Etude du frittage de particules d'argent pour la connexion dans un système électronique de puissance

Nadim Alayli, A. Girard, F. Schoenstein, Pierre-Richard Dahoo, K.L. Tan, J.M. Morelle

▶ **To cite this version:**

Nadim Alayli, A. Girard, F. Schoenstein, Pierre-Richard Dahoo, K.L. Tan, et al.. Etude du frittage de particules d'argent pour la connexion dans un système électronique de puissance. Matériaux 2010, Oct 2010, Nantes, France. hal-01436699

HAL Id: hal-01436699
https://hal.science/hal-01436699

Submitted on 16 Jan 2017

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.

Etude du frittage de particules d'argent pour la connexion dans un système électronique de puissance

N.Alayli[a,c], A.Girard[b], F.Schoenstein[a], P.-R. Dahoo[c], K.-L. Tan[d], J.-M. Morelle[d]

[a] *Laboratoire des Propriétés Mécaniques et Thermodynamiques des Matériaux, Institut Galilée Université Paris 13 Avenue Jean-Baptiste Clément 93430 Villetaneuse.*
[b] *Laboratoire d'Etude des microstructures, ONERA-CNRS (UMR 104), 29 avenue de la Division Leclerc 92322 Châtillon.*
[c] *LATMOS (CNRS-UPMC-UVSQ UMR 8190), BP3, 91371, Verrières-le-Buisson, France; Université Versailles-Saint-Quentin-en-Yvelines.*
[d] *Valeo-Montigny le Bretonneux, 5 avenue Newton, 78180 Montigny le Bretonneux.*

RESUME:

Ce travail propose l'explication et la mise en place d'une technique innovante pour l'obtention de matériaux en fonction des conditions d'élaboration et de frittage d'un matériau conducteur thermique, possédant des propriétés élastiques et élaboré à basse température et à basse pression (avec une maîtrise de la densité et de la taille de grain). Ce matériau fritté doit être ensuite utilisé pour la connexion par diffusion dans un assemblage électronique de puissance. Le choix du matériau s'est porté sur une poudre d'argent. Trois techniques de frittage ont été explorées pour connecter une poudre d'argent entre deux substrats métallique : une presse chauffante, SPS, et CIC. L'objectif est ici de comparer les propriétés structurales en fonction des paramètres de frittage (température, pression et temps) pour chaque technique de mise en forme explorée. Des observations par MEB ainsi que des mesures par DRX ont permis d'obtenir des informations sur les propriétés microstructurale et morphologique du matériau fritté telles que la densité et la taille des cristallites.

MOTS-CLES : SPS, HIP, frittage, argent

Introduction

Dans le domaine de l'électronique de puissance, l'industrie est confrontée à deux nouveaux verrous. Tout d'abord, les normes RoHS (Restriction of the use of certain Hazardous Substances in electrical and electronic equipment) prévoit l'interdiction de l'utilisation de matériaux à base de plomb actuellement utilisée dans l'industrie. Ensuite, un second obstacle apparaît : la température de fonctionnement du système se rapproche des 200°C et aucun matériau de connexion, typiquement les brasures à base de plomb qui ont pourtant une température de fusion autour de 300°C, n'est adapté au système pour deux raisons. La première est que si la température de fonctionnement du système est supérieure à 60% de celle de fusion de la brasure utilisée, celle-ci se retrouvera dans la zone de fluage et vieillira très rapidement [1]. C'est pourquoi il faudrait donc utiliser des brasures possédant une forte température de fusion mais à ce moment, un second obstacle apparaît : la température de fusion permettant la connexion des couches du système ne doit pas excéder une limite de température (>300°C). Une alternative doit être trouvée pour répondre à ces contraintes.
La problématique est donc de connecter une puce semi-conductrice à un substrat métallique à basse température (inférieure à 300°C), à basse pression (un maximum de 3MPa pour ne pas abîmer la puce), et

dans un temps très court pour satisfaire les contraintes industrielles (production d'un maximum de pièces dans un temps donné, de l'ordre de quelques minutes). De plus, le matériau de connexion doit avoir de bonnes propriétés conductrices (thermique et électrique, respectivement pour la dissipation de la chaleur vers un refroidisseur et la conduite du courant) et une bonne tenue mécanique (afin de supporter les contraintes thermomécaniques créées lors du fonctionnement de l'appareil). Le choix s'est porté sur le frittage d'une poudre d'argent qui pourrait répondre à toutes ses contraintes. Plusieurs procédés de frittage ont été explorés ici afin de conclure quant à celui qui semble le plus adapté.

Processus expérimental

La poudre d'argent utilisée provient d'une pâte d'argent fournie par la société Ferro. Les agglomérats (d'une taille moyenne de 3µm) sont répartis homogénéiquement dans une matrice organique contenant un liant.
Le premier procédé utilisé est une presse chauffante (PC). La pâte a été directement insérée dans la presse et le pallier de déliantage (150°C pendant 5min) a été réalisé dans l'appareil. Le principe est d'appliquer une pression uniaxiale durant le pallier de température de frittage. Ici, la température a été appliquée entre 200°C et 300°C, la pression entre 0.5MPa et 10MPa et le temps entre 5min et 30min.
Le deuxième processus de frittage utilisé est un four CIC (Compression Isostatique à Chaud). Le principe ici est de comprimer la poudre dans une cellule en Inox qui est ensuite placée sous vide et scellée par soudure puis finalement mise en place dans le four (voir Fig.1). Au départ, une pression isostatique est appliquée à l'échantillon sous l'effet de l'argon. Ensuite, la température augmente et induit une variation de pression. La poudre se densifie sous les effets conjugués de la température et de la pression isostatique créées dans le four. Dans cette étude, la poudre est déliantée au préalable à 150°C dans un four à moufle afin d'éliminer le liant qui pourrait polluer l'enceinte du CIC.

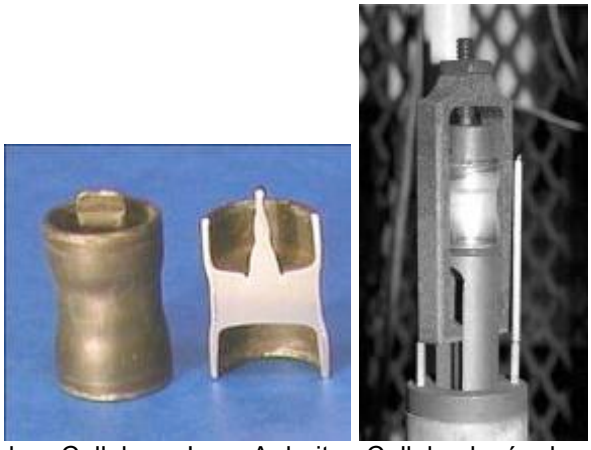

Fig.1. A gauche : Cellule en Inox. A droite : Cellule placée dans le four HIP.

Le troisième procédé est un four SPS (Spark Plasma Sintering). Le principe du SPS est d'appliquer une pression uniaxiale à la poudre placée dans un moule en graphite tout en générant en même temps une tension pulsée créant un courant à travers le matériau. Ce dernier permet de chauffer l'échantillon par effet Joule grâce à la résistance de celui-ci. Cette technique de frittage favorise la diffusion atomique et permet d'obtenir un temps de frittage plus court que les autres techniques d'élaboration actuelles (de l'ordre de quelques minutes). Dans un souci de ne pas polluer l'enceinte de l'appareil, la pâte est préalablement déliantée à une température de 150°C dans un four à moufle afin d'éliminer le matériau organique et d'obtenir la poudre seule. Cette poudre est ensuite mise en place dans un moule en graphite dont le diamètre varie en fonction de la pression appliquée. La machine SPS utilisée (de marque Syntex, ex Sumitomo, 515S, voir schéma Fig.1) a besoin d'appliquer une force minimale avec les pistons pour assurer la conductivité électrique dans le système. Ici, c'est la surface sur laquelle la force est appliquée qui va permettre de faire varier la pression. Dans l'optique de l'étude morphologie, Les pressions utilisées pour l'étude sont de 33MPa, 8MPa et 3MPa correspondant respectivement à une surface interne du moule de 10mm, 20mm et 30mm de diamètre et elles sont appliquées pendant toute la durée du frittage. La température de pallier utilisée est de 220°C, température choisie grâce à une étude dilatométrique, avec une rampe de 100°C/min. Les temps de pallier utilisées sont de 1min et 5min. Les courants créés dans le système dépendent de la surface de chauffage et à l'atteinte du pallier ils sont d'environ 150A (pour la surface d'un disque de 10mm de diamètre), 300A (20mm) et 400A (30mm). Le processus de frittage est réalisé dans une atmosphère contrôlée d'argon pour éviter l'oxydation lors du chauffage. La température est

mesurée grâce à un thermocouple dont le bout se retrouve à proximité de la poudre afin de récupérer une valeur très proche de la température créée dans le système.
Etant donné que les propriétés structurales ont une influence sur les propriétés conductrices et mécaniques du matériau [2], certaines de ces propriétés ont été mesurées grâce à différentes techniques. La densité du matériau fritté est mesurée soit de façon globale par la méthode de la poussée d'Archimède avec de l'orthoxylène. Ce produit a deux avantages : sa masse volumique est très stable à température ambiante et il mouille mieux que l'eau distillée, il adhère donc mieux à la porosité ouverte du matériau. Cette méthode est utilisée pour mesurer la densité des massifs élaborés à partir de la poudre d'argent exclusivement. La seconde méthode est locale et il s'agit d'un calcul de la densité par traitement d'images prises au MEB, elle a été utilisée afin de mesurer la densité de la poudre frittée entre deux couches car la méthode de la poussée d'Archimède est inutilisable dans ce cas là. La taille des cristallites a été mesurée grâce à deux méthodes différentes. La première est une mesure globale de la surface : la diffraction aux rayons X utilisant la raie Kα du cobalt qui via la méthode de Williamson-Jones permet le calcul de la taille des cristallites à partir des largeurs à mi-hauteur de chaque pic du spectre obtenu. La seconde méthode est une mesure locale : on utilise un MEB-FEG qui via la technique EBSD permet d'obtenir la taille moyenne des cristallites et sa dispersion sur une région spécifique.

.

Résultats et discussion

La Fig.2 montre la poudre d'argent après déliantage dans un four à moufle. Le déliantage a été réalisé à 150°C en accord avec les consignes de l'élaborateur. Par souci de commodité, la pâte a été déliantée en grande quantité durant 5h au lieu des 5min recommandés par l'élaborateur. Une étude DRX a montré que la taille des grains n'est pas modifiée entre un déliantage de 5h et un autre de 5min.

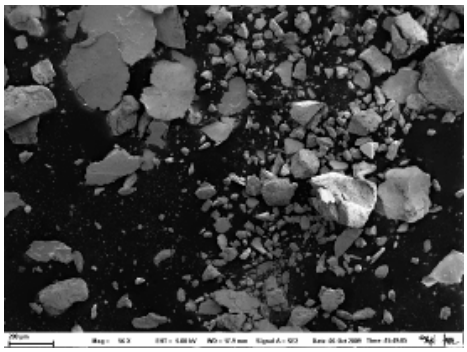

Fig.2. Poudre d'argent micrométrique après déliantage

La Fig.3 montre des échantillons élaborés par l'intermédiaire d'une presse chauffante. La pâte d'argent a été mise en place entre un sustrat en cuivre nickelé et argenté et une couche en Silvar-K. A forte pression (10MPa), les dépôts d'argent présentent plusieurs fissures sur la surface du dépôt. On observe aussi une nette variation de la densité du matériau en fonction de la pression appliquée et de la température. De plus, on remarque une variation de l'épaisseur finale du dépôt en fonction de la pression appliquée. Plus la pression est importante, plus la poudre est chassée sur les bords, ce qui diminue l'épaisseur du dépôt. Notons que l'adhérence du dépôt au substrat métallique est de bonne qualité. Dans ce cas-ci, on peut noter une mauvaise fiabilité du dépôt à forte pression (plusieurs craquellements observés dans le dépôt), un taux de porosité important même à forte pression et à haute température, et un temps de frittage trop long pour une éventuelle application industrielle.

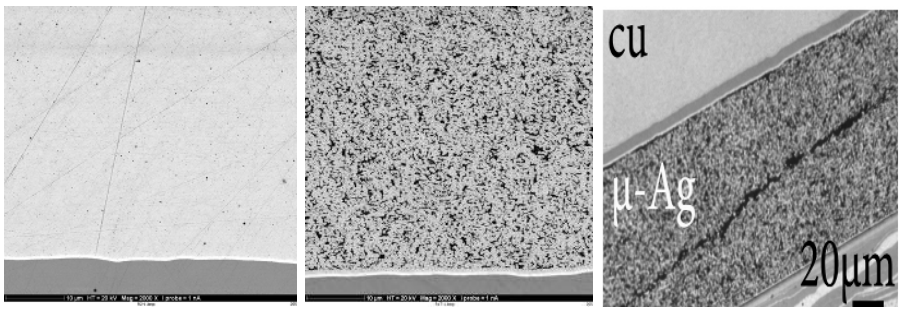

Fig.3. Poudre d'argent frittée grâce à une presse chauffante sur un substrat en cuivre nickelé et argenté électrolytiquement. A gauche: échantillon réalisé à 300°C, 30min et 10MPa. Au milieu: échantillon réalisé à 200°C, 30min et 0.5MPa. A droite: Observation de la couche d'argent craquelée à forte pression (10MPa).

La Fig.4 représente une image MEB de la poudre d'argent micrométrique frittée par CIC à forte pression et pendant un temps de pallier de 2h. On observe un matériau très dense. De plus, aucune fissure n'a été observée sur toute la surface du massif. Des expériences ont été réalisées à moins de 20MPa mais on observe que la pression n'a pas suffisamment été transférée à l'intérieur de la cellule CIC, le frittage ne peut donc pas avoir lieu. La poudre d'argent ne peut pas se densifier à basse pression avec la méthode CIC.

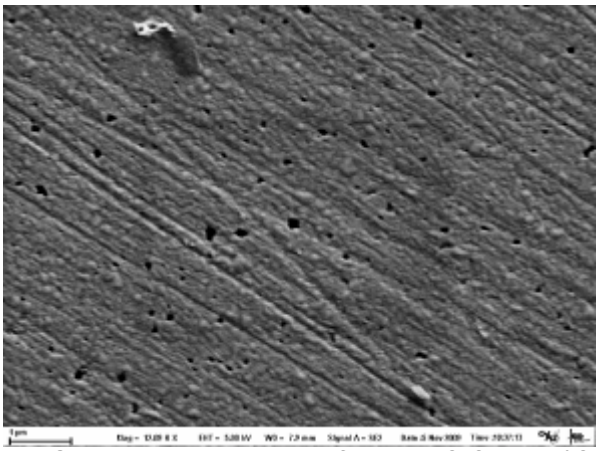

Fig.4. Observation au MEB-FEG de la poudre d'argent fritté par CIC à 350°C sous 200MPa pendant 2h.

La Fig.5 présente la poudre frittée par SPS entre deux plaques de cuivre nickelé et argenté à des paramètres d'élaboration différents. Comme dans le cas de la presse chauffante, on remarque que l'épaisseur du dépôt final est différente, cela est dû au fait que plus la pression appliquée est forte, plus la poudre a tendance à s'echapper sur les bords. On note aussi une bonne adhérence de la couche du dépôt avec les deux substrats métalliques. On observe dans les deux cas une homogénéité de l'épaisseur sur tout la surface du dépôt. On note aussi une nette variation de la densité en fonction de la pression et du temps de pallier. La méthode SPS permet d'obtenir des dépôts de bonne qualité à basse pression et pendant un temps très court.

Dans cette étude morphologique, on peut en conclure que la méthode SPS est la plus adaptée lorsque l'on prend en compte toutes les contraintes dues à l'application considérée. En effet, en ce qui concerne la méthode de frittage sous presse chauffante, le fort taux de porosité des matériaux élaborés et surtout le temps de frittage trop long sont deux inconvénients dans le cadre de l'application. Pour la méthode CIC, le fait de ne pas pouvoir travailler à basse pression est un obstacle à la réalisation de l'objectif qui est de fritter sous une pression de quelques MPa. Ainsi, la méthode SPS qui d'élaborer des dépôts de bonne qualité dans un temps très court et à basse pression semble être la solution la mieux adaptée au problème posé.

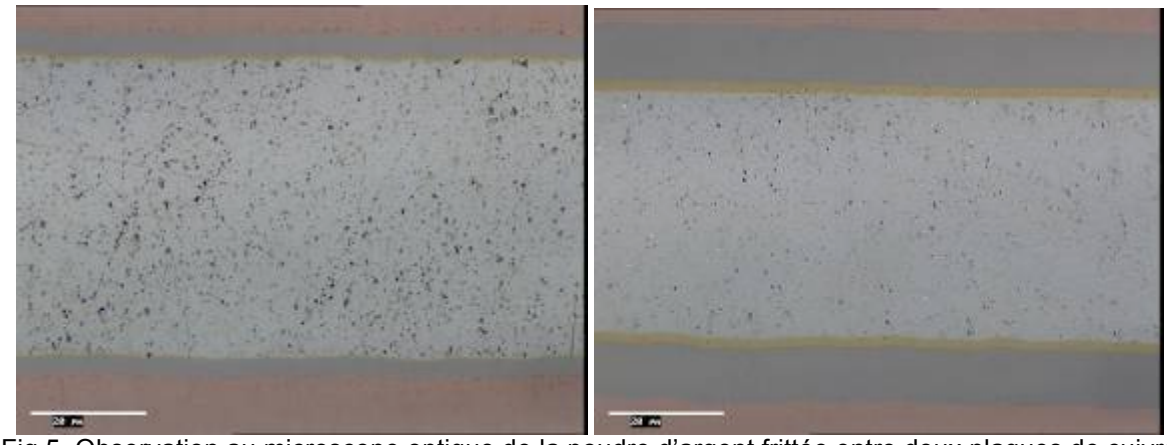

Fig.5. Observation au microscope optique de la poudre d'argent frittée entre deux plaques de cuivre métallisé. Epaisseur du dépôt initiale de pâte : 100µm. A gauche : la poudre a été frittée à 200°C, 1min, 3MPa, l'épaisseur finale est de 60µm. A droite : la poudre a été frittée à 300°C, 5min, 33MPa.

Une étude du taux de porosité en fonction des différents paramètres de frittage a été réalisée pour les techniques SPS et PC. Le taux de porosité a été mesuré par la technique de la poussée d'Archimède pour les échantillons élaborés en SPS. Ces échantillons sont des massifs créés à partir de la poudre d'argent préalablement déliantée dans un four à moufle. Les échantillons élaborés dans une presse chauffante sont ceux qui ont été utilisés pour l'étude de morphologie précédente. Le matériau fritté est donc situé entre deux couches métalliques, ce qui fait que la mesure de la densité a été réalisée autrement. En effet, ce taux a été mesuré grâce à un traitement d'images par MEB. C'est pourquoi dans ce cas-ci cela a permis de mettre la valeur minimale et maximale de la densité mesurée sur toute la surface du dépôt. On peut conclure que le taux de porosité obtenu par SPS est très faible pour un temps très court (1min et 5min), même pour les échantillons élaborés à très faible pression (3MPa). Pour parvenir aux valeurs du taux de porosité obtenus par SPS avec la presse chauffante, il faut chauffer la poudre d'argent pendant 30min, ce qui est un temps trop long pour l'application considérée. Cette étude confirme que la méthode SPS semble plus appropriée.

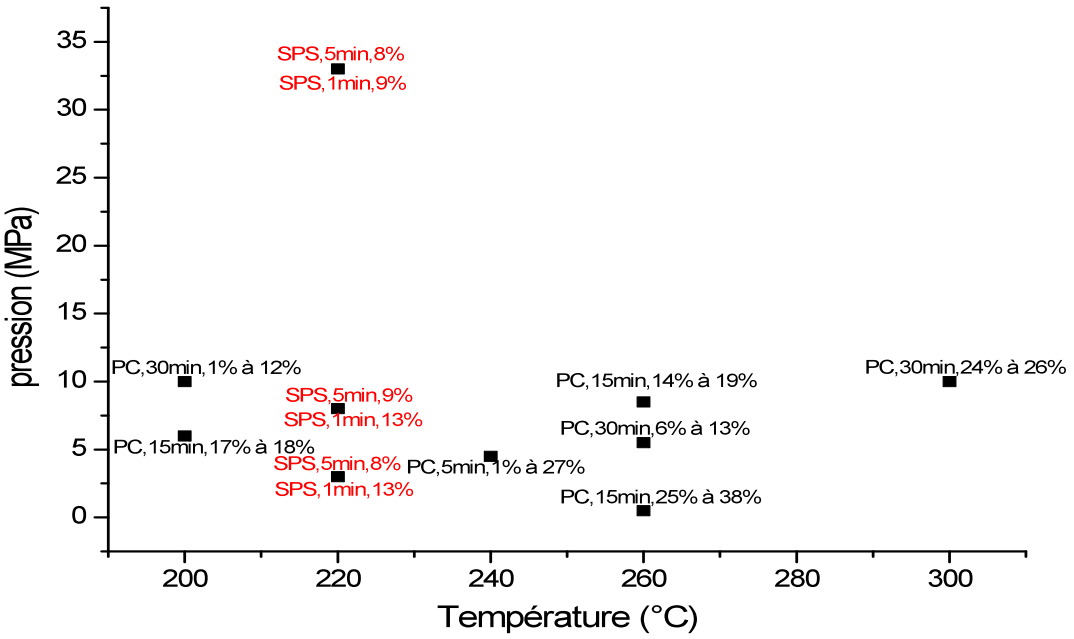

Fig.6. Etude du taux de porosité en fonction de la température, de la pression, du temps de pallier et de la technique de frittage. PC : presse chauffante. SPS : spark plasma sintering.

Une étude DRX a été réalisée sur les échantillons précédents élaborés par SPS. La Fig.7 représente trois spectres DRX des massifs qui ont été élaborés par SPS. Tous les pics que l'on observe ici proviennent de la structure CFC de l'argent. Cela montre donc que le matériau est monophasé et qu'aucun oxyde n'a été créé lors du processus de frittage. On remarque la largeur à mi-hauteur des pics évoluent en fonction de la pression. La Fig.8 confirme l'observation précédente et représente le calcul de la taille des cristallites par la méthode de Williamson-Jones à partir des spectres DRX en fonction de deux paramètres de frittage : la pression et le temps de pallier. On remarque ici que le temps de palier n'a pas d'influence sur la taille des cristallites sur l'intervalle considéré (entre 1min et 5min. En revanche, la pression influe sur la taille des cristallites : entre une pression de 3MPa et 33MPa, la taille des cristallites a triplé. On sait que plus la taille des cristallites est importante, plus le nombre d'interfaces diminuent, et plus la conductivité thermique augmente. Cependant, pour augmenter la taille de ces cristallites, il faut augmenter la pression, un paramètre qui doit être le plus faible possible pour ne pas abîmer la puce lors du frittage. Il faudra donc trouver un compromis entre la pression appliquée et la conductivité thermique obtenue par l'intermédiaire de la taille des cristallites.

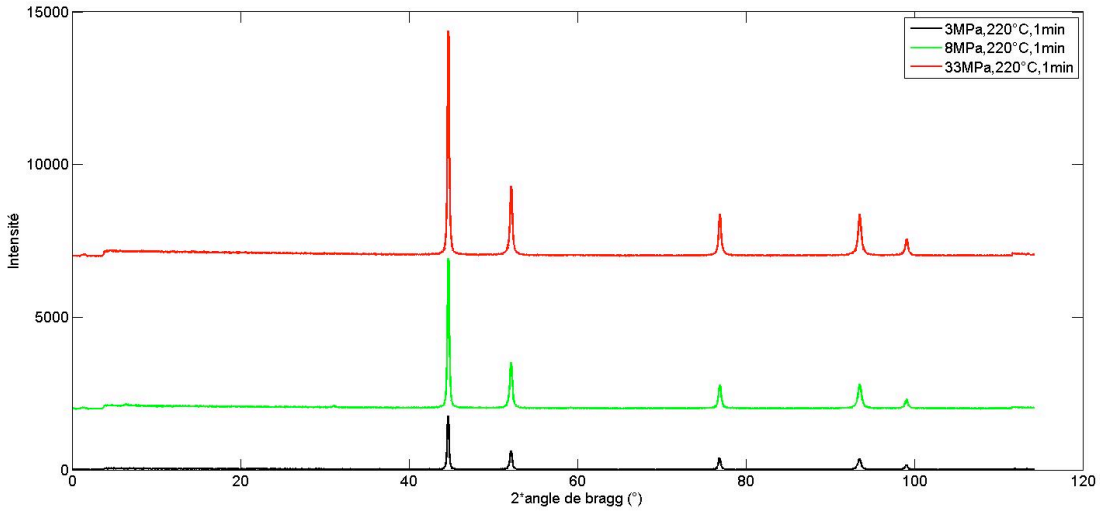

Fig.7. Spectres DRX de massifs d'argent élaborés par SPS. Etude en fonction de la pression à temps et température fixés.

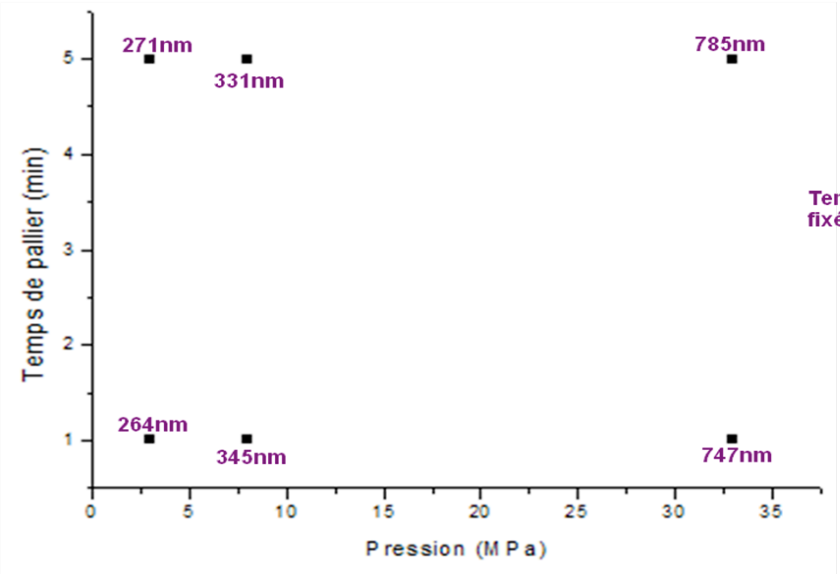

Fig.8. Etude de la taille des cristallites des échantillons élaborés par SPS en fonction de la pression et du temps de palier.

Une étude EBSD a été réalisée sur une poudre d'argent frittée entre deux plaques de cuivre. Une première image faite en BSE (voir Fig.9) permet de visualiser que les grains sont en fait monocristallins. On ne discerne aucun groupement de cristallites pouvant former un grain polycristallin. Le diagramme EBSD (voir Fig.9) permet de noter que le dépôt argent est isotrope : il n'y a pas d'orientation préférentielle des cristallites. Enfin, la Fig.10 permet de conclure sur la dispersion de taille des cristallites dont la majorité mesure entre 200nm et 300nm, avec une taille moyenne de 236nm. Cela permet de corroborer le résultat obtenu précédemment en DRX sur la taille de cristallites du massif soumis à une pression de 3MPa avec un temps de palier de 1min qui est de 271nm. On peut aussi noter que la taille de cristallites n'est pas modifiée selon la technique de frittage : que la poudre soit frittée seule ou bien qu'elle soit frittée entre deux plaques de cuivre.

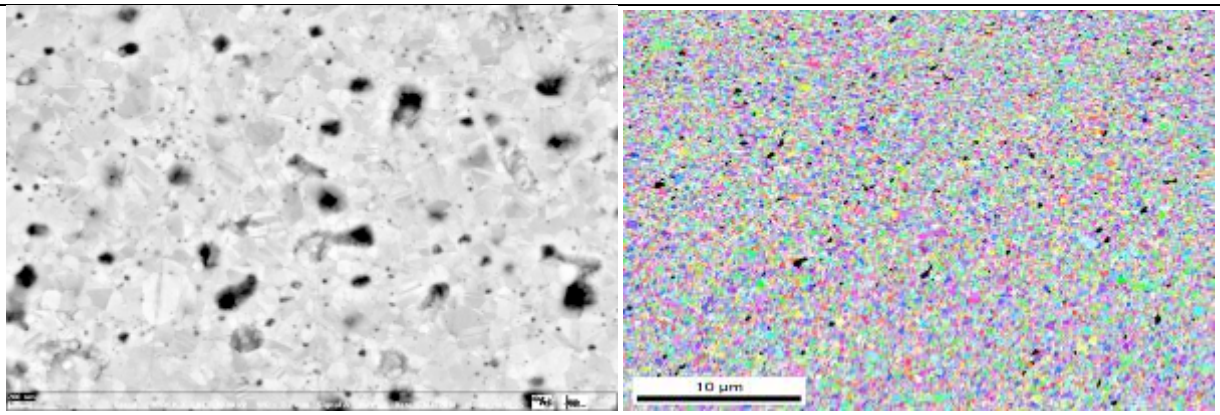

Fig.9. Poudre d'argent frittée entre deux plaques de cuivre par SPS à 200°C sous 3MPa pendant 1min. A gauche : Observation BSE des cristallites au MEB-FEG. A Droite : Diagramme EBSD du matériau.

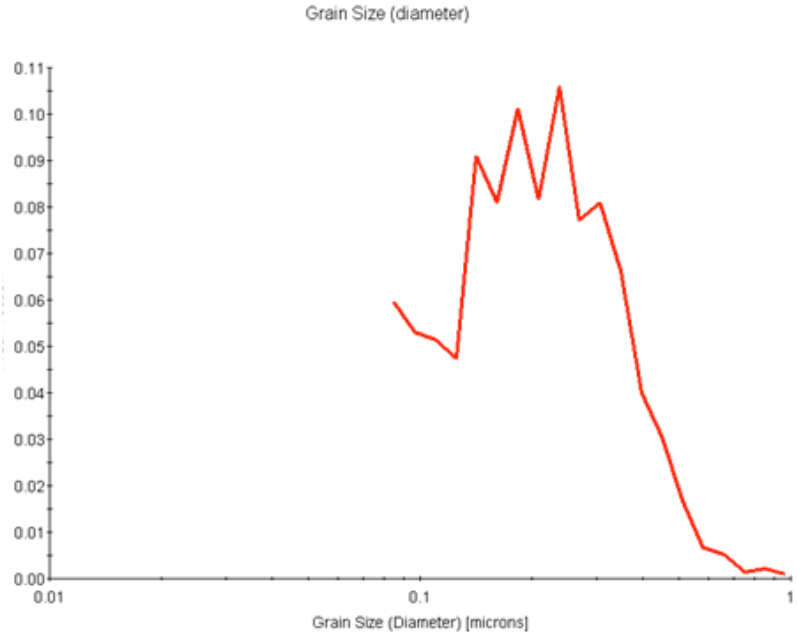

Fig.10. Diagramme de dispersion de la taille des cristallites correspondant à l'échantillon de la Fig.8. La taille moyenne des cristallites est évaluée à 236µm.

Conclusion

Nous avons exploré trois techniques de frittage permettant d'obtenir des matériaux argent frittés. Cependant, le frittage par HIP n'est pas adapté à l'application car il faut appliquer une trop forte pression sur la cellule pour que le transfert de celle-ci se fasse jusqu'au matériau. Le frittage par presse chauffante donne des matériaux trop poreux durant un temps de frittage trop long, ce qui ne répond pas non plus aux attentes.
Finalement, la méthode SPS permet à faible pression et sur un temps très court, d'obtenir un dépôt de bonne qualité (pas de fissures aux interfaces), et une forte densité (environ égale à 85% pour une pression de 3MPa). Cette technique semble donc être une bonne alternative à la connexion par brasage.

Remerciements

Nous remercions le laboratoire Simap pour avoir élaboré les échantillons par presse chauffante et Serma Technologies pour avoir réalisé certaines images MEB. Nous remercions aussi la DGCIS, LE CG78 et le pôle MOVEO pour le financement de la thèse qui nous a permis d'aborder ce sujet.

Références:

[1]M.Knoerr, A.Schlettz, Power Semiconductor Joining Through Sintering of Silver Nanoparticles: Evaluation of Influence of Parameters Time, Temperature and Presure on Density, Strength and Reliability, CIPS 2010, 2010.

[2] O.V. Gendelman et al., Grain Size Distribution and Heat Conductivityof Copper Processed by Equal Channel Angular Processing, Mater. Sci. Eng. A, 434, 2006, 88-94.