 2003].

2.3.2 Les fils de connexion en platine

Les fils de platine sont occasionnellement utilisés pour des applications hautes températures et longue durée. Malgré leur résistivité électrique cinq fois supérieure à celle de l'or ou de l'aluminium, ils ont une conductivité thermique faible représentant le quart de celle de l'or ou du cuivre. Cependant, comme la dureté du platine est élevée, ce matériau demande une énergie ultrasonore plus élevée que celle requise pour l'or ou l'aluminium lors du soudage par ultrasons. Cet inconvénient existe également avec l'utilisation du palladium.

2.3.3 Les fils de connexion en Aluminium

Les fils d'aluminium sont moins chers que les fils d'or ou de platine et sont largement utilisés. Pour améliorer la tenue mécanique des fils, l'aluminium est allié à du magnésium ou à

du silicium [Coppola et al., 2007]. Toutefois, l'utilisation de ces alliages reste à valider dans le cas où les intervalles de températures sont très importants.

Enfin, d'autres matériaux comme le cuivre ou l'argent, peuvent être utilisés pour les fils de connexion [Ratchev et al., 2006].

2.4 Architecture du packaging

Les constructeurs tentent d'optimiser la forme du packaging et essaient de nouvelles organisations des composants du module de façon à minimiser les échauffements thermiques [Zèanh et al., 2008a]. Ceci mis à part, il est toujours préférable d'opter pour une semelle ayant une très bonne conductivité thermique comme le cuivre ou l'*AlSiC* [Scheuermann, 2008], d'avoir un radiateur de géométrie et matériau convenables ou encore d'utiliser des techniques qui permettent de dépasser les contraintes technologiques dues au câblage filaire et enfin d'assurer un refroidissement double-face très utile pour une extraction de chaleur supplémentaire et la plus équilibrée possible [Ghaffarian, 1999]. La suppression de la plaque de base est aussi une solution permettant de résoudre le problème des assemblages brasés substrat / semelle et puce / substrat. En effet, le matériau de la semelle possède une conductivité thermique importante mais aussi souvent un CTE élevé contrairement au substrat en céramique dont le CTE est faible. Cette différence de CTE favorise pour certaines conditions, la rupture par fatigue thermique des brasures. La suppression de cette plaque de base et/ou de la brasure associée permet de réduire le poids et le volume du module, mais aussi de diminuer les valeurs de contrainte dans le système. Ainsi, la durée de vie augmente malgré une élévation des températures de jonction [Scheuermann, 2008].

Les architectures de refroidissement à double face sont destinées à un fonctionnement à haute température des composants. La technologie à base d'inserts ou bumps, bien que non symétrique de point de vue thermique, permet un fonctionnement à des valeurs élevées de courant sans avoir des inductances parasites. Elle est basée sur des billes en alliages de brasure ou en métal pur conducteur, pouvant supporter la température de service du composant électronique. Ces billes permettent le contact entre le semi-conducteur et la métallisation du substrat et doivent donc avoir des conductivités électrique et thermique importantes en plus de leur rôle mécanique et de la résistance à la diffusion à des hautes températures.

Vue la taille du module de puissance ainsi que la puissance électrique mise en jeu, d'autres connectiques sous forme de cylindres en cuivre ou en molybdène ont été utilisées au laboratoire PEARL¹⁵. Le molybdène se distingue par un CTE beaucoup plus faible que celui du cuivre. Les cylindres peuvent être disposés soit à l'horizontale soit à la verticale sous la forme de colonnes. Ce dernier type de connexion est appelé connexion par *CuC*¹⁶ [Sun and Andrew, 2004]. La jonction entre les connectiques et le substrat, est réalisée par un alliage de brasure comme l'illustre la Figure 9. Cette approche permet de réduire la résistance électrique de l'assemblage, d'avoir un échange thermique plus efficace et d'augmenter la durée de vie. Une évolution de cette structure est l'architecture sandwich pour laquelle les connexions « bumpées » sont remplacées par des brasures « pleines » en face avant et arrière du composant [Zèanh et al.,

¹⁵ Power Electronics Associated Research Laboratory

¹⁶ Copper columns

2008a]. Cette technologie permet d'assurer un refroidissement symétrique du composant mais aussi d'équilibrer le chargement mécanique de la structure.

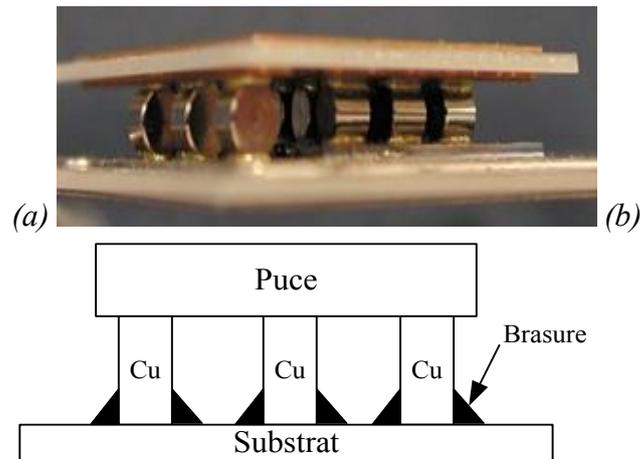


Figure 9 : Connexion entre semi-conducteur et substrat par des inserts cylindriques en cuivre, (a) disposition sous forme de « bumps », (b) disposition sous forme de CuC.

Les matériaux des inserts et des couches de brasure ont des CTE plus élevés que celui du matériau de la puce augmentant ainsi le risque d'accroissement des contraintes. De plus, des phénomènes de diffusion peuvent se manifester dans les interfaces brasure / puce et brasure / insert.

2.5 Métallisations

2.5.1 Céramique

La métallisation du substrat céramique est constituée d'un matériau qui doit être un excellent conducteur électrique et thermique. Une attention particulière doit être portée à l'augmentation de la réactivité du métal avec son environnement, notamment vis-à-vis de la brasure lorsque la température devient importante [Savrun et al., 1998]. Le CTE de la métallisation doit aussi être proche de celui du matériau de substrat. Les métallisations les plus répandues sont les métallisations cuivre et aluminium. Plusieurs autres matériaux possibles sont présentés dans le Tableau 3.

Dans le cas d'un câblage filaire en *Al*, la métallisation idéale serait l'aluminium. L'emploi du même matériau permet d'éviter la formation de précipités intermétalliques. Par contre, l'inconvénient majeur pour l'aluminium concerne sa faible aptitude à adhérer aux brasures. L'aluminium s'oxyde facilement et la couche d'oxyde native formée, difficile à éliminer, réduit la mouillabilité de la surface et la résistance de la jonction [Olszewski, 2007]. La métallisation en cuivre est à cet égard plus répandue.

Matériau	Résistivité électrique ($\mu\Omega.cm$)	CTE ($10^{-6}/^{\circ}C$) à $27^{\circ}C$	Conductivité thermique (W/m.K)	Température de fusion ($^{\circ}C$)
<i>Cu</i>	1,5	17	398	1083
<i>Au</i>	2	14	315	1063
<i>Al</i>	2,4	25	237	660
<i>W</i>	4,8	4,5	178	3400
<i>Mo</i>	5	5	138	2620
<i>Ni</i>	6	13	91	1453
<i>Pd</i>	9,8	8,5	71	1550

<i>Pt</i>	10,6	9	73	1770
<i>Ta</i>	12,2	6,5	57,5	2980
<i>Ti</i>	42	8,5	22	1640
<i>Diamant (c)</i>	$> 10^9$	0,8	2000	-

Tableau 3 : Propriétés thermiques et électriques de quelques matériaux de métallisation [Savrun et al., 1998].

En général, ces métallisations sont accompagnées d'une couche de nickel et/ou d'or de façon à réduire l'oxydation et obtenir une bonne mouillabilité lors du brasage. De plus, le nickel est utilisé comme barrière de diffusion pour empêcher la migration des atomes de cuivre vers la couche d'or [Yamada et al., 2006].

2.5.2 Métallisation de finition

La métallisation du semi-conducteur doit permettre une bonne accroche mécanique, une bonne conductivité électrique et une bonne stabilité chimique lors de l'évolution de la température. L'or, l'argent et le cuivre sont considérés en raison de leur faible résistivité, comme étant les métaux idéaux pour la connectique. L'épaisseur du métal peut varier de quelques centaines de nanomètres à quelques microns.

En raison de sa nature chimique inerte, le diamant ne permet pas l'adhérence directe de la plupart des métaux notamment de l'or et du cuivre. Pour qu'une métallisation en or ou en cuivre adhère au diamant, elle doit être précédée d'un prétraitement. La capacité du diamant à former une couche très adhérente de carbure lors d'un recuit à haute température (700°C à 900°C) avec des métaux réfractaires comme *Ti*, *W*, *Mo* et les métaux de transition comme *Cr*, *Ni*, *Fe*,... est utilisée [Brown et al., 1996]. Ainsi, la liste non exhaustive des combinaisons possibles de métaux à mettre en œuvre est : *Au/Ti*, *Au/Ti-W*, *Au/Cr*, *Au/Ni-Cr*, *Cu/Cr*. Ces métaux sont généralement déposés par évaporation suivie d'un recuit à des températures variant entre 150°C et 500°C.

2.5.3 Revêtements sur DBC

Plusieurs revêtements pour les métallisations épaisses en cuivre et en aluminium ont été utilisés afin de limiter la diffusion et l'oxydation de l'interface métallisation/alliage de brasure. Parmi les revêtements couramment appliqués à la métallisation en cuivre, il existe *Ni/Ag* et *Ni/Au*. Ces revêtements bicouches sont utilisés dans le cas de brasure en alliage d'or tel qu'*AuSn*. Les essais réalisés montrent que pour *Ni/Au*, une couche épaisse d'or est indispensable pour diminuer la proportion de *Sn* dans *AuSn* jusqu'à 10% et pour retarder la diffusion de *Sn* dans *Ni* [Johnson and Williams, 2004].

Le revêtement *Ni/Au* est aussi utilisé avec l'alliage ternaire *AuAgGe*. Cependant, des essais ont montré qu'après un recuit à 400°C pendant 100 heures, une diffusion totale de *Ge* dans *Ni* s'était produite. Cette diffusion a entraîné une formation d'intermétallique fragile *NiGe* préjudiciable à la liaison. Il en est de même pour le revêtement *Ni/Ag* qui est utilisé dans le cas d'un alliage de brasure *AuGe*. Les résultats montrent qu'après vieillissement à 330°C pendant 1600 heures, le *Ge* diffuse dans le *Ni* formant ainsi des composants intermétalliques fragiles [Lang et al., 2009].

Un revêtement de la métallisation de cuivre par *Ni/Cr/Au* est réalisé afin d'éviter la diffusion des atomes de cuivre dans les alliages d'étain et d'indium tels que *AuSn* et *AuIn*. Le nickel déposé améliore la rugosité de la surface et permet un dépôt homogène et adhérent du

chrome. Le chrome sert de barrière de diffusion. La couche d'or protège le chrome contre l'oxydation suite au dépôt de ce dernier. Après un recuit de 100 heures à 130°C, aucune formation de composés intermétalliques comme les Cu_xSn_y ou les Cu_xIn_y a été observée [So et al., 2000].

Les travaux actuels vont dans le sens de rechercher d'autres matériaux servant de barrière de diffusion à la place du nickel. L'alliage titane tungstène TiW et le carbure de tungstène WC peuvent par exemple assurer cette fonction jusqu'à 400°C [Mustain et al., 2009]. Ces barrières gardent généralement une bonne stabilité thermique à des températures extrêmes. L'utilisation de W seul comme barrière de diffusion a été favorable contre la diffusion de Ge dans Ni [Lang et al., 2009].

2.6 Semelle

La semelle est un composant qui représente un support assez rigide pour l'ensemble du module et qui permet surtout de transférer la chaleur vers le radiateur. Elle est généralement en cuivre, en aluminium, en molybdène ou en matériaux composites à matrice métallique comme l' $AlSiC$. L' $AlSiC$ a des propriétés thermiques excellentes et un faible CTE qui dépend de la proportion du SiC dans le composite [LeFranc, 2005]. Les tendances actuelles sont en faveur de la suppression de la semelle en raison du poids et du volume supplémentaire qu'elle donne au module. La suppression de la semelle implique alors l'utilisation de substrat aux performances thermique et mécanique plus importantes [Moazed et al., 1990]. Dans le Tableau 4, sont présentées les caractéristiques de matériaux couramment utilisés pour la semelle.

Matériaux	CTE à 150°C ($10^{-6}/^{\circ}K$)	Conductivité thermique ($W/m.K$)	Module d'Young (GPa)	Limite d'élasticité (MPa)	Densité ($g.cm^{-3}$)
$AlSiC$	7	200	200	300	3
Al	23	220	70	150	2,7
Cu	17	350	125	300	8,9
$Cu-Mo15$	6,5	180	300	800	10

Tableau 4 : Caractéristiques des matériaux de la semelle [LeFranc, 2005].

2.7 Radiateur

Le radiateur se présente comme le composant le plus volumineux parmi les composants cités. Il doit avoir une faible densité et permettre l'évacuation d'un maximum de chaleur vers l'extérieur du module de puissance. Les matériaux les plus usuellement employés sont le cuivre, l'aluminium et moins fréquemment le molybdène. Les valeurs assez élevées de CTE et de la densité de ces matériaux amènent à avoir recours à une variété de matériaux composites qui ont une meilleure conductivité thermique et un plus faible CTE. Ces composites sont caractérisés par des matrices en cuivre, aluminium, ou argent... renforcées par des matériaux à très faible CTE comme le diamant, le graphite, le SiC ou par des fibres de carbone. Il existe par exemple le $Cu-C$, le $Cu-SiC$ et le Cu -diamant. Ces derniers ont des propriétés thermomécaniques élevées et un faible CTE [Neubauer et al., 2005]. Un des choix les plus intéressants, concerne l' $AlSiC$ dont la conductivité n'est pas aussi élevée que celle du cuivre mais qui peut cependant être améliorée en ajoutant des composants comme le diamant ou le graphite [LeFranc, 2005]. Les matériaux composites plus spécialement ceux qui sont renforcés par des nano-fibres, offrent la possibilité

d'avoir à la fois un CTE proche de celui du semi-conducteur, une densité très faible et une conductivité thermique importante [Barcena et al., 2006].

Un récapitulatif des matériaux utilisés dans la fabrication du radiateur est donné dans le Tableau 5 [Mavoori and Jin, 1998, Barcena et al., 2006, Coppola et al., 2007, Geffroy et al., 2008].

	Matériaux	CTE ($10^{-6}/^{\circ}K$)	Conductivité thermique ($W/m.K$)	Densité ($g.cm^{-3}$)
Matériaux à base de carbone	Diamant	1 R 2	1100 R 1800	3,52
	Diamant + SiC	1,8	600	3,3
	Fibres de carbone	L=4 R 5, T = -1 ¹⁷	100 R 500	1,8
	SiC + 20% VGCF		310	2,9
	Carbone Nanotubes (CNT's)	T = -1	6600	2
	VGCF	-1	1950	1,8 R 2
	Carbon + 70% VGCF		910	1,8 R 2
Cuivre et alliages métalliques	Cu	17	400	8,9
	75W-25Cu	8,5	236	15,7
	75Mo-25Cu	9	180	9,8
	95W-3.5Ni-1.5Cu	4,5	173	18
	65Cu-35Ni-Ti	4	264	
	Cu/Invar ¹⁸ /Cu	6,5	138 (xy) ; 40 (z) ¹⁹	8,3
	Cu/Mo/Cu	6	210 (xy) ; 170 (z)	9,8
Composites à matrice métallique en Cu	Cu + 50% diamant	5,5	420	5,35
	Cu + 28% fibres de C	6,5	290 (xy)	7,2
	Cu + 50% CNT		1024	5,45
	Cu + 50% VGCF ²⁰	5,5	840	5,45
	Cu + 30% particules C	9,5	180 R 250	6,4
	Cu + 50% particules C	8 R 9	150 R 300	5,9
	Cu + SiC	7 R 10,9	320	6,6
	Cu + Cu ₂ O (L-COP)	8 R 17	90 - 390	
	Al + 37% VGCF ²¹	5	642	2,44
	Al + 40% fibres courtes de Carbon	4	230	2,4
	Al + 60% SiC	9 R 10	180	2,9
	Al + 50 à 70% graphite	6,5 R 9,5	190 R 270	2 R 2,2
	HOPG	-1	1300 R 1700	2,3
	Cobalt + diamant	3	>600	4,12
	Magnésium + diamant	8	550	
	Argent + diamant	5,8	400 R 600	5,8

Tableau 5 : Caractéristiques de quelques matériaux du radiateur.

¹⁷ L et T: Longitudinal et transversal¹⁸ Fe-Ni; l'ensemble Cu-Fe-Ni est le Cuvar¹⁹ (xy) et (z): dans le plan et hors plan²⁰ Nano-fibres de carbone obtenues par croissance en phase vapeur²¹ Fibres de carbone obtenues par croissance en phase vapeur.

3 Choix technologiques pour le packaging haute température

Dans cette partie, l'architecture d'un véhicule test est présentée pour tester un composant vertical diamant haute température, non commandé, de dimensions 3×3 mm. L'architecture est conçue pour résister à une température de jonction de 300°C et un cyclage thermique entre -55°C et $+300^\circ\text{C}$. Le composant permet de passer une densité de courant de 100 A/cm^2 . Les différents choix des matériaux constitutifs de l'assemblage sont présentés et argumentés.

3.1 Choix de l'architecture

Le choix d'une architecture de module est basé sur les conditions de fonctionnement du composant électronique, la faisabilité du procédé technologique et les propriétés physico-chimiques, mécaniques et thermiques des matériaux. Comme précédemment détaillé, le « wire bonding » est une technique qui montre une bonne maturité technologique et une maîtrise des paramètres de production. Cette méthode est fréquemment utilisée en microélectronique et en électronique de puissance. Elle est adaptée pour des environnements peu sévères par rapport aux applications haute température et haute puissance. Les assemblages avec inserts, ou pressés permettent de dépasser ces limites. Ces méthodes permettent de gérer de fortes tension et densité de courant et d'équilibrer les échanges thermiques grâce à la symétrie de l'architecture. La distance entre les métallisations, ainsi que le coût élevé des dispositifs de pression à réaliser restent les points faibles de ces types d'architectures.

Pour éviter les tensions de claquage trop faibles et pour avoir des performances thermomécaniques et électriques plus importantes, les assemblages par inserts cylindriques sont actuellement utilisés. Un nombre suffisamment élevé d'inserts répartis sur le substrat semi-conducteur permet d'amortir les contraintes dans les brasures, de compenser les effets de la différence de CTE et de minimiser les risques de claquage en adoptant une géométrie convenable de ces derniers. Cette géométrie doit aussi être en accord avec les dimensions du semi-conducteur. Dans le cas d'une puce en diamant de dimensions 3×3 mm, des difficultés de positionnement des inserts peuvent être rencontrés sans compter le nombre maximal d'inserts qui peuvent être placés sur la surface du semi-conducteur. La conception des éléments tels que grille et source reste une problématique sur laquelle nous n'avons pas travaillé.

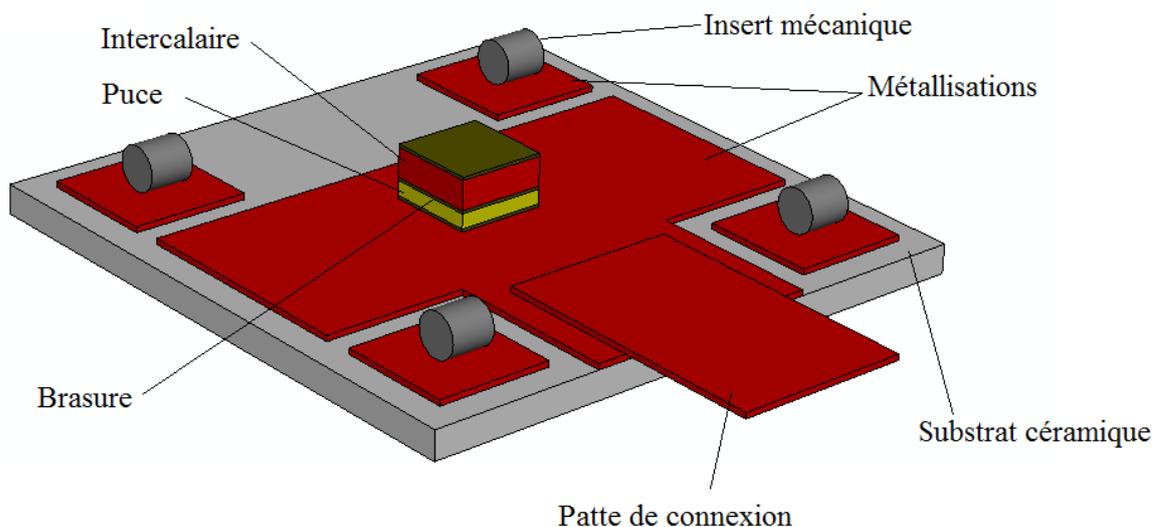


Figure 10 : Architecture du packaging élémentaire.

Dans le cas d'un composant vertical (non commandé en tension/courant), l'utilisation d'un élément brasé intercalaire au lieu d'inserts paraît être un choix raisonnable. Les intercalaires en cuivre ou en molybdène sont préférables en raison de leur conductivité thermique élevée, et de leur disponibilité. La structure face arrière de la puce est supportée par des inserts mécaniques pour améliorer l'équilibre de toute la structure du module. L'architecture adoptée pour le véhicule test, est présentée sur la Figure 10.

3.2 Choix des matériaux

L' AlN et le Si_3N_4 sont retenus comme matériaux de substrat céramique, en raison de leur faible CTE et de leur bonne conductivité thermique.

Pour l'assemblage de la puce au substrat, la refusion et la diffusion en phase solide sont les procédés retenus pour l'élaboration de la jonction. Le frittage est écarté en raison de l'absence de moyens technologiques disponibles au sein des laboratoires du programme, pour le réaliser. Pour avoir une jonction résistante à haute température, l'alliage de brasure et la métallisation doivent être compatibles.

3.2.1 Choix des alliages de brasure

Trois types de jonctions ont été étudiés dans le cadre de notre travail. Deux jonctions sont obtenues par refusion, l'une à faible température et l'autre à haute température. Ce procédé, largement diffusé, ne pose a priori pas de problème technologique majeur. La troisième jonction possède une température de fusion élevée, mais elle est réalisée à « basse » température par le procédé TLPS.

Pour ce qui concerne les jonctions obtenues par refusion, les deux types de brasure sélectionnés sont des alliages $AuGe$ et $AlSi$. L'alliage $88Au12Ge$ est fréquemment utilisé en électronique de puissance et est répandu sur le marché. Il a une bonne conductivité électrique et est très résistant à la corrosion [Leinenbach et al., 2011]. En raison de sa faible température de fusion, la jonction pourrait être élaborée par nos propres moyens technologiques. D'autres alliages d'or comme l' $AuIn$ auraient pu nous intéresser, mais nous ne les avons pas retenus en raison d'un processus d'élaboration moins maîtrisé.

L'alliage de brasure $88Al12Si$ a été retenu comme solution à explorer en raison des possibilités qu'il peut offrir pour des applications hautes températures. En raison de sa température de fusion élevée (de l'ordre de $577^\circ C$), l'opération de refusion a été effectuée sur un dispositif spécifique à la SCT²². Il aurait été possible de faire d'autres choix d'alliage de température de fusion supérieure à celle de l' $AlSi$, cependant, vu le coût de ces alliages (à base d'or pour la plupart), et leur température de fusion excessive pouvant être néfaste aux éléments du module, ils ont été écartés.

Enfin, le procédé TLPS est utilisé pour réaliser une jonction Ag/In formée d'une solution solide riche en Ag . La température de fusion de la jonction obtenue est de l'ordre de $850^\circ C$ alors que les températures d'élaboration n'excèdent pas $400^\circ C$. Le point de départ du cycle d'élaboration est un dépôt multicouche Ag/In . La refusion à basse température (environ $200^\circ C$) de l'indium, suivie de sa diffusion en phase solide dans l'argent (traitement thermique à $400^\circ C$), permettent de minimiser les précontraintes dans la jonction formée. D'autres dépôts

²² Société des Céramiques Techniques

multicouches auraient pu être étudiés (Au/Sn et Au/In), mais ont été écartés à la vue du nombre d'échantillons à élaborer, des épaisseurs des dépôts d'or importantes demandées ($> 5 \mu m$ pour plus de 100 échantillons) et du coût important généré.

3.2.2 Choix des métallisations

Les revêtements sur DBC et les métallisations de finition sont choisis généralement en partant du principe d'avoir une métallisation de même nature que le métal de base constituant l'alliage de brasure. Ceci permet de minimiser les risques de formation de composants intermétalliques défavorables.

Nous avons proposé pour l'alliage de brasure $AlSi$ une métallisation de finition Si/Al pour la puce et d'un compound $W-Si$ pour le revêtement du DBC. Ce composé devait être réalisé par pulvérisation magnétron, mais en raison de l'indisponibilité des cibles $W-Si$ nous avons retenu le choix du nickel comme revêtement pour le cuivre. La substitution du $W-Si$ par Ni est un choix raisonnable vue la stabilité de la jonction Al/Ni aux hautes températures. La métallisation Si/Al est formée par les mêmes entités chimiques que l'alliage $AlSi$ ce qui permet d'éviter la formation d'intermétalliques défavorables.

Parallèlement à cette configuration, nous avons choisi une métallisation de finition $Ti/Cr/Au$ comme accroche pour l'alliage $AuGe$ sur le composant diamant. Le titane est choisi pour favoriser l'adhérence des métallisations grâce à la formation d'un carbure avec le diamant, tandis que le chrome forme une excellente barrière de diffusion. Nous avons retenu comme revêtements du DBC deux combinaisons : Ni/Au et $Ni/Cr/Au$. Pour le second choix, le chrome constitue une barrière de diffusion efficace contre la diffusion entre le nickel et le germanium. Le choix plus simple Ni/Au est viable à condition de prévoir une bonne épaisseur d'or permettant d'éviter la diffusion de Ni dans le Ge .

Pour le troisième type de jonction, la diffusion de l'indium dans l'argent impose un choix coté puce, similaire au précédent à savoir une métallisation $Ti/Cr/Au/Ag$. Bien entendu la couche finale est constituée d' Ag . Du côté du DBC, un dépôt épais d'argent suivi d'un autre dépôt mince d'indium, sont nécessaires à l'obtention de la phase solide riche en argent. Le schéma figure 11 présente l'ensemble des solutions technologiques qui seront étudiées au cours de ce travail.

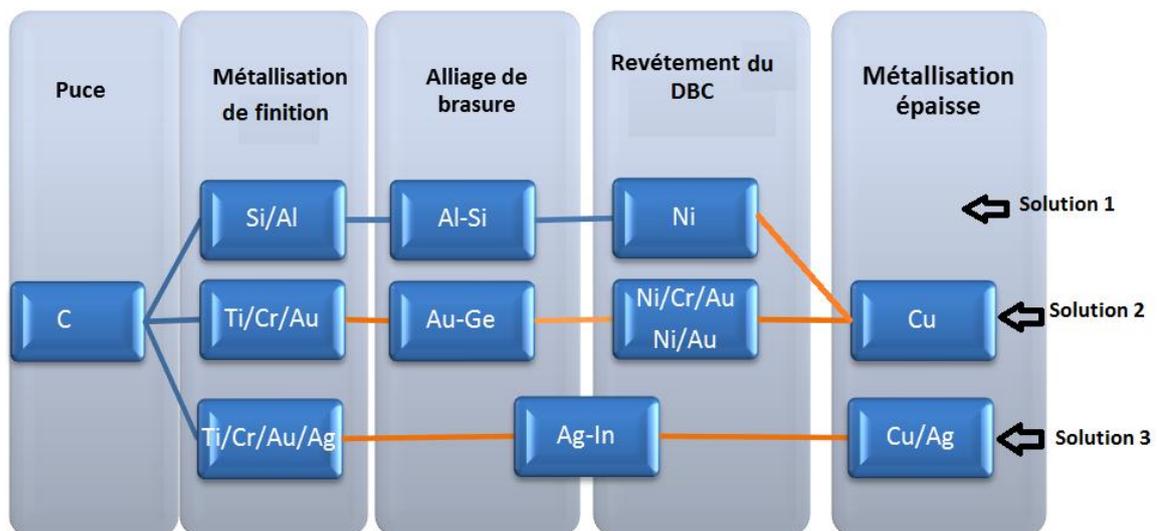


Figure 11 : Présentation des solutions pour l'assemblage des composants.

Conclusion du Chapitre 1

Dans ce chapitre bibliographique, nous avons tout d'abord recensé l'ensemble des contraintes liées au packaging haute température. Nous nous sommes ensuite intéressés aux diverses solutions envisageables pour la conception d'un assemblage autour d'un composant diamant.

L'ensemble de ce travail a abouti à la proposition d'une architecture de véhicule test pour un composant diamant packagé.

L'ensemble des matériaux retenus pour l'élaboration du packaging haute température du composant diamant a aussi été choisi à partir des données issues de la bibliographie et de nos propres expériences. Nous avons retenu trois types d'alliages de brasure pour reporter la puce sur un substrat céramique métallisé cuivre. Les deux alliages *AlSi* et *AuGe* sont des eutectiques qui permettent une obtention de la jonction par refusion, procédé bien connu et maîtrisé. Le troisième choix concerne un procédé mettant en œuvre la refusion à basse température d'un faible volume d'un composé (ici l'indium), suivi d'un traitement thermique permettant la diffusion en phase solide du premier composé (*In*) dans le métal majoritaire qui est ici l'argent. La liaison *Ag-In* obtenue est donc majoritairement de l'argent, et ses propriétés sont elles aussi proches de celles de l'argent. Ce procédé permet l'élaboration à basse température d'une jonction haute température. Afin d'obtenir une jonction performante, les compositions des métallisations de finition ont dû être choisies avec soin. Ainsi, six types de couches de finition ont été définis. Certains de ces matériaux ont des propriétés thermomécaniques encore méconnues et/ou non caractérisées pour nos conditions d'élaboration.

Dans le chapitre suivant, nous nous intéresserons donc à la caractérisation thermomécanique des jonctions et des interfaces réalisées.

Chapitre 2. Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

1	<u>ÉTUDE DES DEPOTS</u>	42
1.1	<u>ETUDE DES METALLISATIONS DE FINITION SUR SUBSTRAT DIAMANT</u>	42
1.1.1	<u>Dépôts monocouches</u>	43
1.1.1.1	<u>Elaboration des dépôts</u>	43
1.1.1.2	<u>Morphologie des dépôts</u>	43
1.1.1.3	<u>Adhérence des dépôts</u>	44
1.1.2	<u>Dépôts multicouches</u>	45
1.1.2.1	<u>Procédure expérimentale</u>	45
1.1.2.2	<u>Etude de la métallisation Si/Al</u>	52
1.1.2.3	<u>Etude de la métallisation Ti/Pt/Au</u>	59
1.1.2.4	<u>Etude de la métallisation Ti/Cr/Au</u>	66
1.2	<u>ETUDE DES REVETEMENTS SUR SUBSTRAT CUIVRE</u>	72
1.2.1	<u>Procédure expérimentale</u>	72
1.2.1.1	<u>Réalisation des dépôts</u>	72
1.2.1.2	<u>Essais de Micro-traction sous MEB</u>	73
1.2.2	<u>Résultats d'essais</u>	74
1.2.2.1	<u>Dépôts électrochimiques Ni/Au sur cuivre</u>	74
1.2.2.2	<u>Dépôts électrochimiques Ni/Cr sur cuivre</u>	76
1.2.2.3	<u>Dépôts électrochimiques Ni/Cr/Au sur cuivre</u>	78
1.2.2.4	<u>Calcul de la contrainte interfaciale pour chaque revêtement</u>	79
1.3	<u>CONCLUSION</u>	80
2	<u>ETUDE DES ALLIAGES DE BRASURE</u>	82
2.1	<u>PROPRIETES MECANIQUES</u>	83
2.1.1	<u>Essais de nano-indentation</u>	83
2.1.2	<u>Essais de nano-indentation sur l'alliage AuGe</u>	84
2.1.2.1	<u>Essais de nano-indentation à charge monotone</u>	84
2.1.2.2	<u>Essais de nano-indentation à charge cyclique</u>	85
2.1.3	<u>Essais de nano-indentation sur l'alliage AlSi</u>	86
2.1.3.1	<u>Essais de nano-indentation à charge monotone</u>	86
2.1.3.2	<u>Essais de nano-indentation cycliques</u>	87
2.1.4	<u>Conclusion</u>	87
2.2	<u>MISE EN ŒUVRE DES ALLIAGES</u>	88
2.2.1	<u>Procédure expérimentale</u>	88
2.2.2	<u>Refusion de l'alliage AuGe</u>	88
2.2.3	<u>Refusion de l'alliage AlSi</u>	90
2.2.4	<u>Elaboration de la jonction AgIn</u>	91
3	<u>ETUDE D'ASSEMBLAGES BRASES</u>	92
3.1	<u>PROCEDURE EXPERIMENTALE</u>	92
3.2	<u>ETUDE DES JONCTIONS AU GE</u>	93
3.2.1	<u>Brasage sur Cuivre revêtu Ni/Au</u>	93
3.2.2	<u>Brasage sur substrat cuivre</u>	95
3.3	<u>ETUDE DES JONCTIONS ALSI</u>	97
3.4	<u>ETUDE DES JONCTIONS AG IN</u>	99
3.5	<u>CONCLUSION</u>	100
	<u>CONCLUSION DU CHAPITRE 2</u>	102

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

L'étude bibliographique a mis en évidence les contraintes thermomécaniques présentes dans les packagings d'électronique de puissance ainsi que certaines solutions technologiques développées par la communauté scientifique.

Trois solutions d'assemblage ont été choisies pour cette étude : deux jonctions obtenues par refusion de brasure *AlSi* et *AuGe* et une jonction *AgIn* réalisée par le procédé TLPS.

La caractérisation thermomécanique des brasures et des métallisations associées fait l'objet de ce chapitre. Différents moyens ont été mis en place pour déterminer les propriétés mécaniques intrinsèques des brasures et des métallisations à différentes échelles (nano-indentation, essais de fluage, essais d'érouissage monotone et cyclique) ainsi que l'adhérence des revêtements (essais de nanorayage et essais de microtraction sous MEB). Les résultats obtenus sont commentés à partir de l'étude microstructurale des différentes zones des jonctions, menée en parallèle.

1 Étude des dépôts

Les différentes métallisations de finition sur le diamant ainsi que les revêtements sur substrat DBC font l'objet de cette première partie. Les films déposés par voie sèche sur substrat diamant ont été réalisés au LAAS²³, partenaire du programme DIAMONIX. La définition, le choix des bains et la réalisation des revêtements ont été faits en partenariat avec le Laboratoire des Traitements de surface du Lycée Jean Dupuy de Tarbes. Le Tableau 6 présente tous les multicouches étudiés en fonction du substrat et de la technique de déposition.

	Cuivre	Diamant
Dépôts électrochimiques	<i>Ni/Au, Ni/Cr/Au, Ni/Cr</i>	-
Dépôts par voie sèche	-	<i>Si/Al, Ti/Pt/Au, Ti/Cr/Au, Ni, Al, W, Ti, Cr.</i>

Tableau 6 : Nature des dépôts réalisés sur les différents substrats en fonction de la technique de déposition.

1.1 Etude des métallisations de finition sur substrat diamant

Ce travail s'intéresse donc à l'étude de plusieurs configurations de métallisations de finition sur un substrat diamant. Dans un premier temps, une étude exploratoire a été menée sur des revêtements monocouches, possibles candidats pour réaliser des contacts ohmiques sur substrat diamant. Les dépôts étudiés sont des couches minces de titane, de nickel, de chrome, d'aluminium et de tungstène. Ce travail a permis de fixer non seulement la méthodologie mais aussi les paramètres d'essai pour la campagne de caractérisation des revêtements multicouches envisagés pour notre étude, à savoir des dépôts *Si/Al*, *Ti/Pt/Au* et *Ti/Cr/Au*. La première combinaison de dépôt est un bicouche *Si/Al* qui n'avait pas été traité jusqu'à présent. C'est une combinaison inspirée de l'utilisation de l'alliage *99AlSi* [Werner et al., 1996] et du silicium dopé aluminium [Wade et al., 2006] utilisés comme contacts ohmiques. Le second type de dépôt est une combinaison de trois films *Ti/Pt/Au* utilisée fréquemment comme métallisation dans les composants d'électronique de puissance à base de silicium mais aussi de diamant [Katz et al., 1993, Hoff et al., 1996, Chouanine et al., 2005], pour des conditions de service « normales » de température et de puissance. La température de service de ces composants varie en général entre -50°C et 125°C. Ce dépôt est composé de titane pour l'adhérence avec le diamant et du platine

²³ Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des systèmes

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

comme barrière de diffusion du titane vers l'or [Hoff et al., 1996]. Cette combinaison de matériaux, élaborée couramment par le LAAS, est appliquée comme métallisation de base (barrière de diffusion et accroche mécanique) pour supporter des alliages de brasure et comme électrode pour des composants de type « MEMS » par exemple. Enfin, le dernier multicouche étudié est le *Ti/Cr/Au* qui se présente comme un candidat potentiel pour des revêtements sur diamant. Ce dernier choix est dicté par sa compatibilité avec certains alliages de brasure riches en or tel que l'alliage *Au88Ge12*. Ce choix peut être étendu vers une métallisation *Ti/Cr/Au/Ag* dans le cas où la brasure étudiée est à base d'argent. La caractérisation mécanique locale imposée par la faible épaisseur des dépôts et par la taille réduite des substrats diamant a été menée principalement grâce au nanoindenteur XP de chez MTS® avec la tête de faible raideur DCM²⁴ et grâce à la platine de microrotation développée par DEBEN®. Le microscope optique PMG3 OLYMPUS ainsi que le microscope électronique à balayage à émission de champs SEM-FEG JEOL 7000F ont permis d'étudier la microstructure des dépôts ainsi que le faciès de rupture des échantillons après les essais mécaniques. Enfin, des analyses physicochimiques par spectrométrie à dispersion d'énergie X ont été effectuées pour localiser notamment les zones de défaillances. Elles ont été réalisées à l'aide du spectromètre SDD 129 eV de chez Bruker. Les conditions expérimentales des essais mécaniques seront précisées tout au long de ce chapitre avant la présentation des résultats.

1.1.1 Dépôts monocouches

1.1.1.1 Elaboration des dépôts

Cinq dépôts monocouches ont été réalisés par évaporation sous vide sur substrats diamant polycristallin de dimensions 3×3×0,5 mm (Figure 12). Les dépôts concernés sont des dépôts de titane, de nickel, de chrome, d'aluminium et de tungstène avec des épaisseurs respectives de 100 nm pour les trois premiers et de 200 nm pour le suivant. Aucun traitement de recuit n'a été effectué sur ces dépôts.

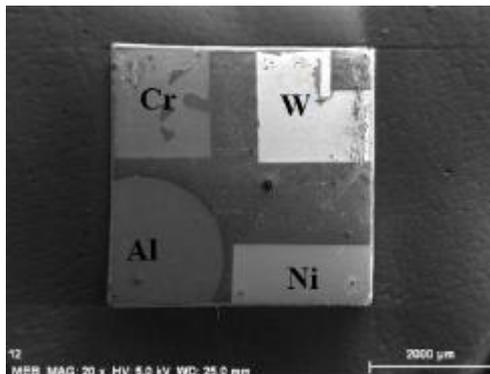


Figure 12 : Diamant revêtu de quatre types de dépôts : Cr, W, Al, Ni.

1.1.1.2 Morphologie des dépôts

Les premières observations par microscopie optique révèlent la présence de décohésion pour les revêtements de tungstène et de chrome (Figure 12). A plus fort grossissement, une étude comparative des morphologies attestent d'une morphologie compacte pour les revêtements d'aluminium, de chrome, de titane et de nickel contrairement au dépôt de tungstène. En effet,

²⁴ Dynamic Contact Modulus

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

quelques excroissances sous forme d'amas sont présentes en surface de ce dernier dépôt (Figure 13).

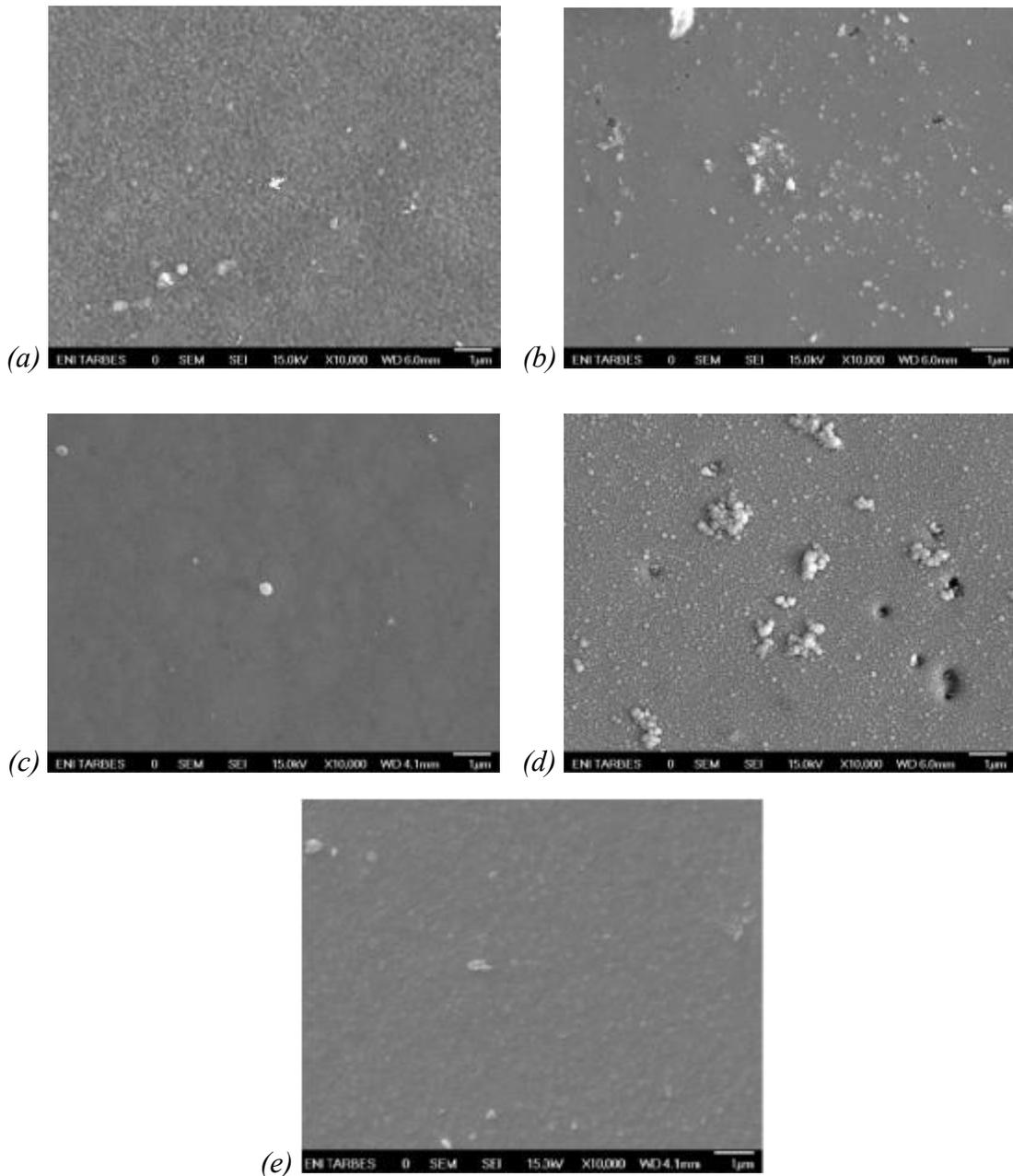


Figure 13 : Morphologies des revêtements, (a) d'aluminium, (b) de chrome, (c) de nickel, (d) de tungstène et (e) de titane.

1.1.1.3 Adhérence des dépôts

Il existe une multitude d'essais d'adhérence plus au moins qualitatifs et/ou quantitatifs. Mittal en recense notamment plus de 300 [Mittal, 1993]. Compte-tenu de la nature du substrat (forme et dimension réduites, propriétés mécaniques importantes du diamant) et de la faible épaisseur des films (épaisseur inférieure au micron), rares sont les essais d'adhérence qui peuvent être mis en œuvre. L'essai de nanorayage a donc été choisi pour une étude comparative, même si les dépôts présentent une dureté et une ductilité respectivement plus faible et plus élevée que le substrat diamant. Les paramètres des essais de nanorayage sont donnés dans le Tableau 7.

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

Type d'indenteur	Indenteur Berkovich en configuration « arête » en avant
Vitesse de rayage	10 $\mu\text{m} / \text{s}$
Charge maximale imposée	40 mN
Longueur rayée	200 μm
Nombre de rayures	3

Tableau 7: Paramètres des essais de nanorayage.

Un essai de nanorayage se déroule en trois étapes successives :

- un premier passage de l'indenteur avec une force normale appliquée très faible (100 μN) ayant pour but de déterminer la topographie des revêtements,
- un deuxième passage lors duquel la charge augmente progressivement jusqu'à la charge maximale,
- un troisième passage, en fond de rayure, avec la charge la plus faible pour déterminer le retour élastique de l'échantillon après rayage ainsi que la topographie de la rayure.

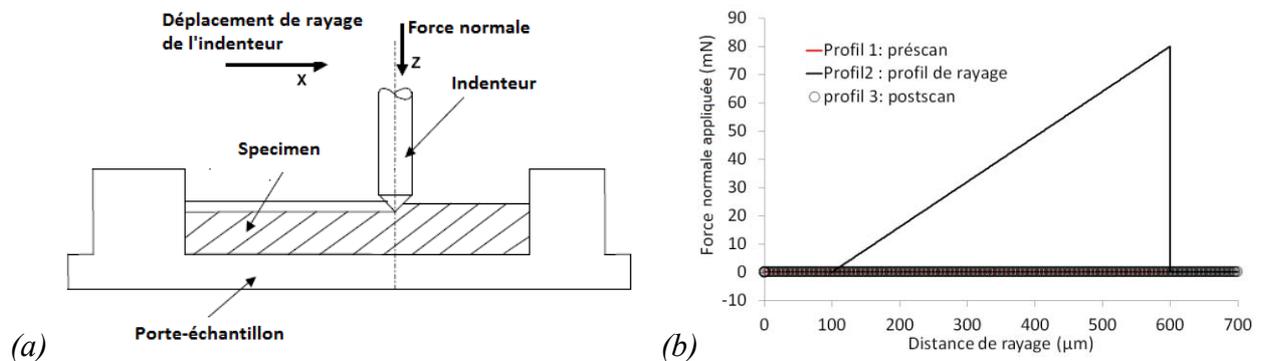


Figure 14 : Procédure d'un essai de nanorayage, (a) principe de l'essai, (b) profil de la force normale.

Les courbes indiquant l'évolution de la profondeur de pénétration au cours et après rayage en fonction de la distance de translation de la pointe (proportionnelle à la charge appliquée), sont présentées de la Figure 15(c) à la Figure 19(c). Les trois essais de rayage réalisés sur les différents dépôts sont parfaitement reproductifs ; par souci de clarté, un seul essai est représenté pour chaque dépôt. Les profondeurs maximales atteintes avec une charge de 40 mN pour les dépôts de nickel, de chrome, de titane, d'aluminium et de tungstène sont respectivement de 0,245 μm , 0,227 μm , 0,141 μm , 0,342 μm et 0,443 μm . Les profondeurs maximales sont naturellement fonction de l'épaisseur des dépôts compte tenu du gradient de propriétés important entre les films et le substrat diamant ; elles sont donc les plus importantes pour les dépôts d'aluminium et de tungstène qui ont une épaisseur de 200 microns.

La Figure 15 montre les résultats issus de l'essai de nanorayage sur le dépôt d'aluminium. L'indenteur atteint rapidement le substrat diamant pour une charge de 3,5 mN. Compte-tenu de la dureté du substrat diamant, la pénétration de l'indenteur est beaucoup moins importante pour les charges supérieures. Au-delà de 200 nm de profondeur, le profil final de la rayure est horizontal. Le profil en fond de rayure peut s'expliquer par l'arrachement du dépôt d'aluminium pour une charge critique d'adhérence de 3 mN comme l'atteste la micrographie de la Figure 15(a). La déformation restaurée est celle du diamant dans sa quasi-totalité ; elle est de l'ordre de 150 nm à l'extrémité de la rayure. La cartographie EDX (Figure 15(b)) ainsi que les analyses

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

physicochimiques en fond de rayure (Figure 15(d)) corroborent les premières analyses. La décohésion après rayage intervient à l'interface dépôt *Al* / substrat diamant.

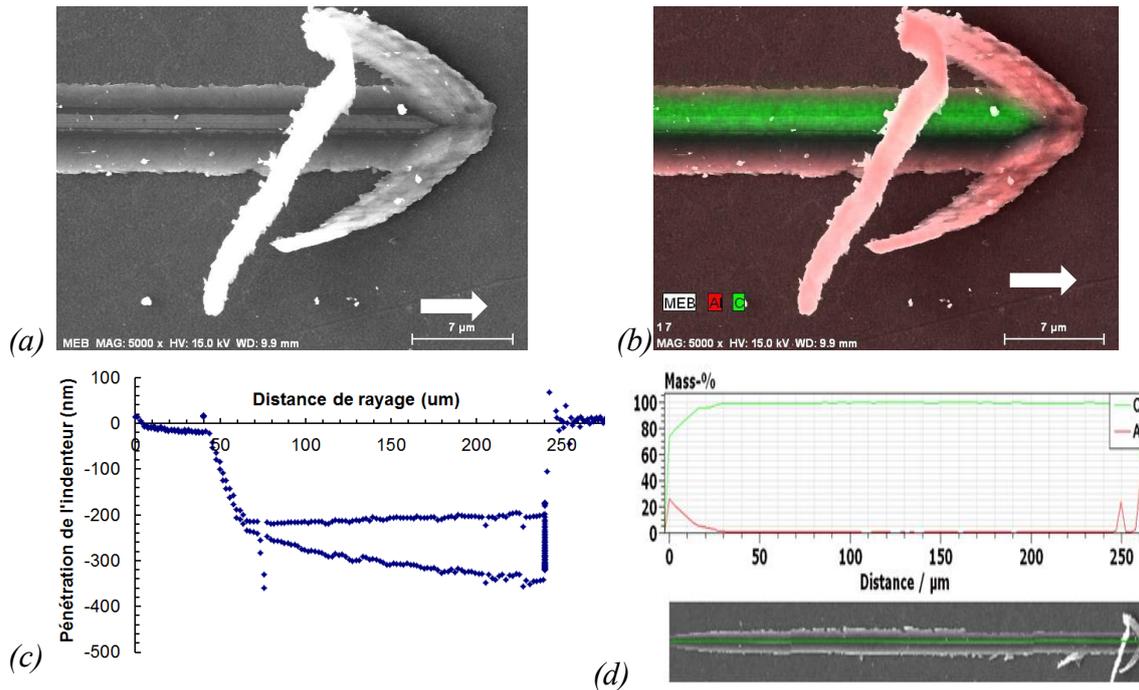


Figure 15 : Essai de nanorayage réalisé sur le revêtement aluminium, (a) observation MEB de l'extrémité de la rayure, (b) cartographie EDX, (c) profil de la profondeur de pénétration, (d) composition chimique en fond de rayure.

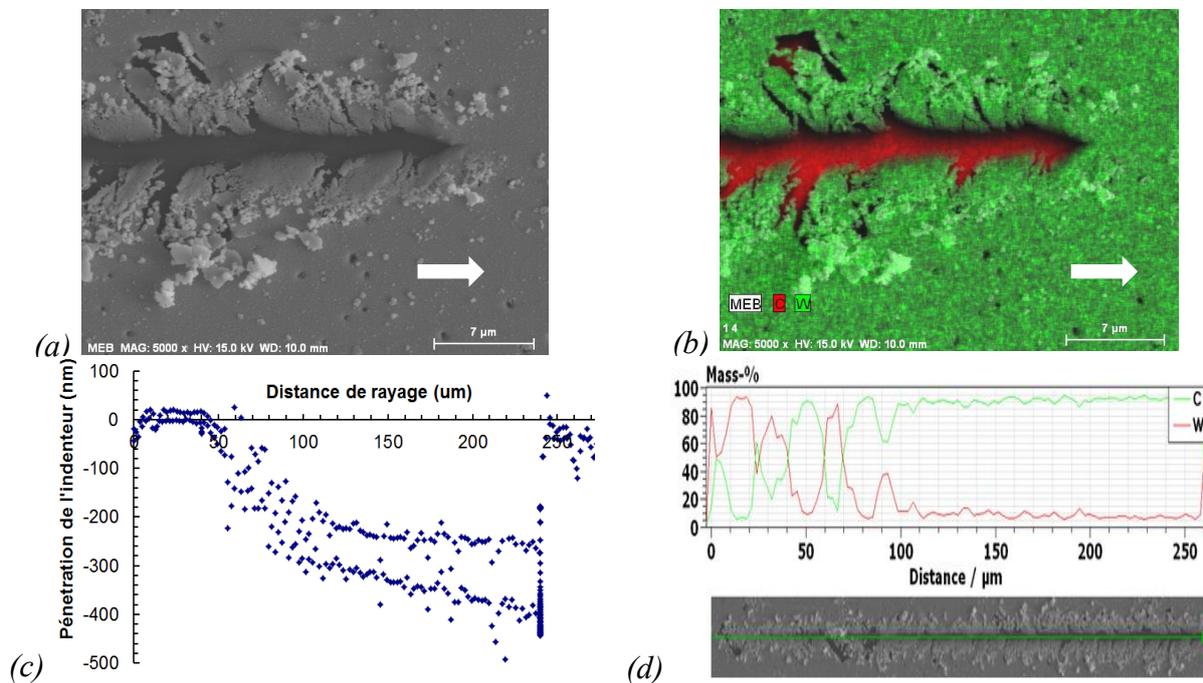


Figure 16 : Essai de nanorayage réalisé sur le revêtement tungstène, (a) observation MEB de l'extrémité de la rayure, (b) cartographie EDX, (c) profil de la profondeur de pénétration, (d) composition chimique en fond de rayure.

Le comportement au rayage du revêtement de tungstène est différent de celui de l'aluminium précédemment décrit. Le profil de profondeur pendant et après rayage semble

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

beaucoup plus perturbé (Figure 16(c)). Le revêtement se désagrège sous le passage de la pointe Berkovich comme l'attestent les nombreuses fissures et décohésions cohésives le long de la rayure (Figure 16(a-b)). Quelque soit la charge maximale atteinte, un film très mince de tungstène demeure présent en fond de rayure.

Le comportement au rayage du revêtement de chrome est présenté sur la Figure 17. Contrairement au dépôt de tungstène, ce dépôt est beaucoup plus cohésif ; seuls quelques écaillages sont présents en bord de rayure ((Figure 16(a-b)). Toutefois, ce dépôt semble plus fragile que le film d'aluminium car de nombreuses fissures sont observées en bord de rayure. Les copeaux qui se forment latéralement sont discontinus contrairement à ceux observés avec le dépôt d'aluminium. Enfin, le retour élastique semble plus important que celui enregistré pour le film d'aluminium ((Figure 16(c)).

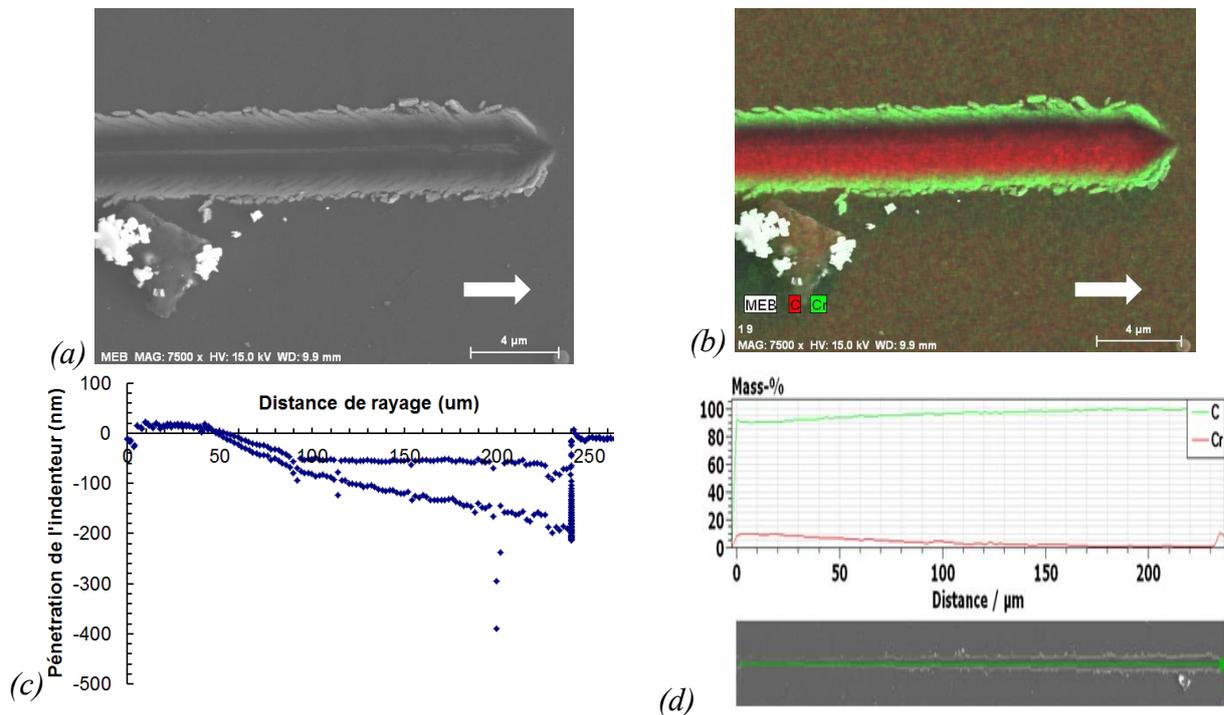


Figure 17 : Essai de nanorayage réalisé sur le revêtement chrome, (a) observation MEB de l'extrémité de la rayure, (b) cartographie EDX, (c) profil de la profondeur de pénétration, (d) composition chimique en fond de rayure.

La morphologie de la rayure réalisée sur le dépôt de titane est présentée sur la Figure 17(a). Quelques écaillages cohésifs, en bord de rayure, sont perceptibles pour les charges normales élevées. Le comportement au rayage du revêtement est présenté sur la Figure 17(b). Un retour élastique est enregistré sur le profil du post scan à partir d'une distance de 50 μm seulement. La valeur de ce retour élastique augmente progressivement pour atteindre 60 nm à la fin du chargement.

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

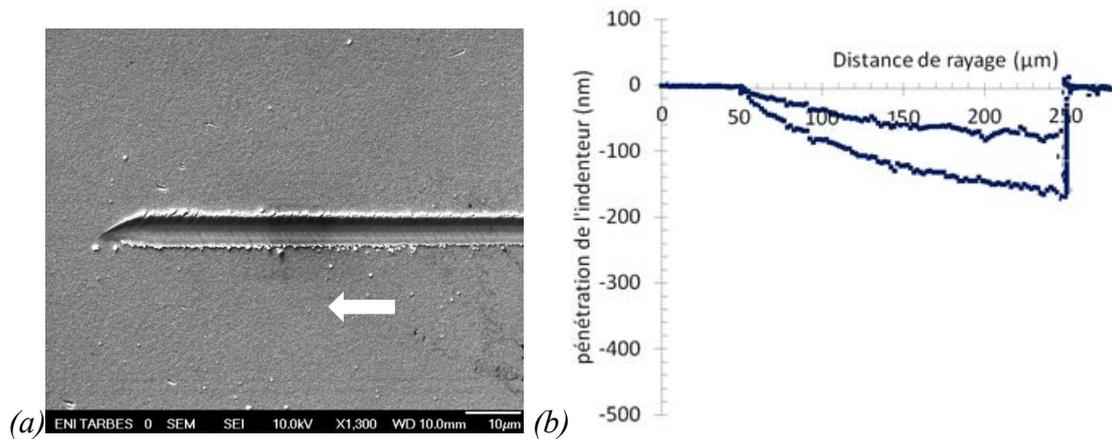


Figure 18 : Essai de nanorayage réalisé sur le revêtement titane, (a) observation au microscope électronique à balayage de l'extrémité de la rayure, (b) profil de la profondeur de pénétration.

La rayure sur le dépôt nickel est régulière. La matière est continuellement refoulée vers les flans sous le passage de l'indenteur (Figure 19(a-b)). Au bout de 100 µm de parcours, le substrat diamant est atteint ; le retour élastique correspond à celui du diamant. Aucune décohésion cohésive n'est observée ; seules quelques fissures sont présentes en bord de rayure (Figure 19(c)). Le substrat diamant est mis à nu en fond de rayure pour une charge normale de 6 mN.

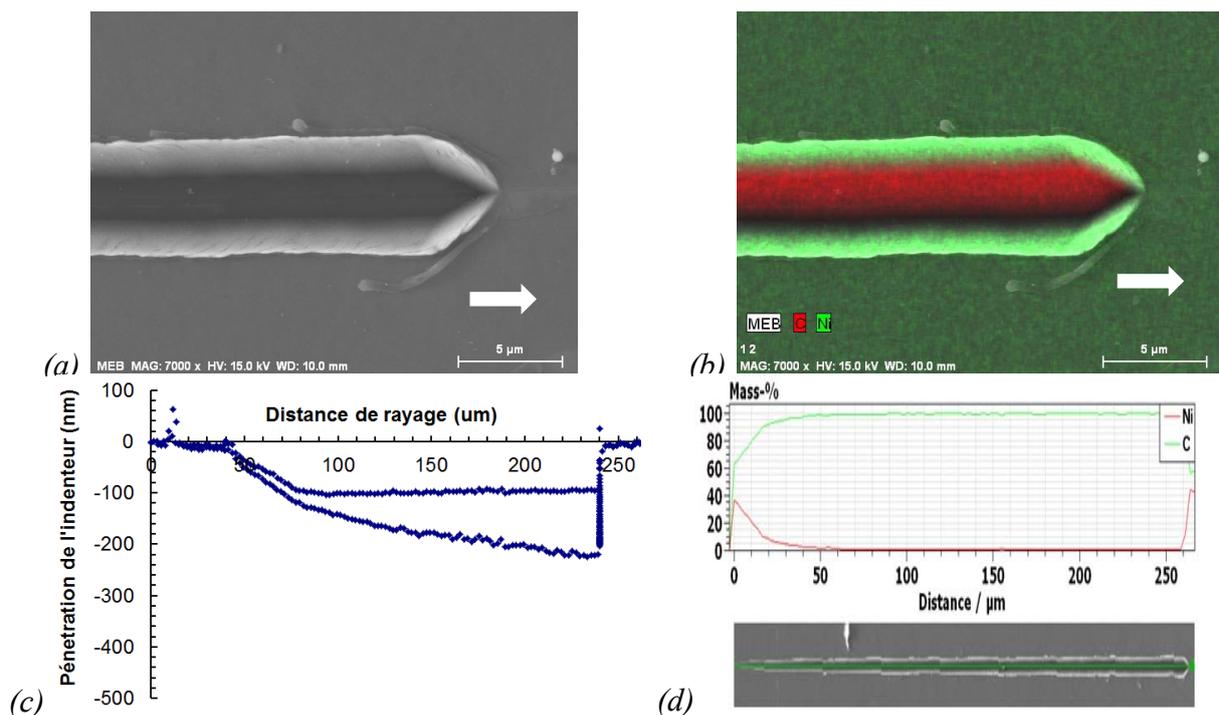


Figure 19 : Essai de nanorayage réalisé sur le revêtement nickel, (a) observation MEB de l'extrémité de la rayure, (b) cartographie EDX, (c) profil de la profondeur de pénétration, (d) composition chimique en fond de rayure.

En résumé, ces essais ont permis de mettre en évidence des comportements mécaniques différents des dépôts sous sollicitation de rayage. Il semblerait que l'adhérence des films soit supérieure à la contrainte d'écoulement des dépôts dans le cas du nickel, du titane et du chrome. Ceci n'est pas vrai pour le dépôt d'aluminium puisque la formation d'un copeau adhésif est observée dès les faibles charges. Si la charge critique d'adhérence est définie comme étant la

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

charge où le substrat est mis à nu, les charges critiques pour chaque revêtement sont : $L_{cNi} = 5,9$ mN, $L_{cCr} = 13,52$ mN, $L_{cTi} = 6,7$ mN, $L_{cAl} = 3,47$ mN et $L_{cW} = 6,42$ mN. L'aluminium présente donc l'adhérence la plus faible avec le substrat diamant. Enfin, les essais de rayage ont montré la très faible cohésion du revêtement tungstène qui a une microstructure beaucoup moins compacte. Pour compléter ces analyses, il semblerait également que la « dissipation mécanique » des dépôts de chrome et de titane soit plus faible que celle des revêtements de nickel ou d'aluminium. En effet, des fissures suivies de décohésions cohésives sont observées sur les flancs des rayures réalisées sur ce revêtement. Ces observations peuvent être corrélées avec les rapports R^p de la déformation plastique sur la déformation totale pour chaque dépôt à la charge maximale de 40 mN en fin d'essai. La déformation totale est mesurée en fin d'essai de rayage et la déformation plastique correspond à la déformation résiduelle au même point, issue du profil du « post scan ». Pour les dépôts considérés, les valeurs de ce rapport sont : $R_{Al}^p = 0,57$; $R_W^p = 0,65$; $R_{Cr}^p = 0,36$; $R_{Ti}^p = 0,44$; $R_{Ni}^p = 0,45$. Les dépôts de titane et de Chrome sont les dépôts qui se déforment le moins par rapport aux autres dépôts. Un déplacement résiduel de l'ordre de 80 nm est enregistré pour ces deux derniers.

Le titane se présente donc comme un bon candidat pour créer une couche d'adhérence avec le diamant. Rappelons que pour éviter les problèmes dus à l'oxydation de la surface du dépôt de titane, celui-ci doit être protégé par une barrière d'oxydation. L'utilisation de l'or comme barrière d'oxydation est très fréquente et favorable dans le cas d'un brasage du composant diamant avec l'alliage *AuGe* [Werner et Al.,]. Toutefois, il faut éviter les dépôts d'or directement sur titane compte tenu des problèmes d'interdiffusion. Il devient donc indispensable de concevoir une barrière de diffusion entre le titane et l'or comme le chrome ou le platine par exemple.

Partant du même principe, l'alliage *AlSi* est compatible avec une métallisation en aluminium mais en raison de la mauvaise adhérence de cette dernière avec le diamant, un film intermédiaire doit être déposé. En se basant sur les travaux de Werner et Al., donnant un avis favorable sur des métallisations à base de composés *99AlSi* et sachant que le système binaire du titane et de l'aluminium présente d'« innombrables » phases intermétalliques, il en découle que le silicium peut être un bon choix. Dans le paragraphe suivant, nous nous proposons d'étudier les configurations suivantes : *Si/Al*, *Ti/Pt/Au* et *Ti/Cr/Au*.

1.1.2 Dépôts multicouches

1.1.2.1 Procédure expérimentale

1.1.2.1.1 Elaboration des dépôts

Les différentes métallisations sont déposées par évaporation sous vide sur un substrat en diamant de dimensions $3 \times 3 \times 0,5$ mm. Pour la métallisation *Si/Al*, un premier dépôt *Si* de $0,2 \mu\text{m}$ est réalisé à 475°C par déposition chimique en phase vapeur assistée par plasma ou PECVD²⁵. Le substrat métallisé est ensuite recuit dans un four RTP « Rapid Thermal Processing » à 1200°C sous vide pendant 10 s, avant de subir un nettoyage à l'acide fluorhydrique afin de supprimer tous les oxydes en surface notamment le *SiO₂* natif. Le but de cette opération est de former une couche de carbure de silicium à l'interface entre le silicium et le diamant. Cette couche va permettre d'assurer une bonne adhérence du dépôt sur le diamant. Une fois cette opération

²⁵ Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition.

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

achevée, un dépôt *Al* de 0,5 μm est réalisé par photolithographie ou technique de « lift-off ». Cette étape est suivie d'un recuit à 450°C pendant 20 min dans un four tubulaire à passage pour améliorer l'adhérence des métallisations.

Sur le deuxième substrat, un dépôt *Ti/Pt/Au* est réalisé par « lift-off » avec les épaisseurs respectives de 0,1 μm , 0,05 μm et 0,5 μm . Une fois ces dépôts obtenus, l'échantillon subit un recuit à 450°C pendant 30 mn. C'est la température minimale à laquelle le titane et le silicium forment une couche de carbure avec le diamant [Werner et al., 1995].

Enfin, le dernier dépôt *Ti/Cr/Au* est réalisé également par « lift-off » sous les mêmes conditions que le précédent avec des épaisseurs respectives de couches de 0,03 μm , 0,03 μm et 0,5 μm .

1.1.2.1.2 Caractérisation mécanique

Les propriétés mécaniques des couches telles que la rigidité et la dureté, sont déterminées en utilisant un dispositif de nano-indentation MTS avec la tête XP et la tête DCM. Ce type de dispositif permet de mesurer en continu la raideur de contact « Continuous Stiffness Measurement ». Des essais de nano-indentation à faible et à forte charge sont réalisés à la température ambiante i.e. 23°C en fonction de l'épaisseur des dépôts. Les conditions d'essais sont données au Tableau 8.

	Tête DCM	Tête XP
Type de pointe	Berkovich	
Résolution en force	1 nN	100 nN
Résolution en déplacement de la colonne	0,05 nm	0,1 nm
Nombre d'essais	30	10
Profondeur de pénétration	400 nm	2 μm
Vitesse d'approche	8 nm/s	8 nm/s
Distance entre empreintes	10 μm	50 μm

Tableau 8 : Conditions opératoires pour les essais de nano-indentation.

Connaissant les dimensions de l'empreinte i.e. la profondeur et la surface projetée ainsi que la charge maximale appliquée P , les propriétés mécaniques d'une couche telles que la dureté et le module de rigidité peuvent être déterminées (Figure 20) à partir de la méthode d'Oliver-Pharr [Oliver and Pharr, 1992] détaillée comme suit :

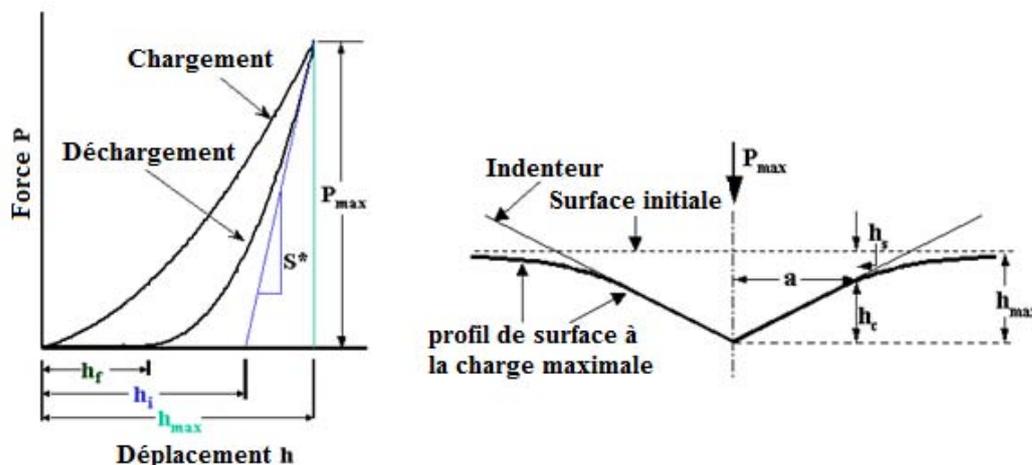


Figure 20 : Courbe chargement-déchargement et profil de l'empreinte.

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

Soit h_{max} la profondeur maximale atteinte lors de l'essai, h_f la profondeur finale et h_i le déplacement intercepté.

Si $S = \left. \frac{dP}{dh} \right|_{P_{max}}$ est la pente de la courbe à la décharge, alors la profondeur h_c peut être calculée avec

la relation suivante : $h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{P_{max}}{S}$

avec $\varepsilon = 0,75$, une constante qui dépend de la géométrie de l'indenteur (Berkovich).

Une fois h_c calculée, on peut déduire l'aire maximale projetée de l'indenteur ayant pénétré d'une profondeur h_c dans le matériau. Cette aire notée A dépend de h_c et s'écrit de la manière suivante

$$A h_c = 25,4 \times h_c^2 + \sum_{i=0}^{+\infty} C_i h_c^{1/2i} \quad (1-1)$$

Les coefficients C_i sont déterminés par étalonnage à partir des essais de nano-indentation sur de la silice fondue.

Sachant que pour un indenteur Berkovich, β est égal à 1,034, le module réduit E_r s'exprime sous la forme :

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\beta \sqrt{A h_c}} \quad (1-2)$$

Ce module tient compte à la fois des caractéristiques mécaniques de l'indenteur et du matériau testé. Pour extraire le module d'Young du matériau testé, il suffit de connaître le coefficient de Poisson de ce dernier et d'utiliser la relation suivante :

$$E_r = \left[\frac{1-\nu_s^2}{E_s} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \right]^{-1} \quad (1-3)$$

Avec E_i (1141 GPa) et ν_i (0,07) le module d'Young et le coefficient de Poisson de l'indenteur en diamant, et E_s et ν_s ceux du matériau sollicité.

La nanodureté du matériau H s'écrit $H = \frac{P}{A h_c}$.

1.1.2.1.3 Caractérisation de l'adhérence

L'adhérence des multicouches a également été estimée à partir d'essais de nanorayage comme pour les dépôts monocouches. Seuls les paramètres d'essai ont été adaptés en fonction notamment de l'épaisseur des métallisations (Tableau 9).

Distance entre les rayures	500 μm
Longueur des rayures	700 μm
Vitesse de déplacement	10 $\mu\text{m/s}$
Charge du premier profil	0,1 mN
Charge du deuxième profil	0,1 mN - 80 mN \dot{R} 0,1 mN
Charge du troisième profil	0,1 mN
Nombre de rayure	2-3

Tableau 9 : Conditions opératoires pour les essais de nanorayage sur les multicouches.

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

1.1.2.2 Etude de la métallisation Si/Al

1.1.2.2.1 Morphologie des dépôts Si/Al

La Figure 21 présente des observations par microscopie électronique à balayage de la surface de la métallisation à différents grossissements compris entre X 500 et X 50000. Le multicouche ne présente pas de défauts apparents. Il semble relativement compact et régulier aux faibles grossissements (Figure 21(a)). Des observations à plus fort grossissement révèlent la présence d'amas régulièrement répartis à la surface de l'échantillon dont la taille est de quelques microns (Figure 21(b-c)). La microstructure du dépôt d'aluminium est formée de grains équiaxes de taille 100 nm (Figure 21(d)).

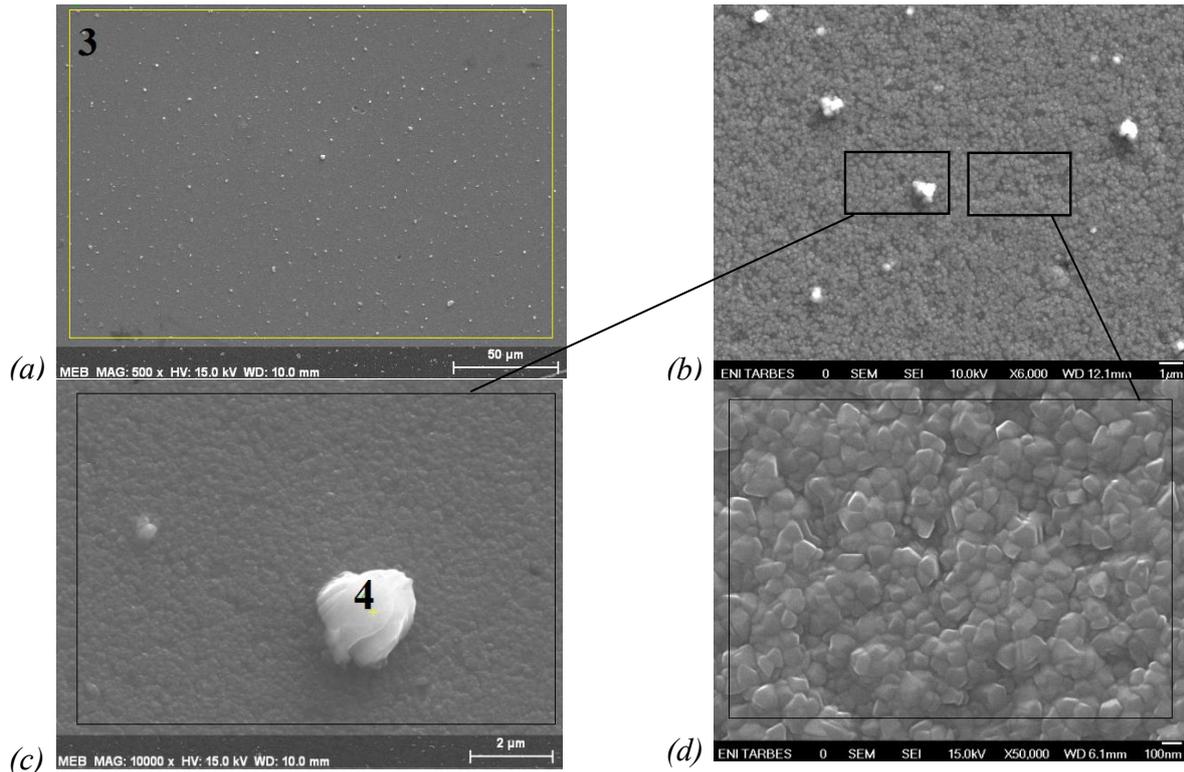


Figure 21 : Micrographies de la surface des dépôts Si/Al obtenues par microscopie électronique à balayage.

1.1.2.2.2 Composition chimique des dépôts Si/Al

Des analyses EDX ponctuelles ont été effectuées à la surface de la métallisation. Le spectre global de la Figure 22 atteste bien de la présence des deux couches d'aluminium et de silicium. En effet, la « poire d'interaction » du faisceau incident du MEB a une profondeur supérieure à l'épaisseur du dépôt d'aluminium ce qui explique la détection également de la sous-couche Si. Par contre, les amas observés précédemment sont bien d'aluminium car le pic relatif au Si diminue (Figure 22). La présence de la sous-couche Si est confirmée par la cartographie EDX (Figure 23). La décohésion au bord de l'échantillon s'est donc produite à l'interface entre les dépôts de Si et d'Al.

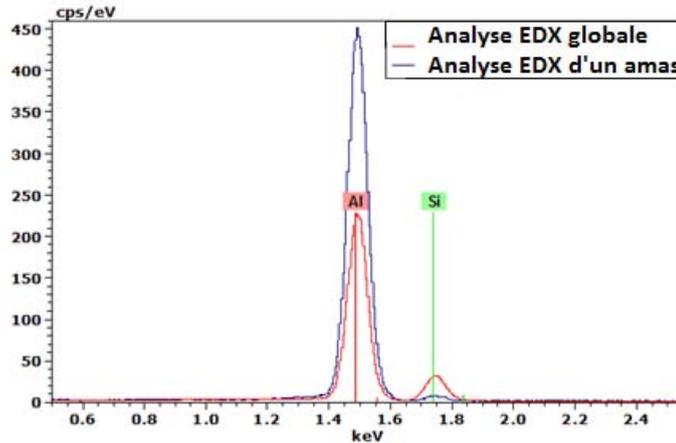


Figure 22 : Composition globale au centre de la surface correspondant à la région 3 de la micrographie de la Figure 21 ; composition d'un amas correspondant à la zone 4 de la micrographie de la Figure 21.

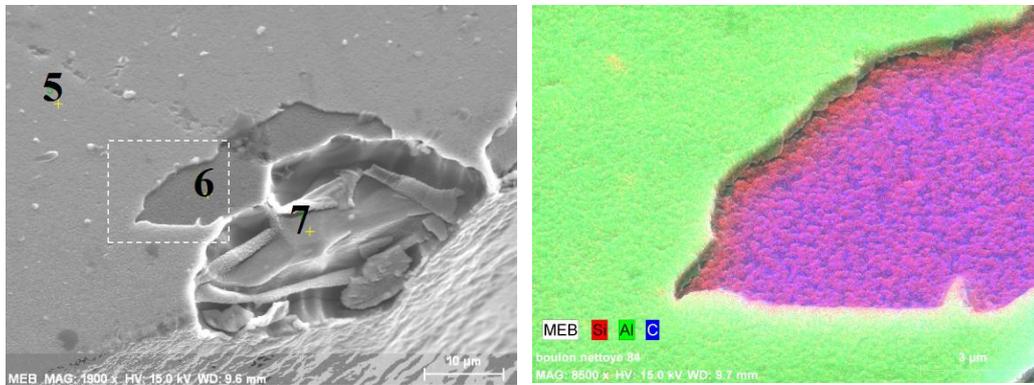


Figure 23 : Cartographie EDX de la zone de décohésion.

1.1.2.2.3 Propriétés mécaniques des dépôts Si/Al

1.1.2.2.3.1 Essais de nano-indentation à forte charge

Les essais de nano-indentation à forte charge (charge maximale atteinte de 1500 mN) ont pour objectif de déterminer l'évolution des propriétés mécaniques du multicouche en fonction de la profondeur indentée. La Figure 24 présente l'évolution de la charge appliquée en fonction de la pénétration dans le matériau au cours de 10 essais à profondeur imposée de 2000 nm. Une bonne répétabilité est observée entre tous ces essais. Afin d'aider à l'interprétation des courbes, la nature et l'épaisseur des différentes couches sont indiquées sur le graphe. Chaque courbe de chargement peut être divisée en trois parties distinctes.

La première partie semble rectiligne et se situe entre le début du chargement et une profondeur voisine de 500 nm. Elle se caractérise par la pente la plus faible de toute la courbe de chargement et une valeur de charge maximale très faible par rapport à la charge maximale appliquée en fin d'essai. Ceci s'explique par le fait que l'aluminium ainsi que le silicium possèdent une rigidité et une dureté beaucoup moins importantes que le diamant. La deuxième partie correspond à une transition ; elle est comprise entre 500 nm et 1300 nm. L'influence du diamant est de plus en plus importante. Au-delà de 1300 nm, l'influence des métallisations devient mineure ; la charge appliquée augmente brusquement due à la dureté très importante du diamant.

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

Au cours du déchargement, un retour élastique très important d'environ 600 nm, soit 30% de la profondeur totale de déplacement imposé, est mesuré. Ce retour élastique est très certainement celui du diamant qui a une dureté et une rigidité très importantes.

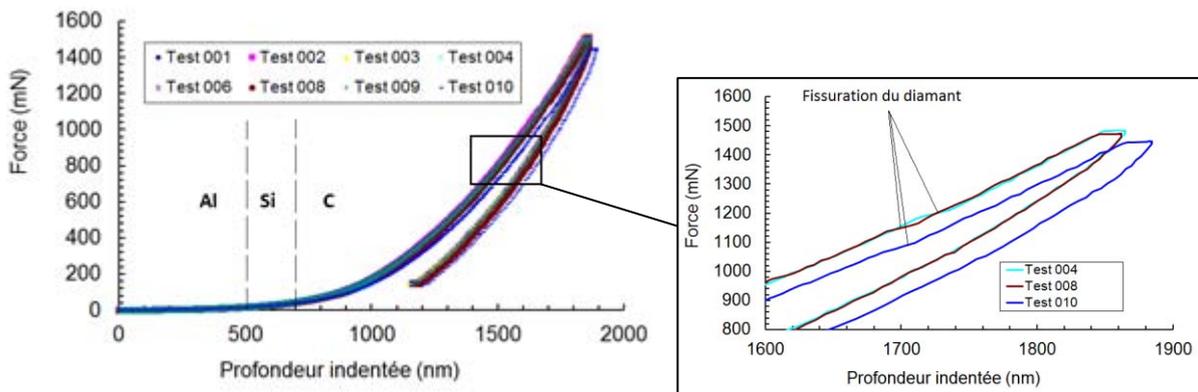


Figure 24 : Courbes chargement-déchargement en fonction de la profondeur de pénétration.

La Figure 25 présente les courbes moyennes de la rigidité et de la dureté en fonction de la profondeur d'indentation. Le module d'Young augmente progressivement dès le début des essais pour atteindre un palier à une valeur moyenne maximale de 750 GPa à partir de 1100 nm de profondeur. La plus forte dispersion en fin d'essai ainsi que la légère baisse observée sont dues à un début de fissuration du substrat diamant pour une profondeur d'indentation de 1500 nm. Cette fissuration est confirmée par les paliers présents sur les courbes de chargement et déchargement aux fortes charges.

La dureté évolue différemment : elle augmente très faiblement jusqu'à 600 nm, puis fortement au-delà pour atteindre une valeur voisine de 25 GPa. Ces premiers résultats ne permettent pas de déterminer la rigidité et la dureté de chaque couche compte tenu de l'influence du substrat diamant. Il est toutefois intéressant de noter que son influence est beaucoup plus rapide (dès les faibles charges) sur le calcul de la rigidité que sur la détermination de la dureté. Ce résultat a déjà été observé par [Chechenin et al., 1997]. La dureté et la rigidité du substrat en diamant semblent être égales respectivement à 25 GPa et 750 GPa. D'autres travaux ont abouti à des valeurs proches de ce que nous avons trouvé pour des revêtements épais de diamant sur substrat WC [Fazio et al., 2001, Savvides and Bell, 1992].

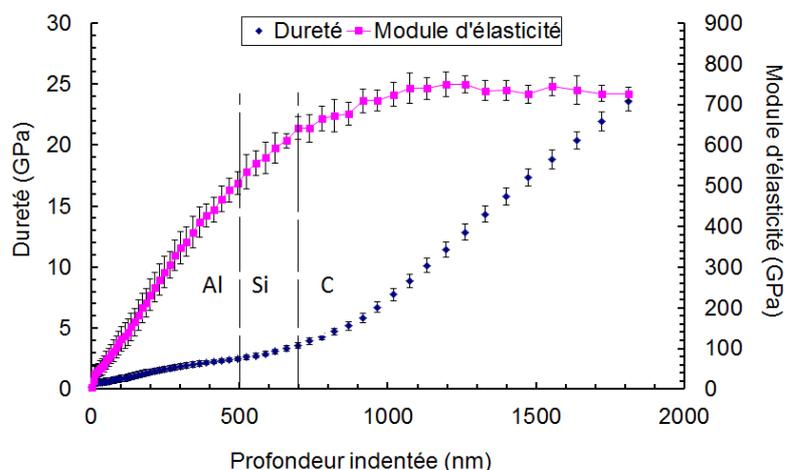


Figure 25 : Valeurs moyennes des propriétés mécaniques de dureté et de rigidité en fonction de la profondeur d'indentation.

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

Les empreintes relatives à ces courbes ont été observées par microscopie électronique à balayage afin de confirmer les comportements mécaniques de chaque couche. La Figure 26 présente la morphologie de l'empreinte ainsi que les couches traversées. Des microfissures semblent perceptibles dans le diamant (Figure 26(a)). L'empreinte présente un « bourrelet » important sur ces bords, résultant de la déformation plastique de la couche d'aluminium. Au cours des essais, toutes les couches sont traversées comme l'attestent la cartographie EDX de la Figure 26(b) et les analyses EDX en fond de l'empreinte (Figure 27).

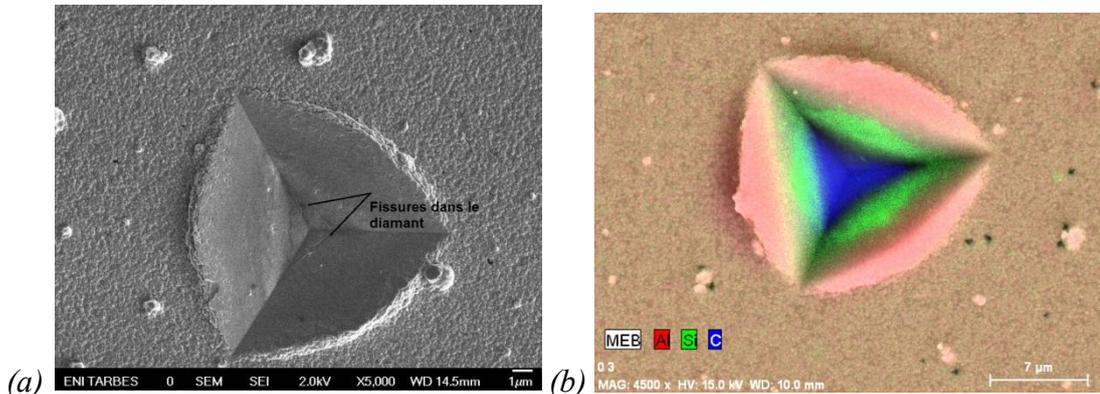


Figure 26 : Empreinte réalisée sur les dépôts Si/Al, (a) morphologie, (b) Cartographie EDX.

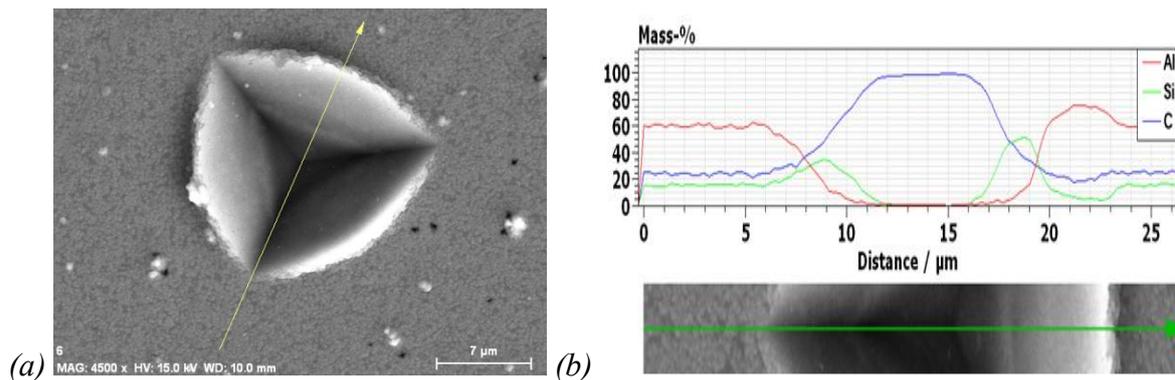


Figure 27 : Analyse chimique par profilométrie EDX de l'empreinte réalisée sur les dépôts Si/Al.

1.1.2.2.3.2 Essais de nano-indentation à faible charge

Les essais à forte charge n'ont pas permis de déterminer les propriétés mécaniques intrinsèques de la couche d'aluminium ; seules les propriétés du substrat ont été estimées. Des essais à plus faible charge ont donc été effectués avec la tête DCM du nano-indenteur MTS qui a une meilleure résolution dès les faibles charges appliquées due notamment à sa raideur plus faible.

La Figure 28 présente l'évolution de la charge appliquée en fonction de la profondeur de pénétration imposée de l'indenteur (300 nm maximum). Les profils de charge ne montrent pas de discontinuités malgré une dispersion importante due notamment à la sensibilité élevée de la pointe DCM à la rugosité de surface. Le retour élastique est très faible ; il est dû essentiellement à la faible limite élastique de l'aluminium associée à une déformation plastique importante de ce dernier.

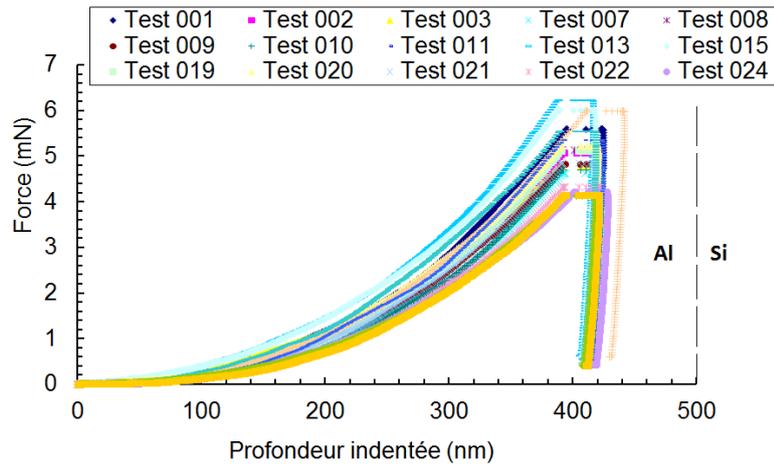


Figure 28 : Courbes chargement-déchargement en fonction de la profondeur de pénétration.

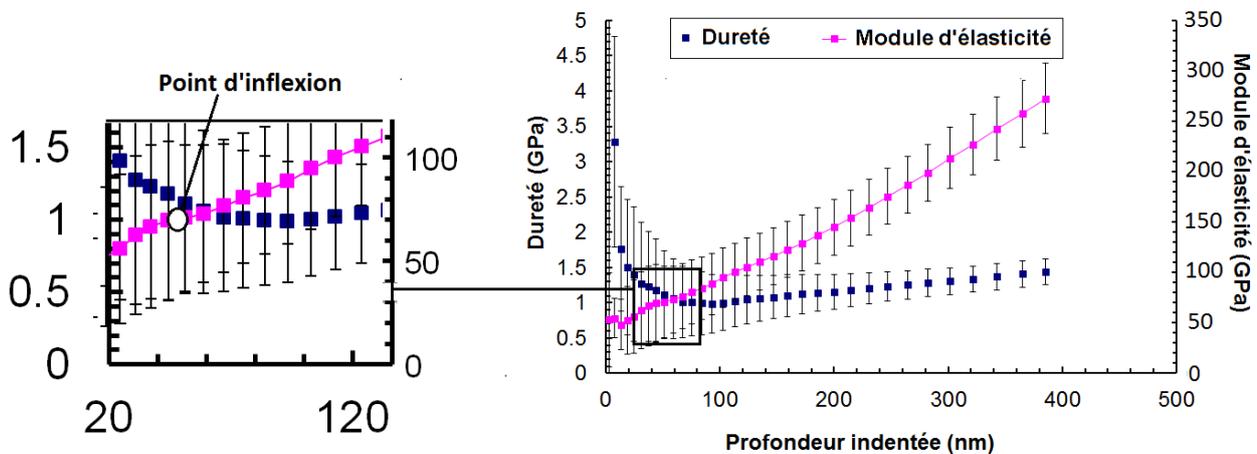


Figure 29 : Valeurs moyennes des propriétés mécaniques de dureté et de rigidité en fonction de la profondeur d'indentation.

Les courbes moyennes de la dureté et du module d'élasticité en fonction de la profondeur de pénétration sont présentées sur la Figure 29. Le module de rigidité se stabilise à 70 GPa pour des profondeurs d'indentation comprises entre 40 et 60 nm soit à peu près le dixième de l'épaisseur du dépôt d'aluminium. L'influence du silicium voire du diamant est minime pour ces profondeurs. Par contre, au-delà de 80 nm, la rigidité mesurée augmente de plus en plus à cause de l'influence du substrat diamant. Par conséquent, la rigidité et la dureté de la couche d'aluminium peuvent être estimées respectivement à 70 GPa et à 1 GPa. D'autres travaux font références à des valeurs de module d'élasticité qui corroborent avec ceux que nous avons trouvé. Les valeurs de la dureté restent très proches [Sakharova et al., 2010].

1.1.2.2.4 Adhérence des dépôts Si/Al

1.1.2.2.4.1 Essais de nanorayage

L'adhérence des dépôts est évaluée par nanorayage selon les conditions expérimentales décrites au Tableau 9. La profondeur de pénétration ainsi que le coefficient de frottement ont été déterminés en fonction de la distance de rayage (Figure 30 et Figure 31).

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

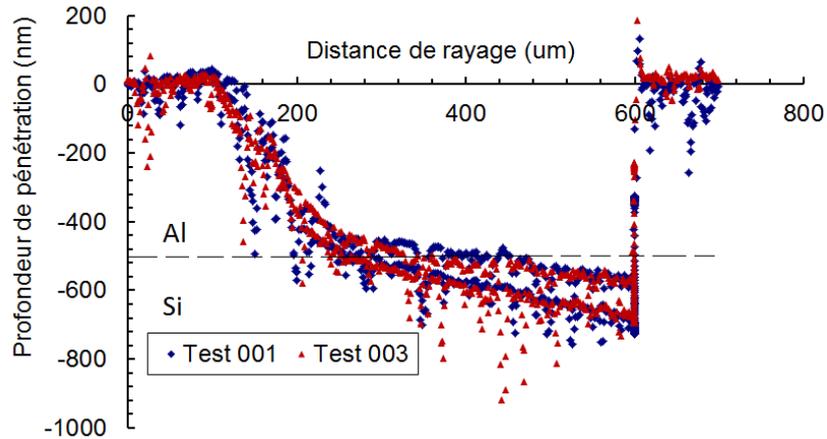


Figure 30 : Evolution de la profondeur de pénétration en fonction de la distance de rayage pour les dépôts Si/Al.

Les essais de rayage donnent des résultats comparables et reproductibles quelques soient les rayures effectuées. Le comportement est initialement linéaire avec un taux de pénétration de $-2 \text{ nm}/\mu\text{m}$ jusqu'à 400 μm . Ce comportement est principalement dû à la couche ductile et peu dure d'aluminium d'épaisseur 500 nm. A partir d'une profondeur de 500 nm, la pente de la courbe passe à $-0,44 \text{ nm}/\mu\text{m}$ mais la réponse du matériau reste toujours linéaire. L'indenteur atteint les couches inférieures de silicium voire le diamant puisque la profondeur finale atteinte est de 730 nm. Le profil topographique du fond de la rayure correspond au profil de pénétration lors du rayage pour des profondeurs inférieures à 500 nm. Ceci indique que la couche Al subit une déformation quasi-plastique comme pour les essais d'indentation. Au-delà de cette profondeur, le profil en fond de rayure se distingue de celui mesuré lors du rayage. L'écart entre les deux profils atteint une valeur maximale de l'ordre de 160 nm en fin de rayure qui correspond à un retour élastique. La profondeur finale maximale après déformation est de 570 nm. La déformation élastique représente donc en tout 20% de la déformation totale pour la charge maximale. Ce retour élastique est principalement dû au comportement du diamant.

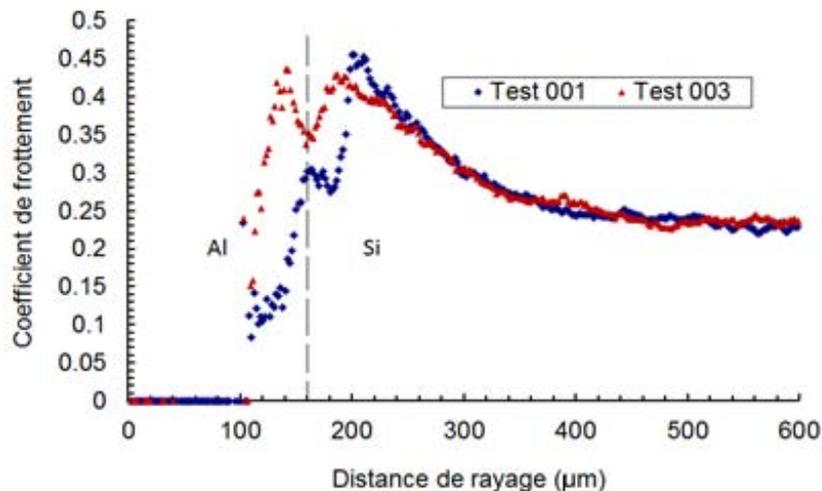


Figure 31 : Variation du coefficient de frottement en fonction de la distance de rayage.

L'évolution du coefficient de frottement en fonction de la distance de rayage est illustrée sur la Figure 31. Le coefficient de frottement μ représente le rapport entre la force latérale et la force normale imposée par l'indenteur. Ce coefficient croît fortement à partir du moment où la

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

pointe commence à pénétrer dans la couche *Al* (distance de rayage de 160 μm) pour atteindre la valeur de 0,3 à une distance de rayage de 180 μm (profondeur de pénétration égale à -304 nm, charge normale égale à 12,92 mN). A cette charge normale, une perturbation légère du coefficient est observée traduisant un comportement mécanique différent. Ensuite, le coefficient de frottement continue à augmenter jusqu'à atteindre 0,5 au passage de l'indenteur à l'interface *Si/Al* (profondeur de l'ordre de 500 nm). Finalement, il commence à chuter et se stabilise à une valeur de l'ordre de 0,23 à la fin de l'essai lorsque la pointe atteint le diamant.

1.1.2.2.4.2 Morphologie des rayures

La Figure 32 présente la morphologie des deux rayures réalisées sur le dépôt *Si/Al*. Dès le début de la rayure, le dépôt d'aluminium se déforme plastiquement en raison de sa faible dureté pour former un « bourrelet » sur les bords. Ce n'est qu'à la fin des premiers 150 μm de la rayure qu'il y a apparition de copeaux en raison de la rupture cohésive de l'aluminium. Cet endommagement confirme l'évolution du coefficient de frottement enregistré ainsi que les brusques variations de topographie. Aucun délaminage ou formation de copeau n'est observé lorsque la pointe traverse la couche de silicium, attestant par la même l'adhérence de cette couche au diamant. Ce résultat est confirmé par l'évolution progressive du coefficient de frottement lorsque la pointe traverse la couche de silicium pour rayer ensuite le diamant.

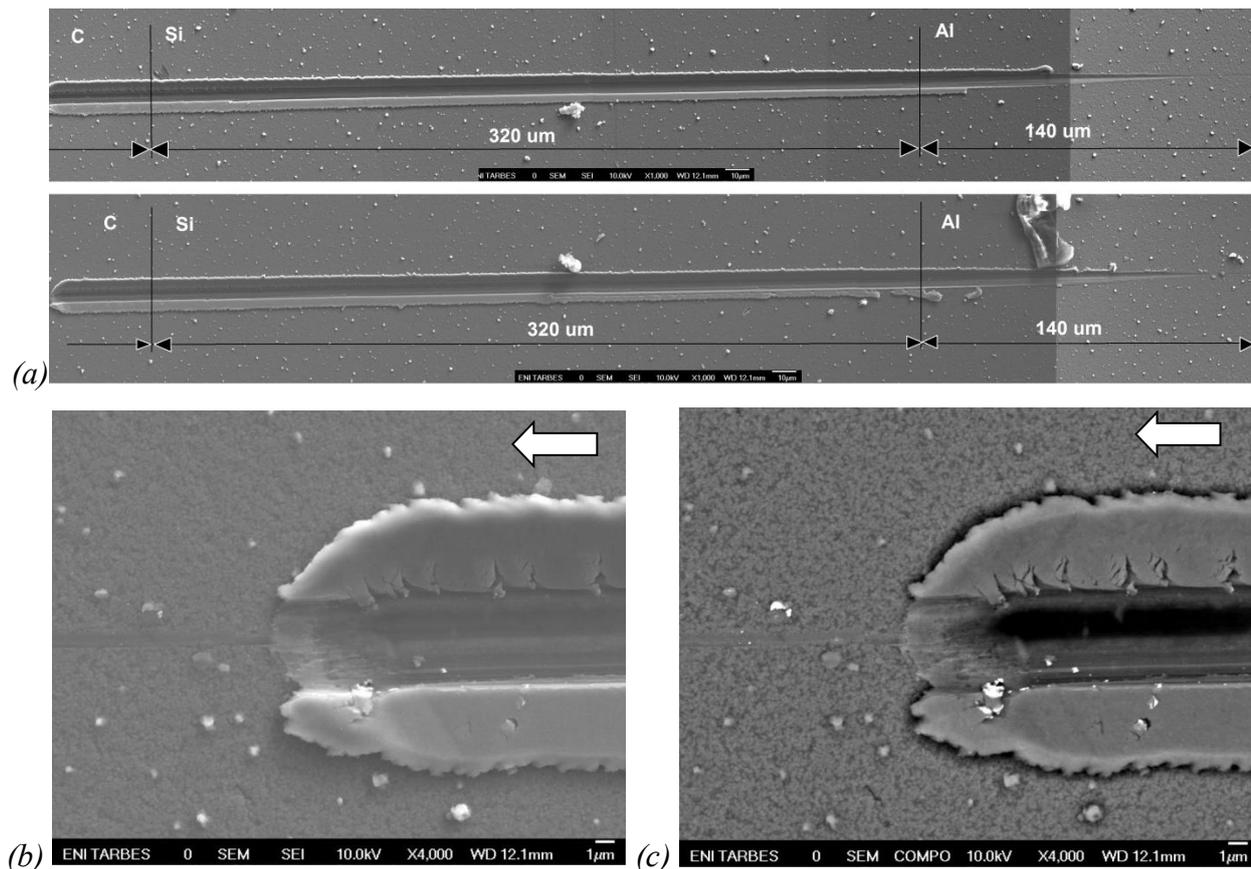


Figure 32 : Micrographie des rayures réalisées sur la métallisation *Si/Al*, (a) morphologie des rayures entières, (b) extrémité de la rayure observée en mode électrons secondaires, (c) extrémité de la rayure observée en mode électrons rétrodiffusés.

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

1.1.2.2.5 Synthèse de l'étude des dépôts *Si/Al*

La métallisation *Si/Al* a une morphologie uniforme avec la présence de quelques amas riches en *Al* régulièrement répartis en surface. Le dépôt *Al* en surface est formé de grains dont la taille est de l'ordre de 100 nm. Les évolutions de la rigidité et de la dureté du bicouche en fonction de la profondeur de pénétration ont été déterminées par des essais de nano-indentation. Les caractéristiques mécaniques de l'aluminium ($H_{Al} = 1$ GPa et $E_{Al} = 70$ GPa) et du diamant ($H_C = 25$ GPa et $E_C = 750$ GPa) ont été déterminées. Il n'a pas été possible de déterminer les propriétés de la couche de *Si* compte tenu de sa faible épaisseur et du fait qu'elle soit intercalée entre deux matériaux à fort gradient de propriétés. Les essais de nanorayage ont quant à eux montré que la rupture est cohésive dans l'aluminium ; la résistance de l'interface peut donc être prise comme étant supérieure à la résistance de cisaillement de l'aluminium. La couche de silicium semble bien adhérer au diamant grâce au traitement thermique réalisé qui permet de former une interphase *SiC* à l'interface, comme décrit par de nombreux auteurs [Moazed et al., 1990, Brown et al., 1996, Civrac et al., 2010].

1.1.2.3 Etude de la métallisation *Ti/Pt/Au*

1.1.2.3.1 Morphologie du multicouche *Ti/Pt/Au*

Les micrographies réalisées à faible grandissement, présentées sur la Figure 33, révèlent la présence de défauts sur toute la surface de l'échantillon. Ces défauts sont soit des cloques de diamètres variables compris entre 5 et 30 μm (Figure 33(b)) soit des décohésions des métallisations (Figure 33(d)). Les micrographies obtenues à plus fort grandissement donnent accès à la taille de grain du dépôt d'or qui est de 2 μm en moyenne (Figure 33(c)). Ces défauts semblent être générés lors de l'élaboration. La formation de cloques résulte souvent de la présence de contraintes résiduelles dans les couches et/ou de zones interfaciales fragiles.

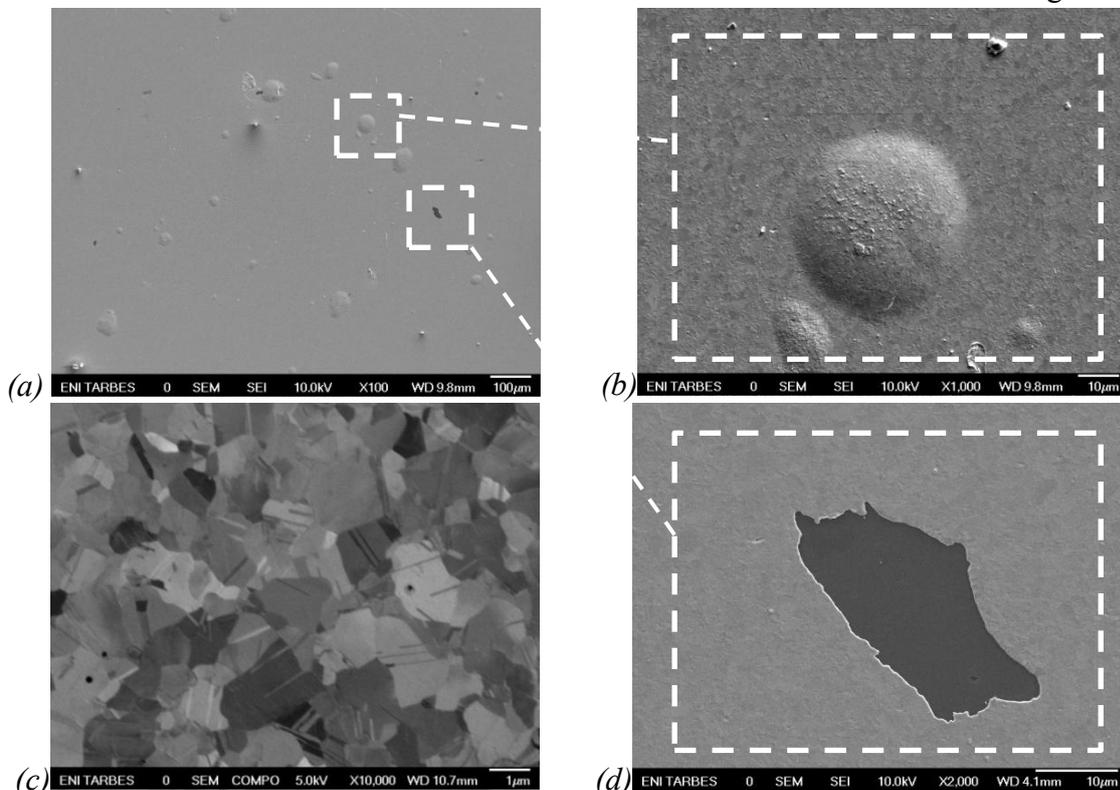


Figure 33 : Micrographies obtenues par microscopie électronique à balayage de la surface du multicouche *Ti/Pt/Au*.

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

Afin d'essayer de statuer sur la localisation de ces défauts, des analyses EDX ont été réalisées.

1.1.2.3.2 Analyses chimiques des dépôts *Ti/Pt/Au*

La composition des couches et l'origine des défauts repartis sur la surface ont été déterminées par des analyses chimiques réalisées sur deux zones caractéristiques de la surface de l'échantillon : une zone exempte de défaut (1) et une zone correspondant à un écaillage (2) (Figure 34).

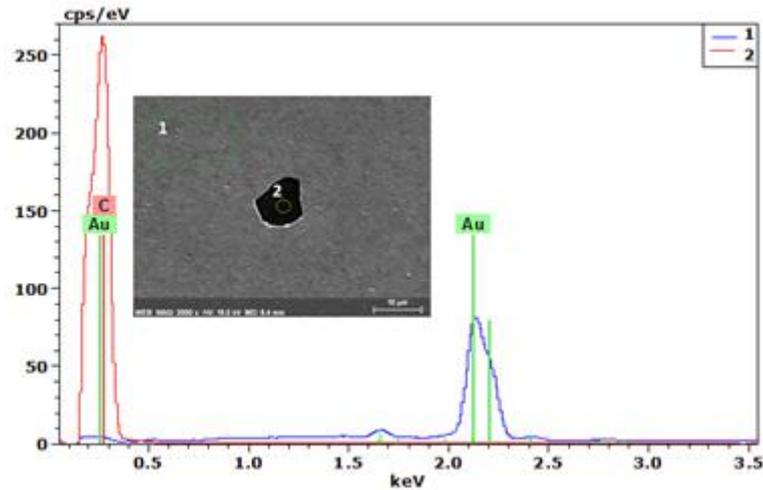


Figure 34 : Analyses EDX du multicouche *Ti/Pt/Au*.

L'analyse chimique de la zone 1 montre la présence de la couche d'or sur la surface du substrat. Les autres couches ne sont pas détectées compte tenu de leur faible épaisseur par rapport à la couche d'or. L'analyse chimique de la zone 2 révèle uniquement la présence de carbone correspondant au diamant. La décohésion semble donc être localisée entre le dépôt de titane et le diamant voire entre le dépôt de *Pt* et celui de *Ti*. Plusieurs analyses EDX ont été réalisées dans des zones de décohésion avec des tensions d'accélération des électrons incidents faibles (~ 5 kV) pour analyser une faible couche tout en conservant une statistique correcte de mesure en réalisant des acquisitions longues. Quelque soit les analyses réalisées dans les décohésions, seul le carbone a été mis en évidence. Cependant, il est difficile de statuer précisément sur la zone de décohésion au vu des faibles épaisseurs des dépôts *Ti* et *Pt*. Malgré tout, les dépôts testés ont été recuits à 400°C par notre partenaire alors que les températures de recuit communément admises dans la littérature sont comprises entre 700°C et 900°C ce qui pourrait expliquer la perte d'adhérence localement due à l'absence d'une sous-couche d'adhérence de type *TiC* [Brown et al., 1996].

1.1.2.3.3 Propriétés mécaniques du multicouche *Ti/Pt/Au*

1.1.2.3.3.1 Essais de nano-indentation à forte charge

La Figure 35 montre les courbes chargement-déchargement correspondantes aux essais réalisés sur l'échantillon métallisé *Ti/Pt/Au*. Les essais sont reproductibles. L'allure générale des courbes ressemble à celles déjà décrites pour la métallisation *Si/Al* sur diamant. La charge augmente faiblement jusqu'à 500 nm de profondeur compte tenu de la faible rigidité et dureté de l'or. Comme observé précédemment, aucune influence des couches intermédiaires de *Ti* et de *Pt* n'est observée à cause de leur faible épaisseur. A partir de 500 nm, la charge augmente très rapidement pour atteindre la profondeur maximale de 1600 nm au final dû au substrat diamant.

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

Le retour élastique est tout de même de l'ordre de 50%. Il semble là encore, que ce retour élastique soit essentiellement imputable au comportement élastique du diamant.

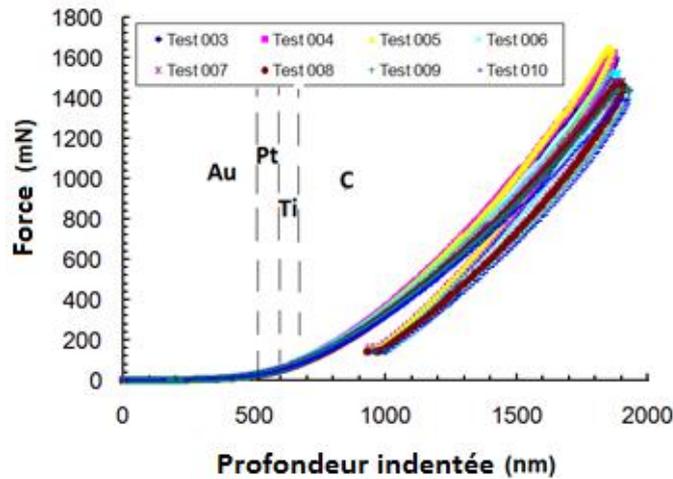


Figure 35 : Courbes chargement-déchargement typiques de l'échantillon métallisé Ti/Pt/Au.

La Figure 36 présente l'évolution de la rigidité et de la dureté en fonction de la profondeur de pénétration. En raison d'une profondeur atteinte de plus en plus importante allant de l'or jusqu'au diamant, la rigidité augmente. Elle atteint une valeur maximale de l'ordre de 750 GPa, valeur supérieure à celle trouvée pour l'échantillon métallisé Si/Al. Cette valeur correspond donc au module d'Young du diamant. A partir de cette valeur, soit une profondeur de 600 nm, la rigidité commence à décroître considérablement avec beaucoup de perturbations dont l'origine est très certainement l'apparition de fissures au sein du substrat diamant lui-même, comme vu précédemment. Ceci correspond à une charge critique évaluée à 80 mN. Cependant, la dureté continue à croître pour atteindre une valeur moyenne maximale de 26 GPa, très proche de la valeur déterminée pour l'échantillon métallisé Si/Al.

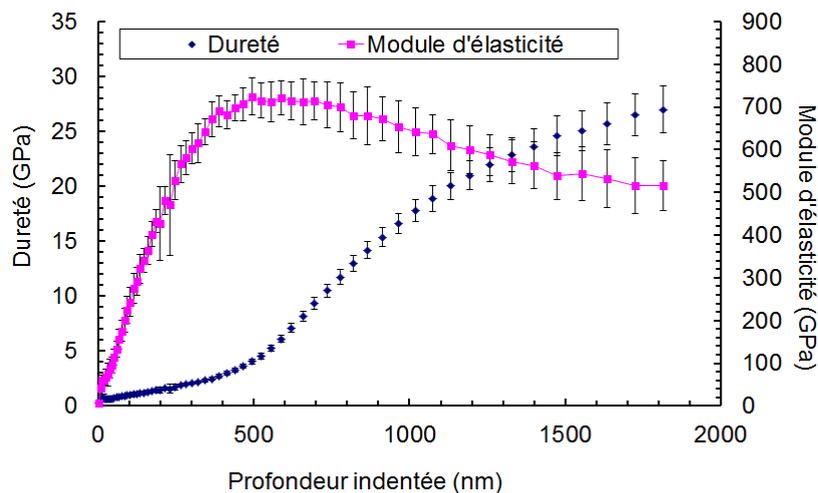


Figure 36 : Valeurs moyennes des propriétés mécaniques de dureté et de rigidité en fonction de la profondeur d'indentation.

Afin de vérifier les hypothèses émises sur la chute de rigidité apparente du substrat diamant, des observations au microscope électronique à balayage des empreintes ont été effectuées (Figure 37).

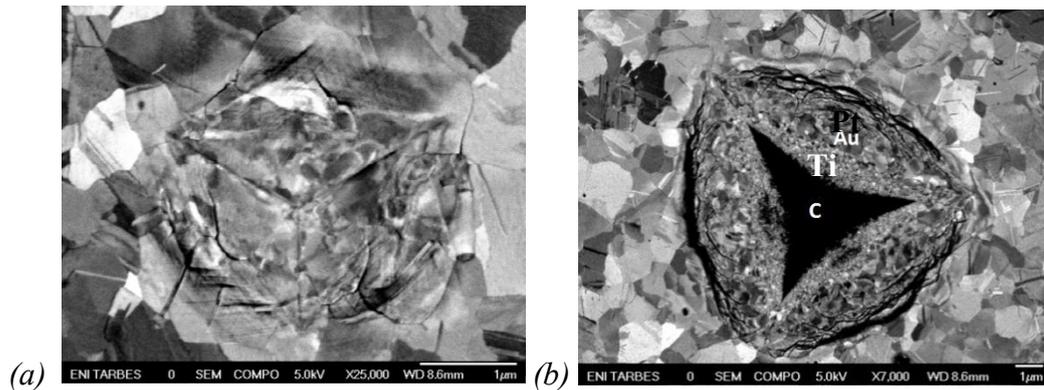


Figure 37 : Observations MEB de l'empreinte (a) en mode électrons secondaires, (b) en mode électrons rétrodiffusés réalisées sur les dépôts Ti/Pt/Au.

Les différentes couches qui constituent la métallisation allant de l'or en surface (gros grains de l'ordre de $2\ \mu\text{m}$ de diamètre) jusqu'au titane (grains fins de quelques nanomètres) sont mises en évidence. Des bandes de glissement sur les bords de l'empreinte confirment la déformation plastique importante du dépôt d'or. Les Figure 38(a) et 38(b) montrent la présence de trois fissures. Ces fissures apparaissent sur les faces en contact avec l'indenteur et se propagent jusqu'aux arrêtes ($\sim 3\ \mu\text{m}$). Elles sont distantes de $500\ \text{nm}$ par rapport au centre de l'empreinte, soit semble-t-il, lorsque l'indenteur est en contact avec le diamant. Toutes les empreintes réalisées par nano-indentation présentent ces fissures sur leurs faces internes. La cartographie montre que la surface apparente au centre est en majorité celle du diamant. Enfin, la couche de platine d'épaisseur $0,05\ \mu\text{m}$ n'est pas détectable.

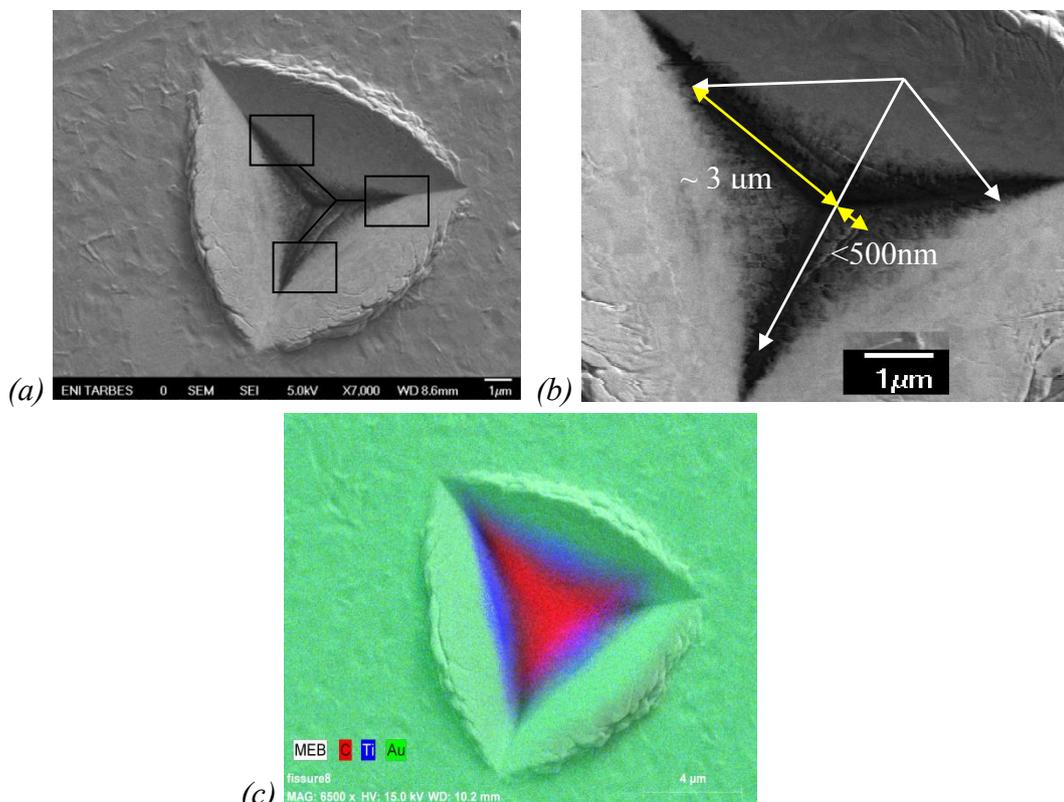


Figure 38 : Observations MEB des empreintes et cartographie EDX associée réalisées sur les dépôts Ti/Pt/Au.

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

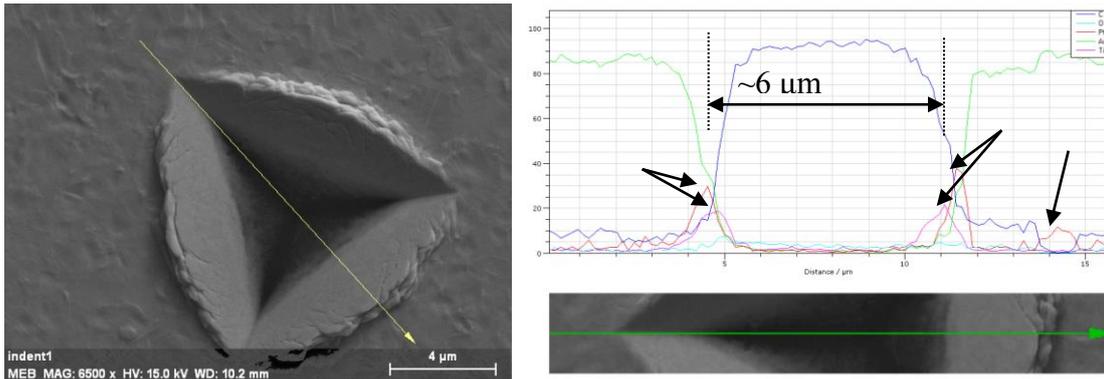


Figure 39 : Profil de composition chimique de l'empreinte dans le dépôt Ti/Pt/Au.

La composition chimique de l'empreinte est extraite tout au long de la section comme l'indique la Figure 39. Au vu de la dimension de la zone en contact avec le diamant, ces analyses chimiques confirment la localisation des fissures dans le diamant.

1.2.3.3.2. Essais de nano-indentation à faible charge

Des essais de nano-indentation à faible charge sont réalisés pour essayer de caractériser les propriétés intrinsèques de la couche d'or en surface (Figure 40). Le comportement de la métallisation est quasi-plastique compte tenu du retour élastique très faible mesuré lors du déchargement. Ce retour élastique représente, en effet, seulement 5% de la profondeur maximale de pénétration.

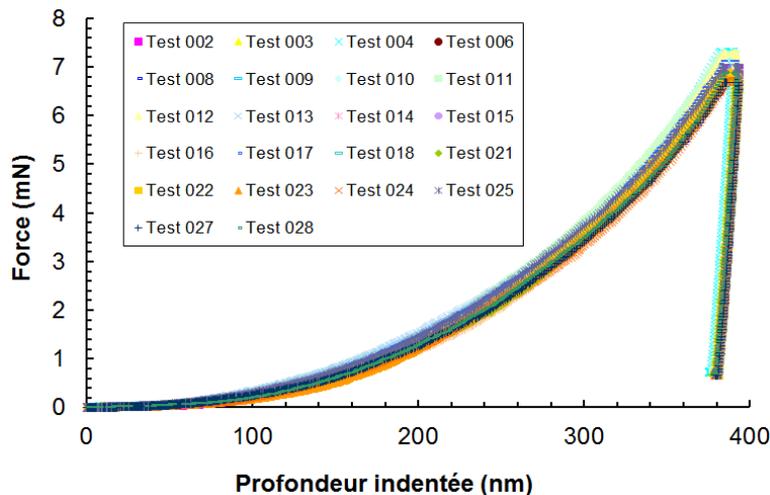


Figure 40 : Courbes chargement-déchargement en fonction de la profondeur d'indentation.

La Figure 41 montre l'évolution des propriétés mécaniques moyennes en fonction de la profondeur de pénétration. Un palier est enregistré pour une profondeur de 40 nm soit pour une profondeur inférieure au dixième de l'épaisseur du dépôt d'or. Ce palier correspond aux propriétés intrinsèques du dépôt d'or : la rigidité est de l'ordre de 80 GPa et la dureté est voisine de 0,7 GPa.

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

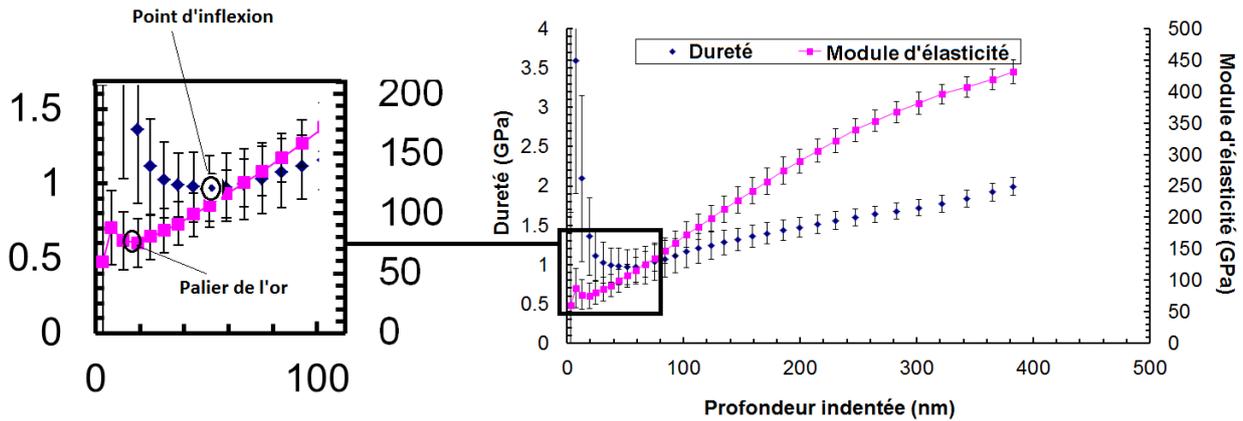


Figure 41 : Valeurs moyennes des propriétés mécaniques de dureté et de rigidité en fonction de la profondeur d'indentation.

1.1.2.3.4 Adhérence du multicouches *Ti/Pt/Au*

1.1.2.3.4.1 Essais de nanorayage

Les courbes obtenues lors des essais de nanorayage réalisés sur le dépôt *Ti/Pt/Au* sont représentées sur la Figure 42. Le profil indique que la profondeur de pénétration progresse rapidement pour atteindre 800 nm en fin de rayure soit une profondeur suffisante pour atteindre le diamant. Le profil du « post scan » montre que le retour élastique en fin d'essai est d'environ 400 nm. Ce retour élastique commence tout au début de la rayure et correspond à celui du diamant et de l'ensemble des couches du dépôt. Cependant, le profil du « post scan » commence à être irrégulier à partir d'une distance de rayage de 400 μm qui correspond à une profondeur de 600 nm lors du rayage. Des observations micrographiques sont nécessaires pour comprendre ces variations. Elles font l'objet du paragraphe suivant.

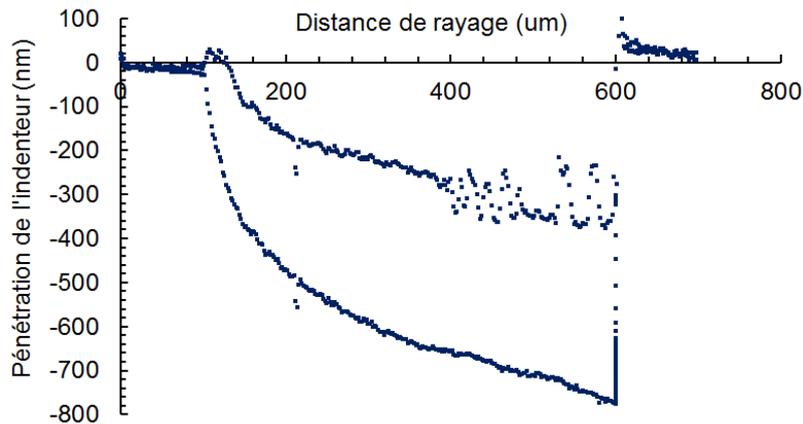


Figure 42 : Evolution de la profondeur de pénétration en fonction de la distance de rayage pour le dépôt *Ti/Pt/Au*

Enfin, le coefficient de frottement augmente très rapidement pour atteindre 0,6 lorsque l'indenteur traverse l'or et le platine puis diminue et se stabilise à 0,25 lorsqu'il atteint le diamant (Figure 43).

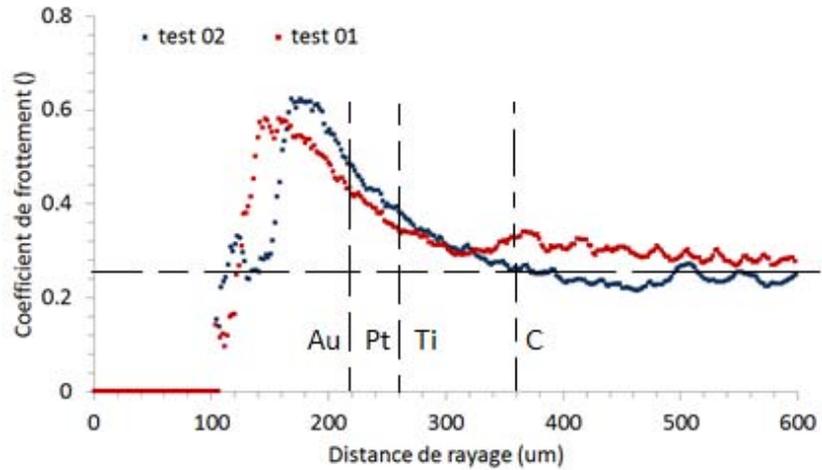


Figure 43 : Variation du coefficient de frottement en fonction de la distance de rayage pour le dépôt Ti/Pt/Au.

1.1.2.3.4.2 Morphologie des rayures

La morphologie des rayures réalisées sur le dépôt Ti/Pt/Au est présentée sur la Figure 44. La forme des bourrelets sur les bords de la rayure est obtenue en raison de la ductilité de l'or. Des décohésions du dépôt se produisent à partir d'une distance rayée de 160 μm avant même que la pointe arrive au diamant. A cette distance, l'indenteur est à une profondeur correspondante à celle du titane pour une charge critique de rayage de l'ordre de 25 mN. Ces variations semblent imputables à la déformation du multicouche et surtout à une interface Ti/C mécaniquement affectée. Au-delà de 230 μm de distance rayée, une rupture ductile se poursuit jusqu'au bout de la rayure.

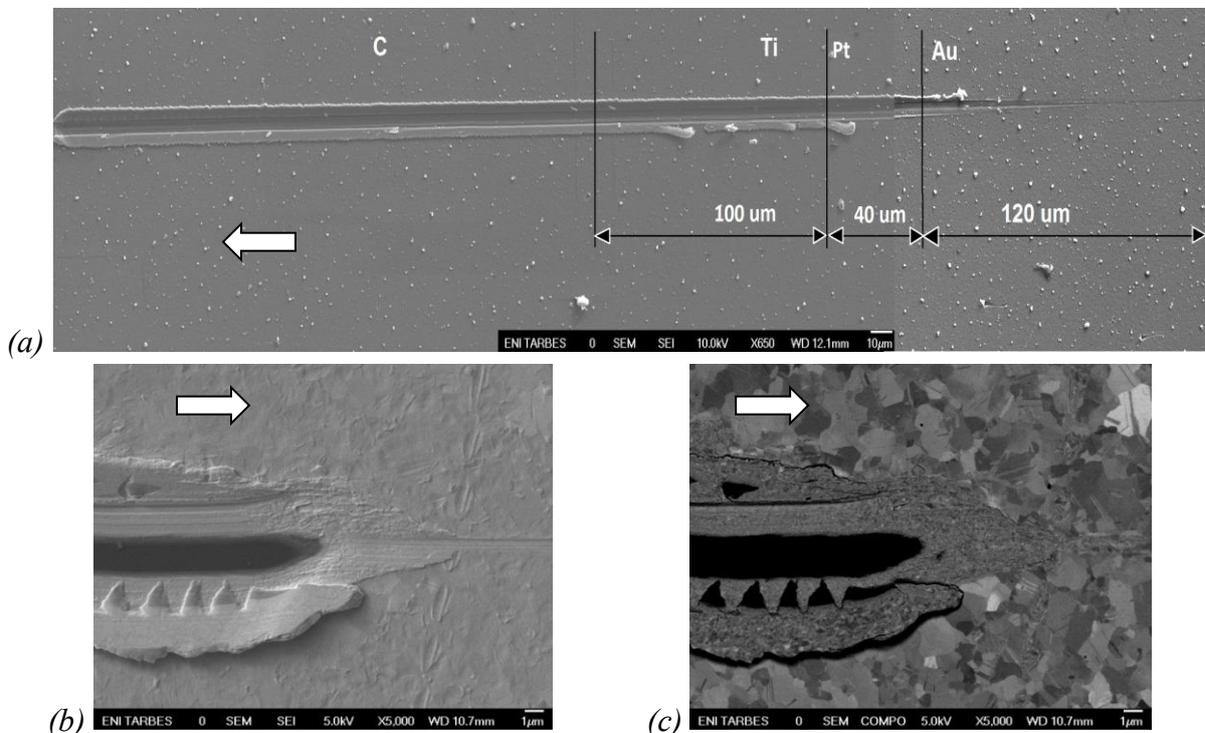


Figure 44 : Morphologie de la rayure sur dépôt Ti/Pt/Au, (a) micrographie de la rayure entière, (b) extrémité de la rayure observée en mode électrons secondaires, (c) extrémité de la rayure observée en mode électrons rétrodiffusés.

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

1.1.2.3.5 Synthèse de l'étude des dépôts *Ti/Pt/Au*

Contrairement à la métallisation *Si/Al*, le substrat métallisé *Ti/Pt/Au* présente de nombreux défauts répartis à sa surface telles que des cloques ou des décohésions. Les analyses par spectrométrie EDX montrent que la décohésion des couches semble se produire à l'interface *Ti/C*. Les essais de nano-indentation à forte charge révèlent la présence de fissures sur les flancs des empreintes. Ces fissures sont amorcées à l'intérieur du substrat diamant à une valeur critique de charge de 80 mN et se propagent jusqu'à la métallisation comme l'attestent les analyses par spectrométrie EDX et les micrographies des indents. Les propriétés mécaniques intrinsèques de la couche d'or et du diamant ont été déterminées. Elles sont respectivement égales à $H_{Au} = 0,7$ GPa, $E_{Au} = 80$ GPa, $H_{diamant} = 26$ GPa et $E_{diamant} = 850$ GPa. Les essais de nanorayage révèlent la fragilité de l'interface *Ti/C* ; la charge critique de rayage est de 25 mN. Ceci peut se déduire de la formation de plusieurs copeaux au bord de la rayure lorsque l'indenteur atteint le dépôt *Ti*.

1.1.2.4 Etude de la métallisation *Ti/Cr/Au*

1.1.2.4.1 Morphologie des dépôts *Ti/Cr/Au*

La morphologie des dépôts est présentée sur la micrographie de la Figure 45 obtenue par microscopie électronique à balayage. La structure est homogène ; les grains sont des grains équiaxes avec une taille comprise entre 0,5 et 3 μm . Ils sont répartis uniformément sur la surface du dépôt. Aucun défaut apparent au niveau de la surface n'est observé.

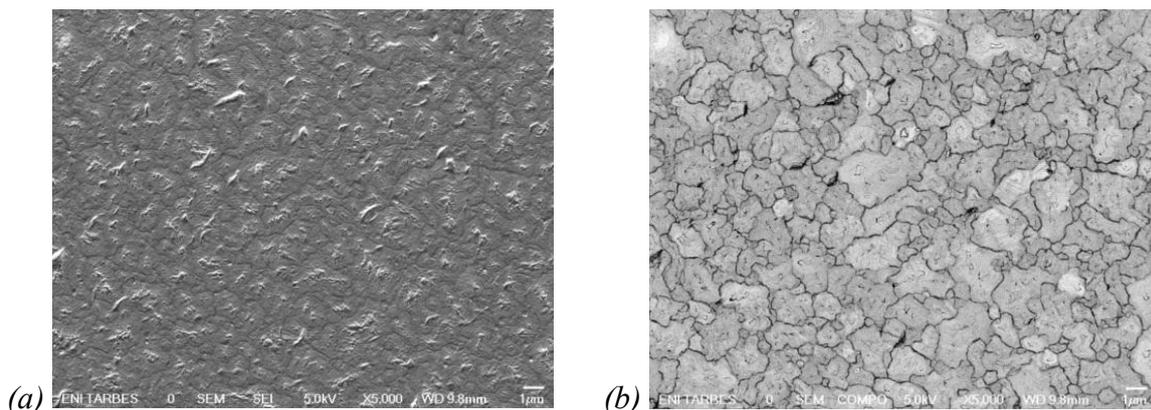


Figure 45 : Observations MEB de la morphologie du dépôt *Ti/Cr/Au*, (a) en mode électrons secondaires, (b) en mode électrons rétrodiffusés.

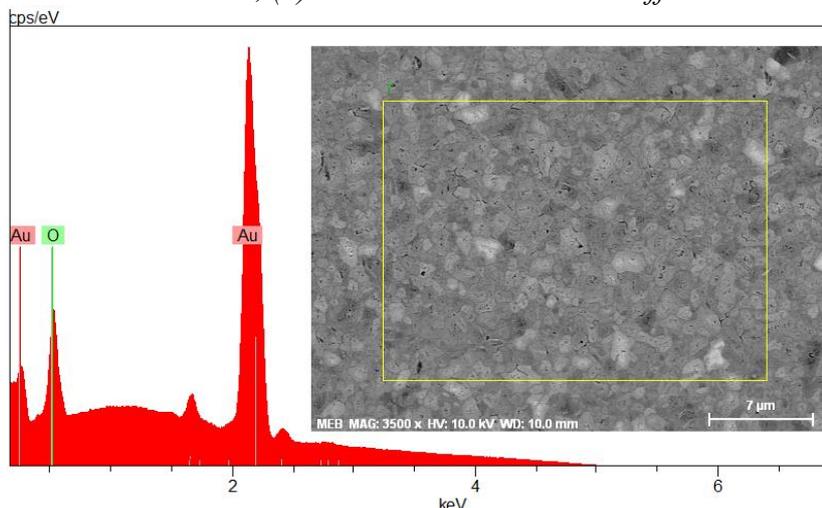


Figure 46 : Analyse chimique de la surface du dépôt *Ti/Cr/Au*.

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

L'analyse chimique de la surface montre la présence d'or. En raison des faibles épaisseurs de chrome et de titane déposées, seule la couche d'or est détectée comme le montre le spectre EDX de la Figure 46.

1.1.2.4.2 Propriétés mécaniques du multicouches *Ti/Cr/Au*

1.1.2.4.2.1 Essais de nano-indentation à forte charge

Les essais de nano-indentation réalisés sur le substrat diamant métallisé *Ti/Cr/Au* sont reproductibles comme pour les autres dépôts. La Figure 47 indique qu'à partir de 500 nm de profondeur, la charge normale appliquée augmente de façon exponentielle pour atteindre la valeur de 700 mN au bout de 1200 nm de profondeur de pénétration. L'influence du diamant devient prédominante. Le retour élastique enregistré est de 500 nm ; il est principalement dû au comportement mécanique du diamant.

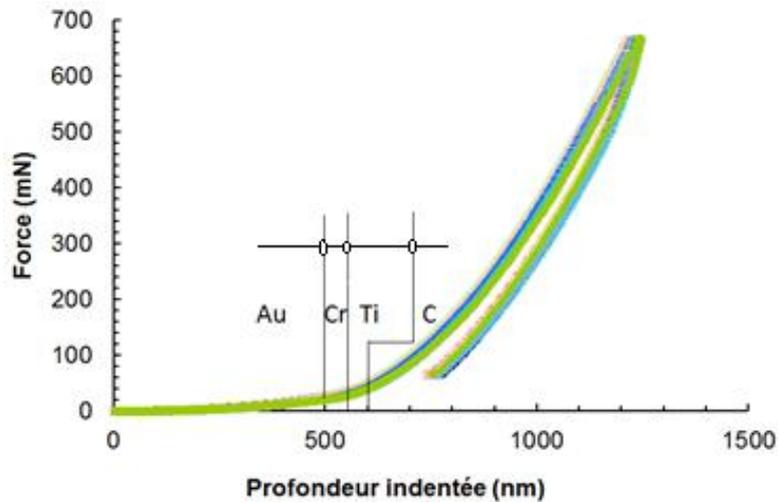


Figure 47 : Courbes chargement-déchargement en fonction de la profondeur d'indentation pour le dépôt *Ti/Cr/Au*.

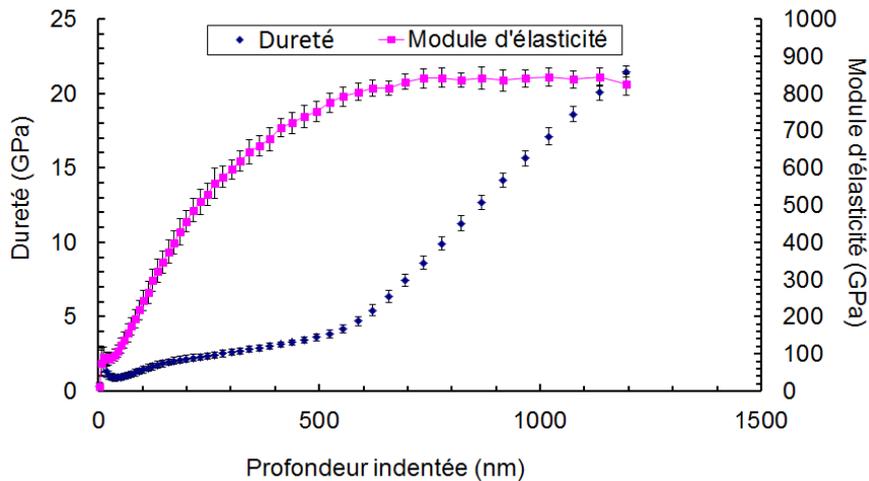


Figure 48 : Valeurs moyennes des propriétés mécaniques de dureté et de rigidité en fonction de la profondeur d'indentation pour le dépôt *Ti/Cr/Au*.

Contrairement aux résultats trouvés pour le dépôt *Ti/Pt/Au* où la rigidité chute brusquement à cause de la fissuration du diamant, la rigidité augmente de façon monotone pour le dépôt *Ti/Cr/Au* jusqu'à atteindre un seuil de saturation de l'ordre de 850 GPa (Figure 48). Cette valeur correspond à la valeur du module d'Young du diamant et reste constante à la fin du chargement.

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

Moins de dispersions sur le profil de dureté sont enregistrées. La dureté atteint une valeur de 23 GPa inférieure à la valeur de dureté finale trouvée pour le substrat diamant métallisé *Ti/Pt/Au*.

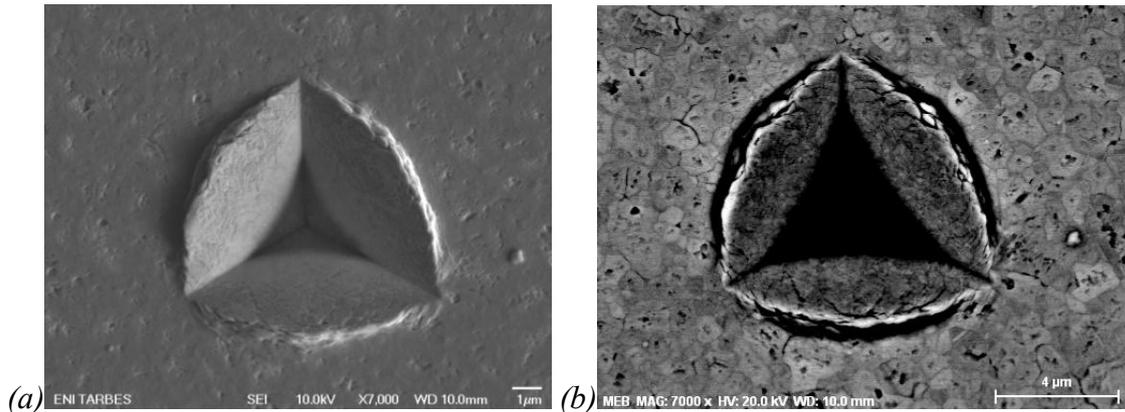


Figure 49 : Observations au MEB de l'empreinte réalisée sur le dépôt *Ti/Cr/Au*, (a) en mode électrons secondaires, (b) en mode électrons rétrodiffusés.

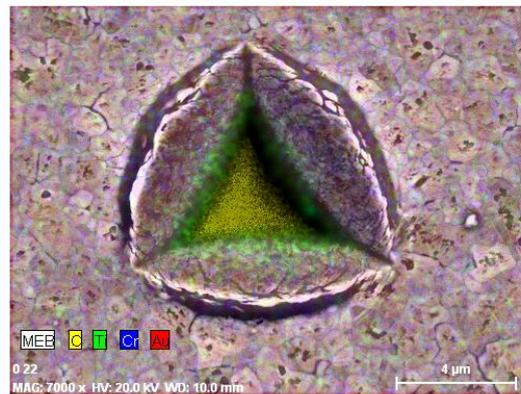


Figure 50 : Cartographie EDX de l'empreinte réalisée sur dépôt *Ti/Cr/Au*.

Aucune fissure n'a été détectée ni dans les couches de dépôt ni dans le substrat diamant lui-même (Figure 49). Un « bourrelet » important est observé aux bords de l'empreinte compte tenu de la déformation plastique de l'or. L'analyse chimique par spectroscopie EDX ne permet pas de détecter l'existence de la couche de chrome en raison de sa faible épaisseur. Les différents résultats de cette analyse sont étayés par les cartographies EDX présentées sur la Figure 50.

1.1.2.4.2 Essais de nano-indentation à faible charge

Les évolutions de la dureté et de la rigidité des dépôts en fonction de la profondeur de pénétration sont montrées sur la Figure 51. Un accroissement des propriétés mécaniques se produit à partir d'une profondeur de l'ordre de 20 nm comme le montre le graphique de la Figure 51. Un palier est observé aux environs de 50 nm de profondeur. Il correspond à une valeur du module de l'ordre de 80 GPa et une dureté de 1 GPa. Ces valeurs correspondent aux valeurs de la rigidité et de la dureté de l'or. Les valeurs de dureté et du module d'Young augmentent jusqu'à atteindre respectivement 3 GPa et 400 GPa.

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

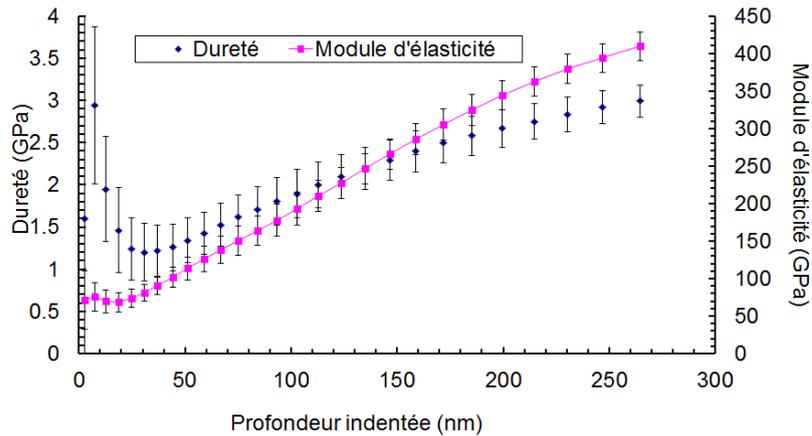


Figure 51 : Valeurs moyennes des propriétés mécaniques de dureté et de rigidité en fonction de la profondeur d'indentation pour le dépôt Ti/Cr/Au mesurées à faible charge.

Afin de déterminer les propriétés du dépôt Cr, des essais complémentaires ont été réalisés sur un dépôt Ti/Cr. La Figure 52 montre que la dureté et le module d'Young du dépôt commencent à augmenter progressivement à partir d'une valeur de pénétration de 20 nm jusqu'à atteindre une valeur de l'ordre de 20 GPa pour la dureté et 420 GPa pour le module d'Young. A partir de 70 nm, le module d'Young commence à chuter jusqu'à atteindre une valeur de 250 GPa à une distance de pénétration de 200 nm qui représente l'épaisseur du dépôt de chrome. La dureté décroît pour des profondeurs d'indentation importante de 20 à 17 GPa. Cette chute des propriétés mécaniques est observée en raison de la fissuration du chrome qui a un comportement fragile.

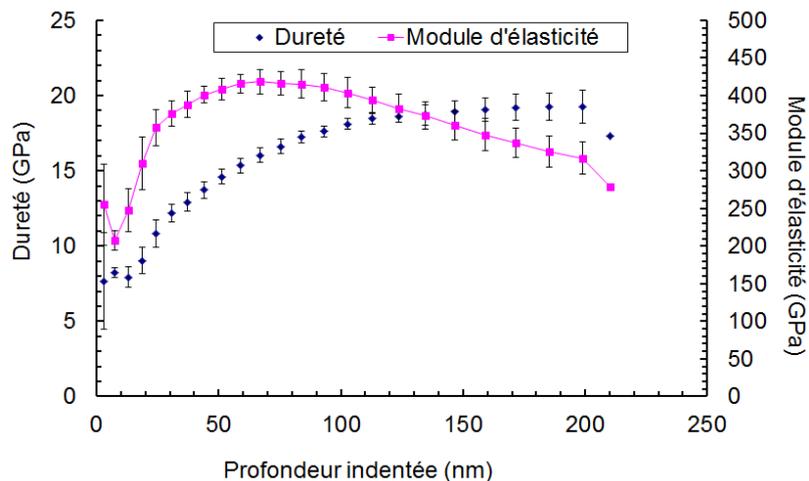


Figure 52 : Valeurs moyennes des propriétés mécaniques de dureté et de rigidité en fonction de la profondeur d'indentation pour le dépôt Ti/Cr mesurées à faible charge.

1.1.2.4.3 Adhérence des dépôts Ti/Cr/Au

1.1.2.4.3.1 Essais de nanorayage

Les courbes de nanorayage représentant l'évolution de la profondeur de pénétration en fonction de la distance de rayage réalisées sur le dépôt Ti/Cr/Au sont présentées sur la Figure 53. Une profondeur de pénétration totale de 700 nm en fin de rayure est enregistrée, soit une profondeur suffisante pour atteindre le diamant. Le profil du « post scan » montre que le retour élastique en fin d'essai est d'environ 200 nm. Ce retour correspond entièrement au retour élastique du diamant. Ceci s'explique donc par une rupture cohésive du dépôt mettant à nu le

diamant. Cette hypothèse est corroborée par le profil du « post scan ». Ce profil est parfaitement horizontal à partir de 560 nm de profondeur de pénétration qui correspond à une distance de rayage de 120 μm .

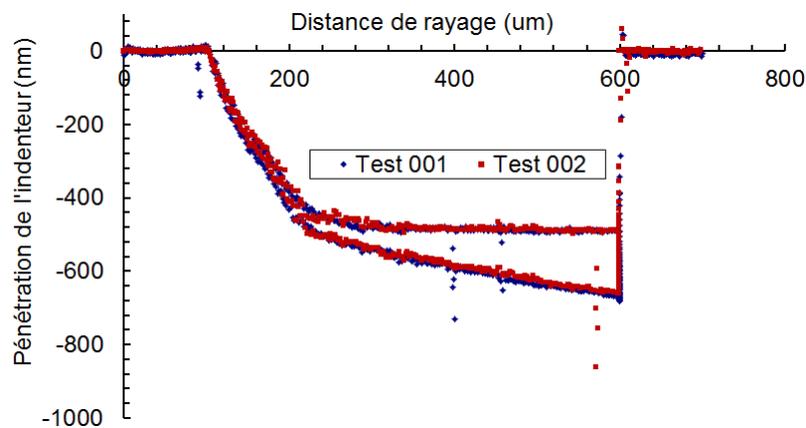


Figure 53 : Evolution de la profondeur de pénétration en fonction de la distance de rayage pour le dépôt Ti/Cr/Au.

1.1.2.4.3.2 Morphologie des rayures

La morphologie de la rayure est présentée sur la Figure 54(a). Aucun copeau n'est produit lors de l'essai de nanorayage et la forme des bourrelets au bord de la rayure montre une déformation plastique de la couche d'or. Dès les faibles charges normales, le diamant est mis à nu. La charge critique normale est de $L_c = 19,2 \text{ mN}$. Elle correspond à un déplacement de 120 μm de l'indenteur, valeur déjà mise en évidence sur les courbes de pénétration (Figure 54).

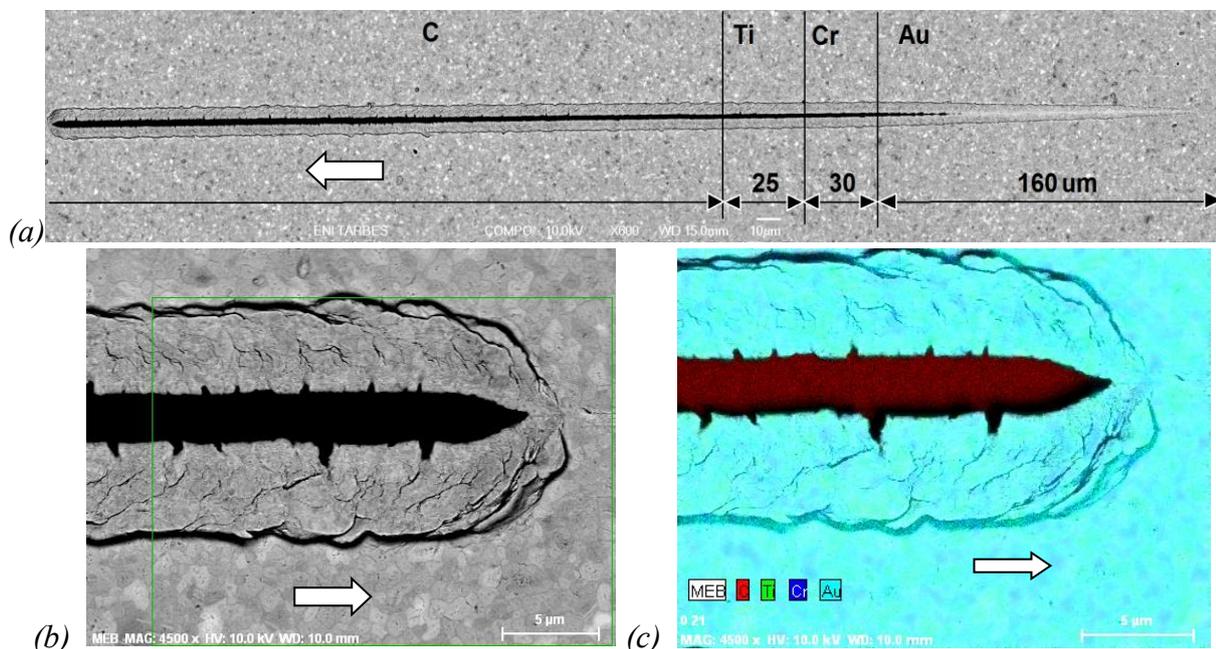


Figure 54 : Morphologie de la rayure sur dépôt Ti/Cr/Au à plusieurs grandissements, (a) micrographie de la rayure entière, (b) extrémité de la rayure observée en mode électrons secondaires, (c) cartographie EDX de la terminaison de la rayure.

1.1.2.4.4 Synthèse de l'étude des dépôts Ti/Cr/Au

Les dépôts Ti/Cr/Au ont été testés en utilisant des essais de nanorayage et de nano-indentation. Ces essais ont permis de constater une rupture cohésive du dépôt dès le premier

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

stade de l'essai. Contrairement au revêtement *Ti/Pt/Au*, les morphologies des rayures et des empreintes ne présentent pas des fissures ou des défauts. Seules quelques microfissures au fond des rayures, perpendiculaires à la direction du rayage, sont produites en raison de la ductilité de l'or. Elles ne peuvent pas être interprétées comme dues à une mauvaise qualité des films.

1.2 Etude des revêtements sur substrat cuivre

Trois types de revêtements sur des éprouvettes en cuivre ont été étudiés : *Ni/Au*, *Ni/Cr* et *Ni/Cr/Au*. Pour rappel, ces revêtements se situent entre le substrat DBC et la brasure. Le dépôt d'argent, qui formera avec le dépôt d'indium la jonction grâce au procédé couplant la refusion et la diffusion de l'indium, sera traité ultérieurement lors de l'analyse des jonctions. Le premier dépôt *Ni/Au* est réalisé sur cuivre uniquement par voie électrochimique. Le choix de cette métallisation est fait en raison de la très bonne adhérence de l'or sur le nickel et du rôle joué par le nickel comme barrière empêchant la diffusion de l'or dans le cuivre. L'épaisseur du dépôt de nickel à prévoir dans ce cas est supérieure à 3 μm . La deuxième combinaison de dépôts *Ni/Cr*, est réalisée par électrodéposition sur cuivre. Le choix de la deuxième métallisation découle de l'utilisation de brasure *AuGe*. Le chrome sert de barrière de diffusion au germanium. L'objectif de l'étude de ces revêtements est d'essayer de déterminer leur comportement mécanique et plus précisément leur adhérence afin d'extraire des critères de défaillances qui pourront être utiles pour la modélisation du système. Cette caractérisation mécanique sera étayée par une étude microstructurale afin de comprendre les phénomènes à l'origine des défaillances.

1.2.1 Procédure expérimentale

1.2.1.1 Réalisation des dépôts

La procédure de dépôt électrochimique commence toujours par une étape de préparation de la surface des substrats, essentielle pour l'adhérence des métallisations. Cette préparation, dans notre cas, consiste à un dégraissage du substrat cuivre dans une solution alcaline *NaOH* suivie d'une étape de rinçage et d'une étape de décapage dans l'acide chlorhydrique *HCl*. Après son rinçage, le substrat est déposé dans un bain de nickel fourni par Ampère industries dont la formulation impose une densité de courant de 5 A/dm^2 . L'épaisseur du nickel déposée est de 3,2 μm . Le dépôt d'or, d'épaisseur 4,3 μm , est obtenu à partir d'un bain d'aurocyanure de potassium *KAu(CN)₂* fourni par Enthone.

Les dépôts *Ni/Cr/Au* sont réalisés par électrodéposition sur cuivre. Ils sont réalisés en utilisant un bain d'auricyanure de potassium *K[Au(CN)₄]* contrairement au dépôt direct sur le nickel où le bain est initialement un bain d'aurocyanure. Ce bain d'auricyanure est destiné initialement aux dépôts sur substrat inox. Il est choisi pour notre application en raison de sa capacité à empêcher une oxydation prématurée du chrome. Il permet d'obtenir une bonne accroche de l'or sur le chrome et d'avoir un bon état de surface du dépôt. Le dépôt électrochimique d'or est effectué sur du chrome électrolytique.

Le dépôt Argent est réalisé à partir d'un bain cyanuré composé d'hydroxyde, de carbonate et de cyanure de potassium ainsi que de cyanure d'argent à 80%. Le bain est agité mécaniquement pendant l'opération de dépôt.

Le dépôt d'indium est réalisé à partir d'un nouveau bain alcalin exempt de cyanure composé d'hydroxyde de sodium et d'acide sulfurique pour l'ajustement du pH. Le bain d'indium est formulé et délivré par la société Enthone.

Les principales conditions d'électrodéposition mises en œuvre sont détaillées dans le Tableau 10.

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

Dépôt	Bains	Densité de courant	Vitesse de dépôt	pH du bain	Température du bain	Temps de dépôt (1 μm)
<i>Au sur Ni</i>	K[Au(CN) ₂], [Au] =12 g/l,	0,3 A/dm ²	112 mg/A.min	6	60°C	5 min
<i>Ag sur Cu</i>	AgCN [Ag] =30 g/l,	1 A/dm ²	67 mg/A.min	12	20°C	1 min 30
<i>In sur Ag</i>	[In] = 30 g/l	3 A/dm ²	23,8 mg/A.min	10,2	60°C	2 min 30

Tableau 10 : Conditions d'électrodéposition pour la réalisation des dépôts d'or, d'argent et d'indium.

1.2.1.2 Essais de microtraction sous MEB

L'adhérence des dépôts sur substrat cuivre est déterminée par essai de microtraction sous microscope électronique à balayage. L'essai de nanorayage n'a pas été choisi pour caractériser l'adhérence de ces dépôts pour plusieurs raisons : la nature ductile du substrat en cuivre, l'épaisseur plus importante des dépôts, la disponibilité plus importante des échantillons... De plus, l'essai de traction permet d'accéder à une contrainte de cisaillement interfaciale selon Agrawal et Raj (**A-R**) en cas de fissuration du revêtement contrairement à l'essai de rayage qui fournit uniquement une charge critique d'adhérence [Agrawal and Raj, 1989, Chen et al., 2000]. Selon les auteurs, la contrainte de cisaillement interfaciale s'écrit sous la forme :

$$\tau = \frac{\pi\delta\sigma_f}{\lambda} \quad (1-4)$$

δ est l'épaisseur du revêtement, λ l'espace interfissures caractéristique de la saturation en fissures transversales et ζ_f la résistance à la traction du dépôt. Pour ce type d'essais, des éprouvettes de microtraction en cuivre ont été conçues ; leur géométrie est donnée sur la Figure 55.

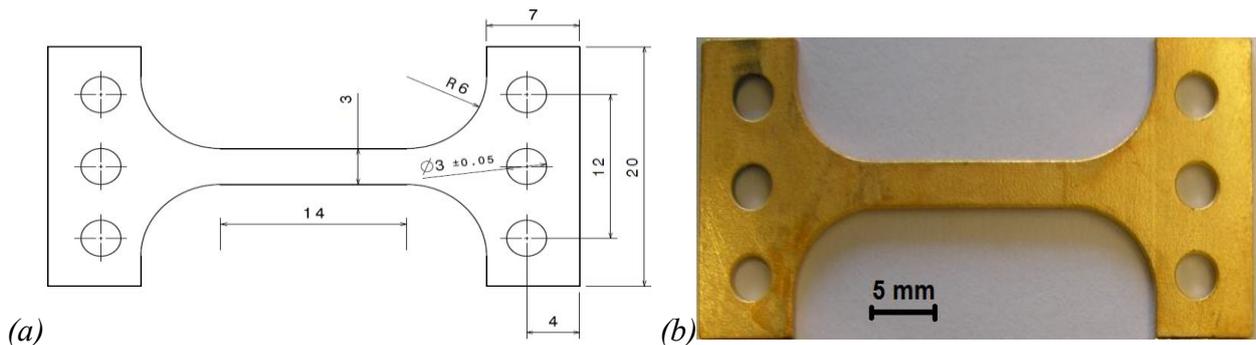


Figure 55 : Eprouvette de microtraction pour le test d'adhérence des revêtements sur substrat DBC, (a) géométrie, (b) éprouvette revêtue des dépôts Ni/Au.

Les essais de microtraction sont réalisés à température ambiante à l'aide d'une platine DEBEN MTEST5000W conçue pour être utilisée avec un microscope électronique à balayage (Figure 56). Le logiciel Microtest permet de suivre de manière synchrone, la vidéo de la déformation de l'éprouvette et la courbe force \dot{R} déplacement imposé. Des micrographies seront extraites de la vidéo pour déterminer avec précision l'espace interfissure λ . La vitesse de

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

déplacement imposée au cours des essais est de 1 mm/min. La cellule de charge de 1 kN a été choisie en fonction de la géométrie de l'éprouvette et des propriétés mécaniques du cuivre.

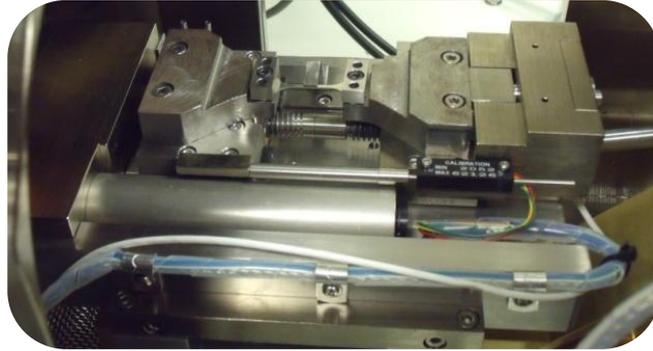


Figure 56: Banc d'essai de micro-traction.

1.2.2 Résultats d'essais

1.2.2.1 Dépôts électrochimiques Ni/Au sur cuivre

Trois essais de microtraction sous MEB sont réalisés sur les dépôts *Ni/Au* déposés sur cuivre. La morphologie du dépôt est illustrée sur la Figure 57. Bien que le dépôt soit homogène, il présente une surface rugueuse comme le montre la Figure 57(a) à faible grandissement. Cet état de surface a pour origine la procédure de sablage préliminaire avant l'opération de dépôt. Aucun défaut n'est détecté. La microstructure du dépôt est présentée à la micrographie de la Figure 57(c). La taille des grains du dépôt d'or est inférieure au micron.

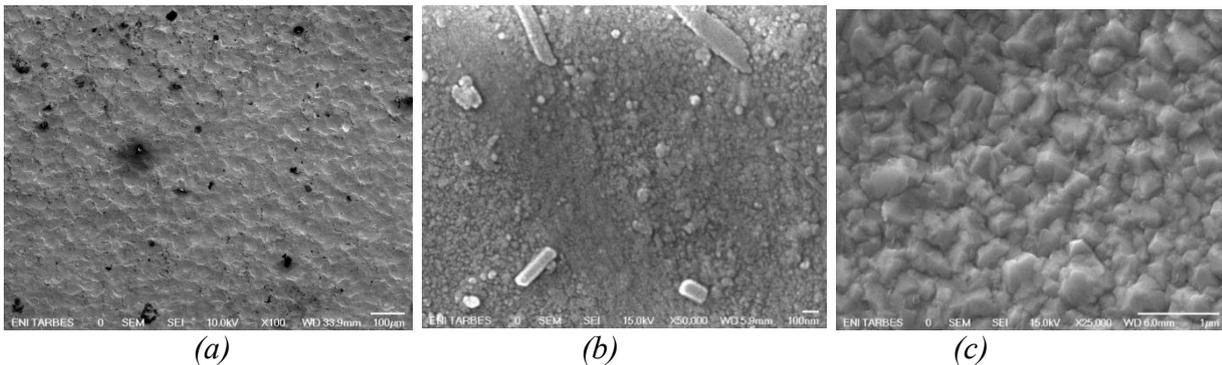


Figure 57 : Morphologie des dépôts Ni/Au.

La déformation des éprouvettes est suivie au cours de l'essai in situ dans le microscope électronique à balayage. La Figure 58 présente une courbe de traction rationnelle sur laquelle sont rapportées des observations de l'initiation et de la progression de l'endommagement au cours de l'essai obtenues à partir de la vidéo réalisée. Des fissures curvilignes orientées perpendiculairement par rapport à l'axe de sollicitation apparaissent à la surface de l'échantillon revêtu au cours du chargement lorsque la contrainte atteint une valeur de 248 MPa. Leur nombre augmente lorsque le déplacement appliqué augmente. L'espacement inter-fissures ou « espacement fissures minimum » atteint un seuil de saturation de 30 μm à la fin de l'essai avec une contrainte de 289 MPa.

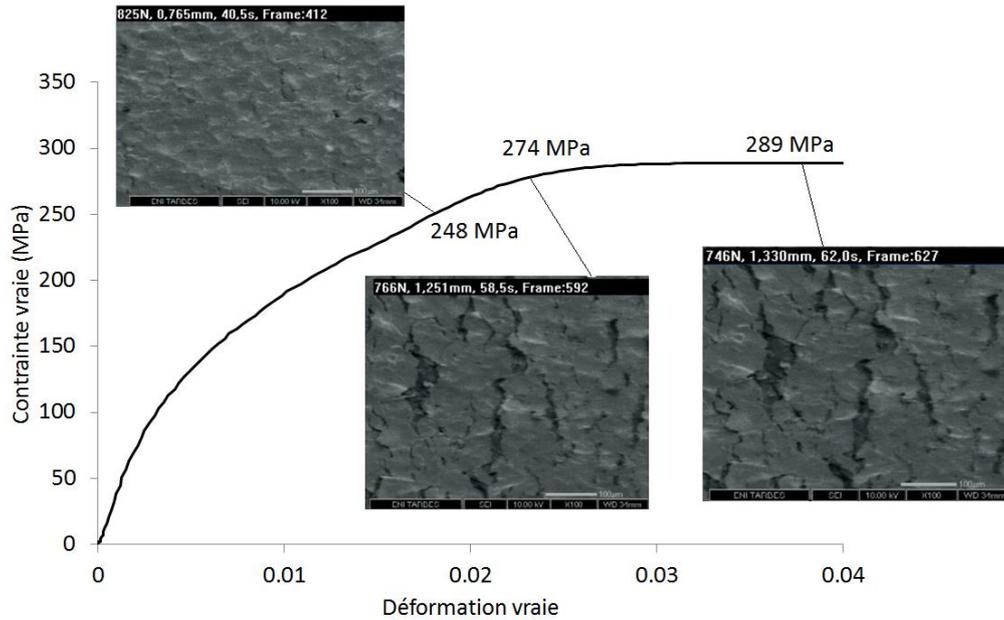


Figure 58 : Fissuration du revêtement Ni/Au au cours de l'essai de microtraction.

Le multicouche semble adhérent au substrat de cuivre car aucun délaminage n'est observée sur la surface de l'éprouvette si ce n'est dans la zone de striction, c'est-à-dire proche du faciès de rupture final. La zone de striction présente une réduction de la section de l'éprouvette de 75% environ comme illustré sur la Figure 59(a-b-c). La rupture de l'éprouvette de cuivre est ductile comme l'atteste la présence de nombreuses cupules sur le faciès de rupture.

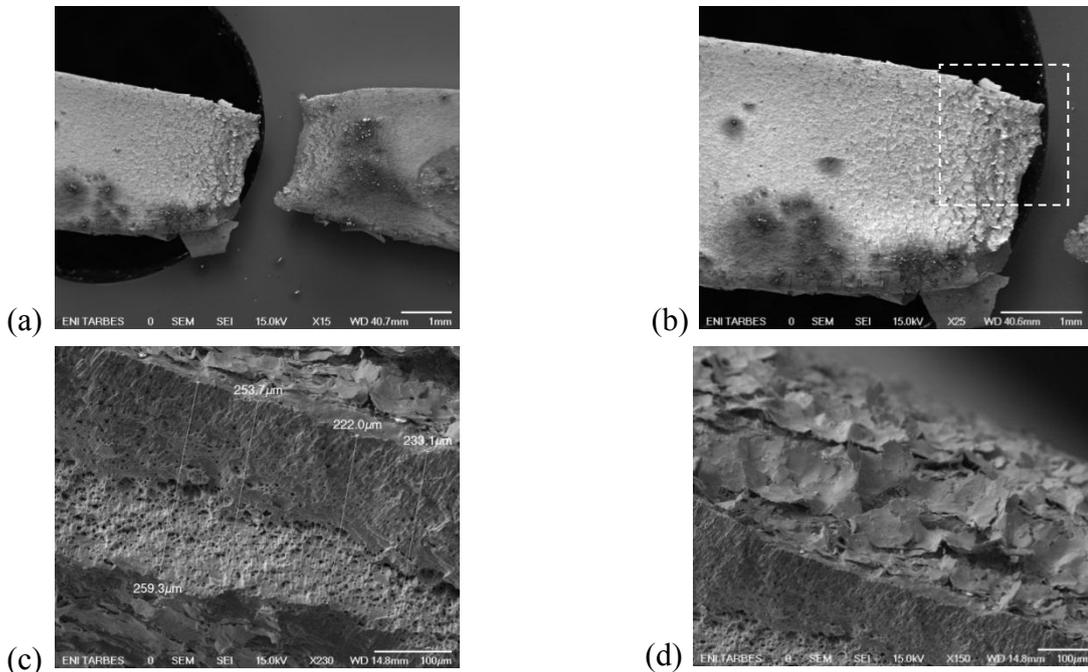


Figure 59 : Observations par microscopie électronique à balayage après essai de traction de l'éprouvette de cuivre revêtue des dépôts Ni/Au.

Des analyses EDX en mode cartographie ont été réalisées sur le faciès de rupture de l'éprouvette en cuivre afin de déterminer la zone de décohésion. Ces analyses, présentées sur la Figure 60, confirment la présence des dépôts proches de la zone de rupture et donc leur bonne adhérence au substrat cuivre.

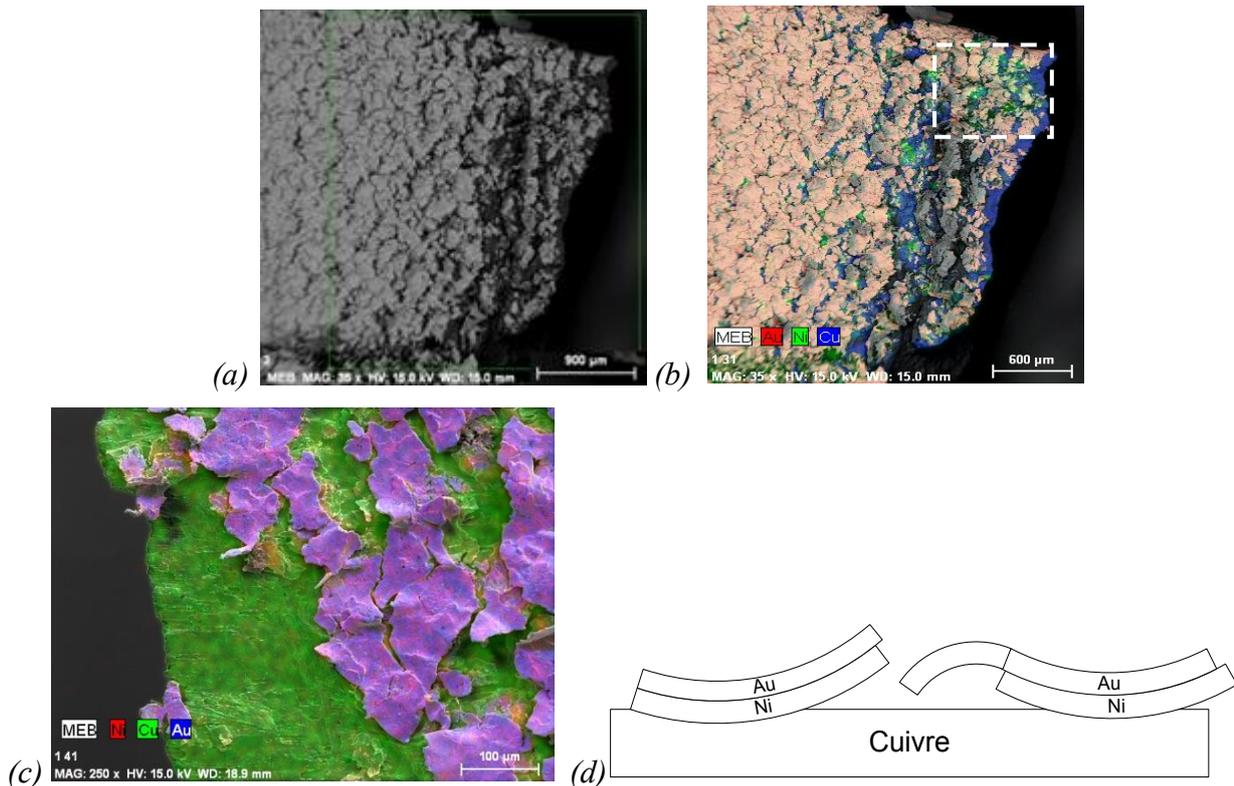


Figure 60 : (a, b, c) Cartographies EDX de la zone de rupture, (d) schématisation de la décohésion des dépôts Ni/Au.

Au vu des observations MEB et des analyses EDX, il semblerait que la décohésion ait lieu principalement à l'interface nickel Cuivre (Figure 60(c)). De plus, la forme et la taille des zones de dépôts restant adhérents au substrat rappellent les motifs topographiques induits par le sablage réalisé avant les dépôts. Une schématisation de la décohésion des revêtements Ni/Au sur Cu est présentée sur la Figure 60(d).

1.2.2.2 Dépôts électrochimiques Ni/Cr sur cuivre

Pour rappel, le chrome a été choisi pour ses propriétés de barrière de diffusion au germanium présent dans les brasures AuGe. Des essais de microtraction identiques à ceux présentés précédemment ont été effectués. Des micrographies en section des dépôts de nickel et de chrome sont présentées sur la Figure 61. Les épaisseurs des couches sont homogènes ; elles sont respectivement de l'ordre de 1,5 μm et de 280 nm.

L'adhérence de ces dépôts a également été testée par microtraction in situ dans un microscope électronique à balayage. La Figure 62 présente la courbe rationnelle de traction sur laquelle des micrographies de la surface de l'échantillon ont été placées pour des chargements donnés. L'amorçage d'un nombre important de fissures rectilignes semble se produire dans le revêtement de chrome au vue de la Figure 62. L'amorçage des fissures dans le chrome se produit lorsque la contrainte atteint la valeur de 259 MPa. Une analyse plus fine en microscopie électronique à balayage montre une fissure qui se propage au sein de la couche de chrome en raison de sa fragilité et qui entraîne la rupture de la couche (Figure 63(a-b)). Des fissures s'amorcent ensuite au sein du dépôt de nickel conduisant à la décohésion totale des dépôts. La densité de fissures sature autour d'une contrainte de 270 MPa. L'espace interfissures n'évolue plus et se stabilise à une valeur de 20 μm.

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

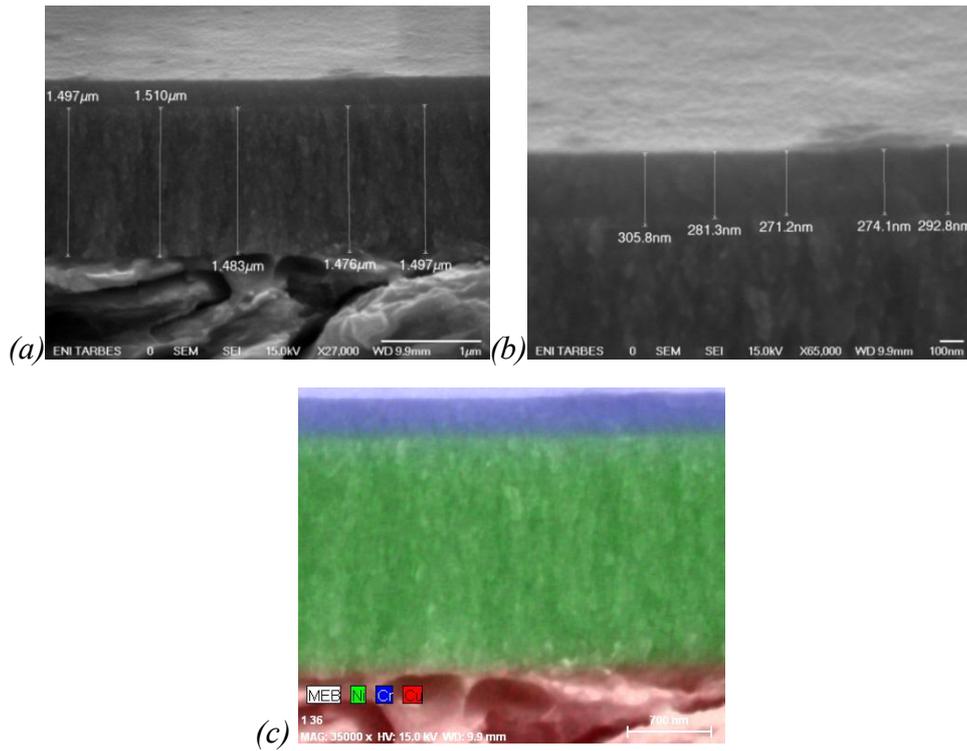


Figure 61 : Micrographies en section des revêtements NiCr.

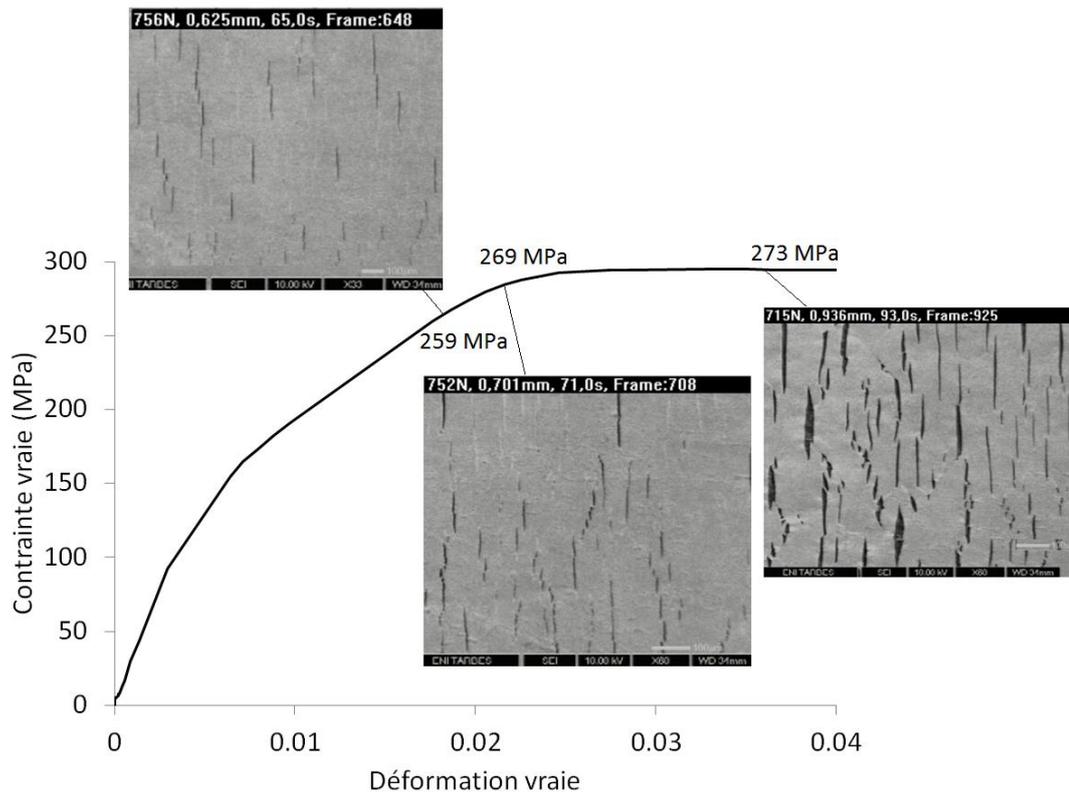


Figure 62 : Fissuration du revêtement Ni/Cr au cours de l'essai de microtraction.

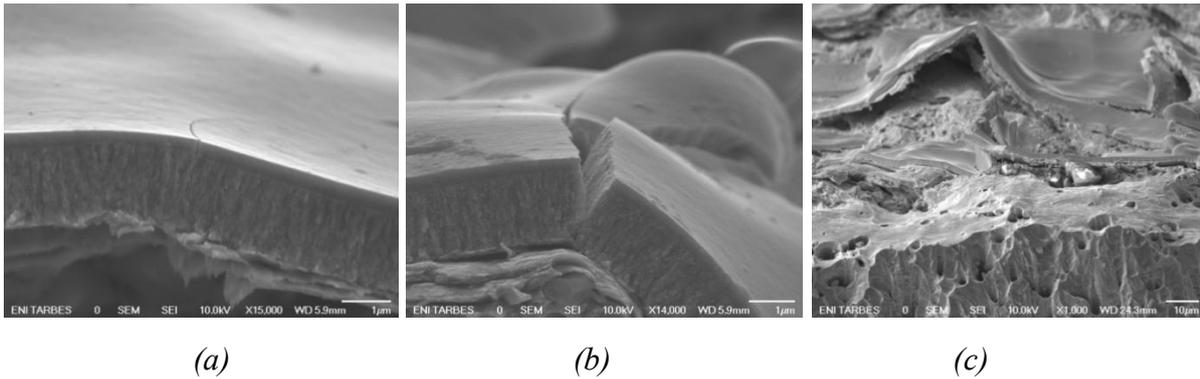


Figure 63 : Fissuration dans le dépôt, (a) amorçage de fissure dans le chrome, (b) fissuration totale du dépôt, (c) délaminage du dépôt.

1.2.2.3 Dépôts électrochimiques Ni/Cr/Au sur cuivre

Afin d'éviter l'oxydation du chrome due à son exposition à l'air libre et de favoriser une meilleure adhérence de la brasure $AuGe$, un dépôt électrolytique d'or en utilisant un bain d'auricyanure est réalisé. La Figure 64 montre une importante densité de fissures quasi-rectilignes présentes entraînant une décomposition par blocks de $50 \mu\text{m}$ de largeur dans le dépôt $Ni/Cr/Au$. Ceci est obtenu en raison de la fragilité du chrome qui se fissure et fait propager cette fissure vers la couche or et vers l'interface nickel/chrome. La répartition des éléments chimiques présentée sur la cartographie EDX (Figure 64) conforte l'hypothèse d'une propagation de fissure à l'interface nickel/chrome et confirme la bonne adhérence entre le nickel et le cuivre. Le mécanisme de fissuration du dépôt est schématisé sur la Figure 65. Il explique l'amorçage de fissures dans le chrome suivi d'une propagation de fissures à l'interface Cr/Au et finalement le faïençage du revêtement. Des observations à plus fort grandissement d'une partie fissurée ou du faïençage sur la Figure 64 montrent plus clairement les fissures qui se propagent à l'interface or/chrome. L'initiation de fissures dans le dépôt commence lorsque la contrainte dans le cuivre atteint 270 MPa (Figure 67). Au fur et à mesure que le déplacement augmente, la densité de fissures se stabilise et l'espace interfissures se sature autour d'une valeur de $20 \mu\text{m}$.

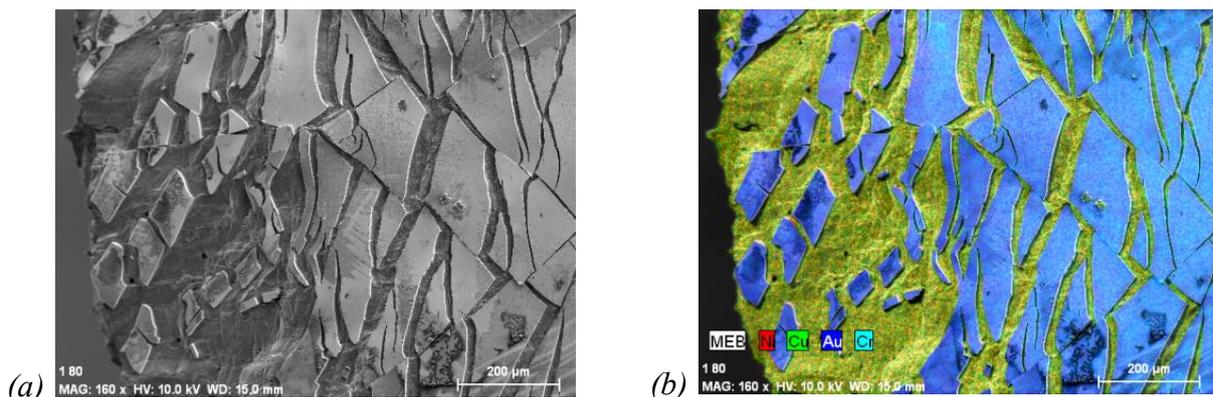


Figure 64 : Cartographie EDX de la fissuration du dépôt $Ni/Cr/Au$ au voisinage du faciès de rupture.

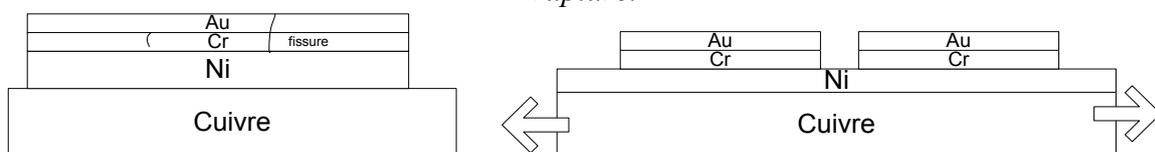


Figure 65 : Schématisation de la décohésion des dépôts $Ni/Cr/Au$.

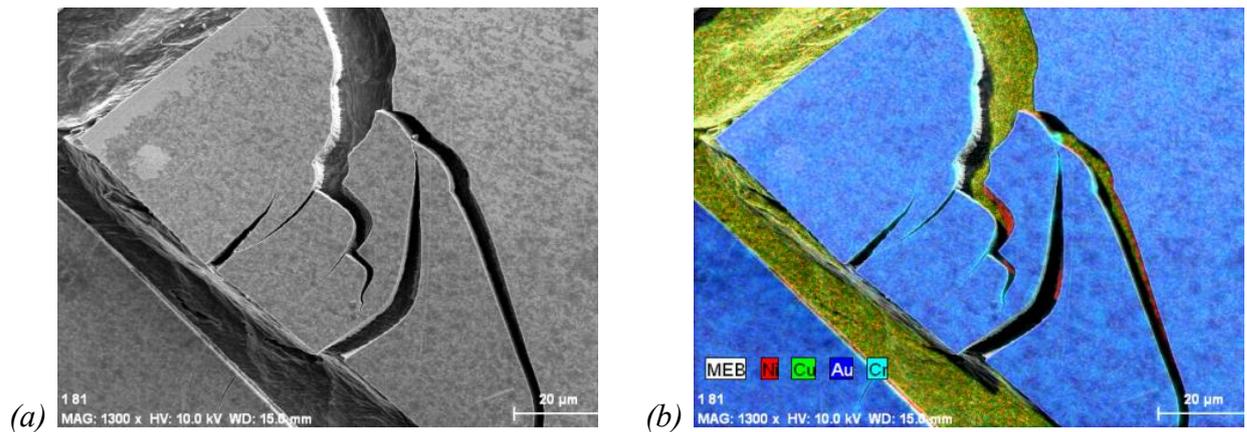


Figure 66 : Cartographie EDX de la région endommagée du dépôt Ni/Cr/Au loin de la zone de rupture.

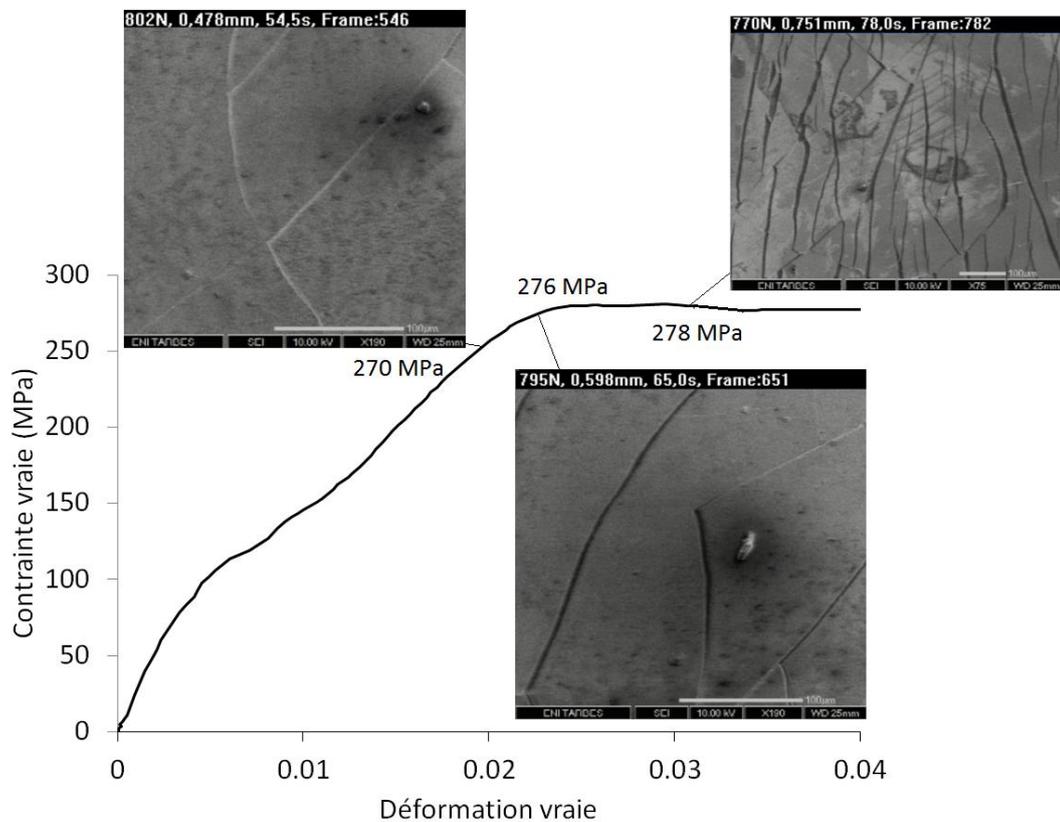


Figure 67 : Fissuration du revêtement Ni/Cr/Au au cours de l'essai de microtraction.

1.2.2.4 Calcul de la contrainte interfaciale pour chaque revêtement

Les contraintes de cisaillement interfaciales des métallisations Ni/Au, Ni/Cr et Ni/Cr/Au ont été déterminées en utilisant le modèle d'Agrawal et Raj précédemment cité (équation (1-4)). Cette contrainte dépend de la densité de fissures ($1/\lambda$) dont l'évolution en fonction de la déformation vraie est présentée sur la Figure 68.

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

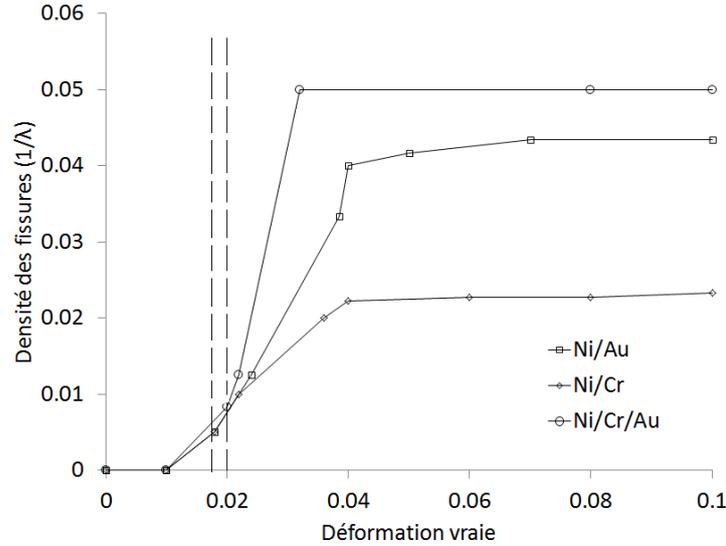


Figure 68 : Évolution de la densité de fissures en fonction de la déformation pour les trois revêtements lors de l'essai de microtraction.

Les contraintes à rupture des revêtements de nickel et du chrome déposés par voie électrochimique sont déduites à partir des valeurs de déformation lors de l'initiation de fissures et des réponses en traction du nickel et du chrome [Leahey, 2009, Collins et al., 2011]. L'ensemble des paramètres servant à calculer cette contrainte sont regroupés dans le Tableau 11.

	<i>Ni/Au</i>	<i>Ni/Cr</i>	<i>Ni/Cr/Au</i>
ε_f	0,019	0,019	0,02
ζ_f (MPa)	800	210	210
δ (μm)	5,58	1,82	3,35
λ (μm)	30	20	20
τ (MPa)	467	60	110,4

Tableau 11 : Calcul de la contrainte interfaciale à partir du modèle d'Agrawal and Raj pour les revêtements *Ni/Au*, *Ni/Cr* et *Ni/Cr/Au*.

Vue les résultats présentés au Tableau 11, le revêtement *Ni/Au* a la contrainte de cisaillement interfaciale la plus élevée.

1.3 Conclusion

Les propriétés mécaniques et la qualité des interfaces des dépôts monocouches *Ni*, *Cr*, *Al*, *W* et *Ti* et des dépôts multicouches *Si/Al*, *Ti/Pt/Au* et *Ti/Cr/Au* ont été évaluées à l'aide d'essais de nano-indentation, de nanorayage et de microtraction. La morphologie des dépôts, les empreintes ainsi que les éprouvettes de traction rompues ont été ensuite analysées à l'aide de la microscopie électronique à balayage couplée à des analyses par spectrométrie EDX.

En ce qui concerne les dépôts monocouches, la tenue du tungstène sur le diamant est limitée en raison de sa décohésion prématurée comme le montrent les résultats des essais de nanorayage. L'absence de recuit nécessaire pour former un carbure avec le diamant est un facteur de premier ordre pour expliquer ce comportement. L'aluminium ne forme pas, après recuit, une couche de carbure avec le diamant. Par conséquent, son adhérence est très faible. De plus, cette couche d'*Al* n'est pas très résistante et se dégrade rapidement dès les faibles charges

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

de nanorayage. Le mode d'endommagement du dépôt de chrome sous sollicitation de rayage est différent. Des fissures apparaissent sur les flancs des rayures dues à sa faible ténacité. Le comportement des couches de nickel et de titane au nanorayage est ductile ; aucune fissure n'est observée le long du profil de rayage. Seuls les dépôts de nickel et de titane pourraient être intéressants comme métallisation de finition. Cependant, il reste à évaluer leur comportement après recuit pour vérifier leur stabilité à haute température.

En ce qui concerne les dépôts multicouches étudiés *Si/Al*, *Ti/Cr/Au* et *Ti/Pt/Au*, seule la métallisation *Ti/Pt/Au* présente plusieurs défauts sous forme de cloques réparties sur toute la surface du substrat. Certains de ces défauts ont débouché et ont provoqué des décohésions de l'interface *Ti/C*. A l'issue des essais de nano-indentation, une fissuration est apparue à l'interface *Ti/C* ce qui a entraîné une chute de la rigidité et de la dureté mesurées. La fragilité de l'interface *Ti/C* est essentiellement due à la procédure de préparation de l'échantillon i.e. température de recuit, décapage,...

L'aluminium adhère mal au diamant mais l'utilisation du silicium comme couche d'adhérence entre le diamant et l'aluminium a amélioré nettement la tenue mécanique globale des dépôts *Si/Al*. En comparaison avec le dépôt d'*Al*, le dépôt *Si/Al* a permis de former un carbure de silicium très adhérent à la surface tout en gardant une bonne ductilité de l'*Al*. Le dépôt *Ti/Cr/Au* a une meilleure tenue que le dépôt chrome car un carbure de titane *TiC* a été formé grâce au traitement thermique. Contrairement au dépôt *Ti/Pt/Au*, le dépôt *Ti/Cr/Au* ne présente pas de fissures lors des essais de nano-indentation. Nous confirmons le choix des dépôts *Si/Al* et *Ti/Cr/Au* comme métallisations de finition pour le substrat diamant.

L'étude des différents revêtements DBC, montrent que le chrome constitue une bonne barrière contre l'interdiffusion de *Ge* et de *Ni*. Cependant, cette barrière reste fragile et source d'amorçage de fissure au sein du revêtement. La contrainte de cisaillement interfaciale admissible de 110 MPa du dépôt *Ni/Cr/Au* reste inférieure à celle du dépôt *Ni/Au* évaluée à 467 MPa. Après suppression du chrome, nous montrons que le dépôt *Ni/Au* reste homogène et exempt de fissures. Les propriétés de barrière par contre ne sont plus conservées. Pour limiter les phénomènes de diffusion, il faut augmenter l'épaisseur des dépôts d'*Au*.

2 Etude des alliages de brasure

Deux types d'alliages de brasure ont été étudiés au cours de ce travail : l'alliage $88Au12Ge$ et l'alliage $88Al12Si$. Leurs microstructures sont présentées sur la Figure 69. La brasure $AlSi$ présente deux phases bien distinctes : une phase riche en aluminium et une phase riche en silicium. La brasure $AuGe$ présente également deux phases : une riche en or et une riche en germanium.

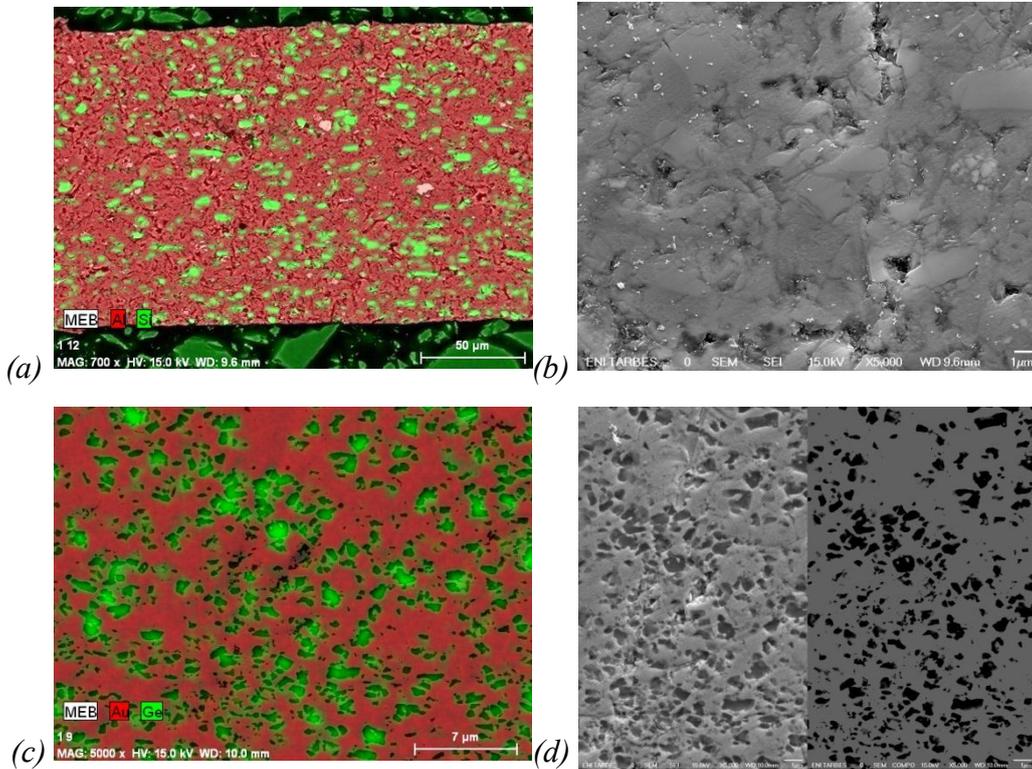


Figure 69 : Microstructure des alliages (a, b) $AlSi$ et (c, d) $AuGe$.

Ces brasures ont été livrées sous forme de préformes de dimensions respectives $3 \times 3 \times 100 \mu\text{m}$ et $3 \times 2 \times 200 \mu\text{m}$ par BT Electronics. Les principales propriétés physiques, thermiques et électriques des alliages de brasure sont données dans les Tableau 12 et 13.

Caractéristiques mécaniques		Caractéristiques physiques	
Module d'élasticité (GPa)	Résistance à la traction à 20°C (MPa)	Densité (g.cm^{-3})	Point de fusion (°C)
69,3	180	14,67	356
Caractéristiques thermiques			Caractéristiques électriques
Capacité calorifique ²⁶ C_p (J.K^{-1})	CTE à 20°C ($\times 10^{-6} \text{K}^{-1}$)	Conductivité thermique à 85°C ($\text{W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$)	Résistivité électrique ($\mu\Omega.\text{cm}$)
134	12,3	44,4	5,56

Tableau 12 : Propriétés de l'alliage de brasure $88Au12Ge$ ²⁷.

²⁶ Données calculées à partir de la DSC.

²⁷ Données BT Electronics

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

Caractéristiques mécaniques			Caractéristiques physiques	
Allongement à la rupture (%)	Module d'élasticité (GPa)	Résistance à la traction à 20°C (MPa)	Densité (g.cm ⁻³)	Point de fusion (°C)
< 20	71,1	241,5	2,66	577
Caractéristiques thermiques			Caractéristiques électriques	
CTE à 20-100°C (× 10 ⁻⁶ K ⁻¹)		Conductivité thermique à 23 °C (W.m ⁻¹ K ⁻¹)	Résistivité électrique (μΩ.cm)	
20,4		121	5,56	

Tableau 13 : Propriétés de l'alliage de brasure 88Al12Si.

2.1 Propriétés mécaniques

2.1.1 Essais de nano-indentation

Des essais de nano-indentation « classique » (un seul cycle de chargement-déchargement) ont été réalisés ainsi que des essais avec des chargements cyclés. Les essais ont été réalisés sur des préformes de 3×3×0,1 mm. Après la calibration de l'indenteur Berkovich, les essais sont réalisés avec un indenteur XP à forte charge en utilisant les paramètres d'essai détaillés au Tableau 14.

Nature de l'essai	Nano-indentation monotone	Nano-indentation cyclique
Type d'indenteur	Tête XP	
Type de pointe	Berkovich	
Vitesse d'approche	10 nm/s	
Temps de maintien	10 s	
Nombre d'essais (ou cycles)	15	10
Profondeur de pénétration	2 μm	-
Distance entre empreintes	50 μm	
Taux de chargement	-	500 mN

Tableau 14 : Conditions opératoires pour les essais de nano-indentation monotone et cyclique sur les préformes.

L'essai de nano-indentation cyclique consiste à imposer, sans déplacement latéral, 10 cycles de chargement-déchargement en imposant une charge maximale de 500 mN à chaque cycle. Un maintien de 10 s est réalisé à la charge maximale. Le temps entre chaque cycle est de 60 s. Le profil cyclique de la charge est illustré sur la Figure 70. Les essais de nano-indentation monotone et cyclique permettent de déterminer les propriétés mécaniques des alliages de brasure étudiés et de mettre en avant leur comportement élastoplastique.

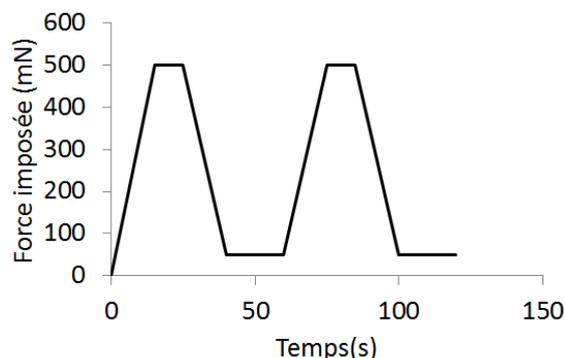


Figure 70 : Deux cycles de chargement lors des essais de nano-indentation cyclique à charge imposée.

2.1.2 Essais de nano-indentation sur l'alliage AuGe

2.1.2.1 Essais de nano-indentation à charge monotone

Les évolutions de la dureté et de la rigidité moyennes en fonction de la profondeur d'indentation sont présentées sur la Figure 71. Le module de Young atteint une valeur de 91 GPa pour une profondeur de 2000 nm. Cette valeur ne correspond pas à la valeur standard donnée pour cet alliage (72 GPa), mais plutôt à celle de la solution solide riche en germanium. La dureté, quant à elle, se stabilise à 2 GPa pour les profondeurs supérieures à 500 nm. Les dispersions enregistrées aux faibles profondeurs sont principalement dues au caractère biphasique de l'alliage et à l'écroutissage induit par le polissage de l'échantillon.

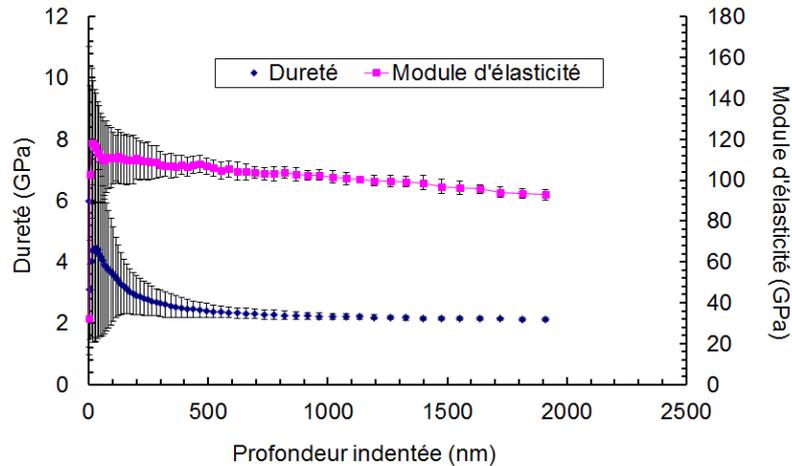


Figure 71: Evolution des propriétés mécaniques moyennes de l'alliage AuGe en fonction de la profondeur indentée.

Les courbes chargement-déchargement de la Figure 72 indiquent une bonne répétabilité des essais. Une faible proportion de fluage est enregistrée à une charge maximale de 190 mN. Lors du déchargement, un retour élastique de 200 nm est enregistré ce qui correspond à 10% du déplacement total de l'indenteur.

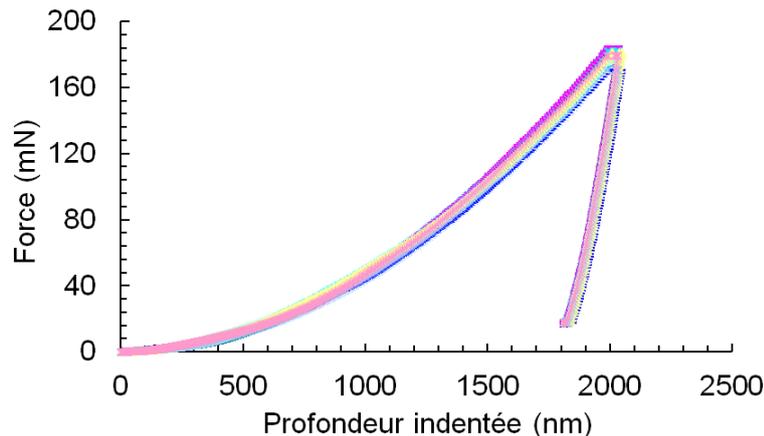


Figure 72: Courbes chargement-déchargement de l'alliage AuGe en fonction de la profondeur indentée.

2.1.2.2 Essais de nano-indentation à charge cyclique

Les courbes chargement-déchargement obtenues en fonction du nombre de cycles sont présentées sur la Figure 73. Le comportement mécanique diffère radicalement entre le premier

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

chargement et les autres. La déformation plastique est très importante lors du premier cycle ($W_{plastique} = 19 \text{ mN}\cdot\mu\text{m}$) et devient très faible dès le deuxième cycle ($W_{plastique} = 3,96 \text{ mN}\cdot\mu\text{m}$). Par contre, le retour élastique est quasi constant quelque soit le cycle de chargement. Le déplacement maximal et la force maximale pour chaque cycle sont donnés dans le Tableau 15.

Cycle	Déplacement maximal atteint (nm)	Force maximale atteinte (mN)
1	3463	486
2	631	486
3	589	485
4	580	487
5	575	486
6	581	487
7	573	484
8	574	484
9	585	488
10	577	484
Moyenne	873	486

Tableau 15 : Profondeur d'indentation pour chaque cycle de chargement de l'AuGe.

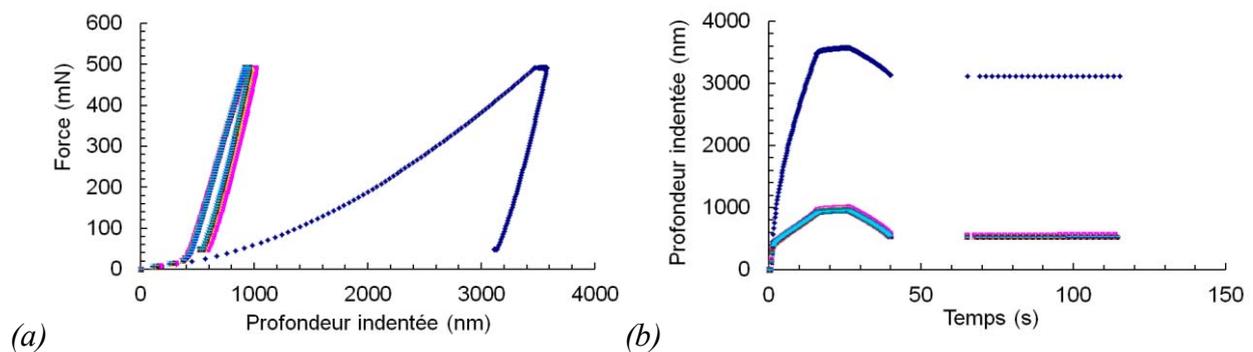


Figure 73: Comportement de l'AuGe lors des essais de nano-indentation cyclique, (a) courbes chargement-déchargement, (b) Évolution de la profondeur indentée au cours du temps.

2.1.3 Essais de nano-indentation sur l'alliage AlSi

2.1.3.1 Essais de nano-indentation à charge monotone

La même procédure expérimentale est adoptée pour l'alliage AlSi. La valeur du module d'élasticité se stabilise à 71 GPa pour des profondeurs supérieures à 1500 nm ce qui correspond à la valeur donnée par notre fournisseur BT Electronics. La dureté est estimée à 1 GPa pour des profondeurs d'indentation supérieures à 1000 nm. Les valeurs élevées pour les faibles charges sont attribuées, comme précédemment, à l'écroutissage induit par le polissage de l'échantillon (Figure 74).

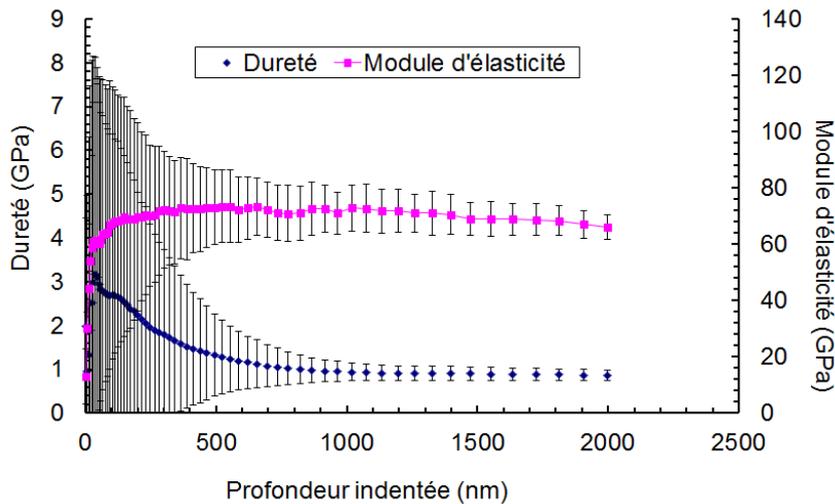


Figure 74: Evolution des propriétés mécaniques moyennes de l'alliage AlSi en fonction de la profondeur d'indentation.

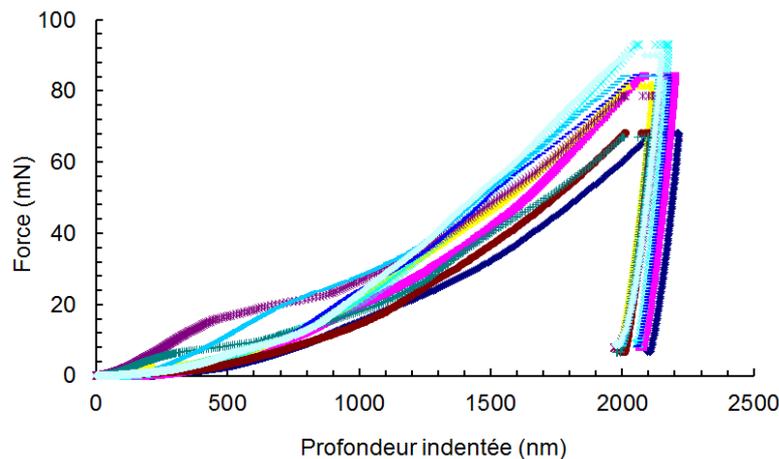


Figure 75: Courbes chargement-déchargement de l'alliage AlSi en fonction de la profondeur indentée.

Une très grande dispersion est observée entre les courbes chargement-déchargement obtenues pour l'alliage AlSi. Celle-ci peut être attribuable non seulement à la nature biphasique de l'alliage mais aussi à la préparation de l'échantillon. Le fluage enregistré pour une charge voisine de 80 mN est plus important (150 nm) que celui enregistré pour l'alliage AuGe. Un faible retour élastique de l'ordre de 100 nm est observé. Ce retour élastique reste le même pour tous les essais réalisés.

2.1.3.2 Essais de nano-indentation à charge cyclique

La Figure 76 présente les courbes chargement-déchargement obtenues au cours des essais cycliques. Comme pour l'alliage AuGe, la déformation plastique est beaucoup plus importante lors du premier cycle ($W_{plastique} = 31,25 \text{ mN}\cdot\mu\text{m}$) que pour les suivants ($W_{plastique} = 4,9 \text{ mN}\cdot\mu\text{m}$). Par contre, le déplacement maximal atteint diminue progressivement en fonction du nombre de cycles (Tableau 16). En général, cet écrouissage est comparable à celui observé lors du phénomène de rochet dans le cas d'un chargement asymétrique positif (cas d'un chargement mécanique cyclique uniaxial). Le retour élastique, quant à lui, garde la même valeur proche de 100 nm pour tous les cycles de chargement.

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

Cycle	Déplacement maximal atteint (nm)	Force maximale atteinte (mN)
1	5592	487
2	982	486
3	824	486
4	747	487
5	716	486
6	725	486
7	663	486
8	657	485
9	663	487
10	658	486
Moyenne	1305	486

Tableau 16 : Profondeur d'indentation pour chaque cycle de chargement de l'AlSi.

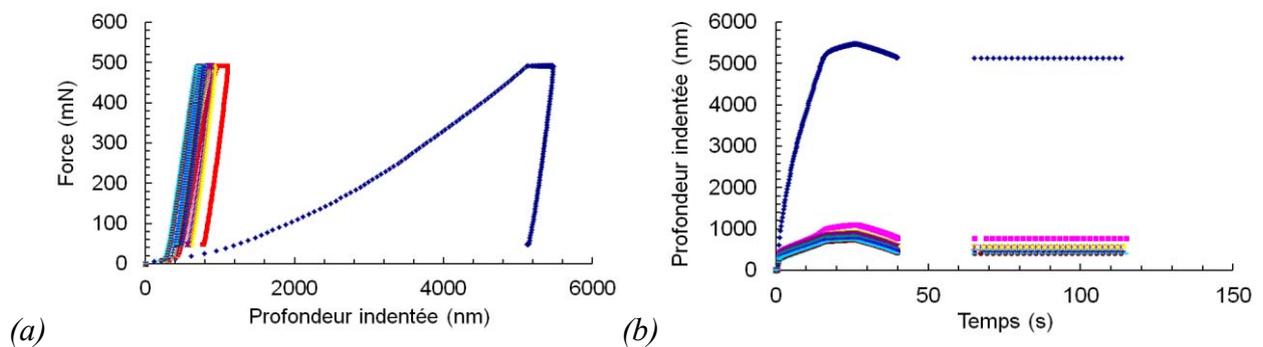


Figure 76: Comportement de l'alliage AlSi lors des essais de nano-indentation cyclique, (a) courbes chargement-déchargement, (b) Évolution de la profondeur indentée au cours du temps.

2.1.4 Conclusion

Les essais de nano-indentation à charge monotone et à charge cyclique ont permis d'extraire un ensemble d'informations concernant les propriétés mécaniques des deux alliages de brasure *AuGe* et *AlSi*. Les essais de nano-indentation à charge monotone ont permis globalement de retrouver les modules d'Young de l'*AuGe* et de l'*AlSi* ($E_{AuGe} = 90$ GPa, $E_{AlSi} = 71$ GPa) et de déterminer leur dureté ($H_{AuGe} = 2$ GPa, $H_{AlSi} = 1$ GPa). Le caractère écrouissable qui diffère d'un alliage à un autre est mis en évidence par les essais cycliques. Les profils des courbes de chargement déchargement montrent que pour les deux alliages, un écrouissage cyclique existe. Un taux de fluage plus élevé pour l'*AlSi* est aussi enregistré lorsque la charge atteint sa valeur maximale. Enfin, les essais à charge cyclique présente un point de divergence remarquable pour les deux alliages ; la réponse en déplacement pour l'*AuGe* se stabilise au bout du troisième cycle, celle de l'*AlSi* devient stable au bout du 8^{ème} cycle. L'*AlSi* semble subir un écrouissage cyclique plus important que l'*AuGe*. Ces premiers résultats devront être confirmés par les essais de caractérisation thermomécaniques effectués sur les jonctions brasées.

2.2 Mise en œuvre des alliages

La procédure de brasage des alliages *AuGe* et *AlSi* comprend toujours une étape essentielle de préparation des surfaces des substrats pour éliminer les impuretés et les traces d'oxyde. Une fois cette étape réalisée, la séquence de brasage peut alors commencer. Pour effectuer l'opération de brasage, il faut définir le profil de température de refusion de l'alliage en fonction du temps.

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

Ce profil dépend de plusieurs paramètres d'entrée. Parmi ceux-ci, la nature du four, les conditions de refusion (température, pression, gaz) et la géométrie de l'outillage de refusion et des pièces à braser sont déterminants. Le profil de refusion est généralement composé de trois montées en température avec des rampes différentes dont la détermination est primordiale pour obtenir une bonne refusion de l'alliage. Enfin, cette température de refusion est bien sûr contrôlée tout au long de la procédure d'élaboration et doit être calibrée en fonction du gradient de température dans le four de brasage. Les conditions opératoires définies et mises en œuvre pour les alliages de brasure retenus au cours de cette étude sont présentées dans le paragraphe suivant

2.2.1 Procédure expérimentale

Les trois jonctions étudiées sont élaborées en partenariat avec la SCT qui dispose de moyens de traitement thermique sous atmosphère contrôlée voire sous vide. En ce qui concerne les brasures *AuGe* et *AlSi*, la gamme de préparation des substrats comprend un dégraissage dans un bain de soude, un rinçage à l'eau courante et un décapage à l'acide chlorhydrique. C'est une procédure fréquemment utilisée à la SCT pour le décapage des surfaces des alliages de cuivre. Ensuite, les échantillons ont été insérés dans un outillage de refusion en titane (Annexe B). Ce dernier est placé dans un four à sole élévatrice et à transfert de chaleur par rayonnement type « LALLIPUT ». Ce four est composé de parois intérieures en molybdène et peut travailler jusqu'à 1350°C sous vide secondaire ou atmosphère contrôlée. La rampe maximale en température atteinte par ce four est de 1000°C/h. Le même type de four a été utilisé pour la mise en œuvre de la jonction *AgIn*.

2.2.2 Refusion de l'alliage *AuGe*

Le diagramme de phase à l'équilibre de l'alliage *AuGe* est présenté sur la Figure 77. C'est un diagramme d'équilibre à miscibilité partielle comprenant une transformation triphasée eutectique à 354,4°C pour des proportions massiques de 12,5% de germanium et 87,5% d'or.

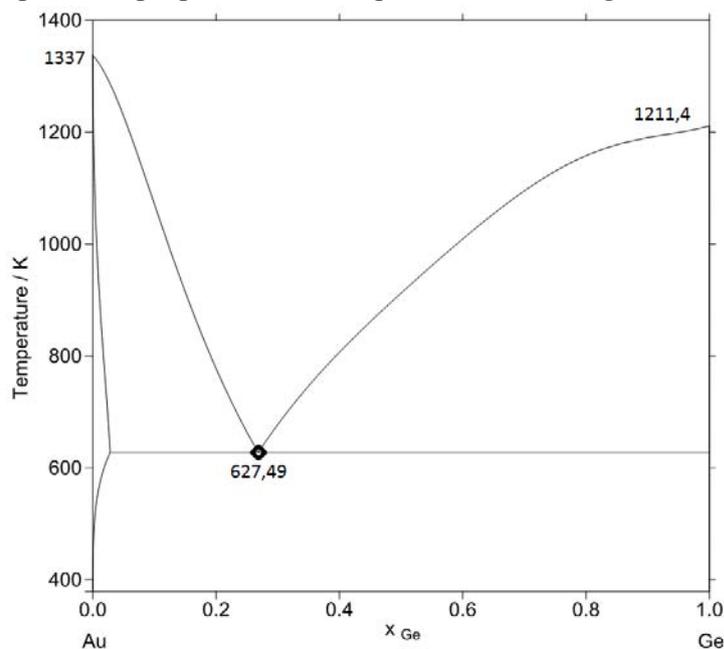


Figure 77 : Diagramme de phase de l'alliage *AuGe* [Chevalier, 1989].

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

Un profil typique de refusion de l'alliage *AuGe* déterminé par Liau (Liau, 2006) est présenté sur la Figure 78. Ce profil comporte deux phases importantes : un maintien « long » sous la température eutectique pour homogénéiser la température du système suivi d'un palier plus court de 1 mn à une température de 30 à 40°C au-dessus de l'eutectique pour effectuer la refusion de l'alliage. Ce cycle permet donc d'homogénéiser la température dans la pièce brasée, d'éviter le problème de porosités, et de minimiser la dissolution du dépôt d'or des échantillons.

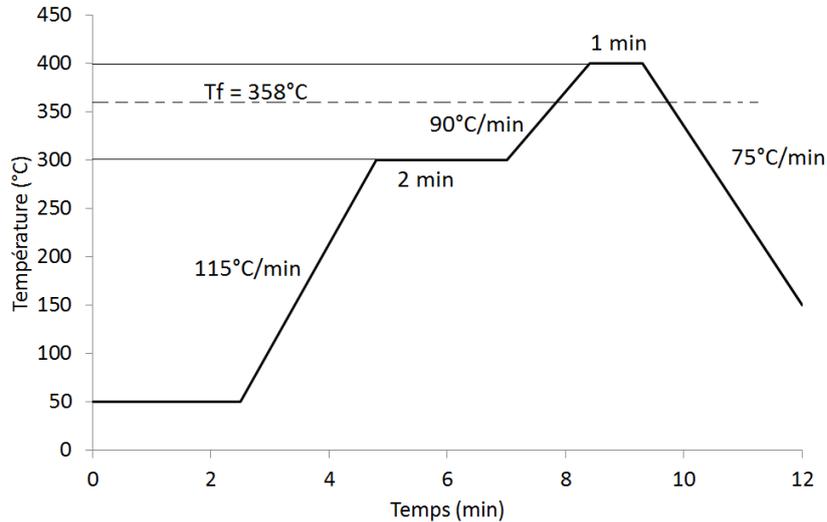


Figure 78 : Profil de refusion typique de l'alliage 88Au12Ge (Liau, 2006).

Les premières tentatives de refusion utilisant ce profil type ont échoué en raison notamment des moyens opératoires différents. La Figure 80 présente le profil thermique identifié. Pour déterminer la vitesse de montée en température, différents essais de calorimétrie différentielle (DSC²⁸) ont été réalisés (Figure 79). La température de refusion de la préforme a été obtenue pour une vitesse de montée en température de 2°C/min. De plus, les refusions ont été obtenues avec un four à rayonnement sous vide secondaire et non avec un four à refusion. Enfin, les durées des paliers au-dessus de la température de la transformation eutectique ont été augmentées.

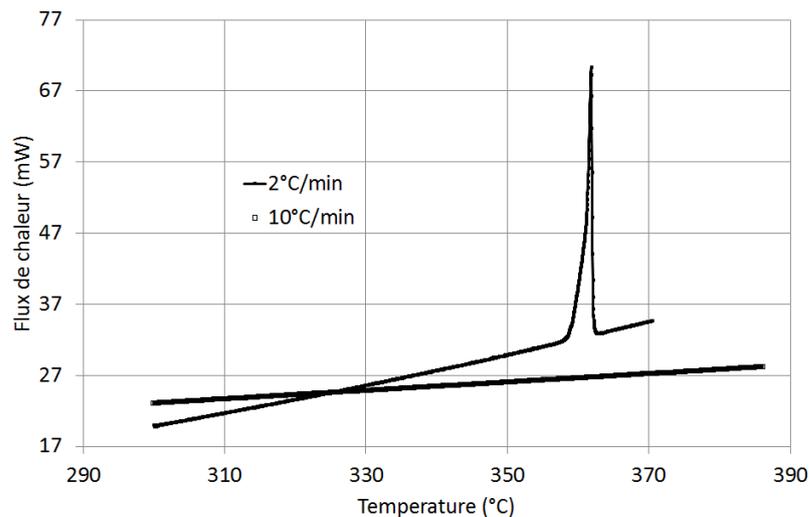


Figure 79 : Analyse calorimétrique de l'alliage 88Au12Ge réalisée avec des rampes de chauffage de 10°C/min et 2°C/min.

²⁸ Differential Scanning Calorimetry

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

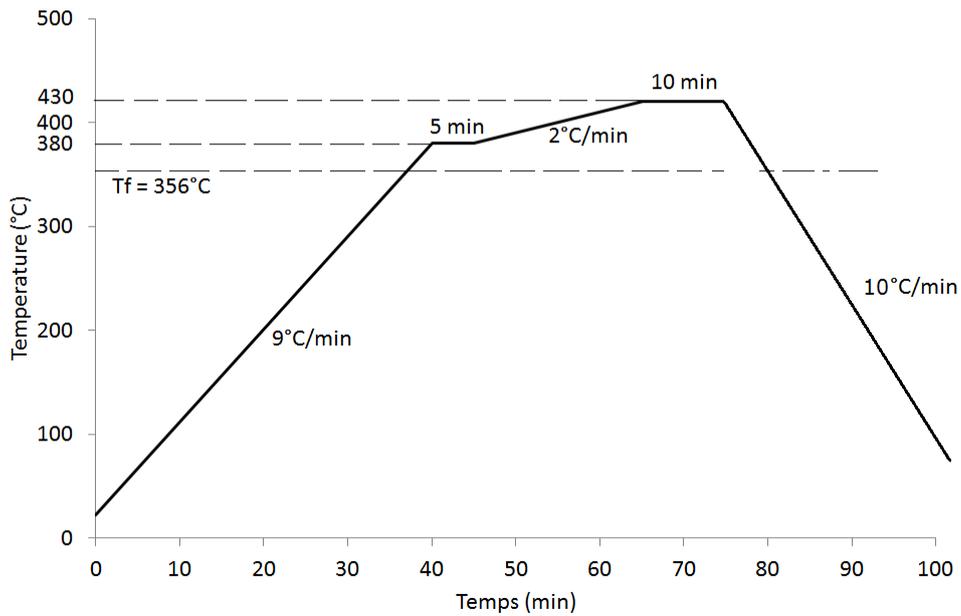


Figure 80 : Profil de refusion final de l'alliage 88Au12Ge utilisé pour le brasage des échantillons.

2.2.3 Refusion de l'alliage AlSi

L'alliage *AlSi* est un alliage qui possède des propriétés thermomécaniques intéressantes. Le diagramme binaire de l'alliage *AlSi* présente d'ailleurs un seul eutectique à 577°C pour un alliage de composition 12% de silicium et 88% d'aluminium en masse (Figure 81).

Le profil de refusion mis en œuvre pour l'alliage de brasure *AlSi* au cours de cette étude est présenté sur la Figure 82. Il tient compte des moyens de refusion disponibles ainsi que de la nature et de la taille des échantillons.

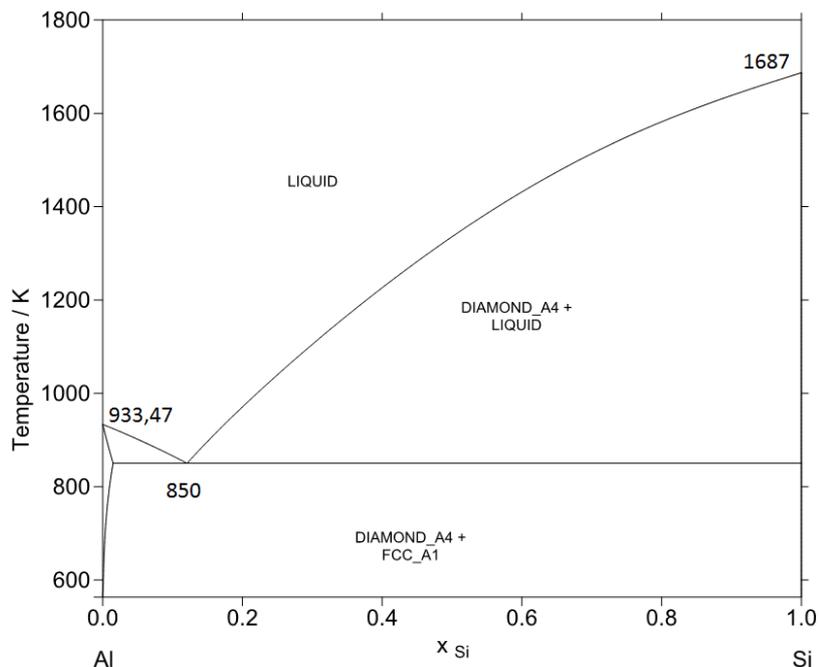


Figure 81 : Diagramme de phase de l'alliage AlSi.

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

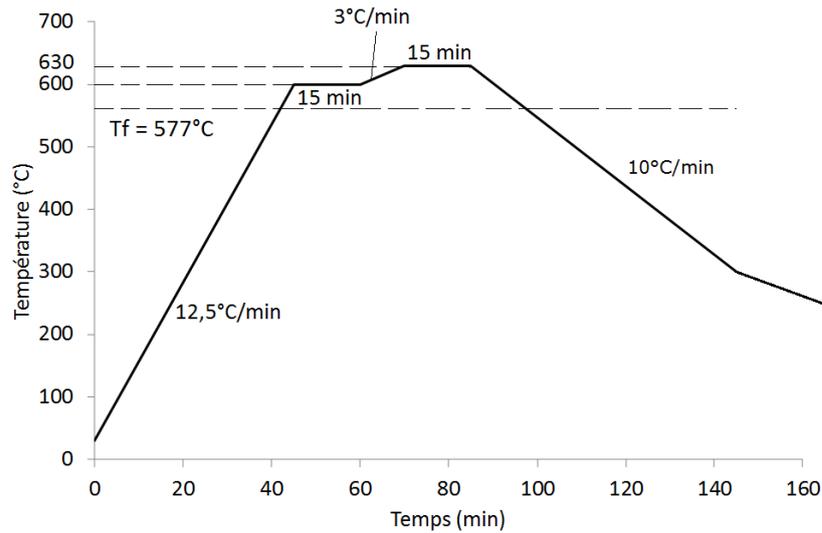


Figure 82 : Profil de refusion mis en place pour l'alliage 88Al12Si.

2.2.4 Elaboration de la jonction AgIn

L'intérêt de ce type de jonction est d'avoir une température de fusion et une conductivité thermique élevées tout en ayant une température d'élaboration la plus basse possible. Le choix de l'utilisation d'indium dans l'alliage est motivé par sa ductilité importante et sa température de fusion assez faible en comparaison avec celle de l'étain par exemple. Grâce à ces caractéristiques mécaniques élevées, l'argent peut compenser les contraintes engendrées par le cyclage thermique et donc limiter l'écrouissage du cuivre. Il permet aussi d'améliorer la conduction électrique et le dégagement de la chaleur dans un composant assemblé.

La première étape consiste à revêtir les substrats de revêtements d'argent et d'indium. Une couche d'argent d'épaisseur 230 μm est déposée par voie électrochimique sur le substrat cuivre. Le bain d'argent est un bain cyanuré avec un pH de 10,5.

Ensuite, une couche de 20 μm d'indium est déposée toujours par voie électrochimique à partir d'un bain alcalin exempt de cyanure formé de sulfamate d'indium. Le bain est agité mécaniquement durant la déposition.

Les plaquettes sont maintenues en contact avec un poids de 200 g et sont placées dans un four sous vide pour la refusion de l'indium à 200°C. Ensuite, une opération de recuit a été réalisée à 400°C pendant 50 heures. Les étapes de réalisation de la jonction AgIn sont résumées sur la Figure 83.

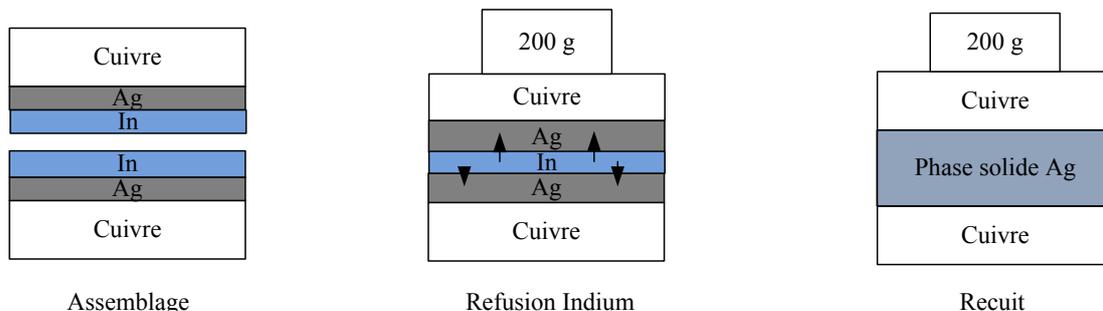


Figure 83 : Présentation des étapes de formation de la jonction constituée de la phase solide riche en Ag.

3 Etude d'assemblages brasés

L'étude des jonctions brasées a pour but de déterminer le comportement thermomécanique des jonctions et plus précisément des alliages de brasure. Cette campagne expérimentale servira ensuite à identifier les paramètres des lois de comportement qui font l'objet du chapitre 3. Le comportement mécanique des jonctions sera décrit en tenant compte de leurs microstructures et de l'étude des faciès de rupture obtenus.

3.1 Procédure expérimentale

Pour l'étude des assemblages, des éprouvettes de caractérisation en cuivre et en alliage de titane *Ti6Al4V* ont été conçues et réalisées. L'éprouvette est formée de deux plaques ou substrats métalliques revêtus et brasés avec des préformes de brasure de $3 \times 2 \times 0,2$ mm. La géométrie des éprouvettes est présentée sur la Figure 84. Leur conception permet d'avoir une surface de jonction relativement faible de l'ordre de 6 mm^2 afin de pouvoir, d'une part, observer et analyser la jonction au MEB et d'autre part, de s'adapter à la capacité de la machine de fatigue en termes de charge maximale admissible. Ce type d'éprouvette permet, entre autres, de réaliser des essais d'érouissage monotone et cyclique et des essais de fluage.

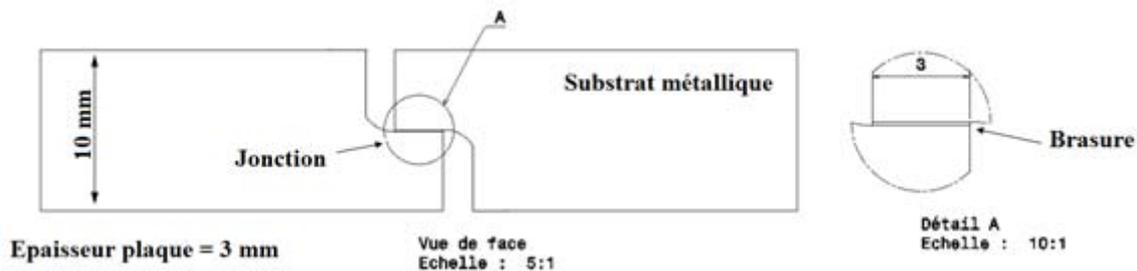


Figure 84 : Géométrie de l'éprouvette de caractérisation thermomécanique des jonctions.

	Substrats métalliques	
Alliages de brasure	Cuivre	TA6V
<i>AuGe</i>	<i>Cu, Ni/Au, Ag</i>	-
<i>AlSi</i>	<i>Ni</i>	<i>Al</i>
<i>AgIn</i>	<i>Ag/In</i>	-

Tableau 17 : Dépôts testés en fonction de la nature des alliages de brasure et des substrats métalliques.

Le Tableau 17 récapitule les combinaisons (substrats \hat{R} métallisations \hat{R} brasures) testées. Pour chaque type de jonctions, des essais d'érouissage monotone et d'érouissage cyclique ont été réalisés avec les éprouvettes de caractérisation thermomécanique (Figure 84, Figure 85(b)) à plusieurs températures (25°C , 200°C et 300°C) et avec des vitesses de déplacement imposé (10^{-2} mm/s, 10^{-3} mm/s et 10^{-4} mm/s). Pour les essais de fluage, des forces variant entre 100 N et 300 N sont appliquées pour chaque température. Les échantillons sont montés sur la machine de traction Electroforce® comme le montre la Figure 85(a,c). Une fois les essais terminés, les valeurs du temps, de la force et du déplacement de l'extensomètre sont extraites pour la procédure d'identification des paramètres du modèle de comportement.

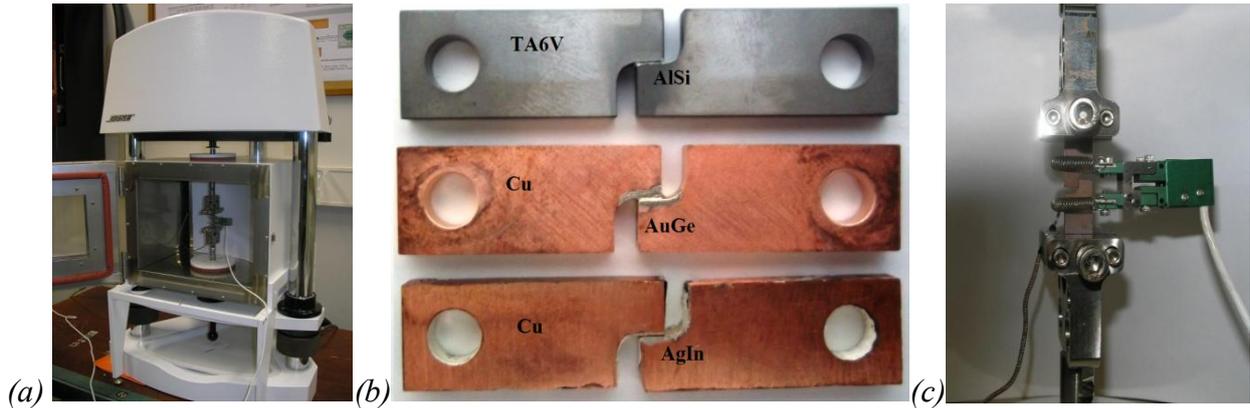


Figure 85: Caractérisation thermomécanique des alliages, (a) banc d'essai de traction, (b) éprouvettes de caractérisation des alliages, (c) montage de l'éprouvette.

3.2 Etude des jonctions AuGe

3.2.1 Brasage sur Cuivre revêtu Ni/Au

La jonction réalisée a une tenue mécanique très faible. Les éprouvettes se rompent lors de leur montage sur la machine de traction. Afin de déterminer l'origine de ce comportement fragile, une étude fractographique a été menée. Les analyses EDX réalisées sur le faciès de rupture mettent en évidence la présence d'or, de germanium mais également de nickel (Figure 86).

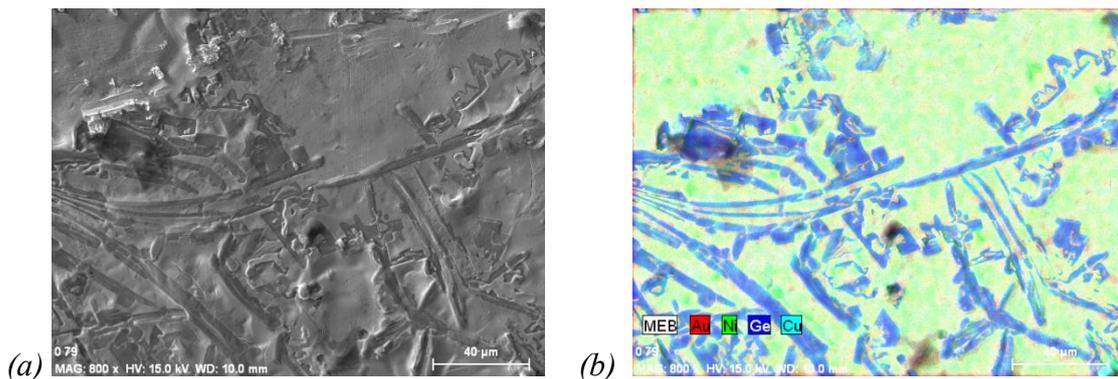


Figure 86 : Résultats d'analyse de la jonction réalisée par refusion de l'alliage AuGe sur un revêtement Ni/Au, (a) micrographie de la jonction, (b) cartographie EDX montrant la composition chimique.

Des observations et des analyses complémentaires ont été effectuées en section, sous le faciès de rupture. Elles ont permis de montrer la diffusion de germanium vers la couche de nickel (Figure 87). Cette diffusion est à l'origine de la formation de composés intermétalliques fragiles $NiGe$ [Lang et al., 2009]. La couche d'or déposée sur le dépôt de nickel n'a pas pu remplir son rôle de barrière contre la diffusion de Ge et de Ni , très certainement à cause de sa faible épaisseur. De plus, de nombreuses fissures sont observées dans la couche de nickel. Ces microfissures détectées se propagent perpendiculairement à la direction de cisaillement jusqu'à l'interface Cu/Ni (Figure 88).

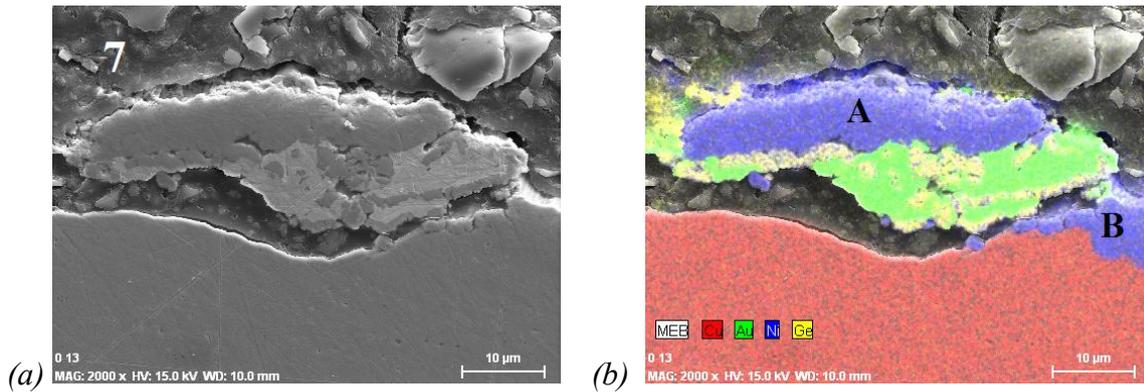


Figure 87 : Analyse du faciès de rupture, (a) micrographie du faciès, (b) cartographie EDX.

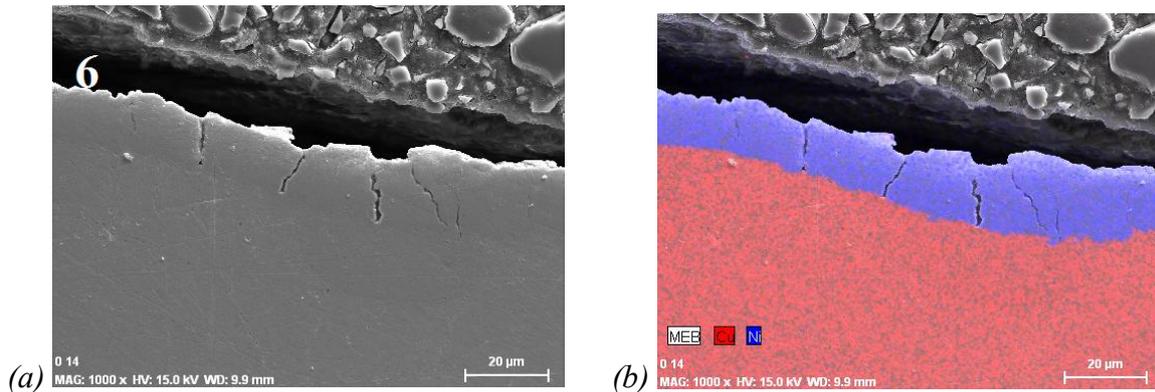


Figure 88 : Analyse du faciès de rupture, (a) micrographie du faciès, (b) cartographie EDX.

Par conséquent, les éprouvettes *Ni/Au* brasées avec *AuGe* n'ont pas été exploitées pour la caractérisation des brasures *AuGe* en vue de déterminer leur loi de comportement thermomécanique. Afin d'éviter les problèmes d'interdiffusion de *Ge* et *Ni*, il a été décidé de braser directement des éprouvettes en cuivre avec l'alliage *AuGe*.

3.2.2 Brasage sur substrat cuivre

Des substrats en cuivre ont été brasés en prenant comme conditions de brasage la gamme de refusion donnée sur la Figure 80. La liaison formée ne présente pas de défauts (Figure 89). Aucune porosité n'est observée à l'interface cuivre-*R* brasure voire dans la brasure elle-même. Une phase riche en or est observée à l'interface, proche du substrat en cuivre. Au centre de la liaison, la structure eutectique est observée avec la présence de deux phases : une phase riche en or (en rouge sur la cartographie EDX de la Figure 89) et une phase riche en germanium (en bleu sur la cartographie EDX de la Figure 89). La jonction formée possède une tenue mécanique suffisante pour réaliser la campagne de caractérisation thermomécanique de la brasure *88Au12Ge*.

La Figure 90(a) montre les deux faciès de rupture d'une éprouvette brasée avec l'alliage *AuGe* et cyclée à 300°C. La morphologie des faciès sur cette figure montre une structure « striée » avec une déformation orientée dans le sens du cisaillement. Des porosités de formes sphériques et de taille non négligeable sont réparties sur toute la surface cisailée. A plus fort grandissement, les stries paraissent de plus en plus nettes avec une présence de pores de 60 μm de diamètre (Figure 90(b)).

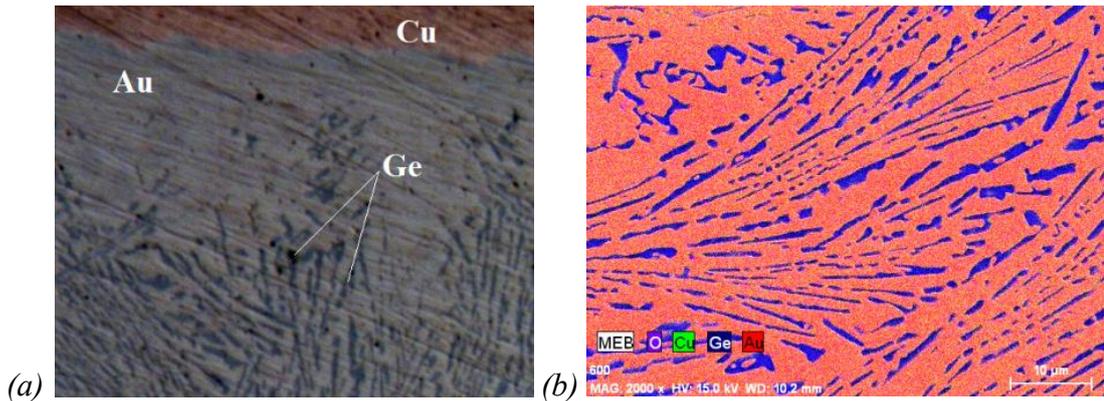


Figure 89: Liaison brasée avec l'alliage 88Au12Ge : (a) microstructure, (b) cartographie EDX de la brasure.

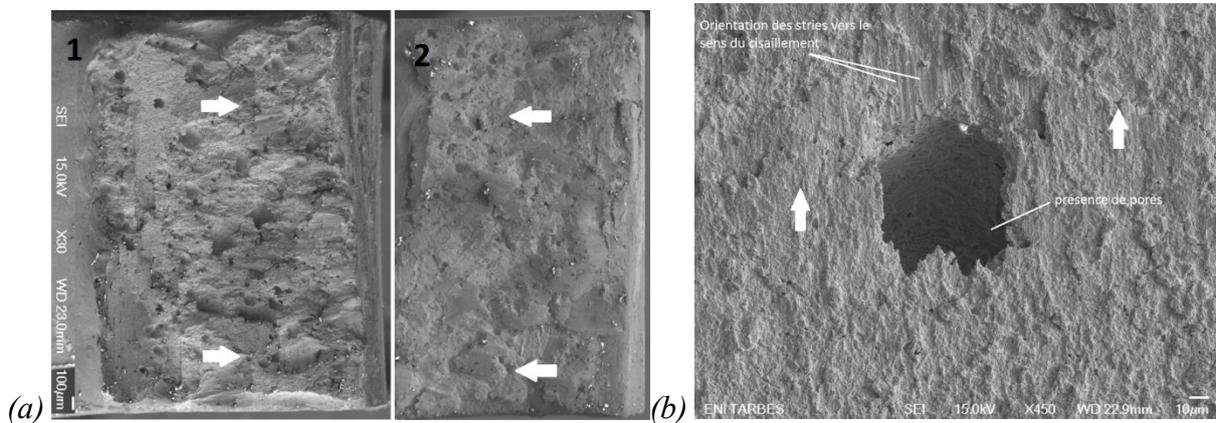


Figure 90 : Analyse des faciès de rupture d'une éprouvette brasée avec l'alliage 88Au12Ge et cyclée à 300°C, (a) faciès de rupture des deux demi-éprouvettes, (b) rupture ductile de l'alliage avec présence de pores.

La Figure 91(a) présente les résultats des essais d'écroutissage monotone réalisés à plusieurs températures. L'alliage *AuGe* semble peu sensible à la vitesse de déplacement pour des températures inférieures ou égales à 200°C. En effet, entre les températures de 25°C et 200°C, la réponse en force ne varie pas quelle que soit la vitesse de déplacement imposée. Pour ces deux températures, la force atteint une valeur maximale très proche de 200 N pour un déplacement de 0,01 mm. A 300°C, la force maximale atteinte diminue et prend la valeur de 150 N.

Les courbes obtenues lors des essais de fluage sont présentées sur la Figure 91. Aucune rupture n'est observée pour des éprouvettes sollicitées à des températures inférieures ou égales à 200°C pour des temps inférieurs à 4 heures. Les éprouvettes testées à 200°C demeurent dans le stade de fluage secondaire même au bout de 15000 secondes. Par contre, la tenue en fluage diminue rapidement lorsque la force augmente pour la température de 300°C : la rupture se produit au bout de 220 min à 100 N et de 70 min à 150 N. Le déplacement n'atteint pas le régime de fluage tertiaire pour une force de 200 N.

L'essai d'écroutissage cyclique réalisé à 25°C à une vitesse de déplacement imposé de 10^{-3} mm/s montre que l'alliage *AuGe* subit un durcissement au bout du premier cycle (Figure 92 (a)). Pour un déplacement de l'ordre de 0,03 mm, la force maximale atteinte passe de 200 N à une valeur de l'ordre de 250 N. Ce durcissement cyclique continue jusqu'à atteindre un seuil de saturation différent pour chaque température d'essai. En effet, à 25°C, l'écroutissage dû à

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

l'augmentation de la densité des dislocations a un effet prépondérant. La valeur de force se stabilise à 270 N au bout de 100 cycles tandis qu'à 200°C, cette valeur de saturation prend une valeur de 180 N lorsque le nombre de cycles atteint est de 30 cycles. La restauration est dominante à 300°C où nous pouvons remarquer une saturation prématurée dès le premier cycle. De plus, pour des cycles symétriques en force, nous observons une accommodation du déplacement sur les trois premiers cycles (Figure 92(b)). Pour les trois températures de 25°C, 200°C et 300°C, l'alliage *AuGe* commence à s'endommager à partir du 135, 145 et 85^{ème} cycle respectivement. La rupture se produit respectivement au bout de 308, 210 et 130 cycles à ces mêmes températures.

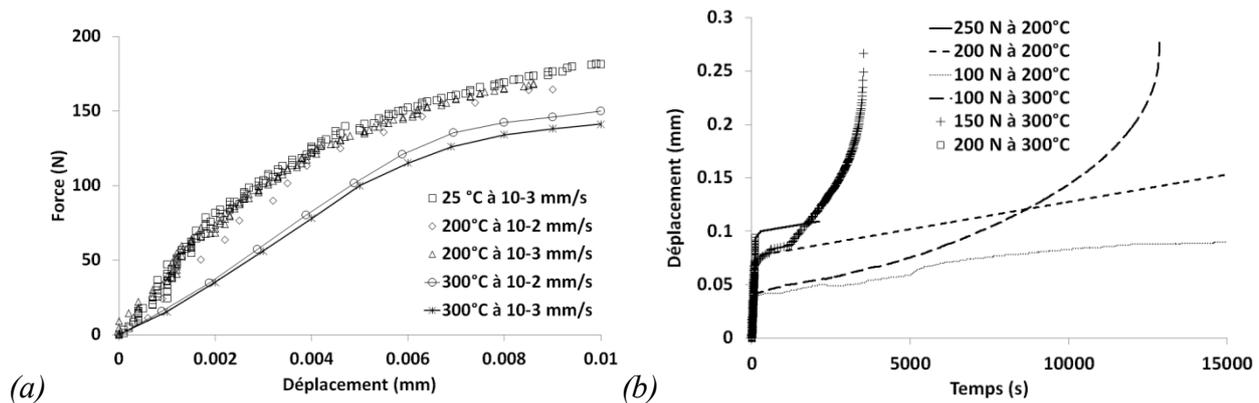


Figure 91: Résultats des essais expérimentaux sur l'alliage *AuGe*, a) essais d'écroutissage pour différentes vitesses et températures de sollicitation, b) essais de fluage pour différentes charges et températures de sollicitation.

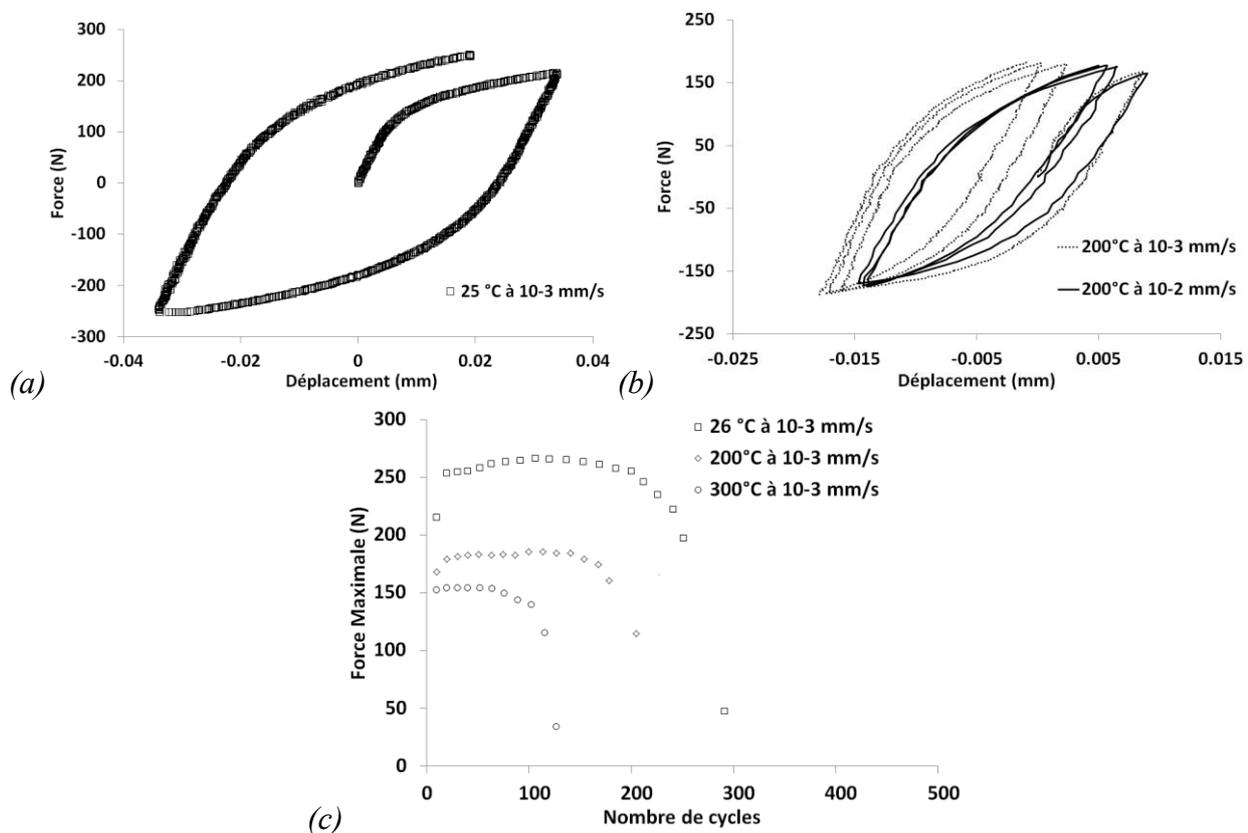


Figure 92: Résultats des essais expérimentaux sur l'*AuGe*, (a,b) essais d'écroutissage cyclique à 25°C et à 200°C, c) courbes ζ_{max} -N à 10⁻³ mm/s pour différentes températures de sollicitation.

3.3 Etude des jonctions AlSi

Une analyse du faciès de rupture a été réalisée sur une éprouvette cyclée à 200°C avec une vitesse de déplacement imposée de 10^{-2} mm/s. La micrographie du faciès de rupture sur la Figure 93 montre sur toute la zone, une structure lamellaire caractéristique d'une déformation plastique ductile produite au sein de l'alliage de brasure dans la direction du chargement. Elle a pour origine le cisaillement de l'alliage de brasure.

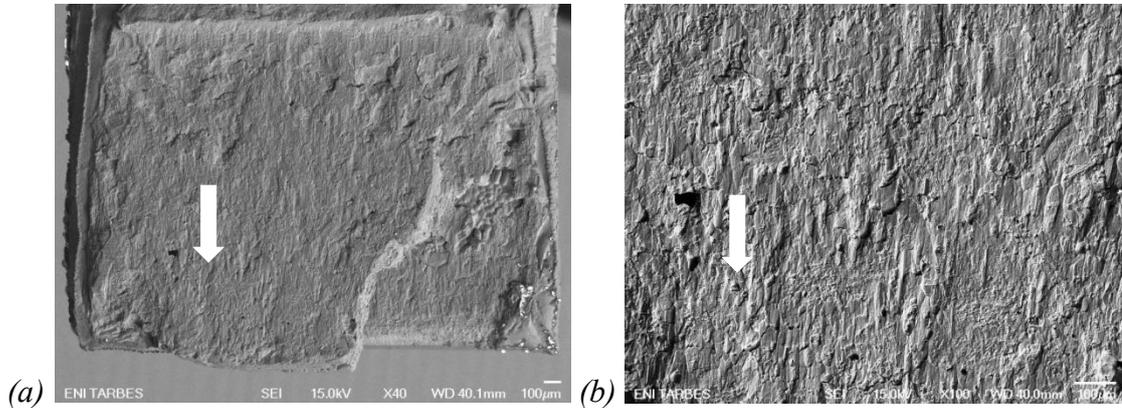


Figure 93 : Analyse du faciès de rupture d'une éprouvette brasée avec l'alliage AlSi et cyclée à 200°C, (a) grandissement X40, (b) grandissement X100.

La Figure 94(a) présente les résultats des essais d'écroutissage monotone réalisés à plusieurs températures. En raison de sa limite d'élasticité élevée, l'AlSi montre à 25°C et à 200°C une faible plasticité. Les valeurs de force atteintes pour ces deux températures sont respectivement 290 N et 250 N pour un déplacement imposé de 0,01 mm. Ces valeurs sont très proches de la limite admissible de la machine et sont largement supérieures aux valeurs trouvées pour l'alliage AuGe tout en considérant le même déplacement et la même vitesse de déplacement imposée. A partir de 300°C, la limite d'élasticité et la force maximale chutent. Le matériau se caractérise par une faible sensibilité de la réponse à la vitesse de déplacement.

Les courbes de fluage présentées sur la Figure 94(b) ne permettent pas d'extraire suffisamment d'informations ; les courbes ne présentent aucun régime de fluage primaire à par celle à 25°C où le déplacement se stabilise à une valeur de 0,035 mm. Le temps à rupture en fluage pour les températures de 200°C et de 300°C varie très peu. Il est de l'ordre de 100 min en moyenne.

Trois cycles des plus représentatifs, produits aux températures d'essai sont présentés sur la Figure 95(a). Contrairement à l'AuGe, l'AlSi s'adoucit lors d'un chargement cyclique en vitesse de déplacement imposée. Cette figure illustre bien cet effet où nous pouvons constater que cet adoucissement se produit au premier cycle et garde la même valeur de 30 N pour les trois températures d'essai. L'adoucissement ne dure pas longtemps pour ces températures; au bout de 2 ou 3 cycles, la saturation est atteinte (Figure 94(b)). Elle dure 150 cycles en moyenne quelque soit la température pendant que l'endommagement se met en place. Celui-ci est détectable aux derniers cycles de chargement lorsque la valeur de la force décroît brusquement (Figure 94(b)). Pour les trois températures d'essai de 25°C, 200°C et 300°C, les nombres de cycles à la rupture sont respectivement 227, 248 et 107 cycles.

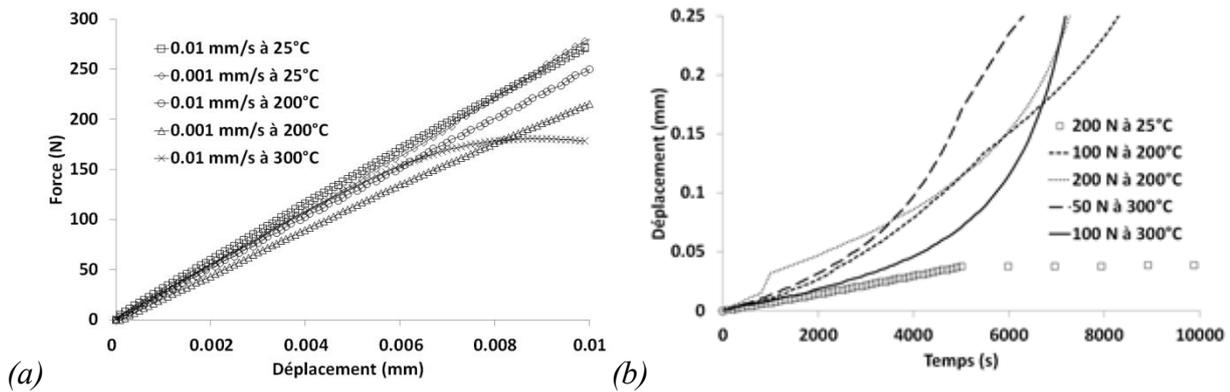


Figure 94: Résultats des essais expérimentaux sur l'alliage AlSi, a) essais d'érouissage monotone pour différentes vitesses et températures de sollicitation, b) essais de fluage pour différentes charges et températures de sollicitation.

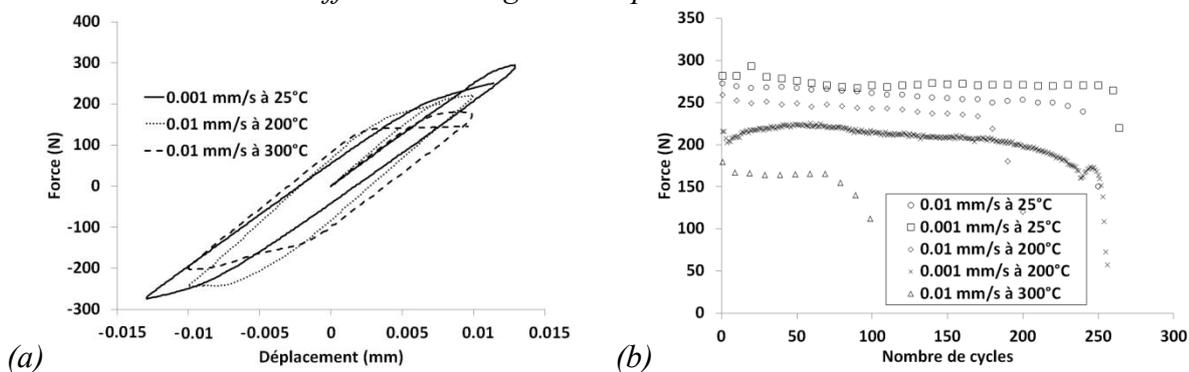


Figure 95: Résultats des essais expérimentaux sur l'alliage AlSi pour différentes vitesses et températures de sollicitation, a) essais d'érouissage cyclique, b) courbes ζ_{max} -N pour différentes températures et vitesses de sollicitation.

3.4 Etude des jonctions AgIn

Les assemblages réalisés avec la jonction AgIn n'ont pas pu être testés à cause de leur très faible tenue mécanique. Les éprouvettes ont rompu lors de leur montage dans les mors. L'expertise menée sur des coupes métallographiques des éprouvettes non rompues et sur les faciès des éprouvettes rompues a permis d'identifier l'origine de cette faible résistance mécanique de la liaison. De nombreuses porosités sont présentes entre les deux demi-éprouvettes constituant la liaison (Figure 96(a)). La morphologie du faciès de rupture témoigne également de surface en contact très restreinte (Figure 96(b)). Ces porosités résultent très certainement de l'opération de refusion ; la contrainte appliquée lors de la refusion voire la mouillabilité de l'indium n'ont pas été suffisantes pour réaliser la liaison. Une couche d'argent de quelques nanomètres est généralement déposée par évaporation sur la couche d'indium pour empêcher son oxydation et favoriser la formation de la phase solide Ag. Cependant, en l'absence de moyens disponibles, il n'a pas été possible de réaliser cette couche nanométrique au cours de cette étude.

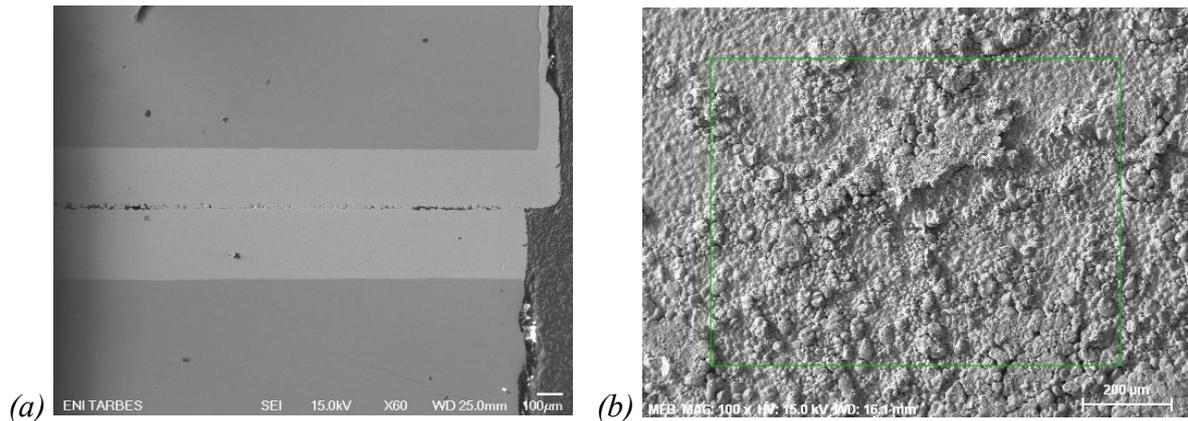


Figure 96 : Morphologie de la jonction AgIn, (a) observation en coupe avant rupture, (b) faciès de rupture.

Par contre, les cartographies EDX réalisées en section attestent que l'indium a diffusé dans le revêtement d'argent (Figure 97). Ceci est en accord avec les résultats de Chuang et al., concernant ce type de jonction sous les mêmes conditions d'élaboration [Chuang and Lee, 2002].

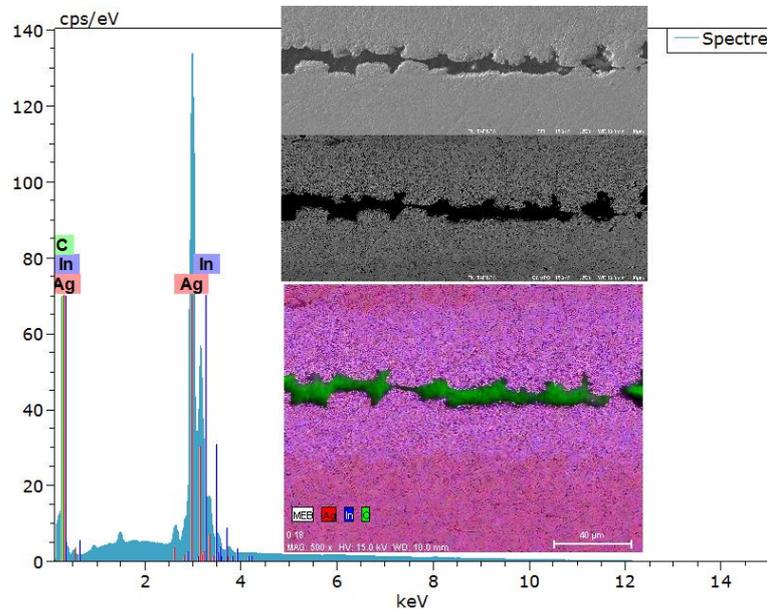


Figure 97 : Analyse de la composition chimique de la jonction AgIn réalisée.

La Figure 98 indique un taux élevée de Cu dans les premiers 50 μm. Ensuite, nous avons des compositions massiques de 80% et de 20% respectivement pour l'argent et l'indium. Ces pourcentages massiques correspondent à un composé $AgIn_2$. Ce composé est très proche de la phase solide à 90% d'argent et à une température de fusion de 850°C. L' $AgIn_2$ se transforme au bout de 250 μm en Ag_2In sur une épaisseur de l'ordre de 80 μm (Figure 99).

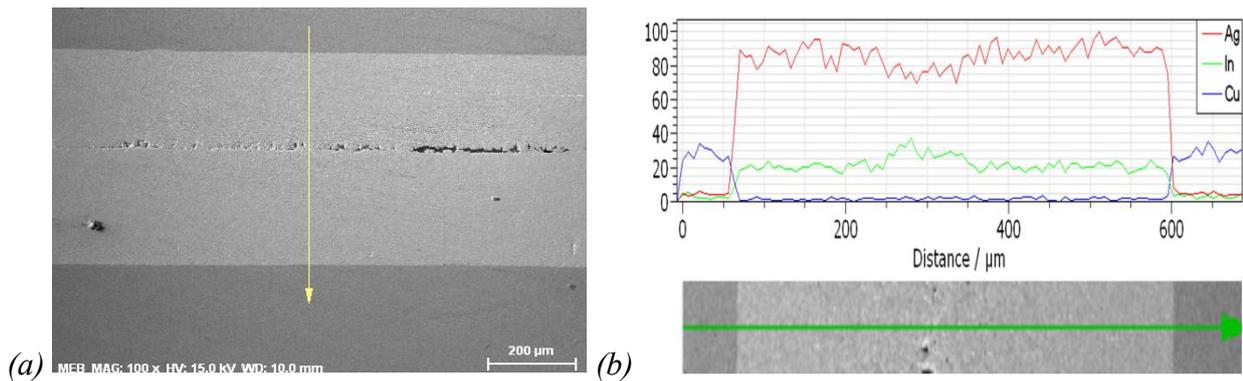


Figure 98 : Etude de la jonction AgIn, (a) micrographie de la liaison avant rupture, (b) évaluation de la composition chimique en section.

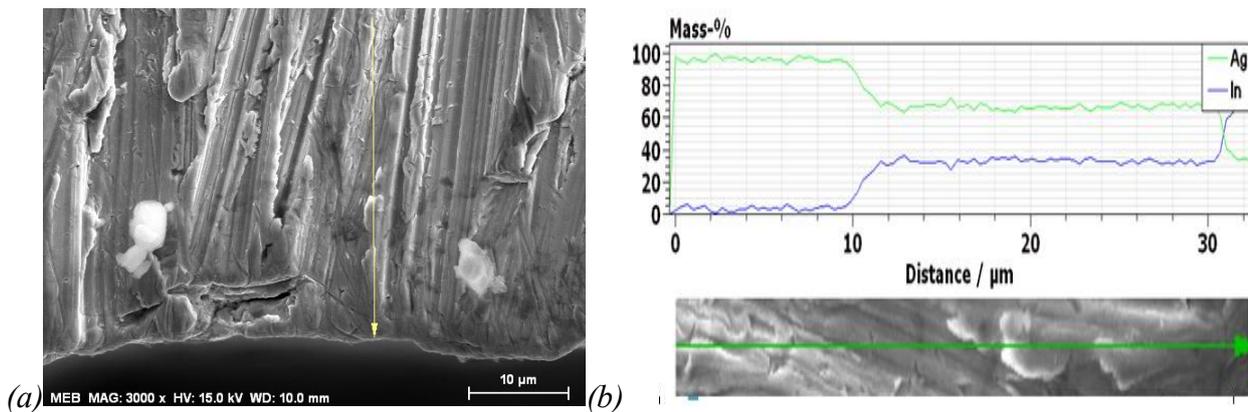


Figure 99 : Etude de la jonction AgIn, (a) micrographie de la liaison après rupture, (b) évaluation de la composition chimique proche de la zone de rupture.

3.5 Conclusion

La dernière partie de ce chapitre avait pour but de présenter les liaisons réalisées et de caractériser les alliages de brasures *AuGe* et *AlSi* ainsi que la liaison *AgIn*. Seules les brasures ont pu être évaluées thermomécaniquement pour déterminer les lois de comportement qui font l'objet du chapitre suivant. La campagne exploratoire concernant la jonction *AgIn* n'a pas pu être menée à son terme compte tenu du temps imparti et des moyens disponibles. Toutefois, l'origine des défauts responsables de la faible tenue mécanique de cette jonction a été identifiée.

Contrairement aux jonctions *AuGe*, celles d'*AlSi* sont très résistantes et peuvent supporter une charge en cisaillement au-delà de 300 N pour une surface brasée de 6 mm². L'alliage a un comportement ductile.

En général, ces alliages sont sollicités au-delà de $T_f/2$, ce qui a induit une sensibilité importante du comportement mécanique à la vitesse de sollicitation surtout à 300°C. Pour l'*AuGe* par exemple, l'effet Bauschinger est prédominant et les phénomènes viscoplastiques sont peu observables en dessous de 200°C. Cet alliage a un caractère durcissant au cours d'un chargement cyclique thermomécanique contrairement à l'*AlSi* qui s'adoucit. Pour ce dernier la stabilisation en chargement cyclique est plus rapidement atteinte, et présente un écrouissage plutôt de type isotrope. Les deux alliages ont des rigidités voisines mais l'*AlSi* présente un caractère plastique moins marqué que l'*AuGe*, pour des températures inférieures à 200°C.

Conclusion du Chapitre 2

Au cours de ce chapitre concernant la caractérisation expérimentale des matériaux du packaging, plusieurs métallisations de finition ont été étudiées. Les premiers résultats sur l'étude des dépôts monocouches montrent que le titane et le chrome semblent présenter une bonne adhérence au diamant. De plus, leur déformation plastique est moindre sous sollicitation de rayage.

Afin de remplir les multiples fonctions demandées aux métallisations (sous-couches d'adhérence au diamant, barrière de diffusion des constituants chimiques des brasures, couche protectrice contre l'oxydation,...), des dépôts multicouches ont été développés et étudiés. Ces dépôts sont : *Si/Al* pour la brasure *AlSi* et des dépôts *Ti/Cr/Au* et *Ti/Pt/Au* pour la brasure *AuGe*. De façon générale, l'ajout de couches d'adhérence a permis d'avoir une meilleure accroche que celle des monocouches en raison de la formation de carbure entre les matériaux réfractaires (*TiC*, *SiC*, ...) et le substrat diamant. Cependant, des analyses par microscopie électronique à balayage ont permis d'observer des défauts sous forme de cloques sur la surface de l'échantillon revêtu *Ti/Pt/Au*. Ces défauts sont vraisemblablement issus des conditions opératoires du procédé d'évaporation. Les dépôts *Si/Al* et *Ti/Cr/Au* présentent quant à eux, une bonne adhérence au substrat et une meilleure tenue mécanique lors des essais de nano-indentation.

Parallèlement à ce travail, une étude des alliages de brasure a été menée pour déterminer les profils de refusion ainsi que les propriétés mécaniques et le comportement de chaque brasure sous sollicitations monotone et cyclique de nano-indentation. Les premiers résultats montrent un écrouissage cyclique des deux brasures eutectiques avec un caractère d'écrouissage plus prononcée pour l'alliage *AlSi*. Cet alliage paraît avoir un comportement isotrope très proche de celui de l'aluminium pur.

Les métallisations *Ni/Au*, *Ni/Cr* et *Ni/Cr/Au* sur substrat cuivre se sont avérées être des zones de défaillances lors des étapes de brasage des substrats revêtus avec l'alliage *88Au/12Ge*. Les raisons multiples ont été identifiées. Concernant la métallisation *Ni/Au*, l'absence de revêtement intermédiaire couplé à l'épaisseur insuffisante d'or n'a pu empêcher la formation d'un composé intermétallique *NiGe* fragile responsable des défaillances. Pour le multicouches comprenant un dépôt chrome, l'origine des ruptures est due à l'épaisseur importante et à la faible ténacité des couches de *Cr* élaborées électrolytiquement. Il n'a pas été possible malheureusement au cours de ces travaux d'élaborer des dépôts de chrome beaucoup plus fins par voie sèche. Malgré tout, l'objectif principal qui était la caractérisation thermomécanique des brasures *AuGe* et *AlSi* a été atteint. Suite à ces observations, des assemblages de substrats cuivre non revêtus avec *AuGe* sont réalisés. Bien que ce type d'assemblage présenterait à long terme des phases intermétalliques Cu_xAu_y en raison de l'absence de barrière de diffusion ; à court terme, il a permis de solliciter la brasure et de caractériser son comportement thermomécanique. L'étude fractographique a montré enfin le caractère ductile de la déformation de la brasure. L'endommagement est apparu autour des porosités.

L'utilisation de l'alliage *AlSi* pour braser des plaquettes *TA6V* revêtues *Al* est intéressante par rapport à la tenue mécanique de l'assemblage. La jonction obtenue est très résistante. Seule la jonction *AgIn* n'a pu être caractérisée thermomécaniquement. Cette liaison novatrice demande encore quelques développements pour être mise au point. A l'état actuel, il semblerait que

Chapitre II Caractérisation expérimentale des matériaux du packaging

l'étape de refusion de l'indium ne soit pas maîtrisée. Seuls les alliages *AuGe* et *AlSi* sont retenus pour la modélisation.

Dans le chapitre suivant, nous allons nous intéresser à la modélisation du comportement élastoviscoplastique et de l'endommagement des alliages de brasure. Ensuite, les lois constitutives développées seront identifiées à partir des données expérimentales présentées dans ce chapitre.

Lire
la seconde partie
de la thèse