



HAL
open science

Assemblages innovants en électronique de puissance utilisant la technique de “ Spark Plasma Sintering ”

Bassem Mouawad

► **To cite this version:**

Bassem Mouawad. Assemblages innovants en électronique de puissance utilisant la technique de “ Spark Plasma Sintering ”. Autre. INSA de Lyon, 2013. Français. NNT : 2013ISAL0017 . tel-00943438

HAL Id: tel-00943438

<https://theses.hal.science/tel-00943438>

Submitted on 7 Feb 2014

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

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

Thèse

Assemblages innovants en électronique de
puissance utilisant la technique de « *Spark
Plasma Sintering* »

Présentée devant
L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon

Pour obtenir
le grade de Docteur

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

Par

Bassem MOUAWAD

Soutenue le 18 mars 2013 devant la Commission d'examen

Jury MM.

M. Vincent BLEY	Maître de Conférences (Université de Toulouse)	Examineur
M. Cyril BUTTAY	Chargé de recherche CNRS	Codirecteur
M. Thierry CAMPS	Professeur (LAAS-CNRS)	Examineur
M. Jean-Christophe CREBIER	Chargé de recherche CNRS	Examineur
M. Claude ESTOURNES	Directeur de recherche (CIRIMAT-CNRS)	Rapporteur
M. Damien FABREGUE	Maître de Conférences (INSA de Lyon)	Examineur
M. Hervé MOREL	Directeur de recherche CNRS	Directeur
M. Maher SOUEIDAN	Chargé de recherche CNRS	Invité
M. Eric WOIRGARD	Professeur (IMS-Université de bordeaux)	Rapporteur

Cette thèse a été réalisée au sein du laboratoire Ampère en collaboration avec le laboratoire MATEIS à l'INSA de Lyon et avec le laboratoire LAPLACE grâce au soutien financier de l'Agence Nationale de la Recherche

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

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

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

« If I can see further, it is only because I am standing on the shoulders of giants »

Isaac NEWTON

À mon créateur

À l'âme de mon père

À ma mère et mon frère

À mon pays natal LIBAN

À tous ceux qui me sont chers

Remerciements

Tout d'abord, je tiens à remercier tous les membres du jury d'avoir accepté de juger mon travail de thèse.

Durant ces trois ans de thèse, j'ai rencontré beaucoup des personnes sur Lyon et sur Toulouse. Merci à tous ceux avec qui j'ai travaillé pour leur aide, leur professionnalisme et le temps qu'ils m'ont consacré. Je tiens à remercier également tout le personnel du Laboratoire Ampère, Laboratoire MATÉIS et Laboratoire LAPLACE de m'avoir bien reçu parmi eux et pour les beaux moments passés ensemble durant ces trois ans.

Je tiens à exprimer ma grande gratitude à certaines personnes pour leur forte contribution aux niveaux administratifs, scientifiques et humains ; elles seront éternellement mémorisées comme les cèdres du LIBAN :

Cyril BUTTAY

Maher SOUEIDAN

Damien FABREGUE

Vincent BLEY, Hervé MOREL

Thierry LEBEY, Catherine STASIULIS

Gabriel FERRO, tous les personnels : du plateforme

3DPH1, du SPS surtout Florian, du plateforme de l'INL, du

Laboratoire LM1, de la salle blanche du LAAS, et du service commun

d'électronique et des circuits imprimés à l'UPS, ainsi toute la famille libanaise

que j'ai rencontré

sur Lyon et sur Toulouse.

Un grand merci à vous tous

Je tiens à remercier ma famille pour son soutien, son encouragement et sa patience pendant tous ces longs mois. J'aurai bien aimé que mon père sera présent, mais j'en suis sûre qu'il sera fier de moi, là où il est.

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

Et Finalement, DIEU ... Merci

Sommaire

Sommaire

Introduction générale	17
-----------------------------	----

CHAPITRE 1.

ETAT DE L'ART	21
---------------------	----

1.1. INTRODUCTION	21
1.2. LES MODULES DE PUISSANCE.....	21
1.2.1. CONSTITUTION.....	21
1.2.1.1. Puces semi-conductrices	22
1.2.1.2. Brasures	24
1.2.1.3. Substrat isolants	26
1.2.1.4. Semelles.....	29
1.2.1.5. Encapsulation	29
1.2.1.6. Boitier	29
1.2.1.7. Connexion interne.....	30
1.2.1.8. Connexion externe.....	30
1.2.2. LIMITES ET EVOLUTION DU MODULE DE PUISSANCE.....	31
1.2.2.1. Nouveaux domaines d'applications	33
1.2.3. EXEMPLES DE STRUCTURES INNOVANTES.....	33
1.2.3.1. Contact brasé	34
1.2.3.2. Contact pressé ou par ressort.....	35
1.2.3.3. Contact par dépôt métallique.....	37
1.2.3.4. Structure tridimensionnelle	38
1.3. LE FRITTAGE « FLASH »	39
1.3.1. LE FRITTAGE	39
1.3.2. DIFFERENTES TECHNIQUES DE FRITTAGE	42
1.3.3. PRINCIPE DU FRITTAGE SPS	44
1.3.4. LES APPLICATIONS DU SPS.....	46
1.3.5. DESCRIPTION DE L'EQUIPEMENT SPS UTILISE	48
1.4. CONCLUSION.....	50

CHAPITRE 2.

ETUDE ET REALISATION D'UN COLLAGE DE CUIVRE PAR SPARK PLASMA SINTERING	53
---	----

2.1. INTRODUCTION	53
2.2. REVUE DE LA LITTERATURE SUR LE COLLAGE DE CUIVRE.....	53

2.3.	PREPARATIONS DES ECHANTILLONS	55
2.3.1.	PROCEDURE DE POLISSAGE/NETTOYAGE	55
2.3.1.	COLLAGE PAR SPS	56
2.3.1.1.	Définitions des paramètres d'assemblage.....	57
2.3.2.	TEST DE TRACTION	58
2.3.2.1.	Principe du test de traction	59
2.3.2.2.	Machine de traction	62
2.3.2.3.	Usinage de l'éprouvette	63
2.3.2.4.	Exploitation des mesures.....	64
2.3.3.	ÉVALUATION DE LA RESISTANCE ELECTRIQUE D'INTERFACE.....	64
2.4.	ÉTUDE DE L'EFFET DES PARAMETRES DE COLLAGE	65
2.4.1.	PLAN D'EXPERIENCE	65
2.4.2.	RESULTATS EXPERIMENTAUX	68
2.4.3.	EFFET DES PARAMETRES.....	69
2.5.	ANALYSE DES MECANISMES DE COLLAGE	72
2.5.1.	CARACTERISATION DE LA MICROSTRUCTURE PAR L'EBSD.....	72
2.5.2.	DURETE.....	74
2.5.2.1.	Principe de la dureté Vickers	74
2.5.2.2.	Machine de mesure de la dureté	75
2.5.2.3.	Résultats expérimentaux de la dureté et discussion	76
2.5.3.	ÉTUDE DE L'EFFET DU COURANT ELECTRIQUE SUR LA DIFFUSION	76
2.5.3.1.	Comparaison d'un collage par SPS et par presse classique	76
2.5.3.2.	Collage de cuivre/bronze	77
2.5.3.3.	Principe de la microanalyse X.....	81
2.5.3.4.	Résultats de la microanalyse X.....	82
2.5.4.	COLLAGE DU CUIVRE ISOLE ELECTRIQUEMENT	83
2.6.	CONCLUSION.....	85

CHAPITRE 3.

	MISE EN ŒUVRE DE LA TECHNOLOGIE	
	« MICROPOTEAUX »	89
3.1.	INTRODUCTION	89
3.2.	PRESENTATION DE LA STRUCTURE PROPOSEE	89
3.2.1.	CHOIX DE LA FORME ET LA DIMENSION DES MICROPOTEAUX	90
3.3.	TRAITEMENT DU WAFER.....	91
3.3.1.	PREPARATION DU WAFER POUR LE DEPOT	91
3.3.2.	PROCEDE D'ELECTRODEPOSITION	94
3.3.1.	POLISSAGE COPLANAIRES ET DECOUPE	96

3.4. ASSEMBLAGE ET LIMITATION DE LA PRESSION APPLIQUEE	98
3.4.1. ÉTUDE DE COLLAGE SUR UN DBC	98
3.4.2. ASSEMBLAGE PAR SPS	100
3.4.3. ASSEMBLAGE FOUR RTA.....	102
3.5. CARACTERISATION DE L'ASSEMBLAGE	103
3.5.1. CARACTERISATION ELECTRIQUE	103
3.5.2. CARACTERISATION MECANIQUE.....	104
3.6. PRESENTATION DU DBC DEMONSTRATEUR ECLIPSE	107
3.6.1. REALISATION DU DBC DEMONSTRATEUR	108
3.6.2. ASSEMBLAGE FOUR RTA.....	109
3.6.3. CARACTERISATION PAR TOMOGRAPHIE 3D A RAYONS X.....	111
3.7. CONCLUSION.....	111

CHAPITRE 4.

ETUDE ET REALISATION D'UN SUBSTRAT CERAMIQUE METALLISE A COEFFICIENTS DE DILATATION ACCORDES	115
4.1. INTRODUCTION	115
4.2. PRESENTATION DU NOUVEAU SUBSTRAT.....	116
4.3. FRITTAGE DU MOLYBDENE	118
4.3.1. REVUE DE LA LITTERATURE SUR LE FRITTAGE DE MOLYBDENE.....	118
4.3.2. PARAMETRES EXPERIMENTAUX.....	120
4.3.3. TECHNIQUES D'ANALYSE UTILISEES	122
4.3.3.1. SIMS (Spectrométrie de masse des ions secondaire)	122
4.3.3.2. Diffractométrie des rayons X (XRD).....	122
4.3.3.3. Mesure de la densité	123
4.3.3.4. Mesure de la dureté	124
4.3.3.5. Analyse granulométrique.....	124
4.3.4. RESULTATS EXPERIMENTAUX	124
4.3.5. DISCUSSION.....	125
4.3.5.1. Densité du molybdène.....	125
4.3.5.2. Mesure de la dureté	127
4.3.5.3. Taille des grains.....	129
4.3.5.4. Formation du carbure de molybdène.....	133
4.3.6. CONCLUSION SUR LE FRITTAGE DE MOLYBDENE.....	138
4.4. ASSEMBLAGE DU Mo/AlN.....	138
4.5. CONCLUSION.....	142
Conclusion générale.....	145

A N N E X E A

PRINCIPE DE L'APPLICATION DE LA DIFFRACTION DES
ELECTRONS RETRODIFFUSE, OU EN ANGLAIS
« *ELECTRON BACKSCATTERED DIFFRACTION, EBSD* » 151

A N N E X E B

CALCUL DE L'INCERTITUDE POUR LA MASSE
VOLUMIQUE APPARENTE DU MOLYBDENE 153
Références bibliographiques 157

Introduction générale

Introduction générale

L'augmentation des températures de fonctionnement est une des évolutions actuelles de l'électronique de puissance. Les composants en silicium sont limités par une température de jonction maximale comprise entre 125 et 200 °C, ce qui freine le développement des applications « hautes températures ». Le carbure de silicium semble être un des candidats potentiels pour les applications fonctionnant à plus haute température (300 °C). Ce type d'application concerne des domaines aussi variés que l'aéronautique civile et militaire, la traction ferroviaire, l'automobile, la distribution énergétique, le forage pétrolier terrestre et maritime, la recherche géothermale, ou le spatial. Un des enjeux majeurs de l'électronique de puissance pour la montée en température et en tension des modules de puissance est la disponibilité de techniques d'assemblage multifonctionnel fiables assurant à la fois l'interconnexion électrique des composants semi-conducteurs, l'évacuation de la chaleur générée par ces composants et parfois la tenue mécanique.

Outre le matériau semiconducteur, des limitations en performances électriques, en montée en température et fiabilité des composants et modules de puissance proviennent des matériaux de leur packaging (i.e. matériaux d'isolation, d'assemblage et de connexion). L'une des limites majeures est la création de contraintes thermomécaniques liées à la différence de coefficient de dilatation des matériaux lors d'une variation de température.

L'exposé des travaux de cette thèse est réparti comme décrit ci-après.

Le chapitre 1 présentera une description générale d'un module de puissance classique, qui assure un refroidissement simple face, et de ses différents constituants. De nouveaux concepts de packaging, notamment une structure 3D qui permet de refroidir le module de deux côtés, seront présentés. Parmi ces concepts, une structure 3D a été développée au laboratoire Ampère durant une thèse précédente. Pour l'assemblage de cette structure, il a été fait appel à un équipement particulier, une presse SPS (*Spark Plasma Sintering*). Comme cette machine sera utilisée de nombreuses reprises dans ce travail de thèse, le principe du frittage en général et celui du frittage « Flash » (ou frittage par SPS) en particulier seront décrits en donnant des exemples d'applications de cette machine.

Le chapitre 2 présentera une étude de collage direct de cuivre sans additifs, réalisé par la même machine SPS. Les étapes expérimentales seront présentées en détails ainsi qu'une discussion de la méthodologie d'expérimentation suivie dans cette étude. Le collage sera caractérisé mécaniquement avec un test de traction qui a pour but d'étudier l'effet de la tenue

mécanique en fonction des différents paramètres expérimentaux. Une caractérisation de la microstructure aura lieu pour comprendre le mécanisme du collage.

Dans le chapitre 3, nous détaillerons la réalisation de la structure 3D proposée qui sera basée sur un dépôt de micropoteaux de cuivre sur une diode et son assemblage entre deux substrats céramiques métallisés en faisant appel au collage direct de cuivre décrit au chapitre 2. Le dépôt des micropoteaux est réalisé par électrodéposition, nous en détaillerons les étapes technologiques avec comme objectif un traitement collectif adaptable à un wafer entier (pour des raisons de coûts, nous travaillerons ici sur des morceaux de wafer contenant plusieurs diodes). Le passage des structures « massives » du chapitre 2 aux structures plus fines (micropoteaux) du chapitre 3 a nécessité un travail d'adaptation du procédé de collage que nous décrirons. C'est le cas notamment de la force exercée par la presse SPS, qui est importante (5 kN). Pour éviter de détruire les puces durant l'assemblage, nous avons étudié différentes solutions (utilisation d'un dispositif de reprise de charge, changement d'équipement). Des caractérisations électriques et mécaniques (test de cisaillement) seront étudiées pour évaluer l'assemblage. Un assemblage démonstrateur, dédié à la caractérisation électrique et thermique des interfaces, ainsi qu'à une première étude de la fiabilité de la structure 3D, sera présenté en fin de chapitre.

Le dernier chapitre est consacré à la mise au point d'un nouveau substrat céramique métallisé pour les applications à haute température (en électronique de puissance, le domaine de la haute température débute au-delà de 200°C). La réalisation de ce substrat s'est faite également par la machine SPS, qui offre de nombreux avantages sur les presses de frittage plus classiques. Les matériaux de ce substrat sont le molybdène et le nitrure d'aluminium (AlN) pour assurer la cohérence de leur coefficient de dilatation thermique avec le carbure de silicium. Une étude de frittage de molybdène, avec deux tailles de poudres différentes, sera présentée dans ce chapitre. Les échantillons frittés obtenus ont été caractérisés par diverses techniques. Les travaux réalisés pour fritter de la poudre de molybdène et l'assembler sur un disque d'AlN en une seule étape seront ensuite présentés dans ce chapitre.

Chapitre 1

Chapitre 1.

État de l'art

1.1. Introduction

Dans ce chapitre, l'objectif est de faire un état de l'art du packaging en électronique de puissance. Nous commençons par décrire les solutions actuelles pour réaliser des modules de puissance, et en détaillerons les différents constituants. Ensuite, nous présentons l'évolution de ce module. Nous nous intéressons en particulier aux contraintes thermomécaniques liées aux différences de coefficients de dilatation thermique des matériaux, lors d'une variation de température.

Après cette présentation des solutions établies, nous verrons des concepts de packaging plus avancés, avec plusieurs types de solutions. Parmi ces concepts, une structure 3D a été développée au laboratoire Ampère et permet d'obtenir un assemblage 3D (double face) par une interdiffusion métallique. Cet assemblage a été réalisé par une machine SPS (*Spark Plasma Sintering*).

Comme cet équipement SPS sera utilisé de nombreuses reprises dans ce travail, nous décrivons le principe du frittage en général, et celui du frittage « Flash » (ou frittage par SPS) en particulier. Ensuite nous donnons quelques exemples des applications de cette machine. Une description de l'équipement SPS utilisé est présentée dans la dernière partie.

1.2. Les modules de puissance

1.2.1. Constitution

Un module de puissance est un composant dont le fonctionnement s'assimile à celui d'un ou plusieurs interrupteurs. Il s'agit d'une famille dérivée des solutions « *Multi Chip Modules* » (MCM) appelées *Power MCM*. Sa structure est constituée d'un « empilement » de différents éléments (Figure 1.1) :

- les semi-conducteurs ou puces (diode, JFET, IGBT) assurant la fonction commutation électrique
- le substrat isolant (le plus souvent une céramique métallisée) permettant à la fois l'isolation électrique et le transfert du flux de chaleur dissipée par les puces

- la semelle (en cuivre ou AlSiC, un alliage d'aluminium et de carbure de silicium) dans le cas de fortes puissances permettant la liaison au dissipateur thermique
- l'encapsulant
- le boîtier
- les connexions internes et externes (brasures, fils de *bonding*)

Les différents éléments du module sont assemblés et enfermés dans un boîtier plastique. Le module est ensuite fixé à un système de refroidissement (face inférieure du module), afin de dissiper la chaleur produite en fonctionnement, puis relié par des conducteurs au reste du circuit (actionneurs, sources ...). Les principaux paramètres à prendre en compte lors de la fabrication d'un module de puissance sont les facteurs thermiques (conductivité thermique, puissance dissipée), électriques (tension de claquage), mécaniques (détérioration, de l'interface, dégradation des matériaux), chimiques (diffusion des espèces au cours du temps) ainsi que le coût des constituants.

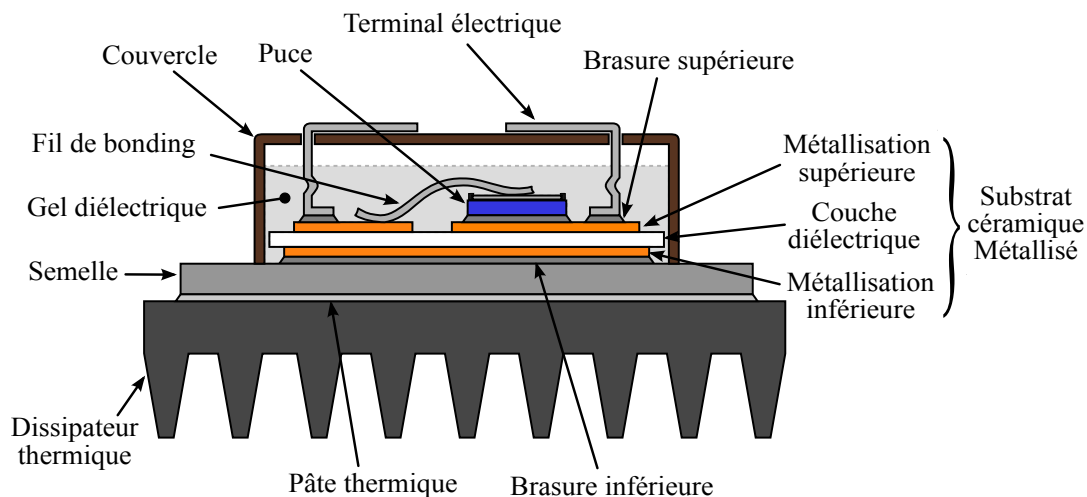


Figure 1.1 Représentation schématique d'un module de puissance

1.2.1.1. Puces semi-conductrices

Les puces semi-conductrices sont les éléments actifs d'un module de puissance. Elles sont généralement brasées sur un substrat céramique métallisé. Elles sont composées de trois éléments :

- un matériau semi-conducteur dont l'épaisseur est de quelques centaines de micromètres
- deux métallisations : une sur la face arrière pour le brasage de la puce sur le substrat céramique métallisé et une sur la face supérieure où seront réalisées les connexions électriques supérieures (fils de *bonding*, *solder bumps*, *metal posts* ...)

- une couche de passivation qui recouvre la face supérieure de la puce qui permet à la fois de réduire les risques de claquage et de limiter les courants de fuite en surface de la puce

Tableau 1.1 Propriétés physiques des matériaux semi-conducteurs

Matériaux	E_g (ev)	μ_n ($\text{cm}^2.\text{V}^{-1}.\text{s}^{-1}$)	μ_p ($\text{cm}^2.\text{V}^{-1}.\text{s}^{-1}$)	v_{sat} ($\text{cm}.\text{s}^{-1}$)	$E_c(x10^{-6})$ ($\text{V}.\text{cm}^{-1}$)	K_{TH} ($\text{W}.\text{cm}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	ϵ_r	α (ppm/°C)
Si ¹	1.12	1450	500	1	0.25 à 0.8	1.56	11.9	2.6 ⁵
GaAs ¹	1.42	8000	400	0.7	0.4 à 0.9	0.46	12.9	5.73 ⁵
3C-SiC ²	2.36	≤ 800	≤ 320	2	≈ 1	3.6	9.72	3.8 ⁵
6H-SiC ²	3.0	≤ 400	≤ 90	1.5	3 à 5	4.9	9.66	4.3 ⁵
4H-SiC ²	3.23	≤ 900	≤ 120	1.9	3 à 5	3.7	9.66	3.7 ⁵
GaN-2H ³	3.51	≤ 1000	≤ 200	2		≥ 2.1	9.5	-
GaN-3C ³	3.3	≤ 1000	≤ 350	2	≈ 5	≥ 2.1	9.7	-
C ^{1,4}	5.47 ¹	1800 ¹	1200 ¹	2.7 ⁴	5.6 ⁴	20 ⁴	5.7 ¹	0.8 ⁵

E_g : bande interdite

μ_n, μ_p : mobilité des électrons et des trous à 300 K

v_{sat} : vitesse limite des électrons

α : Coefficient de dilatation thermique

¹ [SZE & Kwok 2007]

² [Levinshtein et al. 2001]

E_c : champ électrique critique (claquage)

K_{TH} : conductivité thermique

ϵ_r : permittivité relative

³ [Rumyantsev et al. 2004]

⁴ [Terziyska 2003]

⁵ <http://www.ioffe.rssi.ru/SVA/NSM/Semicond/>

Les propriétés physiques des matériaux semi-conducteurs sont présentées dans le Tableau 1.1. Actuellement, la réalisation de composants de puissance se fait principalement à base de silicium (Si) dont la production industrielle est bien maîtrisée depuis plusieurs décennies [Allard 2006]. Cependant, le silicium ne peut pas être utilisé pour des applications à très haute température ou très haute tension, en raison de son champ de claquage limité et de sa faible largeur de bande interdite. Pour répondre à ces besoins, des nouveaux matériaux ont donc été étudiés [Tournier 2007][Civrac 2009]. Les propriétés physiques particulières de l'arséniure de gallium (GaAs) par rapport au silicium lui donnent une utilisation principalement dans les domaines spécifiques de l'optoélectronique et de l'hyperfréquence [Esame et al. 2004]. Le diamant possède un champ de claquage élevé ainsi que d'excellentes propriétés (conductivité thermique, champs électrique critique), ce qui fait de lui un matériau idéal pour des applications haute température ou haute tension. Malgré ces propriétés idéales, il est actuellement impossible de réaliser des plaquettes sans défauts ni de réaliser un niveau de dopage de type n satisfaisant. Cela ne permet pas encore le passage du stade expérimental au stade industriel [Koizumi et al. 2002]. D'autres matériaux à base de gallium comme le nitrure de gallium sont aussi étudiés, mais ils possèdent des limites qui permettent difficilement d'envisager des applications à forte puissance et à haute température [Camassel & Contreras 2012][Pearton et al. 1999]. En particulier, les wafers disponibles actuellement sont composés d'une fine couche de GaN sur un substrat (silicium, saphir...) et ne permettent

donc pas de faire des composant de puissance (verticaux). Compte tenu des spécificités requises pour la réalisation des composants haute température, le carbure de silicium (SiC) se présente aujourd'hui comme un candidat intéressant [Brosselard 2004], notamment grâce à une excellente conductivité thermique, une dilatation thermique peu élevée et une large bande interdite permettant une fonctionnement à haute température (entre 500 °C et 1000 °C).

1.2.1.2. Brasures

L'assemblage des différents éléments d'un module de puissance est réalisé par des brasures dont l'épaisseur est comprise entre quelques dizaines et une centaine de micromètres. La brasure assure le maintien mécanique, permet à la fois la circulation du flux thermique et la bonne qualité du contact électrique. Trois étapes se regroupent au cours du brasage des deux éléments :

- Dépôt de l'alliage de brasure par sérigraphie, avec une dispenseuse ou sous forme de préforme
- Chauffage et refusion de l'alliage à une température au moins égale à sa température de liquidus
- Refroidissement rapide jusqu'à température ambiante pour limiter la formation de composés intermétalliques

Le report des puces sur le substrat céramique métallisé et le report de ce dernier sur la semelle sont souvent réalisés en deux étapes. Deux alliages de brasure ayant des températures de fusion différentes sont alors nécessairement utilisés afin d'éviter la reliqufaction de l'une durant la liquéfaction de l'autre (on parle alors de brasage sélectif). Pour ce but, deux alliages ayant des températures de fusion distinctes d'au moins 40 °C doivent être choisis [Sheng & Colino 2005]. Le Tableau 1.2 cite quelques alliages de brasure qui peuvent être utilisés pour le report « puce-substrat » ou le report « substrat-semelle », ainsi que ses température de liquidus/solidus.

La directive européenne RoHS (*Restriction of the use of certain Hazardous Substances*, directive 2002/95) prévoit l'interdiction des substances dangereuses dans les systèmes électroniques. Les brasures tendres « haute température » à forte teneur en plomb ne sont toutefois pas, à l'heure actuelle, concernées par cette directive [C. Buttay 2010].

Tableau 1.2 Quelques alliages de brasure pouvant être utilisés pour la report « puce-substrat » ou le report « substrat-semelle » [C. Buttay 2010]

Composition	Liquidus/Solidus (°C)	Notes
63Sn/37Pb	183	Alliage classique, bien maîtrisé, mais abandonné en raison de la présence de plomb
96.5Sn/3.5Ag	221	Alliage sans plomb ayant de bonnes performances mécaniques. Prix relativement élevé
96.5Sn/3Ag/0.5Cu	220/217	Recommandé comme remplacement générique du 63Sn/37Pb. De nombreuses variantes existent avec plus ou moins de cuivre
95Sn/5Ag	240/221	Bonne résistance mécanique, mais large domaine plastique (19 °C), ce qui le rend difficile d'emploi
80Au/20Sn	280	Alliage dur offrant de bonnes performances thermiques. Très coûteux
5Sn/95Pb	312/308	Absorbe bien les contraintes, bas coût. Des variantes avec plus d'étain et un peu d'argent ont une température de fusion plus basse, présence de plomb

Deux technologies d'assemblages alternatives sont mises en œuvre: la première souvent désignée sous le terme « *Low Temperature Joining Technique* » (LTJT) (Figure 1.2 a) et la deuxième désignée sous le terme « *Transient Liquid Phase Bonding* » (TLPB) (Figure 1.2 b). La technique LTJT, à la base de poudre d'argent, a été proposée pour des applications ayant une température de fonctionnement trop élevée (>200 °C) pour des brasures sans plomb [Dupont 2006]. Elle s'effectue dans une atmosphère contrôlée, à une température inférieure à 250 °C et sous pression (entre 30 et 40 MPa) [Schwarzbauer & Kuhnert 1991]. Malgré la nature poreuse du matériau après assemblage, les performances électriques et thermiques de la liaison LTJT ($1.59 \mu\Omega\cdot\text{cm}$ et $250 \text{ W/m}\cdot\text{K}$) sont supérieures à celles des brasures traditionnelles (ex : 63Sn37Pb; $10\text{-}15 \mu\Omega\cdot\text{cm}$ et $51 \text{ W/m}\cdot\text{K}$) [Dupont 2006][Abteu & Selvaduray 2000].

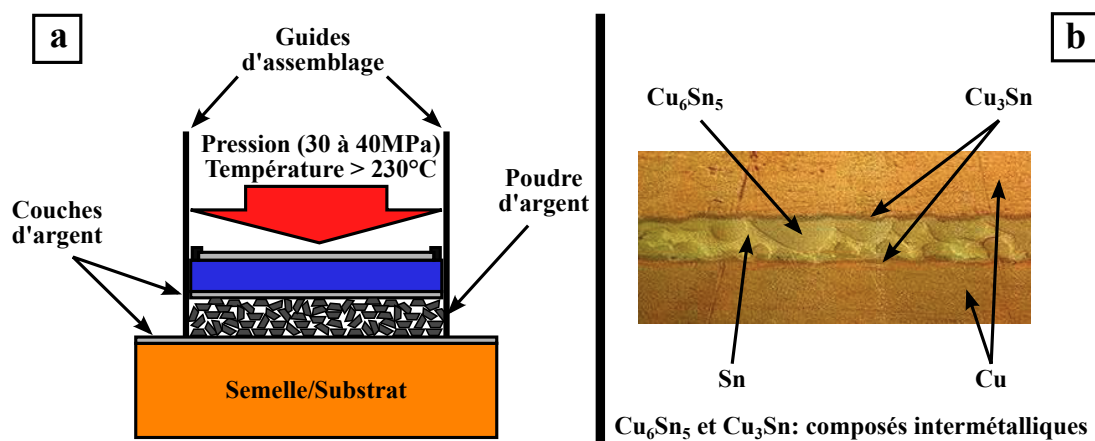


Figure 1.2 (a) Assemblage par LTJT [Amro et al. 2005] et (b) assemblage par TLPB [IME 2007]

La TLPB est un procédé également adapté à la réalisation d'attaches haute température [Welch et al. 2005], qui consiste à faire diffuser un métal à bas point de fusion dans des couche métalliques. L'étain ou l'indium sont utilisés sur les couches métalliques à assembler (souvent Cu ou Ag). A titre d'exemple, la diffusion de l'étain dans le cuivre aboutit à la formation des composés intermétallique (Cu_6Sn_5 et Cu_3Sn ; Figure 1.2 b) [IME 2007]. Une étude préliminaire avec ce type d'assemblage a été faite au laboratoire Ampère en utilisant le couple or-étain [Masson 2011].

1.2.1.3. Substrat isolants

Le substrat intègre les pistes conductrices et assure une isolation électrique entre les puces semi-conductrices et le support sur lequel le module de puissance est fixé. Il doit aussi favoriser l'extraction de la chaleur des puces vers le système de refroidissement. L'isolation électrique est assurée généralement par des céramiques. Le Tableau 1.3 cite les différentes céramiques utilisées pour la fabrication du substrat et leurs propriétés physiques : l'alumine ou oxyde d'aluminium (Al_2O_3), le nitrure d'Aluminium (AlN), le nitrure de silicium (Si_3N_4) et l'oxyde de Béryllium (BeO). Malgré une bonne conductivité thermique de ce dernier, il n'est que rarement utilisé en raison de sa toxicité [Sheng & Colino 2005].

Tableau 1.3 Propriétés physiques des céramiques utilisées pour la fabrication du substrat isolant d'après [Sheng & Colino 2005]. Les valeurs des matériaux semiconducteurs (Si et SiC) sont données à titre de comparaison.

Matériaux	Coefficient de dilatation (ppm/°C)	Conductivité thermique (W/m.°C)	Permittivité relative	Tenue diélectrique (kV/mm)	Résistivité électrique (ohm.m)
Si	2.6	156			
SiC	4.3	490			
Al_2O_3	7.2	25	9.9	12	$>10^{14}$
AlN	4.6	150-180	8.9	15	$>10^{14}$
BeO	7	270	6.7	12	$>10^{14}$
Si_3N_4	3.0	70	6-10	10	$>10^{10}$

Il existe plusieurs techniques permettant de métalliser le substrat céramique (Tableau 1.4) :

- Film épais (polymère, cermet et réfractaire)
- Film mince (pulvérisation ou évaporation)
- Électrodéposition
- Report de feuilles métalliques (*Active Metal Braze (AMB)*, *Direct Bonded Copper (DBC)* et *Direct Aluminum Bonded (DAB)*)
- Projection de la poudre (*Cold Gas Spraying (CGS)*)

Le film épais consiste à déposer par sérigraphie une pâte chargée en particules métalliques sur le substrat céramique puis à effectuer un recuit. L'épaisseur obtenue peut aller jusqu'à 50 μm , ce qui limite l'intérêt de cette technique pour les applications de puissance. Des versions plus épaisses font l'objet de recherche [Lucat et al. 1998]. Il existe trois catégories : 1- Polymère (résine polymérique avec des particules conductrices, généralement utilisée en substrat plastique ou organique ; cette technique est utilisable jusqu'à 165 °C), 2- Cermet (mélange d'éléments actifs et adhésifs ainsi qu'un diluant et un liant organique ; le cuivre et l'argent sont utilisés ; cette technique est frittée à 1000 °C) et 3- Métaux réfractaires (forme spéciale d'un cermet, le molybdène est utilisé ; cette technique est frittée à 1600 °C).

Tableau 1.4 Différentes technologies de métallisation d'un substrat céramique d'après [Sheng & Colino 2005]

Technologie	Types des matériaux utilisés	
Film Epais	Polymère	Résine polymère mélangé à des particules conductrices, résistives ou isolants
	Cermet	Au, Ag, Cu, Pd+Ag, Pt+Au, Pt+Ag
	Réfractaire	W, Mo, Mo+Mn
Film mince	Pulvérisation ou évaporation	Au, Ag, Cu, Al
	Electrodéposition	Film mince (Mo/Mn + Cu par electroless + Cu par électrodéposition) Film épais (Cu par sérigraphie+ Cu par électrodéposition)
Report des feuilles métalliques	AMB	Elément actif (Ti ou Zr) + Cu (métallisation)
	DAB	Adhérence par TLP ((Si, Ge, Ag ou Cu) + Al)
	DBC	Adhérence eutectique du Cu
Projection de la poudre	CGS	Al + Cu

Le film mince (épaisseur de 2.5 μm) consiste à déposer par évaporation ou pulvérisation des métaux comme l'or, le cuivre, l'argent et l'aluminium. Toutes les céramiques citées dans le Tableau 1.3 sont utilisées [Sheng & Colino 2005]. Les couches métalliques ainsi obtenues sont trop minces pour l'électronique de puissance.

L'électrodéposition consiste à déposer un film mince d'un métal qui sert d'électrode pour faire croître une grande épaisseur de conducteur (typiquement du cuivre) sur la céramique (alumine ou oxyde de béryllium)[Sheng & Colino 2005]. Cette technique n'est apparemment pas très utilisée pour les modules de puissance [C. Buttay 2010].

Le report de feuilles métalliques consiste à poser une couche métallique épaisse (plusieurs centaines de microns) des deux côtés de la céramique. Il existe deux types de joints avec la céramique : l'un brasé et l'autre direct. L'AMB est un procédé de brasure où l'on utilise une certaine quantité d'un élément actif, tels que le titane ou le zirconium, pour former

le joint entre la céramique (nitrure d'aluminium ou nitrure de silicium) et la métallisation [Sheng & Colino 2005].

Le deuxième type de joint est la technique directe. Deux métaux sont utilisés pour cette technique, l'aluminium et le cuivre. La technique *Direct Aluminum Bonded* (DAB) consiste à utiliser une couche de silicium, germanium, argent ou cuivre pour abaisser la température de fusion de l'aluminium. La couche fusible ainsi obtenue forme le joint métal-céramique. L'alumine et le nitrure d'aluminium sont utilisés pour cette technique [Kuromitsu et al. 2010][Lindemann & Strauch 2004].

La deuxième technique directe (à base de cuivre) est connue sous le nom de *Direct Bonded Copper* (DBC). Elle ne nécessite pas de métal d'apport : Sa procédure de fabrication est schématisée sur la Figure 1.3. Cette technique utilise une procédure à haute température pour avoir un assemblage intime entre le cuivre et la céramique. Dans le cas de l'AlN, la céramique est d'abord oxydée à 1200 °C (pour former une couche d'alumine superficielle). Le cuivre et la céramique sont ensuite chauffés sous N₂ à 1065 °C, température de l'eutectique Cu-O₂ pour former un joint présentant une forte adhésion (tenue au pelage >4 N/mm) [Schulz-Harder 2003]. Récemment, le Si₃N₄ a été utilisé pour cette technique mais la qualité de l'adhérence avec le cuivre n'a pas été rapportée [Curamik 2012].

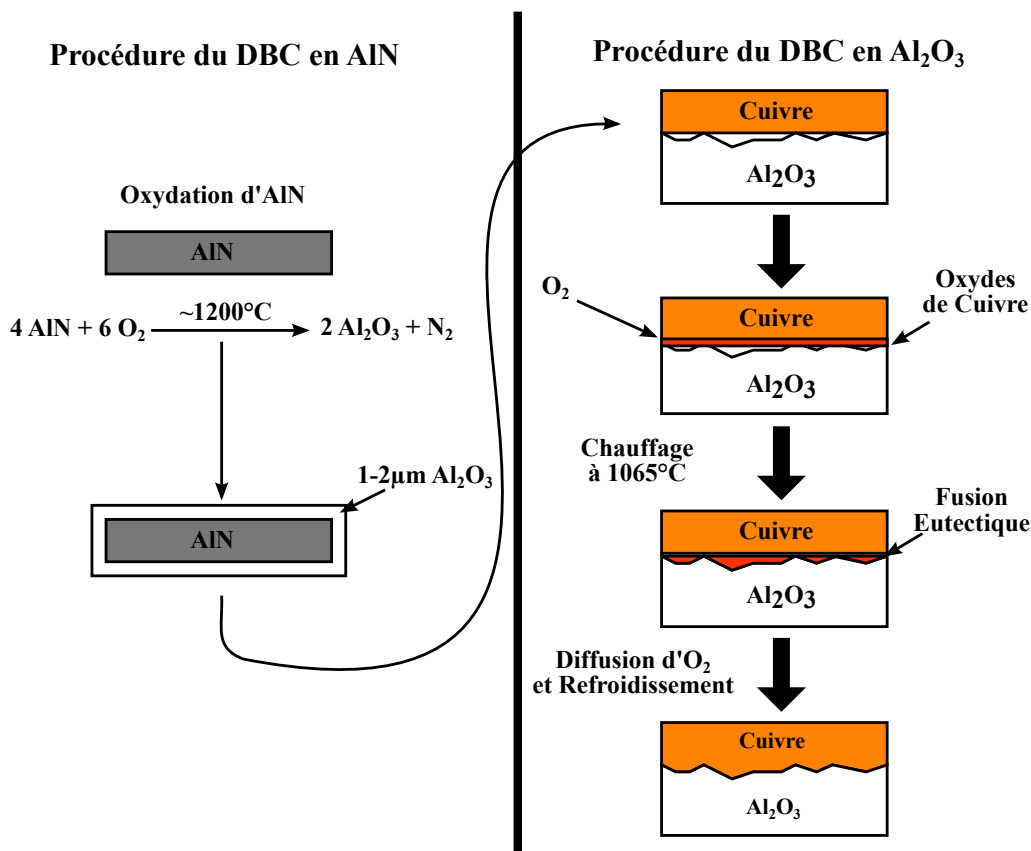


Figure 1.3 Procédé de fabrication d'un DBC en Al₂O₃ à droite et en AlN à gauche d'après [Schulz-Harder 2003]

Enfin, une nouvelle technique qui s'appelle *Cold Gas Spraying* (CGS) a été développée récemment pour la mise en œuvre d'une couche Al/Cu (300 μm d'épaisseur) pulvérisée avec un gaz froid sur l' Al_2O_3 . Elle a donné une durée de vie de 80 % de celle du DBC [Rastjagaev et al. 2012].

1.2.1.4. Semelles

Ayant une position entre le substrat et le système de refroidissement, le rôle de la semelle est d'évacuer la chaleur produite par l'échauffement des puces lors de leur fonctionnement (cyclage actif). La semelle assure aussi le maintien mécanique de l'assemblage. Principalement réalisée en cuivre, en Al ou en AlSiC, on utilise aussi des alliages de cuivre (Cu-W et Cu-Mo) ou du Kovar (Ni-Fe) [Sheng & Colino 2005]. Les propriétés physiques des ces matériaux utilisés sont présentées dans le Tableau 1.5.

Tableau 1.5 Propriétés physiques des matériaux utilisés pour la fabrication des semelles, d'après [Occhionero et al. 1997]

Matériaux	CTE (ppm/ $^{\circ}\text{C}$)	Conductivité thermique (W/m. $^{\circ}\text{C}$)	Densité (g/cm ³)
Cu	17.8	398	8.96
Al	23.6	238	2.7
CuMo	7-8	160-170	10
AlSiC	6.5-9	170-200	3
Cu-W	6.5-8.3	180-200	15.7-17
Ni/Fe	5.2	11-17	8.1

1.2.1.5. Encapsulation

Avant la fermeture du boîtier du module de puissance, un encapsulant est déposé sur les composants. Il permet d'une part de renforcer l'isolation électrique, et d'autre part de protéger les puces semi-conductrices de l'air (humidité et oxydation). Souvent, un gel diélectrique formé de silicone est utilisé et vient remplir le volume libre. Il faut veiller lors de son application à dégazer le gel (en le soumettant à un léger vide) afin d'éviter la formation de bulles d'air qui vont dégrader en sa tenue diélectrique (entre 15 et 20 kV/cm). La température maximale de fonctionnement est limitée autour de 200 $^{\circ}\text{C}$ avec un CTE très élevé de l'ordre de 200 ppm/ $^{\circ}\text{C}$ [Bley et al. 2010].

1.2.1.6. Boîtier

Une fois l'assemblage réalisé, le tout est fermé à l'aide d'un boîtier qui assure d'une part un soutien mécanique, et d'autre part offre une protection contre les agents

environnementaux. Le boîtier est généralement en polymère parfois chargé de billes de silice (Diallyl phthalate, Epoxy, Polybutylene terephthalates...)[Sheng & Colino 2005].

1.2.1.7. Connexion interne

Toutes les connexions électriques entre les puces sur les faces supérieures sont assurées par les fils de *bonding*. Ce mode de connexion électrique a démontré depuis de nombreuses années d'utilisation une bonne maturité technologique. Avec un diamètre qui varie entre 100 et 500 μm , les fils les plus utilisés sont généralement en aluminium (Al) avec de petites proportions de magnésium (Mg ; 1 %) ou de silicium (Si ; 1 %) pour assurer un durcissement. De plus, 1 % de Ni peut aider à la protection contre la corrosion. Il existe aussi des fils de *bonding* en or (Au) [Bley et al. 2010] et des développement actuels portent sur des fils de *bonding* en cuivre voire en composite cuivre /aluminium.

Deux techniques sont couramment utilisées pour la mise en œuvre du *bonding* (soudure ultrasonique) à savoir le *wedge* et le *ball bonding*. La Figure 1.4 présente deux photos de fils de *bonding* fixés avec ces deux techniques. Le *wedge* est de loin le plus utilisé en électronique de puissance.

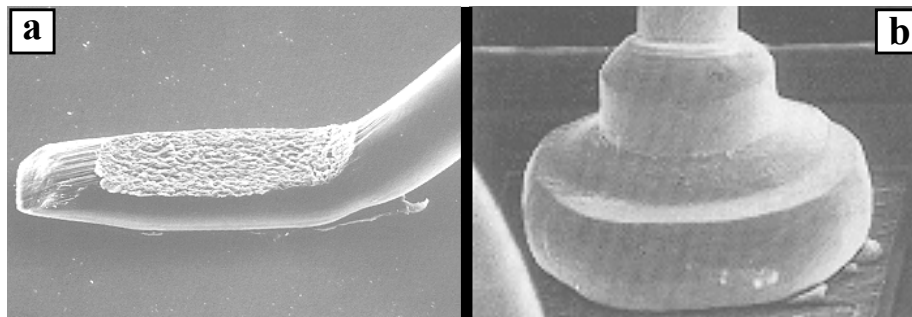


Figure 1.4 Fils de *bonding* fixé par (a) *wedge bonding* et (b) *ball bonding* sur les métallisations de composants actifs [IVF]

1.2.1.8. Connexion externe

Le module est relié à l'extérieur grâce à des connecteurs brasés (terminaux cf Figure 1.1), ou bien reliés par des fils de *bonding*. Cette connexion doit avoir une résistance à l'oxydation, une bonne tenue mécanique et une bonne mouillabilité des alliages de brasure. Pour cela, des alliages de cuivre (CuBe, CuSn...) (alliage à base de nickel [C. Buttay 2010]) sont utilisés pour répondre à ces besoins et pour assurer une conductivité électrique élevée.

Il existe aussi des contacts externes intégrés à la métallisation du substrat (la métallisation dépasse largement de la céramique)[Schulz-Harder 2003]. Enfin, citons une autre technique de contact externe, notamment utilisée par *Semikron*, basée sur la connexion des terminaux par des ressorts [Göbl et al. 2006], sur laquelle nous reviendrons.

1.2.2. Limites et évolution du module de puissance

En fonctionnement normal, le module de puissance subit un cyclage thermique (qui peut aller de -55 °C à $+200\text{ °C}$ voire plus) selon l'application. Ce cyclage active des mécanismes de vieillissement et de fatigue thermomécanique qui, à long terme (habituellement plusieurs milliers ou dizaines de milliers d'heures de fonctionnement) entraînent eux aussi la défaillance du composant. Le mécanisme élémentaire à l'origine de la fatigue thermomécanique est présenté à la Figure 1.5. La différence de coefficient de dilatation de deux matériaux engendre, pour une variation de température, des contraintes à l'interface de ces deux matériaux qui se traduisent par la compression de l'un et la traction de l'autre (Principe du bilame) [C. Buttay 2010].

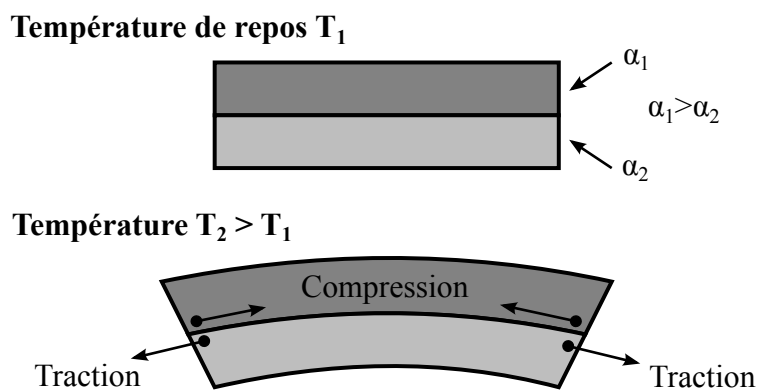


Figure 1.5 Assemblage des deux matériaux ayant des coefficients de dilatation α différents [C. Buttay 2010]

La différence de coefficient de dilatation est alors un point critique qui limite la fiabilité du module de puissance. Les défaillances générées par cette contrainte thermomécanique sont par exemple :

- la fissuration du fil de *bonding* lui même (Figure 1.6 a) et/ou de son interface avec la métallisation supérieure de la puce (Figure 1.7), qui provoque son décollement (Figure 1.6 b)
- la fissure de la brasure entre la puce et la métallisation du substrat qui peut se propager au cœur de la brasure
- La fissure dans la céramique, sous le métal (Figure 1.8 a) amorcée par un début de délamination de la couche métallique (Figure 1.8 b)

Des solutions ont été proposées pour augmenter le nombre de cycles supportés par le fil avant la défaillance. Citons par exemple le dépôt d'une résine polymère après la soudure ultrasonique [Hamidi & Team 2004] ou l'introduction d'une couche tampon de molybdène entre la puce et le fil de *bonding* [Hamidi et al. 2001]. Ces méthodes permettent d'améliorer remarquablement (au moins de doubler) la durée de vie des connexions électriques.

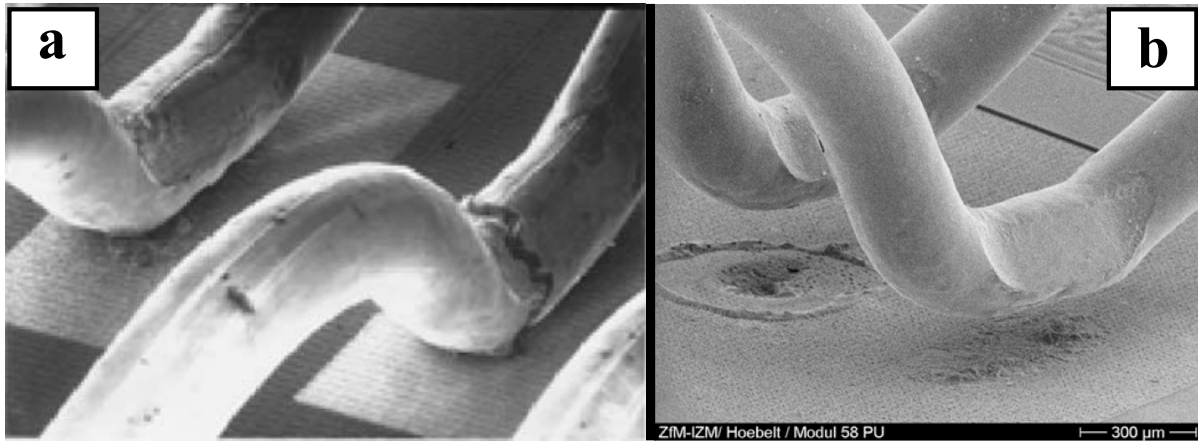


Figure 1.6 Défaillances du fil du *bonding* : (a) fissuration [Ciappa 2002] et (b) décollement [Amro 2009]

Du point de vue d'un substrat céramique, la diminution de l'épaisseur de la couche métallique ou la création de motifs de réduction de contraintes (tout en tenant compte de la densité de courant à supporter) peuvent être des solutions qui permettent d'améliorer la fiabilité [Dupont et al. 2006][Schulz-Harder 2006].

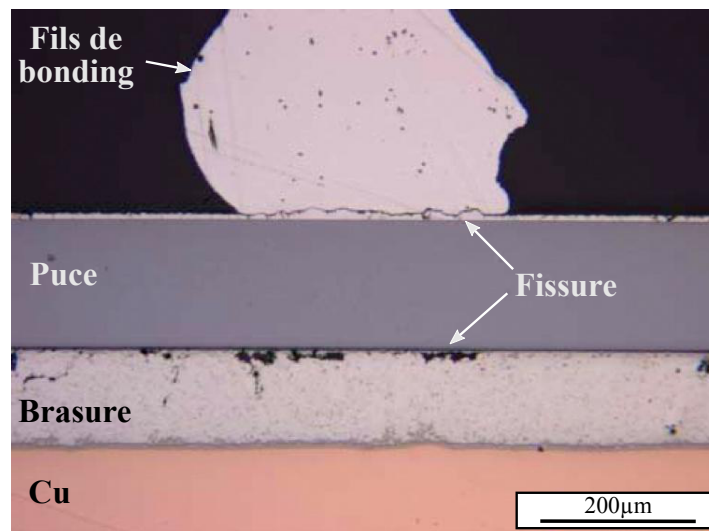


Figure 1.7 Photos des fissures créées au niveau du fil de *bonding* et de la brasure par le cyclage thermique [Poech 2010]

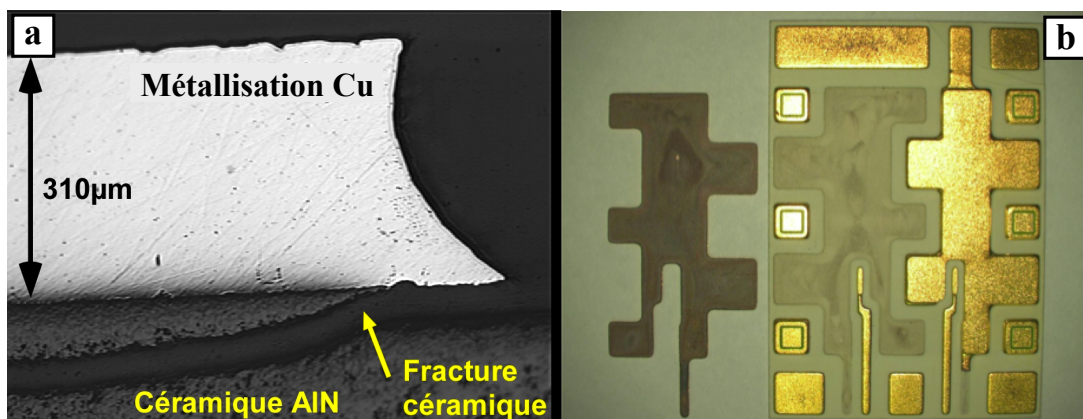


Figure 1.8 Photo (a) d'une fissure dans la céramique [Dupont 2006] et (b) d'une délamination du métal après un cyclage thermique [Agyakwa 2008]

1.2.2.1. Nouveaux domaines d'applications

Ces problèmes thermomécaniques seront un point critique pour le module de puissance surtout pour les applications à haute température qui se traduisent par une amplitude plus grande du cyclage thermique. Des exemples d'environnement « haute température » sont :

- l'exploration spatiale (de Vénus par exemple où la température ambiante sur la surface est de 485 °C [Chen et al. 2008])
- l'avionique militaire et civile où les températures de l'environnement proche des réacteurs peuvent atteindre respectivement 400 °C et 250 °C [Maier 1986]
- les explorations pétrolières et géologiques avec des températures jusqu'à 300 °C [Fang et al. 2011][Draper & Palmer 1979]

De plus, l'augmentation des densités de puissance des dispositifs de l'électronique de puissance entraînent aussi un besoin de composants actifs à haute température, comme par exemple dans les domaines du transport ferroviaire. La chaleur générée par les pertes au sein des semi-conducteurs entraînent en effet une élévation de leur température interne (dite température de jonction maximale T_j , qui peut aller à plus de 300 °C), d'où le besoin d'améliorer l'évacuation de la chaleur dans les modules de puissance.

Une nouvelle structure est proposée pour une évacuation de la chaleur supplémentaire (par la face avant de la puce), capable de fonctionner à haute température et à haute densité de courant. Dans ce qui suit, des nouvelles technologies d'interconnexion permettant une intégration 3D sont présentées, dans le but d'offrir un refroidissement double face (face avant et face arrière des composants de puissance).

1.2.3. Exemples de structures innovantes

Les structures présentées ci-après sont généralement étudiées pour répondre à la demande d'une plus grande intégration en électronique de puissance. Elles font abstraction de la connectique par fils de *bonding* et permettent dans certains cas un refroidissement double-face.

La nature des contacts métalliques, surtout ceux de la face supérieure, permettent de diviser ces technologies en trois grandes catégories :

- Contact brasé
- Contact pressé ou par ressort
- Contact par dépôt métallique

1.2.3.1. Contact brasé

Comme le nom indique, la nature de ce type de contact consiste à utiliser une couche de brasure pour l'attache des deux faces de la puce entre deux substrats DBC. Plusieurs modules ont été proposés par différentes équipes de recherche, cependant ils diffèrent entre eux selon plusieurs points ou aspects. On peut distinguer trois types de contact brasé :

- *Direct Solder Interconnection*
- *Bump Interconnection*
- *Copper Metal Post Interconnection*

Le *Direct Solder Interconnection* consiste à relier la puce des deux côtés à des DBC par l'intermédiaire d'une brasure. Cette technologie d'assemblage existe en deux versions : l'une proposée par *Virginia Tech* [Bai et al. 2004] de forme simple (cf. Figure 1.9 a) et l'autre proposée par *Denso* [Buttay et al. 2007] ayant une étape de gravure des deux DBC pour améliorer la tenue en tension (cf. Figure 1.9 b).

Après un cyclage thermique entre -55 °C et $+125\text{ °C}$ (875 cycles), le module proposé par *Virginia Tech* présente une fissure entre la brasure et la puce. Le module proposé par *Denso* n'a donné aucun signe de défaillance après 800 cycles thermiques entre -60 °C et $+150\text{ °C}$. Cependant, il faut noter que ces modules ne sont pas fabriqués initialement pour les applications supérieures à 200 °C , mais les matériaux utilisés dans le module proposé par *Denso* semblent compatible avec cet objectif, au contraire de ceux utilisés dans le module proposé par *Virginia Tech*.

On peut distinguer deux types de *Bump Interconnection* : l'un est assuré par *solder bump* et l'autre par *Copper bump*. Le premier type est connu sous le nom « *Solder Bump Interconnection* » consiste à relier la puce à des DBC par l'intermédiaire d'une matrice de billes de brasure (*solder bump*) (cf. Figure 1.9 c) [Bai et al. 2004]. Un cyclage thermique entre -55 °C et $+125\text{ °C}$ produit une fissure entre les *solder bumps* et la puce après 875 cycles (tests réalisés en même temps que ceux des modules *Direct Solder Interconnection* présentés ci-dessus). Le deuxième type est proposé par Alstom-Pearl [Mermet-Guyennet 2006] ; ce qui fait sa différence avec la *solder bump interconnection* c'est que les *bumps* sont des cylindres en cuivre (*copper bump*) brasés entre le côté supérieur de la puce et le DBC (cf. Figure 1.9 d). Les essais de cyclage thermique (allant de -40 °C à 125 °C) ont montré une dégradation après 500 cycles. Les auteurs n'indiquent pas si cette fiabilité est suffisante pour leur application ou non.

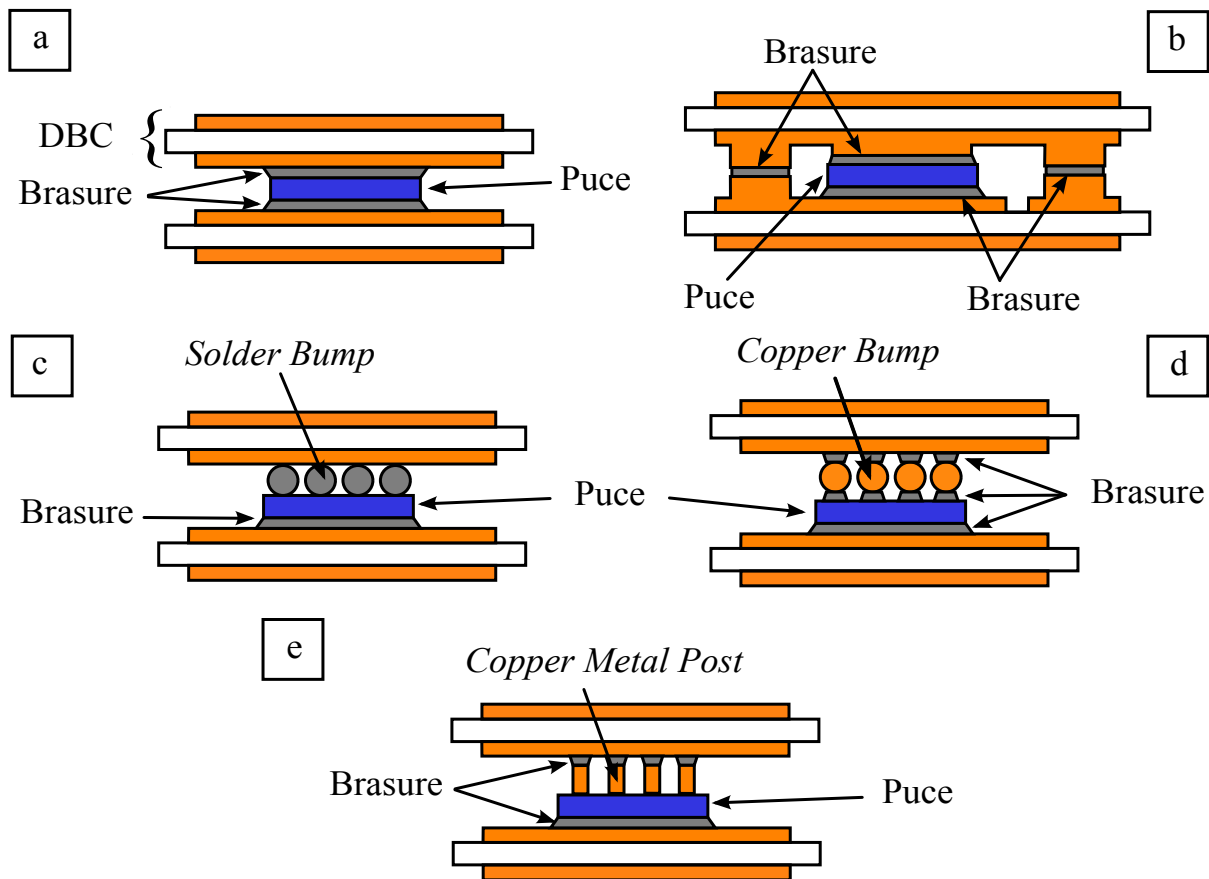


Figure 1.9 Différentes techniques d'assemblage par un contact brasé : (a) et (b) *Direct Solder Interconnection*, (b) et (c) *Bump Interconnection* et (d) *Copper Metal Post Interconnection*.

Le troisième type de contact brasé est le *Copper Metal Post Interconnection*. Il consiste à déposer des poteaux en cuivre par électrodéposition sur le côté supérieur de la puce et à relier celle-ci à deux DBC par l'intermédiaire de brasures (côté inférieur de la puce et les *Copper Metal Post*) (cf. Figure 1.9 e) [Calata et al. 2005]. Aucune donnée n'a été rapportée sur le cyclage thermique de cette technique, cependant malgré l'avantage électrique de cette technique par rapport à la connectique par le fils de *bonding*, elle reste limitée à une température de fonctionnement de moins de 200 °C en raison des alliages de brasure choisis.

1.2.3.2. Contact pressé ou par ressort

Une deuxième catégorie de contact métallique est le contact pressé ou par ressort. Ce type de contact permet de s'affranchir de certaines brasures. Ce type de contact est divisé en deux : le contact pressé et le contact par ressort.

Les boîtiers utilisant le contact pressé, souvent utilisé pour l'application de forte puissance, portent le nom de *Press-Pack*. Il s'agit simplement de presser la puce entre deux masses en cuivre qui assurent les contacts électriques et thermiques. Une couche tampon (souvent en molybdène) est ajoutée entre les terminaux et la puce, pour réduire la dilatation (cf. Figure 1.10 a). Ce type de contact a la particularité de ne pas contenir de brasures et de

fils de *bonding* (dans le cas d'une diode), et il autorise un refroidissement double face de la puce. Par ailleurs, il garantit une grande durée de vie de la puce ainsi qu'une excellente fiabilité [Vobecký & Kolesnikov 2005]. Ce type de contact a été utilisé pour une diode SiC avec une température de fonctionnement supérieure à 300 °C. Il a été testé pour une température atteignant 500 °C sans montrer de problèmes de défaillance [Sugawara et al. 2002].

Le contact par ressort a été développé par *Semikron*. Il consiste à utiliser des ressorts pour prendre le contact du côté supérieur de la puce. Il existe plusieurs formes de ressorts. La Figure 1.10 b présente deux formes différentes du ressort : un classique (celui de droite) utilisé dans le module MiniSkiip, et un spirale (celui de gauche) utilisé dans les modules SEMiX, les deux modules sont développés par *Semikron* [Grasshof & Petit 2006]. Ce type de contact a amélioré d'une manière considérable la tenue aux cycles thermiques, en comparaison avec les fils de *bonding* [Lang & Scheuermann 2007]. Par contre, le refroidissement se fait uniquement par le dessous de la puce.

Un autre type de contact par ressort est présenté dans la Figure 1.10 c. Il porte le nom *Spring Pressure Contact*, et consiste à utiliser des ressorts en béryllium-cuivre (Be-Cu). Ce matériau est utilisé grâce à une bonne conductivité thermique et une bonne flexibilité qui permet de réduire les contraintes thermomécaniques [He et al. 2006]. La fiabilité de ce type de contact reste à démontrer.

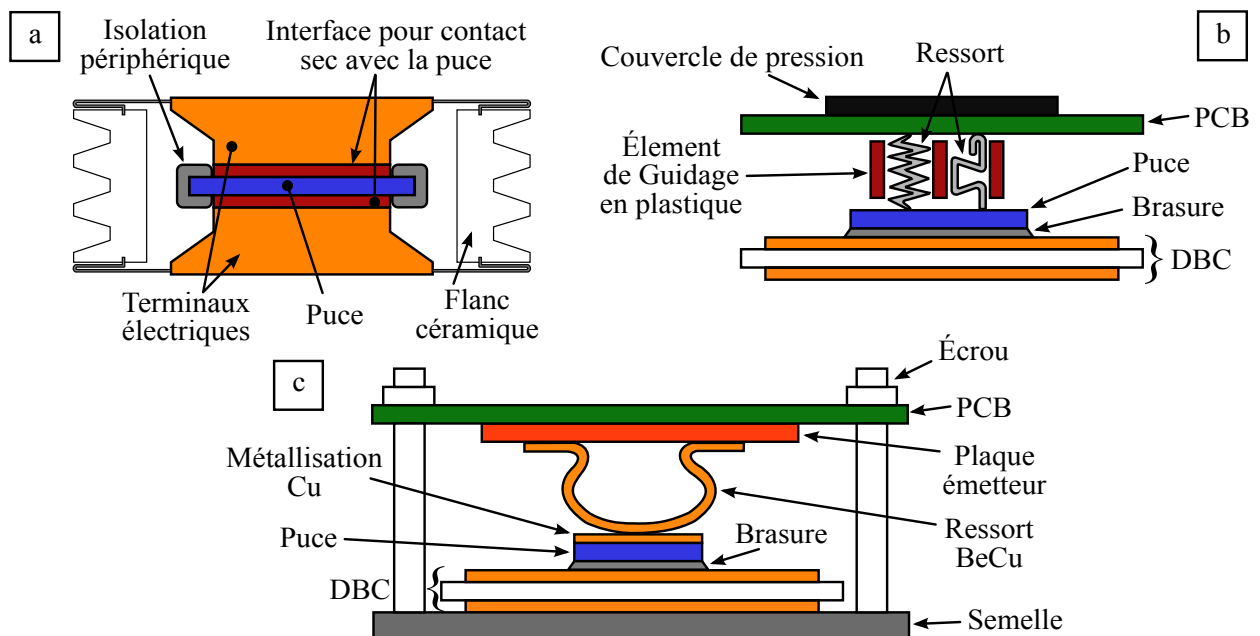


Figure 1.10 Différentes techniques d'assemblage par un contact pressé et par ressort. De façon imagée, nous avons représenté dans (b) les deux types de ressorts existants. Dans la réalité, ils sont dans des modules différents. Notez que seul le module (a) offre un refroidissement double face.

1.2.3.3. Contact par dépôt métallique

Une autre catégorie de contact métallique est basée sur le dépôt d'une couche métallique. Ce type de contact permet de s'affranchir de certaines brasures du côté supérieur de la puce. On peut distinguer deux structures.

La première est illustrée dans la Figure 1.11 a. Elle s'agit d'une technologie développée par le CPES (*Center for Power Electronics Systems*) et GE (*General Electric*), et connue sous les noms respectifs de « *Embedded Power* » et « *Power OverLay (POL)* ». Elle consiste à enfouir la puce dans une céramique, et déposer par électrodéposition une couche de cuivre (75 – 125 μm) sur le côté supérieur de la puce. La céramique joue un rôle de support mécanique pour les métallisations en cuivre et d'isolant électrique. Une fois la puce enfouie dans la céramique et le cuivre électrodéposé, le tout est brasé sur un DBC [Liang et al. 2004][Ozmat et al. 2000]. Cette technologie permet en théorie le refroidissement double face. Cependant la fiabilité reste à démontrer vis-à-vis d'une apparition possible de contraintes thermomécaniques dues à la différence des CTEs des matériaux [Bley et al. 2010].

La deuxième structure est illustrée dans la Figure 1.11 b. Il s'agit d'une technologie développée récemment par *Siemens* et qui porte le nom de SiPLIT (*Siemens PLanar Interconnect Technology*). Elle consiste tout d'abord à déposer un film isolant d'épaisseur 200 μm sur l'ensemble {puce brasé sur un DBC}, ensuite à travers des zones spécifiques de ce film gravés par ablation laser, le cuivre est déposé par électrodéposition avec une épaisseur allant jusqu'à 200 μm [Weidner et al. 2012]. Ce type de contact a une excellente performance électrique ainsi que thermique, sa durée de vie est remarquable avec plus de 1000 chocs pour un cyclage thermique allant de -40 à + 150 $^{\circ}\text{C}$. Cependant sa fiabilité n'a pas été étudiée pour une température de plus de 200 $^{\circ}\text{C}$, mais il est possible d'avoir des contraintes thermomécaniques majeures dues à la différence de CTEs des matériaux et surtout celle du film isolant (à savoir 200 ppm/ $^{\circ}\text{C}$).

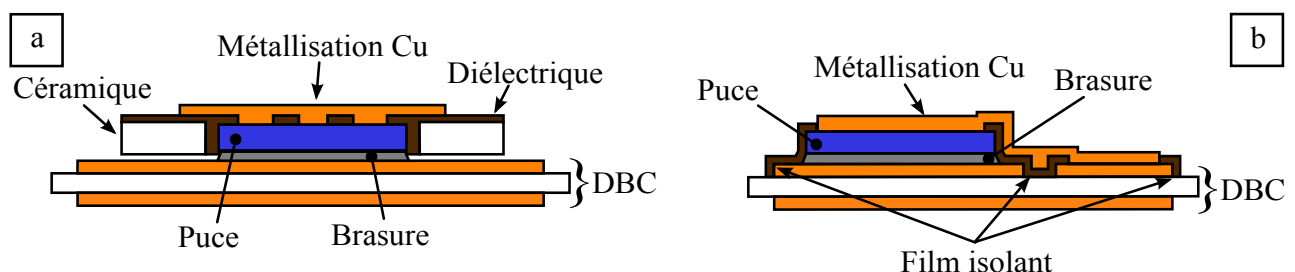


Figure 1.11 Différentes techniques d'assemblage par un contact par dépôt métallique : (a) *Embedded Power* et (b) SiPLIT

1.2.3.4. Structure étudiée

Une nouvelle technologie d'interconnexion a été développée au sein des laboratoires Ampère et LAPLACE par Ludovic Ménager et va servir de base aux travaux décrits dans la suite de ce manuscrit. Inspirée par le principe des assemblages par couches planaires utilisées en micro-électronique, cette technologie consiste tout d'abord à déposer des micropoteaux de cuivre (de largeur micrométrique) sur la puce par électrodéposition. Ces poteaux permettent la reprise de contact du côté supérieur de la puce sans brasure. Pour réaliser l'assemblage avec le DBC supérieur, une soudure par interdiffusion métallique étain-cuivre est proposée, ce qui permet d'obtenir un assemblage ayant les propriétés du cuivre pur (Figure 1.12). Cette méthode porte le nom de *Transient Liquid Phase Bonding* (TLPB), *Solid-Liquid Interface Diffusion* (SLID) ou encore de solidification isotherme. Pour réaliser l'assemblage, Ludovic a utilisé une machine SPS (*Spark Plasma Sintering*) [Ludovic Ménager 2008] qui va être décrite dans la suite de ce chapitre. La particularité de cette technologie est l'absence de brasure du côté supérieur de la puce ce qui permet d'une part le refroidissement double face de la puce et d'autre part de réduire les contraintes thermomécaniques liées aux différences du CTE des matériaux.

Dans le chapitre 3, nous proposons une nouvelle technique d'interconnexion, basée sur celle proposée par Ludovic, en remplaçant l'interdiffusion de l'étain dans le cuivre par un collage direct du cuivre, toujours avec la même machine SPS.

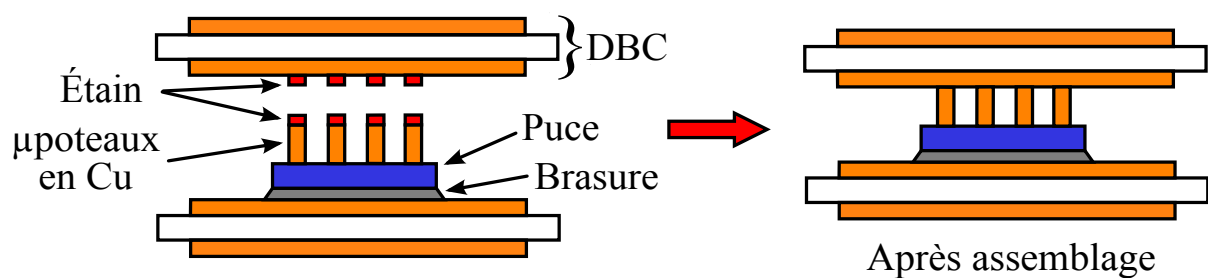


Figure 1.12 Technique d'interconnexion 3D proposée par Ludovic Ménager

Pour cela, une étude sur le collage de cuivre est présentée au chapitre 2 avec la machine SPS. Ensuite, dans le chapitre 4, nous proposons un nouveau substrat céramique (à la base de molybdène/AlN) pour les applications à haute température. Cette structure est également réalisée avec la même machine SPS. Dans ce qui suit, on présente le principe de frittage en général et de sa variante SPS en particulier ; ainsi qu'une description de la machine SPS utilisée et ses domaines d'applications.

1.3. Le frittage « Flash »

1.3.1. Le frittage

Depuis des siècles, le frittage est une méthode utilisée pour la fabrication de poteries et de céramiques. Ensuite, son utilisation s'est élargie pour inclure les métaux au cours du vingtième siècle et dernièrement, les polymères de type PEEK ou PTFE [Intercarat 2012]. De manière plus précise, « le frittage est un processus faisant évoluer par traitement thermique un système constitué de particules individuelles (ou un aggloméré poreux), en l'absence de pression externe exercée ou sous l'effet d'une telle pression, de sorte qu'au moins certaines des propriétés du système (sinon toutes) soient modifiées dans le sens d'une réduction de l'énergie libre globale du système. Parallèlement, cette évolution entraîne une diminution importante (sinon complète) de la porosité initiale. Enfin, le processus suppose qu'au moins une phase solide existe constamment pendant tout le traitement thermique, de façon à conserver une certaine stabilité de forme et de dimension au système considéré » [Cizeron].

Le frittage vise donc à produire des pièces frittées avec reproductibilité et, si possible, une microstructure maîtrisée à travers le contrôle des paramètres de frittage. Parmi ces paramètres, on peut citer la température de frittage, la durée, la pression appliquée, et la composition de l'atmosphère gazeuse. De plus, les caractéristiques de la poudre (taille, morphologie, pureté, etc) sont également importantes à contrôler, car elles influencent le développement de la microstructure au cours du frittage, notamment la granulométrie, la densité et la taille et la répartition des autres phases (dont les pores) dans les matériaux frittés.

D'un point de vue physico-chimique, on distingue trois types de frittage [Bernache-Assolant & Bonnet 2005]:

- le frittage en phase solide où l'intégralité du matériau est à l'état solide
- la vitrification qui correspond à l'apparition d'une phase vitreuse
- le frittage en phase liquide où une partie de la matière a atteint son point de fusion

En partant d'une dimension associée de poudre (l_0), le frittage correspond donc à une variation du volume en atteignant une dimension finale (l) qu'il est possible de suivre par dilatométrie (Figure 1.13). Cela implique un changement au niveau de la microstructure et de la densité de l'échantillon initial.

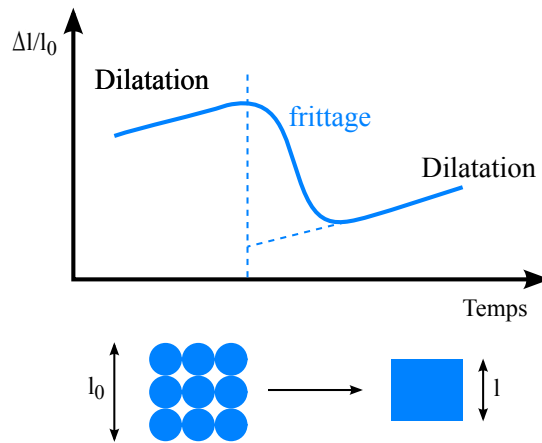


Figure 1.13 Evolution des dimensions d'une poudre au cours du frittage en fonction de la température [Bernache-Assolant & Bonnet 2005]. Les dimensions (l) de la pièce finale sont plus faibles que celle (l_0) des poudres utilisées pour sa fabrication.

Trois étapes successives sont distinguées dans l'évolution de la microstructure et de la densité apparente, lors du frittage [Bernache-Assolant 1993] :

- l'établissement et la croissance de « ponts » qui soudent les particules entre elles. Les particules initiales gardent leur identité (peu de changement morphologique). En grandissant, les ponts voient leur courbure diminuer progressivement. L'augmentation de la densité apparente qui en résulte est peu importante.
- la porosité, pouvant se présenter sous la forme d'un réseau continu de canaux cylindriques reliés entre eux, voit le diamètre de ses canaux diminuer fortement jusqu'à ce qu'ils se scindent en pores individuels de forme sphérique.
- A ce stade, la porosité ne représente plus que 5 à 10 % en volume. On observe une élimination plus ou moins complète des pores isolés, accompagnée le plus souvent d'une augmentation notable de la taille des grains.

La Figure 1.14 présente l'évolution de la densité relative au cours de ces trois étapes successives.

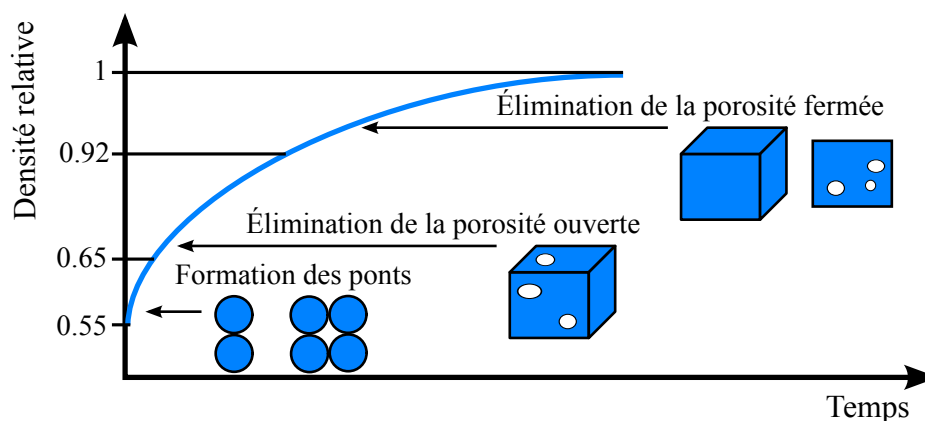


Figure 1.14 Schématisation des différentes étapes du frittage [Bernache-Assolant & Bonnet 2005]. Les particules dispersées se soudent à l'aide de joints de grains, les pores ouverts sur l'extérieur sont éliminés en premier tandis que les pores fermés s'éliminent ensuite par diffusion à travers les grains

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

$$\frac{\Delta V_{\text{ponts}}}{\Delta t} = j \cdot A \cdot M \quad (1.1)$$

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

Sous l'action de ces gradients, la matière aura tendance à converger vers la surface du pont, soit depuis le joint de grain, soit depuis la surface des grains. Pour une même source de matière, différents chemins de diffusion pourront être empruntés (cf. Figure 1.15) [Bernache-Assolant 1993]:

- à partir de la surface des grains, la matière peut diffuser par la voie gazeuse, on parle alors du processus d'évaporation-condensation ou de diffusion gazeuse, suivant l'étape limitante. La matière peut également passer par la couche superficielle du matériau, on parle alors de diffusion superficielle. Enfin la matière peut passer par l'intérieur des grains ; dans ce cas on parle de diffusion en volume,
- à partir du centre du joint de grain, la matière peut passer par le joint de grain, cela correspond à une diffusion aux joints de grains, ou diffusion de type Coble. La matière peut passer à l'intérieur du grain, ce qui correspond à une diffusion en volume ou diffusion de type Nabarro-Herring,
- enfin il est possible, notamment pour les matériaux métalliques, que la matière diffuse depuis les dislocations contenues dans les grains vers la surface du pont, mettant en jeu des déformations plastiques du matériau.

La densification et la croissance des grains sont deux procédés concurrentiels qui se produisent au cours du frittage. Ainsi, la croissance des grains est inévitable durant la phase finale du frittage. La température critique à partir de laquelle la croissance des grains devient appréciable dépend des propriétés de la poudre initiale, c'est-à-dire de la taille des grains, de leur réactivité et de leur état d'agglomération. Pour conserver la taille initiale des grains, seul le phénomène de densification doit être privilégié (Figure 1.16)[Bernache-Assolant 1993][Lahmani et al. 2006]. C'est d'autant plus important que la cinétique de frittage est plus lente si la croissance des grains a déjà eu lieu. Cependant, la prédominance de chacun des

phénomènes de consolidation (densification ou croissance) dépend des conditions expérimentales comme la granulométrie (taille de particule ou agglomérat), de la température ou du temps.

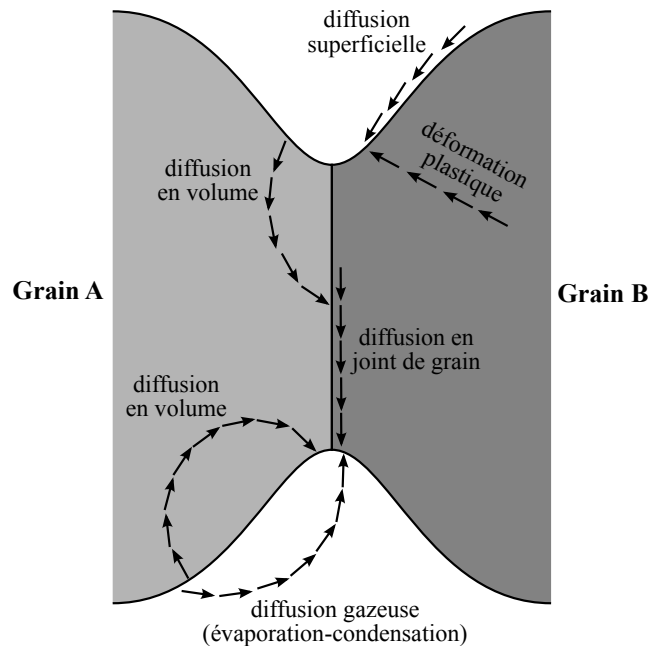


Figure 1.15 Différents chemins de transport de matière entre deux grains [Kerboul]

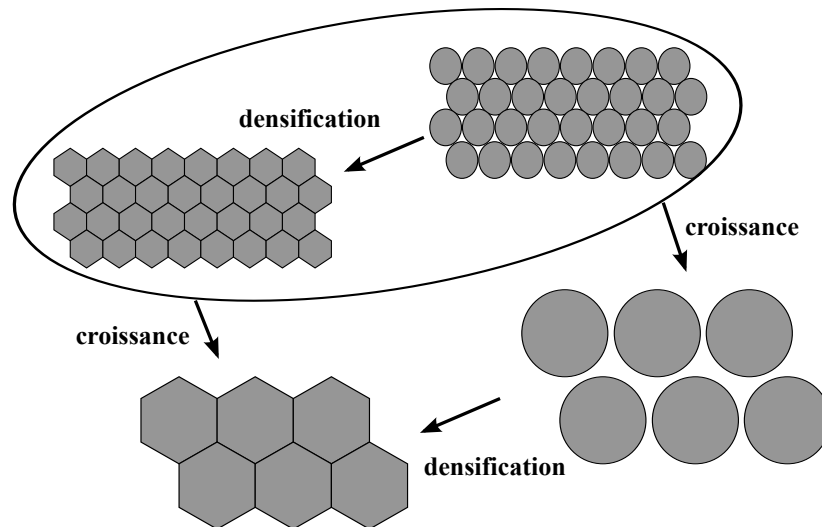


Figure 1.16 Phénomènes en compétition lors du frittage [Bernache-Assolant 1993]

1.3.2. Différentes techniques de frittage

Parmi les techniques de frittage, il existe les techniques de frittage sous charge (pression mécanique au cours du chauffage). Ces techniques ont connu de profondes évolutions et peuvent être classées en deux catégories, celles dites conventionnelles (compaction isostatique à chaud (*Hot Isostatic Pressing* HIP), pressage uniaxial à chaud (*Hot Pressing* HP)...) et celles dites non conventionnelles (frittages « Flash » ...). Outre la nature de la pression appliquée (uniaxiale ou isostatique), la principale différence, entre les techniques de

frittage dites conventionnelles et celles rassemblées sous l'appellation « Flash », est la manière de chauffer la matrice (souvent en carbone graphite) (Figure 1.17).

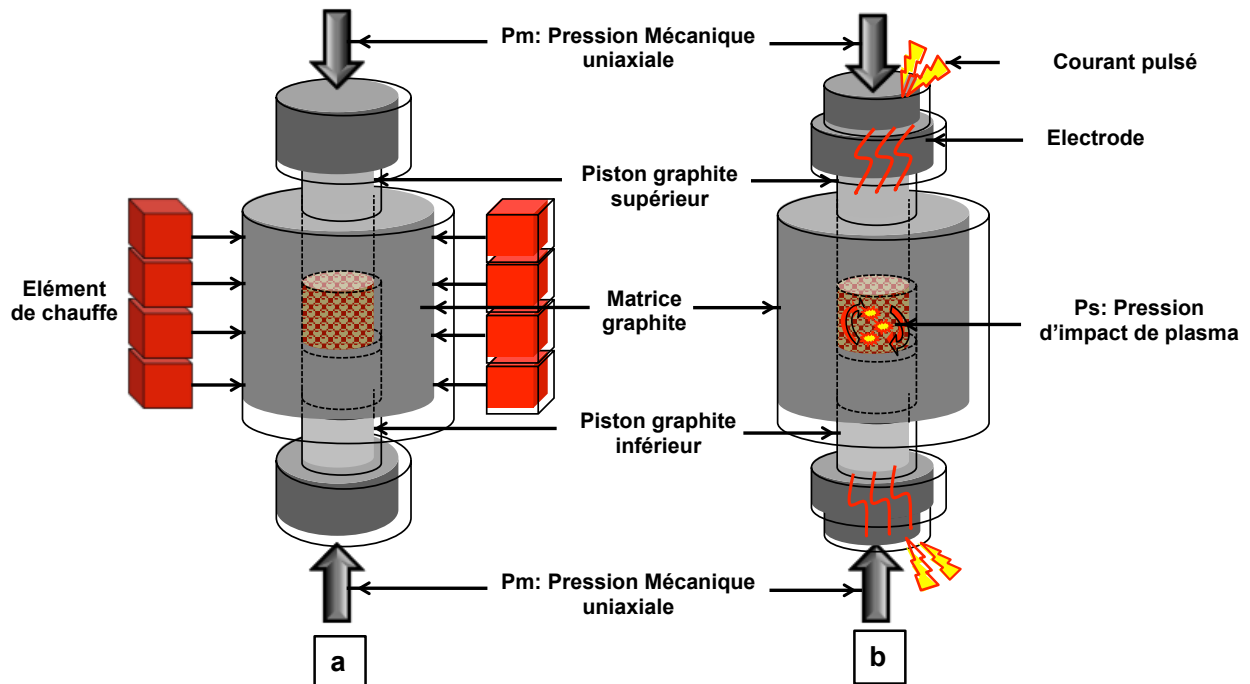


Figure 1.17 Techniques de frittage (a) conventionnelle (*Hot Pressing*) et (b) non conventionnelle (*Spark Plasma Sintering*) d'après [Cho et al. 2001]

Dans les deux cas, les pistons sont en contact direct avec la poudre et transmettent la pression appliquée par la machine. Typiquement, lors d'un frittage conventionnel sous charge (Figure 1.17 a), la mise en température du système {matrice, poudre} est assurée par un chauffage externe (rayonnement), à part dans le cas microonde, cela nécessite une période de chauffage longue (jusqu'à plusieurs heures) conduisant au grossissement des grains. La mise en température dans le cas d'un frittage non conventionnel est assurée par un chauffage interne (effet Joule résultant du passage d'un courant électrique (Figure 1.17 b)[Munir et al. 2006]. Ce type de chauffage interne permet de densifier à plus basse température et avec un temps de frittage plus court (quelques minutes au lieu de quelques heures) que ceux requis par les techniques de frittage conventionnelles [Stanciu et al. 2001][Angerer et al. 2006]. Une technique de frittage « Flash » récente, à savoir le *Spark Plasma Sintering* (SPS) s'est avérée offrir un bon rapport coût/efficacité. Il s'agit d'un processus de densification rapide qui a le potentiel de réduire au minimum la croissance des grains et de permettre la densification des matériaux en poudre à basses températures [Omori 2000][Munir et al. 2006]. En plus d'augmenter la cinétique de frittage, la technique SPS permet de produire des pièces plus denses et/ou avec une taille de grains plus fine dans laquelle on ne retrouve que peu voire pas de croissance des grains. Il en résulte des matériaux ayant de meilleures propriétés que les matériaux préparés par frittage conventionnel [Angerer et al. 2004].

1.3.3. Principe du frittage SPS

Le frittage « Flash » ou *Spark Plasma Sintering* (SPS), aussi connu sous le nom de « *Field Assisted Sintering Technique* » (FAST) [Munir et al. 2006] ou même « *Pulsed Electric Current Sintering* » (PECS) [Kumeda et al. 1999], est une technique de frittage de plus en plus utilisée qui a pour intérêt l'obtention de matériaux totalement densifiés (à 100 %) ; sa rapidité d'exécution et sa souplesse d'utilisation. Cette technique combine une compaction de type uniaxial et un courant électrique de forte intensité, de 2 à 20 kA en quelques ms [Lahmani et al. 2006]. Comme la densité de courant fourni peut être très importante, les vitesses de chauffage de la pièce compactée peuvent atteindre 600 °C/min (voire plus, cela dépend de la configuration de l'appareil), ce qui est beaucoup plus grand que n'importe quel processus HP (≤ 80 °C/min) [Grasso et al. 2009].

La puissance électrique délivrée est contrôlée par une mesure de la température dans une matrice cylindrique, dans laquelle est placée l'échantillon (poudre ...). La pression et le courant électrique sont transmis à l'échantillon via deux pistons cylindriques (voir Figure 1.18). Souvent, la matrice et les pistons sont en graphite, mais elle peut également être en acier ou en carbure ultradur (de type WC-Co). D'après [Estournes 2006], « l'usage de graphite spécifique pour les chemises permet d'atteindre des températures de consolidation de l'ordre de 2000 °C, et des pressions uni-axiales pouvant aller jusqu'à 200 MPa. Par contre, l'usage de matrices en acier ou en carbure limitera les températures de frittage à respectivement 500 °C et 700 °C. De plus, la conductivité électrique du graphite permet ainsi le frittage de tous les matériaux, indépendamment de leur nature électrique. La mise en température d'un compact isolant est assurée par un chauffage externe qui résulte de transferts d'énergie thermique provenant de la matrice chauffée par effet Joule. Au contraire, lorsque l'échantillon est conducteur, sa mise en température peut être assurée par un chauffage interne (effet Joule de l'échantillon). Le frittage est généralement effectué sous vide primaire poussé (jusqu'à 10^{-2} mbar), mais il peut également l'être sous atmosphère neutre (argon, azote...), réductrice (hydrogène), voire sous atmosphère oxydante mais dans ce dernier cas, les chemises en graphite sont à proscrire ».

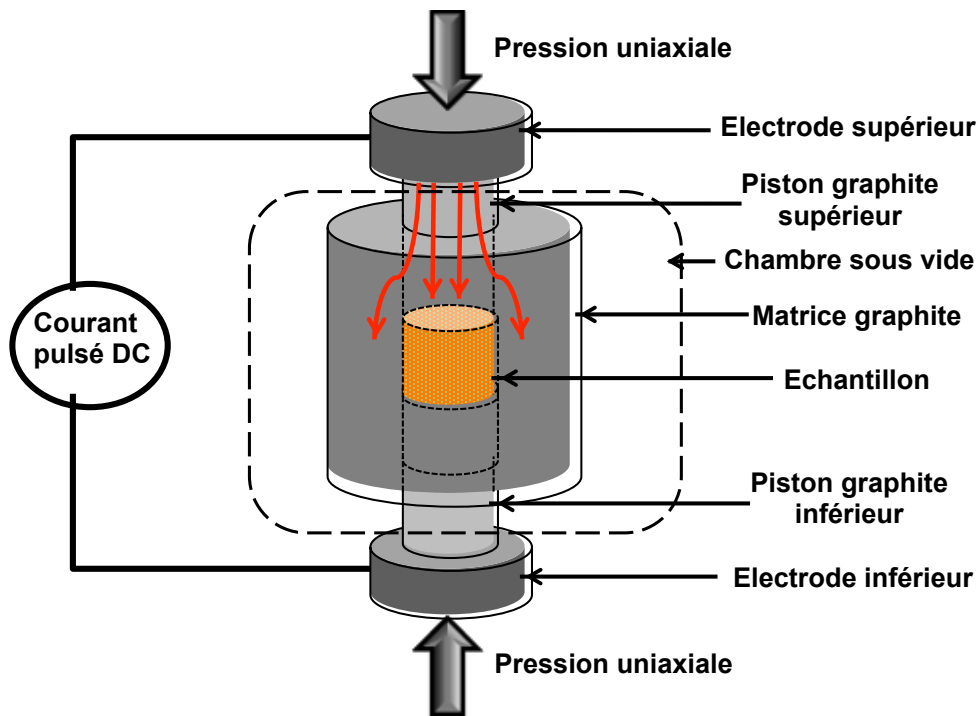


Figure 1.18 Principe du SPS

Selon [Tokita], le frittage dans une machine SPS serait assuré par un plasma (plasma par étincelles) qui se développerait entre les grains. L'application répétée d'un courant pulsé basse tension produirait, entre chaque particule, des décharges électriques générant d'abord un plasma par étincelles, puis une pression d'impact des étincelles et un échauffement par effet Joule accompagné d'un effet de diffusion du champ électrique (Figure 1.19) [Lahmani et al. 2006].

Cependant, l'existence du plasma ne peut être envisageable qu'au début du frittage car, sa probabilité d'existence devient beaucoup plus faible lorsque les contacts entre les particules augmentent sous l'effet de la pression ou du frittage [Munir et al. 2006]. Il est rapporté dans la littérature l'existence d'étincelles qui pourraient se former au début du frittage d'une poudre de cuivre, mais elles ne sont pas observables en tous les points de contact [Yanagisawa et al. 2003]. De plus, Ozaki et al. ont montré l'absence de décharges entre les particules durant le frittage d'aluminium dans une matrice en graphite. La même poudre frittée dans un moule en nitrure de bore, donne lieu à des décharges électriques [Ozaki et al. 2000].

Bien que l'avantage de la technologie SPS par rapport aux techniques de frittage conventionnelles a clairement été démontré dans la littérature, les mécanismes impliqués n'ont pas encore été totalement compris.

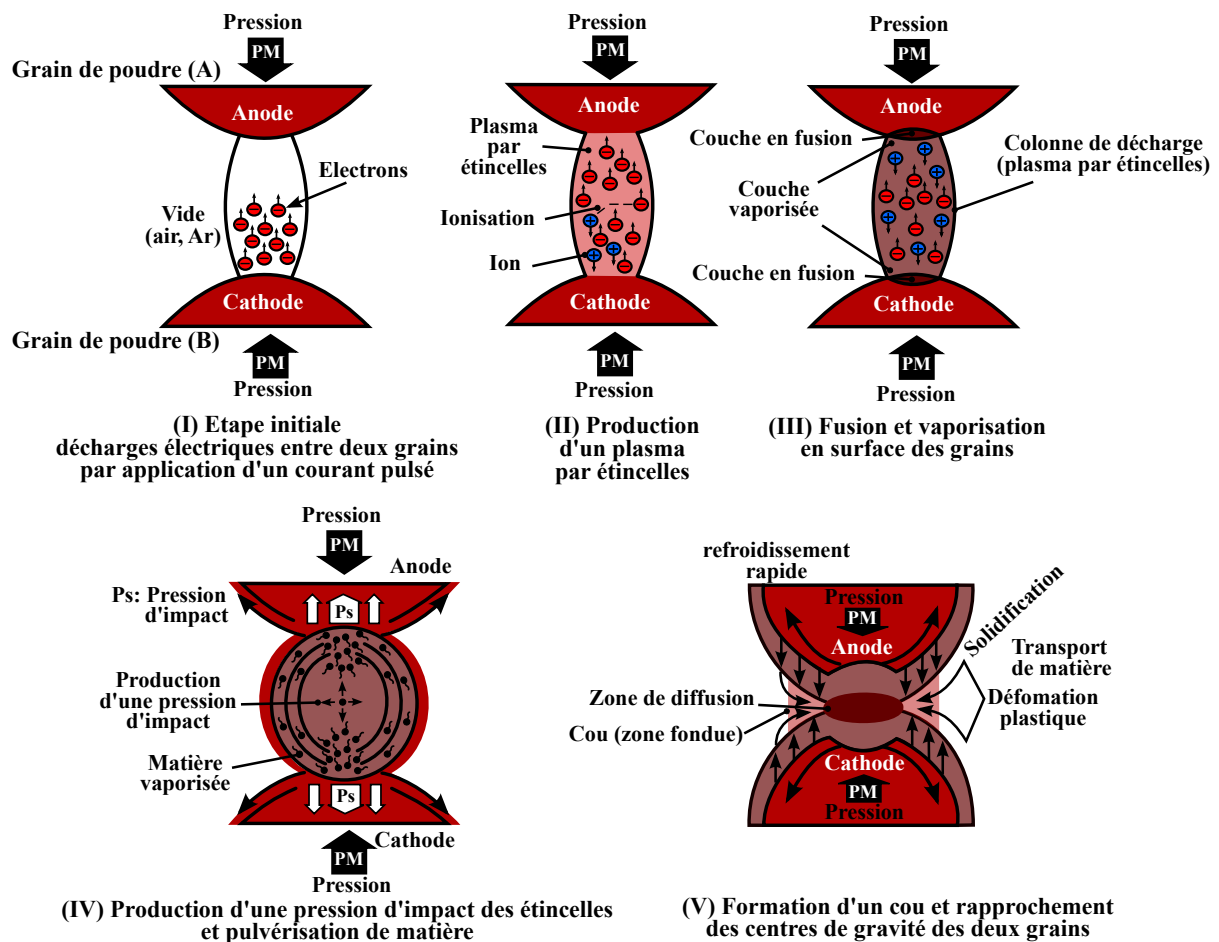


Figure 1.19 Mécanismes mis en jeu entre deux grains de poudre, lors d'une impulsion électrique générée dans le procédé SPS d'après [Lahmani et al. 2006][Tokita]

1.3.4. Les applications du SPS

La technique SPS permet de fritter de différents types de matériaux tels que les nanomatériaux, les composites, les matériaux à gradient de fonction etc. Le Tableau 1.6 donne un exemple de matériaux qui ont été frittés par SPS [Lahmani et al. 2006].

Tableau 1.6 Exemples des matériaux frittés par SPS [Lahmani et al. 2006]

Classification	Matériaux
Métaux	Fe, Cu, Al, Au, Ag, Ni, Cr, Mo, Sn, Ti, W, Be...
Céramiques	Oxydes : Al ₂ O ₃ , mullite, ZrO ₂ , MgO, SiO ₂ , TiO ₂ , HfO ₂
	Carbures : SiC, B ₄ C, TaC, TiC, WC, ZrC, VC
	Nitrures : Si ₃ N ₄ , TaN, TiN, AlN, ZrN, VN
	Borures : TiB ₂ , HfB ₂ , LaB ₆ , ZrB ₂ , VB
	Fluorures : LiF, CaF ₂ , MgF ₂
Cermets	Si ₃ N ₄ +Ni, Al ₂ O ₃ +Ni, ZrO ₂ +Ni Al ₂ O ₃ +TiC, SUS+ZrO ₂ , Al ₂ O ₃ +SUS SUS+WC/Co, BN+Fe, WC+Co+Fe
Intermétalliques	TiAl, FeAl, MoSi ₂ , Si ₃ Zr ₅ , NiAl, NBCo, NbAl, NbAl ₃ , LaBaCuSO ₄ , Sm ₂ Co ₁₇
Autres matériaux	Matériaux organiques (polyimide, etc.) et matériaux composites

Pour présenter quelques exemples de frittage par SPS, Fabrègue et al. ont rapporté l'élaboration de nanomatériaux avec cette technique. Les travaux ont porté sur le frittage de poudre de fer de taille nanométrique à des températures allant de 550 à 850 °C pour un temps de frittage de 1 à 5 min. Ils ont montré que pour un temps de frittage de 1 min, la densité est de plus de 95 % tout en gardant la taille nanométrique de la poudre de départ (Figure 1.20)[Fabrègue et al. 2012].

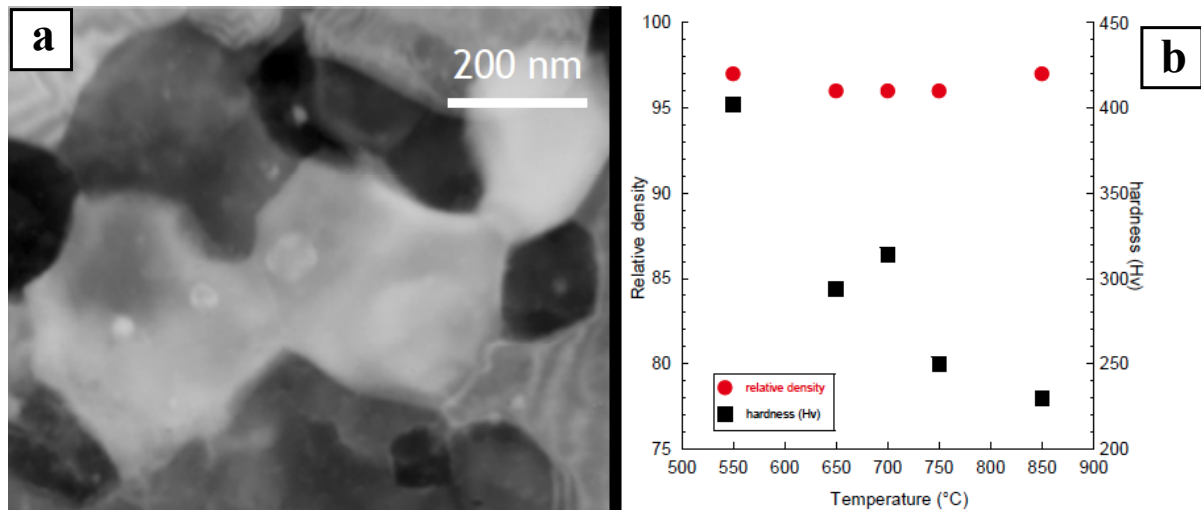


Figure 1.20 (a) Photo MET d'un échantillon de fer fritté par SPS à 700 °C pendant 5 min montrant la taille nanométrique des grains et (b) une évolution de la densité relative et la dureté en fonction de la température pour des échantillons de fer frittés pendant 1 min [Fabrègue et al. 2012]

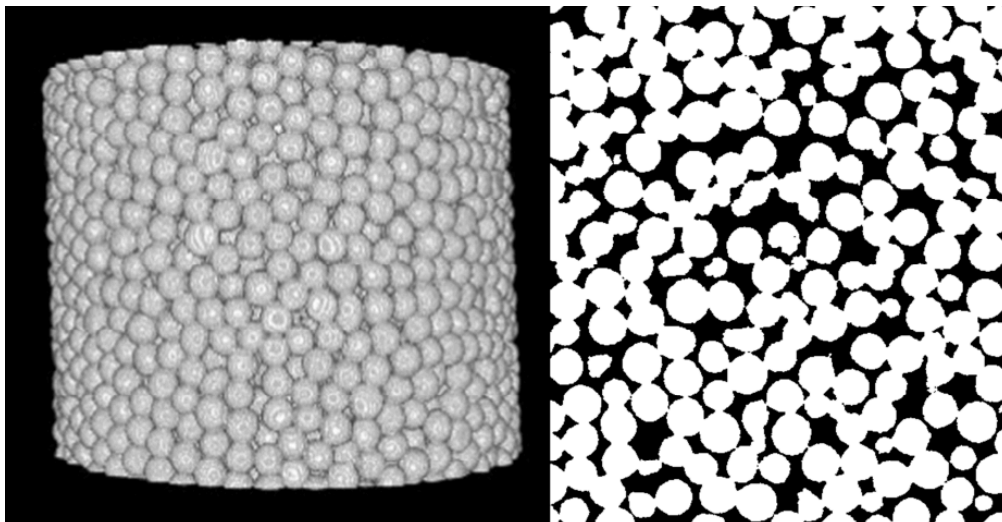


Figure 1.21 A droite une reconstruction 3D d'une tomographie X et à gauche une tranche 2D d'un échantillon poreux d'un alliage de cobalt [Fabrègue et al. 2012]

Outre l'obtention d'une densification élevée, la technique SPS est aussi utilisée pour l'élaboration des matériaux poreux. Les matériaux poreux offrent de bonnes propriétés mécaniques et de gain de poids. Il a été rapporté l'élaboration d'une mousse métallique à la base d'une poudre de Co-Cr-Mo à des températures de frittage allant de 850 à 1050 °C pendant 1 min sous différentes pression (0 à 60 MPa). La Figure 1.21 montre la

reconstruction 3D d'une tomographie X et une tranche 2D de cette structure poreuse obtenue après le frittage par SPS [Fabrègue et al. 2012].

La technique SPS est également utilisée pour la consolidation des céramiques. A cause de la cinétique de frittage par cette technique par rapport à celle d'une presse classique, le frittage des poudres de céramiques peut atteindre une densité $>99.9\%$ ce qui se traduit par des céramiques transparentes en évitant la croissance des grains. Différentes poudres céramiques avec une taille nanométrique ont été frittées par SPS, à titre d'exemple : l'*Yttrium Aluminium Garnet* (YAG) [Spina et al. 2012], le $MgAl_2O_4$ spinelle [Bonfont et al. 2012], et l' $\alpha-Al_2O_3$ polycristallin [Lallemant et al. 2012]. La Figure 1.22 montre l'aspect transparent des ces poudres après le frittage par SPS.

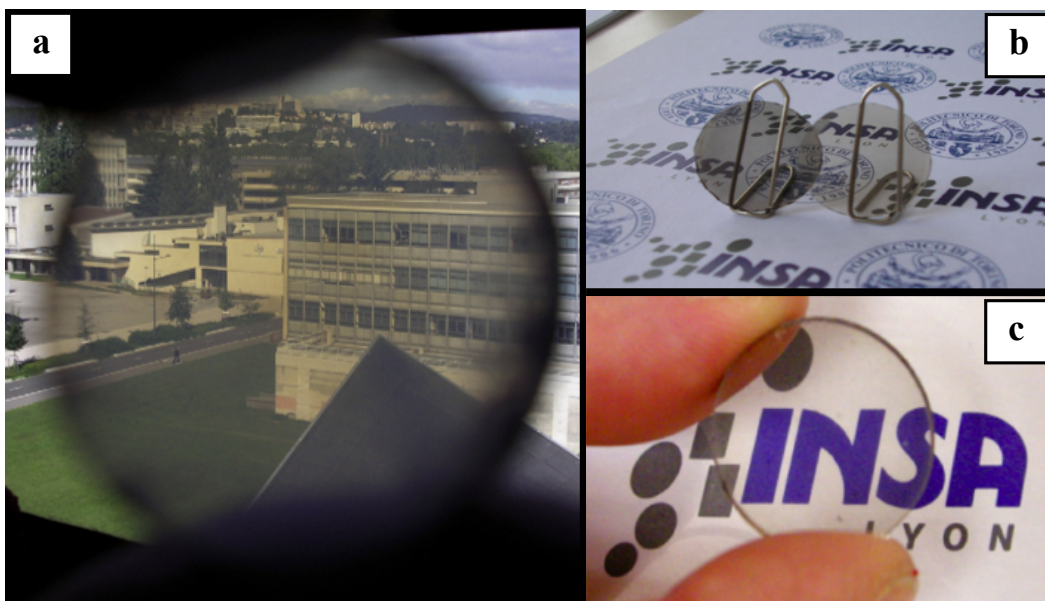


Figure 1.22 Photos montrant l'aspect transparent des céramiques frittées au SPS (a) $\alpha-Al_2O_3$ polycristallin [Lallemant et al. 2012], (b) YAG [Spina et al. 2012] et (c) $MgAl_2O_4$ spinelle [Bonfont et al. 2012]

1.3.5. Description de l'équipement SPS utilisé

Les travaux décrits dans les chapitres suivants ont été réalisés à l'aide de la machine SPS de type HP D25/1 (FCT systeme GmbH, Rauenstein, Allemagne) disponible au Laboratoire MATEIS (Matériaux, Ingénierie et Science), INSA de Lyon (Figure 1.23). Cette machine consiste en :

- une presse hydraulique uniaxiale exerçant une force allant de 5 à 250 kN
- un générateur de puissance capable de fournir un courant électrique continu jusqu'à 10 kA sous une tension de 8 V
- une cellule de frittage qui permet de contrôler l'atmosphère autour des pièces en graphite
- une unité de commande.

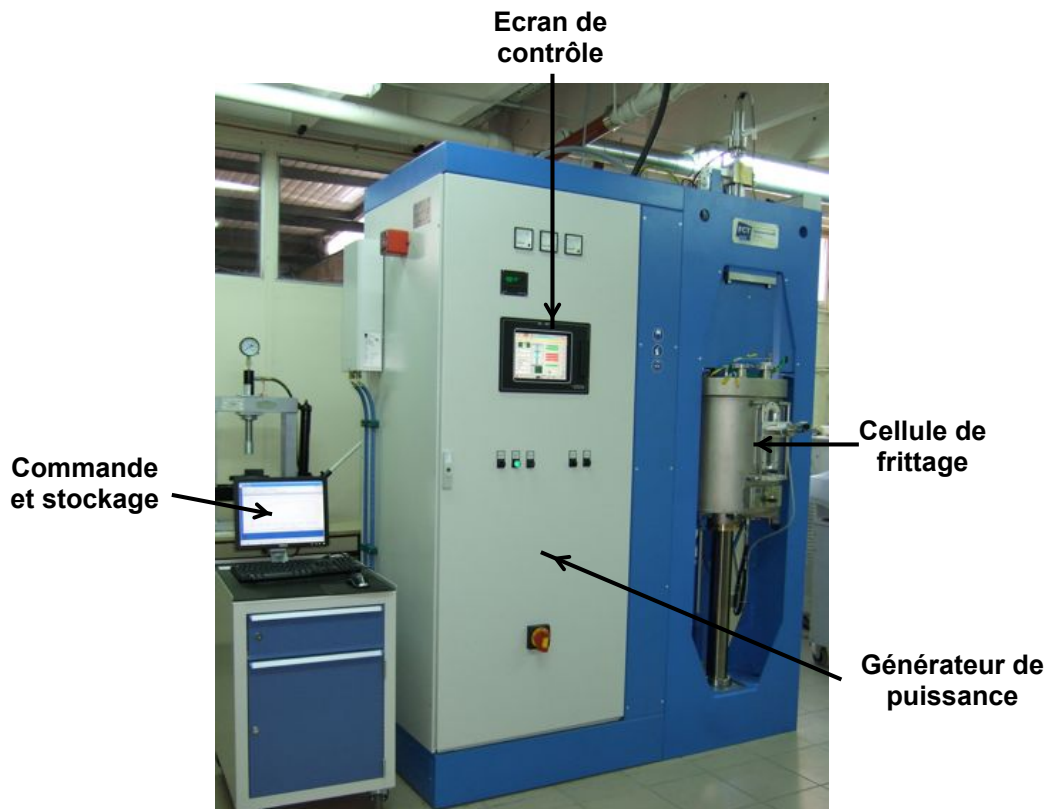


Figure 1.23 Photo d'une machine SPS (FCT system, HP D25/1 Laboratoire MATEIS, Lyon)

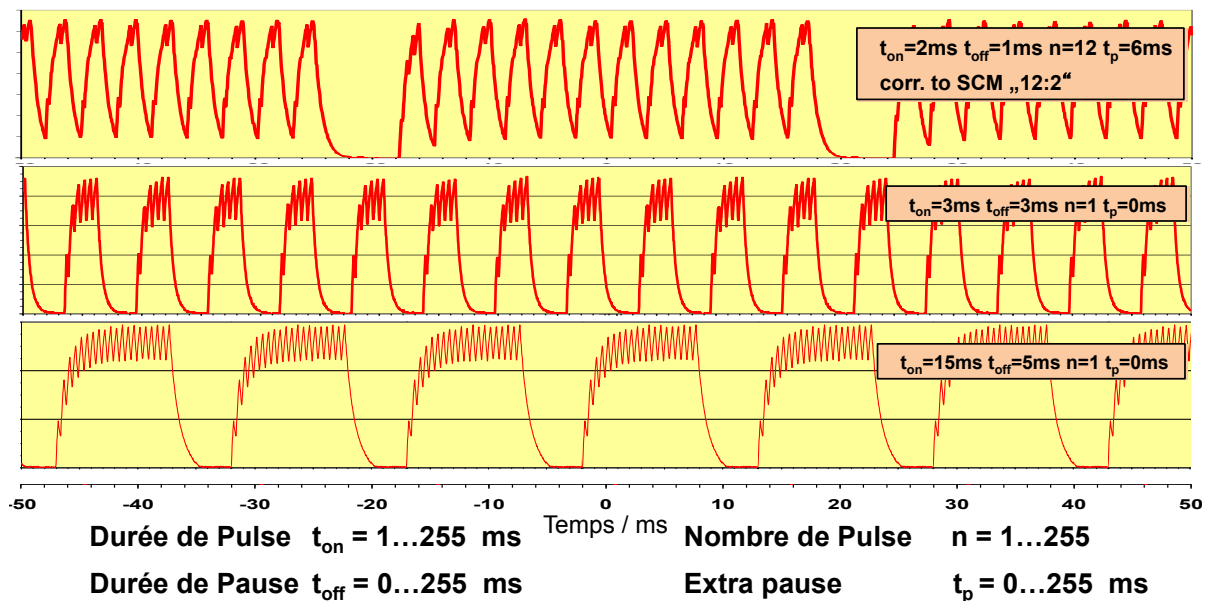


Figure 1.24 Exemples des séquences ON-OFF du courant pulsé généré par la machine SPS (document technique [Kessel 2012]). Les ordonnées sont des courants arbitraires.

Les durées des séquences ON et OFF ne sont pas forcément identiques. En fait, une séquence est définie par un nombre d'impulsions allant de 1 à 255, avec une durée qui peut varier de 1 à 255 ms et une pause de 0 à 255 ms (Figure 1.24). La vitesse de chauffe peut aller jusqu'à 400 °C/min sur tous les diamètres de la matrice, et jusqu'à 700 °C/min pour les plus petits diamètres (20 mm). La machine SPS est équipée de deux contrôleurs PID (Proportionnel, Intégral, Dérivé) pour réguler la température et la pression. Ces deux

contrôleurs permettent d'ajuster automatiquement le courant délivré et les circuits hydrauliques à partir des températures et des pressions de consigne. Toutefois le courant délivré et la pression appliquée peuvent également être ajustés manuellement.

1.4. Conclusion

Les différents constituants d'un module de puissance classique ont été présentés dans ce chapitre. Nous avons présenté par la suite les limites thermomécaniques liées à la différence de coefficient de dilatation thermiques des matériaux. Les moyens d'y remédier ont également été présentés.

Nous avons présenté en bref d'autres concepts de packaging avec plusieurs types de contacts. Nous avons ainsi présenté une structure 3D qui a été précédemment développée par Ludovic Ménager. Elle permet d'obtenir un assemblage 3D par une interdiffusion métallique d'étain et de cuivre, assure un refroidissement double face et réduit les contraintes liées à la différence de coefficient de dilatation thermique des matériaux. Cet assemblage a été réalisé par une machine SPS (*Spark Plasma Sintering*).

Finalement, nous avons décrit le principe du frittage en général, suivi de celui du frittage « Flash » à laquelle nous allons faire beaucoup appel dans la suite de ce mémoire. Ensuite nous avons donné quelques exemples des applications de cette technique. Enfin, l'équipement SPS utilisé a été présenté dans la dernière partie.

Chapitre 2

Chapitre 2.

Étude et réalisation d'un Collage de Cuivre par Spark Plasma Sintering

2.1. Introduction

Comme nous l'avons vu au Chapitre 1, la structure « micropoteaux » nécessite l'assemblage d'une ou plusieurs puces équipées de micropoteaux et d'un substrat métallisé. Il faut donc assurer la liaison entre des éléments en cuivre. Lors des travaux précédents, Ludovic Ménager a effectué cet assemblage par interdiffusion métallique étain-cuivre [Ménager 2008]. Cette technique consiste à déposer une mince couche d'étain sur les pièces de cuivre à joindre et ensuite à les assembler par la diffusion de l'étain dans le cuivre pour obtenir l'assemblage. Pour réaliser l'assemblage, une machine SPS était à sa disposition à la Plateforme Nationale de Frittage Flash (PNF2) à Toulouse. Comme nous avons vu dans le chapitre précédent, le SPS est une technique de frittage, mais dans le travail de Ludovic Ménager, il a été utilisé pour appliquer la chaleur et la pression et ainsi pour réaliser un assemblage puce / substrat.

Dans ce chapitre, nous présentons une étude sur le collage¹ de cuivre, cette fois sans additifs, réalisé par la même technique, le SPS. Les étapes expérimentales sont présentées en détail ainsi qu'une discussion de la méthodologie d'expérimentation suivie dans cette étude. L'assemblage a été caractérisé mécaniquement avec un test de traction qui a pour but d'étudier l'effet des différents paramètres expérimentaux sur la tenue mécanique après collage. Une caractérisation de la microstructure a eu lieu pour comprendre le mécanisme du collage. Tous les essais sont effectués en utilisant des cylindres de cuivre massifs. Ils constituent un véhicule de test mieux adapté et plus simple que la structure réelle micropoteaux/substrat, sur laquelle nous reviendrons au chapitre 3.

2.2. Revue de la littérature sur le collage de cuivre

Plusieurs expériences sur le collage de cuivre sans additifs, dit collage direct, ont été publiées par [Fan et al. 1999] [Chen et al. 2005] [Li et al. 1998]. Même si les méthodes

¹ Dans ce qui suit, nous utiliserons le terme de collage pour décrire l'assemblage obtenu. Les mécanismes d'assemblage en jeu seront décrits plus loin.

présentées par ces auteurs sont simples, elles nécessitent néanmoins soit une pression externe élevée et un traitement thermique long, soit des conditions de réalisation extrêmement exigeantes (nettoyage avec un produit chimique toxique, ultravide ...) pour atteindre une résistance de collage raisonnable.

À titre d'exemple, avec des plaquettes de silicium revêtues d'une couche de 300 nm de cuivre déposé par évaporation, un contact de cuivre/cuivre entre deux plaquettes a été effectué à 400 °C et 4 bars pendant 30 min, suivi d'un recuit à 400 °C pendant 30 min dans une atmosphère d'azote, donnant lieu à des bonnes propriétés de collage sans toutefois que les auteurs ne donnent une valeur numérique [Chen et al. 2001]. Une telle température (400 °C) sera trop haute pour certaines puces semi-conductrices.

Une autre solution pour le collage est la technique *Surface Activated Bonding* (SAB). Elle est utilisée dans le domaine de la microélectronique [Tadepalli & Thompson 2007] [Shigetou et al. 2006]. Elle est basée sur l'activation de la surface de cuivre, déposé sur une plaquette de silicium, avec un faisceau d'argon. Le SAB est un procédé qui relie les matériaux similaires ou différents au travers de la force d'adhérence entre les atomes des surfaces propres sous un ultravide ($\sim 10^{-8}$ torr) et à température ambiante [Takagi et al. 1996] [Takagi et al. 1999]. Kim et al. ont également rapporté que le test de traction sur deux plaquettes de cuivre assemblé suivant la technique SAB donne une force de liaison de l'interface de cuivre/cuivre d'environ 6,47 MPa [Kim et al. 2003] qui peut être liée aux forces intermoléculaires (de type Van der Waals).

J. W. Elmer et al. ont quant à eux présenté un collage par diffusion de cuivre de haute pureté en utilisant un four classique. Une série d'expériences a été menée afin de déterminer la relation entre la résistance du collage et ces paramètres. Ces essais ont été effectués sur un large intervalle de température (de 400 °C à 1000 °C), avec différentes pressions et états de surface. Dans cette publication, le temps de collage a été maintenu constant (60 min) à la température maximale, à la suite d'une rampe de chauffe de 30 min. Des résistances à la rupture de 66 et 190 MPa ont été trouvées en utilisant un test de traction pour les échantillons assemblés à respectivement 400 et 800 °C [Elmer et al. 2001]. La température est très élevée et la technique est peu adaptée à la production en masse.

Après cette brève introduction sur ce qui a été rapporté au sujet du collage direct du cuivre, nous allons présenter nos travaux, effectués avec la technique du SPS. Notez que l'utilisation de cette technique pour le collage de cuivre/cuivre n'a, à notre connaissance, jamais été traité dans la littérature.

2.3. Préparations des échantillons

Les échantillons de cuivre utilisés au cours de cette étude proviennent de plusieurs barreaux de cuivre étirés fournis par *Goodfellow* (Cambridge, UK, réf.: CU007970) avec une pureté de 99,99 %. Chaque barreau fait 400 mm de longueur et 19 mm de diamètre. Les barreaux sont coupés en cylindres de 25 mm de hauteur.

2.3.1. Procédure de polissage/nettoyage

La surface des échantillons après découpe au tour est trop rugueuse pour obtenir un bon collage. On procède donc à un polissage mécanique miroir afin d'assurer un bon contact entre les surfaces à joindre. Le polissage miroir est réalisé à l'aide d'une polisseuse mécanique disponible au Laboratoire MATEIS (RotoPol-2 [Struers]). Le cuivre est très mou, d'où la difficulté de le polir à la main. Un porte échantillon en acier (cf. voir Figure 2.1) est utilisé pour assurer, d'une part la planéité de la face à polir, et d'autre part le maintien droit des échantillons durant le polissage. Notez que ce porte échantillon est normalement utilisé pour un polissage automatique mais dans notre cas, il est simplement maintenu manuellement. Le polissage est fait suivant la procédure suivante:

- papiers de carbure de silicium P120, P400 et P1200 [Metallographic 2011] pendant 2-3 min pour chaque papier
- tapis Trident [Buehler 2011] avec une solution lubrifiante diamantée d'un grain de 3 μm et 1 μm successivement, pendant 5 min pour chaque solution
- tapis Chemomet [Buehler 2011] avec un lubrifiant de silice colloïdale d'une taille de grain de 60 nm, pendant 5 min

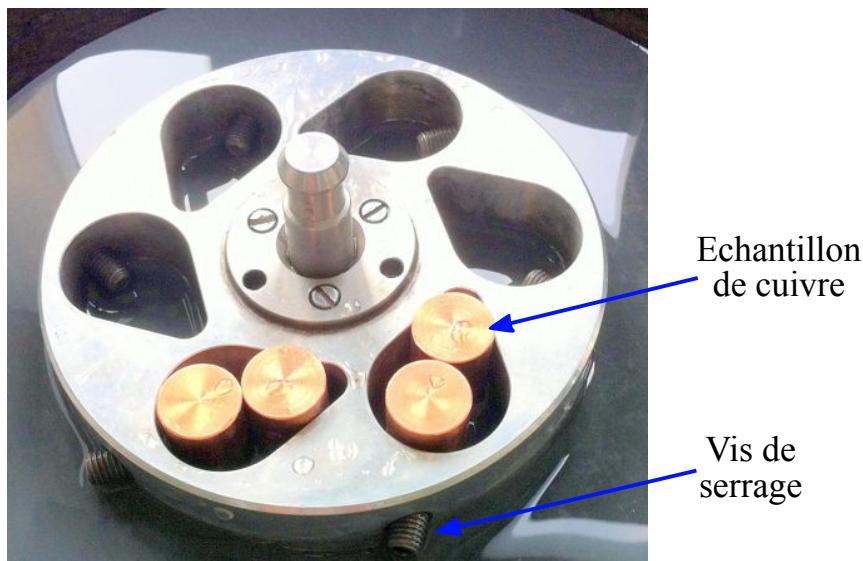


Figure 2.1 Support de polissage en acier

Ensuite, les échantillons sont nettoyés en utilisant la procédure suivante :

- Immersion dans l'acétone en bain ultrasonore pour supprimer les lubrifiants
- Éthanol en bain à ultrasons pour éliminer les résidus d'acétone
- Solution d'acide fluorhydrique HF, dilué à 5 %, pendant 1 min à température ambiante pour la désoxydation du cuivre
- Rinçage à l'eau déionisée
- Séchage avec une soufflette d'azote.

Les échantillons sont ensuite stockés séparément dans un sac en plastique pour éviter l'oxydation du cuivre. Cette procédure de nettoyage est réalisée 1 heure au maximum avant l'assemblage par SPS.

2.3.1. Collage par SPS

Deux échantillons de cuivre sont placés dans une matrice en graphite avec les faces polies l'une contre l'autre. Les dimensions de la matrice sont présentées dans la Figure 2.2. La matrice et les pistons utilisés pour toutes les expériences menées dans ce travail sont en carbone graphite (Mersen, référence 2340) dont la résistivité électrique est de $1,27 \cdot 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ et la conductivité thermique de 102 W/m.K [Mersen]. Pour cette étude, les dimensions de la matrice sont : un diamètre interne de 20,85 mm, un diamètre externe de 50 mm et une hauteur de 70 mm. Les pistons font un diamètre de 20 mm et une hauteur de 35 mm. Le graphite utilisé n'est pas dense et présente un taux de porosité de 13 % pour une meilleure tenue mécanique à chaud. Un jeu de 0,4 mm, entre les pistons et la matrice, est laissé pour insérer une feuille de graphite PAPYEX, d'épaisseur 0,2 mm [Mersen 2012]. Le PAPYEX constitue une enveloppe à usage unique qui protège la matrice graphite et assure le démoulage. Des entretoises coniques en graphite de diamètre supérieur de 80 mm avec une poche de diamètre de 20 mm sont utilisés des deux côtés pour le maintien des pistons et pour faire le contact électrique avec les électrodes du SPS.

Les mesures de température sont réalisés à l'aide d'un thermocouple de type K (Chromel-Alumel: Ni-Cr(+)/Ni-Al(-)) d'épaisseur 1 mm inséré dans un trou de 3 mm de diamètre et de 11 mm de profondeur, percé à mi-hauteur dans la matrice en graphite et permettant de mesurer la température au plus près des échantillons.

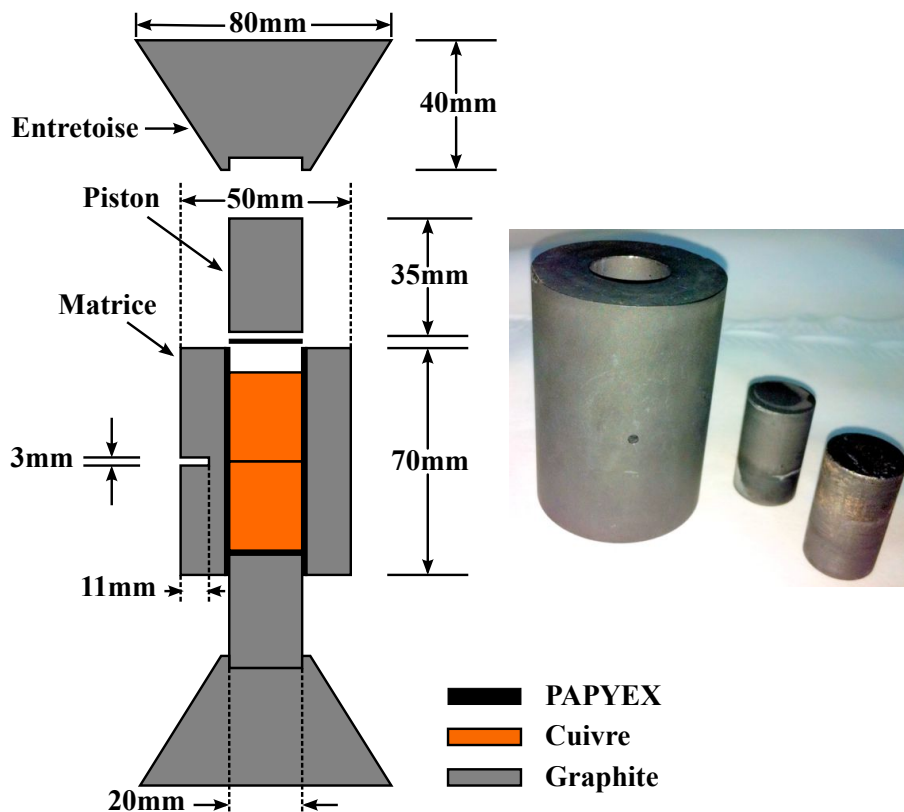


Figure 2.2 À gauche : un schéma du montage expérimental. À droite : une photo de la matrice en graphite et des deux pistons

2.3.1.1. Définitions des paramètres d'assemblage

La Figure 2.3 illustre le cycle de collage utilisé pour toutes les séries d'expériences. Il s'agit de faire le vide (quelques 10^{-2} mbar), puis d'appliquer une force uni-axiale, ensuite faire passer le courant pulsé réglé par le contrôleur PID avec une rampe de montée en température fixée à $100\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ pour atteindre la température de consigne. On conserve la charge jusqu'à la fin du palier. Ensuite le refroidissement est naturel pendant 5 minutes et c'est lors de ces 5 minutes que la charge décroît progressivement. Le refroidissement n'est pas contrôlé : les électrodes sont refroidies par circulation d'eau et à leur contact les éléments en graphites refroidissent.

Deux niveaux de force ont été étudiés sur le collage : 5 kN correspondant à la force minimale autorisée par la presse pour assurer le contact électrique entre les pistons en graphite et les électrodes et 24 kN correspondant à la charge maximale que peuvent supporter les pistons de diamètre 20 mm. Ces deux forces se traduisent par des pressions de 16 et 77 MPa respectivement par rapport à la surface des échantillons de cuivre. Si ces pressions peuvent paraître élevées pour une technologie destinée au final à assembler des composants électroniques, il faut noter que le collage de composants semi-conducteurs à une pression comparable (40 MPa) a déjà été démontré avec succès dans le cas d'une fabrication industrielle [Göbl et al. 2006].

Trois températures de collage ont été étudiées: 200, 250 et 300 °C, correspondant à des températures de brasures classiques. Nous avons considéré que 300 °C est le maximum qu'un composant semi-conducteur peut supporter en toute sécurité. C'est l'ordre de grandeur des brasures de puces dites HMP (en anglais : *High Melting Point*).

Deux temps de palier ont été étudiés : 5 et 20 min. Les valeurs inférieures à 5 minutes n'auraient pas été suffisamment précises devant les temps de montée en température et de refroidissement. La limite haute (20 min) constitue un bon compromis entre une durée d'assemblage plus longue et le nombre d'assemblages réalisable dans une journée.

Concernant la configuration du courant de chauffe, nous n'avons étudié que la consigne « 10:5 » (10 ms ON, 5 ms OFF) en considérant que la variation du rapport cyclique du courant pulsé n'avait aucun effet important [Munir et al. 2006]. Ce point est néanmoins discutable [W. Chen et al. 2005] et devrait être vérifié.

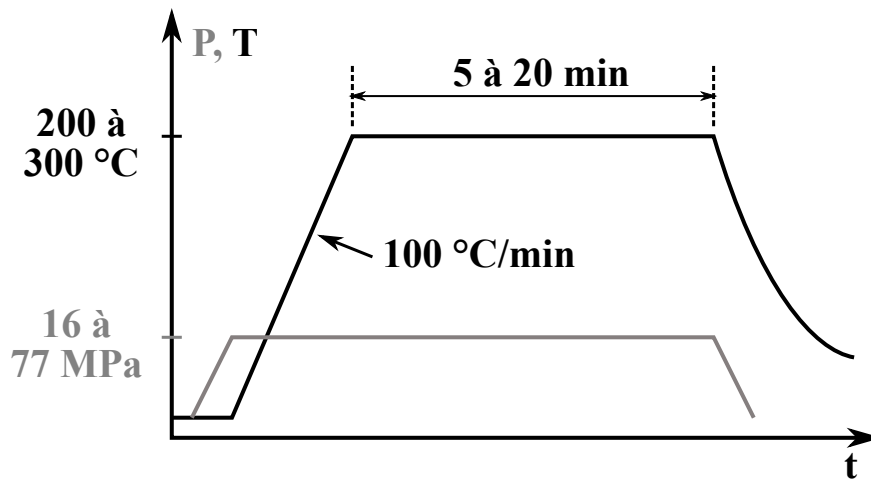


Figure 2.3 Profil du cycle du collage par SPS présentant la température et la pression en fonction du temps

2.3.2. Test de traction

Pour évaluer la qualité du collage, nous avons décidé de faire les tests de traction qui ont l'avantage d'être simples à mettre en œuvre de donner une information numérique qui permet de comparer les résultats.

Il faut noter que dans le cadre des assemblages en électronique, on s'intéresse plutôt à la tenue en cisaillement. Cette dernière est néanmoins plus complexe à mesurer pour des barreaux. Le module de cisaillement G et le module d'élasticité E sont néanmoins reliés par la

relation $G = \frac{E}{2(1+\nu)}$ avec ν le coefficient de Poisson. Pour un matériau donné, une

augmentation de E se traduit donc par une augmentation de G : à une tenue en traction élevée correspond une tenue en cisaillement élevée.

2.3.2.1. Principe du test de traction

L'essai de traction constitue un des essais les plus utilisés pour la caractérisation mécanique des matériaux. Étant purement uni-axial, du moins tant qu'il n'y a pas de striction (diminution drastique et instable de la section de l'éprouvette de traction), il permet de s'affranchir des méthodes de calcul inverse pour aboutir directement à une loi de comportement uni-axiale. Il permet de déterminer de nombreuses grandeurs normalisées, comme la contrainte à rupture, la contrainte maximale, la limite d'élasticité, etc., nécessaires dans les calculs de structure [Blétry 2007].

Pour ce faire, une machine de traction (cf. section 2.3.2.2) a été utilisée : une vitesse de déplacement a été imposée et la force résultante a été mesurée. Les extrémités de l'éprouvette sont fixées l'une au bâti et l'autre à la traverse mobile de la machine de traction. Une section réduite est usinée au centre de l'éprouvette afin d'être sûr que la rupture aura lieu dans cette partie centrale, loin des points d'attache avec la machine de traction. Les caractéristiques importantes de chaque éprouvette sont sa section S_0 et sa longueur utile l_0 . La traverse mobile impose une vitesse du déplacement. Le déplacement est mesuré par un extensomètre placé sur l'échantillon et la force résultante F est obtenue par la cellule.

D'après les deux paramètres enregistrés par la machine (la force et le déplacement), on peut donc définir l'allongement relatif ou déformation ε avec l'équation suivante [Mercier et al. 1999]:

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (2.1)$$

avec l_0 la longueur initiale et $\Delta l = l - l_0$ l'allongement par rapport aux dimensions initiales de l'éprouvette (Figure 2.4). D'autre part, on peut définir la contrainte nominale σ (MPa) en suivant l'équation :

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \quad (2.2)$$

Nous ne considérons que les valeurs conventionnelles ici pour des raisons de simplicité.

Les métaux (notamment le cuivre), sont des matériaux capables de se déformer plastiquement avant rupture (loi de comportement élastoplastique). La déformation résiduelle dans ces métaux est alors irréversible, on parle d'écoulement plastique sous cisaillement avant de rompre (comportement ductile). Ce comportement est défini pour les basses températures ($< 0,3$ à $0,4 T_f$, température de fusion) [Charmet 2005].

On représente à la Figure 2.5 la courbe de traction d'un métal à comportement ductile.

On identifie quatre étapes :

- Déformation élastique (réversible) : évolution linéaire de σ avec ε ;
- Domaine plastique (irréversible) ;
- Striction (instabilité de ε) ;
- Rupture (fin de la courbe) ;

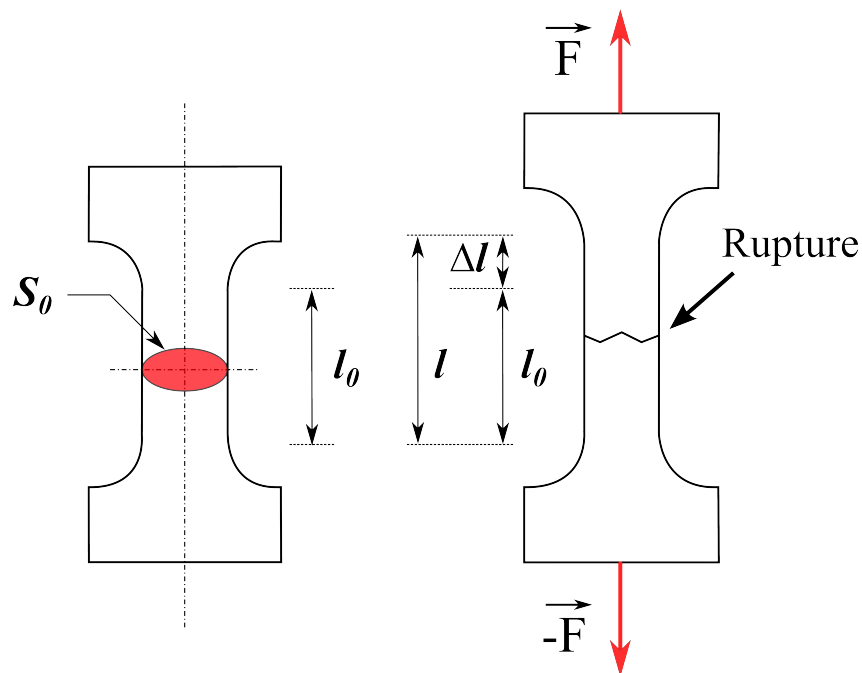


Figure 2.4 Eprouvette de traction: Force F pour une élancement Δl d'après [Philipert et al. 1998]

Une courbe de traction de ce type permet de déterminer les quatre grandeurs caractéristiques suivantes [Mercier et al. 1999]:

- Le module d'élasticité E (ou module de Young) donné par la pente de la partie élastique de la courbe faisant appelle à la loi de Hooke :

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad (2.3)$$

- La limite d'élasticité R_e qui donne la valeur de la contrainte nominale à partir de laquelle le matériau commence à se déformer plastiquement. Comme la déformation plastique apparaît souvent progressivement, la limite d'élasticité est difficile à déterminer avec précision, et on adopte en général une limite conventionnelle d'élasticité $R_{e0.2}$ qui est la contrainte nominale correspondant à une déformation permanente de 0.2 %.
- La résistance à la rupture R_m qui est définie par la contrainte nominale maximale σ_m supportée par l'éprouvette.

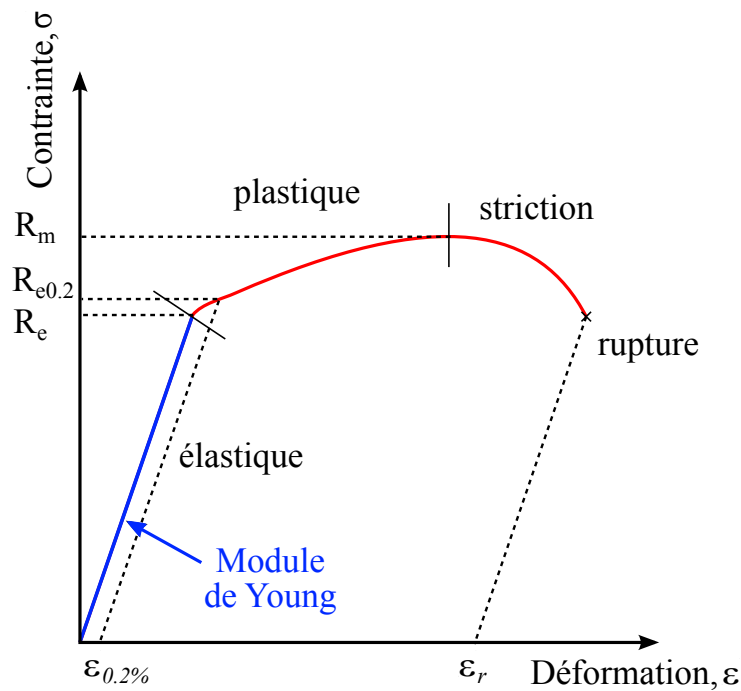


Figure 2.5 Courbe de traction conventionnelle d'un matériau ductile d'après [Mercier et al. 1999][Beer et al. 2009]

- La déformation à la rupture ε_r , qui correspond à la déformation plastique nominale à la rupture en traction de l'éprouvette. Elle représente une des grandeurs caractéristiques de la ductilité.

Nous rappelons que la contrainte nominale a été calculée en divisant la force F par l'aire initiale S_0 . Puisque la section initiale diminue quand la force augmente, la contrainte présentée dans la Figure 2.5 n'est pas la contrainte vraie dans l'échantillon. La contrainte vraie tient compte de la variation de section qui se produit avec la variation de la charge. La Figure 2.6 présente les courbes de la contrainte vraie et nominale d'un matériau ductile en fonction des déformations vraie et nominale respectivement [Philipert et al. 1998]. La courbe obtenue reflète plus exactement le comportement du matériau. La contrainte vraie peut s'exprimer par l'équation suivante:

$$\sigma_v = \frac{F}{S} = \sigma(1 + \varepsilon) \quad (2.4)$$

avec S l'aire de la section déformée. La déformation vraie ε_v est reliée à la déformation nominale ε par l'équation :

$$\varepsilon_v = \ln \frac{l}{l_0} = \ln(1 + \varepsilon) \quad (2.5)$$

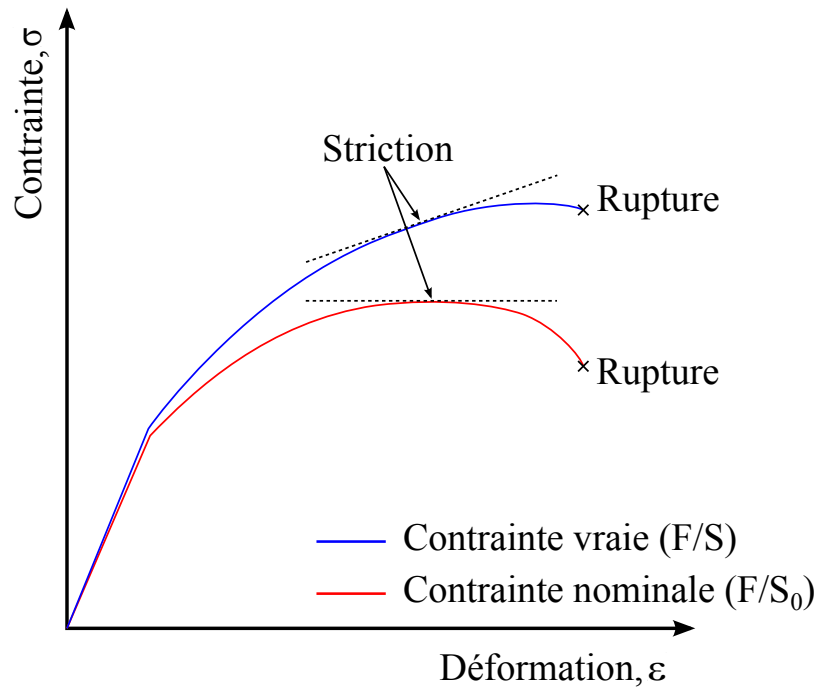


Figure 2.6 Courbe de la contrainte vraie et contrainte nominale d'un matériau ductile d'après [Beer et al. 2009][Philipert et al. 1998]

2.3.2.2. Machine de traction

Les tests de traction présentés plus loin ont été effectués à température ambiante en utilisant une machine de traction, disponible au Laboratoire MATEIS, de type MTS Adamel Lhomargy-DY 35 ayant une force de traction maximale de 20 kN. La vitesse de déplacement pour chaque test a été réglée à 1 mm/min [Liu 2001].

La machine comporte une cellule de charge qui permet de mesurer l'effort. La mesure du déplacement est faite au cours de l'essai de traction en plaçant un dispositif de mesure (extensomètre) directement sur l'échantillon. Cette mesure locale du déplacement permet de s'affranchir des déplacements liés à la raideur de la machine, ainsi que des inévitables glissements entre les mors de la machine et l'éprouvette. On obtient ainsi une mesure plus précise que la mesure du déplacement de la traverse. La longueur initiale l_0 de l'extensomètre utilisé est 25 mm. Un ordinateur permet de faire une acquisition numérique, en cours d'essai, de la force et du déplacement jusqu'à rupture de l'éprouvette.

La Figure 2.7 montre la photo de la machine de traction ainsi que le montage utilisé pour les essais de traction avec l'extensomètre fixé sur l'éprouvette.

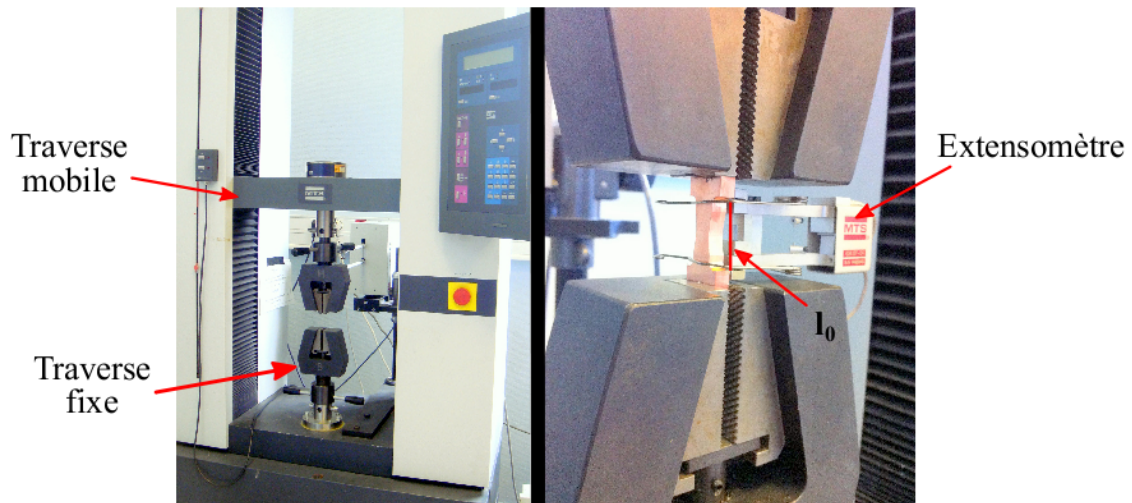


Figure 2.7 À gauche : Photo de la machine de traction et à droite : l'extensomètre fixé sur l'éprouvette

2.3.2.3. Usinage de l'éprouvette

Les échantillons assemblés ont la forme d'un cylindre de diamètre 19 mm et de longueur 50 mm (voir Figure 2.8). Avant de pouvoir être montés sur la machine de traction, ils doivent subir un usinage pour prendre la forme d'une éprouvette plate. Cela permet d'une part l'intensification des contraintes à l'interface, et d'autre part la suppression des défauts présents en bordure du joint. L'usinage permet en effet de ne conserver que le centre du joint, plus homogène (cf. Figure 2.9 montrant le deux barreaux décalés et la zone efficace). Pour des raisons de réalisation technique, les éprouvettes n'ont pas exactement la forme présentée dans la Figure 2.4 (avec une section constante sur une grande longueur), mais une section variable qui est minimale au niveau du joint qui assure une rupture à l'interface collée durant le test de traction. La Figure 2.8 montre les dimensions de l'éprouvette usinée.

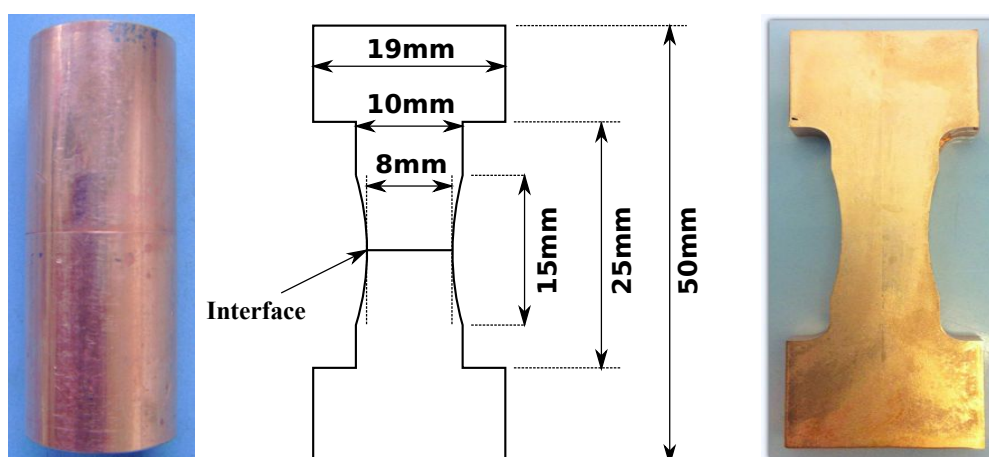


Figure 2.8 À gauche : une photo des échantillons assemblés (avant usinage), au milieu : les dimensions de l'éprouvette plate et à droite : photo de l'éprouvette de cuivre usiné. L'épaisseur de l'éprouvette est 6 mm

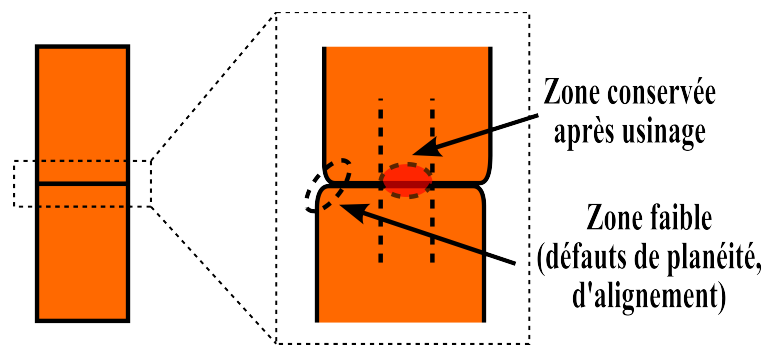


Figure 2.9 Schéma de l'interface des échantillons assemblés (avant usinage) montrant la zone faible et la zone conservée

2.3.2.4. Exploitation des mesures

Du fait de la forme des éprouvettes et de la longueur de l'extensomètre disponible (25 mm), la déformation a été calculée en rapportant le déplacement mesuré par l'extensomètre sur une longueur initiale de 6 mm. Cette longueur a été choisie car elle correspond à celle pour laquelle la section initiale varie de moins de 20 % (Figure 2.10). Cette hypothèse est clairement simplificatrice. Cependant les niveaux de déformation ont été vérifiés par la mesure de l'évolution de la section après rupture. Ainsi cette hypothèse permet d'obtenir une bonne approximation de la déformation.

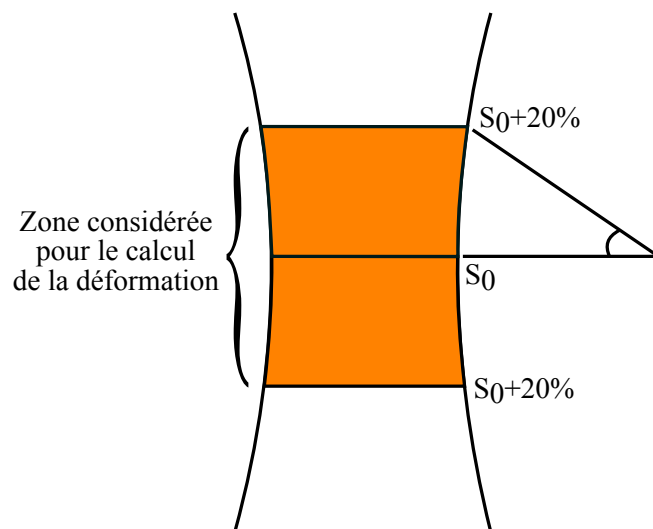


Figure 2.10 Une graphie de l'interface de l'éprouvette usinée montrant la zone considérée pour le calcul de la déformation

2.3.3. Évaluation de la résistance électrique d'interface

Une caractérisation électrique fine de l'interface doit être faite dans le projet ECLIPSE, par un autre partenaire du projet (IFSTTAR-LTN). Le dispositif nécessaire pour ce type de caractérisation est d'ailleurs présenté dans le chapitre 3. Ici, nous avons juste cherché à vérifier que la résistance de l'interface est faible. Pour cela, une mesure 4 pointes a été

réalisée sur un barreau de cuivre assemblé en utilisant une source Keithley 2636. Les pointes sont équidistantes d'environ 1 mm. Différentes zones sont caractérisées sur le barreau (Figure 2.11), afin de voir si les mesures effectuées à travers l'interface sont différentes de celles effectuées dans les parties « massives » de l'éprouvette. Dans tous les cas, nous sommes en limites de résolution ($V \approx 6 \mu\text{V}$ en moyenne, pour un courant injecté $I=100 \text{ mA}$ limité par les pointes). Nous pouvons donc conclure à une très faible résistance de l'interface, sans pour autant pouvoir exactement en quantifier la valeur.

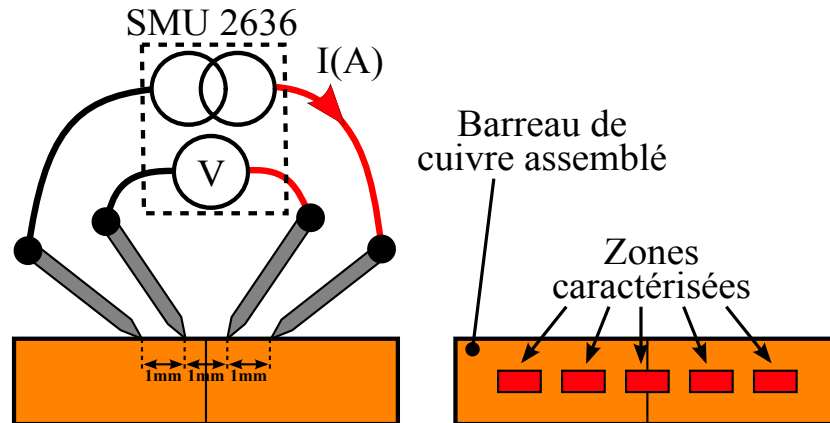


Figure 2.11 Schéma de la caractérisation électrique montrant les zones caractérisées sur le barreau de cuivre assemblé

2.4. Étude de l'effet des paramètres de collage

2.4.1. Plan d'expérience

Le procédé de collage est défini par plusieurs paramètres : pression appliquée, température et durée du palier d'assemblage. Pour étudier l'effet de chacun de ces paramètres et de leurs interactions, nous avons cherché à définir une fonction qui lie la sortie y aux variables x_i . D'une façon concrète y correspond à la contrainte maximale σ_m , x_1 au temps (Δt), x_2 à la température (T) et x_3 à la pression (P) (cf. Tableau 2.1).

Tableau 2.1 Paramètres utilisés pour le plan d'expérience

y	x_1	x_2	x_3
σ_m	Δt	T	P

L'expérimentation est la seule façon d'évaluer les effets des facteurs potentiellement influents dans n'importe quel cas. Mais le problème est que la méthode expérimentale classique basée sur la mesure de la réponse y pour plusieurs valeurs de chaque variable x_i , tout en fixant les valeurs des autres $(n-1)$ variables, peut être prohibitive en terme de temps et de coûts [Dascalescu et al. 2008]. A titre d'exemple, dans le cas de quatre variables et cinq

valeurs expérimentales, on doit effectuer $5^4 = 625$ expériences. Lorsque l'on connaît a priori les effets prépondérants, on peut faire des simplifications et réduire le nombre d'essai (plan partiel).

Cette méthode propose une expérimentation factorielle, dans lequel les facteurs étudiés varient simultanément. Un traitement mathématique des données de cette méthodologie permet une évaluation précise des effets des facteurs et de ces combinaisons. Cette méthode peut être également utilisé pour la détermination de la relation entre les facteurs $x_i, i = 1, \dots, n$ affectant un procédé et les résultats de ce procédé y . On peut donc prédire les conditions optimales de fonctionnement du procédé.

Dans notre cas, ne connaissant pas précisément le mécanisme de collage nous n'avons pas pu faire d'a priori sur les interactions entre facteurs et nous avons dû faire une étude complète. Nous avons réduit le nombre d'expérience en ne prenant que 2 valeurs pour chacun des facteurs. Un plan factoriel classique 2^3 [Dagnelie 2003][Dascalescu et al. 2008] a été utilisé pour étudier l'effet de trois facteurs (temps Δt , température T , pression P) sans faire aucune hypothèse sur les facteurs ou combinaisons de facteurs les plus importants.

Ce plan factoriel impose de choisir deux valeurs (appelées modalités) pour chaque facteur (une basse et une haute), il en découle huit (2^3) conditions expérimentales différentes. Les positions de ces huit points sont présentées dans la Figure 2.12 dans l'espace $(\Delta t, T, P)$. Notons que le coût élevé des expériences et la disponibilité de l'équipement SPS aboutit à un ensemble limité d'échantillons. En particulier pour chaque point, les mesures n'ont porté que sur un échantillon (pas de répétition).

Le modèle mathématique dérivé d'un tel plan est une fonction polynomiale du troisième ordre qui prend en considération l'effet a des facteurs x_i et de toutes leurs interactions.

$$y = a_0 + \sum_{i=0}^n a_i x_i + \sum_{i=0}^n \sum_{j=i+1}^n a_{i,j} x_i x_j + \sum_{i=0}^n \sum_{j=i+1}^n \sum_{k=j+1}^n a_{i,j,k} x_i x_j x_k \quad (2.6)$$

avec a_i l'effet du facteur x_i , $a_{i,j}$ l'effet de l'interaction des facteurs x_i et x_j et $a_{i,j,k}$ l'effet des facteurs x_i, x_j et x_k ; ce qui, pour trois facteurs donne :

$$y = a_0 + a_1 x_1 + a_2 x_2 + a_3 x_3 + a_{1,2} x_1 x_2 + a_{1,3} x_1 x_3 + a_{2,3} x_2 x_3 + a_{1,2,3} x_1 x_2 x_3 \quad (2.7)$$

avec x_1, x_2 et x_3 des facteurs normalisés correspondant respectivement au temps Δt , à la température T et à la pression P . y est ici égale à σ_m , la contrainte maximale mesurée

durant l'essai de traction. La normalisation d'un facteur (ou paramètre) p est calculée grâce à l'équation suivante :

$$x_i = \frac{p - \frac{p_{\max} + p_{\min}}{2}}{\frac{p_{\max} - p_{\min}}{2}} \quad (2.8)$$

avec p_{\min} et p_{\max} sont respectivement les valeurs basses et hautes du facteur p . Les valeurs normalisées (1, -1, ou 0) de Δt , T et P sont données par chaque point dans la Figure 2.12. Le modèle de l'équation 2.7 exige l'identification de 8 paramètres ($a_0 \dots a_{1,2,3}$). Ce modèle peut être exprimé sous forme matricielle :

$$\mathbf{y} = \mathbf{M} \cdot \mathbf{a} \quad (2.9)$$

avec \mathbf{y} une matrice colonne qui contient les valeurs de la contrainte maximale σ_m mesurée pour chacun des points A-H, \mathbf{a} une matrice colonne qui contient les paramètres à calculer ($a_0 \dots a_{1,2,3}$) et \mathbf{M} une matrice qui contient les valeurs des trois facteurs normalisés (x_1, x_2, x_3) et leurs combinaisons, pour chacun des huit points expérimentaux. Il faut noter que chaque ligne de la matrice \mathbf{M} correspond aux coefficients de l'équation 2.7 : x_0 (un facteur constant associé à a_0 avec une valeur toujours égale à 1), x_1 (facteur normalisé de Δt), x_2 (facteur normalisé de T), x_3 (facteur normalisé de P), $x_1 x_2$ (facteur normalisé de Δt et T), $x_1 x_3$ (facteur normalisé de Δt et P), $x_2 x_3$ (facteur normalisé de T et P), $x_1 x_2 x_3$ (facteur normalisé de $\Delta t, T$ et P)

$$\begin{bmatrix} y_A \\ y_B \\ y_C \\ y_D \\ y_E \\ y_F \\ y_G \\ y_H \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & -1 & 1 & 1 & -1 & -1 & 1 & -1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & -1 & 1 & -1 & -1 & -1 \\ 1 & -1 & 1 & -1 & -1 & 1 & -1 & 1 \\ 1 & -1 & -1 & 1 & 1 & -1 & -1 & 1 \\ 1 & 1 & -1 & 1 & -1 & 1 & -1 & -1 \\ 1 & 1 & -1 & -1 & -1 & -1 & 1 & 1 \\ 1 & -1 & -1 & -1 & 1 & 1 & 1 & -1 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} a_0 \\ a_1 \\ a_2 \\ a_3 \\ a_{1,2} \\ a_{1,3} \\ a_{2,3} \\ a_{1,2,3} \end{bmatrix} \quad (2.10)$$

Sachant que $\mathbf{M}^T \cdot \mathbf{M} = n \mathbf{I}$, avec n la taille de la matrice \mathbf{M} (dans notre cas, $n = 8$), \mathbf{a} peut être calculé comme suit :

$$\mathbf{a} = \frac{1}{n} \mathbf{M}^T \mathbf{y} \quad (2.11)$$

Donc l'équation 2.11 peut ensuite être écrite sous forme développée avec $y_A \dots y_H$ la contrainte maximale mesurée pour les points A-H respectivement.

$$\begin{cases} a_0 = \frac{1}{8} [y_A + y_B + y_C + y_D + y_E + y_F + y_G + y_H] \\ a_1 = \frac{1}{8} [-y_A + y_B + y_C - y_D - y_E + y_F + y_G - y_H] \\ \vdots \\ a_{1,2,3} = \frac{1}{8} [-y_A + y_B - y_C + y_D + y_E - y_F + y_G - y_H] \end{cases} \quad (2.12)$$

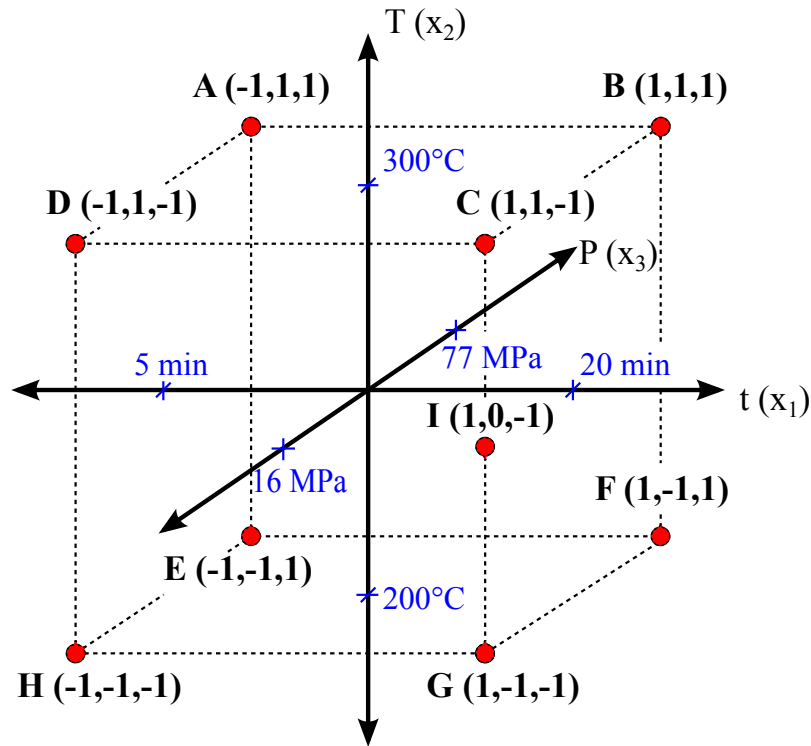


Figure 2.12 Diagramme de position des points expérimentaux dans l'espace de t, T et P

2.4.2. Résultats expérimentaux

Le Tableau 2.2 présente les résultats de la limite conventionnelle d'élasticité, la déformation, la contrainte maximale, la déformation vraie, la contrainte vraie et la dureté des différents échantillons assemblés au SPS avec les différents paramètres expérimentaux (points A-I5), ainsi que ceux d'une éprouvette de cuivre vierge qui n'a subi aucun traitement thermique de collage (point J).

Le cuivre est un matériau ductile, donc l'échantillon entre rapidement dans le régime plastique durant l'essai de traction (cf. Figure 2.13) il en résulte une réduction de la section réelle de l'échantillon comme il s'allonge (liée au coefficient de Poisson). La Figure 2.13

montre l'évolution de la contrainte nominale et de la contrainte vraie en fonction de la déformation pour l'échantillon du point B du Tableau 2.2. Le collage a eu lieu pour tous les échantillons, excepté pour l'échantillon assemblé avec les paramètres suivants : 5 min, 200 °C, 16 MPa (cf. point H du Tableau 2.2), qui s'est décollé lors de l'usinage.

Tableau 2.2 Résultats du test mécanique et de la dureté des différents échantillons assemblés. Le point J correspond à un morceau de cuivre sans assemblage.

N°	Point	Δt (min)	T (°C)	P (MPa)	$R_{e0.2}$ (MPa)	ε (%)	σ_m (MPa)	ε_v (%)	σ_v (MPa)	HV (Hv5)
1	A	5	300	77	60	66	181	51	301	96 ± 6
2	B	20	300	77	120	27	239	24	305	93 ± 2
3	C	20	300	16	30	86	170	64	322	92 ± 4
4	D	5	300	16	15	48	133	39	198	93 ± 3
5	E	5	200	77	30	16	106	15	123	88 ± 8
6	F	20	200	77	110	35	219	30	298	97 ± 4
7	G	20	200	16	30	5	261	9	281	96 ± 4
8	H	5	200	16	-	-	décollé (0)	-	-	94 ± 4
9	I1	20	250	16	30	67	150	60	264	87 ± 9
10	I2	20	250	16	40	35	141	30	192	75 ± 3
11	I3	20	250	16	30	86	180	69	353	48 ± 5
12	I4	20	250	16	35	83	169	62	314	98 ± 3
13	I5	20	250	16	50	68	183	52	311	97 ± 4
14	J	-	-	-	352	2	365	12	375	108 ± 1

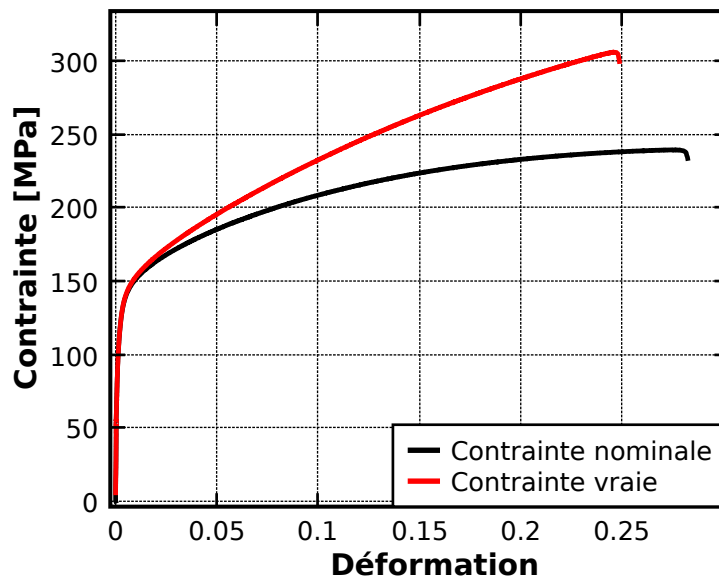


Figure 2.13 Evolution des contraintes nominale et vraie en fonction de la déformation de l'échantillon B du Tableau 2.2

2.4.3. Effet des paramètres

Cinq échantillons ont été assemblés avec les mêmes paramètres expérimentaux (voir la série des points I dans Tableau 2.2) afin de caractériser la reproductibilité et la précision du

procédé d'assemblage et de l'essai de traction. À partir de ces mesures, une valeur moyenne d'une contrainte maximale $\sigma_m = 164.6 \text{ MPa} \pm 20 \%$ a été calculée pour le point I. Cette tolérance assez large est due au faible nombre d'échantillons, ainsi qu'à la faible reproductibilité des essais de traction ; un nombre plus grand d'échantillons est généralement nécessaire, mais ce n'était pas possible dans notre cas.

Un diagramme de l'influence de chaque facteur est donné dans la Figure 2.14. Ce diagramme est obtenu en utilisant les données du Tableau 2.2 (points A-H). Pour chaque graphe de ce diagramme, deux ensembles de données sont formés (un pour chacune des deux valeurs normalisées de l'élément correspondant ; 1 ou -1), et la valeur moyenne de y est calculée pour chaque ensemble. A titre d'exemple, pour le premier graphe de (Δt), les deux ensembles de données correspondent respectivement à $\Delta t = 5 \text{ min}$ (points A, D, E, H) et à 20 min (points B, C, F, G).

Compte tenu de la précision de $\pm 20 \%$, seuls quelques paramètres dans le Tableau 2.3, calculés à l'aide de l'équation (2.12), sont significatifs: a_0 (la contrainte maximale moyenne pour tous les échantillons), a_1 (effet du temps), et $a_{1,2}$ (effet conjugué du temps et de la température). Par conséquent, l'équation 2.7 peut être simplifiée en:

$$\begin{aligned} y &= a_0 + a_1 x_1 + a_3 x_3 + a_{1,2} x_1 x_2 \\ &= 170 + 65 x_1 + 29 x_3 - 41 x_1 x_2 \end{aligned} \quad (2.13)$$

Tableau 2.3 Les paramètres du modèle. L'influence des coefficients est significative lorsqu'ils sont supérieurs à l'erreur de la mesure

Paramètre	Coefficient	Valeur	Significatif
\bar{y}	a_0	163.625	Oui
Δt	a_1	58.625	Oui
T	a_2	17.125	Non
P	a_3	22.625	Non
$\Delta t \cdot T$	$a_{1,2}$	-34.875	Oui
$\Delta t \cdot P$	$a_{1,3}$	-15.875	Non
$T \cdot P$	$a_{2,3}$	6.625	Non
$\Delta t \cdot T \cdot P$	$a_{1,2,3}$	21.125	Non

En appliquant ce modèle aux paramètres du point I ($\Delta t = 20 \text{ min}$, $T = 250 \text{ °C}$, $P = 16 \text{ MPa}$, soit $x_1 = 1$, $x_2 = 0$, $x_3 = -1$, respectivement), on obtient une contrainte maximale de $206 \pm 40 \text{ MPa}$. Ceci est compatible avec la valeur mesurée ($164,6 \pm 20 \%$), mais la

précision des résultats est trop faible pour conclure sur l'adéquation de notre modèle linéaire. Pour améliorer la précision, plus de points seraient nécessaires.

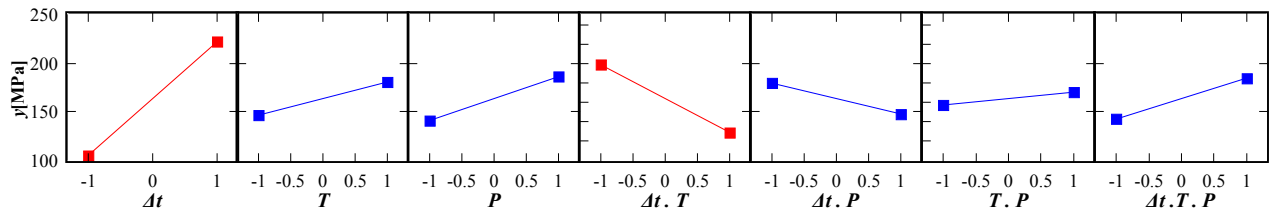


Figure 2.14 Diagramme d'influence des facteurs temps (Δt), Température (T) et pression (P) et leurs combinaisons sur la contrainte maximale. Les graphes en rouge montrent que les facteurs les plus importants sont le temps et l'interaction entre le temps et la température ($\Delta t.T$).

Même avec l'intervalle de variation limitée des trois facteurs (5-20 min, 200-300 °C, et 16-77 MPa), des différences substantielles ont été trouvées dans la contrainte maximale du test de traction. Cependant, dans la plupart des cas, on constate qu'on a eu un bon collage, de même ordre que la contrainte maximale du barreau de cuivre pur sans aucun traitement thermique (dit échantillon vierge sans assemblage, J), pour lequel nous avons mesuré un σ_m de 365 MPa (point J du Tableau 2.2). En effet, la plupart des σ_m mesurés sont supérieurs à 122 MPa (le tiers de la valeur de l'échantillon vierge), ce qui constitue un très bon résultat.

Une autre preuve de la bonne qualité d'adhérence de nos échantillons est visible Figure 2.15. C'est une photo MEB de la surface de rupture pour un échantillon assemblé à 300 °C pour un palier de 20 min, et une pression de 16 MPa. La photo a été réalisée à l'aide d'un microscope électronique à balayage MEB de type Philips XL20 disponible au laboratoire MATEIS. La surface de rupture est caractéristique d'une rupture ductile avec la présence de cupules synonymes de plasticité importante. Cela signifie que l'échantillon a été fortement déformé, ce qui est également montré par la grande valeur de déformation atteinte au cours des essais de traction (comme on le voit par exemple dans la Figure 2.13). Les mêmes cupules ont été constatées sur toute la surface de rupture ainsi que pour tous les échantillons. Wang et al. ont présenté un faciès de rupture similaire pour un cuivre qui a subi un traitement par bombardement ionique d'argon et assemblé à 500 °C, 5.8 MPa pendant 20 min [Wang et al. 2004].

De l'équation 2.7, on peut dire que le temps (x_1), la température (x_2) et la pression (x_3) ont l'effet attendu. Une augmentation de l'un de ces paramètres améliore la tenue en traction de l'assemblage. L'effet négatif de l'augmentation simultanée du temps et la température peuvent d'abord paraître surprenant, (tout en tenant compte qu'il n'y avait pas de la répétition), mais peut en fait être expliqué par les considérations suivantes : la température doit avoir un effet sur les mécanismes du collage, mais elle constitue également un traitement

thermique du cuivre. Un tel traitement sur ce type de cuivre (écroui lors de la fabrication du barreau) engendre un changement dans sa microstructure qui peut induire un changement des propriétés mécaniques intrinsèques. Cette hypothèse est discutée dans la partie suivante.

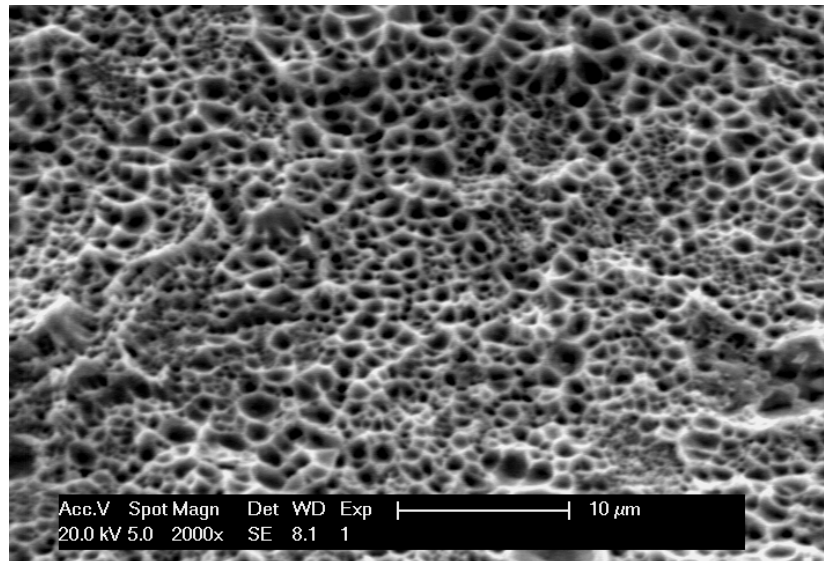


Figure 2.15 Photo MEB d'un faciès de rupture (après le test de traction) pour un échantillon assemblé à 300 °C pendant 20 min et avec une pression de 16 MPa.

2.5. Analyse des mécanismes de collage

Comme nous l'avons vu dans la partie précédente, nous avons une excellente qualité de collage par SPS. La question qui se pose maintenant est de savoir si l'on obtient un excellent collage par rapport à une presse classique. La spécificité du SPS est la présence d'un courant électrique intense. Nous allons donc regarder son effet sur le collage et sur la microstructure. Une analyse microstructurale par la technique d'EBS (présentée par la suite) est effectuée pour obtenir l'orientation cristalline et pour connaître la taille des grains. Une analyse par indentation permet ensuite de mesurer la dureté du cuivre. Néanmoins, le bon collage peut être dû au traitement thermique (phénomène classique de diffusion) et/ou au courant électrique, nous avons par la suite vérifié ces différentes hypothèses.

2.5.1. Caractérisation de la microstructure par l'EBS

La diffraction des électrons rétrodiffusées, ou en anglais *Electron BackScattered Diffraction* (EBS), est une technique très puissante permettant d'obtenir l'orientation cristalline, la taille des grains et la nature des joints de grains. Pour plus de détails sur cette technique, le principe de l'EBS est présenté dans l'Annexe A.

Les échantillons des points G, H et C du Tableau 2.2, correspondant à la même durée (20 min), la même pression (16 MPa) mais à des températures différentes (200, 250 et 300 °C respectivement), ont été utilisés pour l'étude de leur microstructure. Pour ce faire, une analyse

EBSD a été réalisée, d'une part pour connaître la distribution de la taille de grains dans ces échantillons et d'autre part pour connaître leur orientation cristalline.

Après la traction, une partie de chacun de ces échantillons a été coupée à un endroit proche de la zone de rupture. Ensuite, chaque morceau a été poli comme présenté en premier point de la section 2.3.1. Les dernières étapes (polissage avec $0,04\ \mu\text{m}$ de suspension de silice colloïdale OP-S) ont été effectués juste avant l'analyse EBSD, au Japon.

L'observation EBSD a été faite par le laboratoire Chiba (*Institute for Materials Research*, à Sendai) collaborant avec le laboratoire MATEIS. Les trois parties (échantillons G, C et I1) ont été observées avec un FESEM-XL-30S Philips, avec une tension d'accélération fixée à 20 kV. Le microscope est équipé d'une caméra couplée avec un système d'EBS (TexSEM Laboratories, Inc, Provo, Utah). Les données ont été collectées avec le logiciel TSL OIM Data collection 5, et traitées avec le logiciel TSL OIM Analysis 5 (EDAX TSL).

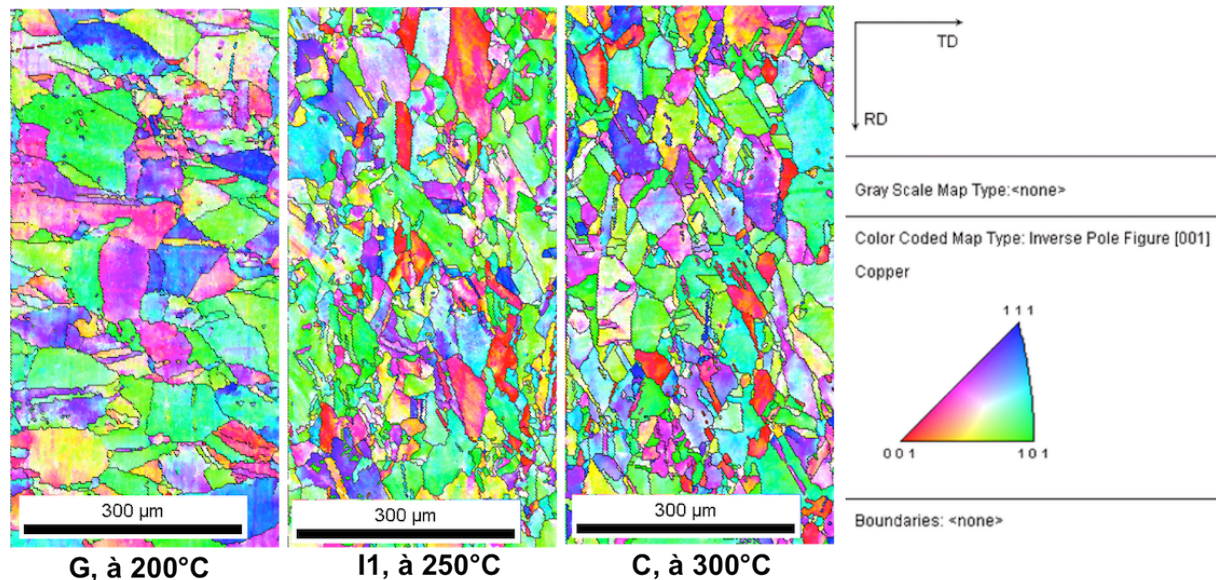


Figure 2.16 Photos EBSD pour les échantillon G, I1 et C correspondant à une température de 200 °C, 250 °C et 300 °C respectivement

La Figure 2.16 présente les résultats d'EBS pour les échantillons G, I1 et C. Le Tableau 2.4 présente les tailles de grain moyennes des échantillons obtenues par l'EBS, ainsi que celle d'un échantillon vierge (point J). On constate que la taille de grain moyenne d'un échantillon vierge, qui n'a subi aucun traitement thermique, est de $83\ \mu\text{m}$. L'échantillon assemblé à 200 °C subit une faible augmentation de la taille de grain moyenne jusqu'à $100\ \mu\text{m}$. Ensuite, la taille de grain diminue, comme c'est le cas avec l'échantillon I1 ($250\ \text{°C}$) ayant une taille de grain moyenne de $46\ \mu\text{m}$, ou avec l'échantillon C ($50\ \mu\text{m}$, $300\ \text{°C}$).

Notons que les échantillons du cuivre proviennent d'un barreau qui a été étiré. Donc, le matériau de départ a été déformé et la quantité de dislocations à l'intérieur des grains était élevée. A 200 °C, les dislocations deviennent mobiles et provoquent une réorganisation de la

structure, ce qui peut justifier une légère augmentation de la taille de grain (100 μm à 200 $^{\circ}\text{C}$ contre 83 μm à l'initiale). C'est un phénomène de restauration.

Entre 200 et 250 $^{\circ}\text{C}$, il y a un changement de taille de grain dû à la recristallisation et qui conduit à l'obtention de grains plus petits (durcissement), et la quantité de dislocations ne fait que diminuer (adoucissement). Les deux phénomènes sont en compétition.

Tableau 2.4 Taille de grain moyenne des échantillons de cuivre assemblés à 20 min et 16 MPa. La mesure est effectuée à proximité de la zone de rupture.

Point	Température ($^{\circ}\text{C}$)	Taille de grain (μm)
J	-	83
G	200	100
II	250	46
C	300	50

2.5.2. Dureté

L'analyse EBSD est extrêmement précise et montre l'orientation cristalline des grains, mais coûte très cher d'où un nombre d'échantillons réduit. Les mesures de dureté, par indentation, sont beaucoup plus simples et ont, elles, pu être effectuées de manière systématique. Les essais d'indentation évaluent la "dureté" du matériau en mesurant la surface d'une empreinte (pyramidale, conique ou sphérique) laissée par un indenteur, sur lequel on a exercé une charge donnée. Les essais Vickers (pyramide à base carrée) et Brinell sont les plus couramment utilisés. Ici, nous avons effectué des essais Vickers.

2.5.2.1. Principe de la dureté Vickers

L'indenteur de l'essai Vickers est une pyramide en diamant à base carrée (voir image de gauche, Figure 2.17) dont les faces forment entre elles des angles de 136° . La dureté est le rapport de la force appliquée (en kgf)² sur la surface de contact (en mm^2), c'est-à-dire la pression moyenne dans le contact. L'épaisseur de l'échantillon doit être supérieure à 1,5 fois la diagonale des empreintes (soit environ 7,5 fois la profondeur d'enfoncement h) et la distance entre les centres de deux empreintes successives supérieure à 6 fois la diagonale pour éviter l'interaction entre celles-ci. Les résultats obtenus ont la dimension d'une pression, mais s'expriment dans une unité liée à la géométrie de l'indenteur qui s'écrit : H (pour *hardness*-dureté en anglais) suivi d'un caractère indiquant le type d'indenteur utilisé (V pour Vickers) [Pommier 2010].

² C'est une unité couramment utilisée qui vaut $1 \text{ kgf} = 9,80665 \text{ N}$

La dureté est calculée après l'essai, par mesure de la surface de l'empreinte qui a une forme carrée (cf. l'image de droite de la Figure 2.17), en fonction de la charge appliquée. On obtient la distance d (en mm) en effectuant la moyenne des diagonales d_1 et d_2 [ISO-6507-1 2005]:

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad (2.14)$$

La dureté Vickers (HV) est calculée à l'aide de la formule suivante :

$$HV = \frac{2P \cdot \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{g \cdot d^2} \quad (2.15)$$

avec P la charge appliquée en N et $g = 9.80665 \text{ m} \cdot \text{s}^{-2}$ l'accélération terrestre, donc cette équation peut être écrite :

$$HV \cong 0.189 \frac{P}{d^2} \quad (2.16)$$

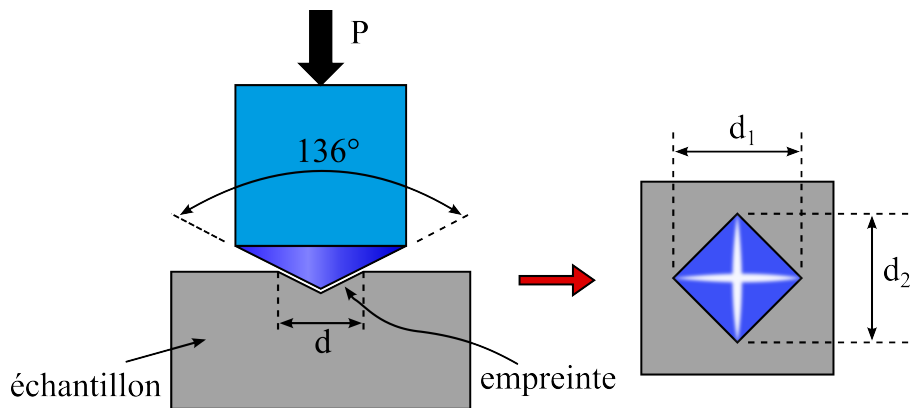


Figure 2.17 Indenteur type Vickers et empreinte type laissée par l'indenteur d'après [Blétry 2007]

2.5.2.2. Machine de mesure de la dureté

Les mesures de la dureté ont été effectuées à température ambiante en utilisant une machine, disponible au Laboratoire MATEIS, de type Shimadzu HSV 20 avec une charge de 5 kgf (= 49.033 N) exercé par l'indenteur sur l'échantillon. La machine est constituée une tourelle manuelle supportant un objectif de 10x et un indenteur Vickers. Le contrôle du test et l'affichage des valeurs se fait par un moniteur intégré dans la machine, la mesure des diagonales se fait à l'aide d'une caméra reliée à un écran.

Notons que les empreintes ont été faites à différents endroits sur une surface proche de la zone de rupture. Les valeurs données sont une moyenne de 10 empreintes pour chaque échantillon.

2.5.2.3. Résultats expérimentaux de la dureté et discussion

Le Tableau 2.2 présente les valeurs de dureté mesurées pour tous les échantillons. Pour l'échantillon vierge (point J) qui provient du barreau initial étiré, il y a énormément de dislocations : c'est donc un matériau qui est très dur mais qui est fragile. Sa dureté est de l'ordre de 108 Hv5³. On a mesuré une limite d'élasticité à 0.2 % très grande (356 MPa ; Tableau 2.2), une contrainte maximale peu différente (365 MPa) parce qu'on a peu d'écrouissage car on a déjà atteint la densité maximale de dislocation, et on a une faible ductilité. Pour un temps de collage long (20 min), l'échantillon assemblé à 250 ou à 300 °C est moins dur par exemple les points I1 ou G avec une dureté de 87 et 96 Hv5 respectivement. Ensuite l'échantillon assemblé à 200 °C est beaucoup moins dur que le point J (exemple : la dureté du point F qui est 97 Hv5). Ces résultats sont donc en bon accord avec les mesures EBSD présentées ci-dessus.

En plus, si on compare un cycle court (5 min) à 200 °C (point E), on voit qu'on a un phénomène d'adoucissement, c'est à dire que la contrainte maximale chute beaucoup (106 MPa). Le phénomène de restauration et de recristallisation est beaucoup plus rapide que ce qu'il devrait être parce qu'à 200 °C et 5 min il devrait être négligeable. Par exemple les traitements thermiques de restauration/recristallisation de cuivre sont effectués généralement à 400 °C pendant 30 min dans la littérature [Chen et al. 2001][Elmer et al. 2001]. On a une preuve de la présence d'une activité à basse température au niveau des mécanismes de restauration et de recristallisation.

2.5.3. Étude de l'effet du courant électrique sur la diffusion

2.5.3.1. Comparaison d'un collage par SPS et par presse classique

Nous voulons comparer le collage du cuivre par le SPS et par une presse classique (*Hot presse*). La différence entre ces deux machines est la suivante :

- Pour le SPS, comme on a vu au chapitre 1, la montée en température est assurée par un courant électrique
- Pour la presse classique, la montée en température est assurée par conduction des filaments qui entourent la matrice en graphite

³ l'unité Hv est une unité sans dimension physique, il s'agit de préciser que c'est la dureté Vickers (Hv), le 5 correspondant à la charge appliquée 5 kgf

Deux expériences ont été réalisées, l'une par la presse classique et l'autre par le SPS. Les échantillons de cuivre ont subi la préparation déjà décrite (polissage/nettoyage) avant l'assemblage. Les paramètres de chauffe des deux expériences, étaient comme suit : une température de 300 °C, un temps de palier de 20 min, une pression de 16 kN et une montée de 20 °C/min. Un vide primaire poussé est appliqué durant l'assemblage dans les deux machines.

Les deux barreaux assemblés par la presse classique se sont décollés juste après l'expérimentation. Tandis que les deux barreaux assemblés par le SPS ont supporté une contrainte maximale $\sigma_m = 223$ MPa en traction.

La comparaison entre la presse classique et le SPS met en évidence l'effet du courant électrique sur l'efficacité du collage. Par SPS, on arrive à avoir un collage cuivre/cuivre de manière assez efficace pour des cycles thermiques court et des températures faibles, tandis que dans la littérature le cycle thermique est beaucoup plus long par la presse classique (section 2.2). Ceci nous amène à penser que l'autodiffusion pourrait être accélérée par le passage du courant. Les phénomènes de diffusion assistés par le courant électrique ont été décrits dans la littérature [Adda & Philibert 1966]. D'après les observations préliminaires par l'EBSD et par indentation, on a également dû influencer le phénomène de restauration et de recristallisation.

2.5.3.2. Collage de cuivre/bronze

L'idée est ici de prendre un barreau de bronze (alliage cuivre/étain) et de le coller à un barreau de cuivre. Les compositions étaient différentes de part et d'autre du joint, on pourra évaluer la diffusion des espèces chimiques en analysant la composition après assemblage de part et d'autre du joint. De plus, en faisant varier l'ordre de l'assemblage (cuivre au-dessus du bronze ou l'inverse), nous allons chercher à observer un éventuel effet unidirectionnel du courant DC dans le SPS.

Donc on a pris un échantillon de bronze ayant la même dimension que celui de cuivre (barreau de diamètre 19 mm et une hauteur de 25 mm). Les échantillons ont subi la préparation déjà décrite (polissage/nettoyage) avant l'assemblage par SPS. Ensuite les échantillons ont été mis dans la matrice en graphite du SPS. Pour le premier essai, nous avons adopté la position 1 (cf. Figure 2.18), l'échantillon de bronze en bas et l'échantillon de cuivre en haut. Deux autres barreaux sont assemblés dans la configuration inverse (position 2). Le Tableau 2.5 présente les paramètres expérimentaux utilisés pour les deux manipulations (position 1 et 2).

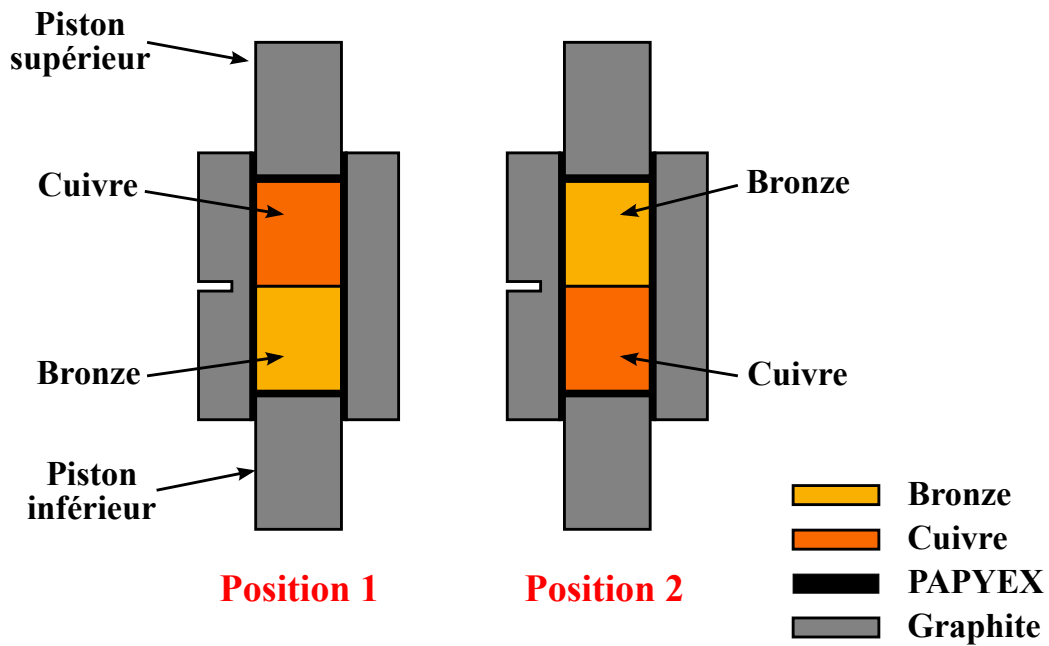


Figure 2.18 Illustration de l'échantillon de cuivre et l'échantillon de bronze placé dans la matrice de graphite avec les deux différentes positions

Tableau 2.5 Paramètres expérimentaux du collage du cuivre/bronze pour la position 1 & 2

Position 1 & 2	
Temps	20 min
Température	300 °C
Pression	16 MPa
Vitesse de montée	100 °C/min

La Figure 2.19 et la Figure 2.20 présentent les analyses EBSD réalisées sur 9 différentes zones des ces deux échantillons assemblés en position 1 et 2 respectivement, en rappelant que le chemin du courant électrique délivré par le SPS va du piston inférieur vers le piston supérieur. Les neuf zones sont composés de 4 zones dans le cuivre (1, 2, 3 et 4), une zone 5 à l'interface du cuivre/bronze et 4 zones dans le bronze (6, 7, 8 et 9). Le Tableau 2.6 montre la taille des grains moyenne correspondant à chaque zone de l'échantillon assemblé en position 1 et 2.

En prenant la taille des grains moyenne des 5 zones de cuivre (1, 2, 3, 4 et 5) pour la position 1 et 2, on aura en moyenne une taille des grains égale à 46.8 μm et 46.4 μm respectivement. Ces valeurs sont similaires à celles obtenues pour l'échantillon de cuivre assemblé avec les mêmes paramètres (cf. point C du Tableau 2.4).

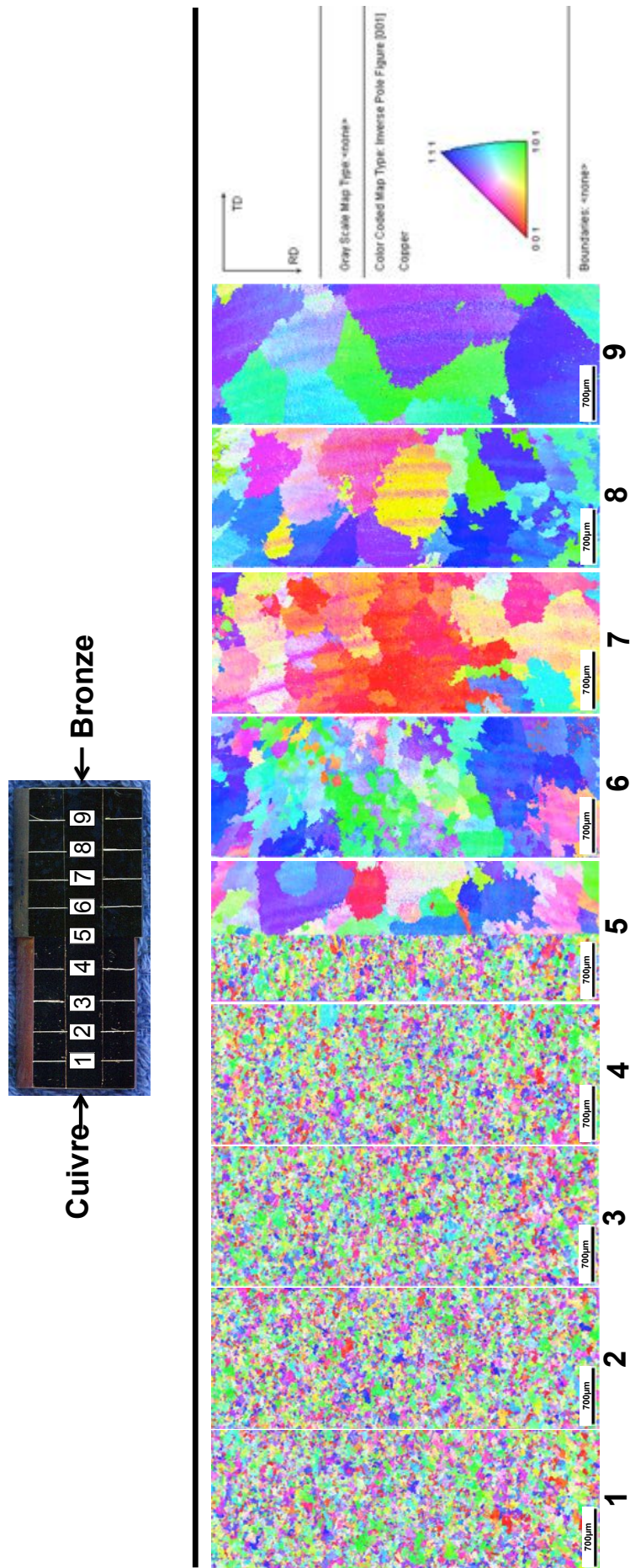


Figure 2.19 Photo et analyse EBSD de plusieurs zones pris de l'échantillon assemblé en Position 1

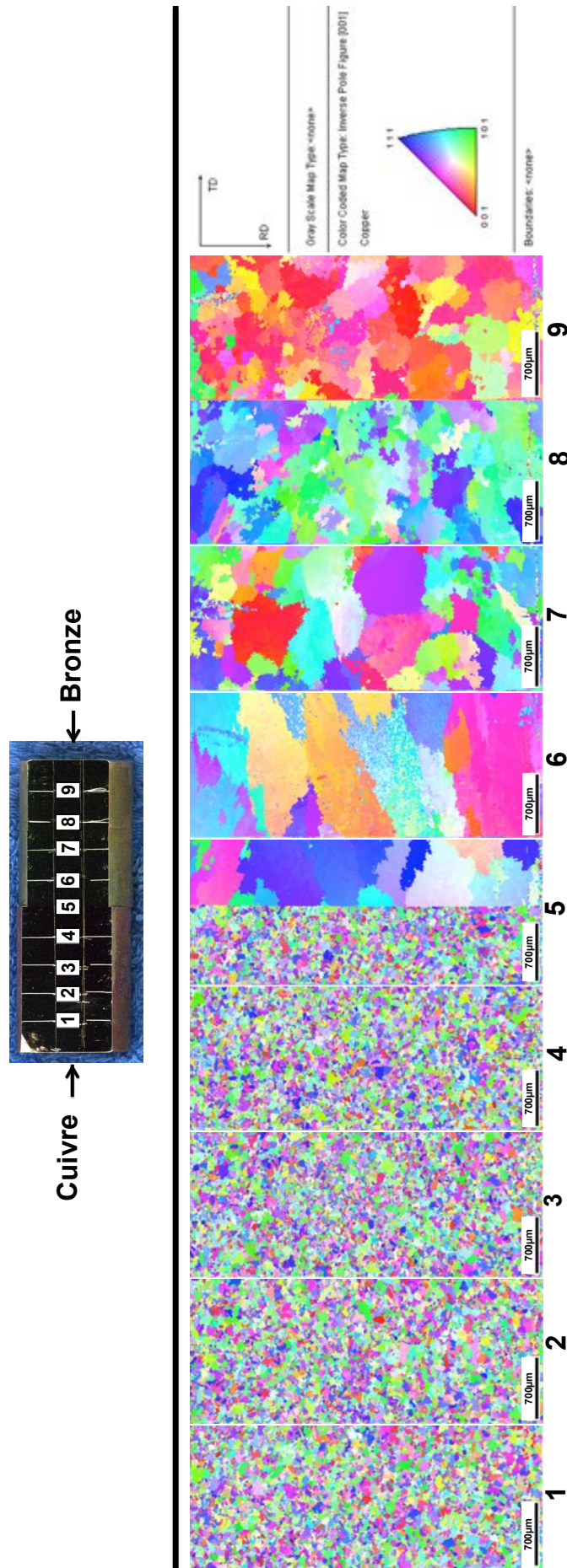


Figure 2.20 Photo et analyse EBSD de plusieurs zones pris de l'échantillon assemblé en Position 2

Tableau 2.6 Taille des grains moyenne de l'échantillon cuivre/bronze assemblé en position 1 et 2

Zone	Position 1	Position 2
	Taille des grains (μm)	Taille des grains (μm)
1	51	49
2	49	48
3	47	49
4	49	48
5 (Cuivre)	38	38
5 (Bronze)	421 ± 29	562 ± 56
6	459	856
7	665	471
8	799	326
9	1175	418

D'autre part, en prenant la taille des grains moyenne des 5 zones de bronze (5, 6, 7, 8 et 9) pour la position 1 et 2, on aura en moyenne une taille des grains égale à respectivement $703 \mu\text{m}$ et $526 \mu\text{m}$. Du côté bronze de la position 2, les zones 5 et 6 contiennent des gros grains ayant une forme allongée. On voit bien le phénomène de recristallisation par la variation de la taille des grains. Il y a donc une influence du sens du courant du SPS sur la taille des grains.

Pour avoir une idée sur le profil de diffusion, une microanalyse X de l'interface est nécessaire afin d'avoir une idée sur la composition de deux éléments. Commençons tout d'abord par décrire en quelques mots le principe de microanalyse X.

2.5.3.3. Principe de la microanalyse X

Dans un microscope électronique à balayage, un échantillon est bombardé par un faisceau d'électrons d'énergie comprise entre 10 à 40 keV. L'impact provoque l'émission de rayons X caractéristiques des éléments constituant l'échantillon. L'émission X émergente provient d'un volume d'interactions électrons-échantillon appelé poire d'interaction. La résolution spatiale de l'analyse est de l'ordre du micron. La microanalyse X (EDX ; *Energy dispersive X-Ray analysis*) permet donc une analyse élémentaire, par détection des raies caractéristiques X des éléments en présence [Faerber 2004].

Nous avons utilisé un microscope électronique à balayage environnemental de type ESEM FEG XL20 de la compagnie FEI opérant à 30 keV et équipé du système EDX. Ce microscope est disponible au CLYM (Centre LYonnais de Microscopie).

2.5.3.4. Résultats de la microanalyse X

La Figure 2.21 présente une photo de l'interface cuivre/bronze de l'échantillon assemblé en position 1 (Cuivre en haut et bronze en bas), réalisée au MEB. Une microanalyse X a été faite sur une ligne de 30 points au travers de l'interface, pour déterminer le pourcentage massique de chacun des deux éléments. Nous avons donc effectué une analyse tous les microns environ.

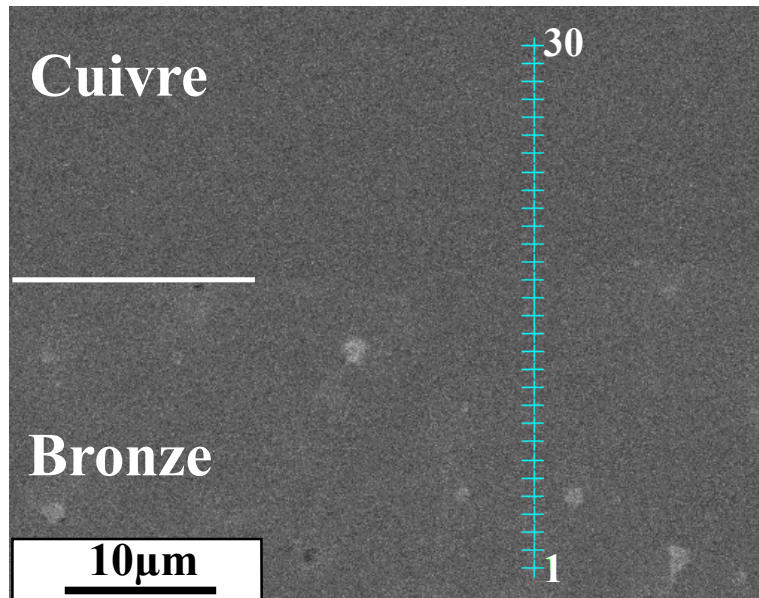


Figure 2.21 Photo ESEM de l'interface Cuivre/Bronze de l'échantillon assemblé en position 1. Les croix de l'EDX sont numérotées de 1 à 30

Le pourcentage en masse des éléments Sn et Cu pour les 30 points est présenté dans le Tableau 2.7. L'interface de cuivre/bronze est sur le point 18. Le coefficient de diffusion de l'étain dans le cuivre à cette température est de $7.33 \times 10^{-22} \text{ m}^2/\text{s}$ [Landolt-Börnstein 1990]. Ainsi pour le temps de traitement thermique utilisé, la distance de diffusion maximale serait de 1 nm. Il convient cependant de souligner que ce calcul de diffusion a été réalisé pour une température de 300 °C avec des constantes déterminées à plus haute température.

La composition moyenne de l'étain pour un barreau de bronze vierge (pas de traitement thermique par SPS) est de l'ordre de 12.7 % en masse de Sn. Dans le cas où le bronze est assemblé au cuivre par SPS, on voit qu'on a un étalement de l'interface de l'ordre de 2 à 3 μm (point 16 à 19 du Tableau 2.7). Cela implique que la diffusion réelle n'est pas du tout du même ordre de grandeur que la diffusion calculée (1 nm). Ce phénomène de l'étalement de l'interface montre que la diffusion est accélérée dans le SPS.

Tableau 2.7 Résultats de microanalyse X montrant le % en masse d'étain et de cuivre des points 1 à 30 (**Figure 2.21**) Le point 18 est situé sur l'interface. La présence d'étain dans le cuivre (points 21 à 30) peut être attribuée à une imprécision de mesure

Masse %			Masse %		
Point	SnL	CuK	Point	SnL	CuK
1	25.74	74.26	16	5.35	94.65
2	17.52	82.48	17	5.03	94.97
3	15.11	84.89	18	5.2	94.8
4	16.3	83.7	19	4.73	95.27
5	20.54	79.46	20	1.38	98.62
6	12.65	87.35	21	0	100
7	10.53	89.47	22	0.69	99.31
8	9.68	90.32	23	0.78	99.22
9	9.55	90.45	24	0.9	99.1
10	9.65	90.35	25	0.76	99.24
11	9.7	90.3	26	0.35	99.65
12	9.84	90.16	27	0.72	99.28
13	9.89	90.11	28	0.69	99.31
14	8.56	91.44	29	0.78	99.22
15	6.67	93.33	30	0.7	99.3

2.5.4. Collage du cuivre isolé électriquement

Nous venons de voir que le courant électrique semble avoir un effet primordial sur le collage. Dans un assemblage tridimensionnel (présenté dans le chapitre 3), la structure à assembler comporte des couches isolantes, en particulier le DBC. Après avoir fait le collage sur des conducteurs seuls, essayons maintenant de faire le collage sur des conducteurs et des isolants électriques. La qualité du collage restera-t-elle la même dans le cas des conducteurs isolés?

Pour répondre à cette question, deux barreaux de cuivre et deux disques d'AlN sont utilisés pour étudier un collage de cuivre isolé électriquement. Les échantillons de cuivre ont subi la préparation déjà décrite (polissage/nettoyage) avant l'assemblage. La Figure 2.22 présente une illustration des deux échantillons de cuivre dans la matrice en graphite du SPS. Deux disques d'AlN, ayant chacun une épaisseur de 1.27 mm, ont été mis entre l'échantillon de cuivre et l'électrode du SPS de chaque côté pour empêcher le passage du courant dans le cuivre. Afin d'être sûr que le courant ne passe pas sur le côté, un adhésif Kapton (HB 830) d'épaisseur 70 μm [Hi-Bond] est mis sur la feuille de graphite (PAPYEX) qui entoure les échantillons de cuivre.

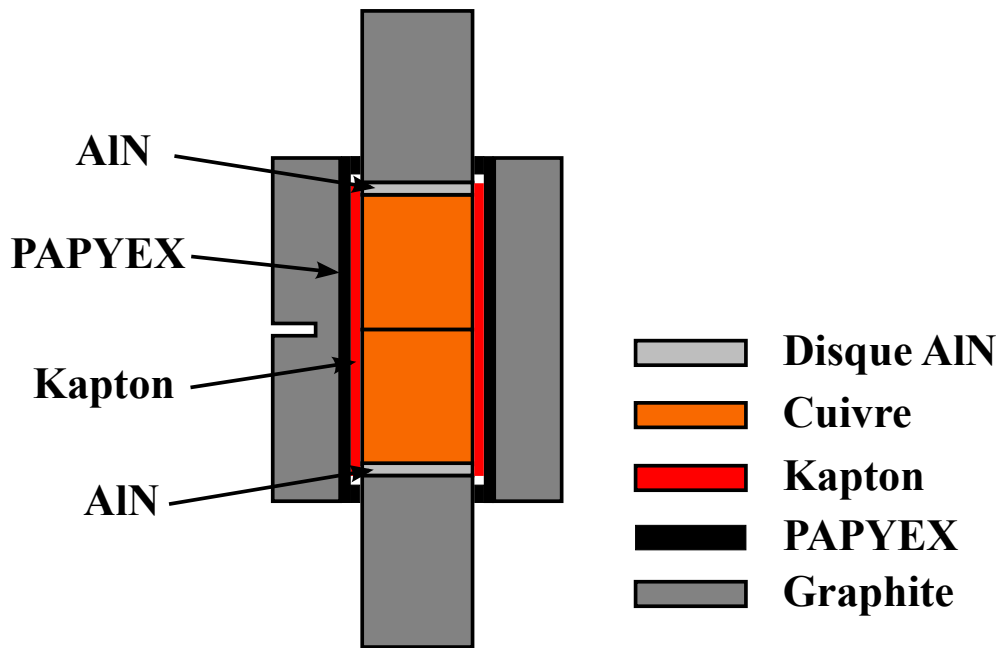


Figure 2.22 illustration des deux échantillons de cuivre mis dans la matrice sous la présence d'un disque d'AlN

Le Tableau 2.8 présente les paramètres expérimentaux suivis pour les trois facteurs (t , T et P) avec une vitesse de chauffe de 100 °C/min , et les résultats du test de traction. La contrainte maximale est de 231 MPa , proche de celle obtenue pour les échantillons de cuivre assemblés sans les disques d'AlN (cf. point B du Tableau 2.2) qui est égale à 239 MPa .

Tableau 2.8 Paramètre expérimental de l'échantillon cuivre isolé avec les résultats du test de traction

Δt (min)	T (°C)	P (MPa)	$R_{e0.2}$ (MPa)	ε (%)	σ_m (MPa)	ε_v (%)	σ_v (MPa)
20	300	77	140	60	231	49	376

On peut dire qu'on a un bon collage même au travers d'un isolant électrique. Cette expérience semble conclure à l'absence d'effet du courant électrique, puisqu'un échantillon isolé et un échantillon très conducteur (cuivre pur) sont collés de la même façon. Cependant, la comparaison effectuée dans la section 2.5.3.1 entre la presse SPS et une presse classique avait conclu à des collages de qualité très différente. Le collage effectué par SPS est de très bonne qualité, mais ses mécanismes restent mal connus. Cela montre néanmoins que la méthode peut s'appliquer à des structures conductrices isolées. Ces observations surprenantes sont néanmoins cohérentes avec d'autres observations : le SPS est utilisé la plupart du temps pour le frittage des céramiques (donc généralement des isolants électriques) et le frittage est bien plus efficace que dans le cas d'un frittage classique.

2.6. Conclusion

Dans ce chapitre un collage de cuivre/cuivre par une technique récente le « *Spark Plasma Sintering* » (SPS) est étudié sans additif. Trois facteurs expérimentaux (le temps Δt , la température T et la pression P) ont été investigués pour étudier leur effet sur la tenue mécanique du collage. Tout d'abord, un test de traction a été fait sur des éprouvettes de cuivre, provenant des échantillons de cuivre assemblés, permettent d'obtenir l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation de chaque éprouvette.

Ensuite, un plan d'expériences avec un intervalle de variation limité des trois facteurs (5-20 min, 200-300 °C, et 16-77 MPa) évaluant leurs effets ainsi que les effets de leur combinaison sur le test de traction, a été décrit brièvement. Il a été montré que l'effet du temps et l'effet conjugué du temps et de la température sont des paramètres significatifs.

Les résultats obtenus, analysés par une caractérisation de la microstructure par l'EBS « *Electron BackScattered Diffraction* » montrent qu'il y a un phénomène de restauration et de recristallisation. On arrive à avoir un collage de cuivre de manière assez efficace pour des cycles thermiques courts et des températures faibles.

Une comparaison entre la presse classique et le SPS met en évidence l'effet du courant électrique sur l'efficacité du collage. Un assemblage de cuivre/bronze montre l'effet du courant du SPS sur le collage, avec une influence sur la diffusion, ainsi que sur la microstructure des échantillons.

Finalement, une étude du collage pour un cuivre isolé électriquement a été faite. Deux échantillons en cuivre, isolés électriquement on été assemblés et offrent une bonne tenue mécanique. On a un effet du SPS qui est clair, avec ou sans isolant électrique, par rapport à des techniques plus classiques. Nos analyses n'ont cependant pas permis d'identifier clairement les mécanismes de collage, et notamment l'effet exact du courant électrique sur ceux-ci.

Les échantillons isolés électriquement, qui s'approchent des structures finales que nous voulons réaliser (DBC/micropoteaux/puces) nous ont cependant permis de montrer que le collage SPS devrait pouvoir être appliqué à des modules de puissance tridimensionnels. Le chapitre suivant est consacré à la réalisation et à l'assemblage de ces modules.

Chapitre 3

Chapitre 3.

Mise en œuvre de la technologie « micropoteaux »

3.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons la structure 3D qui fait appel au collage cuivre/cuivre décrit dans le chapitre précédent. Cette structure est basée sur la croissance électrolytique d'une matrice de micropoteaux de cuivre sur une puce de puissance qui est ensuite assemblée entre deux substrats DBC.

Dans un premier temps, nous présentons les étapes technologiques nécessaires à la réalisation d'un assemblage complet, en cherchant à développer une approche « collective », dans laquelle l'unité de travail est le wafer et non la puce.

Une des difficultés auxquelles nous avons été confrontés lors de l'assemblage est la force minimale très élevée qu'exerce la presse SPS utilisé au chapitre 2. Différentes solutions pour contourner ce problème pratique seront présentées ici : utilisation d'un dispositif de reprise de charge, d'une autre presse SPS, ou d'un autre équipement (four RTA avec système de pression).

Différentes caractérisations ont été effectuées sur les assemblages obtenues (cisaillement, rayons X, microscopie acoustique ...).

Enfin, nous présentons la réalisation d'un démonstrateur destiné à la mesure fine de la répartition du courant et de la température dans la structure 3D. Ce démonstrateur fait partie du projet ANR ECLIPSE, qui vise à comparer les performances de différentes structures de modules tridimensionnels.

3.2. Présentation de la structure proposée

Nous avons rappelé la structure 3D proposée par Ludovic Ménager dans le chapitre 1. Il s'agit de réaliser le contact entre les micropoteaux de cuivre et le DBC par l'interdiffusion métallique d'un alliage étain-cuivre. Dans ce chapitre, nous proposons de réaliser le contact par collage direct de cuivre, sans aucun additif. Au départ, la structure 3D proposée est censée avoir les micropoteaux de deux côtés de la diode mais pour des raisons techniques de réalisation (manque de moyens d'insolation double face notamment), cette structure sera limitée à des micropoteaux du côté supérieur de la puce seulement (Figure 3.1). Le côté

inférieur de la diode est laissé nu (sans brasure) et l'assemblage de la diode se fait directement entre la métallisation argent de la puce et le cuivre du DBC.

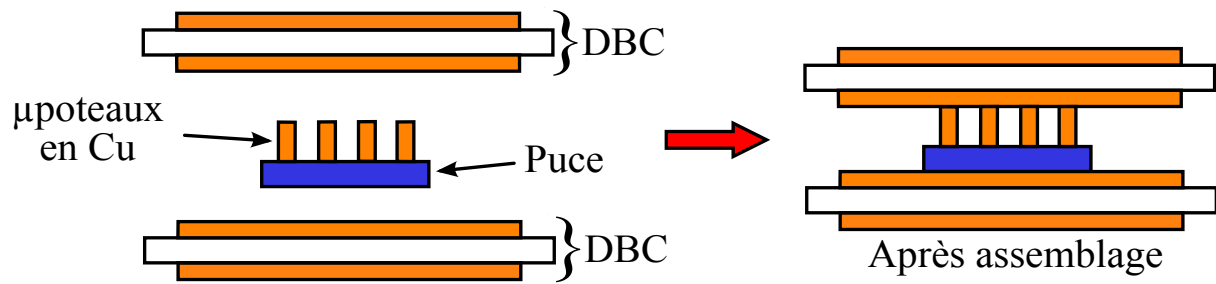


Figure 3.1 Photo de la structure proposée

3.2.1. Choix de la forme et la dimension des micropoteaux

Pour choisir la forme et la dimension des micropoteaux, un masque de test a été réalisé. Il a permis d'optimiser une structure définitive pour servir à la croissance de ces micropoteaux. Plusieurs motifs sont présents sur ce masque : deux formes différentes (carré, rond) et différentes largeurs ou diamètres (50, 100, 300, 600 et 900 μm). Dans chaque cas, l'espace entre les motifs est de 300 μm . La Figure 3.2 présente une photo du masque de test utilisé.

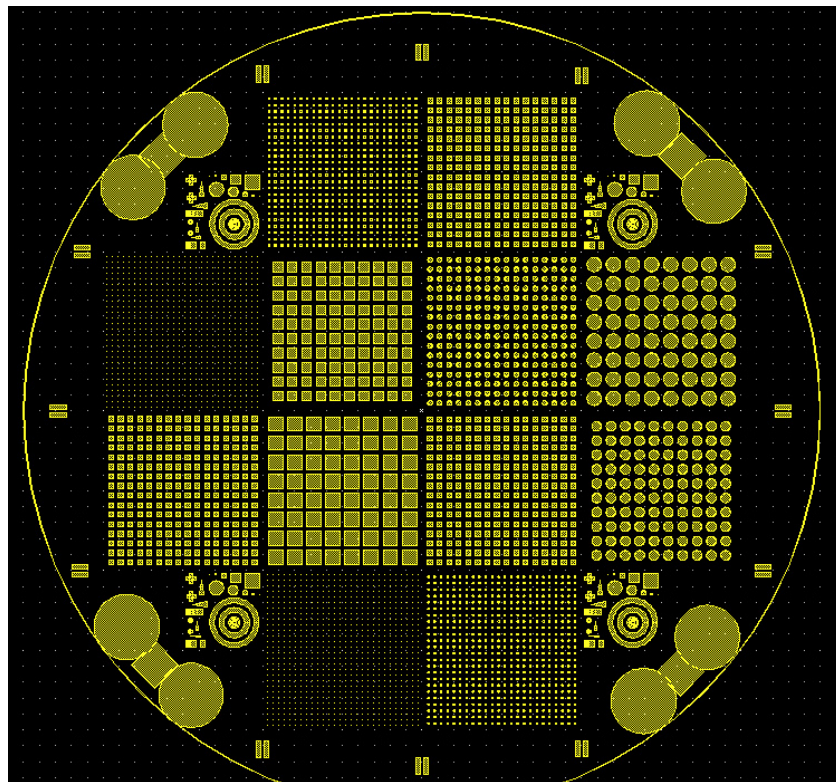


Figure 3.2 Photo du masque de test contenant des motifs carré et cercle de différentes dimensions : 50, 100, 300, 600 et 900 μm . Ce masque a servi aux essais préliminaires effectués sur des wafers de silicium bruts de deux pouces de diamètre.

Les motifs de ce masque sont gravés sur un film photosensible avec des étapes technologiques spécifiques. Ces étapes seront discutées plus loin. Nous obtenons des motifs, carré et rond avec une largeur ou diamètre de 300, 600 et 900 μm , de manière fiable mais le problème est que plus les micropoteaux sont fins, moins il y a de surface de poteaux par surface de wafer (moins de surface efficace). Nous verrons par la suite que nous avons des problèmes de pression trop importante durant l'assemblage, ce qui nécessite d'avoir des micropoteaux de forte section malgré une perte au niveau de la souplesse de l'assemblage.

Pour faciliter le travail et dans le but d'étudier simplement le collage du cuivre (micropoteaux/DBC), nous avons choisi, dans toutes les études présentées dans ce chapitre, une section carrée des micropoteaux de dimension 900 μm x 900 μm . En tenant compte de l'espacement de 300 μm entre les micropoteaux, cette valeur nous permet en effet de maximiser la surface de contact.

3.3. Traitement du wafer

Ce qui suit concerne la préparation de la puce à l'assemblage 3D. Nous présentons ces étapes qui ont été faites sur des morceaux de wafer silicium. Ces morceaux proviennent d'un wafer de 6 pouces (150 mm de diamètre) fourni par *Microsemi*. Ce wafer de diodes fonctionnelles (taille de chaque diode 6x6 mm²) nous a été fourni avant sciage, ce qui nous a permis d'en découper nous même des morceaux (en utilisant la scie disco DAD 3220 disponible à l'INL). Chaque morceau contient 25 diodes (5x5) et sa surface est de 30 x 30 mm². Cette solution permet de disposer de nombreux échantillons (plusieurs dizaines) sans pour autant nécessiter trop de wafers et tout en travaillant de manière collective, comme on le ferait avec des wafers complets. La référence des diodes est APT60D60D et leur calibre est 600 V – 60 A. Les diodes possèdent de manière classique une métallisation en aluminium du côté supérieur et une métallisation en argent du côté inférieur.

3.3.1. Préparation du wafer pour le dépôt

Toutes les étapes utilisées ci-après, sont basées sur les travaux de Ludovic Ménager [Ménager 2008]. Avant de procéder au dépôt électrolytique des micropoteaux, la partie supérieure de chaque morceau de wafer doit être recouvert d'une couche d'accroche qui sert d'électrode pour faire croître les micropoteaux en cuivre. Il s'agit d'une mince couche de titane (Ti) / cuivre (Cu) (25 nm / 300 nm respectivement). Ces couches ont deux rôles :

- adapter la métallisation des puces (aluminium) au cuivre des micropoteaux
- assurer l'interconnexion de toutes les puces pour l'étape d'électrodéposition

Cette couche d'accroche a été réalisée par pulvérisation cathodique au laboratoire LAPLACE à Toulouse. Le titane est utilisé comme une couche d'adhérence et le cuivre est utilisé comme une couche conductrice pour l'étape d'électrodéposition (cf. étape 1 de la Figure 3.4). Une seconde étape consiste à laminer un film photosensible sec (de type PM275 Riston, [DuPont]) qui est composé d'une résine polymère photosensible. Ce film est principalement utilisé dans l'industrie électronique, pour réaliser les pistes des circuits imprimés [Kukharenska et al. 2003].

Le film photosensible utilisé a une épaisseur de 75 μm et une résolution nominale de 50 μm . Au départ, il est pris en sandwich entre une feuille de protection en polyéthylène et une feuille en polyester. Il est utilisé comme moule pour la croissance pour les raisons suivantes :

- le procédé nécessaire pour faire des moules est simple (laminage, exposition et développement)
- une grande robustesse dans le bain acide
- un faible coût
- peu d'effet de bord sur les échantillons non circulaires

Une poche a été usinée dans une plaque de PCB pour maintenir le morceau de wafer. Cette plaque va servir de support isolé électriquement pour l'étape d'électrodéposition. Un feuillard de cuivre (*Gould JTCHE* grade 3, épaisseur 35 μm) est utilisé pour fournir le courant d'électrodéposition au morceau de wafer (Figure 3.3). Ce feuillard est réalisé par une gravure chimique, et assure une répartition uniforme du courant à la surface du wafer.

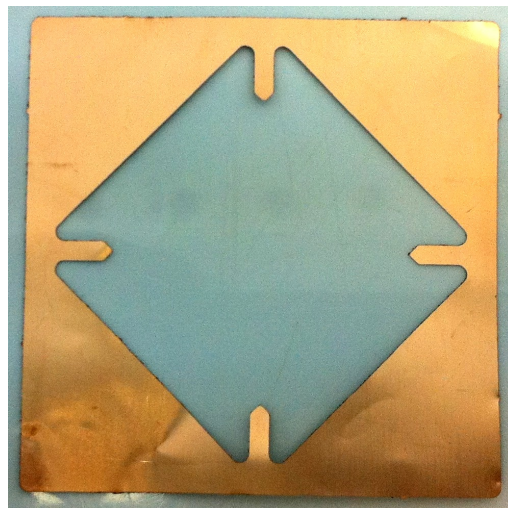


Figure 3.3 Photo du feuillard de cuivre obtenu par gravure chimique

Le film photosensible est ensuite laminé sur l'ensemble {support/morceau de wafer/feuillard}. Tout d'abord, la feuille de polyéthylène est retirée. Le film photosensible est déposé à l'aide d'une lamineuse sur l'ensemble avec une température de 110 $^{\circ}\text{C}$ environ (cf.

étape 2 de la Figure 3.4). Il faut noter que le film photosensible assure le maintien de l'ensemble et assure par compression le contact électrique. Ensuite, le film est exposé à une source d'UV à travers un masque pour assurer la polymérisation sélectionnée (cf. étape 3 de la Figure 3.4).

Au final, la feuille de polyester est décollée et le film est développé dans une solution de carbonate de sodium à 1 % (5 g de Na_2CO_3 dilué dans 500 ml d'eau déionisée) avec un système de jet rotatif pendant 150 s environ et avec une température de la solution de 30 °C. Le type négatif du film photosensible provoque la dissociation de la partie non insolé lors du développement. Des fils d'amenée de courant sont soit soudés par un fer à souder sur le feuillard de cuivre soit collés par une colle epoxy conductrice (de type Epotek E4110), et isolés par une colle de protection (de type Araldite 2011A) de façon à éviter le dépôt de cuivre sur l'amenée de courant (cf. étape 4 de la Figure 3.4). La Figure 3.5 présente le morceau de wafer de 25 diodes en format initial (partie gauche) et de son format final avant l'électrodéposition (partie droite). Il faut noter que les quatre diodes périphériques sont sacrifiées pour assurer le contact avec le feuillard de cuivre. Parmi les 25 diodes, seules 21 diodes reçoivent les micropoteaux sur leur face supérieure.

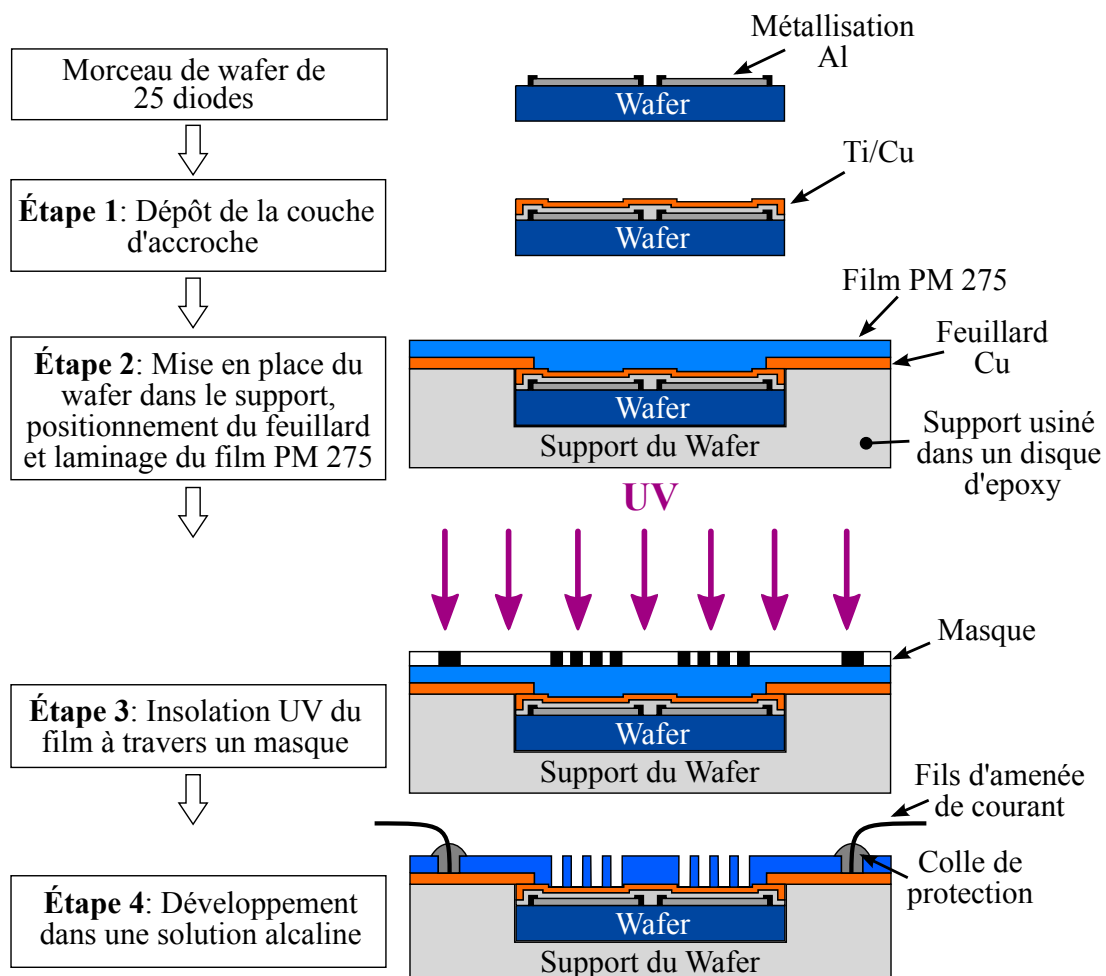


Figure 3.4 Étapes de préparation du wafer pour un dépôt électrolytique

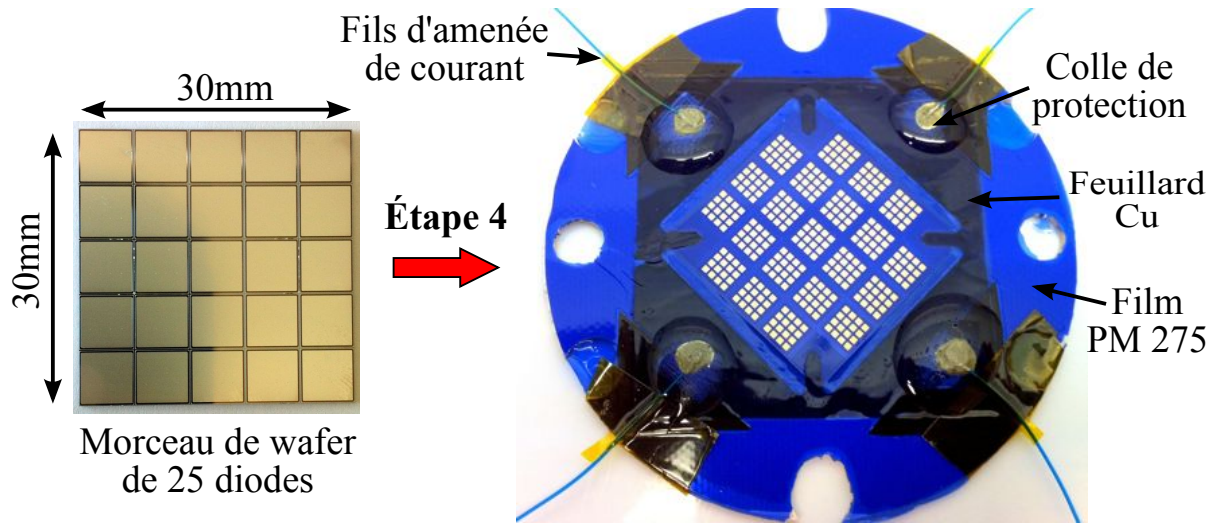


Figure 3.5 Photo du wafer vierge et de son étape 4 du Figure 3.4

3.3.2. Procédé d'électrodéposition

Une cellule électrolytique a été développée pour réaliser l'électrodéposition des micropoteaux de cuivre sur les diodes. Ce dispositif expérimental nécessite peu de matériel, en l'occurrence une source de courant (Keithley 2602A), une plaque magnétique, deux agitateurs magnétiques, un bécher, un support permettant de fixer les électrodes horizontalement, une anode en cuivre et une solution électrolytique (Figure 3.6). L'anode est constituée de cuivre sans oxygène, la distance entre l'anode et l'ensemble est de 30 mm environ.

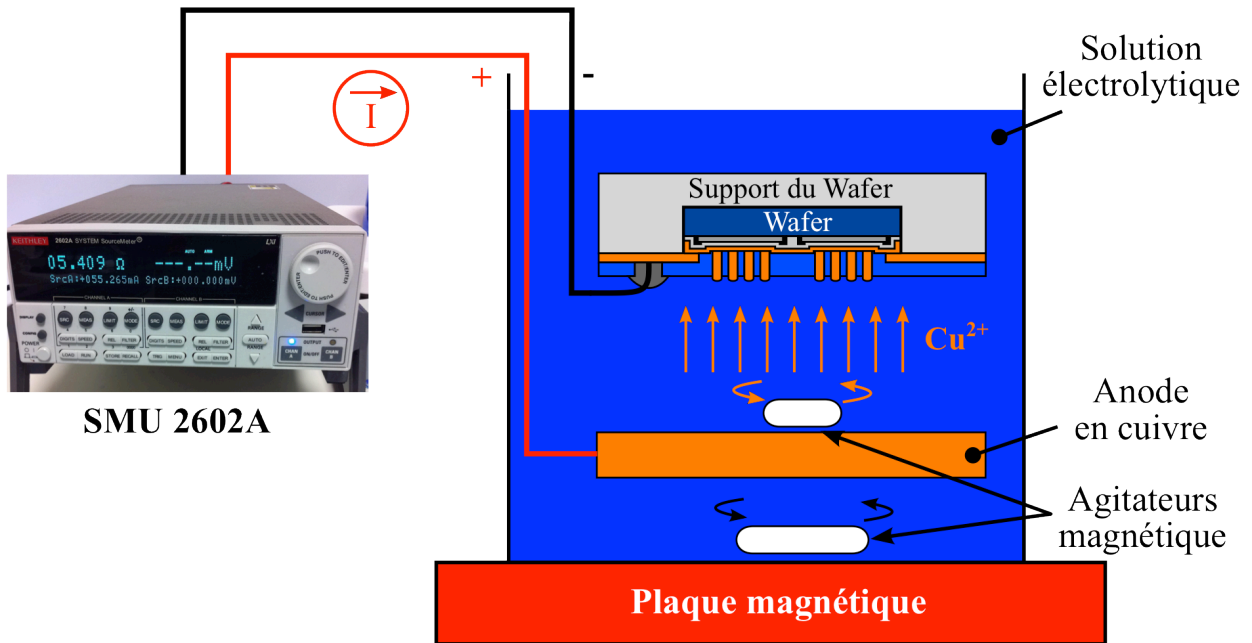


Figure 3.6 Disposition expérimental d'électrodéposition

La solution électrolytique est une solution acide qui est composée de sulfate de cuivre pentahydraté (220 g/l), d'acide sulfurique (32 ml/l), d'acide chlorhydrique (0,2 ml/l), et des agents brillanters et nivelants (2 ml/l de *Rubin T200-A*, 8 ml/l de *Rubin T200-G* et 2 ml/l de *Rubin T200-E*).

Ludovic Ménager a effectué l'électrodéposition de ces micropoteaux à température ambiante et avec une densité de courant de 10 mA/cm². Comme dans notre cas, il s'agit d'une nouvelle expérimentation, (les travaux de Ludovic Ménager avaient été menés au laboratoire LAPLACE alors que nous avons effectué la croissance au laboratoire Ampère), nous avons refait une gamme d'expériences pour vérifier le choix de la densité du courant. Grâce aux travaux décrits dans la section 3.2.1, plusieurs croissances avec plusieurs densités de courant ont été faites. La Figure 3.7 présente deux photos MEB des micropoteaux réalisés avec deux densités de courant différentes : (a) de 10 mA/cm² et (b) de plus de 30 mA/cm². Nous avons trouvé que la qualité du dépôt est meilleure à 10 mA/cm² qu'à plus de 30 mA/cm². En conséquence, l'électrodéposition des micropoteaux de cuivre sur les diodes se fait dans ce qui suit avec une densité de courant de 10 mA/cm².

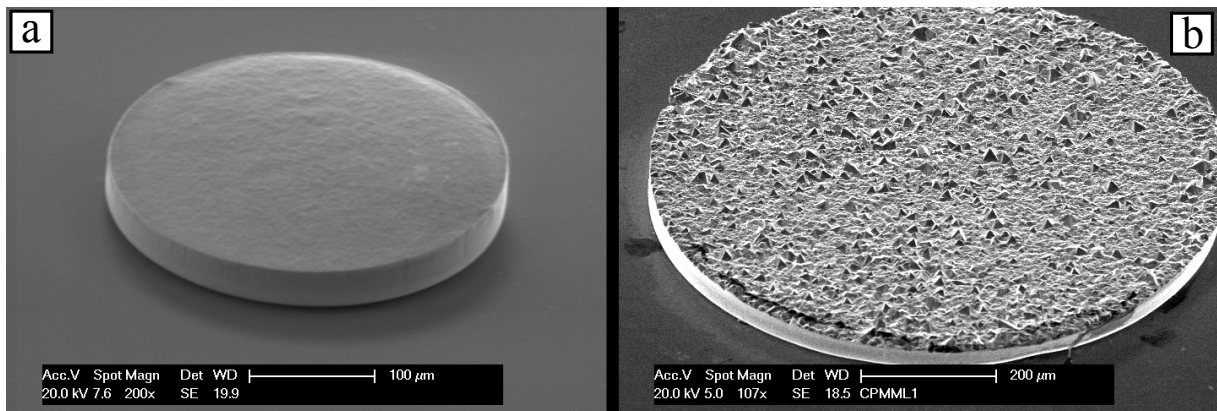
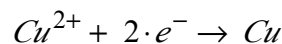


Figure 3.7 Photos MEB des micropoteaux de forme rond réalisés avec une densité de courant (a) de 10 mA/cm² et (b) de plus de 30 mA/cm²

La polarisation des électrodes va provoquer l'arrachement des atomes devenues ions de cuivre (Cu²⁺) de l'anode qui vont migrer vers la cathode, ils sont ensuite neutralisés par les électrons fournis par la cathode (le wafer monté dans son support) et ils se déposent sur celle-ci sous forme d'un métal suivant la réaction chimique :



L'agitation de la solution est nécessaire pour homogénéiser le dépôt au maximum, d'où l'utilisation de deux agitateurs magnétiques. Le taux de croissance expérimental des micropoteaux est linéaire avec une valeur de 12 µm/h environ, pour la densité de courant choisie [Ménager 2008]. Cette valeur est plus importante que le taux de croissance des métaux déposés par pulvérisation cathodique ou par évaporation. Le temps de dépôt minimal

a été fixé à 7 h. A noter que le taux de croissance peut être augmentée de façon à s'adapter à un temps de dépôt plus court, en augmentant la densité de courant. Cela a néanmoins pour conséquence un dépôt de qualité moindre (comme exposé précédent). Le temps de dépôt permet d'obtenir des micropoteaux légèrement plus hauts que l'épaisseur du film photosensible ($75\ \mu\text{m}$) mais cette hauteur varie de façon non négligeable selon la position sur le wafer malgré l'agitation du bain et la symétrie des amenées de courant. Un polissage mécanique des micropoteaux est donc nécessaire pour obtenir une surface plane présentant des micropoteaux de même hauteur, afin d'assurer un bon contact entre les micropoteaux et le substrat DBC.

3.3.1. Polissage coplanaire et découpe

Après l'électrodéposition, le morceau de wafer est séparé au scalpel de l'ensemble tout en gardant le film sur son côté supérieur (cf. étape 5 Figure 3.8). Pour avoir un polissage homogène de tous les micropoteaux, une polisseuse de type Logitech PM 5 (disponible au laboratoire LAAS à Toulouse) a été utilisée. Elle assure un polissage « coplanaire » (cf. étape 6 Figure 3.8) : le morceau de wafer est fixé sur un support de verre par une cire. Il est ensuite poli avec une suspension d'alumine de taille des particules de $3\ \mu\text{m}$ et une vitesse de rotation du plateau de 50 tours/min. L'épaisseur de matériau retirée est contrôlée par la polisseuse (comparateur).

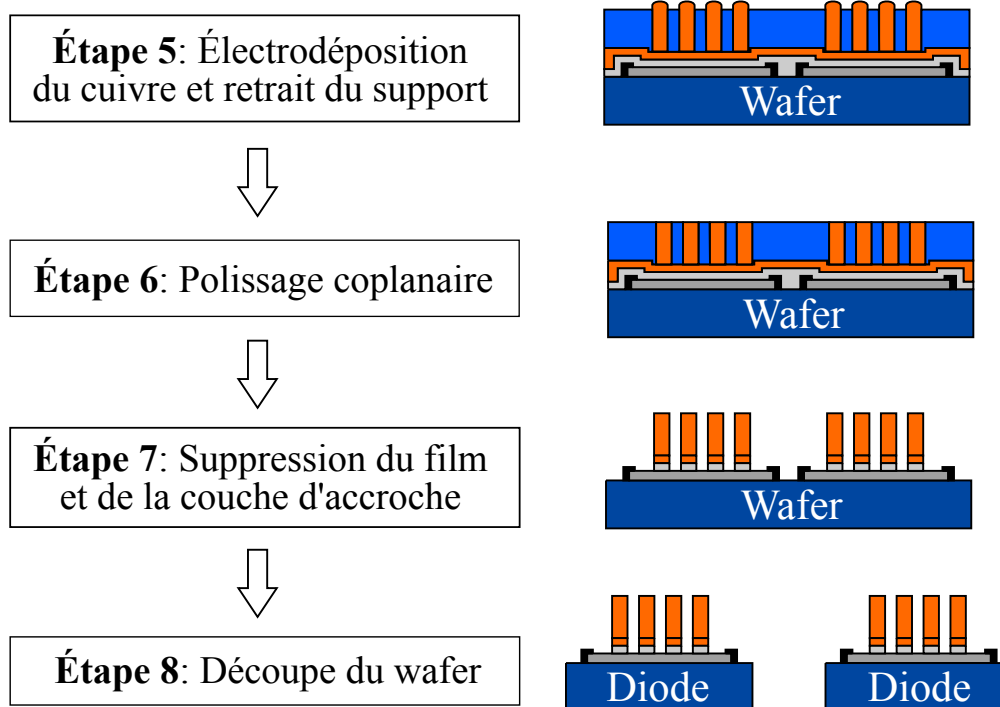


Figure 3.8 Étapes qui suivent le dépôt électrolytique

L'étape suivante consiste à retirer le film photosensible dans de l'acétone (cf. étape 7 Figure 3.8). Lors de la préparation du wafer (cf. étape 1 de la Figure 3.4), celui-ci avait reçu un dépôt d'une couche titane/cuivre par pulvérisation sur toute sa surface, afin de relier toutes les diodes ensemble pour l'étape d'électrodéposition. Il faut maintenant retirer cette couche (sauf sous les micropoteaux) de façon à ne pas court-circuiter les protections périphériques des diodes. Pour éviter de court-circuiter ces protections, la couche d'accroche (Ti/Cu) est supprimée comme suit (cf. étape 7 Figure 3.8) :

- la couche de cuivre a été éliminée dans une solution de type *APS Copper Etchant* (environ 1 min)
- la couche de titane a été éliminée par une solution diluée à 5 % d'acide fluoridrique (environ 1 s).

Finalement, le morceau de wafer est découpé en des diodes séparées, à l'aide d'une machine de type *Disco dicing saw* (cf. étape 8 Figure 3.8).

La Figure 3.9 présente, dans sa partie gauche, le morceau de wafer après l'électrodéposition (à l'étape 5) et la partie droite présente une diode découpée avec les micropoteaux sur son côté supérieur.

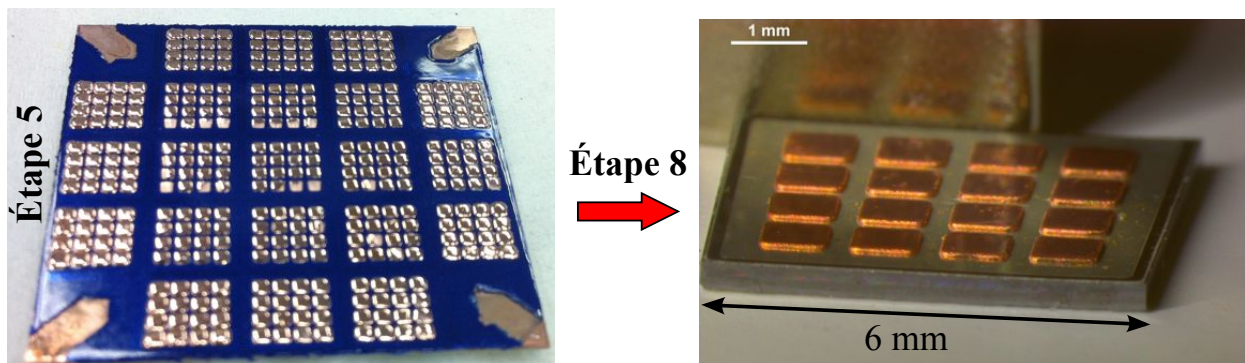


Figure 3.9 Photo du wafer lors de son étape 5 et une photo de la diode découpée avec les micropoteaux sur son côté supérieur (étape 8) du **Figure 3.8**

La Figure 3.10 présente deux cartographies des mesures de profil réalisées par un profilomètre mécanique de type Dektak 150 : (a) l'une concerne un morceau de wafer après l'électrodéposition et (b) l'autre concerne le même morceau après le polissage coplanaire. Notez que pour ce morceau de wafer, la partie bleue de la Figure 3.10 ne concerne pas le film photosensible ; ce dernier a été supprimé juste après l'électrodéposition pour mesurer la hauteur des micropoteaux. Nous pouvons voir l'inhomogénéité de la hauteur des micropoteaux après l'électrodéposition (malgré l'agitation de la solution électrolytique) (Figure 3.10 a) et cela montre qu'il est nécessaire de faire un polissage coplanaire pour avoir une hauteur régulière (Figure 3.10 b).

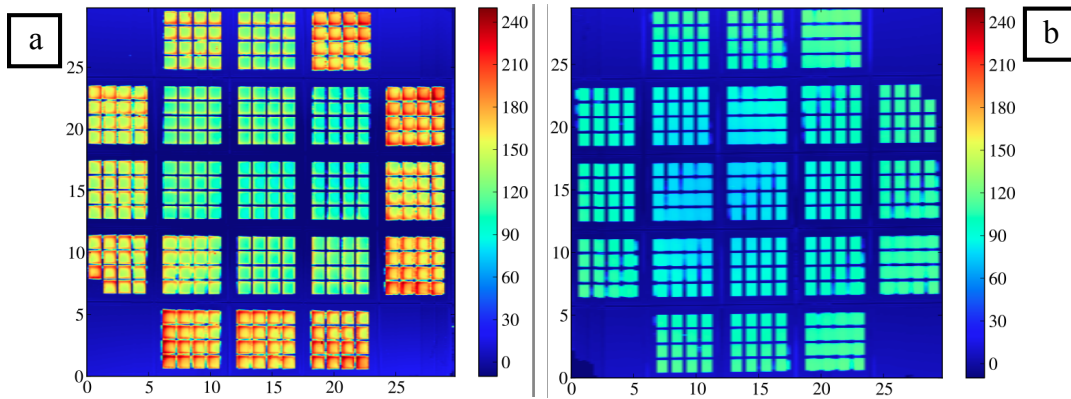


Figure 3.10 Cartographie des mesures par profilomètre du wafer (a) avant et (b) après le polissage coplanaire. Notez que dans le cas de ce wafer, nous avons utilisé deux épaisseurs de film PM275 ($2 \times 75 \mu\text{m}$) pour obtenir des micropoteaux un peu plus hauts, d'où une hauteur après dépôt pouvant atteindre $200 \mu\text{m}$, pour arriver après planarisation à $80\text{-}90 \mu\text{m}$

3.4. Assemblage et limitation de la pression appliquée

3.4.1. Étude de collage sur un DBC

Tout d'abord, nous avons commencé à étudier le collage par SPS sans la puce au milieu des DBCs (Figure 3.11). Il s'agit de déposer les micropoteaux par électrodéposition sur l'un des deux substrats DBC. La réalisation des micropoteaux a été faite avec les étapes technologiques décrites dans la partie précédente. Une matrice de 8×8 micropoteaux ($900 \mu\text{m} \times 900 \mu\text{m}$) espacés entre eux de $300 \mu\text{m}$ est réalisée avec une hauteur moyenne d'environ $80 \mu\text{m}$ mesurée après un polissage mécanique.

Pour cette étude, deux machines SPS ont été utilisées : l'une présentée dans le chapitre 1 située au laboratoire MATEIS, et l'autre située dans le laboratoire japonais « Chiba » à Sendai. Cette dernière offre la possibilité d'avoir un collage avec une force uniaxiale presque nulle ($< 1 \text{ kN}$), au contraire de celle de MATEIS qui ne peut descendre sous 5 kN .

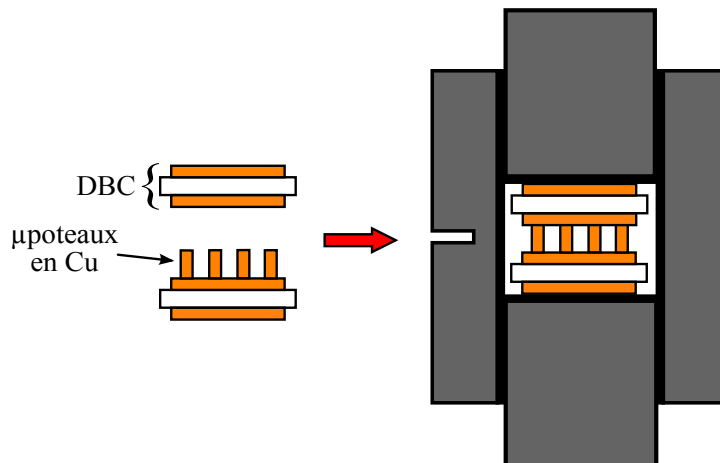


Figure 3.11 Photo des deux DBC dont un avec les micropoteaux dans une matrice en graphite pour l'assemblage par SPS

Le temps de collage a été fixé à 20 min. Les forces respectives exercées par la machine SPS de Chiba et celle de MATEIS sont de 0.9 kN et 5 kN. Trois températures ont été étudiées : 200, 250 et 300 °C. Il en résulte que tous les échantillons ont été collés. Cependant, la Figure 3.12 présente une photo, réalisée par un microscope optique en mode DIC (*Differential Interference Contrast*), des deux DBC assemblés à 300 °C avec une force de 0.9 et de 5 kN. L'interface entre les micropoteaux et le DBC supérieur est clairement visible sur la Figure 3.12 a (pour une pression sur les micropoteaux de 17 MPa), alors qu'elle n'apparaît pas sur la Figure 3.12 b (pour une pression sur les micropoteaux de 96 MPa). La planéité des micropoteaux (qui n'ont subi ici qu'un polissage manuel) semble donc trop faible pour obtenir un collage satisfaisant à 17 MPa (0.9 kN). La Figure 3.13 présente deux micropoteaux avec une forme d'un champignon (grâce au dépassement par rapport au niveau, ce qui permet d'avoir cette forme) enfoncés dans le cuivre du DBC, parce que ce cuivre est très ductile.

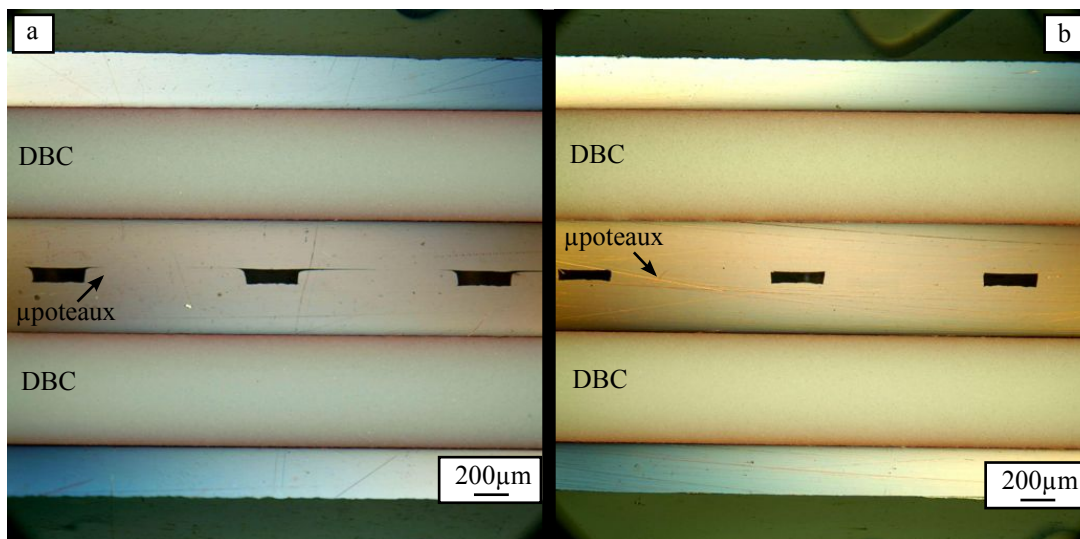


Figure 3.12 Photos des deux DBC assemblés (a) à 0.9 kN et (b) à 5 kN, réalisées par un microscope optique en mode DIC (*Differential Interference Contrast*)

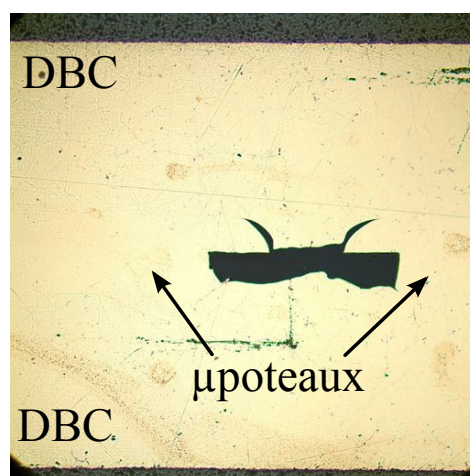


Figure 3.13 Photo de l'interface entre deux DBC assemblés par SPS avec une force de 5 kN dont nous voyons les micropoteaux enfoncés dans le cuivre

Maintenant, avec la présence des micropoteaux sur une diode, la force minimale appliquée par le SPS du laboratoire MATEIS (5 kN) est un facteur limitant pour l'assemblage de cette diode entre les deux DBCs, en raison de la petite section des micropoteaux (13 mm² dans le cas de la diode présentée dans la Figure 3.9). Cela produit une forte contrainte localisée (de l'ordre de 400 MPa) qui se traduit à la détérioration de la diode. Pour résoudre ce problème, trois solutions ont été proposées :

- L'assemblage par le SPS situé à Sendai qui permet d'appuyer moins fort (<1 kN). Cette solution sera limitée par l'accès à cette machine située au Japon.
- L'utilisation d'une cale en graphite de la même hauteur que les échantillons à assembler, dans le cas de l'assemblage par SPS du laboratoire MATEIS, afin d'augmenter la surface d'appui et donc réduire la pression (solution de « reprise de charge » décrite plus loin)
- l'utilisation d'un four de recuit rapide sous vide équipé d'un système de pressage et qui offre une force réduite (quelques centaines de newton), des rampes de montée en température identiques à celles du SPS, la possibilité de travailler sous vide. Par contre le mode de chauffe est très différent (lampes)

3.4.2. Assemblage par SPS

Tout d'abord, nous présentons l'assemblage par SPS à travers une cale en graphite. La Figure 3.14 présente la cale utilisée pour diminuer la pression exercée par les pistons du SPS. Ce montage a fonctionné correctement, mais il faut noter qu'en raison des tolérances d'usage et la grande rigidité de la cale de graphite, la pression réelle exercée sur les micropoteaux ne peut pas être calculée de manière précise (configuration dite multiple appui).

Nous avons utilisé les mêmes paramètres expérimentaux que précédemment, à savoir une vitesse de chauffe de 100 °C/min, un temps de palier de 5 min et deux températures de 200 et 300 °C. La pression est estimée à quelques MPa. Plusieurs ensembles {DBC/diode/DBC} ont été assemblés par SPS en utilisant la cale en graphite. Pour les premiers assemblages, seul les micropoteaux sont polis et les deux DBC sont utilisés avec leurs états de surface initiaux. Tous les échantillons sont nettoyés juste avant l'assemblage avec de l'acétone puis de l'éthanol. Ensuite ils sont immergés, pour quelques secondes dans une solution d'acide sulfurique dilué à 1 % suivi d'un rinçage dans de l'eau déionisée et d'un séchage.

La Figure 3.15 présente deux photos, réalisées par (a) un MEB et (b) un microscope optique, d'un échantillon assemblé à 300 °C. L'assemblage a été réussi mais par contre on voit bien l'interface entre les micropoteaux et le DBC ce qui se traduit par un contact

incomplet entre ces deux derniers. Cependant, pour quelques-uns d'entre eux, l'adhérence a été faible (l'ensemble se sépare juste après l'expérience). Cela pourrait être dû à une pression insuffisante lors de l'assemblage (si les micropoteaux sont trop courts, il n'y a aucun contact entre le DBC supérieur et le piston supérieur, donc pas de pression appliquée). Cela pourrait également être dû à la rugosité du cuivre des DBC ($R_a > 2 \mu\text{m}$) qu'il est donc souhaitable de polir avant l'assemblage pour assurer un contact complet avec les micropoteaux. Pour les échantillons suivants, le cuivre des deux DBC a été poli avec la procédure décrite dans le chapitre 2 p. 55.

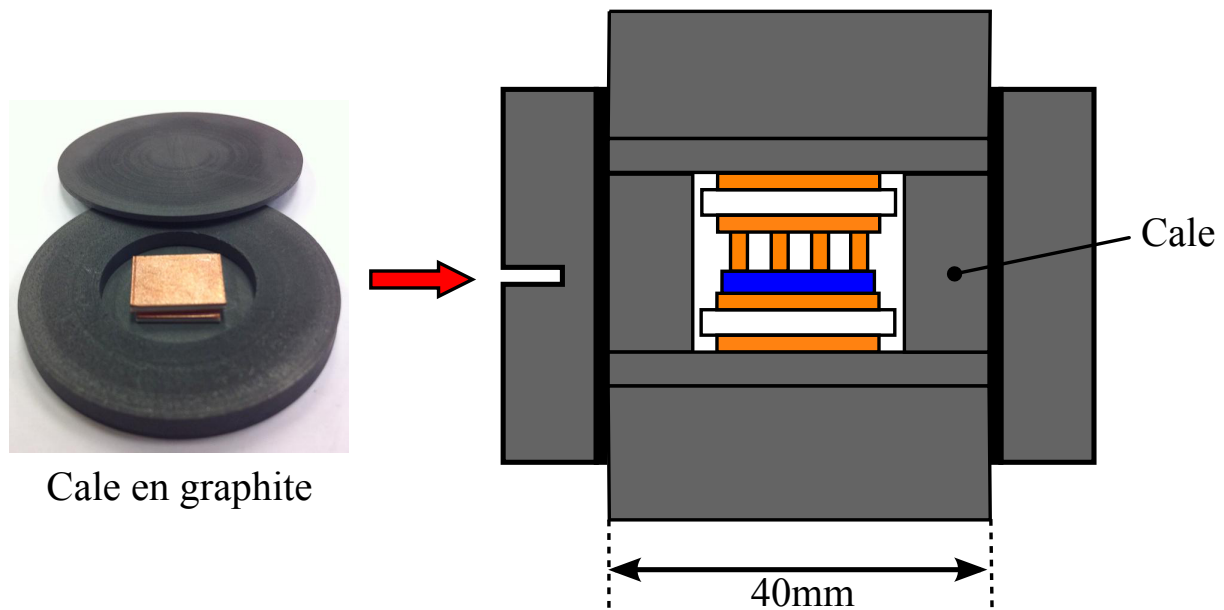


Figure 3.14 Photo de la cale en graphite utilisée et sa position dans la matrice de graphite lors de l'assemblage par SPS

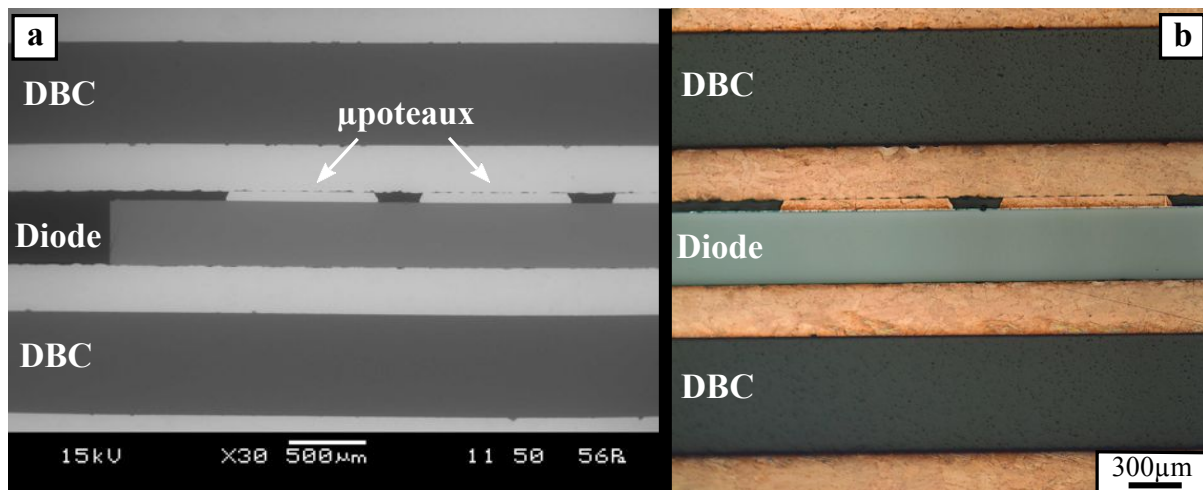


Figure 3.15 Photos vues de coupe d'un assemblage à 300 °C réalisées par (a) un MEB et (b) un microscope optique. Les surfaces des 2 DBC ne sont pas polies, d'où une rugosité importante (plusieurs microns) aux interfaces

La Figure 3.16 présente une vue de coupe d'un assemblage à 300 °C réalisée par un microscope optique. Dans la partie gauche, le collage semble satisfaisant, mais la partie droite

présente une photo de près montrant que l'interface micropoteaux/DBC reste visible. Malgré le polissage du cuivre qui nous permet d'avoir un contact exempt d'impureté et complet, la qualité du collage lui même reste à valider.

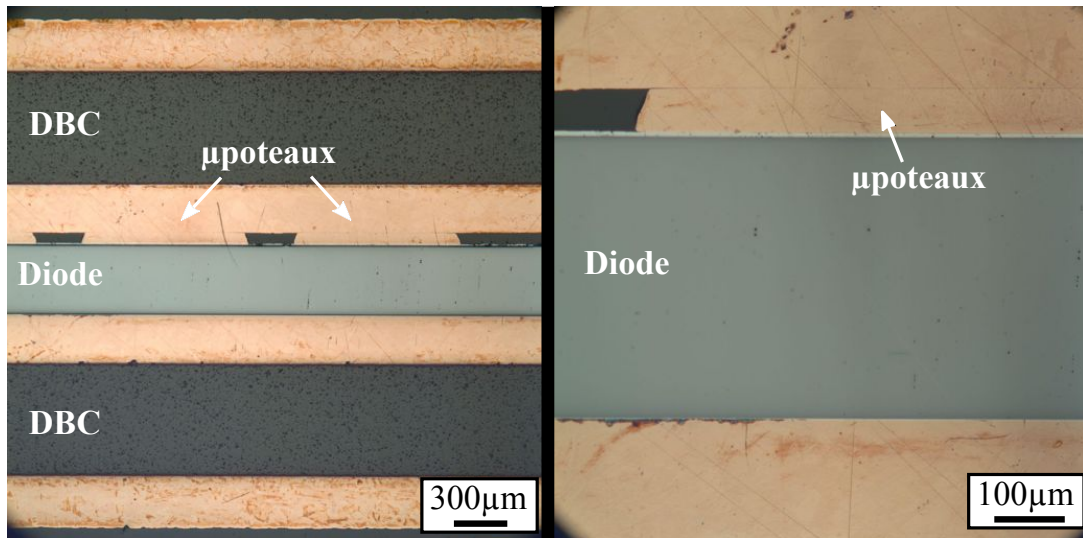


Figure 3.16 Photos réalisées par un microscope optique de vues de coupe d'un assemblage à 300 °C. Les surfaces des DBC sont polies, nous voyons dans la photo de la droite un zoom sur l'interface (micropoteaux/DBC).

3.4.3. Assemblage four RTA

Une deuxième solution pour résoudre le problème de la pression, c'est d'utiliser un autre équipement. Nous avons à notre disposition un four de recuit rapide de type Jipelec Jetfirst 100 (four RTA, *Rapid Thermal Annealing*) équipé d'un système de pressage. À cause de l'indisponibilité de l'équipement SPS, nous nous avons décidé de faire l'assemblage par ce four parce qu'il offre la possibilité d'appuyer avec une faible pression (20 MPa dans notre cas au niveau des micropoteaux). La chauffe se fait par des lampes halogènes très puissantes (30 kW). La Figure 3.17 présente le four RTA utilisé dans cette partie. La photo de gauche montre la chambre sous vide et la source de chauffe (les lampes) et la photo de droite montre l'ensemble à assembler mis sur une plaque en graphite (suscepteur). Le soulèvement de cette plaque, grâce à un vérin, permet d'appliquer la pression sur l'ensemble mis en dessous d'une butée. La mesure de la température est faite grâce à un thermocouple placé dans la plaque en graphite. Plusieurs assemblages ont été effectués pour un temps 5 min, une pression de 20 MPa, et deux températures de 200 et 300 °C. Il faut noter que tous les échantillons sont nettoyés de la même manière que ceux assemblés par le SPS, juste avant l'assemblage par le four RTA. Pour tous les échantillons, nous avons obtenu un assemblage. Pour évaluer la qualité de ces assemblages, nous n'avons pas réalisé de coupes par faute du temps, mais des tests de cisaillement seront présentés plus loin.

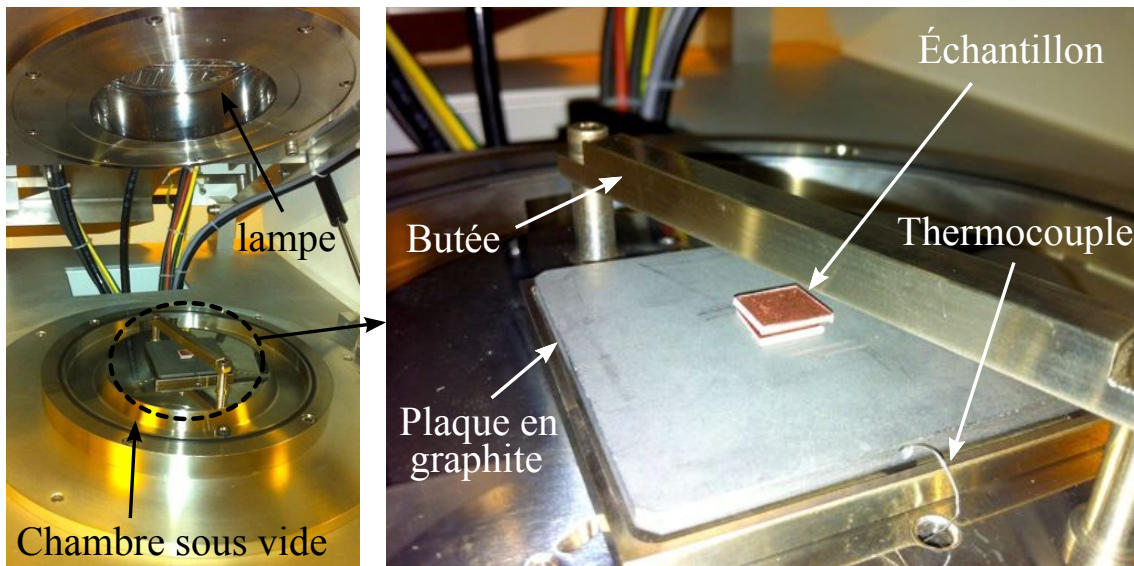


Figure 3.17 À gauche le four RTA utilisé et à droite un zoom de la chambre sous vide

3.5. Caractérisation de l'assemblage

3.5.1. Caractérisation électrique

Des caractérisations électriques de toutes les diodes, caractéristique $I(V)$ en direct et en inverse, avant et après l'assemblage, ont été effectuées en utilisant une source Keithley 2410 en configuration de mesure quatre pointes. La diode a été testée jusqu'à 1 A en direct et 300 V en inverse. La tension a été limitée à 300 V pour éviter des problèmes de contournement dans l'air. Les caractérisations électriques de la diode, en direct et en inverse, sont faites comme suit (cf. Figure 3.18) :

- Avant l'assemblage : les pointes positives sont placées sur un micropoteau central, et les pointes négatives sont placées sur une plaque en cuivre sur laquelle on pose la diode
- Après l'assemblage : les pointes positives sont placées sur le cuivre du DBC supérieur, et les pointes négatives sont placées sur le cuivre du DBC inférieur

La caractérisation électrique ne montre pas de dégradation des caractéristiques des diodes mais au contraire une amélioration nette en direct. La Figure 3.19 montre une des caractéristiques $I(V)$ en direct et en inverse d'une diode avant et après assemblage à 300 °C. La diminution de la résistance obtenue après l'assemblage est due à une meilleure répartition du courant sur la surface de la diode (Figure 3.19 a). Le courant de fuite est le même avant et après l'assemblage (Figure 3.19 b). Il faut noter que cette amélioration des performances en direct, a été observée pour toutes les diodes assemblées et testées (soit 40 diodes) (60 mV en direct).

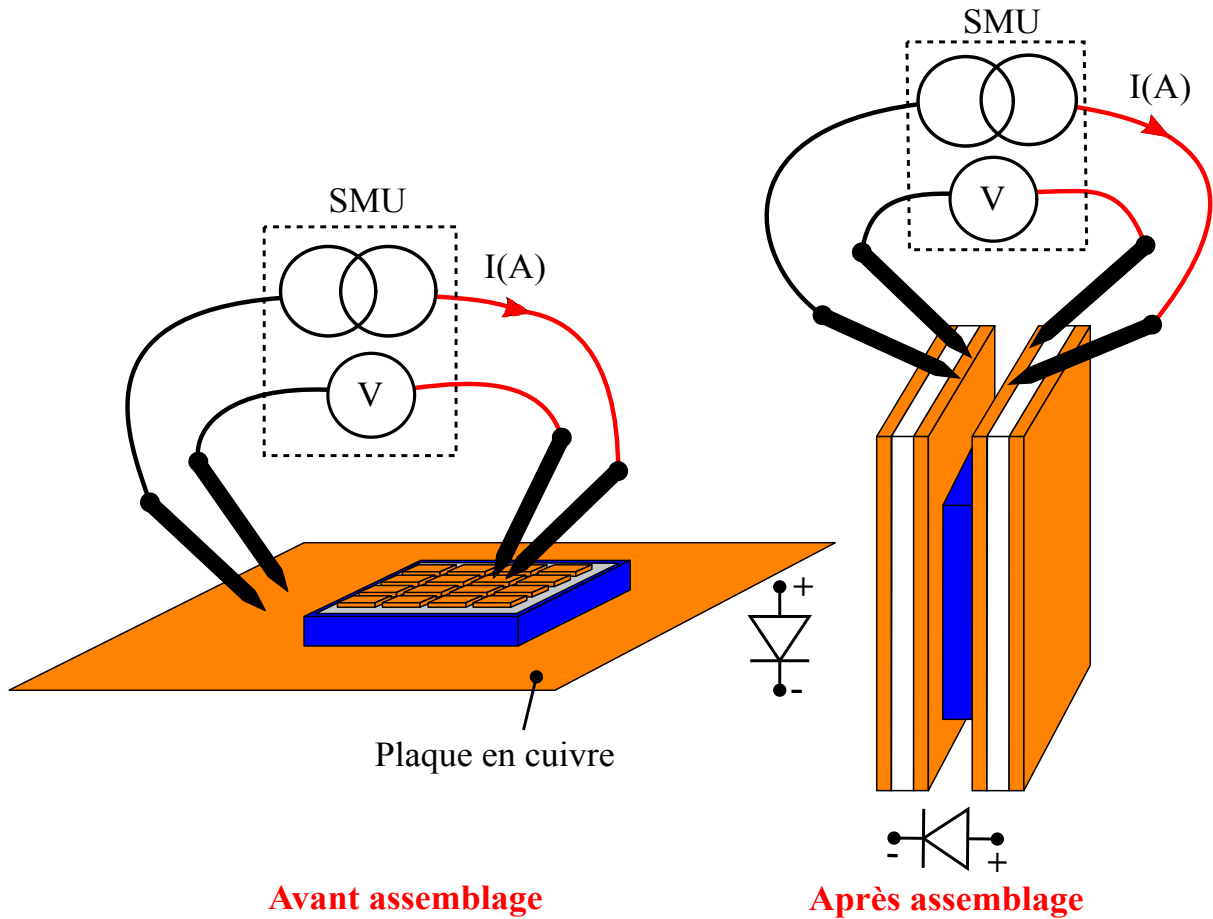


Figure 3.18 Circuit de mesure pour la caractérisation électrique des diodes avant et après l'assemblage

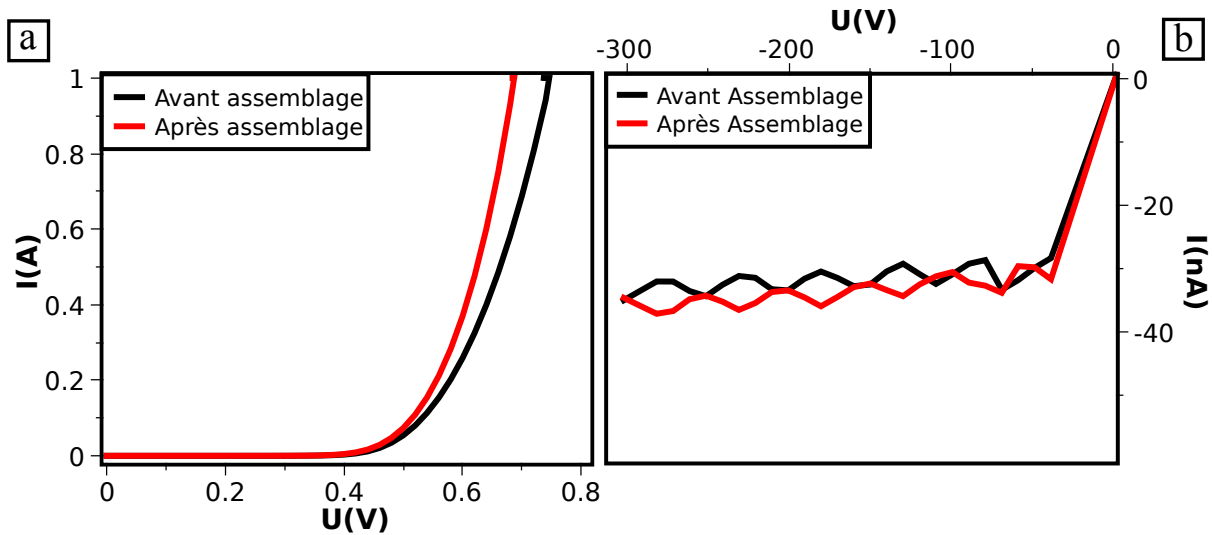


Figure 3.19 Caractéristiques I(V) (a) en direct et (b) en inverse d'une diode avant et après l'assemblage

3.5.2. Caractérisation mécanique

Un test de cisaillement est une caractéristique évaluant la tenue mécanique de l'assemblage. Les géométries planes des modules de puissance n'offrent en effet pas de prise pour effectuer des essais de traction comme au chapitre 2. De plus, la contrainte de type cisaillement est la contrainte typique appliquée par un gradient de température lors d'un

cyclage thermique. Un banc de cisaillement (Figure 3.20 a) a été utilisé afin de réaliser les tests d'arrachement du DBC supérieur. L'assemblage est placé sur le plateau de l'appareil contre une butée (Figure 3.20 b) et le capteur (force maximale de 200 N) est placé au niveau du DBC supérieur. La force nécessaire à l'arrachement du DBC est mesurée et constitue la tenue en cisaillement du collage.

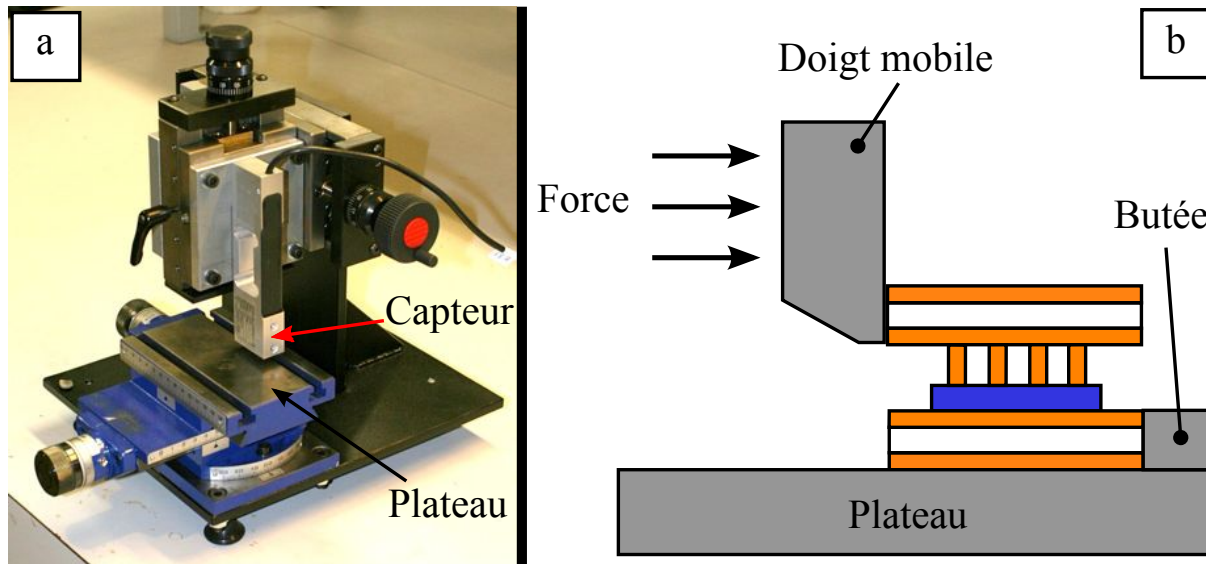


Figure 3.20 (a) Photo du banc de cisaillement utilisé et (b) schéma de principe

La contrainte a été calculée en divisant la force (mesurée par le capteur) par la surface de l'empreinte faite par les micropoteaux sur le DBC supérieur (cf. Figure 3.21). En effet, malgré le soin apporté pour que tous les micropoteaux aient la même hauteur, il faut remarquer que dans la plupart des cas, l'analyse des faciès de rupture montre que certains micropoteaux n'étaient pas collés ou seulement partiellement. Pour calculer la tenue au cisaillement, nous avons donc mesuré la surface de contact micropoteaux/DBC(s) en étudiant les faciès de rupture. La tenue au cisaillement est alors égale à

$$\tau = \frac{F_{\max}}{S} \quad (3.1)$$

avec F_{\max} la force appliquée par le dispositif de test juste avant rupture et S la surface des micropoteaux effectivement collée. Le Tableau 3.1 résume les résultats acquis du test de cisaillement pour plusieurs échantillons assemblés par le SPS et par le four RTA.

La Figure 3.21 présente des photos des échantillons assemblés par le four RTA après le test de cisaillement. Le cuivre du DBC était poli, il en résulte que quasiment tous les micropoteaux sont collés sur le DBC supérieur (Figure 3.21 b).

Tableau 3.1 Résultats du test de cisaillement pour les échantillons assemblés par le SPS et par le four RTA, avec le cuivre du DBC poli

SPS					Four RTA				
N°	T (°C)	F (N)	S (mm ²)	τ (MPa)	N°	T (°C)	F (N)	S (mm ²)	τ (MPa)
1	300	113	2.63	43	1	300	199	11.8	16
2	300	184	8.9	20	2	300	93	7.3	12
3	300	275	8.4	32	3	200	133	5.2	25
4	300	275	8.9	30	4	200	187	4	46
5	200	181	7	25					
6	200	21	1.1	18					
7	200	31.5	5.6	5.6					
8	200	176.5	8.4	21					

La Figure 3.22 présente des photos des échantillons polis assemblés par le SPS après le test de cisaillement. Dans le cas des DBC non polis, le faciès de rupture est très différent (Figure 3.22) : aucun micropoteau ne reste collé au DBC. Il est donc impossible d'évaluer la surface de contact pour le calcul des tenues en cisaillement. Notez cependant que les forces nécessaires pour casser l'assemblage sont très faibles (de l'ordre de la vingtaine de newtons contre plus d'une centaine en moyenne pour les échantillons polis).

Dans le cas où le cuivre était poli, plusieurs micropoteaux (voire des morceaux de puce) restent collés sur le DBC supérieur (Figure 3.21 b et c) ce qui montre que l'interface de collage cuivre/cuivre a une tenue proche de celle des autres éléments du modules.

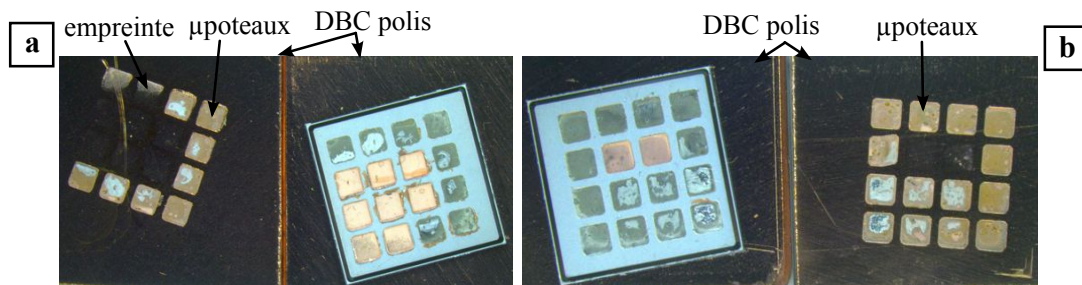


Figure 3.21 Photos des échantillons assemblés par le four RTA après le test de cisaillement avec les DBC polis

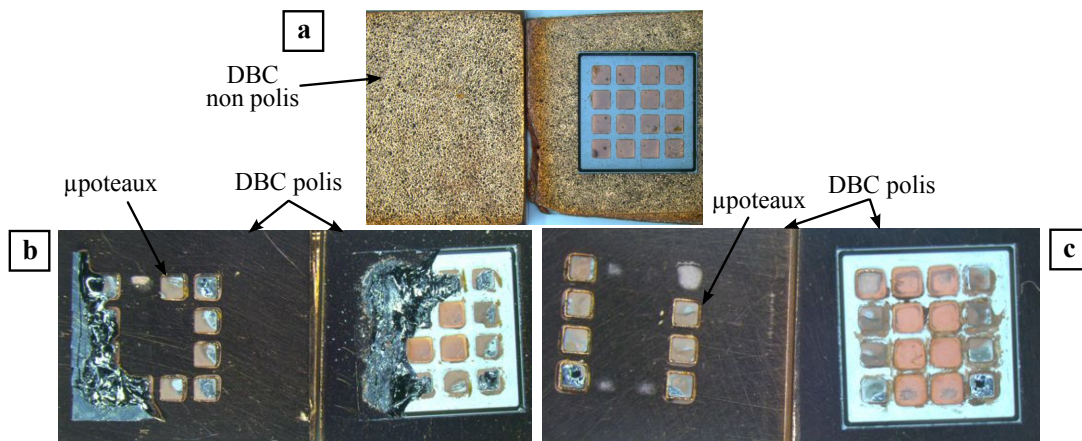


Figure 3.22 Photos des échantillons assemblés par le SPS après le test de cisaillement, avec les DBC (a) non polis, (b) et (c) polis

Dans le cas du four RTA, on observe le même type de défaillance, avec des micropoteaux qui restent collés sur le DBC. De plus, les tenues au cisaillement sont comparables à celles obtenues au SPS, alors que la méthode de chauffe est différente (lampes contre courant électrique intense). Enfin, notons que dans tous les cas, la face inférieure de la puce (argent) est restée collée au DBC inférieur lors du test de cisaillement. Toutes les tenues en cisaillement dépassent les valeurs minimales fixées par la norme MIL-STD-883G, et sont du même ordre de grandeur que des reports de puce effectués par frittage d'argent au laboratoire Ampère. Le collage direct de cuivre/cuivre semble donc être une méthode attractive pour l'assemblage des puces de puissance, même si l'homogénéité du collage doit encore être amélioré.

3.6. Présentation du DBC démonstrateur ECLIPSE

Dans le cadre du projet ANR-ECLIPSE (le financeur de ces travaux), Nous cherchons à développer des moyens de caractérisation des solutions d'interconnexions proposés, en particulier l'interconnexion par le collage direct du cuivre présentée dans ce chapitre. En particulier, on cherche à caractériser finement les performances électriques et thermiques des interfaces supérieure et inférieure des assemblages puce/DBC.

Pour cela, nous avons réalisés des assemblages DBC/puce/DBC dans lesquels les DBC sont d'une part gravés avec un motif permettant d'injecter du courant de façon uniforme, et d'autre part percés sur leur face arrière de façon à pouvoir venir mesurer des potentiels et des températures internes à l'assemblage (Figure 3.23).

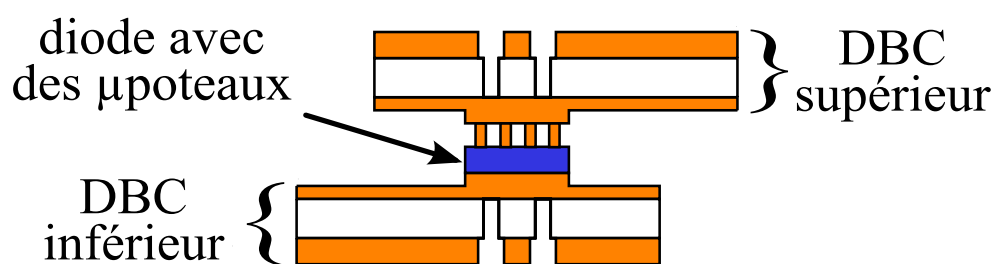


Figure 3.23 Illustration montrant l'assemblage des deux DBC démonstrateur ECLIPSE décalés avec une diode au milieu

Les substrats DBC sont gravés et percés afin de recevoir l'instrumentation nécessaire. Le perçage des premières couches d'un substrat DBC (cuivre haut et céramique) permet de contrôler la localisation des zones d'injection de courant et/ou de prise de mesure des températures sur la face antérieure du cuivre des substrats DBC. La dissymétrie des gravures du cuivre du DBC, côté interconnexion, permet de déporter les reprises de potentiel situées de part et d'autre de l'interface.

3.6.1. Réalisation du DBC démonstrateur

La réalisation de ce DBC démonstrateur a été fait d'une manière collective sur une plaque complète de DBC (qui va donner douze petits DBC démonstrateur ECLIPSE de surface $30 \times 30 \text{ mm}^2$). Nous avons ainsi utilisé le même film photosensible (PM 275) que précédemment pour les étapes de la réalisation. Les étapes sont décrites par la suite :

- 1^{ère} gravure du cuivre du côté supérieur ($\sim 100 \mu\text{m}$) pour réaliser un carré en surépaisseur (contact DBC/puce)
- 2^{ème} gravure du cuivre du côté supérieur jusqu'à la céramique pour réaliser les pistes de connexion
- 3^{ème} gravure du cuivre du côté inférieur pour arriver à la céramique en dessous du carré

Le carré a une dimension de $6 \text{ mm} \times 6 \text{ mm}$ correspond à la section la diode utilisée. La gravure du cuivre a été réalisée par projection de perchlorure de fer (graveuse Bernier PR2030). Après la réalisation des étapes de gravure de cuivre, les douze DBC démonstrateur ECLIPSE sont séparés les uns des autres par une scie à wafer.

Une fois séparés, une étape de perçage de la céramique du côté inférieur est nécessaire pour atteindre le cuivre de l'autre côté. Pour cela, quatre trous (avec une section 1.2 mm chacun) ont été percés par un laser chez la société IMPAK. Finalement, nous avons effectué un polissage coplanaire du carré de cuivre en surépaisseur. La Figure 3.24 présente l'état final du DBC démonstrateur ECLIPSE, après ces étapes de réalisation. Nous voyons les trous borgnes percés dans la céramique de son côté inférieur et la piste de cuivre de son côté supérieur. Une cartographie 3D réalisée par un profilomètre mécanique montre la surépaisseur de cuivre (carré rouge de la Figure 3.25 mesurée avant polissage) et la piste de cuivre (la zone verte). Notez que la zone bleue correspond à la céramique.

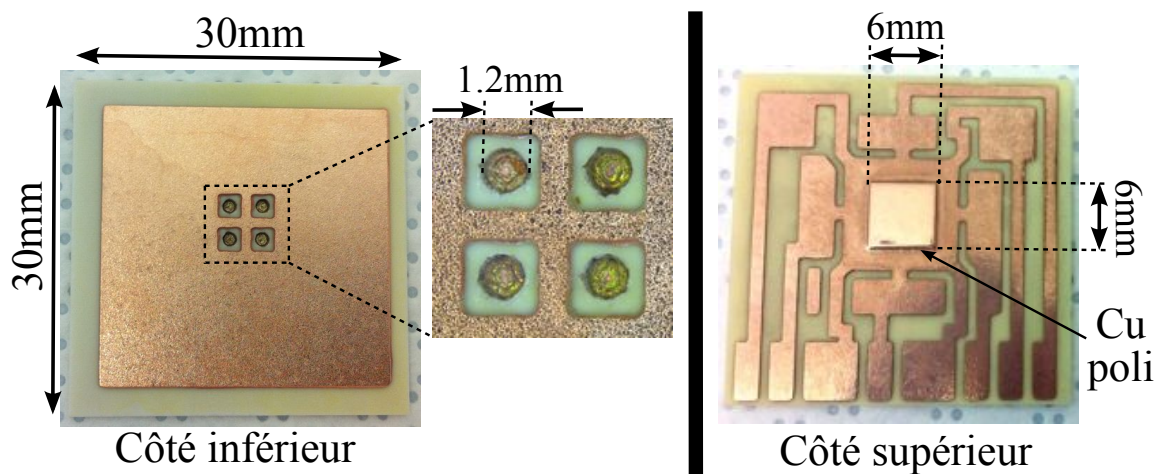


Figure 3.24 Photos des côtés supérieur et inférieur du DBC démonstrateur ECLIPSE

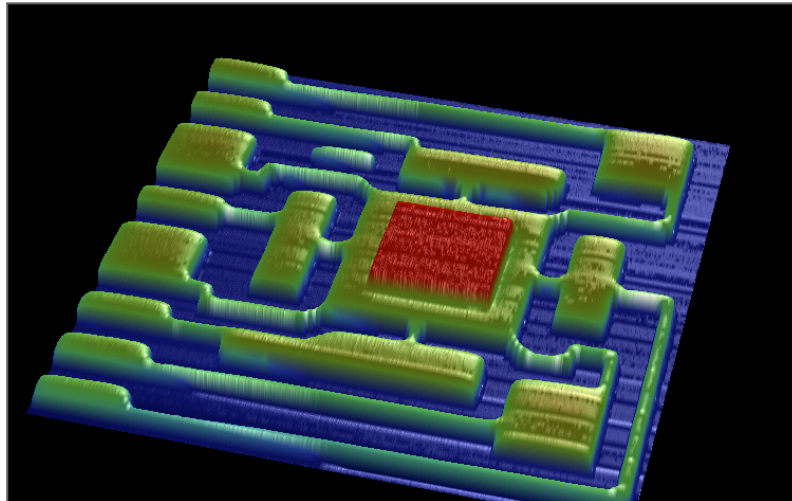


Figure 3.25 Cartographie 3D réalisée par un profilomètre mécanique du côté supérieur du DBC démonstrateur ECLIPSE. Le substrat mesure 30 mmx 30 mm et la zone rouge correspond à une épaisseur du cuivre de 300 µm.

3.6.2. Assemblage four RTA

L'assemblage de ces DBC démonstrateur ECLIPSE avec la diode nécessite une matrice en graphite adaptée. Cette matrice a été usinée par la société Qualiflow avec des dimensions précises pour assurer l'alignement de deux de ces DBC démonstrateur ECLIPSE avec une diode au milieu, de manière à ce que les DBC soient décalés et les deux carrés de cuivre soient alignés avec la diode. L'assemblage est réalisé par le four RTA. Le placement de l'ensemble se fait en deux étapes (Figure 3.26):

- Étape 1 : un premier DBC est placé dans une poche réalisée dans la matrice, ensuite une diode avec les micropoteaux est placée sur le carré de cuivre poli
- Étape 2 : un deuxième DBC est placé dans une autre poche réalisée pour obtenir le décalage entre les deux DBC, et finalement une cale en graphite de forme rectangulaire est mise pour éviter le mouvement du DBC supérieur.

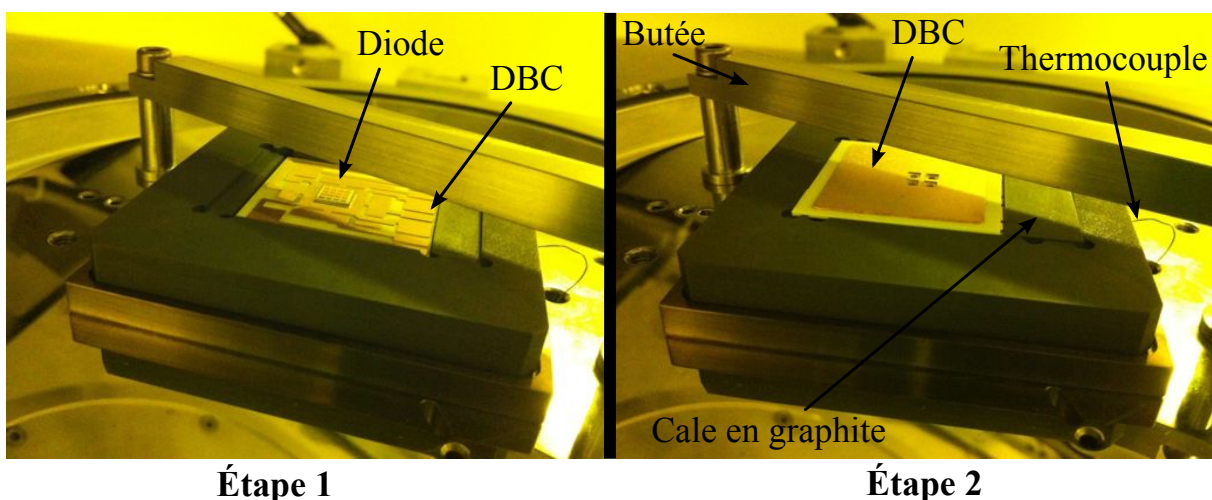


Figure 3.26 Photos des deux étapes de l'assemblage par le four RTA avec deux DBC démonstrateur ECLIPSE

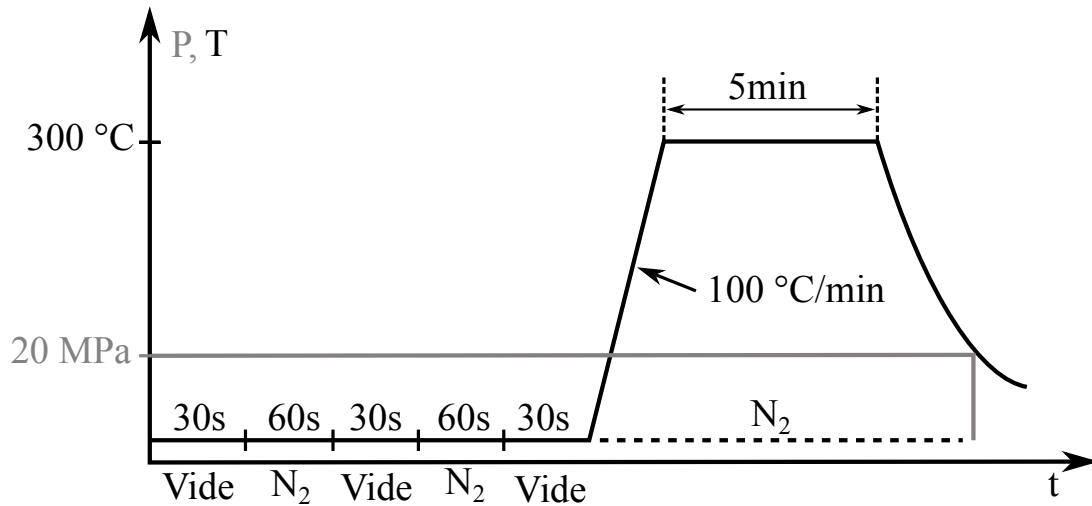


Figure 3.27 Cycle de l'assemblage par le four RTA

Le thermocouple est mis dans un trou percé dans la matrice en graphite. Le cycle d'assemblage est illustré Figure 3.27. La pompe à vide utilisée ne permet d'atteindre qu'un vide primaire peu poussé (quelques millibars), nous avons donc procédé à plusieurs cycles pompage/purge à l'azote pour neutraliser l'atmosphère et ainsi pour éviter l'oxydation de l'ensemble durant l'assemblage. L'azote est injecté dans la chambre sous vide avec un débit de 1 l/min. L'assemblage est réalisé à une température de 300 °C avec une vitesse de chauffe de 100 °C/min. La pression appliquée est de 20 MPa au niveau des micropoteaux.

La Figure 3.28 présente l'ensemble assemblé par le four RTA. Nous voyons la structure tridimensionnelle contenant le DBC supérieur et le DBC inférieur. La diode est au milieu (partie invisible). Cet échantillon a été envoyé au laboratoire IFSTTAR (partenaire dans le projet ANR-ECLIPSE) à Versailles pour la caractérisation électrique et l'étude en cyclage thermique.

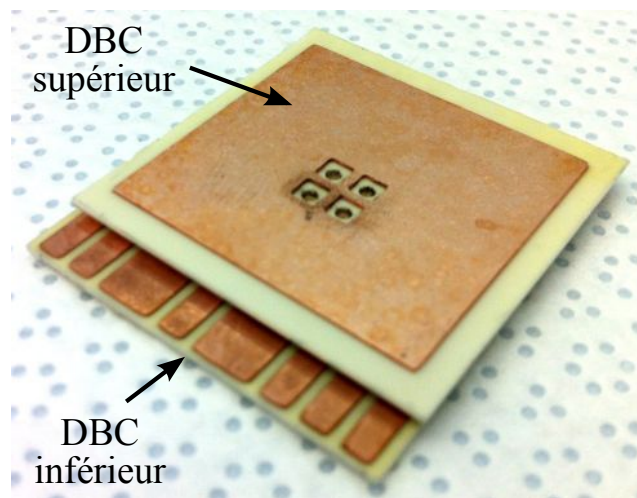


Figure 3.28 Photo d'un ensemble assemblé par le four RTA

3.6.3. Caractérisation par tomographie 3D à rayons X

La première caractérisation faite à l'IFSTTAR pour cet ensemble est une caractérisation par tomographie 3D à rayons X. Elle permet de sonder la matière à l'intérieur de l'ensemble de façon non invasive et non destructive, pour déterminer les structures de l'ensemble en conservant son intégrité.

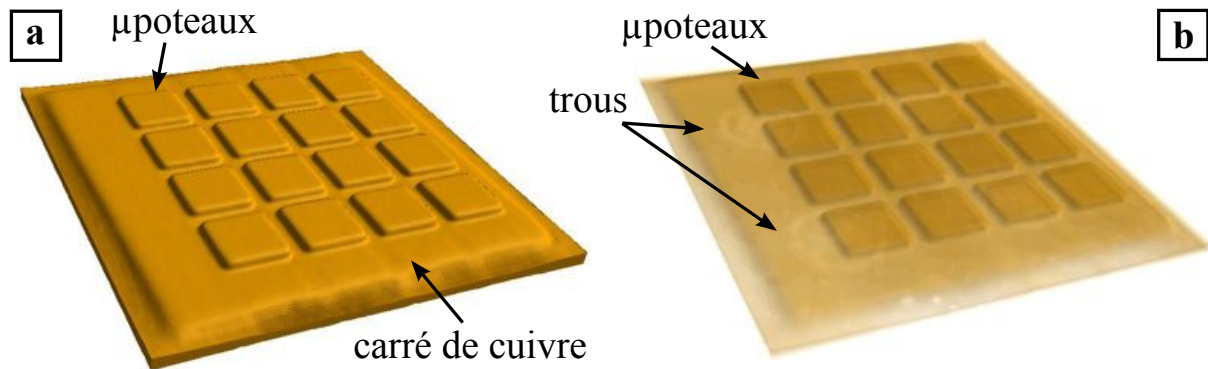


Figure 3.29 Construction 3D réalisées par tomographie 3D à rayons X de l'interface entre les micropoteaux et le carré du cuivre de DBC supérieur. La puce n'est pas visible sur ces images, qui correspondent toutes deux au même échantillon, avec des paramètres de visualisation différents. Les trous du côté inférieur du DBC sont peu visibles.

La Figure 3.29 présente une construction 3D de l'ensemble assemblé par le four RTA. Nous pouvons voir les micropoteaux collés sur le carré de cuivre poli du DBC supérieur (Figure 3.29 a) ce qui traduit un bon alignement dans la matrice en graphite. De plus, nous pouvons voir les trous faits dans la céramique au dessous des micropoteaux (Figure 3.29 b).

3.7. Conclusion

La structure 3D proposée dans nos travaux a été présentée dans ce chapitre. Elle consiste à déposer des micropoteaux de cuivre sur une diode et ensuite à assembler cette dernière entre deux substrats DBC.

Les étapes technologiques pour la réalisation de ces micropoteaux en cuivre sur un wafer qui contient plusieurs diodes sont décrites. Nous avons mis en place une méthode d'électrodéposition « collective » (plusieurs wafers traités, plusieurs centaines de puces avec des micropoteaux).

Pour résoudre le problème d'un fort appui qui peut détériorer les diodes lors de l'assemblage, trois solutions sont présentées pour réaliser l'assemblage 3D. La première consiste en un assemblage par la machine SPS situé au Japon qui permet d'appuyer moins fort. Cette solution pose le problème de l'accès à cette machine, mais montre que le niveau de force exercé par les presses SPS n'est pas intrinsèque à la technique SPS mais varie d'une machine à l'autre. La deuxième est l'assemblage par le SPS situé au laboratoire MATEIS en

utilisant une cale en graphite, et la troisième repose sur un four de recuit rapide qui permet une pression réduite. Des caractérisations électriques et mécaniques (test de cisaillement) ont été effectuées pour évaluer l'assemblage. De meilleures caractéristiques électriques ont été obtenues après l'assemblage ce qui montre qu'il n'y a pas eu endommagement des diodes. Un collage satisfaisant a été obtenu avec le SPS comme avec le four de recuit rapide, tous deux donnant des résultats comparables. L'uniformité du contact reste à améliorer, ce qui passe vraisemblablement par une amélioration de la planéité et de la régularité de la hauteur des micropoteaux.

Finalement, les étapes de la réalisation d'un DBC démonstrateur ECLIPSE et son assemblage avec une diode par le four de recuit rapide ont été présentées dans la dernière partie. Des tests sont en cours pour la caractérisation électrique et thermique de l'assemblage.

Chapitre 4

Chapitre 4.

Étude et réalisation d'un substrat céramique métallisé à coefficients de dilatation accordés

4.1. Introduction

Comme présenté au chapitre 1, les substrats céramiques métallisés actuels souffrent d'une différence de coefficient de dilatation thermique (en anglais, CTE *coefficient of thermal expansion*) entre leur couche de céramique et leurs couches métalliques (cf. Tableau 4.1). Ces différences de CTE posent des problèmes de fatigue lors du cyclage thermique. En effet, les contraintes associées aux variations de température répétitives (conditions d'un cyclage thermique) sont une source de fatigue mécanique qui peut conduire au décollement de l'assemblage. A titre d'exemple, la structure d'un *Direct Copper Bonded* (DBC), qui est constitué d'une couche de céramique (Oxyde d'aluminium Al_2O_3 ou nitrure d'aluminium AlN) prise en sandwich entre deux couches de cuivre, conduit à une contrainte (mécanique de type cisaillement) différentielle élevée en raison de l'inadéquation du CTE des matériaux, qui peut entraîner une défaillance lors d'un cyclage thermique [Dupont et al. 2006].

Tableau 4.1 Caractéristiques des propriétés physiques des différents matériaux utilisés dans un empilement de puissance

Catégories	Matériaux	CTE ($\times 10^{-6}/^{\circ}C$)	Conductivité Thermique (W/m.K)	Résistivité électrique ($\Omega.cm$)
Semi- conducteurs	SiC ^{1,2}	3.8-4.3	360-490	$>10^{11}$
	Si ¹	2.6	130	10^4
Céramiques	AlN ^{2,4}	4.1	200	$>10^{14}$
	Al_2O_3 ^{2,4}	7.2	25-33	$>10^{14}$
	BeO ²	7	270	$>10^{14}$
	Si ₃ N ₄ ²	3	70	$>10^{10}$
Métaux classiques	Ag ³	19	418	1.59×10^{-6}
	Au ³	14	292	2.4×10^{-6}
	Al ²	24	209	2.7×10^{-6}
	Cu ⁴	17	398	1.5×10^{-6}
Métaux « Faibles CTE »	Cr ³	6.2	67	12.9×10^{-6}
	Mo ³	4.9	142	5.2×10^{-6}
	W ³	4.4	129	5.65×10^{-6}

¹ <http://www.ioffe.rssi.ru/SVA/NSM/Semicond/>

² [Sheng & Colino 2005]

³ [Handbook 1992]

⁴ [Savrun & Toy 1998]

De fait les applications à haute température entraînent également un cyclage en température plus sévère et donc les substrats actuels deviennent un facteur limitant. Ainsi une nouvelle structure doit être envisagée pour réaliser des modules plus robustes.

Dans ce chapitre, nous présentons une nouvelle structure d'un substrat céramique métallisé basée sur le molybdène et le nitrure d'aluminium. La technique du SPS est utilisée pour la réalisation de ce substrat. Nous commençons par présenter en détails les étapes expérimentales réalisées afin de permettre le frittage du molybdène seul, avec deux tailles de poudres différentes. Plusieurs techniques d'analyses ont été utilisées pour caractériser le substrat.

Ensuite, nous présentons les travaux réalisés pour fritter la poudre de molybdène et l'assembler sur un disque d'AlN en une seule étape.

4.2. Présentation du nouveau substrat

Une revue bibliographique des études sur les semi-conducteurs fonctionnant à haute température montre que le carbure de silicium (SiC) semble être prometteur pour cette application [Buttay et al. 2011]. Il a une bonne conductivité thermique et un CTE de $3.8 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$. Ainsi, une des solutions pour minimiser les contraintes thermomécaniques et donc augmenter la résistance en fatigue des modules de puissance est de choisir un substrat céramique métallisé avec un CTE le plus proche possible de celui du composant semi-conducteur, en particulier le SiC.

Le choix de la céramique, dont les principales performances sont présentées dans le Tableau 4.1, se fait entre l'alumine (Al_2O_3), le nitrure d'aluminium (AlN), et le nitrure de silicium (Si_3N_4). Les propriétés de l'oxyde de béryllium (BeO) sont données à titre indicatif, son utilisation étant extrêmement restreinte en raison de sa toxicité, et de son coût dix fois supérieur à celui de l' Al_2O_3 [McCluskey et al. 1998]. Seuls l'AlN et le Si_3N_4 possèdent un CTE de $4.1 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ et $3 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ respectivement, qui est très proche de celui du SiC. La conductivité thermique de l'AlN est trois fois plus grande que celle du Si_3N_4 et elle se rapproche de celle du SiC, d'où un avantage pour l'AlN. De plus, l'AlN a déjà été proposé pour un empilement opérant à haute température [Bratcher et al. 1996][T. Martin & Bloom 1996][Chasserio et al. 2009].

En ce qui concerne les matériaux disponibles pour la métallisation listés dans le Tableau 4.1 et en comparant aux métaux classiques actuellement utilisés dans le module de puissance, seuls le molybdène, le tungstène et le chrome offrent un CTE proche de celui du SiC et de l'AlN. Le chrome ne peut pas être utilisé dans le module de puissance parce que l'oxyde de

chrome est très toxique. En revanche, le molybdène et le tungstène sont de bons candidats pour un module opérant à température élevée et présentent de nombreux avantages :

- Leur CTE est proche de ceux du SiC et de l'AlN
- Leur coût est relativement faible (54 \$/kg pour W, 24 \$/kg pour Mo, cours des métaux le 24/10/2012)
- Leur résistivité électrique est seulement trois fois plus élevée que celle du cuivre
- Ils sont largement utilisés pour les contacts électriques pour la haute température

Mais ils possèdent aussi un inconvénient : ce sont des matériaux réfractaires, à très haute température de fusion, qu'il est difficile de mettre en forme.

Deux approches trouvées dans la littérature comprennent une couche de métallisation épaisse de molybdène réalisée par sérigraphie à l'aide d'une pâte de molybdène-manganèse sur l'AlN, et une couche de métallisation mince de tungstène pulvérisé sur de l'AlN avec un promoteur d'adhésion (Titane) puisque que le tungstène n'adhère pas directement sur l'AlN [Savrun & Toy 1998]. L'adhérence des deux métallisations (Mo et W), mesurée par essai mécanique (*Epoxy Stud Pull Test*), est respectivement égale à 87 MPa et 84 MPa après un traitement thermique de 1100 °C pendant 30 min, et égale à respectivement 80 MPa et 89 MPa après un cyclage thermique entre 1100 °C et la température ambiante pendant 10 cycles.

Le tungstène est un matériau plus réfractaire que le molybdène. Son cycle de frittage est habituellement constitué d'un chauffage à 3000 °C pour une période de 15-30 min [Kemer & Johnson 1985][Cheney 1984]. La durée de frittage augmente fortement pour des températures plus basses : pour obtenir environ 90 % de la densité théorique de tungstène, il faut 20 h à une température de 1027 °C [Srivatsan et al. 2001]. Nous avons donc choisi le molybdène parce qu'il peut être traité à des températures moins élevées et parce qu'il est très utilisé dans les modules de puissance. Notons qu'une étude récente de frittage du tungstène a été faite par SPS [Perkins 2011].

Dans ce qui suit, nous présentons dans un premier temps une étude sur le frittage de molybdène en pastille par la technique SPS, puis nous décrivons le frittage et l'assemblage du molybdène avec l'AlN en une seule opération (Figure 4.1).

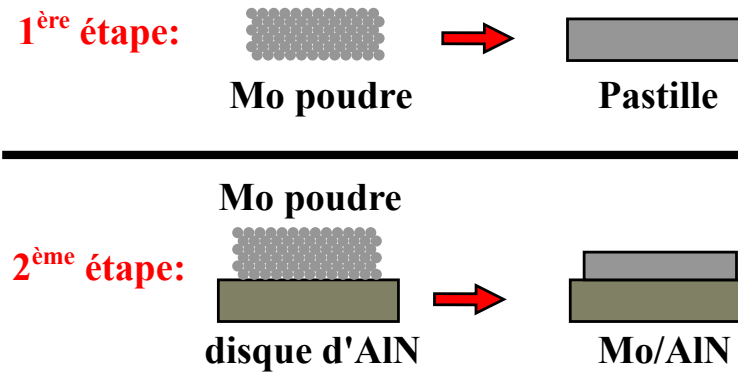


Figure 4.1 Présentation des différentes étapes

4.3. Frittage du molybdène

4.3.1. Revue de la littérature sur le frittage de molybdène

Le molybdène est un métal réfractaire qui possède une structure cristalline cubique centrée avec un point de fusion de 2610 °C et une densité de 10,22 g/cm³. Les propriétés réfractaires du molybdène reflètent une grande résistance de sa liaison interatomique [Braithwaite & Haber 1994]. Ce matériau a été utilisé pour les applications à haute température dans la plupart des industries. En outre, la combinaison unique de ses propriétés physiques, chimiques et mécaniques, fait de lui un matériau idéal pour une variété d'applications où la résistance à haute température ainsi que la ductilité sont des problèmes clés. A titre d'exemple, il est le matériau primaire d'une électrode pour les verreries qui emploient un chauffage électrique [Baroch et al. 1991]. Il est largement utilisé dans le marché de l'électronique [J. Shields & Lipetzky 2000].

Plusieurs expériences de frittage des poudres de molybdène ont été publiées [Baroch et al. 1991][Srivatsan et al. 2002][Garg et al. 2007]. Le frittage de molybdène est dominé par le phénomène de diffusion de volume avec une énergie d'activation associée de 405 kJ/mol [R.M. German & Munir 1978]. Cette haute énergie d'activation nécessite des températures de frittage élevées de l'ordre de 1800 °C à 2000 °C avec un temps de frittage long pour achever une densification supérieure à 90 % de la densité théorique. A titre d'exemple, Huang et al. ont présenté le frittage de molybdène en utilisant des fours sous vide avec des densités allant de 97 % à 98.5 % pour une température de 1750 °C et des durées allant de 10 à 40 h [H. Huang & K. Hwang 2002]. Dans une autre publication, une poudre commerciale de molybdène (taille de particule 1-2 µm) et une nano-poudre de molybdène (taille de particule 100 nm), obtenue par une procédure mécano-chimique, ont été frittées par la technique de frittage conventionnel. Une densité relative de 95 % est mesurée pour les deux échantillons frittés, d'une part à 1200 °C pendant 1 h pour la nano-poudre et d'autre part à 1500 °C

pendant 3 h pour la poudre commerciale. La taille de grain est de l'ordre de 1,4 à 6,2 μm pour les échantillons frittés avec la nano-poudre et la poudre commerciale respectivement. L'échantillon qui possède une taille de grain fine a des meilleures propriétés mécaniques que celui avec une taille de grain plus grand [G.-S. Kim et al. 2009].

Dans tous les cas, la densité atteinte est inférieure ou égale à 98.5 %. La densification complète de molybdène reste un verrou scientifique à résoudre pour améliorer la résistance électrique et thermique. Plusieurs travaux de recherche ciblent l'amélioration du frittage à plus basse température (<1500 °C). A cet égard, l'un des procédés proposés pour améliorer le frittage est le procédé de frittage activé dans lequel un additif métallique comme le nickel, le platine, le palladium ou le cobalt est fritté avec la poudre de molybdène [R.M. German & Labombard 1982][Hiraoka et al. 2004][R.M. German & Munir 1978]. Néanmoins, ces additifs peuvent détériorer les propriétés électriques et thermiques du molybdène.

Pour éviter le recours aux additifs, des techniques originales ont été évaluées. Chhillar et al. ont présenté le frittage de poudre de molybdène (taille d'agglomérat de 1-6 μm) en utilisant un four à micro-ondes multi modes. Une densité relative de 98 % est atteinte en 1 min à 1650 °C avec une taille de grain inférieure au micron [Chhillar et al. 2008].

Srivatsan et al. ont présenté les premières études sur le frittage de courte durée de poudre de molybdène par une technique qui s'appelle en anglais *Plasma Pressure Compaction* (P²C). Des poudres de molybdène à l'échelle micrométrique (taille moyenne des particules 47 μm) ont été consolidées à 1650 °C avec une pression de 48 MPa pendant 3 min, atteignant une densité relative de 98.5 %, tandis que des poudres à l'échelle nanométrique (taille moyenne des particules 0.1 μm), frittées à basse température (1400 °C) avec la même pression (48 MPa) et pendant 3 min, atteignent une densité relative de 97 %. En outre, La micro-dureté mesurée, sur les deux échantillons frittés avec les deux tailles de particule 0,1 à 47 μm , est de l'ordre de 2,95 à 2,16 GPa (222 à 220 Hv0.1) respectivement [Srivatsan et al. 2002].

Une autre technique de frittage proposée est le *Spark Plasma Sintering* (SPS) dont le principe est décrit dans le chapitre 1. La présence de courant semble amplifier le transfert de chaleur et de masse pour une consolidation en un temps extrêmement court. Un autre avantage du frittage par SPS est que le frittage se fait sans aucun additif et qu'il y a pas besoin de compacter la poudre à froid. Par conséquent, le SPS est une solution attractive en alternative à un frittage conventionnel. Récemment, Ohser-Weidemann et al. ont étudié le frittage de molybdène par SPS. Ils atteignent une densité relative de 95 % pour une poudre de molybdène (taille de particule 3-5 μm) frittée à 1600 °C avec une pression de 67 MPa et un temps de frittage de 3 min. En plus, les duretés de tous les échantillons étudiés sont dans la

même gamme, indépendante des conditions de frittage. La nano-dureté moyenne est de 2,05 GPa (209 Hv0.1) [Ohser-Wiedemann et al. 2010].

Dans le cas qui nous intéresse, nous devons obtenir une meilleure densité pour assurer les propriétés électriques. De plus, l'ajout d'additifs est aussi prohibé afin d'obtenir un matériau fritté ayant des propriétés aussi proches que possible de celle du molybdène pur (CTE, conductivité...). C'est pourquoi nous avons décidé d'utiliser le SPS en optimisant les paramètres du procédé afin d'obtenir un molybdène pur et dense.

4.3.2. Paramètres expérimentaux

Les deux poudres commerciales de molybdène utilisées au cours de cette étude proviennent de Goodfellow (*Cambridge, United Kingdom*) avec une pureté supérieure à 99.9 %. L'une possède une taille de particule allant de 55 à 355 μm (réf. MO006011), et l'autre a une taille de particule moyenne de 2 μm (réf. MO006020). La Figure 4.2 présente des photos MEB des deux poudres de molybdène.

6,6 g de poudre de molybdène sont placés dans une matrice de graphite de diamètre 20 mm (Figure 4.3) de manière à obtenir une pastille de 2 mm d'épaisseur environ.

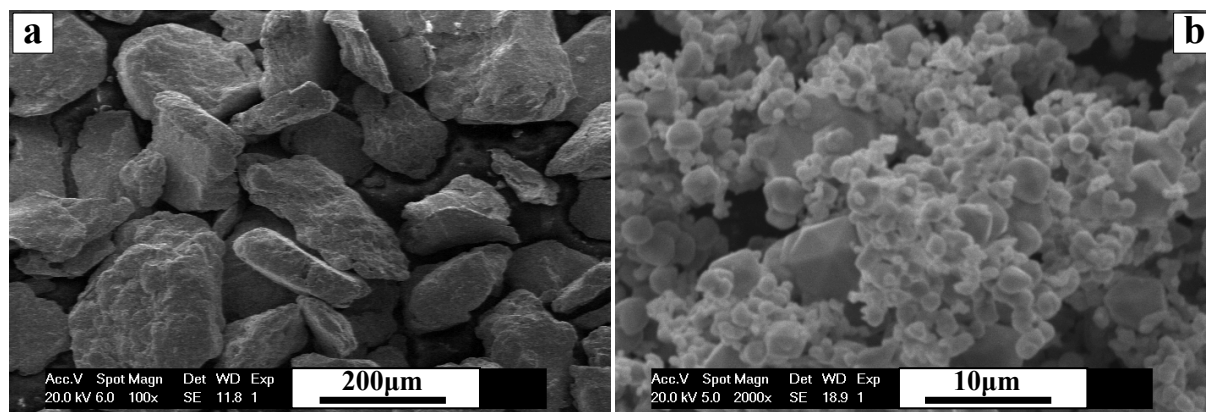


Figure 4.2 Photo MEB de la poudre de molybdène avec la taille de particule (a) 55 à 355 μm et (b) 2 μm

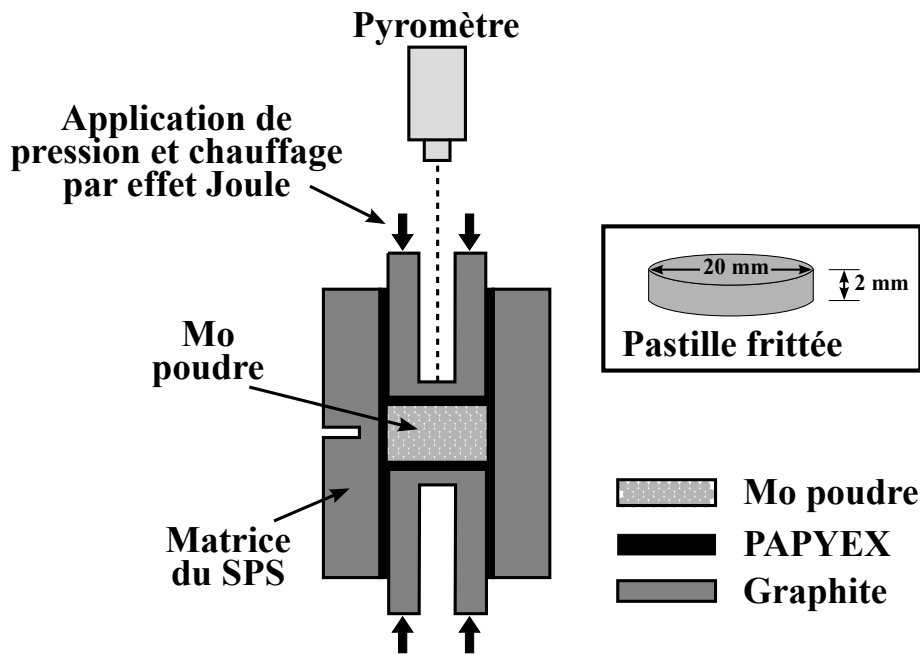


Figure 4.3 Schéma du frittage de la poudre de molybdène placée dans la matrice en graphite et les dimensions de la pastille frittée

La Figure 4.4 illustre le cycle de frittage de molybdène utilisé pour toutes les séries d'expériences. Il s'agit de faire le vide (quelques 10^{-2} mbar), puis d'appliquer une force uniaxiale. La température est contrôlée en faisant varier le courant circulant dans la matrice, avec une rampe de montée en température fixée à 700 °C/min . On conserve la charge jusqu'à la fin du palier. Ensuite le refroidissement dure 10 minutes et dès que la température atteint 600 °C , la charge décroît progressivement. Le refroidissement n'est pas contrôlé et c'est par conduction que l'échantillon refroidit : les électrodes sont refroidies par circulation d'eau et à leur contact, les éléments en graphites refroidissent.

Une force de 24 kN a été appliquée durant le frittage ce qui correspond à la charge maximale que peut supporter la matrice de diamètre 20 mm . Cette force correspond à une pression de 77 MPa par rapport au diamètre de la pastille. Plusieurs températures de frittage ont été étudiées allant de 1200 à 1950 °C avec un temps de palier fixé à 5 min . D'autre part, plusieurs temps de palier ont été étudiés allant de 5 à 30 min avec une température fixée à 1850 °C . Concernant la configuration du courant de chauffe, nous n'avons étudié que la consigne « 10:5 » (10 ms ON , 5 ms OFF). Ces paramètres utilisés diffèrent de ceux utilisés par [Ohser-Wiedemann et al. 2010] en terme de pression (67 MPa) du temps (3 min) et de la vitesse de montée (360 °C/min).

Notons que la mesure de la température se fait grâce à un pyromètre vertical placé au-dessus de la machine SPS et qui mesure la température d'un endroit très proche de la poudre à travers le piston supérieur. Le pyromètre ne fonctionne qu'au-dessus de 400 °C , en dessous de cette température, le contrôleur travaille donc en boucle ouverte.

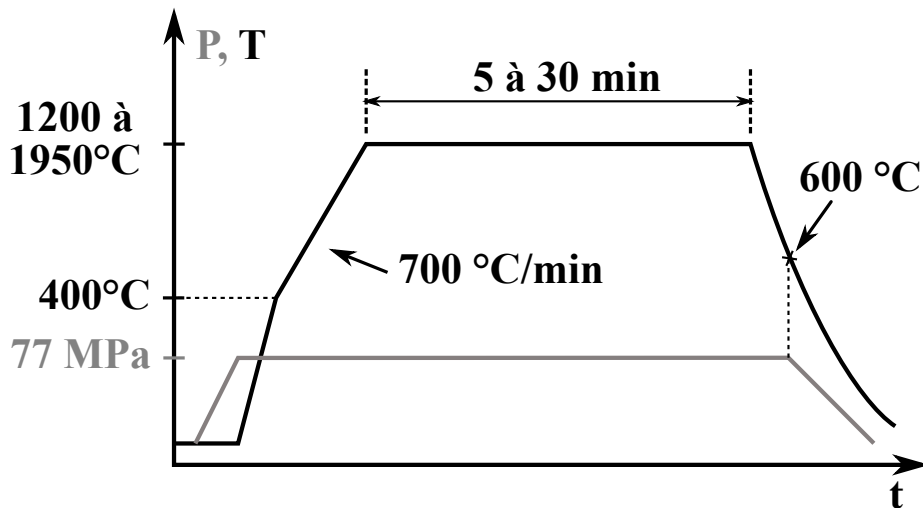


Figure 4.4 Profil du cycle de frittage de molybdène par SPS présentant la température et la pression en fonction du temps

4.3.3. Techniques d'analyse utilisées

En plus des techniques d'analyses décrites dans le chapitre 2, nous avons utilisé les techniques suivantes.

4.3.3.1. SIMS (Spectrométrie de masse des ions secondaire)

Le procédé d'analyse physico-chimique de surface connu sous le nom SIMS, d'après l'acronyme anglais signifiant *Secondary Ion Mass Spectrometry* consiste à bombarder la surface de l'échantillon à analyser avec un faisceau d'ions. Une partie de la matière de l'échantillon est alors pulvérisée et ionisée. Ces ions secondaires sont alors accélérés vers un spectromètre de masse qui permettra de mesurer la composition élémentaire ou isotopique de la surface. La surface de l'échantillon étant consommée durant la mesure, on peut alors reconstituer la composition volumique de l'échantillon.

La mesure du SIMS de la surface de la pastille de molybdène a été faite avec un spectromètre de type CAMECA IMS 4f, disponible au Laboratoire INL, avec un flux de O^{2+} comme source d'ion primaire d'énergie de 15 keV.

4.3.3.2. Diffraction des rayons X (XRD)

La diffraction des rayons X est une méthode d'analyse physico-chimique couramment employée pour identifier la nature et la structure des produits cristallisés. En effet, la structure cristalline est considérée comme un assemblage de plans réticulaires. Ces plans sont séparés par des distances caractéristiques d . Cette distance est calculée grâce à la relation de Bragg :

$$2d \sin \theta = k\lambda \quad (4.1)$$

où λ est la longueur d'onde des rayons X incidents, θ est l'angle d'incidence et k est un nombre entier. Les interférences des rayons diffusés vont être alternativement constructives ou destructives. Selon la direction de l'espace, on va donc avoir un flux important de photons X, ou au contraire très faible. On obtient ainsi une courbe $I(2\theta)$ qu'on appelle spectre de diffraction des rayons X ou diffractogramme.

L'identification de la structure cristalline de l'extrémité de l'échantillon a été étudiée à 25 °C par diffraction de rayons X (XRD), utilisant un diffractomètre X'Pert Pro MPD équipé d'un détecteur monochromateur avec un rayonnement $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1,5418 \text{ \AA}$), et un angle d'incidence variant de 30 à 80° en 2θ avec un pas de 0,1°. Ces mesures ont été faites au laboratoire LMI à Lyon.

4.3.3.3. Mesure de la densité

La mesure de la densité sur les échantillons frittés a été faite en utilisant le principe d'Archimède selon la norme ASTM B328-94. Il s'agit de réaliser la pesée d'un échantillon immergé dans un liquide de poussée. La loi d'Archimède nous permet d'accéder au volume de l'échantillon si on connaît la masse volumique du liquide (dans notre cas, c'est la masse volumique de l'eau).

Tout d'abord, il est nécessaire d'éliminer tout corps étranger à la surface de la pastille tel que la poussière (par grattage ou polissage), la graisse (nettoyage dans l'acétone puis dans de l'alcool), l'humidité (étuvage). Nous commençons par mesurer la masse de l'échantillon dans l'air et ensuite sa masse dans l'eau déionisée. La masse volumique apparente de l'échantillon est donnée par la relation suivante :

$$\rho = \frac{m_a \cdot \rho_{eau}}{m_a - m_e} \quad (4.2)$$

avec m_a est la masse de l'échantillon dans l'air, m_e est sa masse dans l'eau déionisée, ρ_{eau} est la masse volumique de l'eau déionisée. La densité a été calculée suivant l'équation suivante :

$$d(\%) = \frac{\rho_{exp}}{\rho_{th}} \cdot 100 \quad (4.3)$$

avec ρ_{exp} la densité volumique expérimental et ρ_{th} la densité théorique de molybdène (10.22 g/cm³) [Braithwaite & Haber 1994].

4.3.3.4. Mesure de la dureté

Une caractérisation mécanique est faite en mesurant la dureté sur la pastille. On a utilisé la dureté Vickers. En se basant sur le même principe de dureté Vickers décrit dans le chapitre 2, les tests de dureté ont été fait avec deux machines :

- Une machine de microdureté Vickers Wolpert de type V-testor VDT 11 en utilisant une charge 0,3 kgf, pour mesurer les duretés les plus élevées avec une taille d'empreinte micrométrique
- Une machine de dureté Vickers de type Shimadzu HSV 20 en utilisant une charge de 5 kgf

Notant que les indentations ont été réalisées à différents endroits. Les valeurs données sont une moyenne de 10 mesures pour chaque échantillon.

4.3.3.5. Analyse granulométrique

Les pastilles de molybdène fritté ont subi une préparation métallographique pour l'analyse de la microstructure, en suivant les étapes suivantes :

- Elles sont d'abord coupées en deux selon leur diamètre par une micro-tronçonneuse à disque résinoïdes,
- Nous procédons ensuite à un enrobage à chaud par une résine phénolique,
- Puis à un polissage avec la procédure décrite dans la section 2.3.1 du chapitre 2 en s'arrêtant à la suspension diamantée de 1 μm ,
- Ensuite les pastilles sont nettoyées à l'acétone et à l'éthanol pour enlever le lubrifiant,
- Enfin, les pastilles sont attaquées chimiquement dans un mélange de $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}$ (proportion de 1:1:3) pendant 3 secondes pour révéler les grains.

La taille de grain a été mesurée à l'aide d'un microscope optique couplé à un logiciel pour l'analyse des images appelé « Grani ». L'analyse granulométrique est en conformité à la norme ASTM 112.

4.3.4. Résultats expérimentaux

Le Tableau 4.2 regroupe tous les paramètres de frittage des deux poudres et les résultats en termes d'épaisseur de carbure de molybdène (cet aspect de carburation sera discuté plus tard), de densité relative, de dureté et de taille des grains. Dans le cas de la poudre de 2 μm , seul l'effet de la température a été étudié.

Tableau 4.2 Les paramètres de frittage des deux poudres et les résultats de la densité, la dureté, la taille moyenne des grains et l'épaisseur du carbure

Poudre	Pastille	Température (°C)	Temps (min)	Épaisseur Carbure (µm)	Densité relative (%)	Dureté (Hv5)	Taille des Grains (µm)
55-355 µm	1	1200	5	-	84.4	133	16
	2	1350	5	-	91.2	132	16
	3	1450	5	-	94.8	160	33
	4	1550	5	39	96.5	157	36
	5	1650	5	56	97.0	161	42
	6	1750	5	79	98.4	150	63
	7	1850	5	132	98.6	150	82
	8	1950	5	211	99.5	149	108
	9	1850	10	187	99.6	157	83
	10	1850	20	362	99.8	156	92
	11	1850	30	391	100	156	102
2 µm	12	1200	5	-	92.7	200	5
	13	1350	5	-	96.5	163	15
	14	1450	5	30	97.9	163	20
	15	1550	5	42	98.6	162	37
	16	1650	5	64	98.7	163	39
	17	1750	5	113	99.5	179	55
	18	1850	5	214	100	174	137
	19	1950	5	370	100	172	313

4.3.5. Discussion

4.3.5.1. Densité du molybdène

Pour une mesure de la densité réelle des pastilles de molybdène, les pastilles ont été polies des deux côtés pour retirer une couche qui apparaît lors du frittage et dont la composition sera discutée en section 4.3.5.4. Le Tableau 4.2 liste toutes les densités relatives du molybdène des pastilles. Notons que la précision de la mesure a été évaluée pour chaque point et va de 2 à 5 % pour la poudre de 55-355 µm et de 0.6 à 5 % pour la poudre de 2 µm. En effet, le calcul de l'incertitude dépend fortement de la taille de l'échantillon. Ce calcul est décrit dans l'Annexe B.

La Figure 4.5 montre l'évolution de la densité relative des échantillons frittés en fonction de la température. Dans le cas de la poudre de 55-355 µm, on voit que la densité augmente lorsque la température de frittage augmente pour une durée de frittage de 5 min et une pression de 77 MPa. Dans ce cas, une densité relative maximale de 99.5 % peut être atteinte pour une température de frittage de 1950 °C. Par ailleurs, nos résultats sont en bon accord avec les résultats précédents obtenus par la technique P²C [Srivatsan et al. 2001] et la technique SPS [Ohser-Wiedemann et al. 2010], où une densité relative de 98 % a été mesurée à 1650 °C par la technique P²C et 95 % à 1600 °C par la technique SPS.

Dans le cas de la poudre de 2 μm , une densité relative maximale de 100 % peut être atteinte pour une température de frittage de 1850 °C. On peut dire que la cinétique de densification de la poudre de 2 μm est meilleure que celle de l'autre poudre. Cela est expliqué par la loi de Herring d'après l'équation suivante [Bernache-Assolant & Bonnet 2005] :

$$\frac{t_1}{t_2} = \left(\frac{r_1}{r_2} \right)^m \quad (4.4)$$

avec t_1 et t_2 correspondent à la durée nécessaire pour atteindre le même avancement pour deux systèmes ayant des tailles de grains initiales r_1 et r_2 suivant le même mode de diffusion et m un paramètre qui dépend du mécanisme imposant la cinétique d'avancement du frittage. La vitesse du frittage est donc d'autant plus rapide que le diamètre des grains est petit.

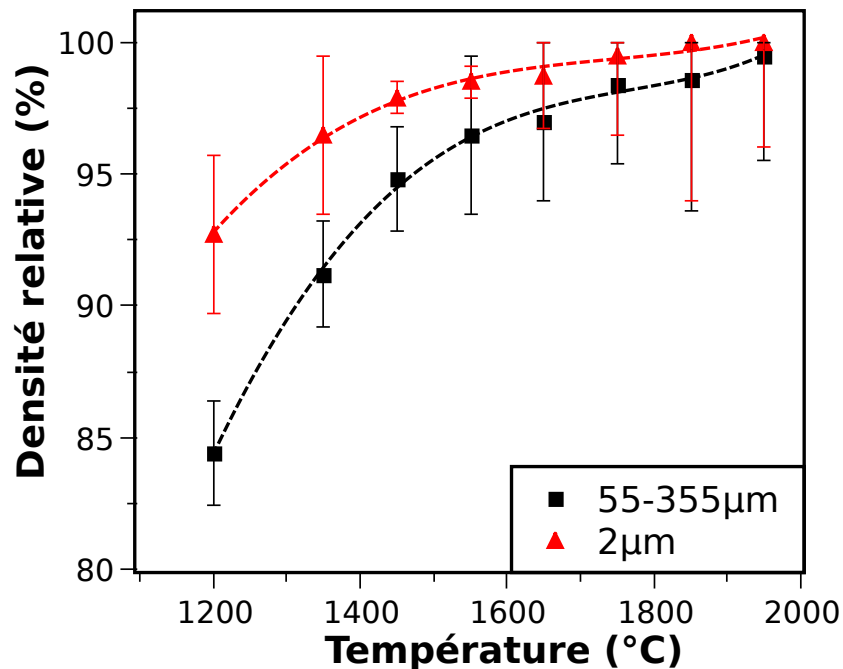


Figure 4.5 Evolution de la densité en fonction de la température de frittage pour les deux poudres de molybdène frittés avec un palier de 5 min et une pression de 77 MPa

La Figure 4.6 montre l'évolution de la densité relative en fonction du temps de frittage pour une température fixe de 1850 °C et une pression fixe de 77 MPa, dans le cas de la poudre de 55-355 μm . Des densités relatives de 98,6 à 100 % ont été obtenues lorsque le temps de frittage passe de 5 à 30 minutes.

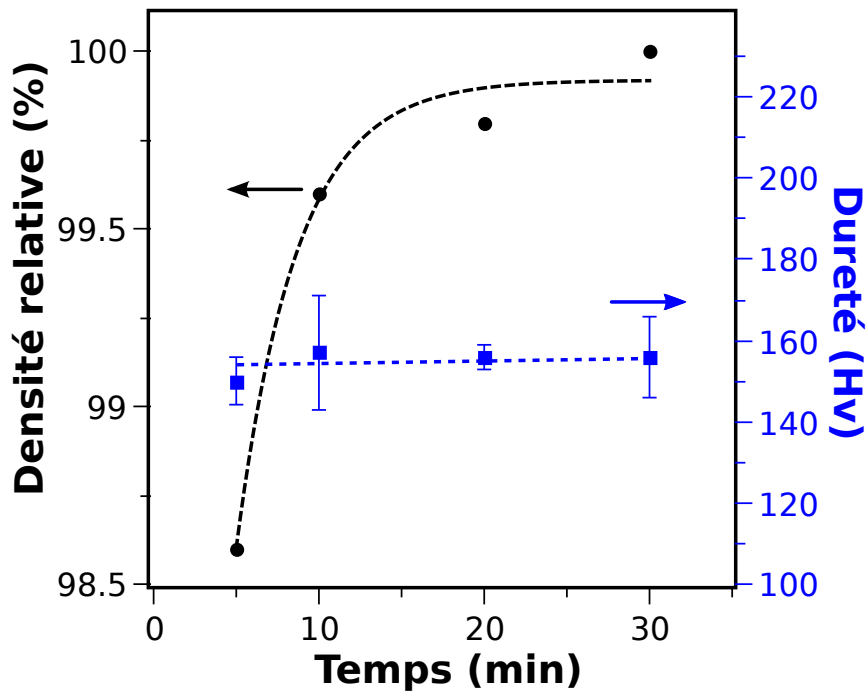


Figure 4.6 Évolution de la densité relative et la dureté en fonction du temps pour température de 1850 °C. Les ronds et les carrés correspondent respectivement à la densité relative et la dureté.

4.3.5.2. Mesure de la dureté

Les mesures de dureté Vickers effectuées à différents endroits sur la surface de chaque échantillon sont résumées dans le Tableau 4.2. Notons que les pastilles sont coupées en deux échantillons, et ces échantillons sont polis miroir avant la mesure de la dureté. Les mesures de dureté sont régulières sur toute la section d'un même échantillon ce qui indique une densification uniforme. La Figure 4.7 présente une évolution de la dureté mesurée sur les pastilles frittées avec les deux poudres de molybdène différentes, en fonction de la température.

La mesure de dureté pour les pastilles frittés à 1200 °C et 1350 °C n'est pas représentative parce qu'elles n'ont pas été totalement densifiées. Ces mesures sont à prendre avec précaution.

Dans le cas de la poudre de 55-355 μm , la dureté diminue très légèrement lorsqu'on augmente la température de frittage ; elle varie de 160 à 149 Hv5 pour des températures allant de 1450 °C à 1950 °C respectivement. Dans le cas de la poudre de 2 μm , c'est la même diminution de 179 à 172 Hv5 pour des températures allant de 1750 °C à 1950 °C. Cette légère diminution de la dureté peut être expliquée par l'augmentation de la taille des grains avec la température. A basse température (<1450 °C), le frittage n'est pas homogène. On ne peut donc pas tirer une conclusion sur ces valeurs. Tandis qu'à haute température la dureté est constante.

Dans les cas des deux poudres, l'évolution de la dureté en fonction de la température est très faible et elle pourrait être simplement due à la variabilité expérimentale. La dureté plus élevée pour la poudre de 2 μm par rapport à celle de 55-355 μm est normale. En effet la taille de grain après le frittage est plus grande dans l'échantillon obtenu à partir de la poudre 55-355 μm . Or d'après la loi de Hall-Petch, la dureté diminue quand la taille de grain augmente [R.M. German 1996][Hall 1951].

En ce qui concerne l'effet du temps, la dureté mesurée sur la poudre de 55-355 μm en fonction du temps est présentée dans la Figure 4.6. On peut dire qu'elle est constante ce qui est en accord avec le fait que la taille des grains reste constante quelque soit le temps.

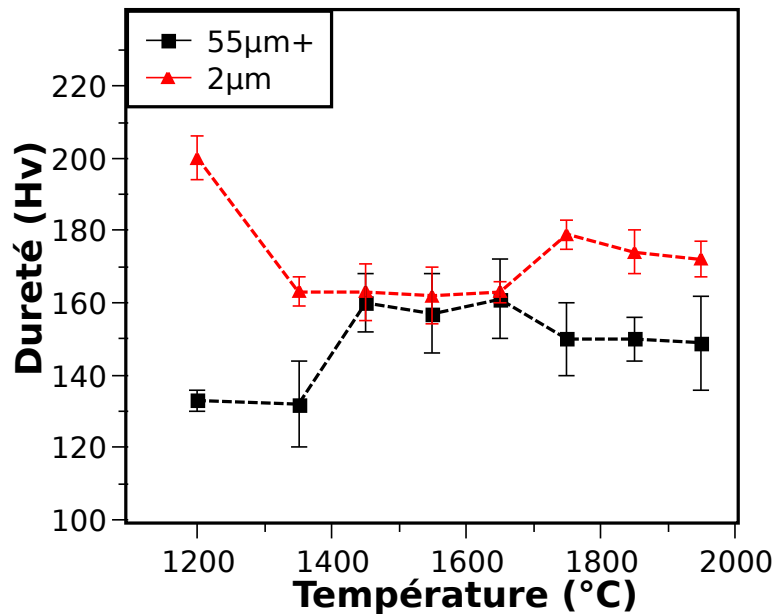


Figure 4.7 Evolution de la dureté en fonction de la température pour les deux poudres de molybdène frittées avec un palier de 5 min et une pression de 77 MPa

Les valeurs de duretés obtenues dans cette étude peuvent être comparées à celles déjà publiées. Cependant, la littérature concernant la dureté présente de fortes variations en fonction de l'état initial des poudres, de leur pureté et des paramètres de procédé utilisés pour leur frittage. Par exemple, Kim et al. ont obtenu des valeurs de dureté égales à 218 Hv0.1 pour la nanopoudre et 191 Hv0.1 pour la poudre commerciale [G.-S. Kim et al. 2009]. Srivatsan et al. ont rapporté des valeurs de dureté d'environ 236 Hv10 obtenus par la technique P²C avec une granulométrie de poudre de Mo d'environ 47 μm fritté à 1650 °C [Srivatsan et al. 2001] [Srivatsan et al. 2002]. Enfin, en utilisant la technique SPS, Ohser-Wiedemann et al. ont rapporté une valeur de dureté moyenne environ 209 Hv0.1, indépendante des conditions de frittage [Ohser-Wiedemann et al. 2010]. La valeur de dureté de molybdène présentée dans la littérature est de l'ordre de 156 Hv d'après [Samsonov 1968] ce qui est cohérent avec les valeurs obtenues dans notre étude.

4.3.5.3. Taille des grains

La Figure 4.8 présente une photo d'une particule la poudre de molybdène avec des particules de 55-355 μm avant frittage. La taille de grain moyenne a été mesurée par le logiciel Grani à 16 μm .

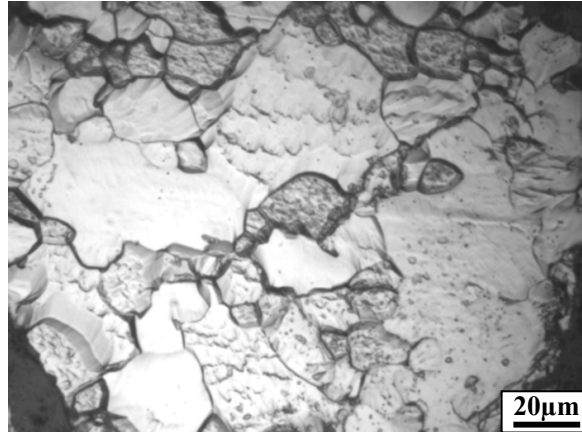


Figure 4.8 Photo de la poudre de molybdène avec les particules 55-355 μm , la taille de grain a été mesurée à 16 μm

La Figure 4.9 présente deux photos vues de coupe d'une pastille frittée à 1850 °C pendant 5 minutes et avec une pression de 77 MPa, réalisées par un MEB (a) et par un microscope optique (b). Les grains sont révélés avec la solution de gravure chimique indiquée dans la section 4.3.3.5. On n'observe pas de porosité au niveau des joints des grains. La seule porosité visible se trouve dans les grains eux-mêmes et provient soit de la poudre initiale, soit des anciens joints de grains de particules. Après la mesure granulométrique par Grani, on constate que la taille moyenne des grains de cet échantillon (82 μm) est plus grande que la taille moyenne des grains de la poudre initiale (16 μm) ceci est dû aux phénomènes de croissance. On observe dans la poudre initiale comme dans les échantillons frittés que la taille de grain varie fortement d'un grain à l'autre ce qui pourrait être indicatif d'un phénomène de croissance anormale des grains.

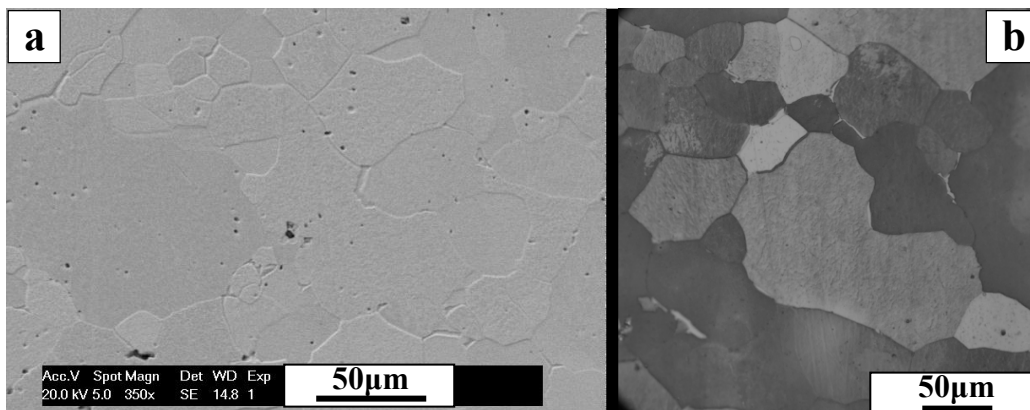


Figure 4.9 Photo MEB (a) et microscope optique (b) vue de coupe d'une pastille frittée à 1850 °C, 5 min et 77 MPa

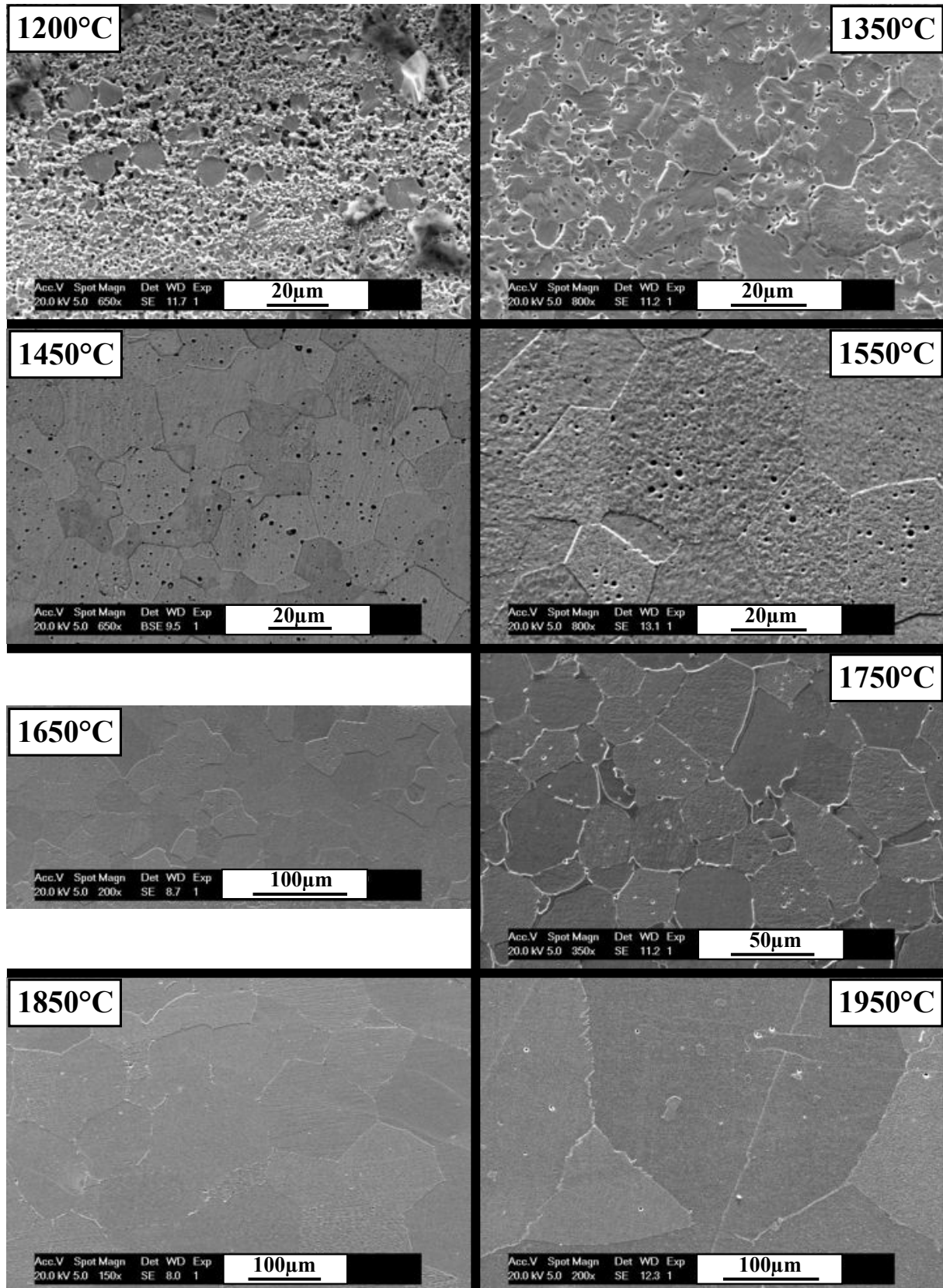


Figure 4.10 Photo MEB des pastilles élaborées à partir de la poudre de 2 µm montrant leur microstructure à différentes températures (pastille 12 à 19 du **Tableau 4.2**).

La Figure 4.10 présente les photos MEB des pastilles élaborées à partir de la poudre de 2 μm (12 à 19 du Tableau 4.2).

On voit bien la porosité qui existe entre les joints des grains dans les pastilles frittées à 1200, 1350 et 1450 °C. Pour les pastilles frittées à 1550 et 1650 °C, la seule porosité visible se trouve dans les grains eux-mêmes. La porosité n'existe pas ou très peu dans les pastilles frittées à 1850 et 1950 °C. Il est intéressant de noter que dans le cas de la poudre ayant une taille initiale de 2 μm , la distribution en taille des grains après frittage semble plus homogène.

La Figure 4.11 montre l'évolution de la taille moyenne des grains des deux poudres en fonction de la température. L'effet de la température est significatif sur la taille des grains. Dans le cas de la poudre de 55-355 μm , lorsque la température de frittage est inférieure à 1450 °C, la croissance des grains est lente et limitée, et la taille moyenne de grain reste égale à la taille de grain initiale (16 μm). Au delà de cette température, les grains grossissent de façon significative, avec une taille moyenne allant de 33 à 108 μm , pour des température de 1450 °C à 1950 °C respectivement. En comparant aux résultats de la littérature, le même phénomène a été observé par [Ohser-Wiedemann et al. 2010] : la taille des grains commence à augmenter à haute température (>1400 °C) par la technique SPS. En revanche, en utilisant la technique classique de frittage conventionnel, la croissance des grains commence à des températures inférieures à 1200 °C [G.-S. Kim et al. 2009]. Cette différence peut être due à la rampe rapide de la chauffe (700 °C/min) utilisé par le SPS. Notons que la comparaison des valeurs moyennes granulométriques est très difficile, parce que les poudres et leurs tailles de grains initiaux ne sont pas les mêmes.

Dans le cas de la poudre de 2 μm , on remarque que les grains des pastilles frittés suivent la même évolution que ceux avec la poudre de 55-355 μm jusqu'à 1750 °C. Au delà de cette température, la taille des grains augmente de façon importante, et atteint une moyenne de 313 μm à 1950 °C contre 108 μm pour la poudre de 55-355 μm . Donc à partir de 1750 °C, les pastilles commencent à être très dense et l'énergie fournie ne sert plus à densifier mais à augmenter la taille des grains.

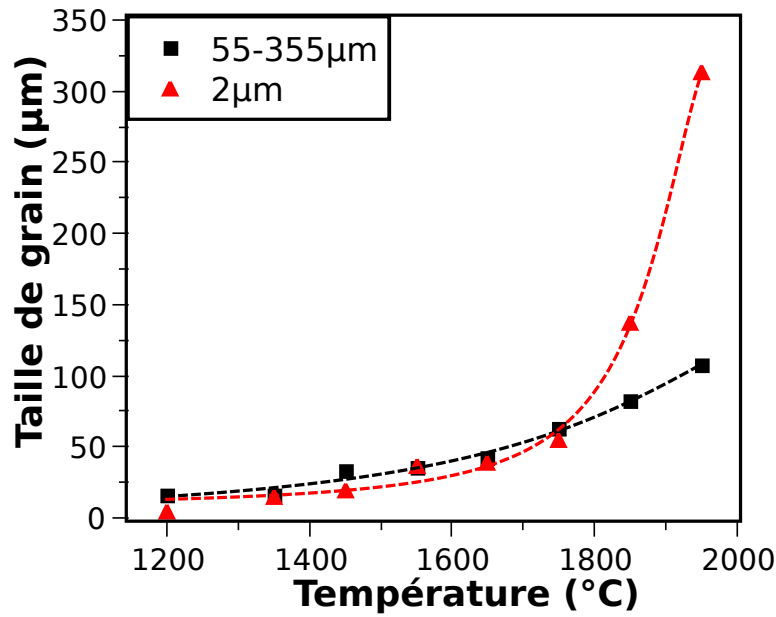


Figure 4.11 Evolution de la taille de grain en fonction de la température pour les deux poudres de molybdènes frittés avec un palier de 5 min et une pression de 77 MPa

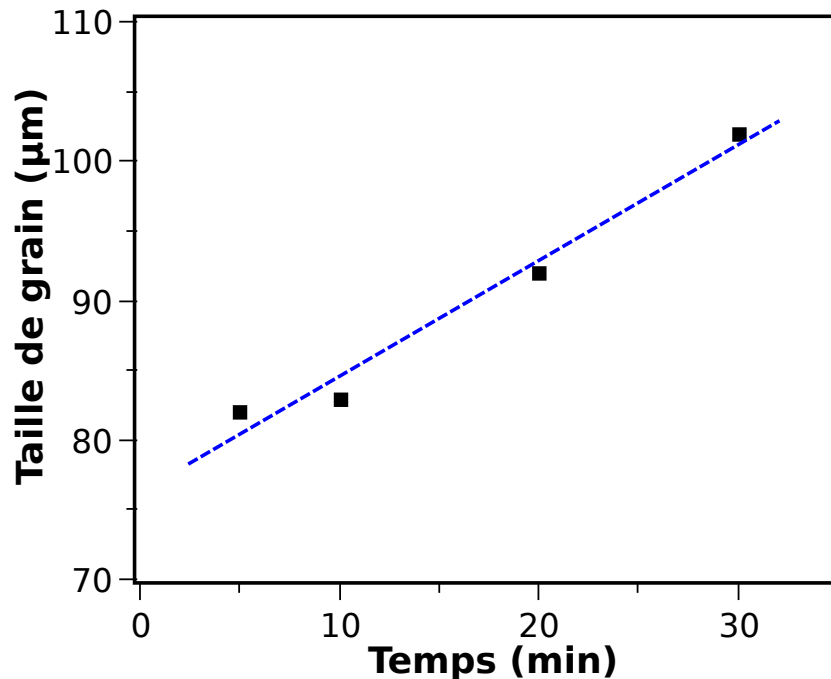


Figure 4.12 Evolution de la taille de grain en fonction du temps avec une température de 1850 °C et une pression de 77 MPa pour la poudre 55-355 µm

La relation entre la taille des grains et le temps de frittage est présentée à la Figure 4.12. Dans cette série d'expériences, la température a été fixée à 1850 °C, la pression à 77 MPa, et le temps de frittage varie de 5 à 30 minutes. Cela montre que lorsque le temps de maintien passe de 5 à 30 minutes, la taille des grains augmente de 82 à 102 µm. Cette différence dans la croissance de la taille des grains peut être expliquée par le fait que les grains se développent exponentiellement en fonction de la température, et suivent une loi linéaire en fonction du temps. Cela est justifié par l'équation de la croissance des grains suivante [Q. B. Wang et al. 2010] :

$$G^a - G_0^a = K_0 t \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (4.5)$$

avec G_0 et G les tailles des grains moyennes avant et après le frittage, a un exposant de la cinétique de croissance des grains, T la température de frittage, t sa durée, Q l'énergie d'activation apparente pour la croissance des grain. K_0 et R sont constantes.

Dans le cas de la poudre de 55-355 μm , compte tenu de la température de frittage maximale de 1950 °C, on peut conclure que la principale gamme de température qui affecte la croissance des grains est de 1450 °C à 1950 °C. Au-dessous de 1450 °C, la pastille présente une faible densité (<95 %). La chaleur produite dans la matrice par effet Joule est alors principalement utilisée pour augmenter la densité de l'échantillon, ce qui accélère la diffusion pour agrandir les ponts entre les particules. Cependant, à des densités plus élevées, lorsque l'échantillon est proche de la densité complète, la croissance des grains peut se produire comme dans les échantillons massifs.

En conclusion, une très bonne densité a été atteinte et les différentes tailles des particules nous permettent d'avoir un degré de liberté supplémentaire pour choisir la température à laquelle le frittage peut se faire.

4.3.5.4. Formation du carbure de molybdène

La microstructure transversale des pastilles frittées est étudiée à l'aide d'un microscope optique avec éclairage sur fond clair pour les faibles grossissements et un microscope électronique à balayage (MEB) pour les forts grossissements. La Figure 4.13 montre (a) une micrographie par un microscope optique et (b) une micrographie par un MEB. Cette microstructure a été obtenue pour un frittage à 1850 °C pendant 5 min, avec une pression de 77 MPa.

Deux zones différentes peuvent être observées dans les deux images. La première se localise près de la surface (M1) et la seconde se situe au centre (M2). En outre, l'interface entre les deux zones est clairement visible. Cette interface n'est pas rectiligne et présente des ondulations. La mesure d'épaisseur de la zone M1, faite au MEB, montre une valeur moyenne de 115 μm . La mesure de la microdureté transversale prise à différents endroits en allant de la zone M1 à la zone M2 présente un gradient important de la microdureté. La valeur moyenne de la microdureté a été trouvée à 1400 Hv0.3 et 173 Hv0.3 dans les zones M1 et M2 respectivement. Cela signifie que la nature des matériaux n'est pas la même entre les deux zones. La valeur de dureté moyenne de M2 à 173 Hv0.3 doit correspondre au molybdène. En revanche, la valeur de la microdureté de M1 à 1400 Hv0.3 correspond à un matériau formé au cours du frittage, dont l'identification est discutée par la suite. Il faut noter qu'aucun additif

n'a été ajouté au molybdène. L'analyse de surface par SIMS a été réalisée sur la couche superficielle de M1 pour en déduire la composition élémentaire. Le spectre SIMS dans la Figure 4.14 montre clairement que la couche ne contient que deux éléments : molybdène et carbone. Cela signifie que la couche M1 est composée de Mo et C, ce qui correspond au carbure de molybdène.

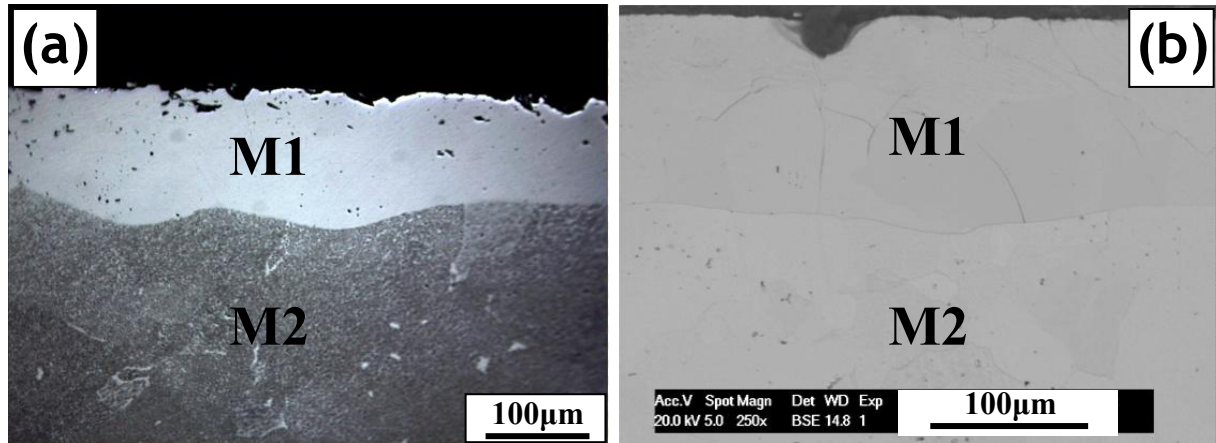


Figure 4.13 Micrographie d'une pastille de Mo fritté réalisée par (a) un microscope optique et (b) un MEB avec M1 et M2 qui représente les deux différentes microstructures

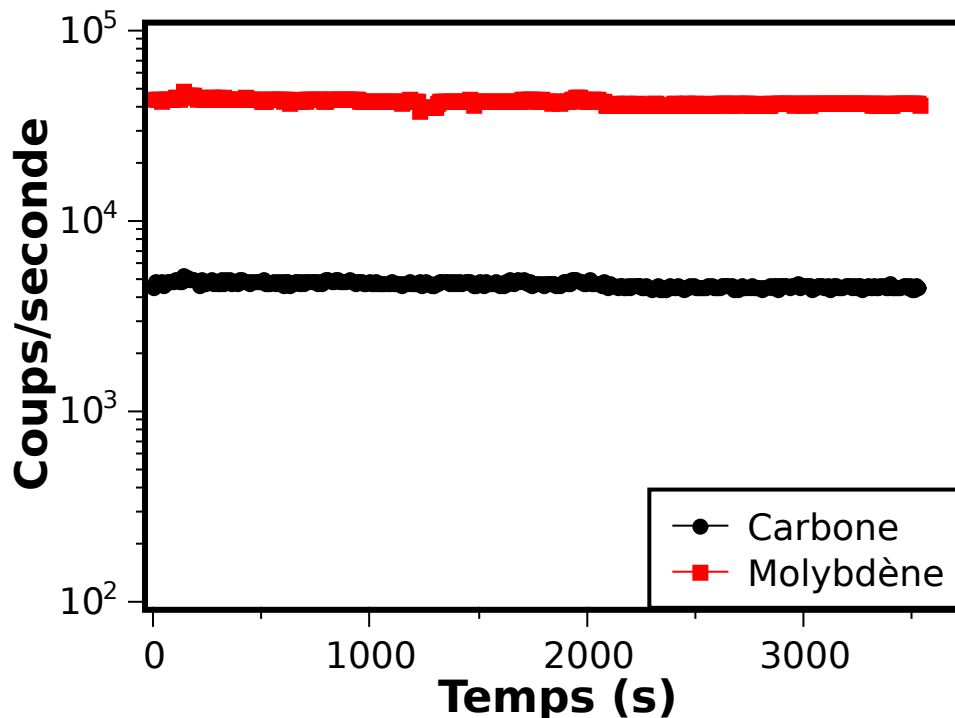


Figure 4.14 Spectre de SIMS collecté sur la couche superficielle de M1

Le carbure de molybdène existe sous deux formes cristallines stables : α -Mo₂C et β -Mo₂C [Parthé & Sadogopan 1963][Liu & Rodriguez 2004]. La structure de β -Mo₂C est hexagonale compacte et la structure de α -Mo₂C est orthorhombique. Le spectre de diffraction des rayons X de la surface est présenté dans la Figure 4.15. Les spectres enregistrés

correspondent à la phase β -Mo₂C [Oshikawa et al. 2001]. Les pics de β -Mo₂C correspondent à $2\theta = 34.4^\circ, 38.0^\circ, 39.4^\circ, 52.1^\circ, 61.5^\circ, 69.6^\circ$ et 74.6° pour les plans cristallographiques [100], [002], [101], [102], [110], [103] et [200] respectivement. Un autre pic a été détecté et peut être attribué au molybdène (situé en dessous).

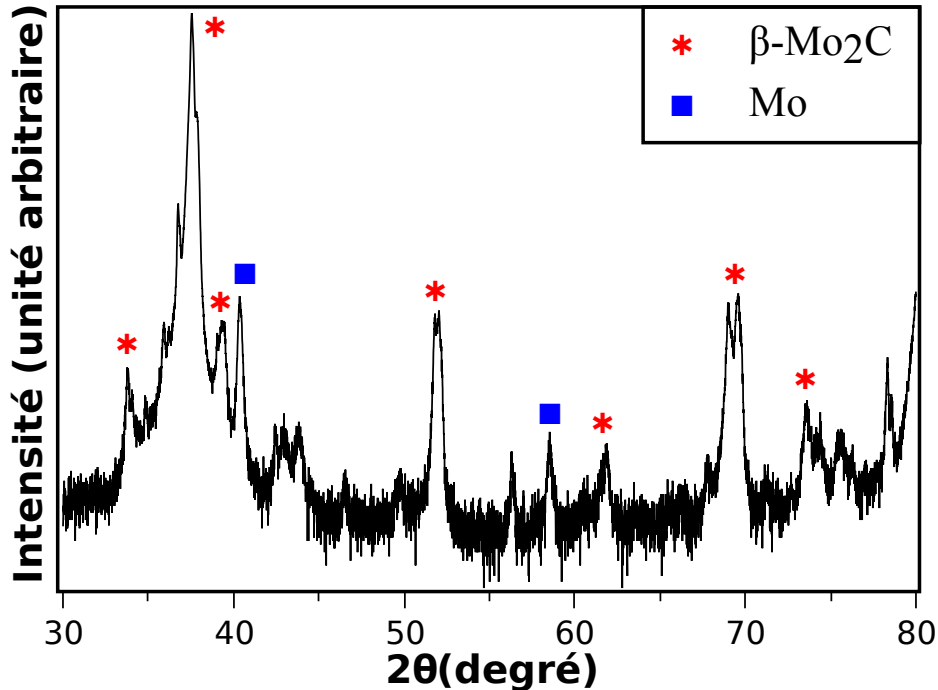


Figure 4.15 Diffractogramme de la couche de carbure de molybdène

Notons que la mesure de dureté pour la couche de carbure obtenu par SPS trouvée est de l'ordre de 1300 Hv0.1 [Ohser-Wiedemann et al. 2010] ce qui est cohérent avec notre résultat.

Le Tableau 4.2 regroupe tous les résultats des expériences du frittage en termes d'épaisseur de carbure de molybdène, de densité relative, de dureté et de taille des grains. D'après ce tableau, on peut voir que le carbure de molybdène n'est obtenu qu'à haute température ($>1500^\circ\text{C}$). Il faut noter que pour les plus basses températures, l'échantillon et la feuille de carbone (PAPYEX, Figure 4.3) restent collés à l'issue du frittage. Pour extraire la pastille, un léger polissage a été effectué qui a pu par la même occasion retirer une éventuelle couche de carbure de molybdène. Le problème ne s'est pas posé pour les pastilles frittées avec la poudre de $2\ \mu\text{m}$, les pastilles et la feuille de graphite se séparent facilement. Pour clarifier la formation de carbure de molybdène, il est important d'identifier la source de carbone impliquée dans la formation de ce carbure. La seule source « C » est la feuille de carbone (PAPYEX), car ce sont les seuls éléments en contact avec la poudre de molybdène.

La croissance de la couche de carbure de molybdène formé à 1850°C et $77\ \text{MPa}$ est présentée dans la Figure 4.16. Elle présente le carré de l'épaisseur en fonction du temps de

frittage. Les valeurs des épaisseurs tracées sont les valeurs moyennes du β -Mo₂C prises sur plus de 10 mesures. Les résultats présentés dans cette figure montrent une augmentation linéaire de la production de du carré de l'épaisseur de carbure en fonction de temps. Étant donné que les rampes de chauffe et de refroidissement sont très rapides, on considérera que la durée de frittage est égale à la durée du palier à température constante. Cette hypothèse pourrait néanmoins entraîner des erreurs sur le temps le plus court.

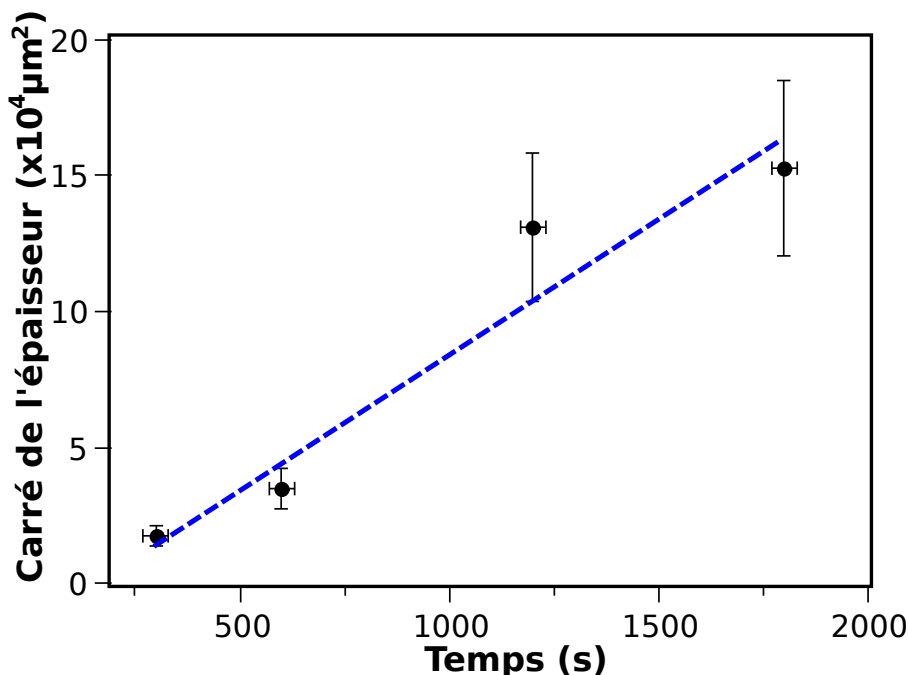


Figure 4.16 Le carré de l'épaisseur de la couche de carbure (Mo₂C) en fonction du temps. La ligne pointillée est une régression linéaire. Le taux de croissance est parabolique dans le temps

Pour étudier l'énergie d'activation du procédé de la croissance, on a appliqué la loi d'Arrhenius [McNaught et al. 1997] :

$$D = A \cdot \exp\left(\frac{-E_a}{RT}\right) \quad (4.6)$$

avec D un taux de croissance (coefficient de diffusion ; en m²/s) défini par le temps de frittage qui divise le carré de l'épaisseur moyenne de la couche de carbure, A un facteur pré-exponentiel (en m²/s), E_a l'énergie d'activation (en kJ/mol), $R = 8,314 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ la constante des gaz parfaits et T la température (en K). Prenant l'équation sous forme logarithmique, on aura:

$$\ln D = -\frac{E_a}{R} \frac{1}{T} + \ln A \quad (4.7)$$

Donc l'énergie d'activation est la pente de la droite $\ln D = fct\left(\frac{1}{T}\right)$ multipliée par $-R$.

Les épaisseurs moyennes de la couche de carbure sont présentées dans le Tableau 4.2. La Figure 4.17 présente l'évolution du taux de croissance en fonction de l'inverse de la température pour les deux poudres. On peut voir que le taux de croissance augmente lorsque la température augmente. A partir du tracé d'Arrhenius de la Figure 4.17, l'énergie d'activation apparente E_a du procédé de croissance a été calculée. Elle est estimée à 283,5 kJ/mol (67,82 kcal/mol) pour la poudre de 55-355 μm et 322,2 kJ/mol (77,08 kcal/mol) pour la poudre de 2 μm , ce qui comparable aux valeurs trouvées dans la littérature, 57,4 kcal/mol pour une température entre 900 et 1100 $^{\circ}\text{C}$ [Isobe et al. 1989] et 180 kJ/mol [Ohser-Wiedemann et al. 2010].

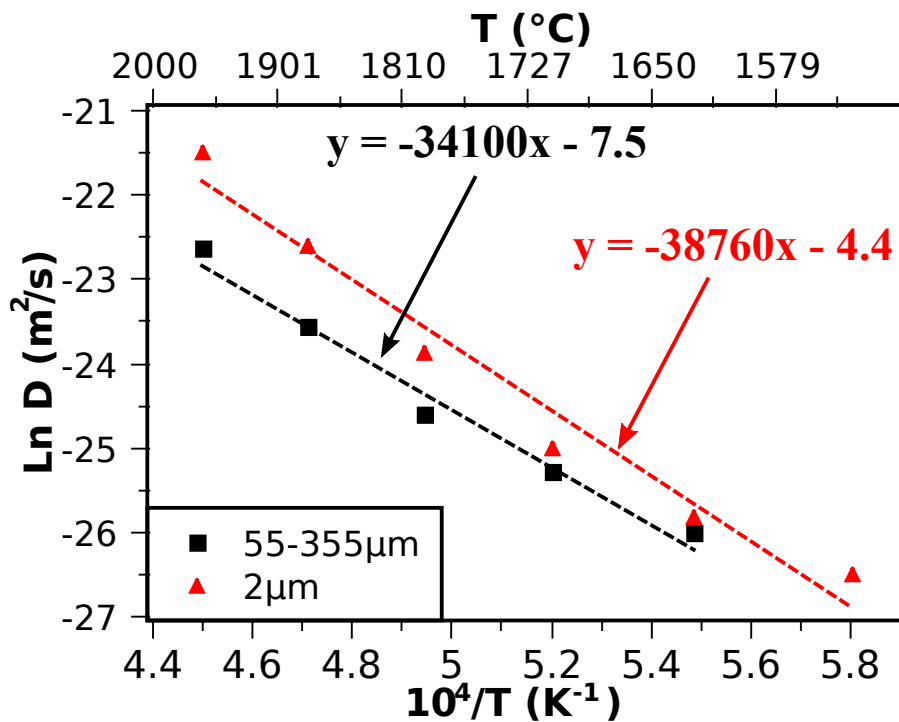


Figure 4.17 Evolution du taux de croissance de la couche Mo_2C en fonction de la température. A partir de la courbe d'Arrhenius, l'énergie d'activation apparente E_a a été estimée à 283,5 kJ/mol pour la poudre de 55-355 μm et 322,2 kJ/mol pour la poudre de 2 μm

Dans le cas de notre étude, il faut éviter la croissance de cette couche de carbure, soit par le polissage mécanique soit en utilisant une couche barrière à la diffusion de carbone (par exemple le nitrure de bore BN), pour les raisons suivantes (cf. Tableau 4.3) :

- une conductivité thermique 6 fois inférieure à celle du molybdène
- un coefficient de dilation thermique quasiment double de celui du molybdène
- une résistivité électrique plus de 10 fois supérieure à celle du molybdène

Tableau 4.3 Propriétés physiques du molybdène de son carbure [Pierson 1996]

Matériaux	CTE ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)	Conductivité Thermique (W/m.K)	Résistivité électrique ($\mu\Omega\cdot\text{cm}$)
Mo ₂ C	7.9	21.5	71
Mo	5	138	5.2

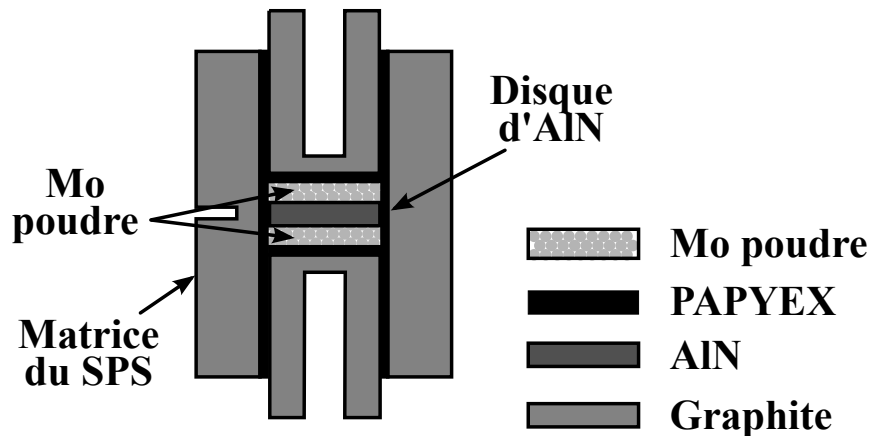
4.3.6. Conclusion sur le frittage de molybdène

Des poudres de molybdène ont été frittées avec la technique SPS. Des paramètres de procédé optimaux ont été déterminés pour l'obtention de molybdène dense. La prochaine étape consiste à étudier la faisabilité de l'assemblage Mo / AlN par SPS de manière à réaliser un substrat céramique métallisé complet.

4.4. Assemblage du Mo/AlN

On s'intéresse maintenant à la deuxième étape de la Figure 4.1, c'est-à-dire le frittage du molybdène sur un disque d'AlN. Des disques d'AlN avec deux épaisseurs différentes, 635 μm et 1,27 mm, et un diamètre de 19,8 mm ont été utilisés.

Au début, nous avons choisi les paramètres pour laquelle on a eu une bonne densité pour la poudre de molybdène d'une taille de 55-355 μm . Un disque d'AlN avec une épaisseur de 635 μm est mis dans une matrice en graphite de 20 mm de diamètre, avec 3,3 g de molybdène de chaque côté (cf. Figure 4.18). L'assemblage a été réalisé à 1850 $^{\circ}\text{C}$ avec un palier de 5 min et une pression de 77 MPa.

**Figure 4.18** Schéma d'assemblage du Mo/AlN/Mo placé dans la matrice en graphite

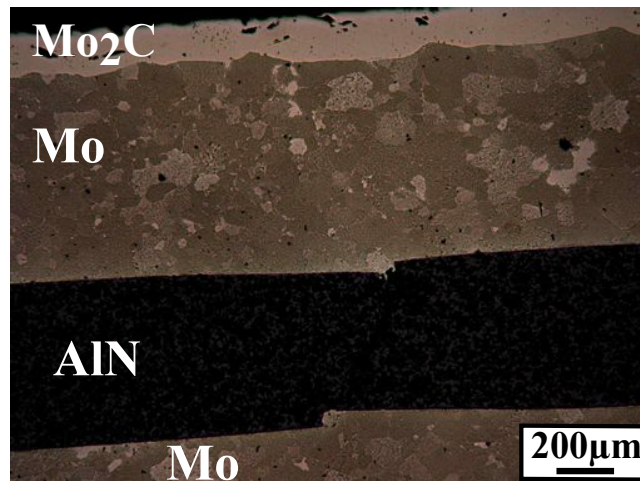


Figure 4.19 Photo réalisée par microscope optique de l'empilement Mo/AIN/Mo assemblé à 1850 °C avec une pression 77 MPa

La Figure 4.19 montre une vue de coupe de l'assemblage obtenu. On obtient une bonne interface Mo/AIN/Mo. On note la croissance d'une couche de carbure superficielle sur le molybdène. Cependant, nous avons aussi remarqué que la couche d'AIN s'est fissurée au cours de l'expérience. Nous avons attribué ces fissures à la pression exercée par la presse SPS et à la mauvaise planéité des dépôts de poudre de molybdène qui entraîne une mauvaise répartition de la pression. Dans un deuxième temps, une seule couche de molybdène est frittée sur un disque d'AIN plus épais d'épaisseur 1.27 mm. Cependant, même à la plus basse force admissible par la presse SPS (5 kN ou 16 MPa pour un diamètre de matrice en graphite de 20 mm), des fissures se sont produites (cf. Figure 4.20).

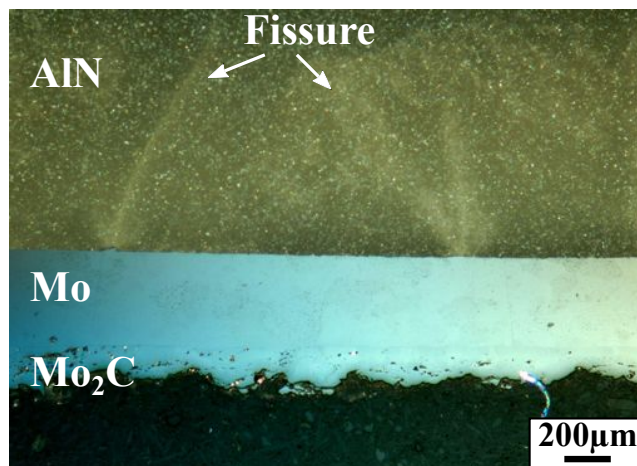


Figure 4.20 Photo de l'interface Mo/AIN réalisée par un microscope optique en mode DIC (*Differential Interference Contrast*). L'échantillon est assemblé à 1850 °C, pendant 5 min et avec une pression de 16 MPa

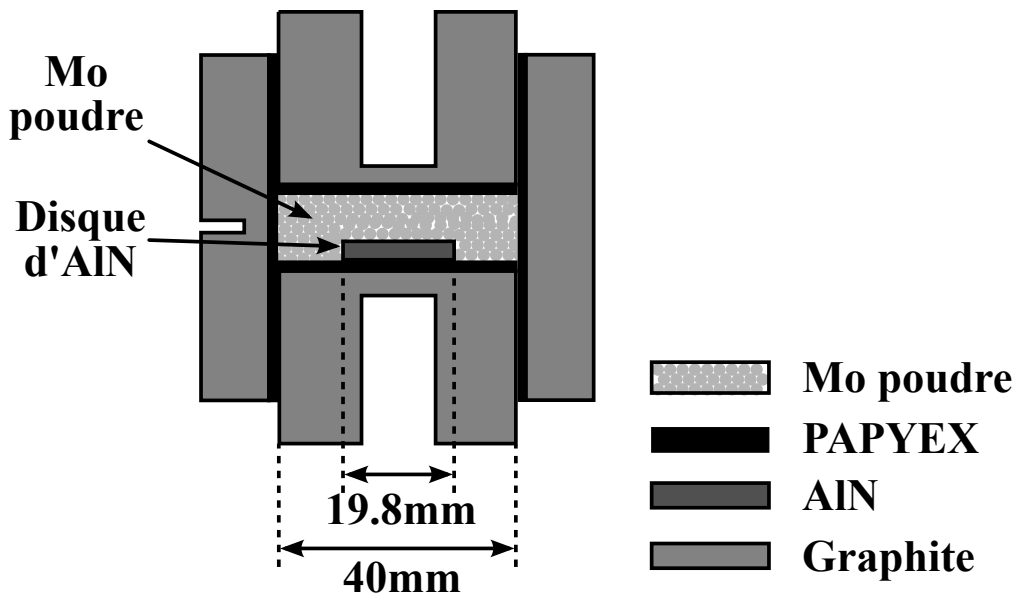


Figure 4.21 Schéma d'assemblage du Mo/AlN placé dans la matrice en graphite de diamètre 40 mm

Pour éviter les fissures, nous avons utilisé un disque d'AlN avec une épaisseur de 1,27 mm, placé avec la poudre de molybdène dans une matrice de graphite de 40 mm de diamètre (cf. Figure 4.21). Cette solution permet de réduire la pression subie pour l'échantillon, la force exercée par la presse ne pouvant descendre sous 5 kN. On a utilisé la poudre de molybdène de taille de 2 μm pour avoir une répartition homogène de la pression exercée par la poudre sur le disque d'AlN.

La Figure 4.22 présente deux photos vue de coupe d'une interface Mo/AlN, une réalisée par un MEB et l'autre par un microscope optique, pour une pastille assemblée à 1850 °C avec une force de 5 kN appliquée par le SPS (ce qui correspond à 4 MPa dans une matrice de diamètre 40 mm) avec un palier de 5 min. On voit d'abord que l'assemblage s'est bien déroulé, on a une bonne interface permettant d'envisager une bonne attache. Cependant à cette température, il pourrait y avoir sublimation de la couche d'AlN au cours du frittage. En effet, selon la littérature, l'AlN est censé se décomposer dans le vide au-dessus de 1800 °C [Berger 1997]. En outre, de petites fissures peuvent aussi être observées, mais elles sont limitées au voisinage de l'interface (Figure 4.23). Une analyse EDX réalisée par le MEB dans la zone marqué x de la Figure 4.22 (b), montre une zone riche en molybdène et aluminium. Cela signifie que certaines réactions se sont produites à l'interface Mo/AlN.

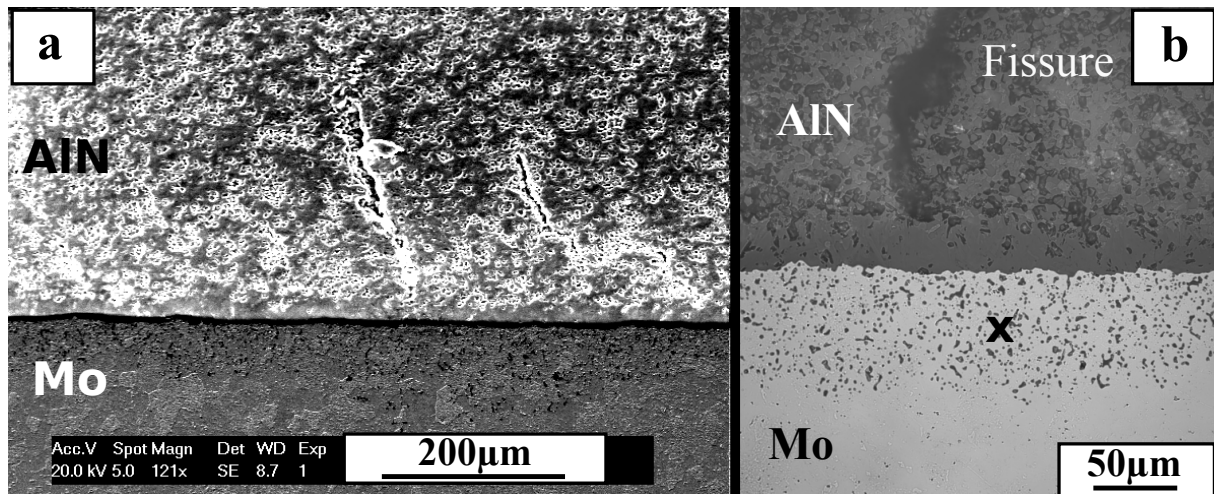


Figure 4.22 Images de l'interface du Mo/AlN réalisé par un MEB (a) et un microscope optique (b) assemblé à 1850 °C avec une pression de 4 MPa. La croix de la photo de droite indique l'emplacement de la pointe d'EDX

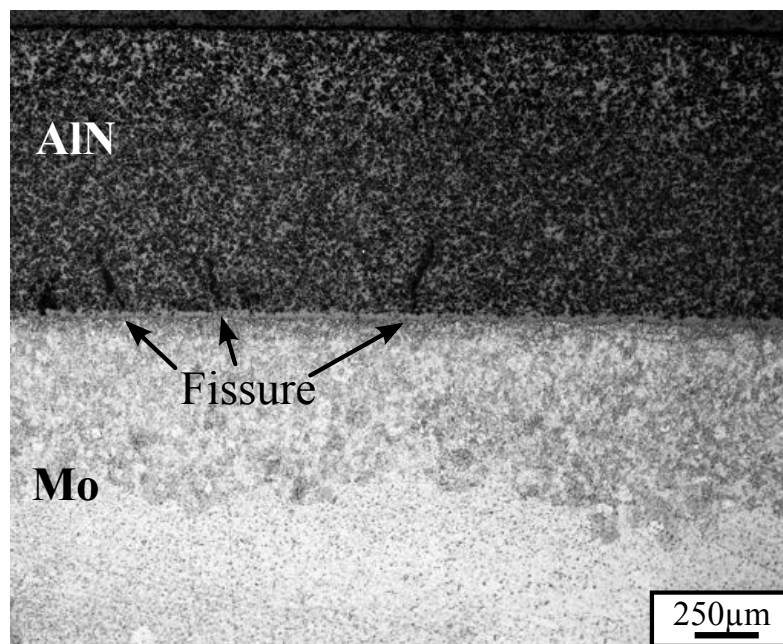


Figure 4.23 Image globale de l'interface du même échantillon présenté dans la **Figure 4.22**

Un test de cyclage thermique préliminaire allant de -50 °C à 150 °C a été fait sur un échantillon Mo/AlN/Mo pendant 165 cycles. Le cyclage n'a pas mis en évidence la moindre délamination. Dans la littérature, un cyclage thermique allant de -30 °C à 180 °C a été fait sur un DBC {Cu (300 µm) / AlN (635 µm) / Cu (300 µm)} et se traduit une délamination après 40 cycles [Dupont et al. 2006]. Ces essais doivent être approfondis, mais montrent pour le moment des résultats conformes aux attentes.

En utilisant la technique SPS, une adhérence entre le molybdène et le nitrure d'aluminium a été réalisée avec succès, même si une réaction d'interface s'est produite. Pour réduire cet effet, il faudrait réduire la température de frittage ce qui peut être fait en jouant sur la taille de particules de la poudre de molybdène. La microstructure à l'interface entre le molybdène et l'AlN doit être analysée afin d'obtenir une meilleure compréhension des

phénomènes qui ont eu lieu. En outre, un essai de flexion sera effectué pour s'assurer que la force de liaison est suffisante pour les applications visées. Finalement, une caractérisation électrique (calcul de la résistance électrique) est nécessaire ainsi que d'autres cycles thermiques pour étudier la fiabilité du substrat.

4.5. Conclusion

Dans ce chapitre le frittage de poudres de molybdène avec deux tailles de particules différentes est étudié par la technique de frittage « *Spark Plasma Sintering* » (SPS) sans aucun additif. L'effet de la température et du temps sur le frittage des poudres a été étudié.

Un très bon frittage a été obtenu et il a été montré que les différentes tailles des particules nous permettent d'avoir un degré de liberté supplémentaire pour choisir la température à laquelle réaliser le frittage. La technique SPS permet d'obtenir une densification complète en quelques minutes.

Nous avons mis en évidence la présence d'une couche de carbure à la surface du molybdène dont il faudrait éviter la formation durant le frittage. Le carbure de molybdène pourrait par exemple être évité soit en utilisant une couche barrière à la diffusion de carbone (par exemple, du nitrure de bore BN) soit par un polissage mécanique.

Finalement, un assemblage de molybdène avec un disque d'AlN par SPS a été présenté. On a ainsi créé un substrat céramique métallisé à base de molybdène et d'AlN ayant des CTEs très proches. Cet assemblage montre une réaction chimique au niveau de l'interface à 1850 °C. De petites fissures peuvent aussi être vues, mais elles sont limitées au voisinage de l'interface. L'opération a été réalisée en quelques minutes, en faisant fritter le molybdène et en l'assemblant à l'AlN en une seule étape. Un test de cyclage thermique sur un assemblage montre des résultats préliminaires encourageants.

La prochaine étape sera d'améliorer la qualité des couches assemblées, et de réaliser le frittage du molybdène et de l'AlN en même temps. Cela ouvre la possibilité de réaliser des formes complexes (non planes) et de simplifier les processus de fabrication.

Conclusion générale

Conclusion générale

L'état de l'art des modules de puissance classiques et de leurs différents constituants qui a été présenté nous a permis de mettre en avant leurs limitations : citons notamment les limites vis à vis de la montée en température de certains matériaux de ce module classique, ou les problèmes de fiabilité liés aux fils de *bonding*, au substrat céramique métallisé et aux brasures. En particulier, les différences entre les coefficients de dilatation des divers matériaux entraînent des contraintes thermomécaniques qui sont la base de ces limitations de fiabilité en contrainte de cyclage thermique. Sur ces constatations, nous avons recherché des solutions pour les applications à haute température et/ou à forte puissance. Nous nous sommes en particulier intéressés aux structures « 3D » qui permettent de plus d'assurer un refroidissement double face des composants de puissance.

Le travail sur l'une de ces structures « 3D » a fait l'objet d'une précédente thèse réunissant déjà les laboratoires Ampère et LAPLACE. Pour amener ces travaux plus loin, nous avons étudié deux axes : le premier portait sur l'amélioration de la technique de croissance des micropoteaux de cuivre (passage aux procédés collectifs pour traiter plusieurs puces à la fois, ajout d'une étape de polissage coplanaire, etc.). Le second axe a porté sur le procédé d'assemblage : dans les travaux précédents, l'assemblage poteaux/substrat se faisait par une interdiffusion métallique (alliage d'étain-cuivre). Nous avons ici choisi une nouvelle voie, basée sur le collage direct des éléments de cuivre, sans additif. Nous avons pour cela fait appel à un équipement spécifique : une presse de frittage « Flash ».

Le principe du frittage en général et celui du frittage « Flash » (ou frittage par SPS) en particulier, a été décrit en donnant des exemples des applications de cette machine.

Une étude de collage direct du cuivre sans additifs a été réalisée par la machine SPS. Les étapes expérimentales ont été présentées en détails. Une caractérisation mécanique (test de traction) nous a permis d'étudier l'effet de la tenue mécanique en fonction des différents paramètres expérimentaux. La qualité du collage s'est révélée excellente puisqu'on obtient une tenue mécanique atteignant près des deux tiers de celle du cuivre massif. Une caractérisation de la microstructure a eu lieu pour comprendre le mécanisme de collage au travers de différentes méthodes. Une poursuite de ce travail d'analyse reste nécessaire, certains éléments, comme l'effet du courant électrique et son cheminement, étant toujours mal connus.

Une fois la technique de collage direct cuivre-cuivre démontrée sur des éléments massifs, nous avons cherché à la mettre en œuvre dans un module de puissance. La structure « 3D » proposée nécessite de faire croître à la surface des composants des micropoteaux en

cuivre, puis à venir les coller au substrat, lui même métallisé par une couche de cuivre. L'électrodéposition des micropoteaux a été faite d'une manière collective sur un morceau de wafer contenant plusieurs diodes. Une des difficultés majeures rencontrées lors de l'étape de collage est la force importante appliquée par la presse SPS (5 kN). Nous avons donc recherché des solutions pour limiter les contraintes mécaniques appliquées sur les puces au moment du collage. Nous avons ainsi pu assembler des « sandwichs » DBC/puce/DBC en utilisant deux méthodes : d'une part en utilisant une cale en graphite pour absorber une partie de la force exercée par la machine SPS, et d'autre part en utilisant un four de recuit rapide pouvant travailler à des niveaux de forces plus faibles. Dans les deux cas, les assemblages ont réussi, et les caractérisations électriques des diodes, avant et après l'assemblage, ont montré l'absence de dégradation. Il faut cependant noter que l'analyse des assemblages montre que tous les micropoteaux ne sont pas collés de façon uniforme, et qu'il reste encore du travail à faire pour obtenir une planéité suffisante et une bonne régularité du collage.

En conclusion de ce travail sur les assemblages « 3D », nous avons pu réaliser plusieurs structures DBC/puce/DBC destinées à la caractérisation électrique et thermique fine. Ces structures sont en cours d'étude au laboratoire IFSTTAR-LTN pour déterminer les performances des interfaces obtenues par « collage direct ».

Si ces résultats s'avèrent satisfaisants et confirment la bonne qualité du collage cuivre-cuivre, des travaux devront être entrepris pour appliquer cette technique à des modules contenant plusieurs puces (ce qui nécessite un excellent contrôle des hauteurs de micropoteaux). Une étude approfondie des mécanismes de collage permettra de définir exactement les moyens d'assemblage nécessaires (SPS, four RTA, etc.) afin de pouvoir passer à une échelle plus industrielle.

Nous nous sommes également intéressés à un élément des modules de puissance, le substrat céramique métallisé. Toujours pour assurer une meilleure fiabilité des assemblages, nous avons cherché ici à réduire les différences de coefficient de dilatation. Nous avons montré que le molybdène et le nitrure d'aluminium (AlN) sont les candidats pour constituer ce substrat, grâce à la cohérence de leur coefficient de dilatation thermique avec celui du carbure de silicium. Nous avons là encore utilisé la machine SPS pour la réalisation de ce substrat, de façon à réussir le frittage du molybdène à des températures modérées (pour le molybdène) et dans des délais très courts. Dans un premier temps, une étude de frittage de molybdène a été présentée avec deux tailles de poudres différentes. Plusieurs techniques d'analyse ont été utilisées pour caractériser les échantillons frittés. Les résultats montrent que l'on peut atteindre une densité complète à des températures inférieures à 2000 °C.

Finalement, des travaux pour fritter et assembler la poudre de molybdène (Mo) sur un disque de nitrure d'aluminium (AlN) en une seule étape ont été présentés. Un test de cyclage thermique préliminaire a été fait sur un substrat Mo/AlN/Mo, le cyclage n'a pas mis en évidence de défaillance. Plusieurs assemblages de Mo/AlN, et une campagne de test de cyclage seront bien entendu nécessaires pour tirer des conclusions définitives quant à la fiabilité réelle de ce substrat.

Au niveau des perspectives offertes par ce travail, il nous faudra caractériser finement l'interface AlN/Mo afin d'en connaître l'adhérence (essai de flexion), d'en évaluer les performances thermiques et électriques, et de tenter de réduire les fissures observées. Par la suite, l'objectif est de réaliser simultanément le frittage et l'assemblage des poudres de molybdène et d'AlN. Cette technique de frittage/assemblage en une seule passe ouvrira la voie à des réalisations plus complexes (non planaires, avec des épaisseurs de métallisation variables...). Enfin, il sera nécessaire de mettre au point une technique de gravure de la couche de molybdène afin d'y réaliser un circuit électrique.

Enfin, à plus long terme, il serait intéressant d'étudier des techniques d'assemblage (par collage, frittage...) permettant de reporter des puces sur ces substrats à métallisation molybdène sans passer par une étape de brasure, intrinsèquement limitée en température de fonctionnement.

Annexes

A n n e x e A

Principe de l'application de la diffraction des électrons rétrodiffusé, ou en anglais « *Electron BackScattered Diffraction, EBSD* »

Cette technique est devenue un outil très répandu dans les laboratoires universitaires et industriels qui cherchent à mesurer des orientations locales au sein d'une microstructure. En effet, elle permet, d'une part de fournir des données d'entrées pour la simulation (microstructure, texture, énergie, stockée au cours de la déformation...), et d'autre part de valider les résultats simulés en déformation, en recristallisation, en croissance de grains, ...

Cette technique est implantée dans un microscope électronique à balayage (MEB). Les principaux éléments matériels nécessaires à sa mise en œuvre sont [Baudin 2010] :

- Un faisceau focalisé d'électrons d'énergie suffisante (15 à 30 keV) fourni par le MEB ;
- Un écran fluorescent sur lequel les électrons rétrodiffusés forment les diagrammes EBSD ;
- Une caméra à bas niveau de lumière qui capte en temps réel l'image de ces diagrammes ;

Il est important de noter que l'EBSA permet d'analyser des profondeurs sous la surface de l'échantillon de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres, ce qui impose une préparation soignée de la surface à caractériser. L'échantillon est fixé dans le MEB avec une inclinaison de 70° pour favoriser le rendement de rétrodiffusion.

Les électrons incidents qui frappent l'échantillon sont diffusés dans un large domaine angulaire. Parmi ces électrons, certains sont nécessairement en condition de Bragg avec les différentes familles de plans atomiques. Ces électrons, diffractés par une famille de plans donnée, forment deux cônes de diffraction fortement ouverts (Figure A.1).

L'intersection de ces cônes avec l'écran de phosphore, placé face à l'échantillon, donne lieu à des paires de lignes, dites lignes de Kikuchi, qui apparaissent presque droites et délimitent une bande. Les bandes observées sont donc simplement la trace de l'écran des plans diffractants. La diffraction des électrons rétrodiffusés se produit sur plusieurs familles de plans cristallins. Elle conduit donc à la formation de plusieurs paires de bandes qui constituent le diagramme de Kikuchi lequel permet de déterminer l'orientation cristallographique du volume considéré.

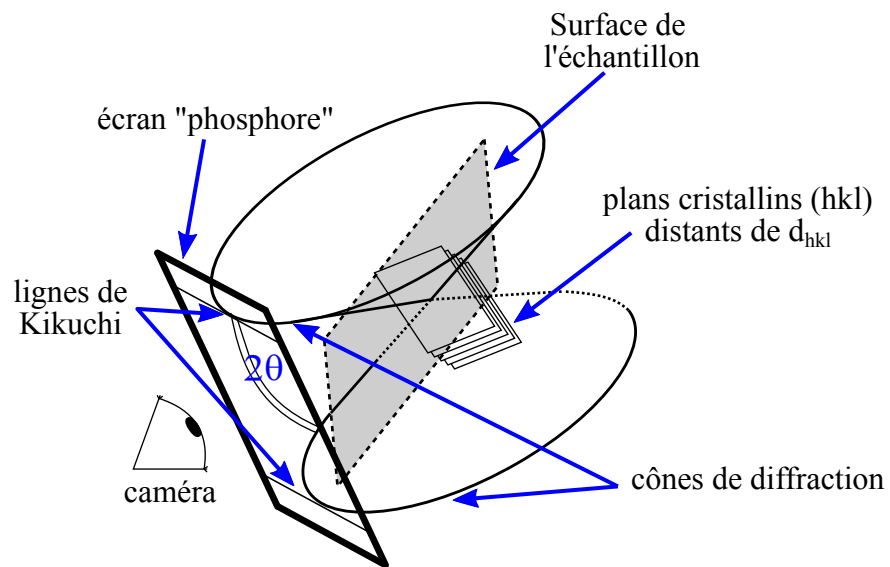


Figure A.1 Principe de l'EBSD et formation des cônes de diffraction d'après [Gourgues 2009]

A n n e x e B

Calcul de l'incertitude pour la masse volumique apparente du molybdène

Le calcul de l'incertitude pour la masse volumique apparente du molybdène, a été réalisé comme suit :

$$\frac{\Delta\rho}{\rho} = \frac{\Delta(d_{eau})}{d_{eau}} + \Delta m_a \frac{\rho - d_{eau}}{v \cdot \rho \cdot d_{eau}} + \Delta m_e \frac{1}{v \cdot d_{eau}} \quad (\text{B.1})$$

avec d_{eau} la densité de l'eau, Δd_{eau} l'incertitude sur la densité de l'eau, Δm_a l'incertitude sur la masse dans l'air, ρ la densité expérimentale du molybdène, v le volume de la pastille à mesurer, Δm_e l'incertitude sur la masse dans l'eau. Nous avons considéré les incertitudes suivantes :

- 2.10^{-4} sur la densité de l'eau (ce qui correspond à une erreur de 1 °C sur l'évaluation de la température)
- 2.10^{-3} sur les pesées dans l'air
- 5.10^{-3} sur les pesées immergés, car cette mesure peut être entachée d'erreurs plus importantes (par exemple si des microbulles à la surface des échantillons persistent)

Le volume est calculé pour chaque pastille selon l'équation suivante :

$$v = \frac{m_{air} - m_{eau}}{d_{eau}} \quad (\text{B.2})$$

En intégrant toutes ces valeurs, l'équation B.1 peut s'écrire sous la forme suivante :

$$\frac{\Delta\rho}{\rho} = \frac{2.10^{-4}}{1} + 2.10^{-3} \frac{\rho - 1}{v \cdot \rho \cdot 1} + 5.10^{-3} \frac{1}{v \cdot 1} \quad (\text{B.3})$$

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- Abtew, M. & Selvaduray, G., 2000. Lead-free Solders in Microelectronics. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 27(5-6), pp.95–141. Available at: [http://dx.doi.org/10.1016/S0927-796X\(00\)00010-3](http://dx.doi.org/10.1016/S0927-796X(00)00010-3).
- Adda, Y. & Philibert, J., 1966. *La diffusion dans les solides* Tome 2., Institut National des Sciences et Techniques nucléaires, Presses des universitaires de France.
- Agyakwa, P., 2008. Power device packaging: reliability and wear out phenomena. *University of Nottingham, Marie Curie ECON2 Summer school*.
- Allard, B., 2006. L'électronique de puissance: Bases, perspectives et guide de lecture. *Techniques de l'ingénieur*, tome D3060, pp.1–10.
- Amro, R. et al., 2005. Double-Sided Low-Temperature Joining Technique for Power Cycling Capability at High Temperature. In *2005 European Conference on Power Electronics and Applications*. Dresden, pp. 1–10. Available at: <http://dx.doi.org/10.1109/EPE.2005.219523>.
- Amro, R., 2009. Packaging and Interconnection Technologies of Power Devices, Challenges and Future Trends. *World Academy of Science, Engineering and Technology*, 25, pp.691–694. Available at: <http://citeseerx.ist.psu.edu/viewdoc/versions?doi=10.1.1.192.9337>.
- Angerer, P. et al., 2004. Spark-plasma-sintering (SPS) of nanostructured and submicron titanium oxide powders. *Materials Science and Engineering: A*, 381(1-2), pp.16–19. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2004.02.009> [Accessed October 20, 2012].
- Angerer, P. et al., 2006. The Spark-Plasma-Sintering (SPS) Process in Comparison with Various Conventional Compaction Methods. In *Pulse Electric Current Synthesis and Processing of Materials*. John Wiley & Sons, Inc., pp. 23–35. Available at: <http://dx.doi.org/10.1002/9780470082751.ch2>.
- Bai, J.G., Calata, J.N. & Lu, G.Q., 2004. Comparative thermal and thermomechanical analyses of solder-bump and direct-solder bonded power devices packages having double sided cooling capability. In *IEEE Applied Power Electronics Conference and Exposition*. Available at: <http://dx.doi.org/10.1109/APEC.2004.1295981>.
- Baroch, E.F., Ostermann, M. & Patric, G., 1991. Applications of Powder Metallurgy Molybdenum in the 1990s. *Advances in Powder Metallurgy*, 5, pp.321–331. Available at: <http://md1.csa.com/partners/viewrecord.php?requester=gs&collection=TRD&recid=199205540506MD>.
- Baudin, T., 2010. Analyse EBSD: Principe et cartographies d'orientation. *Techniques de l'ingénieur*, (m4138).
- Beer, F.P. et al., 2009. *Mechanics of materials* 5th ed., New York: McGraw-Hills.
- Berger, L.I., 1997. *Semiconductor materials*, CRC press.
- Bernache-Assolant, D., 1993. *Chimie-Physique du frittage*, Hermès.
- Bernache-Assolant, D. & Bonnet, J.-P., 2005. Frittage: aspects physico-chimiques-Partie 1: frittage en phase solide. *Techniques de l'ingénieur*, (AF6620).
- Blétry, M., 2007. *Méthodes de caractérisation mécanique des matériaux*, Available at: http://mms2.ensmp.fr/mms_paris/experimental/polycop/caracterisation.pdf.
- Bley, V., Allard, B. & Ménager, L., 2010. Conditionnement des modules de puissance. *Techniques de l'ingénieur*, tome E3385, pp.1–16.

- Bonnefont, G. et al., 2012. Fine-grained transparent MgAl₂O₄ spinel obtained by spark plasma sintering of commercially available nanopowders. *Ceramics International*, 38(1), pp.131–140. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2011.06.045>.
- Braithwaite, E.R. & Haber, J., 1994. Molybdenum : an outline of its chemistry and uses. *Studies in organic chemistry*, 19, p.662. Available at: <http://cat.inist.fr/?aModele=afficheN&cpsidt=62397> [Accessed April 6, 2011].
- Bratcher, M., Yoon, R.J. & Whitworth, B., 1996. Aluminium nitride package for high-temperature applications. In *Third International High-Temperature Electronics Conference, Albuquerque, NM*. Albuquerque, pp. P95–P100.
- Brosselard, P., 2004. *Conception, Réalisation et Caractérisation d'interrupteurs (thyristors et JFETs) haute tension (5kV) en carbure de silicium*. INSA de Lyon.
- Buehler, 2011. Polishing Cloth Guide. Available at: http://www.buehler.fr/fileadmin/user_upload/pdf/brochures_en_wave/polishing_cloth_guide.pdf.
- Buttay, C. et al., 2007. Compact Inverter Designed for High-Temperature Operation. In *IEEE Power Electronics Specialists Conference (PESC)*. Orlando, FL, pp. 2241–2247. Available at: <http://dx.doi.org/10.1109/PESC.2007.4342357>.
- Buttay, C., 2010. Modules et boîtiers de puissance (packaging). *Techniques de l'ingénieur*, tome D3116, pp.1–18.
- Buttay, Cyril et al., 2011. State of the art of high temperature power electronics. *Materials Science and Engineering: B*, 176(4), pp.283–288. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.mseb.2010.10.003>.
- Calata, J.N. et al., 2005. Three-Dimensional Packaging for Power Semiconductor Devices and Modules. *IEEE Transactions on Advanced Packaging*, 28(3), pp.404–412.
- Camassel, J. & Contreras, S., 2012. Matériaux semiconducteurs à grand gap : le carbure de silicium (SiC). *Techniques de l'ingénieur*, tome E1990, pp.1–17.
- Charmet, J.C., 2005. *Mécanique du solide et des matériaux Elasticité-Plasticité-Rupture*. Available at: <http://www.pmmh.espci.fr/fr/Enseignement/Archives/MecaSol/archivemecasol.html>.
- Chasserio, N. et al., 2009. Ceramic Substrates for High- temperature Electronic Integration. *Journal of Electronic Materials*, 38(1), pp.164–174. Available at: <http://dx.doi.org/10.1007/s11664-008-0571-8>.
- Chen, K.N. et al., 2005. Copper bonded layers analysis and effects of copper surface conditions on bonding quality for three-dimensional integration. *Journal of Electronic Materials*, 34(12), pp.1464–1467. Available at: <http://dx.doi.org/10.1007/s11664-005-0151-0>.
- Chen, K.N., Fan, A. & Reif, R., 2001. Microstructure Examination of Copper Wafer Bonding. *Journal of Electronic Materials*, 30(4), pp.331–335. Available at: <http://citeseerx.ist.psu.edu/viewdoc/summary?doi=10.1.1.121.5378>.
- Chen, W. et al., 2005. Fundamental investigations on the spark plasma sintering/synthesis process: I. Effect of dc pulsing on reactivity. *Materials Science and Engineering: A*, 394(1-2), pp.132–138. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2004.11.020>.
- Chen, Y. et al., 2008. Reliability Assessment of High Temperature Electronics and Packaging Technologies for Venus Mission. In *IEEE 46 Annual International Reliability Physics Symposium (IRPS)*. Phoenix. Available at: <http://dx.doi.org/10.1109/RELPHY.2008.4558966>.
- Cheney, R.F., 1984. *Sintering of Refractory Metals* 9th ed., Metals Park, OH: ASM Metals HandBook vol. 7.

- Chhillar, P., Agrawal, D. & Adair, J.H., 2008. Sintering of molybdenum metal powder using microwave energy. *Powder Metallurgy*, 51(2), pp.182–187. Available at: <http://dx.doi.org/10.1179/174329007X178001>.
- Cho, K.S. et al., 2001. The effect of la-silican oxynitride on the densification of Si₃N₄ Ceramics by spark plasma sintering. *Journal of the Korean Ceramic Society*, 38(8), pp.687–692. Available at: <http://koreascience.or.kr/article/ArticleFullRecord.jsp?cn=JAKO200111920772989>.
- Ciappa, M., 2002. Selected failure mechanisms of modern power modules. *Microelectronics Reliability*, 42(4-5), pp.653–667. Available at: [http://dx.doi.org/10.1016/S0026-2714\(02\)00042-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0026-2714(02)00042-2).
- Civrac, G., 2009. *Vers la réalisation de composants haute tension, forte puissance sur diamant CVD. Développement des technologies associées*. INP Toulouse.
- Cizeron, G., “*Le frittage sous son aspect physico-chimique*” paru dans : *Extrait de l'industrie céramique -1968-1971-1972-1973, Institut de céramique française*,
- Curamik, 2012. Si₃N₄ Ceramic Substrate. *Curamik electronics GmbH*. Available at: <http://www.curamik.com/en/products/dbc-substrates/new-si3n4-ceramic-substrates.html#c773>.
- Dagnelie, P., 2003. *Principes d'Expérimentation: Planification des Expériences et Analyse de Leurs Résultats*, Gembloux, Belgium: Les Presses agronomiques de Gembloux.
- Dascalescu, L. et al., 2008. Using Design of Experiments and Virtual Instrumentation to Evaluate the Tribocharging of Pulverulent Materials in Compressed-Air Devices. *IEEE Transactions on Industry Applications*, 44(1), pp.3–8. Available at: <http://dx.doi.org/10.1109/TIA.2007.912801>.
- Draper, B. & Palmer, D., 1979. Extension of High-Temperature Electronics. *IEEE Transactions on Components, Hybrids, and Manufacturing Technology*, 2(4), pp.399–404. Available at: <http://dx.doi.org/10.1109/TCHMT.1979.1135491>.
- DuPont, *PlateMaster PM200 Series: Data Sheet & Processing Information*, Available at: http://www2.dupont.com/Imaging_Materials/en_US/assets/downloads/datasheets/pm200.pdf.
- Dupont, L., 2006. *Contribution à l'étude de la durée de vie des assemblages de puissance dans les environnements haute température et avec des cycles thermiques de grande amplitude*. Ecole Normale Supérieur de Cachan.
- Dupont, L. et al., 2006. Effects of metallization thickness of ceramic substrates on the reliability of power assemblies under high temperature cycling. *Microelectronics Reliability*, 46(9-11), pp.1766–1771.
- Dupont, Laurent et al., 2006. Evaluation of Substrate Technologies under High Temperature Cycling. In *4th International Conference on Integrated Power Systems (CIPS)*. pp. 1–6. Available at: http://ieeexplore.ieee.org/xpls/abs_all.jsp?arnumber=5758029.
- Elmer, J.W., Klingmann, J. & Van Bibber, K., 2001. Diffusion bonding and brazing of high purity copper for linear collider accelerator structures. *Phys. Rev. ST Accel. Beams*, 4, p.053502. Available at: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevSTAB.4.053502>.
- Esame, O. et al., 2004. Performance comparison of state-of-the-art heterojunction bipolar devices (HBT) based on AlGaAs/GaAs, Si/SiGe and InGaAs/InP. *Microelectronics Journal*, 35, pp.901–908. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.mejo.2004.07.003>.
- Estournes, C., 2006. Mise en forme des matériaux par frittage flash. *Techniques de l'ingénieur*, tome IN56.
- Fabrègue, D. et al., 2012. Elaboration of architected materials by spark plasma sintering. *Materials Science Forum*, 706-709, pp.1885–1892. Available at: <http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.706-709.1885>.

- Faerber, J., 2004. *Microscopie électronique à balayage Microanalyse X par sonde électronique*, Available at: http://www-ipcms.u-strasbg.fr/IMG/pdf/memento_meb_eds.pdf.
- Fan, A., Rahman, A. & Reif, R., 1999. Copper Wafer Bonding. *Electrochemical and Solid-State Letters*, 2(10), pp.534–536. Available at: <http://dx.doi.org/10.1149/1.1390894>.
- Fang, K. et al., 2011. Thin Film Multichip Packaging for High Temperature Digital Electronic. In *IMAPS High Temperature Electronics Network (HiTEN)*.
- Garg, P., Park, S.-J. & German, Randall M., 2007. Effect of die compaction pressure on densification behavior of molybdenum powders. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 25(1), pp.16–24. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2005.10.014>.
- German, R.M., 1996. *Sintering Theory and Practice*, John Wiley & Sons, Inc.
- German, R.M. & Labombard, C.A., 1982. Sintering molybdenum treated with Ni, Pd and Pt. *International Journal of Powder Metallurgy and Powder Technology*, 18, pp.147–150.
- German, R.M. & Munir, Z.A., 1978. Heterodiffusion model for the activated sintering of molybdenum. *Journal of the Less Common Metals*, 58(1), pp.61–74. Available at: [http://dx.doi.org/10.1016/0022-5088\(78\)90071-1](http://dx.doi.org/10.1016/0022-5088(78)90071-1).
- Göbl, C., Beckedahl, P. & Braml, H., 2006. Low temperature sinter technology Die attachment for automotive power electronic applications. In *Automotive Power Electronics*. Paris-France, p. 5.
- Gourgues, A.-F., 2009. Application de la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) à l'étude des changements de phase dans les matériaux cristallins. In *Mécanique et mécanismes des changements de phase*. AUSSOIS. Available at: http://www.mines.inpl-nancy.fr/wwwlsg2m/Aussois/to_download/presentations/Gourgues.pdf.
- Grasshof, T. & Petit, J., 2006. Les modules de puissance gagnent en fiabilité grâce aux contacts ressorts. *Electronique*, (174), pp.46–47.
- Grasso, S., Sakka, Y. & Maizza, G., 2009. Electric current activated/assisted sintering (ECAS): a review of patents 1906–2008. *Science and Technology of Advanced Materials*, 10(5), pp.1–24. Available at: <http://dx.doi.org/10.1088/1468-6996/10/5/053001>.
- Hall, E.O., 1951. The deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of results. *Proceedings of the Physical Society. Section B*, 64(9), p.747. Available at: <http://dx.doi.org/10.1088/0370-1301/64/9/303>.
- Hamidi, A., Kaufmann, S. & Herr, E., 2001. Increased Lifetime of Wire bonding Connections for IGBT Power Modules. In *IEEE Sixteenth Annual Applied Power Electronics Conference and Exposition (APEC)*. Anaheim, CA, USA. Available at: <http://dx.doi.org/10.1109/APEC.2001.912494>.
- Hamidi, A. & Team, P.P., 2004. Introduction to Semiconductor Packaging in High Power Electronics. In *Seminaire ECPE*.
- Handbook, 1992. *Handbook of Industrial Materials* 2nd ed., Elsevier Advanced Technology.
- He, X. et al., 2006. A Hybrid Integrated Power Electronic Module Based On Pressure Contact Technology. In *37th IEEE Power Electronics Specialists Conference*. Jeju. Available at: <http://dx.doi.org/10.1109/PESC.2006.1711929>.
- Hi-Bond, Hi-Bond Polyimide Adhesive Tape 12mmx33m. Available at: <http://docs-europe.electrocomponents.com/webdocs/0b55/0900766b80b55176.pdf>.
- Hiraoka, Y., Ogusu, T. & Yoshizawa, N., 2004. Decrease of yield strength in molybdenum by adding small amounts of Group VIII elements. *Journal of Alloys and Compounds*, 381(1-2), pp.192–196. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2004.03.112>.

- Huang, H. & Hwang, K., 2002. Deoxidation of molybdenum during vacuum sintering. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 33(3), pp.657–664. Available at: <http://dx.doi.org/10.1007/s11661-002-0127-0>.
- IME, 2007. *Electronics Packaging Research Consortium-9 Project Proposal: Low Temperature Bonding for high density 3D interconnection*, Available at: [http://www.ime.a-star.edu.sg/uploadfiles/EPRC_9 - Low temp bonding\(1\).pdf](http://www.ime.a-star.edu.sg/uploadfiles/EPRC_9_Low_temp_bonding(1).pdf).
- Intercarat, 2012. *Frittage et moulage de pièces en PTFE*, Available at: <http://www.intercarat.com/fr/frittage.php>.
- ISO-6507-1, 2005. Matériaux métalliques -- Essai de dureté Vickers -- Partie 1: Méthode d'essai.
- Isobe, Y., Son, P. & Miyake, M., 1989. Carbide layer growth behaviour in a molybdenum coating on graphite at elevated temperatures. *Journal of the Less Common Metals*, 147(2), pp.261–268. Available at: [http://dx.doi.org/10.1016/0022-5088\(89\)90199-9](http://dx.doi.org/10.1016/0022-5088(89)90199-9).
- IVF, The Nordic Electronics Packaging Guideline: Chapter A: Wire Bonding. Available at: <http://extra.ivf.se/ngl/documents/ChapterA/chapterA.pdf>.
- Kemer, E.L. & Johnson, D.L., 1985. Microwave Plasma Sintering of Alumina. *American Ceramic Society Bulletin*, 64(8), pp.1132–1136.
- Kerboul, G., Le frittage des céramiques. Available at: http://kerboul.pagesperso-orange.fr/litte_dos/frittage.htm.
- Kessel, H.U., 2012. SPS TECHNOLOGY - A NEW RANGE OF POSSIBILITIES FOR THE “FAST” CONSOLIDATION OF INNOVATIVE MATERIALS. *FCT Systeme GmbH*.
- Kim, G.-S. et al., 2009. Densification behavior of Mo nanopowders prepared by mechanochemical processing. *Journal of Alloys and Compounds*, 469(1-2), pp.401–405. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.01.149>.
- Kim, T.H. et al., 2003. Room temperature Cu–Cu direct bonding using surface activated bonding method. *Journal of Vacuum Science & Technology A*, 21(2), pp.449–453. Available at: <http://dx.doi.org/10.1116/1.1537716>.
- Koizumi, S. et al., 2002. Formation of diamond p–n junction and its optical emission characteristics. *Diamond and Related Materials*, 11(3-6), pp.307–311. Available at: [http://dx.doi.org/10.1016/S0925-9635\(01\)00537-4](http://dx.doi.org/10.1016/S0925-9635(01)00537-4).
- Kukharenska, E. et al., 2003. Electroplating moulds using dry film thick negative photoresist. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 13(4), pp.s67–74.
- Kumeda, K. et al., 1999. Surface Observation of Pulsed Electric Current Sintered Alumina Balls. *Journal of Ceramic Society of Japan*, 107(2), pp.187–189. Available at: <http://dx.doi.org/10.2109/jcersj.107.187>.
- Kuromitsu, Y. et al., 2010. Direct bonded aluminum on aluminum nitride substrates via a transient liquid phase and its application. In *6th International Conference on Integrated Power Electronics Systems (CIPS)*. Nuremberg, pp. 1–5.
- Lahmani, M., Bréchnignac, C. & Houdy, P., 2006. *Les nanosciences, 2. Nanomatériaux et nanochimie* Belin, ed.,
- Lallemant, L. et al., 2012. Transparent polycrystalline alumina obtained by SPS: Green bodies processing effect. *Journal of the European Ceramic Society*, 32(11), pp.2909–2915. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2012.02.041>.
- Landolt-Börnstein, 1990. Diffusion in Solid Metals and Alloys H. Mehrer, ed. *Groupe III Condensed Matter*, 26. Available at: <http://dx.doi.org/10.1007/b37801>.

- Lang, F. & Scheuermann, U., 2007. Reliability of spring pressure contacts under environmental stress. *Microelectronics Reliability*, 47, pp.1771–1776. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.microrel.2007.07.038>.
- Levinshtein, M.E., Rumyantsev, S.L. & Shur, M.S., 2001. *Properties of Advanced Semiconductor Materials GaN, AlN, InN, BN, SiC, SiGe.*, New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Li, Y.A., Bower, R.W. & Bencuya, I., 1998. Low Temperature Copper to Copper Direct Bonding. *Japanese Journal of Applied Physics*, 37(Part 2, No. 9A/B), pp.L1068–L1069. Available at: <http://dx.doi.org/10.1143/JJAP.37.L1068>.
- Liang, Z. et al., 2004. Integrated packaging of a 1 kW switching module using a novel planar integration technology. *IEEE Transactions on Power Electronics*, 19(1), pp.242–250. Available at: <http://dx.doi.org/10.1109/TPEL.2003.820597>.
- Lindemann, A. & Strauch, G., 2004. Properties of direct aluminium bonded substrates for power semiconductor components. In *IEEE 35th Annual Power Electronics Specialists Conference*. Lampertheim, Germany, pp. 4171–4177. Available at: <http://dx.doi.org/10.1109/PESC.2004.1354737>.
- Liu, P. & Rodriguez, J.A., 2004. Effects of carbon on the stability and chemical performance of transition metal carbides: A density functional study. *Journal of Chemical Physics*, 120(11), p.5414. Available at: <http://dx.doi.org/10.1063/1.1647050>.
- Liu, Xingsheng, 2001. *Processing and Reliability Assessment of Solder Joint Interconnection for Power Chips*. Virginia Polytechnic Institute and State University.
- Lucat, C. et al., 1998. Screen-printed copper superthick-films for power hybrids. In *IEEE International Workshop on Integrated Power Packaging, 1998. IWIPP. Proceedings.*, Chicago, IL, pp. 44–45. Available at: <http://dx.doi.org/10.1109/IWIPP.1998.722257>.
- Maier, K., 1986. Aircraft engine oils and their behaviour at high temperatures. *Journal of Synthetic Lubrication*, 3(3), pp.163–180. Available at: <http://dx.doi.org/10.1002/jsl.3000030302>.
- Martin, T. & Bloom, T., 1996. High-temperature aluminium nitride packaging. In *Third International High-Temperature Electronics Conference, Albuquerque, NM*. Albuquerque, pp. 103–108. Available at: <http://smartdata.usbid.com/datasheets/usbid/2000/2000-q1/ctshightemp.pdf>.
- Masson, A., 2011. *Mise en œuvre de techniques d'attaches de puces alternatives aux brasures classiques pour des applications haute température*. INSA de Lyon.
- McCluskey, P., Das, D. & Jordan, J., 1998. Packaging of Power Electronics for High Temperature Applications. *Advanced Microelectronics*, 25(1), pp.19–24. Available at: http://www.calce.umd.edu/articles/abstracts/1998/powerimaps_abstract.htm.
- McNaught, A.D. et al., 1997. *IUPAC. Compendium of Chemical Terminology, the "Gold Book"* 2nd ed., Oxford: Blackwell Scientific Publications. Available at: <http://goldbook.iupac.org/A00446.html>.
- Ménager, Ludovic, 2008. *Contribution à l'intégration des convertisseurs de puissance en 3D*. INSA de Lyon.
- Mercier, J.P., Zambelli, G. & Kurz, W., 1999. *Traité des matériaux: Introduction à la science des matériaux* 3ème ed., Presses polytechniques et universitaires Romandes. Available at: http://books.google.fr/books?id=Zb511Tf1myAC&printsec=frontcover&hl=fr&source=gbs_ge_summary_r&cad=0#v=onepage&q&f=false.
- Mermet-Guyennet, M., 2006. New structure of power integrated module. In *IEEE International Conference on Integrated Power Systems*. Naples, Italy.
- Mersen, Les nuances de graphite. Available at: http://www.mersen.com/uploads/tx_mersen/19-nuances-graphite-mersen_01.pdf.

- Mersen, 2012. POPYEX Graphite souple. Available at: http://www.mersen.com/uploads/tx_mersen/12-POPYEX-graphite-souple-Mersen_03.pdf.
- Metallographic, 2011. Abrasive Grinding Paper. Available at: <http://www.metallographic.com/Brochures/SiCpaper.pdf>.
- Munir, Z., Anselmi-Tamburini, U. & Ohyanagi, M., 2006. The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials: A review of the spark plasma sintering method. *Journal of Materials Science*, 41(3), pp.763–777. Available at: <http://dx.doi.org/10.1007/s10853-006-6555-2>.
- Occhionero, M., Adams, R. & Fennessy, K., 1997. A NEW SUBSTATE FOR ELECTRONICS PACKAGING: ALUMINUM-SILICON CARBIDE (AlSiC) COMPOSITES. In *Proceedings of the forth Annual Portable by Design Conference, Electronics Design*. pp. 398–403.
- Ohser-Wiedemann, R. et al., 2010. Densification behaviour of pure molybdenum powder by spark plasma sintering. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 28(4), pp.550–557. Available at: <http://www.sciencedirect.com/science/article/B6TY1-4YRHCY4-1/2/75a3d6b7958ca20f6c6e43f055c9787e>.
- Omori, M., 2000. Sintering, consolidation, reaction and crystal growth by the spark plasma system (SPS). *Materials Science and Engineering: A*, 287(2), pp.183–188. Available at: [http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093\(00\)00773-5](http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093(00)00773-5).
- Oshikawa, K., Nagai, M. & Omi, S., 2001. Characterization of Molybdenum Carbides for Methane Reforming by TPR, XRD, and XPS. *The Journal of Physical Chemistry B*, 105(38), pp.9124–9131. Available at: <http://dx.doi.org/10.1021/jp0111867>.
- Ozaki, K. et al., 2000. Sintering Phenomena on Initial Stage in Pulsed Current Sintering. *Journal of Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*, 47(3), pp.293–297. Available at: <http://sciencelinks.jp/j-east/article/200010/000020001000A0377087.php>.
- Ozmat, B. et al., 2000. A new power module packaging technology for enhanced thermal performance. In *The Seventh Intersociety Conference on Thermal and Thermomechanical Phenomena in Electronic Systems, (ITHERM)*. Las Vegas, NV, pp. 287–296. Available at: <http://dx.doi.org/10.1109/ITHERM.2000.866204>.
- Parthé, E. & Sadogopan, V., 1963. The structure of dimolybdenum carbide by neutron diffraction technique. *Acta Crystallographica*, 16(3), pp.202–205. Available at: <http://dx.doi.org/10.1107/S0365110X63000487>.
- Pearnton, S.J. et al., 1999. GaN: Processing, defects, and devices. *Journal of Applied Physics*, 86(1), pp.1–78. Available at: <http://dx.doi.org/10.1063/1.371145>.
- Perkins, J.B., 2011. *SPARK PLASMA SINTERING OF TUNGSTEN AND TUNGSTEN-CERIA: MICROSTRUCTURES AND KINETICS*. Boise State University.
- Philipert, J. et al., 1998. *Métallurgie du minéral au matériau*, Masson.
- Pierson, H.O., 1996. *Handbook of Refractory Carbides and Nitrides: Properties, Characteristics, Processing and Applications* N. Publications, ed., Westwood, New Jersey. Available at: <http://www.scribd.com/doc/30651331/Handbook-of-Refractory-Carbides-and-Nitrides>.
- Poeh, M., 2010. How Materials Behaviour affects Power Electronics Reliability. In *6th International Conference on Integrated Power Electronics Systems (CIPS)*. pp. 1–6.
- Pommier, S., 2010. *Mécanique des Matériaux*, Available at: <http://www.lmt.ens-cachan.fr/cours/POLY-LA3T2-Mecanique-Materiaux.pdf>.
- Rastjagaev, E. et al., 2012. Development and Testing of Cold gas Sprayed Circuit Boards for Power Electronics Applications. In *7th International Conference on Integrated Power Electronics Systems (CIPS)*, Nuremberg, pp. 1–6.

- Rumyantsev, S.L., Shur, M.S. & Levinshtein, M.E., 2004. Materials Properties of Nitrides. Summary. *International Journal of High Speed Electronics and Systems*, 14(1), pp.1–19. Available at: <http://dx.doi.org/10.1142/S012915640400220X>.
- Samsonov, G.V., 1968. *Handbook of the physicochemical properties of the elements*, New York: IFI-Plenum.
- Savrun, E. & Toy, C., 1998. An aluminum nitride package for 600 °C and beyond. In *Fourth International High Temperature Electronics Conference (HITEC)*. pp. 265–268. Available at: <http://dx.doi.org/10.1109/HITEC.1998.676801>.
- Schulz-Harder, J., 2003. Advantages and new development of direct bonded copper substrates. *Microelectronics Reliability*, 43(3), pp.359–365. Available at: [http://dx.doi.org/10.1016/S0026-2714\(02\)00343-8](http://dx.doi.org/10.1016/S0026-2714(02)00343-8).
- Schulz-Harder, J., 2006. Ceramic substrates and micro-channel cooler. In *ECPE seminar: High Temperature Electronic and Thermal management*.
- Schwarzbauer, H. & Kuhnert, R., 1991. Novel large Area Joining Technique for Improved Power Device Performance. *IEEE Transactions on Industry Applications*, 27(1), pp.93–95. Available at: <http://dx.doi.org/10.1109/28.67536>.
- Sheng, W.W. & Colino, R.P., 2005. *Power electronic modules, design and manufacture*, CRC press.
- Shields, J. & Lipetzky, P., 2000. Molybdenum applications in the electronics market. *Journal of the Minerals, Metals and Materials Society*, 52(3), pp.37–39. Available at: <http://dx.doi.org/10.1007/s11837-000-0099-8>.
- Shigetou, A., Itoh, T. & Suga, T., 2006. Bumpless Interconnect of Cu Electrodes in Millions-Pins Level. In *Electronic Components and Technology Conference, 2006. Proceedings. 56th*. San Diego, CA, pp. 1223–1226. Available at: <http://dx.doi.org/10.1109/ECTC.2006.1645808>.
- Spina, G. et al., 2012. Transparent YAG obtained by Spark Plasma Sintering of co-precipitated powder. Influence of dispersion route and sintering parameters on optical and microstructural characteristics. *Journal of the European Ceramic Society*, 32(11), pp.2957–2964. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2012.02.052>.
- Srivatsan, T.S. et al., 2002. The microhardness and microstructural characteristics of bulk molybdenum samples obtained by consolidating nanopowders by plasma pressure compaction. *International journal of refractory metals & hard materials*, 20(3), pp.181–186. Available at: [http://dx.doi.org/10.1016/S0263-4368\(01\)00076-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0263-4368(01)00076-2) [Accessed April 6, 2011].
- Srivatsan, T.S. et al., 2001. The microstructure and hardness of molybdenum powders consolidated by plasma pressure compaction. *Powder Technology*, 114(1-3), pp.136–144. Available at: [http://dx.doi.org/10.1016/S0032-5910\(00\)00285-0](http://dx.doi.org/10.1016/S0032-5910(00)00285-0).
- Stanciu, L.A. et al., 2001. Electric-field effects on sintering and reaction to form aluminum titanate from binary alumina-titania sol-gel powders. *Journal of the American Ceramic Society*, 84(5), pp.983–985. Available at: <http://dx.doi.org/10.1111/j.1151-2916.2001.tb00778.x> [Accessed March 22, 2012].
- Struers, RotoPol. Available at: <http://www.ilusionideasweb.com.ar/vaccaro/pdfs/RotoPol.pdf>.
- Sugawara, Y. et al., 2002. 3kV 600A 4H-SiC High Temperature Diode Module. In *IEEE International Symposium on Power Semiconductor Devices and ICs (ISPSD)*. Available at: <http://dx.doi.org/10.1109/ISPSD.2002.1016217>.
- SZE, S.M. & Kwok, K.N., 2007. *Physics of semiconductor Devices* 3rd ed., Hoboken-New Jersey: John Wiley & Sons, Inc.

- Tadepalli, R. & Thompson, C.V., 2007. Formation of Cu–Cu interfaces with ideal adhesive strengths via room temperature pressure bonding in ultrahigh vacuum. *Applied Physics Letters*, 90(15), p.151919. Available at: <http://dx.doi.org/10.1063/1.2720297>.
- Takagi, H. et al., 1999. Transmission electron microscope observations of Si/Si interface bonded at room temperature by Ar beam surface activation. *Japanese Journal of Applied Physics*, 38, pp.1589–1594. Available at: <http://dx.doi.org/10.1143/JJAP.38.1589>.
- Takagi, H., Kikuchi, K. & Maeda, R., 1996. Surface activated bonding of silicon wafers at room temperature. *Applied Physics Letters*, 68(16), pp.2222–2224. Available at: http://apl.aip.org/resource/1/applab/v68/i16/p2222_s1.
- Terziyska, P., 2003. *Propriétés de transport de a-SiC : Application aux composants électroniques*. Université Montpellier 2.
- Tokita, M., Mechanism of Spark Plasma Sintering. *Sumitomo Coal Mining Company*. Available at: <http://xa.yimg.com/kq/groups/3862917/2054596553/name/SUMITOMO%20BRIEFVIEW-Spark-Plasma-Sintering.pdf>.
- Tournier, D., 2007. Composants de puissance en SiC : Technologie. *Techniques de l'ingénieur*, tome D3120, pp.1–9.
- Vobecký, J. & Kolesnikov, D., 2005. Reliability of Contacts for Press-Pack High-Power Devices. *Microelectronics Reliability*, 45(9-11), pp.1676–1681.
- Wang, A. et al., 2004. Electron microscopy observation of interface in diffusion- bonded copper joint. *Journal of Electron Microscopy*, 53(2), pp.157–161. Available at: <http://dx.doi.org/10.1093/jmicro/53.2.157>.
- Wang, Q.B., Wang, Q.G. & Wan, C., 2010. Effect of sintering time on the microstructure and properties of inorganic polyphosphate bioceramics. *Science of Sintering*, 42(3), pp.337–343. Available at: <http://dx.doi.org/10.2298/SOS1003337W>.
- Weidner, K., Kaspar, M. & Seliger, N., 2012. Planar Interconnect Technology for Power Module System Integration. In *IEEE International Conference on Integrated Power Systems (CIPS)*. Nuremberg.
- Welch, W.C., C., J. & Najafi, K., 2005. Transfer of metal MEMS packages using a wafer-level solder transfer technique. *IEEE Transactions on Advanced Packaging*, 28(4), pp.643–649. Available at: <http://dx.doi.org/10.1109/TADVP.2005.859356>.
- Yanagisawa, O. et al., 2003. Observation of particle behavior in copper powder compact during pulsed electric discharge. *Materials Science and Engineering: A*, 350(1-2), pp.184–189. Available at: [http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093\(02\)00726-8](http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00726-8).