

# Etude des potentialités du Parylene HT comme isolant au sein des modules de puissance ‘haute température’

M.-L. Locatelli<sup>1,2</sup>, R. Khazaka<sup>1,2</sup>, S. Diaham<sup>1,2</sup>, M. Bechara-Keyrouz<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Université de Toulouse; UPS ; INPT; LAPLACE (Laboratoire Plasma et Conversion d'Energie);  
 118 route de Narbonne, F-31062 Toulouse cedex 9, France

<sup>2</sup>CNRS; LAPLACE; F-31062 Toulouse, France

**RESUME** - Cette présentation a pour objectif une évaluation de l'intérêt du Parylène HT en tant qu'isolant haute température au sein des modules de puissance. Elle se focalise sur la propriété de rigidité diélectrique et son vieillissement, s'intéressant à sa dépendance en fonction de l'épaisseur, de la température, et du temps de stockage sous air. Un lien entre le comportement électrique a été mis en évidence avec l'état de la structure semi-cristalline des films. L'étude en vieillissement isotherme à 300 °C, a permis de valider la durabilité des propriétés physico-chimiques et diélectriques du parylène PA-HT, au-delà de 2000 heures sous air. La durabilité de l'adhésion de films plus épais (> 20 µm) semble être un problème à résoudre.

**MOTS-CLES** – Parylène fluoré, dépôt conforme, isolation de surface, stabilité thermique, rigidité diélectrique, vieillissement isotherme, haute température.

## 1. Introduction

De plus en plus intégrés, ou placés au plus près des actionneurs en milieux ambiants chauds, les convertisseurs de puissance voient les contraintes électriques et thermiques sur tout ou partie de leurs constituants s'accroître. La disponibilité de composants à semi-conducteur grand gap capables de fonctionner à plus forte densité de courant, sous plus haute tension, à plus haute température de jonction autorisent aujourd'hui ces évolutions. Les matériaux isolants de surface ou d'encapsulation au sein des composants et modules de puissance sont concernés au premier chef par cette tendance, du fait de leur triple fonction de protection (électrique, mécanique et chimique), et du fait que les matériaux actuellement utilisés (gels silicone ou époxy) sont parmi les plus limitant vis-à-vis de la montée en température des dispositifs. Des procédés de fabrication, adaptés à la mise en œuvre de ces matériaux au sein des nouvelles architectures de packaging, sont de plus recherchés. Dans ce contexte, un matériau de la famille des parylènes est apparu prometteur, présentant divers avantages pouvant contribuer à l'amélioration de performances et de la fiabilité des composants et modules de puissance futurs. Il s'agit du Parylène-AF4 (commercialisé sous le nom de Parylène HT par SCS<sup>[1]</sup>), dont la structure chimique est présentée en Figure 1.



Figure 1. Structure chimique du Parylène HT<sup>[1]</sup>.

Cette présentation a pour objectif de faire une synthèse de travaux menés au laboratoire pour l'analyse des propriétés à haute température du Parylène HT pour l'évaluation de son intérêt en tant que couche isolante au sein des modules de puissance. Elle se focalise sur la propriété de rigidité diélectrique et son vieillissement, en fonction de l'épaisseur du film, de la température, et du temps

de stockage sous air. Dans un premier temps, la stabilité thermique des principales caractéristiques structurales des films lorsque la température augmente est abordée.

## 2. Stabilité thermique et variation de la structure

### 2.1. Perte de masse sous air à 350 °C

La Figure 2 permet de comparer les pertes de masse du Parylène HT avec celles d'un autre type de parylène fluoré (nommé Parylène F) également disponible commercialement, mesurée par ATG isotherme en fonction du temps à 300 °C sous air. De même formulation chimique, le Parylène F se différencie du Parylène HT par la position de ses quatre atomes de fluor qui se substituent aux atomes d'hydrogène liés au cycle aromatique, et non aux deux atomes de carbone aliphatiques. Bien que limitée dans le temps, cette analyse montre une meilleure aptitude du Parylène HT à résister à très haute température sous air (avec une perte de masse d'environ 1 % à 1000 min).

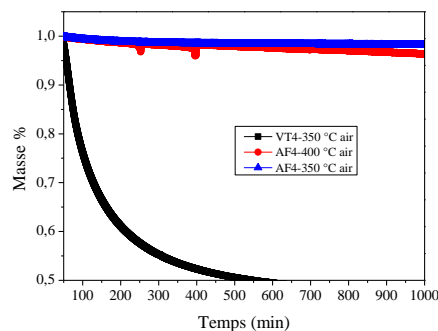


Figure 2. ATG isotherme sous air à 350 °C et 400 °C du Parylène HT et du Parylène F.

### 2.2. Pertes d'épaisseur sous air

L'épaisseur des films peut être une grandeur également affectée par une exposition à haute température. Comme le montre la Figure 3a), la perte d'épaisseur sous air de films déposés sur substrats en acier inoxydable (A.I.) est d'autant plus importante que l'épaisseur est importante, et qu'elle se stabilise aux temps longs pour un stockage à 300 °C sous air, comme le montre la mesure à 3000 heures pour le film le plus mince étudié.

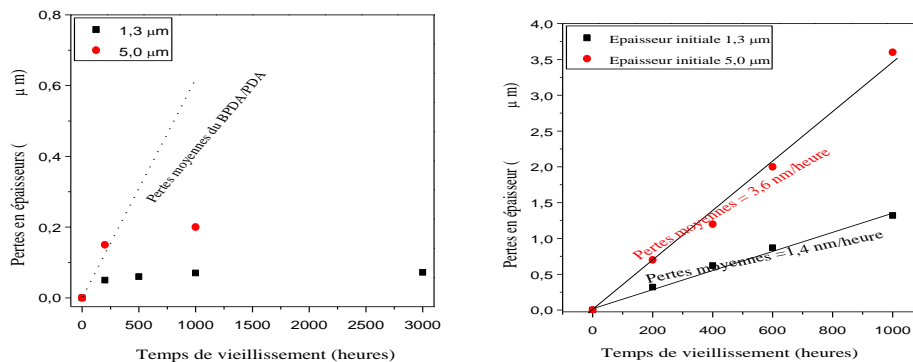


Figure 3. Pertes en épaisseur pour deux épaisseurs de films de Parylène HT déposés sur A.I. en fonction de la durée de stockage sous air a) à 300 °C et b) à 360 °C<sup>[5]</sup>.

En revanche la Figure 3b) indique que la perte en épaisseur est plus rapide qu'à 300 °C, et linéaire en fonction du temps de stockage sous air, lorsque que la température augmente. Cela se traduit dans le cas particulier de ce stockage à 360 °C par la disparition du film le plus mince d'épaisseur 1,3 μm exposé sur A.I. après 1000 heures. Ce résultat indique qu'une dégradation thermique et/ou oxydative du matériau s'opère aux temps longs lorsque la température excède 300 °C.

### 2.3. Evolution de la structure semi-cristalline

Le taux de cristallinité initial des films approvisionnés est dépendant de leur épaisseur, comme cela a également été rapporté pour le Parylène C<sup>[2]</sup>, ou le PTFE<sup>[3]</sup>. L'analyse effectuée pour des films non recuits d'épaisseurs allant de 0,5  $\mu\text{m}$  à 49  $\mu\text{m}$  montre l'augmentation plus rapide de la taille des cristallites lorsque l'épaisseur atteint 2 à 3  $\mu\text{m}$ , et sa stabilisation lorsque l'épaisseur du film dépasse la dizaine de  $\mu\text{m}$ . Pour ces films plus épais, l'augmentation du taux de cristallinité est liée au développement de sphérolites dans le volume du film, observables au microscope optique polarisé<sup>[4]</sup><sup>[5]</sup>. Le diamètre moyen des sphérolites augmente avec l'épaisseur et est proche de 4,8  $\mu\text{m}$  pour le film le plus épais (49  $\mu\text{m}$ ). La structure semi-cristalline évolue aussi sous l'effet d'une exposition à haute température. La température de cristallisation a été mesurée proche de 380 °C par DSC sur un film mince<sup>[6]</sup>. La dynamique de cette évolution dépend de la température. Ainsi, une stabilisation des propriétés structurales et électriques après un recuit à 400 °C durant 5 min. sous azote<sup>[4]</sup>, ou après une durée de 300 min. à 300 °C, a été montrée<sup>[5]</sup>. Dans ce dernier cas, la cristallisation froide peut expliquer la perte d'épaisseur et sa stabilisation constatée durant le stockage à 300 °C. L'évolution du matériau sous l'effet d'une exposition à 400 °C est visible sous microscope optique polarisé, comme présenté en Figure 4 pour un film de 10  $\mu\text{m}$ , montrant le développement des sphérolites durant le recuit.

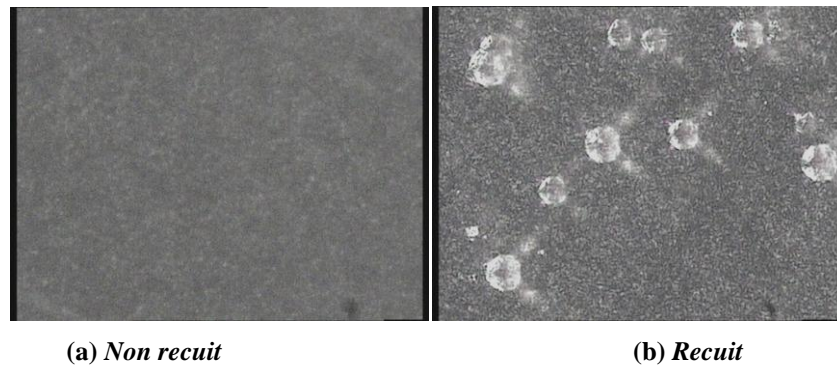


Figure 4 Images au microscope optique polarisé des films de PA-HT d'épaisseur 10  $\mu\text{m}$  (a) non recuit et (b) recuit 400 °C. (Même grandissement, les sphérolites (b) ont un diamètre maximal autour de 10  $\mu\text{m}$ ).

## 3. Etude de la rigidité diélectrique du Parylène HT

### 3.1. Etude à 25 °C en fonction de l'épaisseur

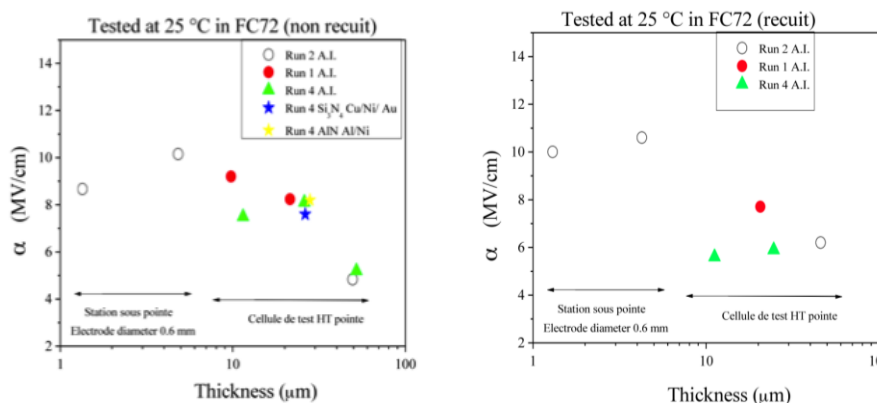


Figure 5 Evolution du champ de rupture  $\alpha$  en fonction de l'épaisseur du film de PA-HT, (a) tel que déposé et (b) recuit, pour différents lots étudiés. (Les films minces sont testés sur structures MIM avec la station sous pointe, les films épais sont testés nus en mode pointe / plan à l'aide d'une cellule haute tension).

Plusieurs lots de dépôts sur substrats de différentes natures (A.I., substrats céramiques métallisés). La Figure 5 présente une synthèse des résultats de mesure du facteur d'échelle  $\alpha$  (valeurs issues d'études statistiques selon la loi de Weibull, faites sur lots de 20 structures) pour ces différents films

testés avant et après avoir subi un recuit 400 °C. L'effet bénéfique aux faibles épaisseurs, et inversé aux fortes épaisseurs, avec une transition aux environs de 10 µm, du recuit et de l'épaisseur sur la rigidité diélectrique a été relié à l'évolution de la structure semi-cristalline du Parylène HT, comme le discutera la version complète de la communication. Tous les cas étudiés permettent d'observer les valeurs élevées des champs de rupture à 25 °C, supérieures à 4 MV/cm.

### 3.2. Etude de films vieillis à 300 °C sous air

Les films non traités au préalable par un recuit additionnel à haute température, d'épaisseur initiale de 1 µm à 12 µm, montrent une phase initiale transitoire de diminution en épaisseur (moins de 10 %), d'amélioration des propriétés diélectriques sous faible champ, de décroissance du champ de rupture. Cette phase est suivie d'une stabilisation rapide de toutes les propriétés contrôlées jusqu'à plusieurs milliers d'heures. La Figure 6 l'illustre pour l'évolution avec le temps de vieillissement de la tension de rupture et du champ de rupture, mesurées à 300 °C, pour deux épaisseurs de films. Les performances d'isolation à haute température des films de PA-HT vieillis à 300 °C restent excellentes après plusieurs milliers d'heures sous air. L'état de surface des films vieillis dans ces conditions, ainsi que la nature des liaisons physico-chimiques (analysées par 'FTIR') ne sont pas modifiées<sup>[7]</sup>. Des films plus épais (24 µm), déposés sur différents types de substrats céramiques métallisés (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (635 µm)/ Cu/Ni/Au (300 µm) et AlN (1 mm) / Al/Ni (300 µm)) ont également été étudiés, montrant que leur vieillissement à 300 °C sous air durant 1000 heures affecte peu la tenue en tension de ces films plus épais (diminution de 20% et  $V_{bra}$  #18 kV au bout de 1000 h). Par ailleurs, aucun problème lié à l'adhésion des films n'a été observé pour les films minces, déposés sur A.I. ou sur silicium. En revanche, une perte d'adhérence a été constatée (par simple grattage) sur les dépôts d'épaisseur initiale 24 µm sur les substrats céramiques métallisés.

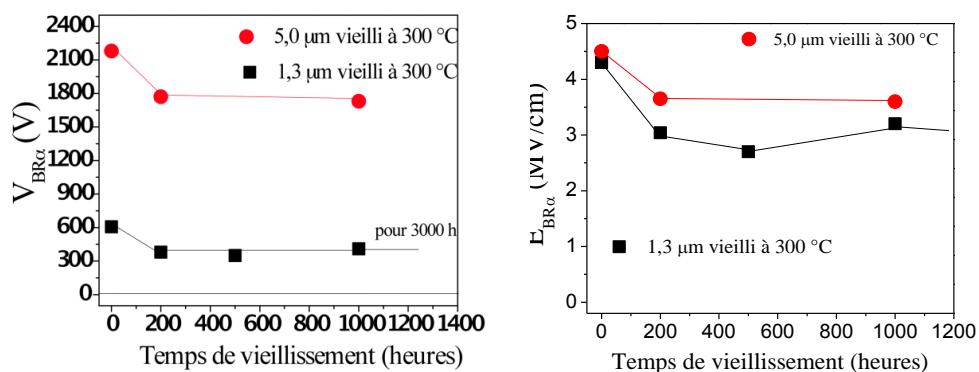


Figure 7 Effet du vieillissement isotherme à 300 °C sous air sur la tension de rupture  $V_{Bra}$  et le le le champ de rupture  $E_{Bra}$  pour des films minces de PA-HT déposés sur substrats en acier inoxydable<sup>[7]</sup>.

## Conclusion

En conclusion, les résultats obtenus ont montré l'intérêt des films minces (< 20 µm) de parylène fluoré PA-HT pour contribuer à l'isolation interne de composants et modules de puissance induisant de forts champs électriques et des températures pouvant atteindre 300 °C. La durabilité sous air à 300 °C de l'adhésion de films de parylène HT plus épais (> 20 µm) semble être un point à approfondir. Une poursuite de l'étude serait nécessaire, en particulier en cyclage thermique, et jusqu'à l'application dans un démonstrateur complet.

## Références

- [1] R. Kumar, D. Molin, L. Young and F. Ke, New high temperature polymer thin coating for power electronics, Applied Power Electronics Conference and Exposition, Vol. 2, pp. 1247-1249, 2004.
- [2] A. Kahouli, J. Appl. Phys. 112, 064103 (2012).
- [3] H. K. Kim and F. G. Shi, IEEE Trans. Diel. Elec. Insul. 8, 248 (2001).
- [4] S. Diaham, M. Bechara, M.-L. Locatelli and C. Tenailleau, J. Elec. Mater. 40, 295 (2011).
- [5] S. Diaham, M. Bechara, M.-L. Locatelli and T. Lebey, J. Appl. Phys. 110, 063703 (2011).

- [6] M. Bechara-Keyrouz, Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier (2011).
- [7] R. Khazaka, Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier (2011).