UNIVERSITÉ FRANÇOIS – RABELAIS DE TOURS

ÉCOLE DOCTORALE EMSTU

LABORATOIRE DE MÉCANIQUE ET RHÉOLOGIE (LMR)

THÈSE présentée par :

Ze MA

soutenue le : **5 Novembre 2013**

pour obtenir le grade de : **Docteur de l'université François – Rabelais de Tours**

Discipline/ Spécialité : Mécanique et Matériaux

Une étude sur la fiabilité et le comportement thermomécanique de composant microélectronique type flip-chip

THÈSE dirigée par :

M.RANGANATHAN Narayanaswami	Professeur, université de Tours
Co-encadré par : M. CHALON Florent	Maitre de conférences**,** université de Tours
M.LEROY René	Maitre de conférences**,** HDR, université de Tours

RAPPORTEURS :

Mme FREMONT Hélène	Maitre de conférences**,** HDR, Université de Bordeaux
M. HENAFF Gilbert	Professeur, ENSMA, Université de Poitiers

JURY :

M. CHALON Florent	Maitre de conférences**,** université de Tours
Mme FREMONT Hélène	Maitre de conférences**,** HDR, Université de Bordeaux
M. HENAFF Gilbert	Professeur, ENSMA, Université de Poitiers
Mme LEBORGNE Chantal	Professeur, Université d'Orléans
M.LEROY René	Maitre de conférences**,** HDR, université de Tours
M.RANGANATHAN Narayanaswami	Professeur, université de Tours

A ma famille et ma belle-famille qui m'aiment de tout leur cœur.

Aux mes amis qui me soutiennent de tous ces temps

A mon mari Adrien et ma fille Emma-lisa qui m'apport une vie en rose

Résumé

L'étude s'inscrit dans le cadre d'un projet Européen 3Dice, dont l'objectif est d'améliorer la fiabilité mécanique d'un composant microélectronique innovant.

La *miniaturisation* du composant induit des difficultés lors de la caractérisation mécanique. Les tests conventionnels ne sont plus applicables. Un développement des méthodes expérimentales à l'échelle microscopique est exigé.

La *flexibilité* du composant microélectronique est de plus en plus demandée. Les joints de connexion subissent souvent un pré-chargement. La flexibilité d'alliage des joints de connexion est intéressante à étudier.

Cette thèse s'est déroulée autour de ces deux problématiques.

Les couches minces conductrices prennent un rôle important dans les composants microélectroniques. Les défaillances apparaissent souvent dans la couche mince. Une combinaison de tests à l'aide de la diffraction à rayon X, du profilomètre 3D et de la nanoindentation est effectuée avec pour objectif de caractériser la couche mince. A l'aide de la simulation numérique, les propriétés plastiques du film sont estimées. Les propriétés physiques et le comportement thermomécanique du matériau d'encapsulation du composant sont étudiés. L'étude porte aussi sur le joint de connexion. L'influence de l'échelle, du procédé de fabrication sont mis en évidence. Cette dernière montre l'importance de la caractérisation à l'échelle adaptée. Nous pouvons aussi conclure que l'homogénéisation de la microstructure peut améliorer la performance mécanique du joint de soudure. A la fin, le comportement fatigue d'alliage du joint de connexion est aussi étudié. La flexibilité d'alliage est évaluée par les essais de fatigue avec la pré-charge. Le comportement cyclique d'alliage est simulé avec un modèle analytique. La résistance du joint de connexion est étudiée par les essais d'impact. Une méthode pour calculer la densité d'énergie critique pour l'initiation de la fissure dans la couche intermétallique est proposée. Cette densité d'énergie critique peut accompagner la simulation numérique afin d'estimer le nombre de cycle de sollicitation externe pour atteindre la fissuration.

Mots clés : couche mince, résine chargée, joint de connexion, In situ, fluage, flexibilité fatigue

Abstract

This work is a part of an European fund project ‘3Dice’ which aim to improve the mechanical reliability of an innovated microelectronic product.

The miniaturization of microelectronic component causes the difficulties to characterize. The conventional tests are no longer suitable at such small scale. The experimental methods development for microelectronic materials’ characterization is necessary.

The flexibility of the products is more and more required recently in microelectronic field. The solder joints have frequently a pre-load thus their tolerance to the pre-load is interesting to investigate.

The thesis is carried out based on these two topics.

The conductive thin films take important role but there are not always mechanically reliable. To evaluate thin film behavior, the X ray diffraction, 3D profilometer and nanoindentation are used and with the help of a numerical model, the plastic properties of the film are investigated. The physical properties of the encapsulation material are studied. The experimental method development is also carried on solder joint characterization. The results show the scale and fabrication process effects on solder mechanical properties. These effects induce the necessarily of characterization method development in microelectronic scale. We conclude that the mechanical properties of solder joint can be improved by homogenization of microstructure. The fatigue properties of the solder joint alloy are present in the last part. The flexibility is evaluated by fatigue test with average strain applied. The cyclic component of the alloy is simulated by an analytic model. The impact fatigue resistance of solder joint is studied by impact tests. A method to calculate energy density value for crack initiation is proposed. This critical energy density can be coupled with numerical model to estimate the number of solicitation cycle applied to reach the crack initiation.

Key words : thin film, resin with fillers, solder joint, In situ, creep, flexibility, fatigue

Table des matières

Remerciements ..... **Erreur ! Signet non défini.**
Résumé 3
Abstract 4
Table des matières 5
Liste des tableaux 9
Liste des figures 10
Glossaire 17
Introduction 19
Chapitre I Caractérisation des couches minces 28
1 Bibliographie 29
1.1 Contrainte résiduelle lors du dépôt 29
1.2 Théorie de diffraction des rayons x 32
1.3 Nanoindentation sur les couches minces 37
1.3.1 Théorie de la nanoindentation 37
1.3.2 Différents approches pour caractériser les couches minces 44
1.4 Modélisation numérique d'un essai de nano indentation 45
2 Caractérisation de la couche mince 47
2.1 Procédure expérimentale 47
2.1.1 Etude de la surface 47
2.1.2 Etude de la structure cristalline 48
2.1.3 Essai de Nanoindentation 49
2.2 Modélisation numérique de l'essai de nanoindentation 50
2.2.1 Propriétés des matériaux 51
2.2.2 Les contacts, les conditions aux limites et le maillage 52
3 Résultats et discussion 56
3.1 Etude de surface par profilomètre 56
3.2 Analyse par la diffraction des rayons X 57
3.3 Nanoindentation sur couche mince 59
3.4 Simulation numérique 62
4 Conclusion 64
Chapitre II Caractérisation du matériau d'encapsulation-Résine chargée 65
1 Bibliographie 66

1.1 Constituants existants des résines époxy 66
1.2 Chimie des résines époxy 67
1.3 La transition vitreuse 69
1.4 La concentration d'eau 71
1.5 Dégradation Thermique 72
2 Matériaux et Procédure expérimentale 77
2.1 Essai par ATG (Analyse thermogravimétrique) 77
2.2 Effet de concentration d'eau 78
2.2.1 Essai immersion 78
2.2.2 Essai DMA 78
2.3 Effet de traitement thermique 79
2.3.1 Traitement thermique 79
2.3.2 Essai de DMA 80
2.4 Effet de la sollicitation thermomécanique 80
2.4.1 Essai de DMA-Essai de double balayage 80
2.4.2 Essai de cyclage isotherme 80
3 Résultat et Discussion 81
3.1 Résultat ATG 81
3.2 Effet de la concentration d'eau 82
3.2.1 Capacité d'absorption d'eau 82
3.2.2 Effet de concentration d'eau sur les propriétés de la résine 83
3.3 Effets de Traitement Thermique 85
3.4 Effets de sollicitation thermomécanique 86
3.4.1 Effet de double balayage 86
3.4.2 Effet cyclage isotherme 87
4 Conclusion 92
Chapitre III Caractérisation du joint de connexion 93
1 Bibliographie 94
1.1 Observation par les lumières polarisées 94
1.2 Le mécanisme de fluage 95
1.2.1 Effets des dispersoïdes sur la résistance au fluage 97
1.2.2 Descriptions mathématiques du fluage et lois de comportement 98
1.3 Fluage durant Nano indentation 101
1.3.1 « Constant load » méthode (CL) 101

1.3.2 « Constant depth » méthode 103
1.3.3 « Constant rate of loading » méthode (CRL) 103
1.3.4 « Constant indentation strain rate » method (CSR) 104
1.4 Alliages et Analyse microstructure 104
1.5 Effet Bumping 110
1.6 Les essais conventionnels et essais in situ 113
2 Procédures Expérimentales 120
2.1 Préparation des échantillons 120
2.2 Analyse microstructure 121
2.3 Essai conventionnel 121
2.4 Essai de nanoindentation 122
2.4.1 Indentation sur éprouvette massive 122
2.4.2 Indentation sur soudure in situ 122
3 Résultats et discussions 123
3.1 Analyse de la microstructure et identification des phases 123
3.2 Propriétés élastique des éprouvettes massives et in situ 130
3.3 Propretés de fluage d'éprouvette massive et in situ 133
3.4 Les Intermétalliques 139
4 Conclusion 143
Chapitre VI Fatigue du joint de connexion 144
1 Bibliographie 145
1.1 Fissure par fatigue 145
1.2 Essai de fatigue 147
1.3 Comportement cyclique des matériaux 148
1.3.1 Effet Bauschinger 148
1.3.2 Durcissement-adoucissement cyclique 149
1.3.3 Effet « Masing » 150
1.4 Les modèles de fatigue 152
1.4.1 Modèles empiriques en loi puissance 152
1.5 Nano impact 155
2 Procédure expérimental 157
2.1 Essai de nano impact 158
3 Résultat et discussion 159
3.1 Le comportement cyclique 159

3.1.1 Pré charge nul (R_d=-1) 159
3.1.2 Pré charge non nul (R_d≠-1) 162
3.2 Effet Masing 165
3.2.1 Pré charge nulle (Rd=-1) 166
3.2.2 Pré charge non nulle (R_d≠-1) 168
3.3 Une proposition pour le modèle de Morrow modifié 171
3.4 Analyse fractographie 173
3.5 Résistance à La Fatigue d'éprouvette Massive et In Situ 174
3.6 Densité d'énergie critique pour l'initiation de fissure dans la soudure in situ 177
4 Conclusion 179
Conclusion générale et perspective 180
Bibliographie 183
Résumé 195
Résumé en anglais 195

Liste des tableaux

Tableau 1 Les valeurs nécessaires pour calculer la contrainte résiduelle par la méthode courbure 54
Tableau 2 Les rugosités des zones A-E 57
Tableau 3 Les directions des cristallines observées lors des diffractions rayon X 58
Tableau 4 Les propriétés des éléments dans les composants microélectroniques 106
Tableau 5 Les propriétés d'IMCs caractérisés par la nanoindentation 119
Tableau 6 Les résultats des essais de traction (Lecoq, 2010) 130
Tableau 7 Les résultats élastiques par nanoindentation 131
Tableau 8 Les propriétés des IMCs 139
Tableau 9 Tableau des conditions d'essai 158
Tableau 10 Les coefficients de modèle Ramberg-Osgood 165
Tableau 11 Les coordonnées des points extrémités pour déterminer la courbes hystérésis 167

Liste des figures

Figure 1 Evolution de la quantité de transistors par puce. Les courbes en pointillés verts montrent la pente de croissance pour un doublement tous les 12, 18, 24 et 36 mois. 20
Figure 2 Individuel ICs Packaging 21
Figure 3 Milti-chip modules (MCMs) 21
Figure 4 System-on-chip (SoC) 22
Figure 5 Système in Packaging (SiP) 22
Figure 6 Profil d'un 2.5 Packaging 23
Figure 7 Les deux configurations de 3D packaging réalisées 23
Figure 8 Architecture du concept de 3D packaging : a) empilement multi-puces ; b) 3D packaging avec l'empilement de 2 puces 24
Figure 9 Une des configurations de 3Dice « face to face » 26
Figure 10 Schéma de déposition par la méthode PVD (Société Française du Vide , 1994) 30
Figure 11 Etat des contraintes résiduelles dans le dépôt 30
Figure 12 Répartition des contraintes résiduelles du film TiW_xN_y, d'épaisseur 1μmm, substrat GaAs (Y.L.Shen, 1996) 31
Figure 13 Effet de la température du substrat sur la microstructure d'un film métal. Ts/Tm est le ratio entre la température de substrat et point de fusion (H.T.G.Hentzell, 1984) 32
Figure 14 Phénomène de diffraction, illustration de la loi de Bragg 33
Figure 15 Variation de la distance interréticulaire et de l'angle de diffraction du réseau cristallin (J.Peng, 2006) 34
Figure 16 Le principe de diffraction au niveau du grain dans le repère global. 34
Figure 17 Courbe pour déterminer la contrainte résiduelle 36
Figure 18 Indentation sur différents matériaux 38
Figure 19 L'indenteur berkovich et sa courbe de l'aire de fonction 39
Figure 20 La géométrique du contact 40
Figure 21 La représentation de la raideur de contact S 41
Figure 22 Le schéma de sink-in a) et de pile-up b) 41
Figure 23 Les fissures sur Si après l'indentation, *l* est la longueur de fissure, *c* est la distance propagation 43
Figure 24 Le période de maintien durant l'indentation 43
Figure 25 Courbes de nanoindentation sur les dépôts d'Al mono cristallin (A.Gouldstone, 2000) 45

Figure 26 Modèles numériques de nanoindentation 46
Figure 27 Zones Etudiées sur un dépôt d'Al de 6 pouces 47
Figure 28 Définition des paramètres de rugosité (B.Bhushan, 2002) 48
Figure 29 Diffraction par rayon X machine Bruker 49
Figure 30 Courbe de traction de l'Al pur (C.M.Kuo, 2005) 52
Figure 31 La déformation plastique et de la contrainte dans le film générées lors du dépôt ... 53
Figure 32 Charge en fonction du pas de temps de calcul 54
Figure 33 Les maillages du modèle numérique 55
Figure 34 Etats de surface des zones A-E observés par profilometre 56
Figure 35 Réseau de Bravais de Al cubique à face centré 58
Figure 36 Spectres de zone A et zone E superposés 59
Figure 37 Les courbes de nanoindentation sur zone A (centre) et zone E (bord) 60
Figure 38 Courbe h-t de Zone A (centre) et E (bord) 61
Figure 39 Comparaison simulation-expérience 62
Figure 40 Les courbe σ-ε du film Al et d'éprouvette massive 63
Figure 41 Diagramme TTT dans le travail (K.P.Pang, 1990) SOL : Solvant soluble, GEL:Solvant insoluble, ... 68
Figure 42 Evolution de la Tg en fonction du temps de post-cuisson (X.Buch, 2000) 68
Figure 43 Les transitions mesurées par DMA a) Illustration des mouvements des chaines b) (PerkinEmer, 2008) 70
Figure 44 Evolution de Tg en fonction du temps de vieillissement thermique 75
Figure 45 Représentation schématique d'une ATG 77
Figure 46 Illustration de DMA, DMA est composé par :1-Traverse supérieure, 2- Excitateur électrodynamique - capteur de déplacement dynamique et accéléromètre, 3- Partie mobile, 4- Éprouvette collée sur les deux portes-échantillons 5- Support de porte-échantillon en alliage, 6- Capteur de force dynamique, 7- Sonde de température, 8- Sonde de température de sécurité, 9- Enceinte thermostatique 78
Figure 47 Profil de température de traitement thermique 79
Figure 48 Microstructure de la résine étudiée 81
Figure 49 Perte de masse en fonction de la température (ATG) 82
Figure 50 Concentration d'eau en fonction du temps d'engorgement 82
Figure 51 Effet de concentration d'eau (durée d'engorgement) sur les propriétés thermiques 83
Figure 52 Effet de concentration d'eau sur l'évolution de E' en fonction de la température .. 84
Figure 53 Effet de traitement thermique sur les propriétés thermiques 85

Figure 54 Effet de traitement thermique sur l'évolution de E' en fonction de la température 86
Figure 55 Effet d'un balayage sur les propriétés thermiques 86
Figure 56 Effet d'un balayage sur l'évolution de E' en fonction de la température 87
Figure 57 Les plages de température pour les essais de cyclage isotherme 88
Figure 58 Evolution de E' en fonction du temps de sollicitation dans la plage 1 89
Figure 59 Evolution de E' en fonction du temps de sollicitation dans la plage 2 89
Figure 60 Evolution de E' en fonction du temps de sollicitation dans la plage 3 90
Figure 61 Microstructure avant a) et après b) la sollicitation isotherme à 300°C 91
Figure 62 Le principe d'observation avec les lumières polarisées 94
Figure 63 Les trois stades de fluage 95
Figure 64 Les cellules formées 96
Figure 65 Les localisations des cavités 97
Figure 66 Les deux types de l'interaction entre les dislocations et les dispersoïdes 98
Figure 67 Courbes logε̇-1/T pour déterminer l'energie d'activation 99
Figure 68 Exposant de contrainte dépendant de plage de contrainte 100
Figure 69 Le principe de la méthode CL (R.Goodall, 2006) 102
Figure 70 Les courbes de déplacement-temps présentées dans (M.J. Mayo, 1988) 103
Figure 71 Réseau de bravais de Sn-Tétragonale centré 105
Figure 72 Les propriétés anisotropies de β Sn 105
Figure 73 Modèle de macle cyclique de vue {101}, la nucléation se base sur les plans {110} 107
Figure 74 Microstructure d'une soudure SAC sous la forme de ballon de plage (L.P.Lehman, 2010) 107
Figure 75 a)Microstructure d'une soudure SAC sous la forme des plaques (L.P.Lehman, 2010) ; b) Microstructure d'une soudure SnAg : les grains de Sn 108
Figure 76 Effet de refroidissement sur la microstructure : a) Microstructure Sn3.5Ag(2.4°/s) ; b) Microstructure Sn3.5Ag(0.5°/s) ; c) Microstructure Sn3.5Ag(0.08°/s) 109
Figure 77 Influence de pourcentage de Ag sur la microstructure d'alliage SAC (F.X.Che W. E., 2010) : a) Microstucture de l'alliage sans plomb avec 1% Ag ; b) Microstucture de l'alliage sans plomb avec 2% Ag ; c) Microstucture de l'alliage sans plomb avec 3% Ag 109
Figure 78 Comparaison des propriétés mécaniques avec différent pourcentage de Ni (F.X.Che W. E., 2010) 110

Figure 79 Evolution de la morphologie de (CuNi)6Sn5 en fonction des conditions (le temps et la température) de reflow (J.W.Yoon, 2006) 111
Figure 80 La croissance de l'IMC après traitements thermiques à 120°C a)0h b) 120h c) 260h d) 500h (F.X.Che J. , 2012)..... 112
Figure 81 Sn3.9Ag0.6Cu sur a) substrat Cu b) substrat acier inoxydable c) substrat Cu revêtu AuNi (K.S.Kim, 2003) 113
Figure 82 Formation de AuSn4 dans la soudure SAC305 après 30s de reflow (F.Q.Li, 2006) 113
Figure 83 Les échantillons des essais in situ : a) Eprouvette cisaillement dans l'etude observé sous MEB (F.Guo, 2003) ; b) Eprouvette cisaillement dans (J.M.Song, 2006) ; c) Eprouvette joint de soudure flip chip (S.Wiese, 2007) ; d) Eprouvette joint de soudure PCB (S.Wiese, 2007) 115
Figure 84 L'énergie activation d'éprouvette massive et éprouvette représentative de joint de soudure (alliage Sn3.5Ag) : a) Energie d'activation indépendante de la température pour l'éprouvette massive (F.Ochoa, 2004) ; b) Energie d'activation dépendant de la température pour soudure similaire éprouvette (M.K.Chawala, 2004)..... 116
Figure 85 Zone d'endommagement d'échantillon après simple reflow a) déformation 5.3%, b) zoom zone A, c) déformation 53.2%, d) zoom zone B 117
Figure 86 Zone d'endommagement d'échantillon après multi reflow a) déformation à13.3%, déformation à 54.8%, c) zoome de zone A, d) zoome de zone B 117
Figure 87 Caractérisation des propriétés fluage par CL méthode : a) Effet de Ni sur le fluage ; b) Empreintes sur la phase β-Sn (V.M.F.Marques B. W., 2013) ; c) Empreintes sur la phase eutectique (V.M.F.Marques B. W., 2013) ; d) Comparaison des sensibilités à la contrainte de β-Sn et la phase eutectique (V.M.F.Marques C. P., 2013)..... 118
Figure 88 Les courbes de nanoindentation sur Cu_6Sn_5 à la température ambiante a) et à 175°C b)..... 119
Figure 89 Les éprouvettes in situ a) et massive b) 121
Figure 90 Les microstructures d'éprouvette massive a) et l'éprouvette in situ b) 123
Figure 91 Le diagramme d'équilibre du system Sn-Ag-Cu-Ni proposé par liu et al. (X. J. LIU, 2007)..... 124
Figure 92 Le calcul du système Sn-Cu-Ni (X. J. LIU, 2007) 124
Figure 93 La transformation de Cu_6Sn_5 à $(Cu,Ni)_6Sn_5$ (M.Tanaka, 2006)..... 125
Figure 94 Les détails de microstructure de joint de connexion : a) Profile poli in situ; b) Ag3Sn précipités sous forme d'aiguilles ; c) Couche IMC; d) Inclusion 126

Figure 95 Identification des IMCs Ag_3Sn a), $(Cu,Ni)_xSn_y$ b) 126
Figure 96 Apparition de type d'IMCs dans la couche d'IMC en fonction de la température et pourcentage de Cu 127
Figure 97 Morphologie de la couche IMC (J.W.Yoon, 2006) 128
Figure 98 Observation d'or diffusé dans la soudure 128
Figure 99 Le diagramme du system Sn-Ag-Au (X. J. LIU, 2007) 129
Figure 100 L'observation de joint de soudure par les lumières polarisées dans cet étude a)-c); La structure de « beach ball » SAC396 (L.P.Lehman, 2010) d) 129
Figure 101 Les courbes d'essais de traction effectués sur Instron 131
Figure 102 Indentations sur joint de soudure 132
Figure 103 « Mapping » de dureté et de module réduit calculés à l'aide d'une matrice d'indentations (Z. Ma, 2013) 133
Figure 104 a) Une courbe de fluage 50°C 10MPa et b) les courbes de ε̇-σ comparées avec celle de (F.Ochoa, 2004) 134
Figure 105 Les ajustements des courbes pour avoir n et σ_i 135
Figure 106 Les courbes pour obtenir l'énergie d'activation 136
Figure 107 Les courbes ε̇-σ normalisées 137
Figure 108 Les courbes ε̇-σ obtenues de la nanoindentation 137
Figure 109 Comparaison des résistances au fluage d'éprouvette massive et d'éprouvette in situ 138
Figure 110 L'évolution de la dureté (H) et module réduit (E_r) fonction de la profondeur 139
Figure 111 Estimation de l'épaisseur d'inclusion plat $(Cu, Ni)_x Sn_y$ par l'équation 35 140
Figure 112 Les empreintes sur l'inclusion : a) Indentations sur$(Cu,Ni)_xSn_y$; b) Effet de 'pile up' sur $(Cu,Ni)_xSn_y$ 141
Figure 113 Une courbe de multi chargements sur $(Cu,Ni)_xSn_y$ 141
Figure 114 Les indentations sur la couche IMC : a) Les courbe d'indentation sur la couche IMC (rouge) et sur le corp de soudure (noir) ; b) : Les empeintres d'indentation sur la couche IMC 142
Figure 115 Les étapes de fatigue (J.Polák, 1991) 145
Figure 116 L'initiation de fissure causée par un défaut de surface a) ou par les bandes de glissement b) 146
Figure 117 Les courbes de Wöhler d'une gamme d'aciers qui sont utilisés dans le domaine d'automobile (arcelormittal, 2012) 147
Figure 118 Effet Bauschinger d'acier SA333 C-Mn (S. K. Paul, 2011) 148

Figure 119 Evolution d'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles (S. K. Paul, 2011)..... 149
Figure 120 Effet Masing d'acier 1018 observé par Plumtree (A.Plumtree, 2001) 150
Figure 121 Courbes d'hystérésis d'un essai avec l'amplitude de sollicitation variée, a) La contrainte atteint 128MPa ; b) la contrainte est inférieure à 126MPa ; c) la contrainte atteint 128MPa 151
Figure 122 La configuration pour nano impact..... 156
Figure 123 Géométrie d'éprouvette et son moule..... 157
Figure 124 L'effet Bauschinger 159
Figure 125 Les courbes d'hystérésis à différentes nombres de cycles..... 160
Figure 126 Evolution d'amplitude de contrainte en fonction de nombre de cycles..... 161
Figure 127 La courbe σ-$\boldsymbol{\varepsilon}$ cyclique de R_d=-1 (la courbe jaune) et la courbe traction monotone 161
Figure 128 La réponse de force durant l'essai ε_T =0.08% R_d=0.1 162
Figure 129 Analyse de la réponse de force en fonction de R_d et $\boldsymbol{\varepsilon}_T$: a) Courbes hystérésis stabilisées $\varepsilon T = 0.08\%$; b) Courbes hystérésis stabilisées $\varepsilon T = 0.1\%$; c) Evolution de F_{max} en fonction de R_d..... 163
Figure 130 La comparaison des courbes σ-$\boldsymbol{\varepsilon}$ cycliques de R_d=-1, 0.1, 0.9 avec la courbe de traction monotone..... 164
Figure 131 Zoom des courbes σ-$\boldsymbol{\varepsilon}$ cyclique pour R_d=0.1 et 0.9 165
Figure 132 Les courbe hystérésis stabilisées..... 166
Figure 133 Courbes hystérésis R_d=-1..... 166
Figure 134 La corrélation entre les courbes hystérésis analytique et expérimentale 167
Figure 135 Les courbes analytiques hystérésis pour R_d=-1 168
Figure 136 Effet Rd sur les courbes hystéresis $\boldsymbol{\varepsilon}_T$=0.08% a), $\boldsymbol{\varepsilon}_T$=0.1% b), $\boldsymbol{\varepsilon}_T$=0.2% c) 169
Figure 137 Effet de Masing..... 170
Figure 138 La corrélation entre les courbes hystérésis analytique et expérimentale 170
Figure 139 Les courbes analytiques hystérésis pour R_d=0.1..... 171
Figure 140 Les courbes Wöhler 172
Figure 141 Fractographies d'essai R_d=0.1 $\boldsymbol{\varepsilon}_T$=0.1% : a) Fissures intergranulaires et transgranulaires mixées, c) Les stries autour de micron fissure, c) Fissures intergranulaires, transgranulaires stries mixées, d) Rupture ductile : les cupules..... 173
Figure 142 Les fissures intergranulaires pour un essai Rd=0.9 $\boldsymbol{\varepsilon}_T$=0.1% 174

Figure 143 La comparaison des résistances à la fatigue du joint de soudure et d'éprouvette massive 174
Figure 144 Empreintes d'impacts observés sous les lumières polarisées 175
Figure 145 Observation des empreintes d'impacts sous MEB : a) le joint de soudure et b) l'éprouvette massive 176
Figure 146 Les courbes d'impacts sur a) joint de soudure et b) la couche IMC 176
Figure 147 Les fissure autour d'un empreinte d'impact 177

Glossaire

Bumping : c’est une procédure de fabrication. Les produits passent dans un four conventionel avec un profil de température donnée. Les soudures vont souder les pièces à joindre durant cette procédure.

UBM (Under Bump Metallisation) : c’est un plot métallique qui se constitue multi couches de métallisation déposées par la méthode PVD.

Reflow : le synonyme de Bumping

Wafer : une tranche, une galette ou une plaque de semi conducteur

Via : TSV (Through silicon via), le connexion électronique vertical qui traverse le wafer.

Introduction

Introduction

Grâce au développement de la méthode de packaging, les produits microélectroniques sont de plus en plus performants tout en devenant de plus en plus petits. Cette tendance de développement peut même être décrite par une loi analytique – la loi de Moore qui dit que la performance ou la densité des transistors sur une puce double chaque 18 mois (**Erreur ! ource du renvoi introuvable.**).

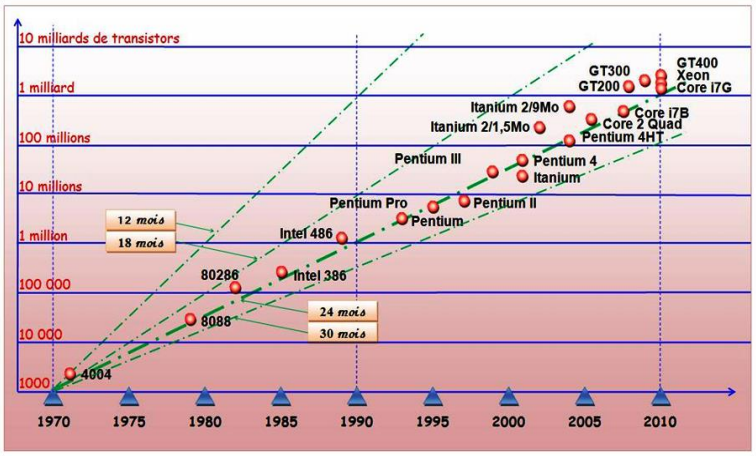


Figure 1 Evolution de la quantité de transistors par puce. Les courbes en pointillés verts montrent la pente de croissance pour un doublement tous les 12, 18, 24 et 36 mois.

Selon la loi de Moore, avec la technologie de 3D packaging, la société Intel prévoit que le nombre de transistor sur une puce pourra atteindre le nombre de quatre milliards. Pour réaliser cette performance, l'effort de la recherche se concentre sur la technologie 3D packaging. Le projet européen 3Dice s'inscrit dans ce contexte. Le travail de cette thèse s'est réalisé dans le cadre de ce projet. Pour comprendre le 3D packaging, nous allons commencer par présenter le 2D packaging. Au fils du temps, différentes architectures du 2D packaging apparaissent. Au début, un packaging ne contient qu'une puce avec une seule fonctionnalité (Figure 2). Ces composants individuels se montent sur un circuit imprimé afin de former une carte électronique. Avec ce type d'architecture, la carte finale est grande, lourde et consommatrice d'énergie.

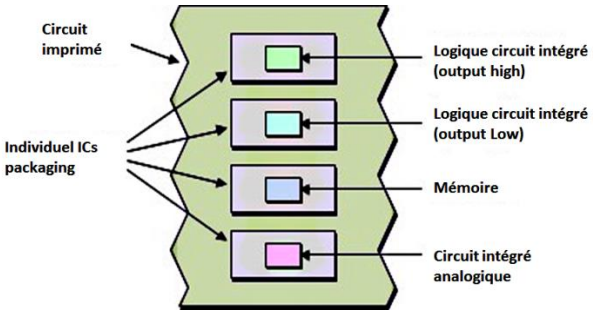


Figure 2 Individuel ICs Packaging

Au début des années 1990's, le Multi-Chip modules (MCMs) devient standard. C'est une réalisation à base de multi-puces sur un seul substrat. Ce substrat peut être en silicium, en céramique, métallique ou même en plastique. La Figure 3 montre un MCMs épais de 2mm, où il y a quatre chips sur le substrat commun. Le MCMs est monté sur un circuit imprimé.

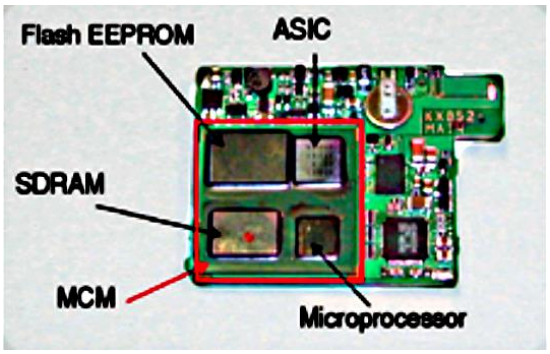


Figure 3 Milti-chip modules (MCMs)

Ensuite, le system-on-chip (SoC) apparait. Dans cette architecture, toutes les fonctions sont réalisées sur une seule puce. La Figure 4 montre une puce de SoC. L'avantage du SoC est de consommer moins d'énergie tout en fournissant plus de fonctions. Mais, à cause de la complexité d'architecture, le temps de fabrication est plus important. L'utilisation de toutes les (multi) fonctions sur un seul et même chip peut aussi générer des perturbations de signaux.

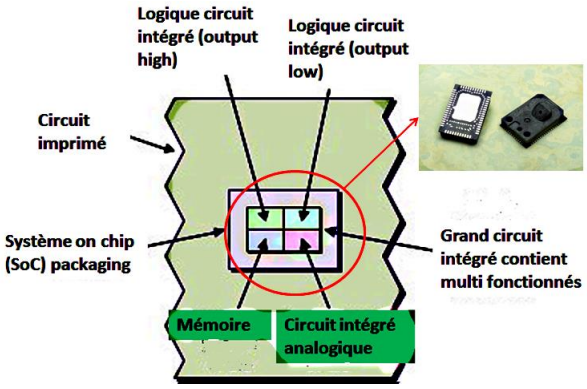


Figure 4 System-on-chip (SoC)

Pour résoudre ces problèmes, le concept de System-in-packaging (Sip) est introduit (Figure 5). Ce concept est une evolution du SoC. Les mini packagings à échelle de puce (CSP : Chip Scale Packaging) se montent sur un seul substrat. Ces petits composants et le substrat sont encapsulés ensemble.

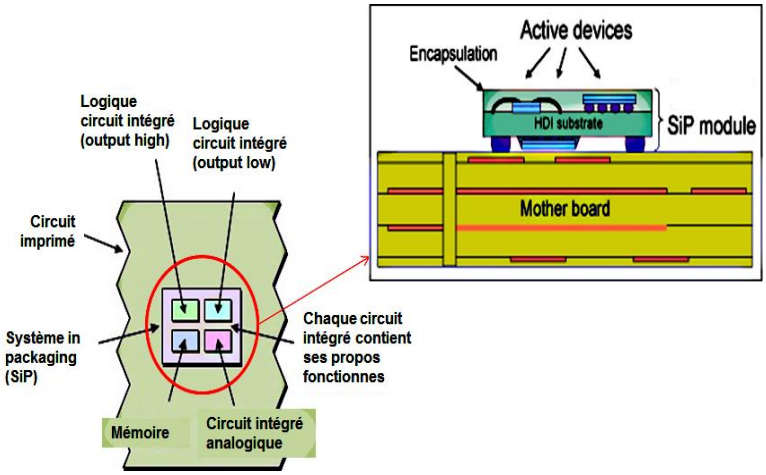


Figure 5 Système in Packaging (SiP)

L'architecture de Sip est complète mais plus on monte les puces sur le substrat SiP, plus il y a des pistes d'interconnexion gravées sur le substrat. Ces pistes sont beaucoup plus larges que celles de la puce. Cette divergence génère une grande consommation d'énergie. La limite de surface de SiP substrat limite également le nombre de puces à monter. Tous ces problèmes nous conduisent à retenir le concept de 2.5D packaging (Figure 6). La plus grande différence entre SiP et 2.5D packaging est l'ajout d'un silicium passif interposé. Ce silicium interposé se place entre les chips et le substrat. Les vias traversent le substrat interposé pour connecter les pistes gravées en face et au dos du silicium.

L’utilisation de l’espace vertical nous permet d’avoir plus de pistes de connexion donc plus de puces qui peuvent être montées. Les puces sont reliées avec le silicium interposé par des billes de soudure d’une dizaine de microns de diamètre, le silicium interposé est connecté avec le SiP substrat (HDI sutstrat) avec des billes de soudure d’une centaine de microns.

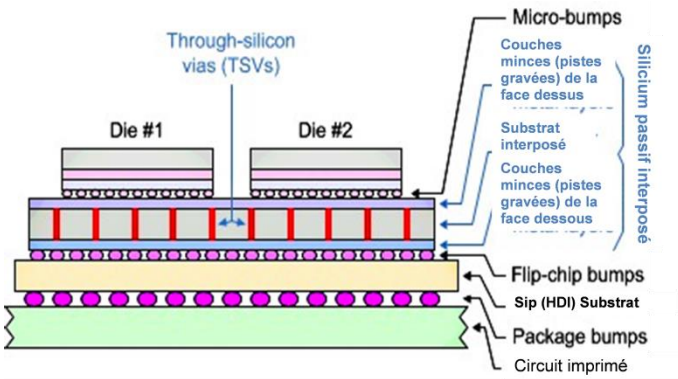


Figure 6 Profil d’un 2.5 Packaging

Enfin, on aborde le 3D packging. Le 2.5D packaging est l’insertion du silicium passif. Le 3D packing est une réalisation d’empilement des puces donc des siliciums actifs. Cette technique est déjà réalisée selon les deux configurations suivantes :

- Montage d’une puce l’une sur l’autre, la communication se réalise par la technique de câble par fil puis le montage de deux puces sur SiP substrat par la technique flip chip (Figure 7**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**a)).
- Empilement des puces de la même fonction puis connexion des puces sur SiP substrat par des fils (Figure 7**Erreur ! Source du renvoi introuvable.** b)).

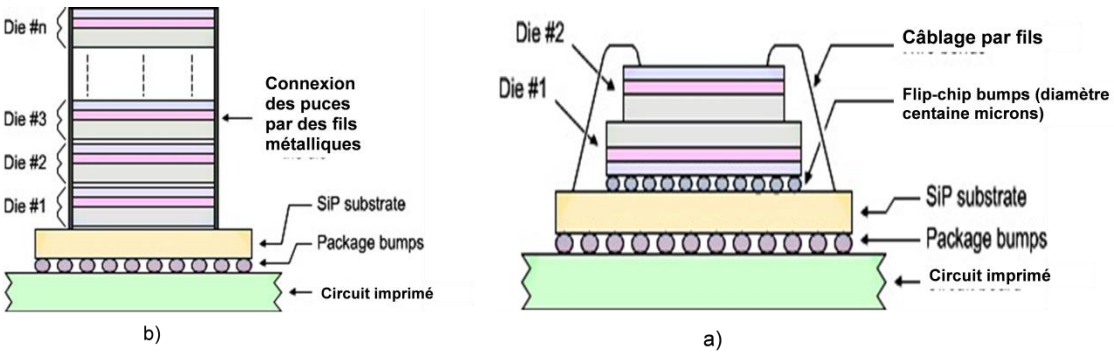


Figure 7 Les deux configurations de 3D packaging réalisées

La configuration concernée dans le projet 3Dice est différente. Il s'agit de « vrai 3D packaging ». Le concept est d'empiler plusieurs puces de différentes fonctionnalités. Les connexions entre les puces se réalisent par les vias (Figure 8a)). L'architecture d'un 3D packaging d'empilement de 2 puces est plus détaillée dans la Figure 8 b).

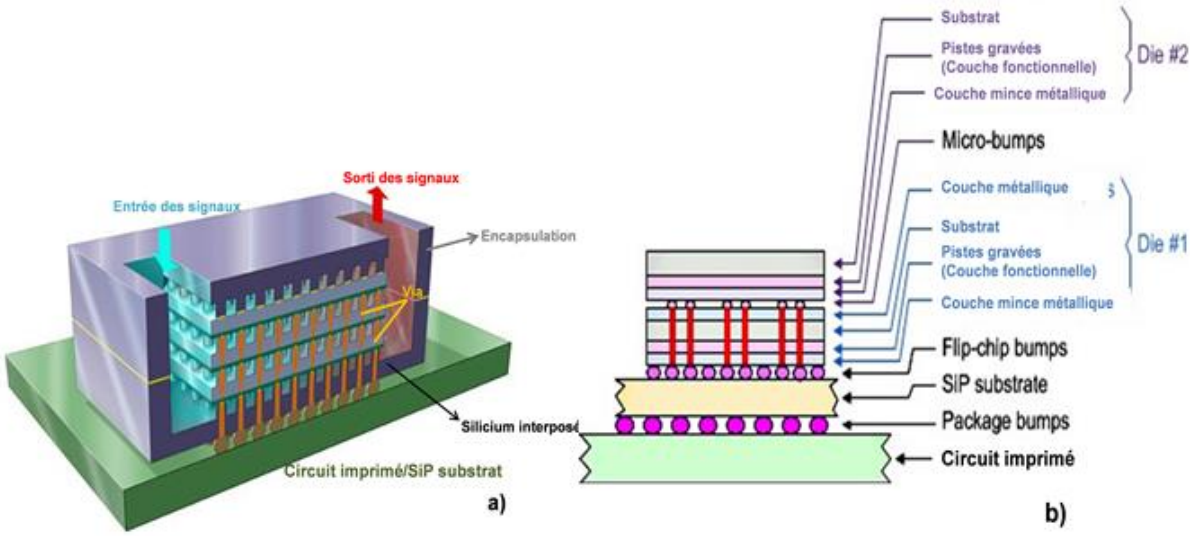


Figure 8 Architecture du concept de 3D packaging : a) empilement multi-puces ; b) 3D packaging avec l'empilement de 2 puces

Dans le projet 3Dice deux sous-projets s'adressent aux domaines du téléphone portable et de la carte à puce. Mon étude concerne l'architecture de 3D packaging dans le domaine du téléphone portable. Nous présentons ici une des configurations étudiées dans le projet 3Dice (

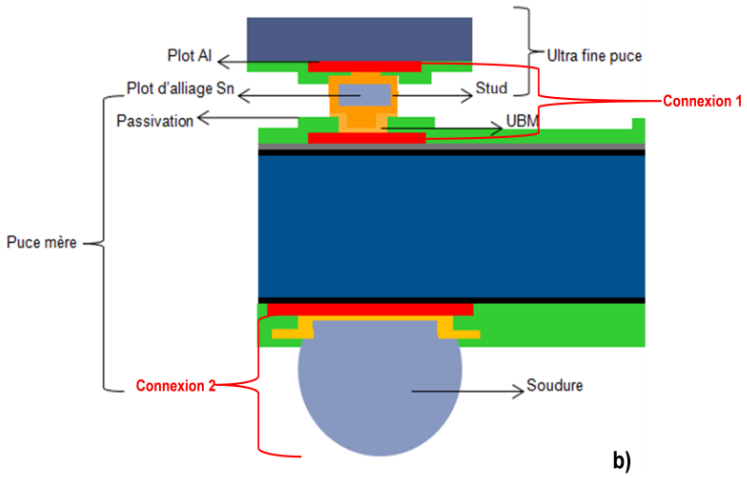


Figure 9), une puce ultra fine se connecte avec une puce mère, le système est protégé par un moule de résine. Deux types d'interconnexions se trouvent dans le démonstrateur de 3Dice (

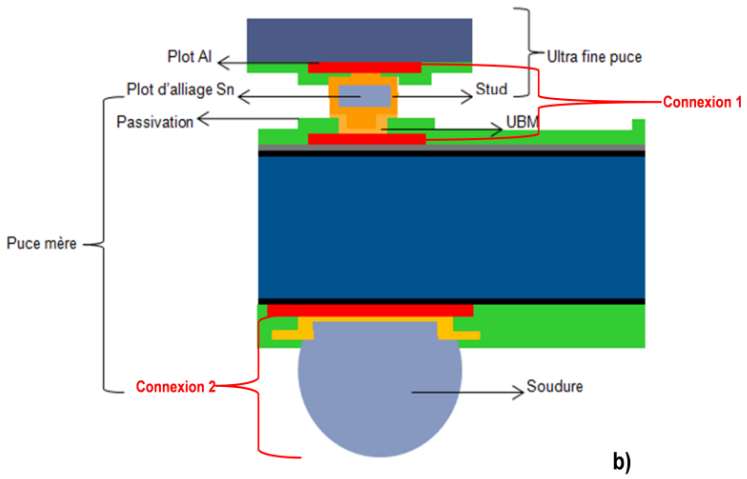
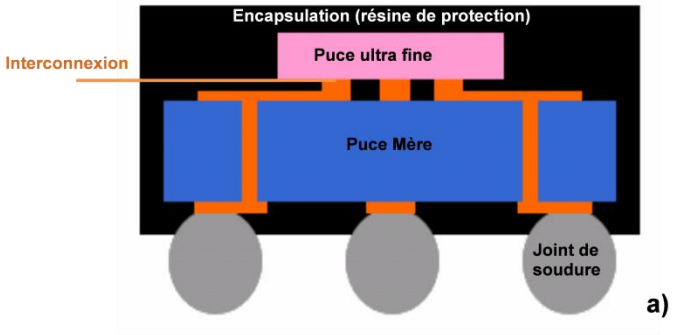


Figure 9b)) :

- L'interconnexion entre la puce ultra fine et la puce mère : Elle est constituée de plots d'aluminium protégés par une passivation, d'une couche multifonction (adhésion, barrière chimique, etc.), de studs de cuivre et d'un plot d'alliage de Sn.
- L'interconnexion entre la puce mère et le PCB : Celle-ci est du même type que la connexion que celui du flip chip. Elle est constituée d'un plot d'aluminium, une couche multifonction et d'un joint de soudure.



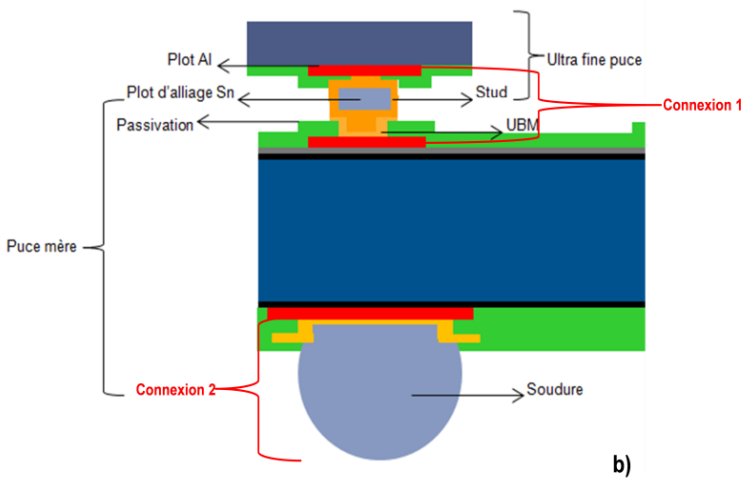


Figure 9 Une des configurations de 3Dice « face to face »

La configuration permet d'avoir un gain d'espace optimal mais la finesse du matériau engendre la complexité de structure et provoque des problèmes de fiabilités pour les produits finis. Plus la taille des interconnexions des composants électroniques est réduite, et moins bien celles-ci résistent aux sollicitations mécaniques. Pour diminuer le risque de la défaillance et afin d'améliorer la fiabilité nous devons évaluer les propriétés des matériaux à l'échelle de la microstructure. Avec les connaissances sur les propriétés des composants critiques, les processus de fabrication et les critères de sélection des matériaux peuvent être améliorés ainsi que leur fiabilité.

Durant ces travaux, les matériaux concernés sont : la couche mince, qui prend le rôle de piste de conducteur ; la résine époxy chargée, qui est le matériau d'encapsulation ; l'alliage à la base d'étain, avec les additions de l'argent, du cuivre et du nickel (98.25%Sn, 1.2%Ag, 0.5%Cu, 500ppmNi : SACNi1255), qui constitue le joint de connexion. En fonction de ces matériaux étudiés, cette thèse s'articule en quatre parties :

La première partie est une étude de la couche mince d'aluminium. Durant le procédé de fabrication, la contrainte liée à l'effet thermique s'accumule dans la couche mince. Ceci amène une zone de risques durant les tests de fiabilité. Le travail montre l'influence de la position de prélèvement d'échantillon sur les propriétés du dépôt incluant l'état de surface, la structure cristalline et les propriétés mécaniques. Cette influence peut être une des raisons de divers modes de défaillance lors des tests de fiabilité.

Dans la deuxième partie, l'étude porte sur le matériau d'encapsulation : résine chargée en silice. Le but de cette partie est de valider certaines conditions d'utilisation du matériau. Les propriétés physiques : la température de dégradation (sans charge mécanique) et la température de transition vitreuse sont mesurées. Les influences de l'humidité, les sollicitations thermomécaniques sur les propriétés mécaniques de la résine sont évaluées.

La troisième partie concerne l'étude du joint de connexion. La petite dimension du joint de connexion fait qu'il est souvent endommagé durant les tests de fiabilité. Les alliages constituant le joint de connexion sont sensibles au procédé de fabrication, e.g. le temps et la température du traitement thermique. En vue d'améliorer les procédés pour rendre le joint de connexion le plus résistant, nous cherchons à établir des méthodes pour analyser le joint à échelle réelle (échelle du micron). Dans ce chapitre, l'alliage d'étain (SACNi1255) est caractérisé à l'aide d'une éprouvette massive ainsi que l'éprouvette de joint de soudure de 'flip chip'. Les effets d'échelle et de procédure de fabrication sur les propriétés du matériau sont mis en évidence.

Dans la quatrième partie, les propriétés de fatigue d'alliage SACNi1255 sont étudiées avec l'éprouvette massive. Aujourd'hui la flexibilité devient un critère pour les composants microélectroniques, les joints de connexion subissent souvent une pré-charge durant l'utilisation. L'étude se focalise sur l'effet de cette pré-charge sur le comportent en fatigue du matériau. Les tests de fatigue sont contrôlés en déplacement. Un comportement cyclique – le comportent de Masing est observé sur ce matériau sous certaines conditions de sollicitation. La modélisation du comportement cyclique (la courbe hystérésis) par un modèle analytique est effectuée, elle se base sur le comportement de Masing. Celui-ci peut servir à prédire la durée de vie du matériau. Les résistances à la fatigue de l'impact de joint de soudure et l'échantillon massive sont comparées avec la méthode de nanoimpact. Les résultats sont en cohérence avec la différence des propriétés mécaniques observées. Un calcul de la densité d'énergie critique pour le joint de connexion est proposé.

Chapitre I Caractérisation des couches minces

1 Bibliographie

Les couches minces des produits microélectroniques sont de l'ordre du micromètre. La fine épaisseur et les procédures de dépôt introduisent des propriétés mécaniques différentes que celles des matériaux massifs. Les propriétés du dépôt influencent la fiabilité du composant fini. Dans ce chapitre, une couche d'aluminium déposée sur du silicium est étudié. L'état de surface, la structure cristalline et les propriétés mécaniques du film sont étudiés par profilomètre 3D, diffraction par rayon X et nanoindentation respectivement sur différents endroits de la plaquette. La caractérisation est également compléter par une approche inverse basée sur un modèle numérique. Nous allons en premier lieu présenter ici les techniques utilisées.

1.1 Contrainte résiduelle lors du dépôt

Dans les produits microélectroniques, les multicouches de très fines épaisseurs jouent un rôle important. Les fines couches conductrices sont des couches d'interconnexion et les couches diélectriques apportent des fonctions d'isolation. Il y a aussi la couche mince semi conductrice e.g. la couche mince de polymère de semi-conducteur qui est élaborée sur le substrat flexible. La qualité des couches minces influence la durée de vie des produits. La procédure de dépôt des couches est strictement contrôlée afin de garantir sa qualité.

Le dépôt en phase vapeur et l'électrodéposition sont des méthodes fréquemment utilisées pendant la fabrication. Dans le cas d'une métallisation en aluminium ou aluminium-cuivre, il s'agit d'un dépôt de type PVD (dépôt physique en phase vapeur) avec la technique pulvérisation cathodique «sputtering». Le principe de «sputtering» est d'appliquer une haute tension entre le substrat et la cible, dans une chambre sous vide remplie d'argon. L'argon entre dans la phase plasma sous l'effet de la haute tension. Sous le champ électrique, les ions (Ar^+) frappent la cible, qui contient le matériau à déposer, avec une grande vitesse. Cette énergie cinétique apportée par les ions active les atomes du matériau à déposer, ces ions vont sur le substrat et la couche mince prend forme du fait de la condensation (Figure 10).

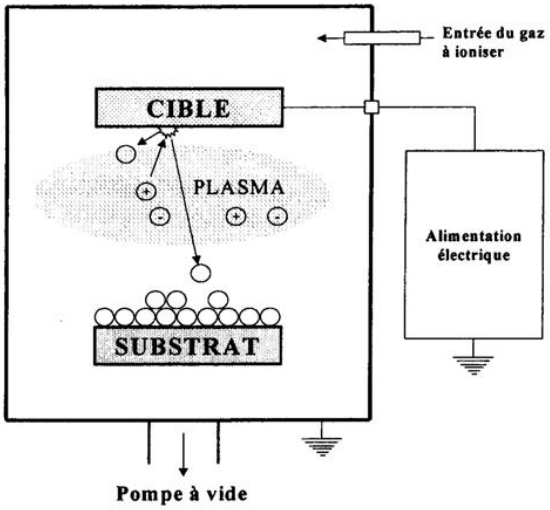


Figure 10 Schéma de déposition par la méthode PVD (Société Française du Vide , 1994)

Une fois les atomes déposés sur le substrat, ils perdent leur énergie cinétique, surtout quand la température du substrat est en-dessous de la température de fusion du matériau déposé. Les atomes n'ont plus suffisamment d'énergie thermique pour garder leur équilibre de structure et se dispersent d'une manière homogène, ce qui provoque l'apparition de contrainte. Les contraintes générées restent quand la couche déposée revient à température ambiante. On les appelle les 'contraintes résiduelles '. Doerner et Nix (M.F.Doerner, 1988) ont présenté le mécanisme de génération des contraintes dans leurs travaux. Les contraintes créées par le dépôt sont souvent en compression et elles dépendent des conditions du dépôt. Il n'y a pas de théorie pour les prévoir. La Figure 11 illustre l'état de contrainte dans la couche mince.

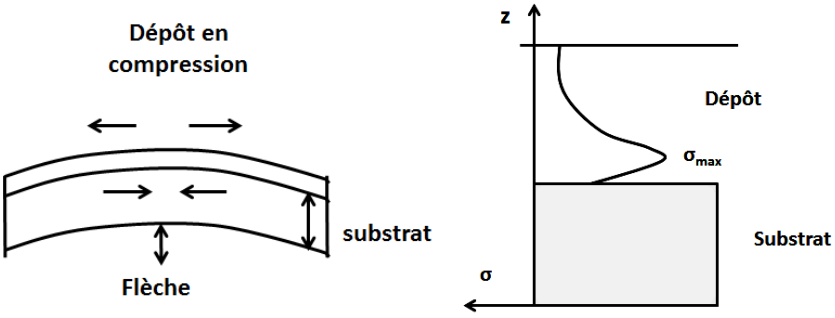


Figure 11 Etat des contraintes résiduelles dans le dépôt

La contrainte résiduelle générée par le dépôt peut causer des délaminations et des déformations plastiques du film déposé mais aussi des distorsions du substrat. La contrainte dans la couche mince se divise en quatre catégories : *la contrainte résiduelle* que l'on a présentée précédemment générée pendant le dépôt, *la contrainte externe*, *la contrainte thermique* causée par les différences de coefficient de dilatation thermique et *la contrainte 'mis fit'* causée par les disparités entre les réseaux cristallins de substrat et du film déposé. La contrainte dans la couche mince peut causer des défaillances et aussi influencer les propriétés mécaniques du film déposé (D.L.Smith, 1996). La méthode de diffraction des rayons X permet de déterminer la contrainte résiduelle dans la couche mince en mesurant la distance interréticulaire des plans cristallins du film déformé (section 1.2). La contrainte peut aussi être calculée par les mesures de courbure de plaquette avant et après le dépôt (J.A.Folo, 2001; A.L.Shull, 1996). Le modèle utilisé suit à la formule Stoney ci-dessous. La valeur obtenue représente la contrainte moyenne dans la couche :

$$.\sigma_f = \frac{E_s {t_s}^2}{6(1-\gamma_s)t_f}\left(\frac{1}{r} - \frac{1}{r_0}\right) \qquad 1$$

$E_s$et γ_s sont le module d'Young et le coefficient de poisson du substrat respectivement, $t_s$et $t_f$sont l'épaisseur du substrat et du film respectivement. r_0 et r sont les rayons du substrat avant et après le déposition respectivement. Malhotra et al. (S.G.Malhotra, 1996) ont montré qu'il y a une différence entre les mesures des contraintes par ces deux méthodes. Shen et al. (Y.L.Shen, 1996) ont construit un graphe de répartition de contrainte d'un wafer entier par la méthode de mesure de courbure (Figure 12). Nous voyons que la répartition de la contrainte est hétérogène sur un dépôt de couche.

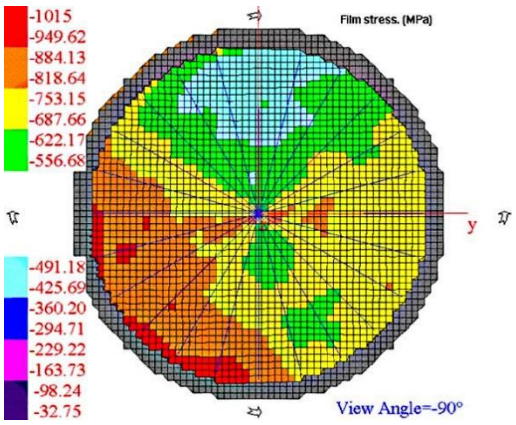


Figure 12 Répartition des contraintes résiduelles du film TiW_xN_y, d'épaisseur 1μmm, substrat GaAs (Y.L.Shen, 1996)

Les propriétés de la couche déposée sont influencées par sa microstructure (structure cristalline, répartition des grains pour les poly-cristalline). La cristallisation durant le dépôt est fortement influencée par la température du substrat. Machlin (E.S.Machlin, 2006) a construit les relations entre la structure des grains formés et la température du substrat. La Figure 13 (H.T.G.Hentzell, 1984) donne une vision globale de la condition de cristallisation des grains sur différentes températures de substrat. Selon les observations de Cédric Lecoq (Lecoq, 2010), la taille des grains d'Aluminium varient entre 5 et 20µm par rapport à la température de dépôt. Avec la réduction de la dimension des produits microélectroniques, il y a environ mille grains d'Aluminium qui se trouvent dans une puce. Le diamètre du faisceau de la diffraction rayon X peut atteindre 0.5mm. La mesure se fait donc sur cinq cents grains. Cette équivalence d'échelle est l'argument sur le choix de la diffraction rayon X pour mesurer la contrainte résiduelle de la couche mince dans cette étude.

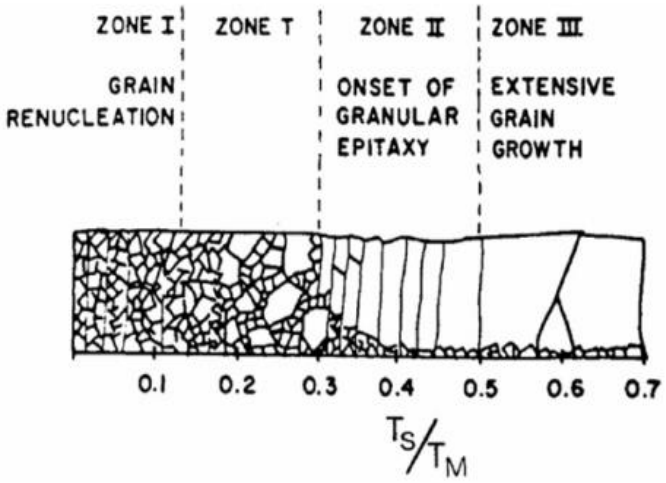


Figure 13 Effet de la température du substrat sur la microstructure d'un film métal. Ts/Tm est le ratio entre la température de substrat et point de fusion (H.T.G.Hentzell, 1984)

1.2 Théorie de diffraction des rayons x

La diffraction par rayons X peut mettre en évidence la texture cristalline afin de déterminer les phases minérales micro et poly-cristallines des matériaux. Cette méthode n'est applicable qu'à des matériaux composés d'un nombre relativement important de cristaux aux orientations non préférentielles (céramiques, roches et monocristaux). Les matériaux poly-

cristallins se composent de plusieurs grains, chacun composé d'un empilement régulier d'atomes. Cet empilement est décrit par des plans cristallins {hkl} séparés par une distance interréticulaire d_{hkl} ({hkl} sont les indices de MILLER). Cette distance d_{hkl}, dont l'ordre de grandeur est équivalent à la longueur d'onde des rayons X, rend possible le phénomène de diffraction (Figure 14). C'est pourquoi la distance interréticulaire d_{hkl} sur laquelle est effectuée la mesure de Diffraction par Rayons X (DRX) est reliée à la position angulaire 2θ de la raie de diffraction par l'intermédiaire de la loi de BRAGG ci-dessous.

$$2d.sin\theta = \lambda \qquad 2$$

λ est le longueur d'onde, hkl est la distance interréticulaire des plans, θ est l'angle de diffraction.

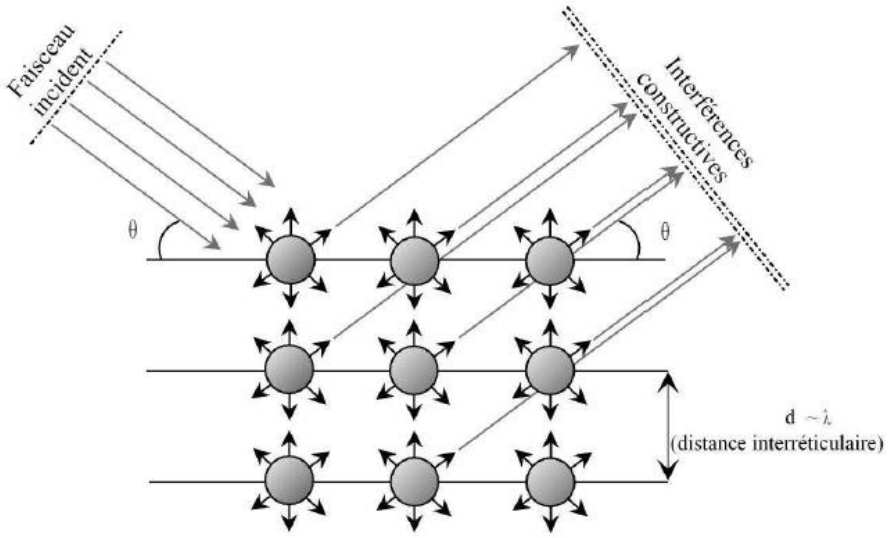


Figure 14 Phénomène de diffraction, illustration de la loi de Bragg

La présence de contraintes résiduelles va induire une variation de la distance interréticulaire d_{hkl}. Le principe consiste à mesurer la variation de cette distance et de la comparer à une distance interréticulaire d_0, distance entre chaque plan du matériau sans contrainte (Figure 15).

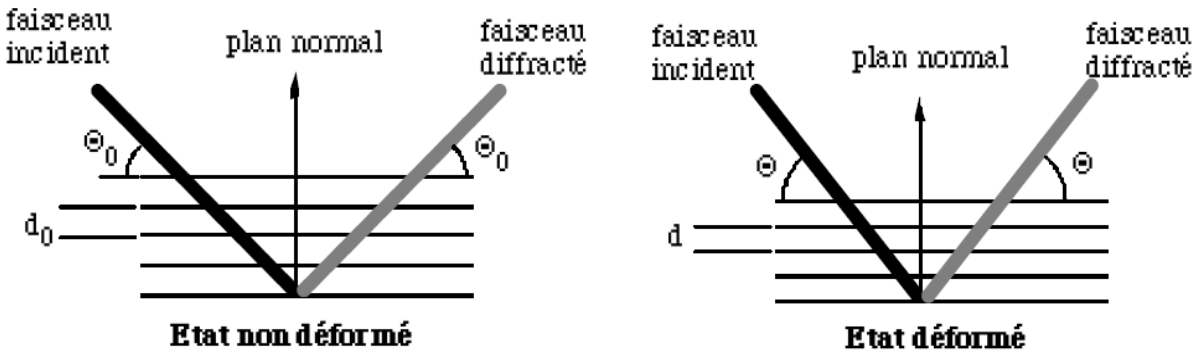


Figure 15 Variation de la distance interréticulaire et de l'angle de diffraction du réseau cristallin (J.Peng, 2006)

A l'aide d'un diffractomètre, il est possible de mesurer les pics de diffraction des plans cristallins où apparait une déformation. Par différenciation de la loi de Bragg, cela permet de relier le déplacement du pic de diffraction à la déformation normale aux plans cristallins {hkl} comme ci-dessous :

$$\varepsilon_{hkl} = \Delta d_{hkl}/d_0 = (d_{hkl} - d_0)/d_0 = -\cot(\theta_0).\Delta\theta_{hkl} \qquad 3$$

D'autre part, il existe une relation via les angles φ et ψ entre la déformation ε_{hkl} normale au plan cristallin {hkl} et le tenseur de déformation $[\varepsilon_{ij}]$ dans le plan (x,y,z). Cette relation est illustrée par la Figure 16.

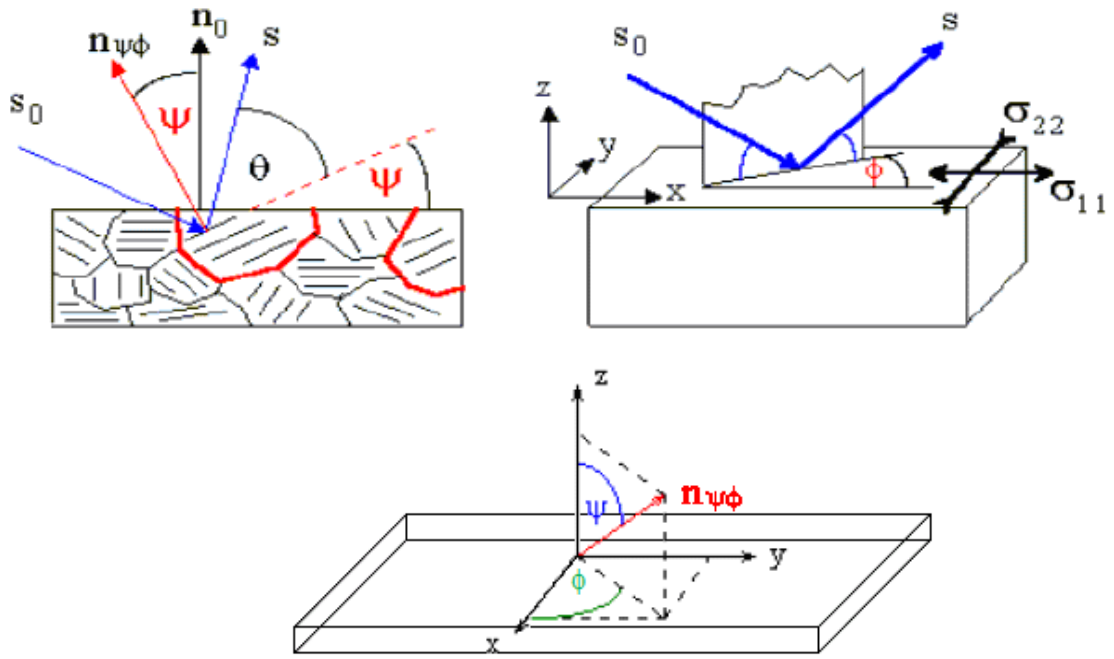


Figure 16 Le principe de diffraction au niveau du grain dans le repère global.

Dans la Figure 16, $n_{\phi\psi}$ est la normale au plan cristallin diffracté, n_0 est la normale à la surface, s_0 est le rayon incident, s est le rayon diffracté, θ est l'angle relatif au pic de diffraction du plan mesuré, ψ est l'angle entre la normale au plan cristallin et la normale à la surface, ϕ est l'angle entre une direction fixe et la projection de la normale au plan cristallin dans le plan de cette direction fixe. $n_{\varphi\psi}$ est déterminé d'après les coordonnées sphériques ci-dessous:

$$[n_{\phi\psi}] = [sin\psi.cos\phi, sin\psi.sin\phi, cos\phi] \quad 4$$

De plus la relation fondamentale entre la déformation du plan cristallin et le tenseur des déformations est :

$$\varepsilon_{\phi\psi} = [n_{\phi\psi}].[\epsilon_{ij}].[\,n_{\phi\psi}] \quad 5$$

Soit :

$$\varepsilon_{\phi\psi} = [sin\psi.cos\phi \quad sin\psi.sin\phi \quad cos\phi] \begin{bmatrix} \epsilon_{11} & \epsilon_{12} & \epsilon_{13} \\ \epsilon_{12} & \epsilon_{22} & \epsilon_{23} \\ \epsilon_{13} & \epsilon_{23} & \epsilon_{33} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} sin\psi.cos\phi \\ sin\psi.sin\phi \\ cos\phi \end{bmatrix} \quad 6$$

Or la théorie de l'élasticité nous donne les relations suivantes:

$$\begin{aligned} \varepsilon_{11} &= (1/2s_2 + s_1)\sigma_{11} + s_1\,(\sigma_{22} + \sigma_{33}) \\ \varepsilon_{22} &= (1\,/\,(2s_2 + s_1)\sigma_{22} + s_1\,(\sigma_{11} + \sigma_{33}) \\ \varepsilon_{33} &= (1\,/\,(2s_2 + s_1)\sigma_{33} + s_1\,(\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad 7 \\ \varepsilon_{12} &= 1\,/\,(2s_2\ \sigma_{12}\,) \\ \varepsilon_{13} &= 1\,/\,(2s_2\,\sigma_{13}\ ) \\ \varepsilon_{23} &= 1\,/\,(2s_2\,\sigma_{23}\ ) \end{aligned}$$

Avec

$$1/2s_2 = (\upsilon + 1)/E$$

$$s_1 = -\upsilon/E \quad 8$$

s_1 et s_2 sont les constantes élastiques de diffraction. Elles dépendent du matériau par rapport au plan cristallin {hkl}. Elles peuvent être déduites des constants d'un cristal et des interactions cristallinnes en combinant le couplage de modèle Voigt, Reuss, Hill, Kröner etc. Dans cette étude, la détermination de ces constantes élastiques n'est pas concernée. En combinant les équations 6 et 7, il en ressort la relation entre la déformation du plan cristallin et les contraintes résiduelles comme ci-dessous :

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1}{2s_2}.(\sigma_{11}.cos^2\phi + \sigma_{22}.sin^2\phi + \sigma_{12}.sin2\phi - \sigma_{33}).sin^2\psi + 1/2s_2.(\sigma_{13}.cos\phi + \sigma_{23}.sin\phi).sin2\psi + s_1.(\sigma_{11} + \sigma_{22}) + (1/2s_2 + s_1).\sigma_{33} \quad 9$$

Pour obtenir la contrainte, la méthode des sin² ψ est appliquée. Le principe de cette méthode est de considérer $\varepsilon_{\phi\psi}$ comme une fonction de sin² ψ. Avec les hypothèses suivantes, $\varepsilon_{\phi\psi}$ et sin² ψ sont linéaires:

- Les contraintes en cisaillement sont négligeables :

$$\sigma_{13} = 0 \text{ et } \sigma_{23} = 0 \quad 10$$

- La pénétration des rayons X dans l'échantillon reste faible, soit :

$$\sigma_{33} = 0 \quad 11$$

Donc nous avons :

$$\varepsilon_{\phi\psi} = 1/2s_2.\sigma_{\phi}.sin^2\psi + s_1.(\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad 12$$

Avec:

$$\sigma_{\phi} = \sigma_{11}.cos^2\phi + \sigma_{22}.sin^2\phi + \sigma_{12}sin2\phi \quad 13$$

Nous pouvons ensuite tracer la courbe $\varepsilon_{\varphi\psi}$ en fonction de $sin^2\psi$ (Figure 17), la pente de la courbe est $1/2s_2.\sigma_{\phi}$.

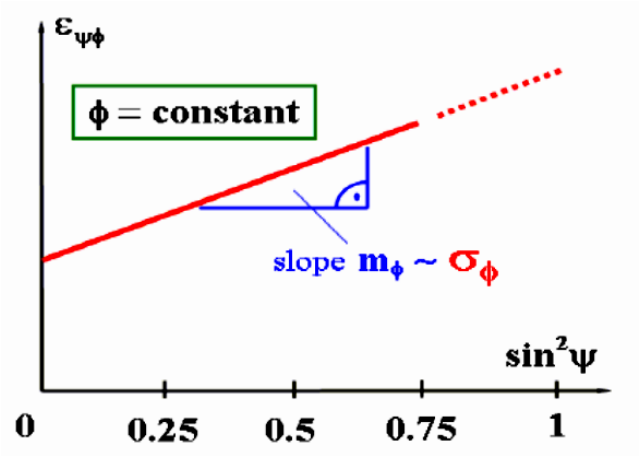


Figure 17 Courbe pour déterminer la contrainte résiduelle

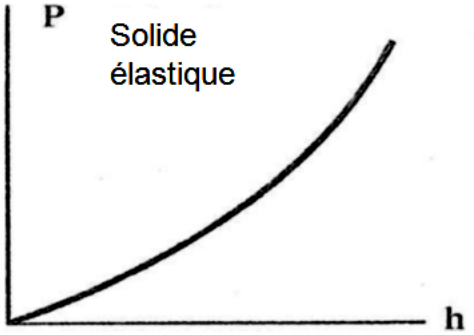
1.3 Nanoindentation sur les couches minces

1.3.1 Théorie de la nanoindentation

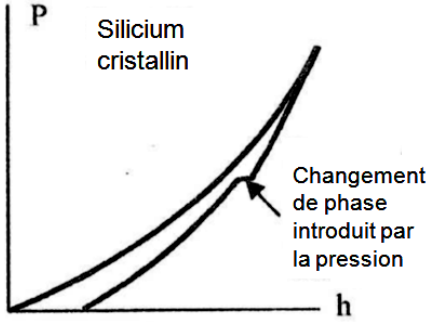
La nanoindentation est comparable à un essai de microdureté. La différence réside dans les profondeurs atteintes par les pointes qui sont de l'ordre de la centaine de nanomètres. Cette précision permet de travailler sur des échantillons de petite taille. Dans cette partie, la nanoindentation est utilisée pour caractériser les dépôts d'aluminium sur substrat. Le logiciel d'analyse enregistre la courbe de force en fonction de la profondeur. Le module réduit, une valeur très proche du module d'Young, est calculé par le logiciel à partir de la partie décharge de la courbe. D'autres propriétés qui sont intéressantes à connaitre, comme les propriétés plastiques, peuvent aussi être obtenues par le post-traitement de la courbe. La méthode inverse est souvent utilisée pour des propriétés difficiles à obtenir directement avec les essais expérimentaux. Dans cette étude, les propriétés plastiques d'une couche mince d'aluminium sont étudiées par cette méthode. Nous allons analyser la procédure de nanoindentation par la méthode des éléments finis. En faisant varier les propriétés plastiques de la couche dans le modèle numérique, la courbe d'indentation numérique approchera la courbe expérimentale. Nous obtenons les propriétés lorsque la courbe d'indentation numérique est superposable à celle obtenue expérimentalement. Pour mieux effectuer le post-traitement des résultats, nous allons maintenant aborder les aspects théoriques de la nanoindentation et les comportements de matériaux lors de l'indentation.

Cette technique consiste à faire pénétrer une pointe de géométrie connue et calibrée, l'indenteur, d'une profondeur nanométrique dans un échantillon tout en suivant l'évolution du déplacement en fonction de la charge appliquée. La Figure 18 montre six comportements de matériaux identifiables grâce aux irrégularités des courbes. Durant l'indentation, le matériau élastique n'a pas de déplacement plastique. Le silicium cristallin a un changement de phase induit par la pression d'indentation. La silice est un matériau fragile, sa structure amorphe n'a pas de changement de phase pendant l'indentation. Le saphir est fragile mais de structure monocristalline. La nucléation de dislocation homogène induit le phénomène « pop-in » (D. Lorenz, 2003). L'acier a un comportement élasto-plastique. Pour le polymère, il apparait un phénomène de fluage. La tangente de la courbe descendante à la force maximum est négative.

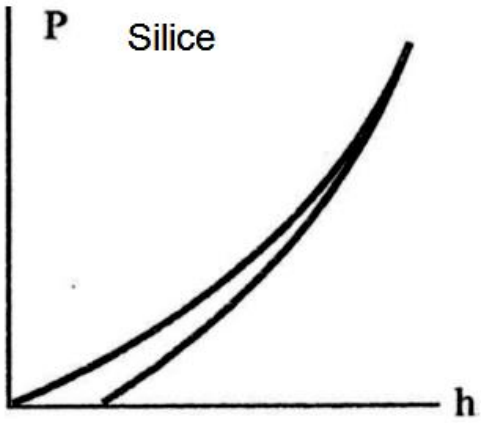
L’analyse des courbes d’indentation permet d’obtenir diverses informations telles que : la dureté, le module d’élasticité, le coefficient d’écrouissage, la ténacité (résistance à la fracture pour matériaux fragiles) et les propriétés viscoélastiques.



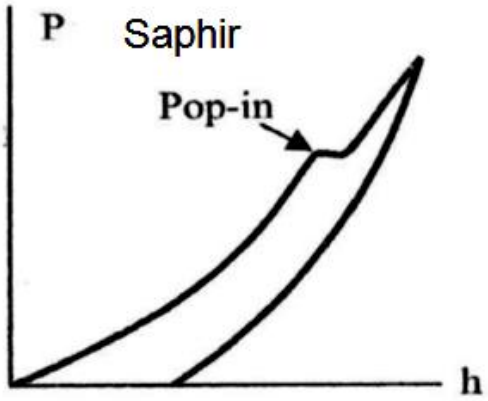
a) courbe d’indentation de solide pure élastique



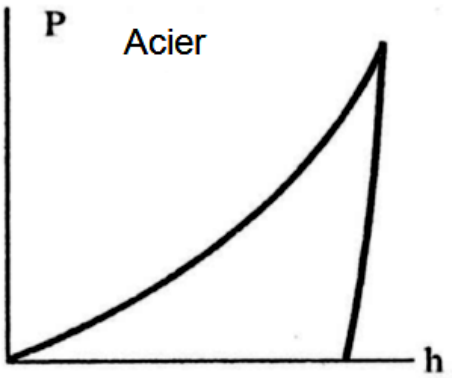
b) courbe d’indentation du silicium cristalin



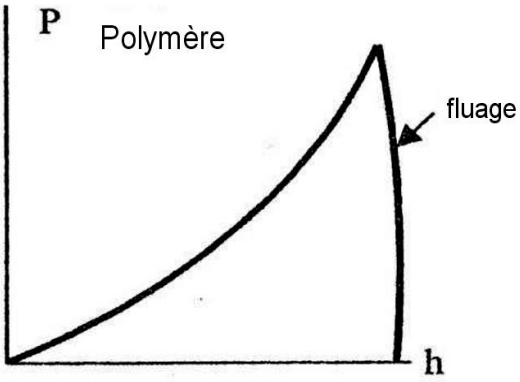
c) courbe d’indentation de la silice fondue



d) courbe d’indentation du saphir



e) courbe d’indentation de l’acier



f) courbe d’indentation d’un polymère

Figure 18 Indentation sur différents matériaux

Lorsque l'on réalise des essais de nano indentation, la taille des empreintes résiduelles est de l'ordre du micromètre, rendant impossible l'emploi d'une méthode directe de calcul d'aire de contact. Et celle-ci est un facteur important pour déduire les propriétés mécaniques e.g. la dureté (Equation 17), le module réduit (Equation 19). En connaissant la géométrie de l'indenteur, on peut remonter à la surface projetée par la profondeur en contact maximale d'indentation h_c (Figure 20). La Figure 19 montre un indenteur Berkovich et sa courbe de calibration donc l'aire de projection en fonction de la profondeur.

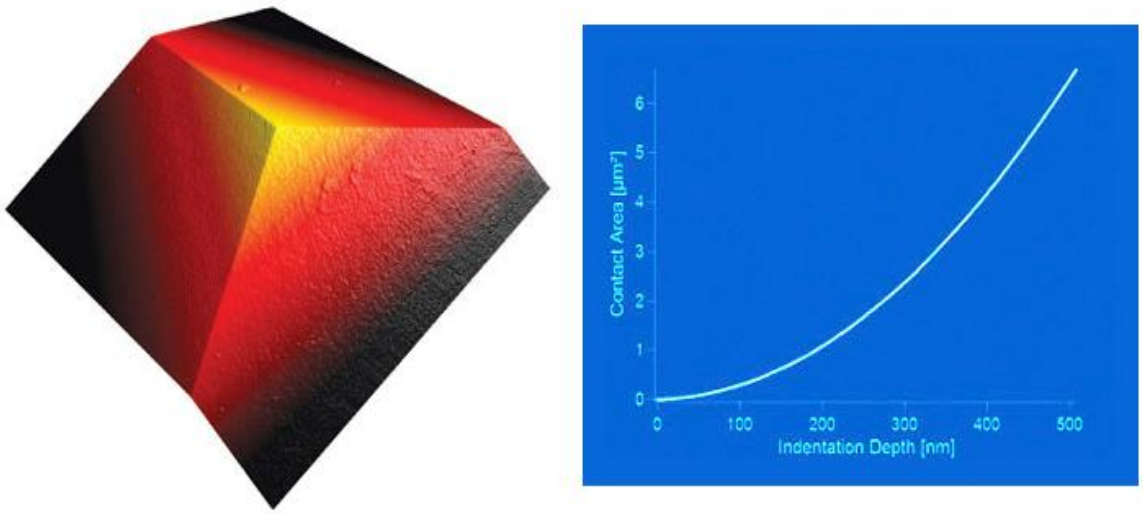


Figure 19 L'indenteur berkovich et sa courbe de l'aire de fonction

La profondeur de contact h_c peut être obtenue via le model d'Oliver & Pharr (W.C.Oliver, 1992). Ce modèle est proposé en 1992 puis revu en 2004 par les mêmes auteurs (W.C. Oliver, 2004). Ce dernier modèle propose une analyse plus rigoureuse des courbes force - pénétration et une prise en compte précise des caractéristiques géométriques du contact entre l'indenteur et le matériau (S.Roy, 2008). La Figure 20 présente la géométrie du contact vue en coupe ainsi que les dimensions utilisées dans le modèle d'Oliver et Pharr.

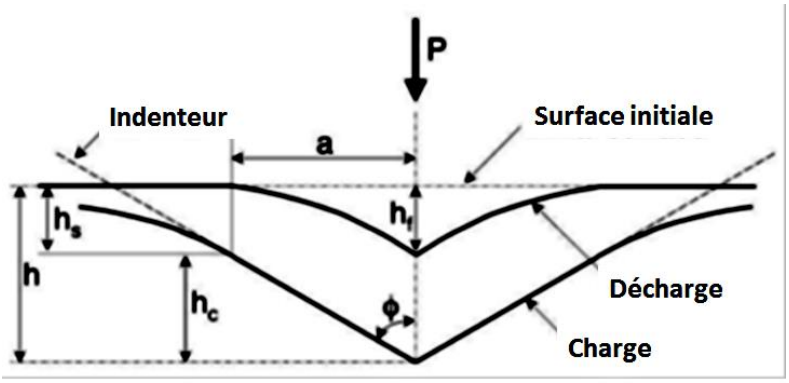


Figure 20 La géométrique du contact

Les données brutes recueillies lors de l'essai sont le déplacement h de l'indenteur en fonction de la force appliquée P. La profondeur de l'empreinte finale après décharge est notée h_f, la hauteur de contact réelle est h_c et h_s représente le déplacement vertical de la surface à la limite du contact, qui est aussi le déplacement élastique de la surface. On s'intéresse particulièrement à la hauteur de contact h_c, qui est en relation avec l'aire de contact A(h_c). Après la Figure 20, nous avons :

$$h_c = h - h_s \qquad 14$$

Dans le travail de Sneddon (Sneddon, 1965), l'indentation est effectuée avec un indenteur conique, la relation ci-dessous donne la valeur du déplacement élastique de la surface h_s:

$$h_s = \varepsilon \times \frac{P}{S} \qquad 15$$

ε est un facteur correctif. Oliver et Pharr ont travaillé sur de nombreux matériaux et ils trouvent que le facteur ε est de 0.75. Cette valeur est relative à l'indenteur sphérique. S est la raideur de contacte. Elle est égale à la dérivation de la courbe de décharge à $h = h_{max}$ (Figure 21), et la courbe de décharge peut être décrite par une loi de type puissance:

$$P = \alpha(hh_f)^{m-1} \qquad 16$$

m et α sont les constantes de lissage. Ils varient en fonction de matériaux.

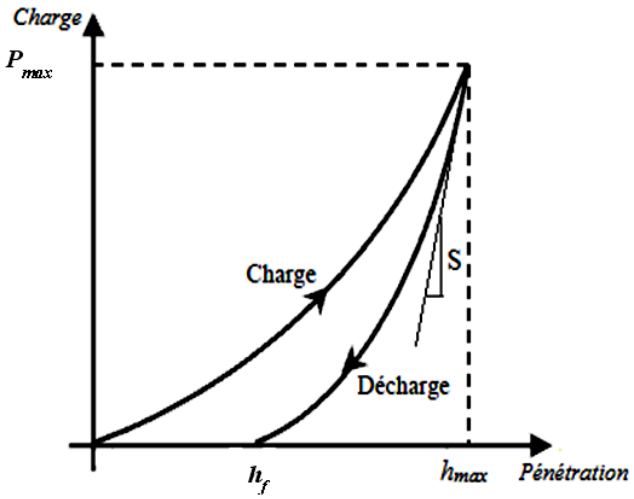


Figure 21 La représentation de la raideur de contact S

De nombreux travaux récents (P.Laval, 1995; Céline, 1998) ont, cependant, mis en évidence que le calcul de la hauteur de contact à partir de ces équations ne s'applique en réalité qu'aux matériaux homogènes de forte élasticité à cause de l'effet de 'pile up' (Tabor, 2000). La Figure 22 montre les schémas de sink in et de pile up.

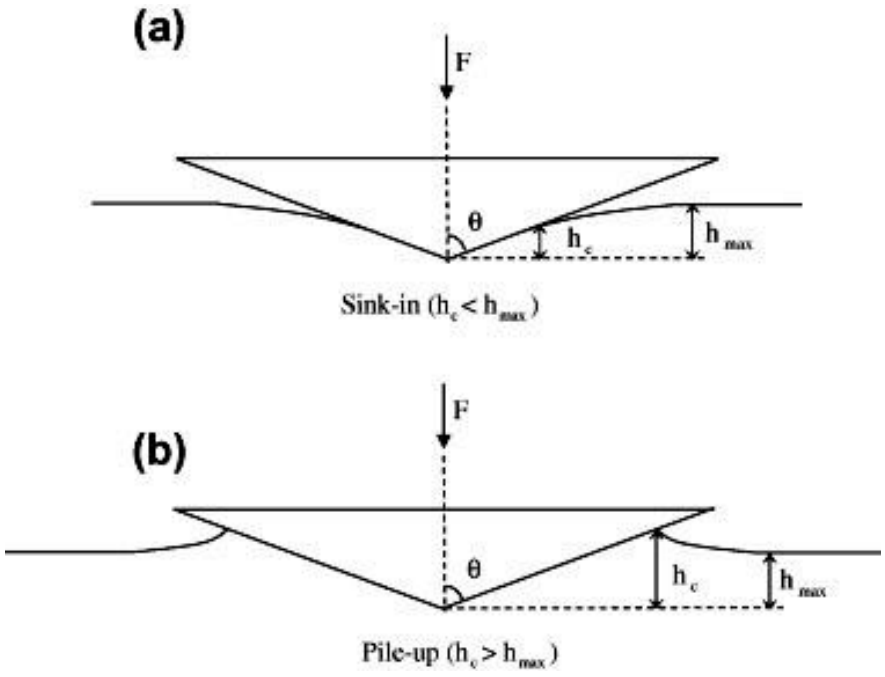


Figure 22 Le schéma de sink-in a) et de pile-up b)

L'effet 'pile up' augmente considérablement l'aire de contact.

De la profondeur de contact h_c, on en déduit la surface projectée $A(h_c)$. La dureté est calculée selon la relation traditionnelle ci-dessous :

$$H = \frac{P_{max}}{A(h_c)} \quad 17$$

Le calcul du module élastique doit tenir compte de la déformation, même minime, de la pointe en diamant durant l'indentation. Un module reduit E_r est défini comme suit (S.P.Timoshenko, 1951) :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\gamma^2}{E} + \frac{1-\gamma_i^2}{E_i} \quad 18$$

Cette expression prend en compte le module d'Young E_i et le coefficient de poisson γ_i de l'indenteur, E et γ étant les propriétés propres à l'échantillon. Le module E_r est obtenu a partir de la relation de Sneddon (Sneddon, 1965) :

$$E_r = \frac{S\sqrt{\pi}}{2\beta\sqrt{A}} \quad 19$$

β est un facteur de correction visant à tenir compte notamment du caractère non axisymétrique du contact lors de l'indentation avec des indenteurs pyramidaux de type Berkovich ou Vikers. La valeur de β reste une source de discussion, mais a généralement pour valeur 1.034 pour l'indenteur Berkovich.

Lorsque l'on indente des matériaux fragiles, des fissures peuvent s'amorcer, plus particulièrement lorsque l'on utilise un indenteur Berkovich. La longueur des fissures (*l*), ainsi que la distance de propagation (*c*) de celles-ci peuvent être utilisées pour déterminer la ténacité du matériau indenté. La **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**Figure 23 montre les fissures sur silicium monocristallin après une indentation avec un indenteur Berkovich.

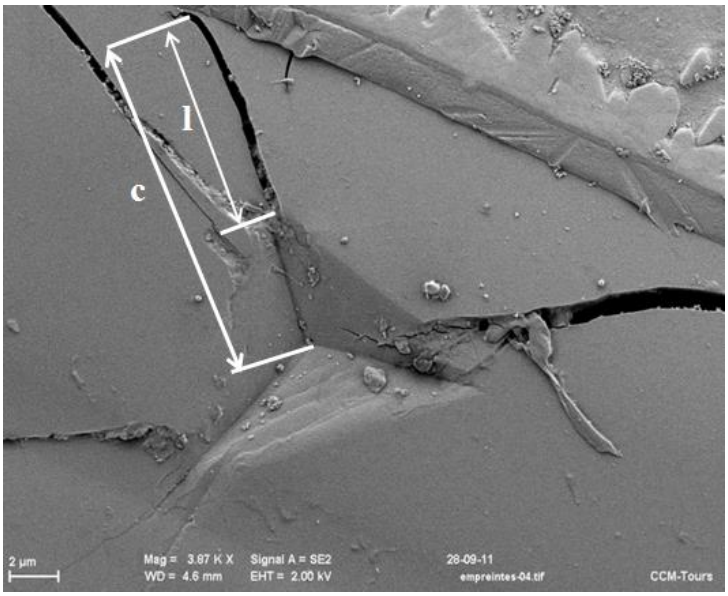


Figure 23 Les fissures sur Si après l'indentation, *l* est la longueur de fissure, *c* est la distance propagation

Pour les matériaux au comportement visco-élasto-plastique, la profondeur de pénétration en fonction de la charge n'est pas une relation linéaire. Une période de maintien (Figure 24) est nécessaire pour mesurer correctement le module réduit et la dureté.

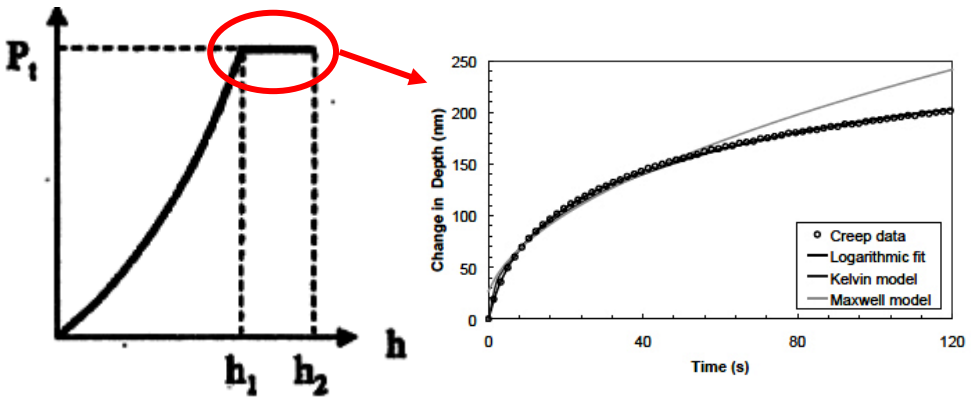


Figure 24 Le période de maintien durant l'indentation

Pendant la période de maintien, la profondeur d'indentation peut être représentée en fonction du temps. Les post traitements peuvent être effectués sur cette courbe pour extraire les propriétés de fluage. Dans le chapitre 3, l'analyse de fluage est présentée en détail. Dans ce chapitre, les essais de nano indentation sur la métallisation d'AlCu sont présentés.

1.3.2 Différents approches pour caractériser les couches minces

Les modules d'Young des couches minces sont généralement proches de ceux des éprouvettes massives. Mais la contrainte résiduelle dans les couches minces peut augmenter la limite élastique ainsi que le coefficient de durcissement (W.D.Nix, 1989; R.Venkatraman, 1990; R.P.Vinci, 1996; L. Nicola, 2006; H. D. Espinosa, 2003; Y.Xiang, 2006). La connaissance des propriétés élasto-plastiques est la première étape pour comprendre le comportement mécanique des matériaux.

Il y a des techniques qui existent pour caractériser les couches minces. Par exemple le micro-tensil tester qui réalise la traction à micro déplacement ; le bulge test qui caractérise le film par sa réponse en déplacement durant une application de pression ; (H. D. Espinosa, 2003; Y. Xiang, 2005; J.J.Vkassak, 2011; Y.Xiqng & Chen, 2001; H.B.Huang, 2000; M.A. Haque, 1989). La micro-beam déflexion technique qui est similaire au bending test sur micro poudre (S.P.Baker, 1994; S.P.Baker a, 1994; T. P. Weihs, 1988). Ces techniques demandent une fabrication de l'échantillon spécifique rendant les expériences couteuses.

Parmi ces techniques, la nanoindentation est la méthode la mieux adaptée pour caractériser les couches minces (M.F.Doerner, 1988; W.C.Oliver, 1992; T.Y.Tsui J. W., 1999; T.Y.Tsui J. , 1999; X.Chen, 2006; Y.T.Cheng C. , 2004). Dans le travail de Suresh (S.Suresh, 1999), les courbes d'indentation sur différentes épaisseurs de cuivre et cuivre massif sont comparées. Les cuivres utilisés sont des poly cristallins. Il a été montré que la résistance à la déformation élasto-plastique change en fonction de l'épaisseur de l'échantillon. Plus la couche est fine, plus la résistance est forte. De même pour le durcissement, plus l'épaisseur est faible, plus l'effet de durcissement est important. Il a aussi constaté l'existence d'écarts de déplacement durant le chargement. Les forces pour atteindre ces écarts ne varient pas en fonction de l'épaisseur des échantillons. Ces écarts indiquent l'effet de dislocation des atomes. Cet effet est aussi observé sur l'or monocristallin (S.G.Corcoran, 1997) et sur l'aluminium poly cristallin et l'aluminium monocristallin (A.Gouldstone, 2000). Cao (Y.F.Cao, 2006) a aussi constaté un déplacement durant l'indentation sur l'argent.

Ce phénomène de dislocation apparait uniquement quand l'indentation est réalisée avec une pointe Berkovich. En effet le rayon de pointe est suffisamment petit pour faire

apparaitre le mouvement singularisé d'atome ou un plan cristallin. Au contraire, l'indenteur sphérique a une surface de contact plus importante que l'indenteur Berkovich. Lors de l'indentation, il évoque une pénétration plus faible par rapport à l'indenteur Berkovich. Grâce à la faible pénétration, il est souvent sélectionné pour la caractérisation de couche mince.

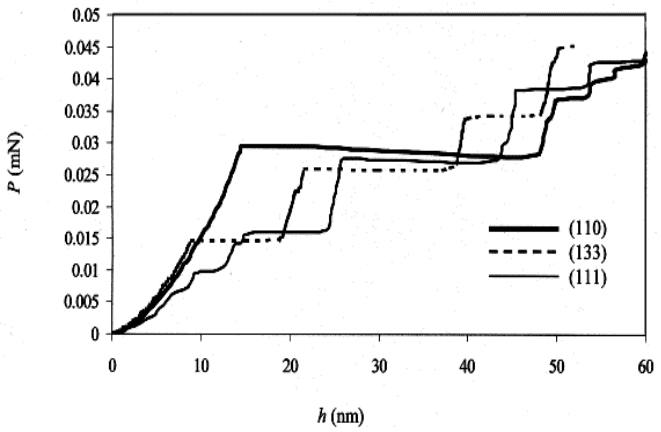
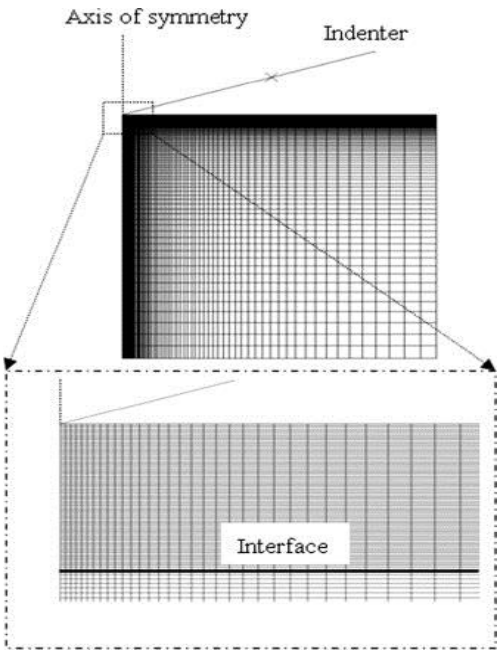
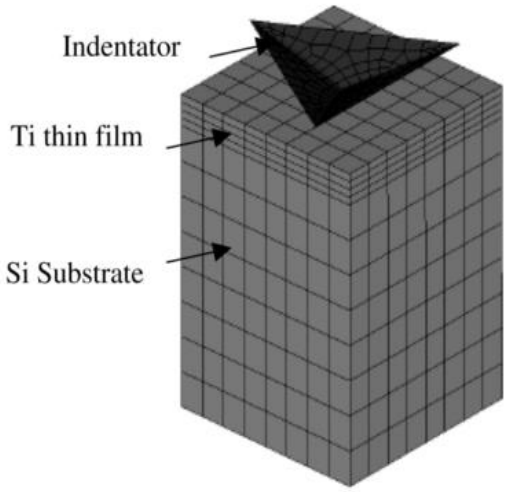


Figure 25 Courbes de nanoindentation sur les dépôts d'Al mono cristallin (A.Gouldstone, 2000)

1.4 Modélisation numérique d'un essai de nano indentation

Pour déterminer certaines propriétés du matériau, la méthode inverse est souvent appliquée. Zhao et al. (M.Zhao, 2008) ont établi des équations entre les propriétés du film et leurs comportements durant l'indentation. Les équations sont établies via la différence de l'effet du substrat. Sur ces équations, un algorithme d'analyse est proposé pour effectuer le calcul inverse. A part le modèle analytique pour effectuer des calculs inverses, le modèle numérique est souvent utilisé. Wang et al. (J.S.Wang, 2010) ont combiné la nanoindentation et un modèle numérique axisymétrique pour extraire les modules élastiques du film déposé. Shan et al. (Z.Shan, 2003) ont construit un modèle de nanoindentation en 3D avec l'indenteur Berkovich. Dans leur travail, la limite élastique et le coefficient de durcissement sont estimés. Leur modèle tient compte des contraintes résiduelles dans la couche déposée. Les contraintes résiduelles sont calculées par la méthode de courbure, mais ils n'ont pas précisés la façon dont ils l'ont introduit dans leur modèle.





a)Modèle numérique axe symétrique (J.S.Wang, 2010)

b) Modèle numérique en 3D (Z.H.Shan, 2003)

Figure 26 Modèles numériques de nanoindentation

2 Caractérisation de la couche mince

2.1 Procédure expérimentale

2.1.1 Etude de la surface

L'échantillon étudié est une couche d'aluminium. Le dépôt est réalisé à température ambiante par « sputtering » qui est une méthode PVD. Le substrat est un silicium monocristallin. Sa direction cristalline est [100]. L'épaisseur du dépôt est de 1.5µm. Une étude de surface est effectuée pour vérifier l'état topographique. Cinq zones (Figure 27) sont observées à l'aide du profilomètre 3D WYKO NT1100VEECO.

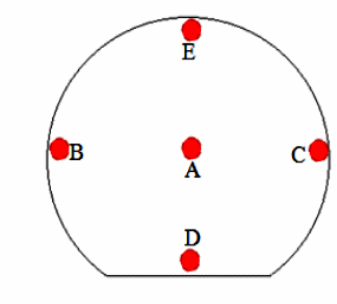


Figure 27 Zones Etudiées sur un dépôt d'Al de 6 pouces

En appliquant la technologie de l'interférométrie à lumière blanche, le profilomètre 3D réalise des mesures de rugosité sans contact avec la surface mesurée. L'utilisation du profilomètre est appréciée car cette méthode n'altère pas la surface étudiée. Les zones observées sont sous forme de rond de rayon 2mm. La taille de zone observée est conforme la norme ISO 4288, ASME B46.1.

R_z est un paramètre représentant la distance moyenne entre cinq pics et cinq vallées consécutives, et R_a est le paramètre représentant l'écart moyen arithmétique du profil. Ces paramètres sont retenus comme paramètres d'analyse, (Figure 28).

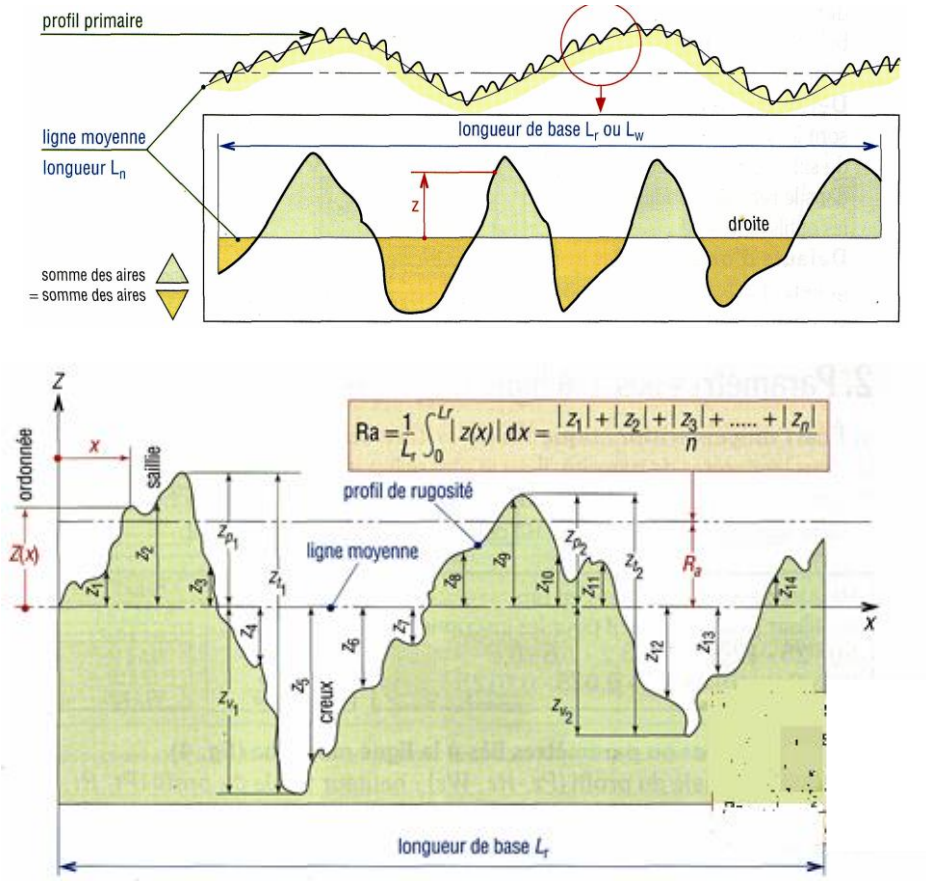


Figure 28 Définition des paramètres de rugosité (B.Bhushan, 2002)

2.1.2 Etude de la structure cristalline

Comme présenté dans le chapitre précédant, la diffraction des rayons X est une méthode performante pour analyser la structure cristalline des matériaux. A l'aide d'un modèle analytique, la déformation au plan cristallin choisi et la contrainte peuvent être déduites.

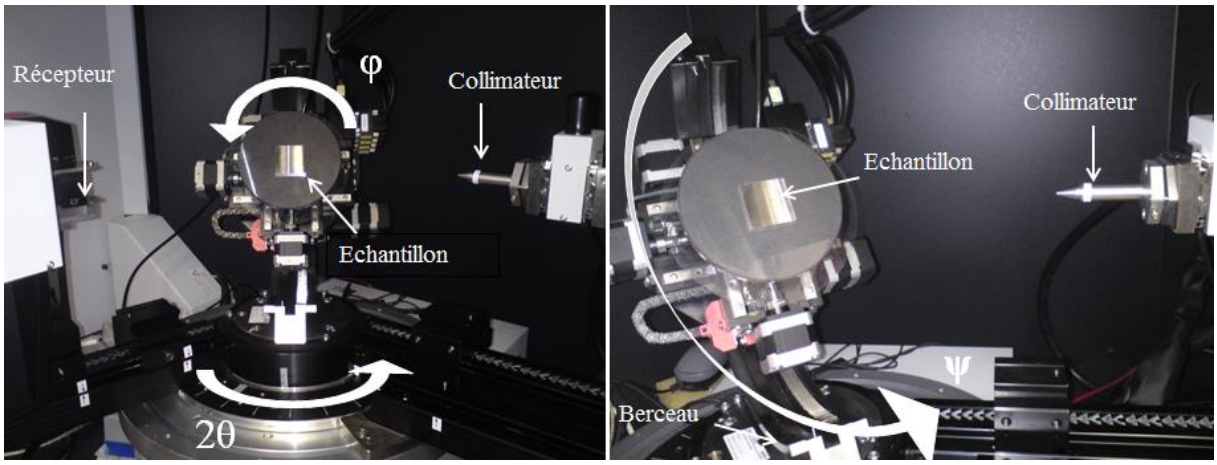


Figure 29 Diffraction par rayon X machine Bruker

L'objectif de cette analyse est de comparer les déformations normales au plan cristallin choisi dans différentes zones afin de montrer que la contrainte est différente selon les zones. Les zones d'analyse choisies sont éloignées d'une à l'autre. Une est située au centre : la zone A et l'autre est située au bord : la zone E du wafer (Figure 27). En fixant ψ et ϕ à 0, un balayage en fonction de 2θ est effectué. θ est l'angle de diffraction. La plage de balayage s'étend 20 à 130°. La vitesse de balayage est fixée à 0.02°/s. Les rayons X émanent d'une source de cuivre : Cukα. Le longueur d'onde est 1.5418Å. Le résultat du balayage est représenté par l'évolution d'intensité du rayonnement X diffracté en fonction de 2θ.

2.1.3 Essai de Nanoindentation

Pour évaluer l'effet de changement de la structure cristalline sur les propriétés mécaniques en fonction de la position sur wafer, des essais de nanoindentation sont effectués sur le centre du wafer: la zone A et une zone au bord du wafer : la zone E. En considérant la faible épaisseur de la couche à étudier, l'indenteur sphérique avec un rayon de 10μm a été choisi.

L'effet de substrat peut influencer les valeurs mesurées. Cet effet peut être négligé sous la condition suivante : le substrat est au moins 10 fois plus dur que le film déposé, la profondeur d'indentation inférieure à 10-20% de l'épaisseur de la couche à caractériser. Il faut aussi faire attention à l'état de surface à indenter. Quand la rugosité de la surface est du même

ordre de grandeur que la profondeur d'indentation, les résultats sont alors fortement affectés (Y.L.Wang, 2002; T.Y.Zhang, 2004; W.M.Chen, 2007). Dans notre cas, pour éviter l'effet du substrat, la profondeur d'indentation ne peut pas dépasser 200nm.

Après les essais préliminaires, la charge maximum est fixée à 9mN. Une période de maintien de 30 secondes est programmée à la force maximum pour atteindre la stabilisation du matériau. Le comportement en fluage peut être observé lors de la période de maintien. Dans le chapitre 3, la méthode d'analyse du fluage est détaillée. Elle est appliquée sur l'étude des propriétés du fluage du joint de connexion. Ici les courbes d'indentation durant la période de maintien sur les zones A et E sont comparées.

2.2 Modélisation numérique de l'essai de nanoindentation

L'analyse par éléments finis est une méthode qui permet d'obtenir les champs mécaniques au sein d'un solide ou d'un système. De nombreux logiciels existent pour effectuer le calcul par la méthode des éléments finis. Parmi les logiciels existants, certains sont généralistes : Ansys, Abaqus, Nastran ,Samcef. D'autres sont spécialisés, dédiés, Forge pour le forgeage, Radioss pour le crash, Fluent pour la mécanique des fluides.

Dans le travail présent, Abaqus est utilisé. La simulation numérique comprend trois étapes. La première est le « pre-processing ». Elle comprend les spécifications du modèle, les lois de comportement, le maillage pour la discrétisation spatiale et la définition des conditions aux limites. La deuxième étape est le calcul qui consiste à résoudre les équations de la mécanique en tenant compte du « préprocessing ». La troisième étape est le « post processing ». Cette étape consiste à exploiter les résultats du calcul pour relever différentes grandeurs telles que les déplacements, les contraintes, etc...

Dans cette partie, nous proposons d'estimer les propriétés plastiques du film, via les calculs numériques, qui sont difficiles à obtenir expérimentalement. Pour ce faire, une méthode inverse est mise en œuvre. Dans cette section, la modélisation numérique de l'essai de nanoindentation est présentée.

2.2.1 Propriétés des matériaux

La déformation du matériau, lors d'une indentation, peut être caractérisée dans le régime quasi-statique (A.Dragon, 2000). Il est important de savoir sous quel régime la simulation est menée, car les matériaux se comportent différemment sous différents régimes de sollicitation. Le matériau concerné dans cette étude est une couche d'Aluminium déposée par PVD sur un substrat de silicium.

Le substrat

Le silicium est mono cristallin, et son comportement est purement élastique durant l'indentation. Son module de Young mesuré par la nanoindentation est de 130GPa.

Le film (La couche mince)

Le film d'aluminium a un comportement élasto-plastique. Pour simplifier le problème, une loi élasto-plastique bilinéaire à écrouissage isotrope est choisie. Cette loi est définie par trois paramètres : le module d'Young ; la limite élastique et le module tangent caractérisant la partie plastique. Le module de Young est mesuré par nanoindentation, la valeur est de l'ordre de 80GPa. Le module d'Young d'aluminium diminue en fonction de la température. Il arrive à 5GPa quand la température atteint 300°C (Kaufman, 1999). La limite élastique σ_e retenue ici est la limite élastique d'aluminium qui est 31 MPa à température ambiante (Figure 30), valeur tirée du travail de Kuo (C.M.Kuo, 2005). Cette valeur est choisie pour effectuer le premier calcul dans la simulation de l'essai de nanoindentation. La limite élastique de l'aluminium varie aussi en fonction de la température, elle est 11MPa sous 300°C (Kaufman, 1999).

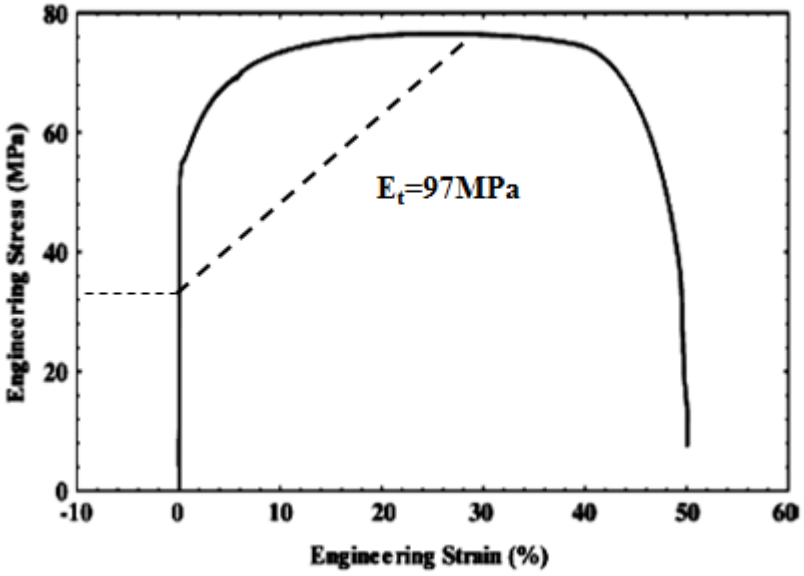


Figure 30 Courbe de traction de l'Al pur (C.M.Kuo, 2005)

Le module tangent pour le premier calcul est choisi égal à 97MPa. Selon (Z.H.Shan, 2003) la limite élastique et le coefficient d'écrouissage du dépôt sont plus élevés que la limite élastique et le coefficient d'écrouissage d'éprouvette massive. Donc pour chaque calcul on incrémente la limite élastique et le module tangent de 8% jusqu'à ce que la courbe numérique soit proche de la courbe expérimentale.

L'indenteur

L'indenteur est en diamant, il est beaucoup plus rigide que le film à indenter. Dans l'objectif d'économiser du temps de calcul, nous avons modélisé l'indenteur par des éléments discrets rigides. Son module d'Young et le coefficient de Poisson sont nécessaires pour la définition de ses propriétés. Les valeurs sont : 1140GPa pour le module d'Young et 0.07 pour le coefficient de Poisson.

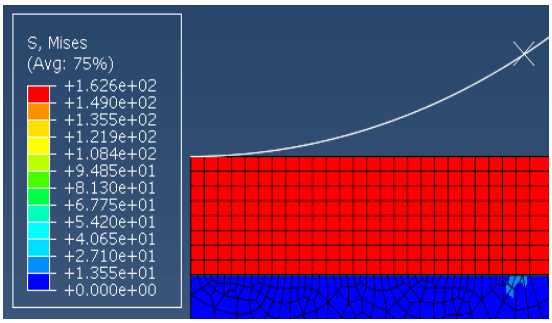
2.2.2 Les contacts, les conditions aux limites et le maillage

Un essai de nanoindentation sur le dépôt d'aluminium avec un indenteur sphérique de rayon de 10µm est modélisé en 2D sous l'hypothèse axisymétrique. L'axe de symétrie est Oz.

Le contact entre l'indenteur et le film est supposé sans frottement. En effet, le coefficient de frottement n'a pas d'effet sur la simulation (F. P. Bowden, 2001; Y.T.Cheng C. , 2004; J.L. Bucaille, 2003). La contrainte résiduelle générée lors du dépôt est de nature compressive. Cette compression est appliquée sur le film modélisé, c'est une condition initiale.

Selon les analyses de structure cristalline (section 3.2), il est possible que la contrainte n'apparaisse pas de façon homogène dans le film. En condition idéale, la contrainte appliquée dans le modèle aurait dû être mesurée par la diffraction par rayon X diffraction à l'endroit où l'on effectue l'indentation. Dans cette étude, les contraintes dans la couche n'ont pas pu être mesurées par diffraction des rayons X. C'est pourquoi nous effectuons ici une étape de simulation thermomécanique dans le but d'obtenir les champs de contraintes et de déformations générées lors du dépôt. Dans cette simulation, la température du film et du substrat est égale à 300°C. Celle-ci correspond à la température de déposition. Puis ils se refroidissent jusqu'à la température ambiante. La déformation et la contrainte générées par de l'effet thermique dans le film obtenue sont affichées dans la Figure 31**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**.

Erreur ! Source du renvoi introuvable.



a) Déformation plastique équivalente b) Contrainte Von Mises

Figure 31 La déformation plastique et de la contrainte dans le film générées lors du dépôt

La déformation plastique varie en fonction de la profondeur mais la contrainte reste constante. La contrainte de Von Mises dans le film est 162MPa. Ceci est dans le même ordre de grandeur que la contrainte calculée par la méthode de calcul de courbure, selon la formule

Stoney (Equation 1), qui est 135MPa. Les valeurs nécessaires pour calculer la contrainte moyenne dans la couche σ_f sont listées dans le Tableau 1:

E_s	t_s	γ_s	t_f	r	r_0
130 GPa	500µm	0.28	1.5µm	24m	68m

Tableau 1 Les valeurs nécessaires pour calculer la contrainte résiduelle par la méthode courbure

Le champ de contrainte obtenu est introduit dans le modèle numérique d'essai de nanoindentation via l'option 'predefined field'. Les limites de déplacements sur les directions x et z sont ajoutées sur l'indenteur. L'indenteur appuie sur le film avec une charge linéaire en fonction du pas du temps de calcul. L'amplitude de la force est affichée dans la Figure 32.

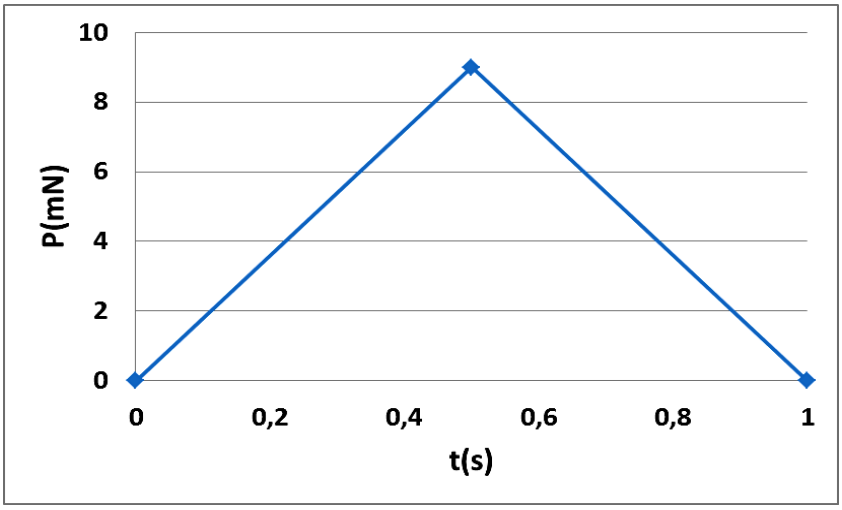


Figure 32 Charge en fonction du pas de temps de calcul

Le maillage sur le film est raffiné dans la zone de contact (Figure 33**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**). La taille des éléments dans la zone raffinée est de 0.246μ m. L'option de grande déformation est sélectionnée car la déformation plastique maximum calculée arrive à plus que 10%.

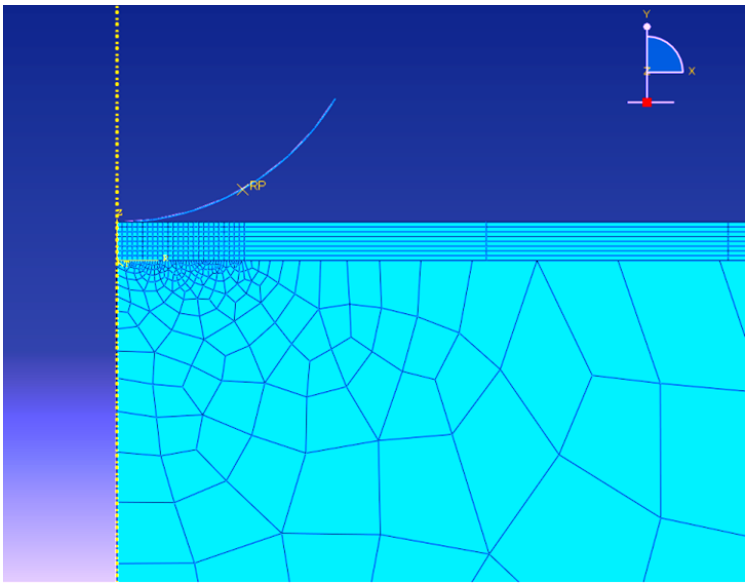
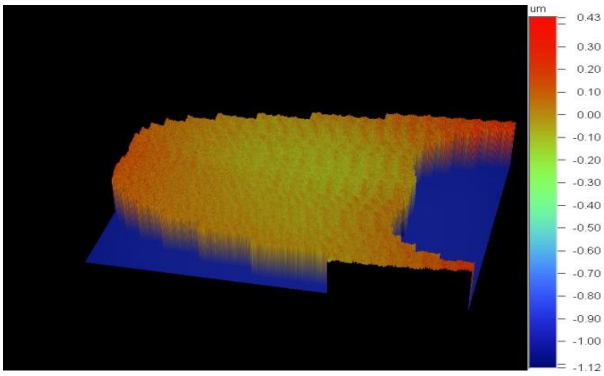


Figure 33 Les maillages du modèle numérique

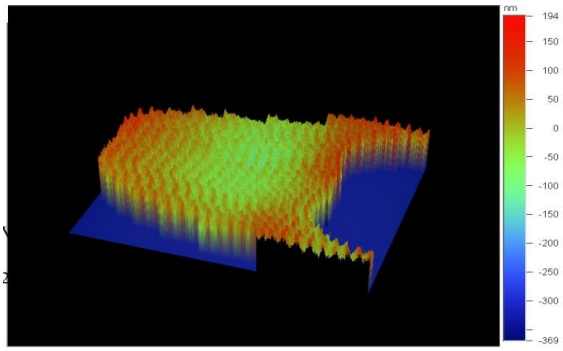
3 Résultats et discussion

3.1 Etude de surface par profilomètre

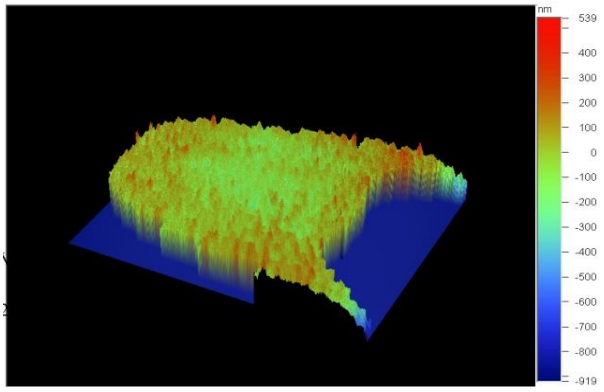
Les états de surface des zones A-E sont affichés dans la Figure 34:



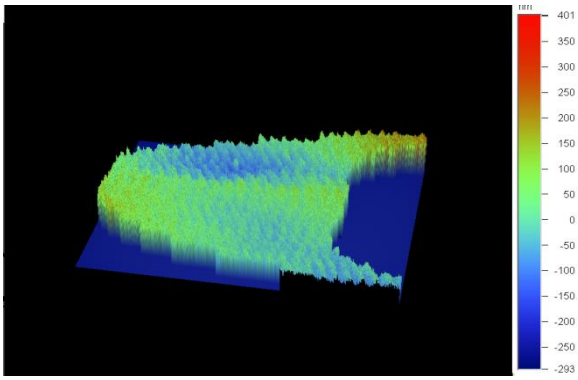
a) Etat de surface Zone A



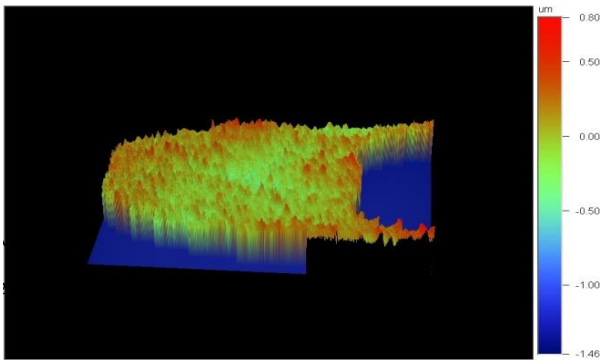
b) Etat de surface Zone B



c) Etat de surface Zone C



d) Etat de surface Zone D



e) Etat de surface Zone E

Figure 34 Etats de surface des zones A-E observés par profilometre

Nous avons observé une variation de l'état de surface selon la position sur le wafer. Cette variation est aléatoire. Les résultats de rugosité sont listés dans le Tableau 2. La zone E a le plus grand R_a et la zone B a la plus faible R_a.

	Zone A	Zone B	Zone C	Zone D	Zone E	Moyen
Ra (nm)	46.73	38.68	63.81	44.94	124.52	63.736
Rz (nm)	821.45	388.58	1340	545.08	1640	947.022

Tableau 2 Les rugosités des zones A-E

La rugosité n'est pas homogène sur la plaquette. La différence de rugosité est causée par la microstructure anisotrope. Une morphologie dense produit une petite rugosité et la formation de petits grains engendre une grande rugosité (C.L.Tien, 2010). La rugosité de la zone E est deux fois plus élevée que la rugosité moyenne des cinq zones. La taille des grains peut être plus grande dans cette zone. Au contraire, la zone B a une plus petite rugosité, ce qui signifie une morphologie dense dans cette zone (à vérifier). A part la rugosité, la contrainte résiduelle est aussi étudiée par Tiens (C.L.Tien, 2010). Il trouve que l'influence de l'angle de dépôt sur la contrainte résiduelle est importante. Koch et al. (R. Koch, 2005) ont trouvé la corrélation entre la contrainte résiduelle et la taille des grains. Ils ont contrôlé la vitesse de croissance du film et la température de déposition lors de la procédure. Sous cette condition, il n'y a que la taille de grains qui est différente. Ils ont trouvé que plus la taille de grain est petite, plus le film est sous compression. Selon l'étude de Shen (Y.L.Shen, 1996), la dispersion de contrainte n'est pas homogène sur le dépôt c'est le résultat d'hétérogénéité de structure cristalline. Dans notre étude, la disparition hétérogène de structure cristalline sur la plaquette est confirmée par une étude de diffraction rayon X.

3.2 Analyse par la diffraction des rayons X

La maille cristalline de l'aluminium est à face cubique centrée (Figure 35). Le constant lattice a pour valeur 4.0494Å.

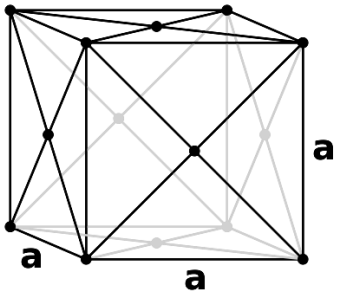


Figure 35 Réseau de Bravais de Al cubique à face centré

Durant le balayage, quand une direction de plan cristallin est détectée, un pic apparait, ce pic est nommé pic de Bragg. Les mesures sont effectuées sur les zones A et E, les spectres des deux zones montrent 8 directions de plans cristallins. Les directions sont listées dans le Tableau 3.

2θ	38.473	44.74	65.135	78.229	82.438	99.081	112.045	116.573
Direction	[111]	[200]	[220]	[311]	[222]	[400]	[331]	[420]

Tableau 3 Les directions des cristallines observées lors des diffractions rayon X

La superposition des spectres des deux zones A et E (Figure 36) montre que la zone E a les pics de Bragg décalés à gauche par rapport à la position de référence (plan non déformé) ce qui signifie que la distance interréticulaire est plus grande que celle à l'état initial. Mais pour la zone A, après le dépôt, les déformations sont faibles selon la direction $\psi = 0°$ et $\phi = 0°$. Le décalage des pics de la zone A et E prouve que les structures cristallines des zones A et E sont différentes.

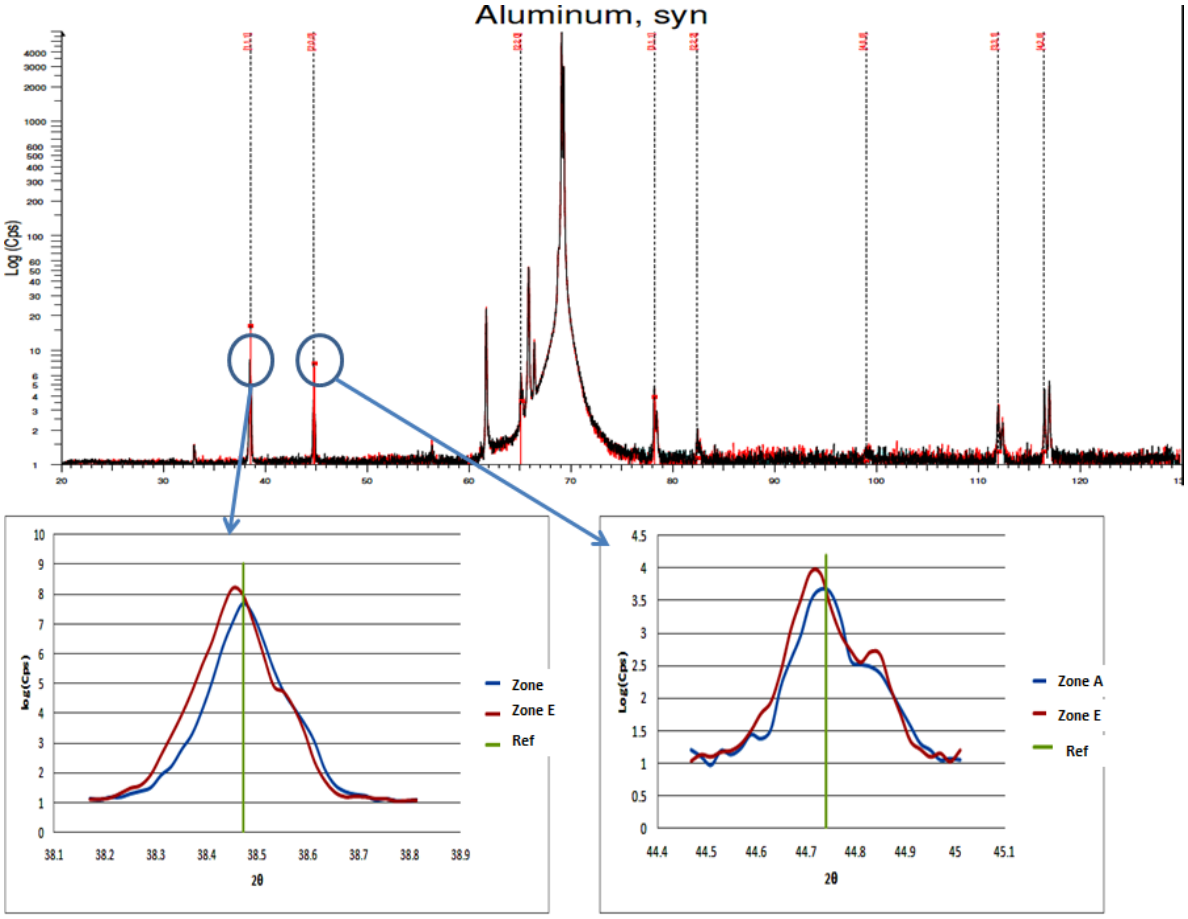


Figure 36 Spectres de zone A et zone E superposés

Pour calculer la contrainte dans les deux zones (i.e. obtenir la pente en traçant la droite $\varepsilon_{\psi\phi}$-sin ψ^2), au moins deux diffractions avec différents angles ψ sur chaque zone sont nécessaires. La qualité du pic fait défaut pour les autres valeurs de ψ. Les doubles pics nuisent pour le calcul $\varepsilon_{\psi\phi}$. L'analyse de décalage d'angle de diffraction θ à $\psi = 0$, Φ=0 peut déjà montrer une différence de structure cristalline entre les deux zones. La déformation du plan cristallin sur la direction$\psi = 0$, Φ= 0 de la zone E est la plus importante.

3.3 Nanoindentation sur couche mince

Les résultats de nano indentation sur la zone A (au centre de la plaquette) et sur la zone E (au bord de plaquette) sont affichés dans la Figure 37.

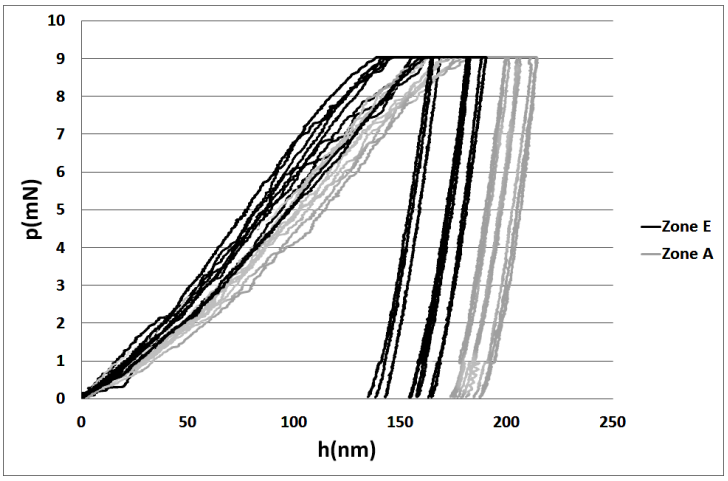


Figure 37 Les courbes de nanoindentation sur zone A (centre) et zone E (bord)

Sous le même chargement, la zone A (au centre de plaquette) a plus de déplacement plastique que la zone E (au bord de plaquette). En combinant la loi d'écrouissage, nous pouvons conclure que la limite élastique et/ou les coefficients d'écrouissage de ces deux zones sont différents.

$$\sigma = \sigma_e + K\varepsilon^n \qquad 20$$

$\sigma_e$est la limite élastique, K est le coefficient de durcissement et n est la puissance d'écrouissage.

La période de maintien est représentée par l'évolution de profondeur de pénétration en fonction du temps. Le matériau s'écoule durant la période de maintien. La résistance au fluage est représentée par la profondeur de pénétration durant ce temps. Moins la profondeur est importante plus le matériau résiste au fluage. Les courbes déplacement-temps de la zone A (centre) sont au-dessus de la zone E (bord) donc nous concluons que la zone E a une plus grande résistance au fluage que la zone A (Figure 38).

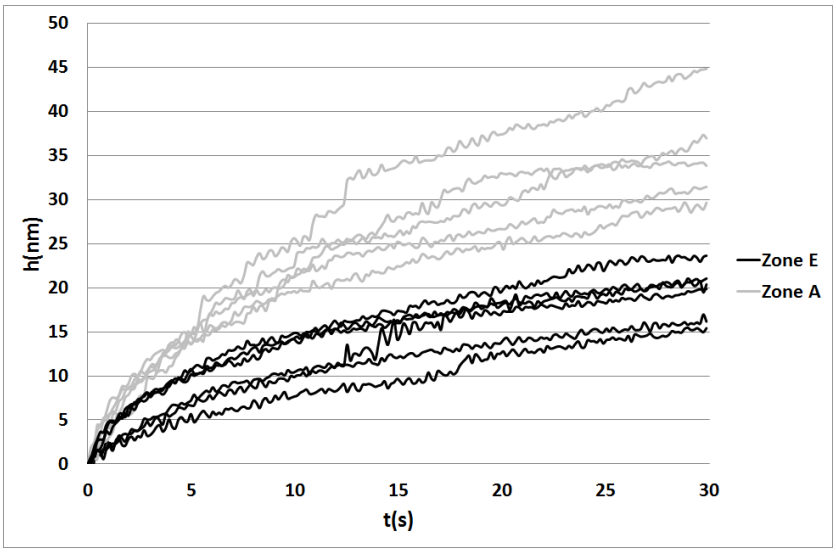


Figure 38 Courbe h-t de Zone A (centre) et E (bord)

Les propriétés plastiques et de fluage sont différentes en fonction de la position sur le wafer. Les causes de ces différences peuvent être les suivantes :

- Les directions cristallines entre les zones d'indentations peuvent être différentes. Le film d'aluminium est poly cristallin, les grains peuvent avoir différentes directions (celui-ci n'est pas vérifié dans ce travail).
- Les déformations entre les plans cristallins sont différentes, ce qui provoque différentes contraintes résiduelles entre les deux zones. La nature des contraintes influence significativement les propriétés mécaniques des couches minces. La différence des contraintes peut être évaluée par la diffraction des rayons x avec différents angles ψ sur les deux zones. Dans notre étude, nous n'obtenons que la déformation du plan cristallin sur la direction$\psi = 0$, $\Phi = 0$. $\varepsilon_{\Psi=0,\Phi=0}$dans la zone E est plus importante que celle de la zone A.

3.4 Simulation numérique

A l'aide du modèle numérique on obtient finalement la force de réaction du substrat et le déplacement de l'indenteur. Ensuit la courbe d'indentation numérique (force en fonction du déplacement) peut être tracée.

La courbe numérique optimale, superposable sur la courbe expérimentale, est affichée dans la Figure 39. Le déplacement résiduel à la fin de la simulation est de 136nm, celui-ci est presque égal à celui de la courbe réel. Une grande déformation plastique équivalente est atteinte durant l'essai, la valeur maximale arrive à 13%.

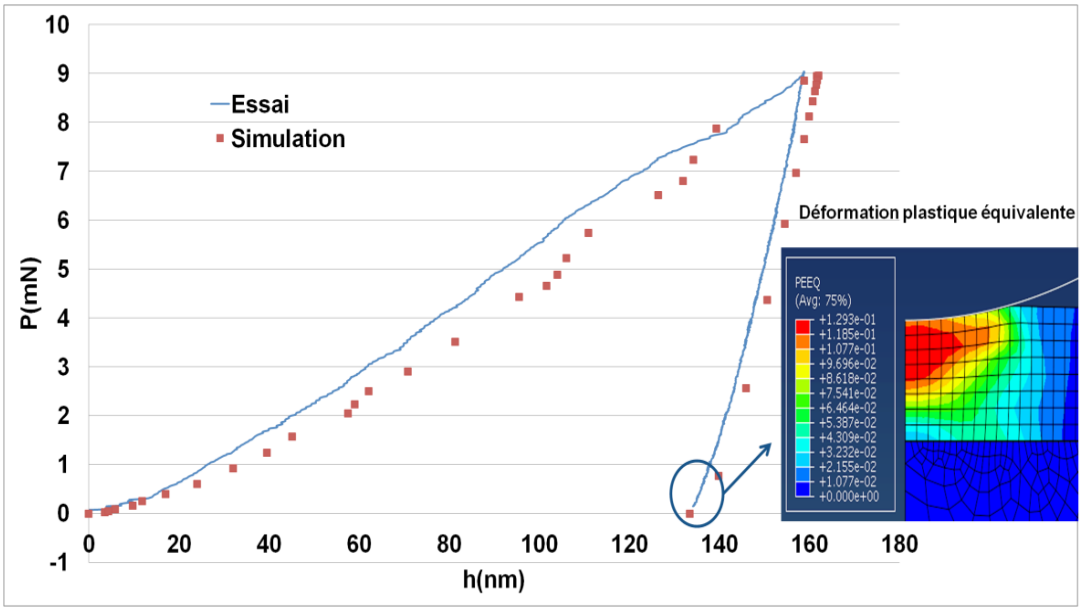


Figure 39 Comparaison simulation-expérience

La courbe élasto-plastique bilinéaire du film est montrée sur la Figure 40. La limite élastique est de 150MPa et le module tangent est de 5.5GPa. Ces valeurs sont beaucoup plus élevées que ceux d'aluminium massif soient de 54.8MPa et de 97MPa pour la limite élastique et le module tangent respectivement. La couche mince a une limite élastique et un module d'écrouissage (Et) plus grand que l'éprouvette massive.

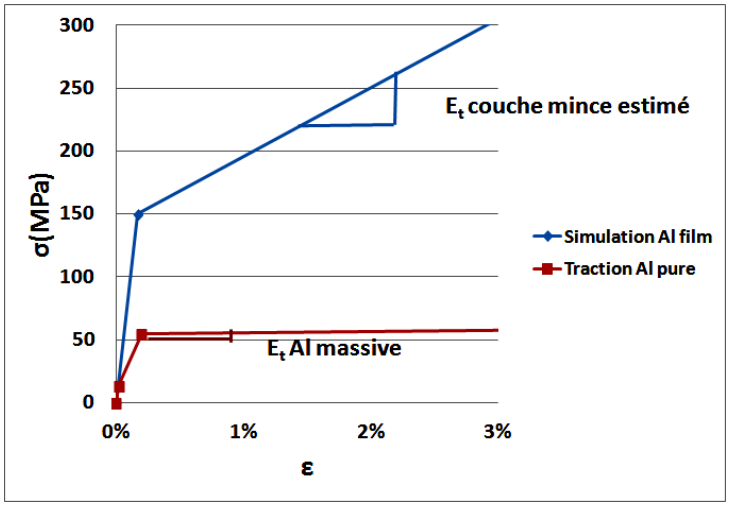


Figure 40 Les courbe σ-ε du film Al et d'éprouvette massive

La courbe de σ - ε obtenue numériquement (Simulation Al film) ne peut pas représenter les propriétés du film mesuré car la contrainte résiduelle entrée dans le modèle comme condition initiale ne reflète pas totalement la réalité (distribution de contrainte hétérogène). La contrainte résiduelle locale est nécessaire pour déterminer les propriétés du film via le calcul numérique et obtenir un résultat plus précis. Néanmoins, cette première approche fournit des valeurs moyennes des comportements élasto-plastique de la couche mince d'Al.

4 Conclusion

Dans cette partie, le dépôt d'aluminium par PVD est étudié. L'état de surface, la structure cristalline, varient en fonction de la position de l'échantillon sur le wafer. De cette observation, nous pouvons conclure que la microstructure du film est hétérogène. Cette hétérogénéité peut causer une répartition hétérogène de la contrainte résiduelle générée lors du dépôt et causer une hétérogénéité des propriétés mécaniques donc de la résistance à la déformation plastique (dureté), la résistance au fluage, la limite élastique et le module d'écrouissage (dans le cas les propriétés sont considérés comme isotropiques).

Les propriétés mécaniques du film ne sont pas homogènes sur le wafer, ces différences peuvent influencer l'homogénéité de la résistance à la fatigue du film en fonction de position sur wafer. La resistance à la fatigue est estimée à l'aide de différents tests de fiabilité tels que : les essais de drop, bending ou même de cyclage thermique. Les différences de propriétés mécaniques du film sur le wafer peuvent expliquer les différents modes de défaillance lors des tests de fiabilité.

Avec une contrainte résiduelle plus précise, le modèle numérique établi peut être utilisé obtenir les propriétés mécaniques du couche mince.

Chapitre II Caractérisation du matériau d’encapsulation-Résine chargée

1 Bibliographie

Si la puce semi-conductrice constitue le cœur d'un composant actif de puissance, celle-ci ne peut fonctionner indépendamment de son boitier ou, dans un sens plus large, de son packaging. L'encapsulation est un des composants de packaging. Il prend le rôle de protection contre l'humidité et la poussière. Le matériau d'encapsulation doit supporter les températures élevées de la puce, être chimiquement compatible avec la puce, avoir une tenue diélectrique élevée, ne pas absorber l'humidité et transmettre le minimum de contraintes mécaniques à la puce et aux composants autours. La résine époxy est souvent utilisée en tant que matériau d'encapsulation.

1.1 Constituants existants des résines époxy

Dans le cas de la structure 3Dice, les constituants de la résine d'encapsulation sont inconnus. Afin de mieux appréhender la résine, une synthèse des constituants générale est présentée ici :

- Un ou plusieurs pré-polymère(s) époxyde(s): ces monomères sont la base de toute la résine.
- Un (ou des) durcisseur(s) ou agent(s) de réticulation: ce constituant se trouve dans la majorité des résines. Il réagit chimiquement avec les groupements époxydes permettant la formation du réseau tridimensionnel, stable et infusible (pas de fusion). Un choix pertinent de durcisseur peut assurer une réticulation à basse température.
- Les charges minérales: la charge concernant cette étude est de la silice. La charge peut intervenir à des taux très importants, de l'ordre de 60 à 65 % (en masse) par rapport au mélange total. La silice procure de loin les meilleures performances mécaniques et, de plus, elle est très économique, ce qui explique qu'elle se trouve dans la majorité des applications. Une charge est non seulement un composant qui contribue à abaisser le prix de revient des pièces en résine époxyde, mais elle est souvent indispensable sur le plan technique e.g. le matériau chargé peut avoir un module élastique et le coefficient dilatation thermique modifiés (loi de mélange).
- Catalyseurs : ils servent à augmenter la vitesse de réticulation.

- Flexibilisateurs et plastifiants : ils ont pour but d'améliorer la résistance aux chocs.
- Diluants: employés modérément, à quelques pourcents. Ils diminuent la viscosité sans amoindrir les caractéristiques à chaud. Ils peuvent diminuer la T_g (température de transition vitreuse, la définition est présentée dans la section 2.1.3) de la résine époxy,
- Antioxydants: ils existent dans certaines résines. Comme leur nom l'indique, ils diminuent la vitesse de dégradation par oxydation,
- Agents ignifuges: ils ralentissent les phénomènes de combustion. Par exemple, des charges minérales, qui vont agir comme des puits de chaleur,
- Colorants: ce sont des pigments minéraux ou des pigments organiques. Il est possible d'avoir tous les coloris mais il est difficile d'avoir des teintes claires pour les résines époxydes,
- Solvants: ils n'interviennent que pour des applications en couches minces.

1.2 Chimie des résines époxy

La chimie des résines époxydes fait intervenir trois étapes distinctes :

- La fabrication de la molécule de résine, elle est assurée par le fabricant de résine et aboutit à un monomère plus ou moins complexe.
- La formulation par mélange ou modification de cette molécule par réaction chimique. Le passage du monomère (ou de la résine formulée) à un réseau tridimensionnel, qui est toujours assuré par le transformateur.

La procédure totale de la formation du réseau tridimensionnel s'appelle la réticulation. La réticulation est la réaction chimique entre le pré-polymère époxyde et le, ou les, durcisseur(s). Elle peut être accélérée par l'ajout de catalyseurs. Gillham et al. (K.P.Pang, 1990; S.Gan, 1989) ont largement étudié les phénomènes de réticulation et ont établi les diagrammes d'état Temps - Température - Transformation (TTT) .Ces diagrammes (e.g. Figure 41) permettent de suivre l'évolution du système en fonction du temps et de la température de réticulation.

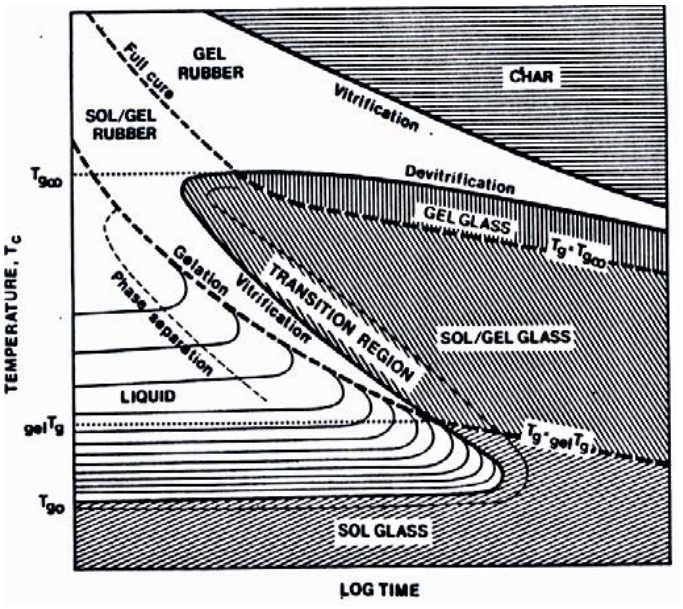


Figure 41 Diagramme TTT dans le travail (K.P.Pang, 1990) SOL : Solvant soluble, GEL:Solvant insoluble,

Durant l'encapsulation d'une structure 3Dice, le cycle de réticulation se fait en deux étapes: la cuisson et la post-cuisson. Au cours de la cuisson, le mélange passe de l'état liquide à l'état caoutchouteux. Un réseau tridimensionnel infini se forme lors de cette étape: c'est la gélification. Puis le système passe de l'état caoutchouteux à l'état vitreux: c'est la vitrification. Cependant la température de transition vitreuse du système est influencée par la température de cuisson. Après la cuisson, une post-cuisson est mise en place pour prolonger la réticulation. Buch (X.Buch, 2000) a étudié l'intérêt de la post-cuisson sur la réticulation d'adhésif époxyde. Il constate qu'une courte durée de post-cuisson permet d'augmenter le taux de réticulation. Celui-ci est représenté par une augmentation de T_g (Figure 42)

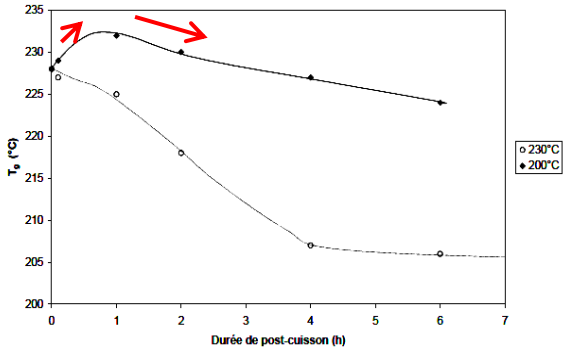


Figure 42 Evolution de la Tg en fonction du temps de post-cuisson (X.Buch, 2000)

D'après ces observations, une augmentation du degré de réticulation additionnée à la dégradation thermique du réseau conduit à une baisse de T_g. Cette dualité entre ces deux phénomènes est très clairement montrée sur la courbe relative à la post-cuisson à 200°C. Ses résultats sont en accord avec les travaux de Pang et Gillham (K.P.Pang, 1990) qui observent aussi une dualité entre la réticulation et la dégradation thermique. Ainsi, il ressort de l'étude de Buch (X.Buch, 2000) qu'une courte post-cuisson a un effet bénéfique d'un délai court. Il conclut que l'augmentation de la T_g après une post-cuisson peut avoir (au moins) deux origines :

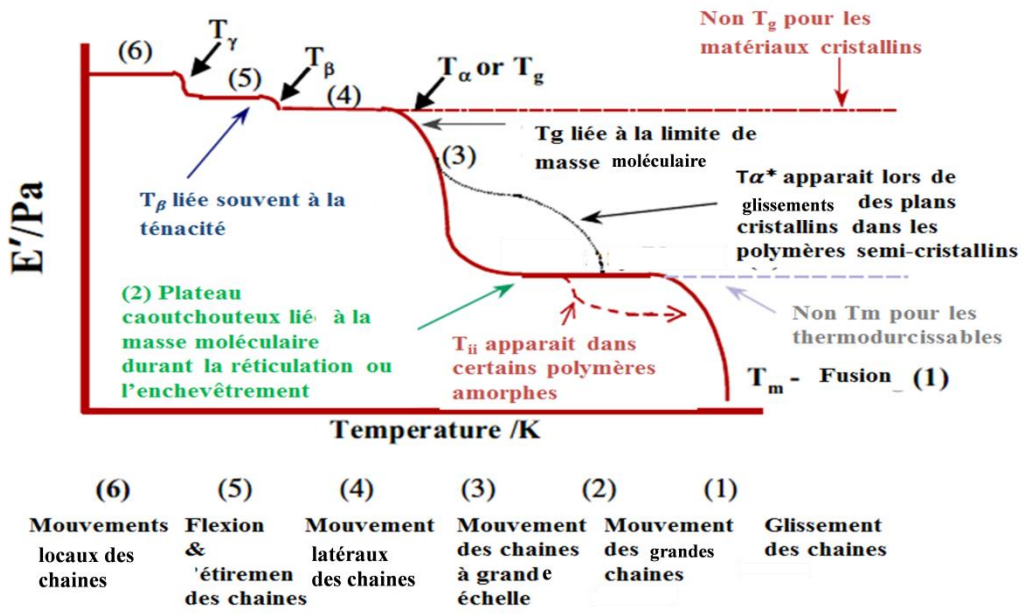
- Une polymérisation complémentaire du réseau liée à l'augmentation de la mobilité moléculaire, du fait de la température importante,
- Une déplastification liée au départ de segments moléculaires de faible poids. Ces segments pouvant être, soit des molécules de durcisseur n'ayant pas réagi au cours de la réticulation, soit des molécules libérées par scissions de chaînes sous l'effet de la température.

1.3 La transition vitreuse

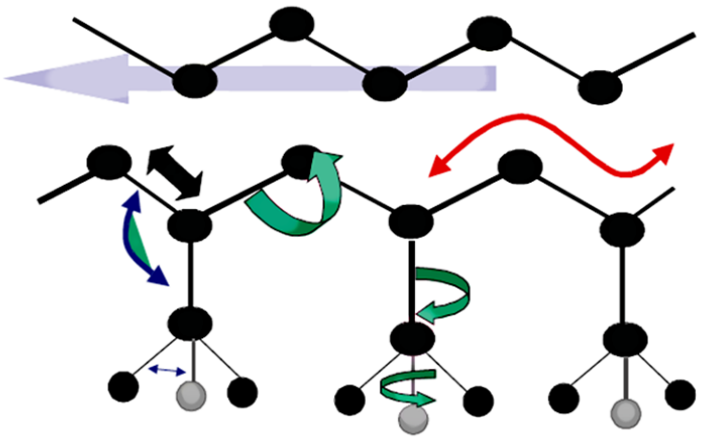
La transition α, ou transition vitreuse, marque le passage de l'état vitreux, état figé hors équilibre thermodynamique, à l'état caoutchouteux (J.L.Halary, 1989; C.A.May, 1973). Elle intervient à une température, notée T_g (g pour "glass"), d'autant plus basse que les chaînes ont une grande mobilité. Elle est liée à un mouvement de longues chaînes macromoléculaires, typiquement les segments entre les nœuds de réticulation. Cette transition est très marquée et est caractérisée par une chute du module d'élasticité (E') d'environ une décade. Comme cela est détaillé, entre autres, par Ward (I.M.Ward, 1983), elle est influencée par de nombreux facteurs. Deux approches existent pour décrire les effets de ces différents facteurs qui modifient, soit la mobilité moléculaire et donc la facilité avec laquelle les changements peuvent se produire, soit le volume libre, notion complexe que l'on peut représenter, au moins qualitativement, comme le volume du polymère qui n'est pas occupé par de la matière.

La valeur de T_g est influencée par la nature de la structure chimique du polymère. Une T_g élevée est obtenue dans un réseau fortement réticulé, contenant de petites chaînes rigides susceptibles de créer entre elles des liaisons secondaires.

La Figure 43 a) montre les transitions et les mouvements des chaines correspondants. Les mouvements des chaines sont illustrés dans la Figure 43 b). Les mesures sont effectuées à l'aide d'une machine DMA (dynamique mécanique analyseur). Le DMA détecte les transitions par les chutes du module de conservation E'.



a)



b)

Figure 43 Les transitions mesurées par DMA a) Illustration des mouvements des chaines b) (PerkinEmer, 2008)

1.4 La concentration d'eau

L'absorption d'eau peut être caractérisée principalement par deux grandeurs : la solubilité, relative à la quantité maximum d'eau que peut absorber le polymère et le coefficient de diffusion relatif à la cinétique d'absorption. La solubilité et le coefficient de diffusion sont identifiés à l'aide de courbes d'absorption reliant la prise de masse au temps d'exposition à l'humidité pour des plaques minces. Ici nous choisissons la quantité d'eau absorbée comme grandeur.

Lors des essais d'absorption, les échantillons sont soumis à des environnements humides, lesquels sont caractérisés par leur taux d'humidité RH dans le matériau. Dans le cas d'immersion, l'environnement est l'eau.

La concentration en eau dans le matériau est définie ici comme le rapport entre la masse d'eau dans le matériau, qui égale à la prise de masse Δm (Δm est la différence de la masse d'échantillon avant et après l'immersion dans le cas où il n'y a pas perte de masse du polymère causé par un vieillissement chimique, c'est l'hypothèse qui a été retenue) et la masse de polymère sec initiale m_0 (masse d'échantillon avant l'immersion):

$$c = \frac{\Delta m}{m_0} \qquad 21$$

Elle évolue avec le temps au cours d'une expérience d'absorption et tend vers une valeur constante lorsqu'un état stationnaire est atteint. La concentration d'eau influence les propriétés de la résine. Par exemple, elle peut influencer la T_g. L'eau peut plastifier le réseau polymère c'est-à-dire qu'il abaisse la température de transition vitreuse T_g. Cette influence peut expliquer de façon satisfaisante la chute de T_g basée sur la théorie du volume libre. Voici une explication du volume libre : dans les réseaux polymères, il y a toujours une fraction de leur volume vide, donc volume libre. En fonction de la taille de ces volumes, les molécules peuvent venir s'y loger et diffuser. L'eau commence par remplir les volumes libres. Une fois les volumes remplis, la prise de masse entraine une prise de volume.
Selon l'équation de Kelley-Büche (F. N. Kelley, 1961) :

$$T_g = \frac{\alpha_p T_{gp} + \alpha_s c_v T_{gs}}{\alpha_p + \alpha_s c_v} \qquad 22$$

Avec c_v la concentration volumique de solvant (prise de volume due à l'absorption de solvant rapportée au volume avant l'immersion), $\alpha_p$et α_s les coefficients de dilatation thermique de volume libre du polymère et du solvant respectivement. T_{gp}et T_{gs}sont les températures de transition vitreuse du polymère sec et du solvant. Tcharkhtchi et al. (A.Tcharkhtchi, 2000) utilisent la règle empirique de Simha-Boyer disant que α*Tg=constant et obtiennent une loi des mélanges sur l'inverse des températures de transitions vitreuse :

$$\frac{1+c_v}{T_g} = \frac{1}{T_{gp}} + \frac{c_v}{T_{gs}} \qquad 23$$

Connaissant la température de transition vitreuse du solvant utilisé, on peut alors calculer la température de transition vitreuse théorique de la résine saturée. Dans le cas de l'eau Tg_{H2O}=118K, cela abaisse la T_g de la résine DDC de 217 à 190°C.

Fayolle et Verdu (B.Fayolle, 2005) rapportent une série de résultats sur différentes résines. Ils comparent les propriétés de la résine initiale à celles après 500h à 70°C et 95% d'humidité relative. La concentration en eau est alors de 1.95%. La température de transition vitreuse baisse de 166°C à 130°C (soit 22%) et le module d'Young diminue de 92MPa à 75MPa (soit 18%).

1.5 Dégradation Thermique

La dégradation est un vieillissement chimique qui s'accompagne de modifications structurales irréversibles du réseau macromoléculaire (par opposition au vieillissement physique, majoritairement réversible). Les effets de la dégradation thermique sont nombreux et varient fortement en fonction du polymère et des conditions de vieillissement considérées (E.A.Turi, 1997). Selon l'environnement gazeux considéré, il faut tenir compte de la dégradation par thermolyse, processus purement thermique avec la présence d'oxygène, la thermo-oxydation implique les effets combinés de la température et de l'oxydation.

Les effets potentiels de la dégradation thermique sont :

- L'oxydation surfacique du polymère : ce phénomène de thermo-oxydation s'accompagne généralement d'un changement de couleur en surface du polymère (Tsotsis, 1995). Il s'explique par la diffusion de l'oxygène de l'air au sein du polymère suivi par des

réactions d'oxydation qui conduisent à la formation d'une couche oxydée en surface (Thin Oxidized Layer, TOL) (B.Hialaire, 1991; J.B.Nelson, 1983; N.Piccirelli, 2000). L'épaisseur d'oxydation est généralement une fonction décroissante de la température mais l'observation inverse peut être réalisée si l'énergie d'activation des réactions d'oxydation est inférieure à l'énergie d'activation de diffusion (L.Audouin, 1994). Il est évident que ce processus d'oxydation n'a pas lieu lors de vieillissement sous atmosphère inerte.

- Scissions de chaînes et réticulation. Quatre familles de processus peuvent avoir lieu lors du vieillissement thermique sous atmosphère inerte : *1.les coupures statistiques de chaînes*, qui interviennent aléatoirement le long du réseau, 2.*la dépolymérisation*, c'est la transformation d'un polymère en des composés chimiques de masse moléculaire plus faible. *3. La réticulation et 4. les réactions au niveau des groupements latéraux (des chaines secondaires)* (J.Verdu, 1992). D'après Van Krevelen (V.Krevelen, 1990), les effets les plus importants de la dégradation thermique sont la dépolymérisation et les coupures statistiques de chaînes. De même, différents auteurs (B.Hialaire, 1991; J. C.Patterson-Jones, 1968) mettent en évidence la fragilité des nœuds de réticulation et donc l'importance du mécanisme de dépolymérisation. Les avis divergent sur l'importance relative à accorder aux mécanismes purement thermiques de thermolyse (décomposition chimique de molécules par la chaleur). Pour Marais et al. (T.Dyakonov, 1996; C.Marais, 1998; Pogany, 1969) ces phénomènes sont négligeables pour des températures inférieures à T_g alors qu'au contraire, d'autres auteurs observent d'importantes scissions de chaînes après vieillissement sous azote à des températures modérées. Pour Pogany (Pogany, 1969), la dégradation thermique est même plus sévère sous atmosphère inerte qu'elle ne l'est sous air puisque l'effet néfaste des coupures de chaînes n'est même pas partiellement compensé par la continuité de réticulation qu'il observe après vieillissement en présence d'oxygène. En effet, le vieillissement thermique peut conduire à la formation de radicaux libres susceptibles de se recombiner et donc d'augmenter le degré de réticulation du réseau (J.C.Patterson-Jones, 1975). De nombreux auteurs pensent que ces recombinaisons couplées avec des réarrangements moléculaires aboutissent à la formation d'un résidu chimique thermiquement plus stable (J.C.Patterson-Jones, 1975; N.Rose M. B., 1994; N.Rose, 1995). Selon eux, ce résidu aurait une structure chimique complexe, fortement insaturée. Le rôle de l'oxygène lors du vieillissement thermique est complexe. Il y aura, selon les composés et les conditions, soit un effet bénéfique, en permettant une sur-réticulation radicalaire, soit un effet

dégradant par oxydation. Ces deux effets peuvent même être simultanés comme le prouvent les résultats de Lazzari et Chiantore (M.Lazzari, 2000) sur des résines acryliques. Ils observent une perte de masse consécutive, à des scissions de chaînes et, dans le même temps, à une réticulation du réseau.

Verdu. (J.Verdu, 1992) note que la majorité des processus de dégradation s'accompagne de dégagement gazeux et qu'il est donc possible d'utiliser des critères gravimétriques (vitesse de perte de poids due à l'émission de volatils) pour réaliser un classement des stabilités. Au contraire, Dyakonov et al. concluent que si les produits de dégradation formés sont non volatils, il peut se produire de nombreuses coupures de chaînes sans pour autant observer une importante perte de masse (T.Dyakonov, 1996). Cette opinion est partagée par Hialaire (B.Hialaire, 1991) qui rappelle qu'il existe de nombreux mécanismes de dégradation qui, par scissions de chaînes sans production de volatils, conduisent à une baisse des propriétés mécaniques sans pour autant s'accompagner d'une perte de masse. Pour lui, les produits de dégradation sont, soit volatils, soit dissous dans la matrice et éliminés lentement par diffusion. Pour ces auteurs, il est donc délicat de tirer des conclusions sur les mécanismes de thermodégradation seulement à partir de données gravimétriques (B.Hialaire, 1991; T.Dyakonov, 1996; Tsotsis, 1995). Néanmoins, la majorité des études de la littérature utilisent les techniques gravimétriques afin d'expliquer les mécanismes de vieillissement thermique (Kj.Bowles, 1986; K.J.Bowles, 1991; P.Budrugeac, 2000; T.Dyakonov, 1996; Tsotsis, 1995). Les auteurs comparent la stabilité thermique, soit de différents polymères, soit du même produit sous différentes conditions. Marais et al. (C.Marais, 1998) expliquent l'évolution de masse au cours du vieillissement thermique sous air d'une résine en décomposant la dégradation thermique en trois stade. Une perte de masse initiale et rapide causée par le départ des produits volatils dont l'eau, suivi d'une prise de poids par diffusion de l'oxygène au sein du polymère, cet oxygène pouvant, soit se lier chimiquement au réseau, soit être piégé dans le volume. Enfin, une perte de masse par rupture des chaînes est causée par le départ des produits volatils. Tudgey (G.F.Tudgey, 1998) explique la prise de poids initiale par une oxydation des atomes d'hydrogène tertiaires en fonction hydroxyle.

Les scissions de chaînes s'accompagnent généralement de pertes de masse mais aussi d'importantes chutes du degré de réticulation, du module caoutchouteux (E_c) et de la T_g (J.C.Patterson-Jones, 1975; Pogany, 1969). Différentes études à caractère mécanique cherchent à "quantifier" la dégradation thermique en suivant les propriétés du polymère au

cours du vieillissement. Citons, par exemple, Pogany, (Pogany, 1969) qui suit l'évolution de la Tg et du module caoutchouteux des résines époxydes par pendule de torsion, ou encore Tsotsis (Tsotsis, 1995) qui suit l'évolution des propriétés en compression des composites à base époxyde.

Certains auteurs estiment que la mesure de la Tg n'est pas un bon indicateur de la dégradation thermique car elle ne donne accès qu'au "taux relatif de scissions de chaînes" qui prend en compte non seulement les scissions de chaînes par dégradation mais aussi les recombinaisons (J.C.Patterson-Jones, 1975; T.K.Tsotsis, 1999). La recombinaison peut même faire croître initialement certaines propriétés (E', T_g ,…) du polymère (T.K.Tsotsis, 1999). Enfin, au cours du vieillissement, de nombreux phénomènes sont susceptibles d'avoir lieu qui vont modifier les propriétés mécaniques dans un sens ou dans un autre; ainsi, Hilaire (B.Hialaire, 1991) observe une augmentation de la T_g au cours du vieillissement thermique d'une résine poly-imide et l'attribue à la post-réticulation et à l'élimination des structures les plus souples du réseau. Buch (X.Buch, 2000) a tracé l'évolution de la T_g d'adhésif structural époxyde en fonction de la durée de vieillissement (Figure 44).

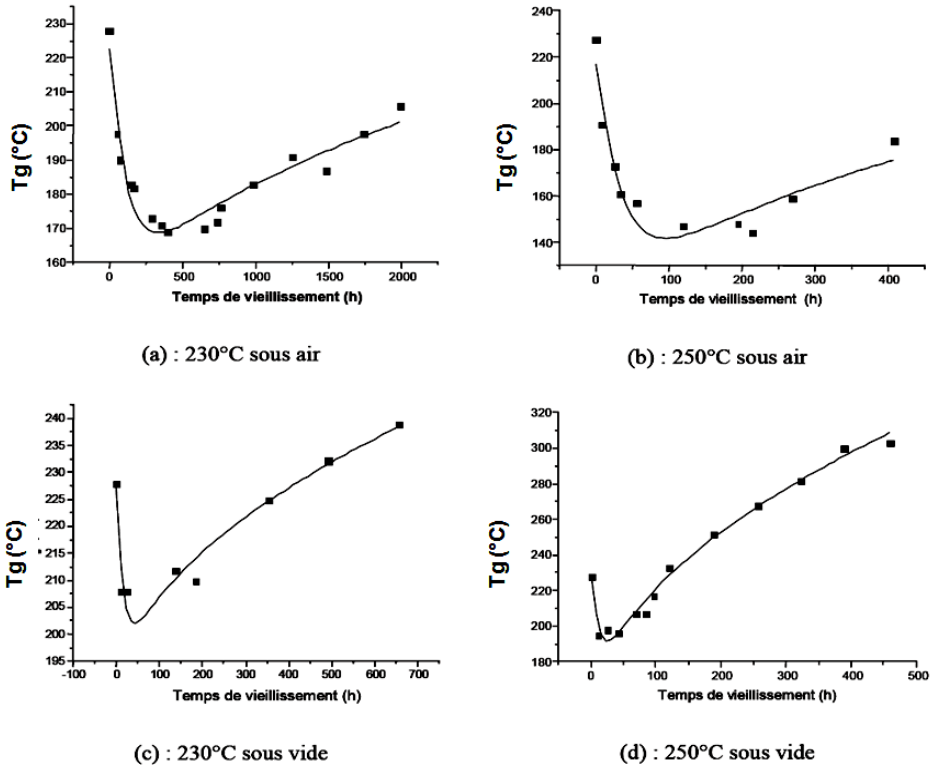


Figure 44 Evolution de Tg en fonction du temps de vieillissement thermique

Malgré la complexité de l'évolution et différentes conditions de vieillissement, le profil des courbes est le même. Il commence par une chute initiale suivie d'une remontée

plus lente. Il a conclu que la chute initiale s'explique vraisemblablement par deux phénomènes dus aux scissions de chaines par thermolyse dont les effets s'ajoutent, à savoir, l'augmentation de la mobilité des chaines du fait de la diminution du degré moyen de réticulation. De même, la remontée avec le temps de la T_g peut aussi s'expliquer par deux phénomènes, à savoir la migration vers la surface et la dégradation des segments qui provoque un phénomène de dé-plastification, et les recombinaisons moléculaires qui conduisent à une nouvelle réticulation du réseau et donc à une baisse de la mobilité moléculaire. Son observation rejoint l'étude de Pang (K.P.Pang, 1990), il indique que la dégradation thermique se caractérise par deux phénomènes consécutifs, à savoir une dévitrification, caractérisée par une baisse de la T_g, suivie d'une re-vitrification qui conduit à la formation d'une structure carbonée.

2 Matériaux et Procédure expérimentale

2.1 Essai par ATG (Analyse thermogravimétrique)

Des analyses thermogravimétriques ont été réalisées à l'aide d'une Perkin-Elmer module diamant ATG analyseur. L'ATG nous permet de mesurer la mesure de variation de masse d'un échantillon en fonction du temps, pour une température ou un profil de température donné. La structure de l'ATG est représentée dans la Figure 45.

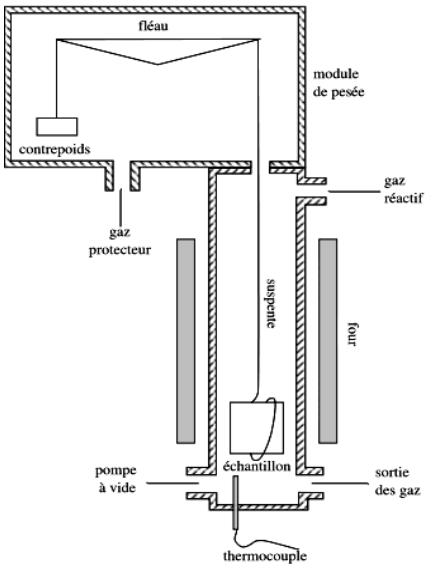


Figure 45 Représentation schématique d'une ATG

Pour rendre la variance de masse plus évidente, la dérivée des courbes de la variation de masse est souvent effectuée. De la courbe de dérivation, nous pouvons identifier facilement à quels points les variations sont les plus importantes.

La température critique est l'objet de l'étude. Les essais sont effectués avec une vitesse 3°/min de montée en température sous un débit d'air synthétique de 20mL/min. Les analyses sont réalisées sur des échantillons de 13mg environ. Trois essais sont répétés. La précision sur la mesure de température est de ±1,5°C dans l'intervalle de température de 20 à 500°C, zone dans laquelle la dégradation des matériaux est étudiée.

2.2 Effet de concentration d'eau

2.2.1 Essai immersion

Pour préparer l'étude d'engorgement d'eau, trois éprouvettes sont pesées puis immergées dans l'eau pendant 1, 2 et 4 semaines à température ambiante. La capacité d'absorption d'eau est analysée après le calcul de la concentration d'eau.

2.2.2 Essai DMA

Une analyse thermomécanique avec un DMA (dynamic mechanical analyser Figure 46) est effectuée sur les éprouvettes engorgées.



Figure 46 Illustration de DMA, DMA est composé par :1-Traverse supérieure, 2- Excitateur électrodynamique - capteur de déplacement dynamique et accéléromètre, 3- Partie mobile, 4- Éprouvette collée sur les deux portes-échantillons 5- Support de porte-échantillon en alliage, 6- Capteur de force dynamique, 7- Sonde de température, 8- Sonde de température de sécurité, 9- Enceinte thermostatique

L'analyse se fait sous un balayage en température accompagnée d'une sollicitation mécanique. Ce type d'essai exige que le matériau reste dans le domaine linéaire durant la sollicitation. En effet, pour les polymères chargés, la propriété de visco-élasticité est dépendante de l'amplitude de sollicitation. En faisant un essai de balayage en déformation dynamique sous température ambiante, le module de conservation chute quand l'amplitude de sollicitation dépasse certain seuil (effet de Payne). Donc pour une analyse de balayage en température, la sollicitation choisie doit être au-dessous de ce seuil. Dans notre cas, la déformation dynamique (l'amplitude de sollicitation) est 10^{-3}. Il n'y a pas de perte de linéarité observée sous cette amplitude durant les essais préliminaires. La plage de balayage de la température est comprise entre la température ambiante et 300°C. Pour pourvoir comparer, la même analyse se fait sur un échantillon non traité et un échantillon qui a subi un simple séchage.

2.3 Effet de traitement thermique

2.3.1 Traitement thermique

Une étude de l'influence de traitement thermique sur les propriétés de résine est effectuée. Le traitement thermique s'effectue dans un four de convection forcée, l'environnement gazeux est l'air. Le profil de température (Figure 47) est constitué de deux paliers. Le premier palier dure une heure à 150°C et le deuxième palier dure cinq minutes à 260°C. Le temps pour monter aux températures souhaitées est de 15min.

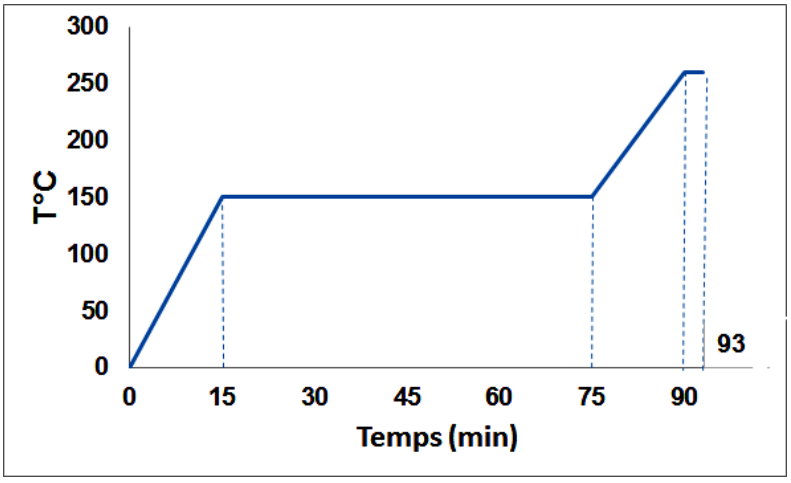


Figure 47 Profil de température de traitement thermique

2.3.2 Essai de DMA

Une analyse à l'aide d'un DMA est également effectuée après le traitement thermique. La sollicitation appliquée est la même que celle de la section 2.2.2. La déformation dynamique est 10^{-3}, le plage de température pour le balayage est de la température ambiante à 300°C.

2.4 Effet de la sollicitation thermomécanique

2.4.1 Essai de DMA-Essai de double balayage

Pour étudier l'effet de sollicitation thermomécanique sur les propriétés de résine, un double balayage est effectué sur une éprouvette qui a subi un traitement thermique. Le temps de repos entre deux balayages est de 5h. L'objectif est de vérifier l'effet de réversibilité de la sollicitation crée par un essai de DMA par rapport au balayage en température sur les propriétés thermique d'échantillon.

2.4.2 Essai de cyclage isotherme

Pour étudier l'effet de vieillissement, le module de conservation est suivi au cours d'une sollicitation mécanique sous différentes températures de 150°C à 300°C par DMA. Durant les essais, les températures restent constantes. La sollicitation appliquée est une déformation dynamique de 0.001. Les éprouvettes utilisées n'ont pas subi de traitement.

3 Résultat et Discussion

La microstructure de la résine est montrée sur la Figure 48. La charge en silice est représentée par la phase grise et la phase noire représente la résine époxy. Le pourcentage de la silice est de 55%. De cette micro-section, il peut être constaté que la dispersion de charge est homogène.

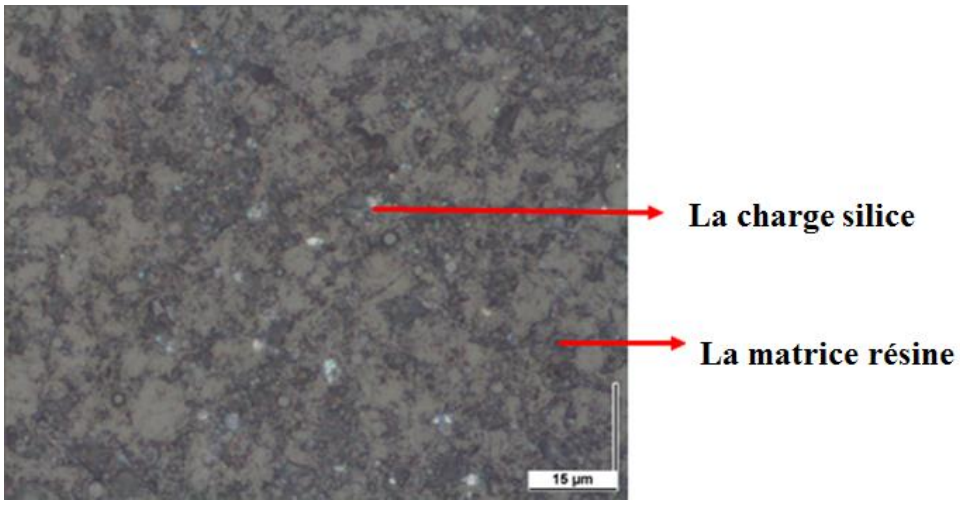


Figure 48 Microstructure de la résine étudiée

3.1 Résultat ATG

Les courbes de la perte de masse en fonction de température des trois éprouvettes sont répétables (Figure 49). Les courbes de la vitesse de perte de résine est la dérivée de la masse par rapport à la température. La masse commence à diminuer à partir de 270°C. La vitesse de perte arrive à maximum quand la température atteint à 400°C. A ce moment, la perte de masse arrive à 10% de la masse initiale.

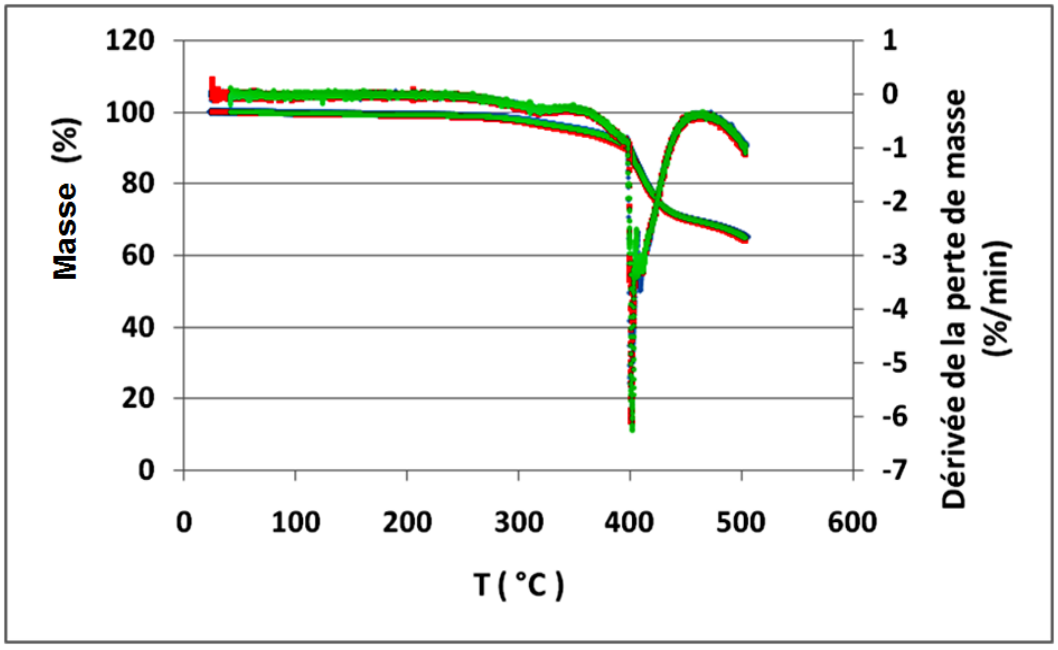


Figure 49 Perte de masse en fonction de la température (ATG)

3.2 Effet de la concentration d'eau

3.2.1 Capacité d'absorption d'eau

L'évolution de concentration d'eau en fonction du temps d'engorgement est représentée sur la Figure 50. La résine a une grande capacité d'absorption d'eau jusqu'à la deuxième semaine. Ensuite cette capacité diminue progressivement puis la concentration d'eau dans le matériau atteint une saturation.

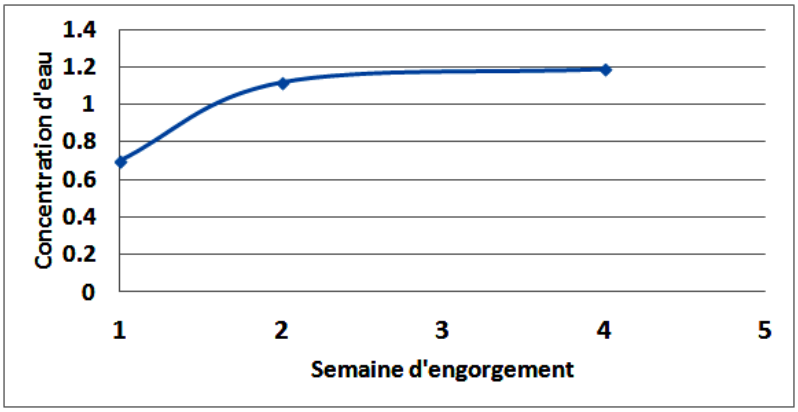


Figure 50 Concentration d'eau en fonction du temps d'engorgement

3.2.2 Effet de concentration d'eau sur les propriétés de la résine

Les éprouvettes immergées dans l'eau durant 1 et 4 semaines sont analysées. Les essais sont aussi effectués sur une éprouvette non traitée et une éprouvette séchée 1h à 125°C. Les évolutions du coefficient d'amortissement en fonction de la température sont affichées sur la Figure 51.

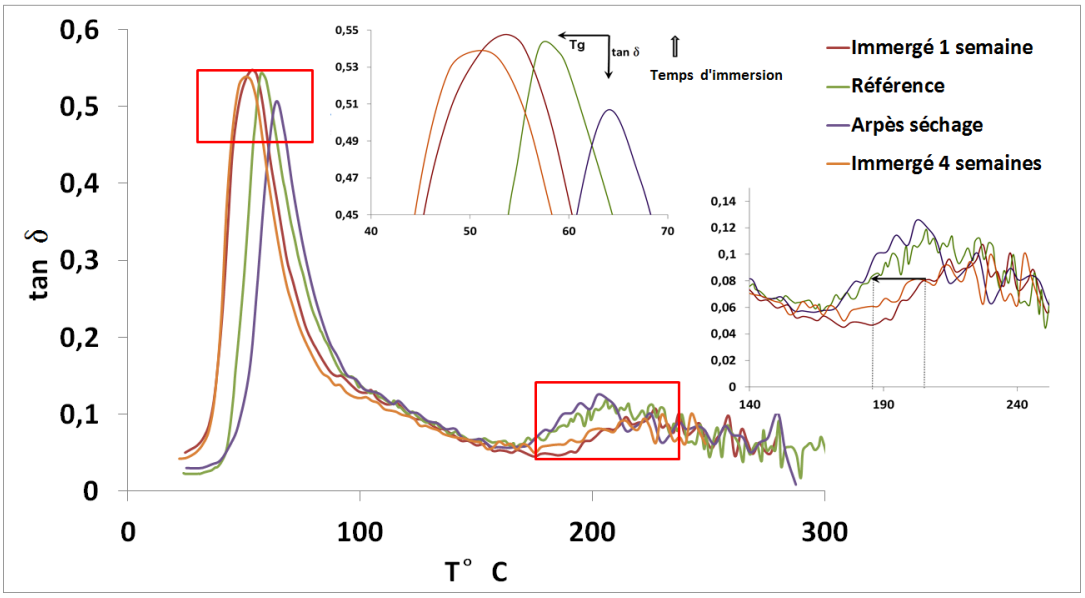


Figure 51 Effet de concentration d'eau (durée d'engorgement) sur les propriétés thermiques

La T_g de l'éprouvette de référence est 57°C. En observant l'évolution de la T_g nous pouvons conclure qu'une augmentation de concentration d'eau dans le matériau diminue la T_g. Après quatre semaines d'engorgement, la T_g baisse de 57°à 50°C (12%). La diminution de T_g avec une augmentation de concentration d'eau est en accord avec la loi de mélange présentée dans la bibliographie de ce chapitre. Ce phénomène, déjà observé, s'explique par la présence, au sein du réseau, de deux types de régions. Des régions gorgées d'eau responsables du pic α à la plus faible température et des régions séchées au cours de l'essai qui présentent un pic à plus haute température (M.P.Zanni-Deffarges, 1994).

Nous constatons aussi qu'avec un séchage au moment de la relaxation α, la valeur du coefficient d'amortissement tgδ diminue de 9%, celui-ci signifie une reconfiguration de réseau.

Une relaxation du matériau est observée après la T_g. Un séchage n'a pas d'influence sur cette relaxation. Mais une augmentation de concentration d'eau (immergée d'une semaine) augmente la température de cette deuxième relaxation. Ce décalage atteint une valeur de 20°. Après les observations précédentes, nous concluons que la concentration d'eau dans le matériau influence les chaines moléculaires principales ainsi que les chaines secondaires. L'évolution du module de conservation E' en fonction de la température est donnée dans la Figure 52.

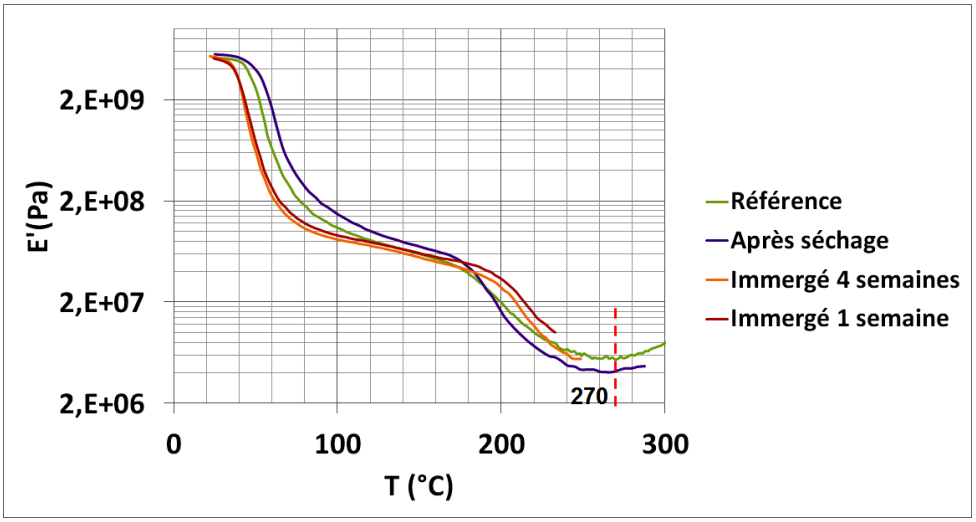


Figure 52 Effet de concentration d'eau sur l'évolution de E' en fonction de la température

Un plateau existe pour l'état caoutchouteux de la résine. L'augmentation de concentration en eau (l'effet d'engorgement) allonge ce plateau de 82°C (90°C-172°C) à 120°C (70°C-190°C) soit de 46%. Après le plateau d'état caoutchouteux, une deuxième chute de module apparait. Cette chute correspond à la relaxation au-dessus de la T_g.

Après la chute, pour l'éprouvette de référence et l'éprouvette après le séchage, E' devient stable puis commence à remonter à 270°C. Ce phénomène est causé par la dégradation du matériau. Après les analyses ATG à 270°C, il y a une perte de masse. Cependant une reformation du réseau peut apparaitre, la mobilité des chaines diminue donc E' augmente.

3.3 Effets de Traitement Thermique

Après le traitement thermique, la T_g s'est décalée de 6 degrés vers la droite (10%), les valeurs des pics de tanδ ont aussi diminuées (Figure 53). Ce phénomène peut être causé par une augmentation du degré de réticulation et le vieillissement. L'effet du vieillissement sur l'évolution de la température de transition vitreuse T_g, dépend du polymère étudié. Certains polymères ont initialement une diminution puis une augmentation de la T_g. D'autres peuvent avoir seulement une diminution, ou seulement une augmentation de la T_g. Cela peut être dû à la dualité entre le vieillissement chimique et le vieillissement physique ou à la différence des mécanismes de réaction d'oxydation.

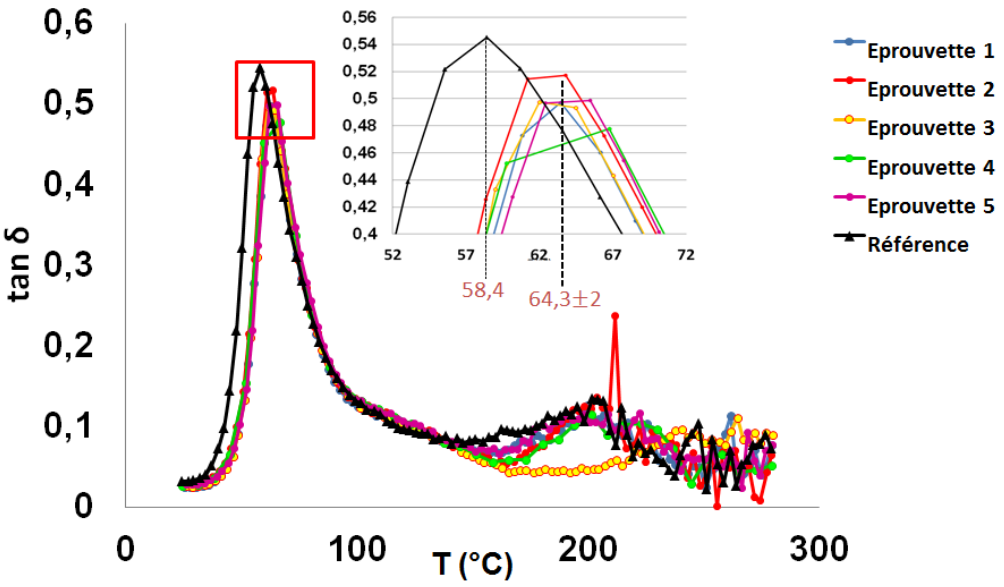


Figure 53 Effet de traitement thermique sur les propriétés thermiques

Une légère augmentation de E' montre un renforcement du réseau (Figure 54). Ce renforcement n'est pas dégradé durant l'évolution de la température jusqu'à la fin de la deuxième chute de E'. Après la deuxième chute, les valeurs de E' s'approchent et atteignent une valeur de stabilisation.

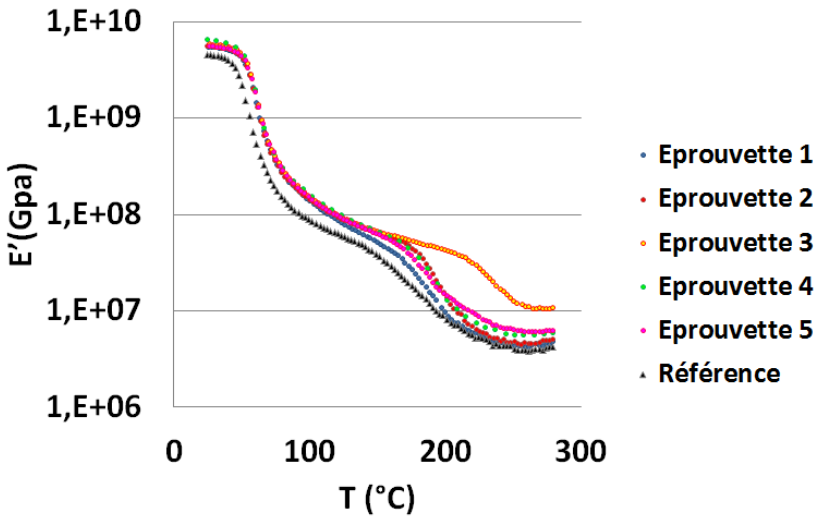


Figure 54 Effet de traitement thermique sur l'évolution de E' en fonction de la température

3.4 Effets de sollicitation thermomécanique

3.4.1 Effet de double balayage

Une augmentation de la T_g est observée pour le deuxième balayage (Figure 55). Les valeurs du coefficient d'amortissement sont proches de zéro après 150°C. La relaxation après T_g a disparu.

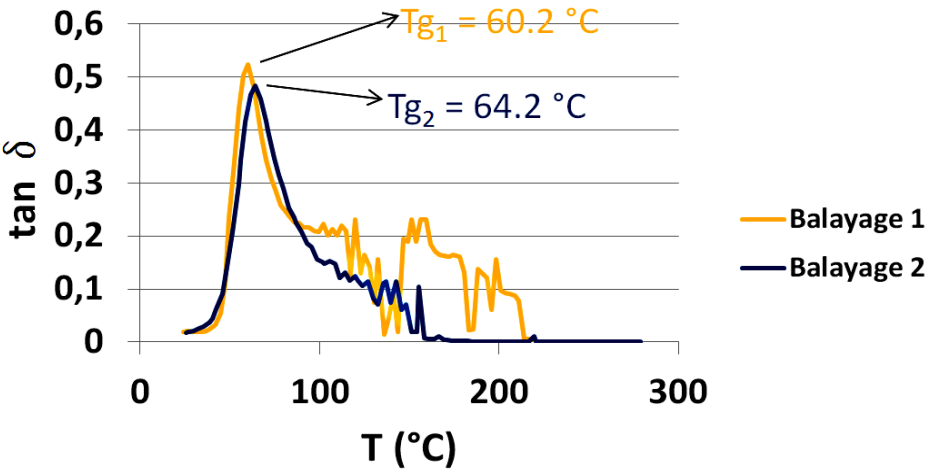


Figure 55 Effet d'un balayage sur les propriétés thermiques

Pour E’ (Figure 56), on obtient une diminution de 1.5GPa dans l’état vitreux. Le plateau d’état caoutchouteux est presque égal à celui du premier balayage. Une augmentation de T_g accompagnant d’une diminution de E’ est un phénomène caractéristique de l’augmentation du degré de réticulation. Les chaines ont une grande mobilité durant l’état caoutchouteux lors du premier balayage. A la fin du balayage, l’éprouvette commence à refroidir. Il est possible que les chaines se reforment en un réseau qui a un degré de réticulation plus important. Les chaines secondaires de ce réseau ne se relaxent plus après la T_g.

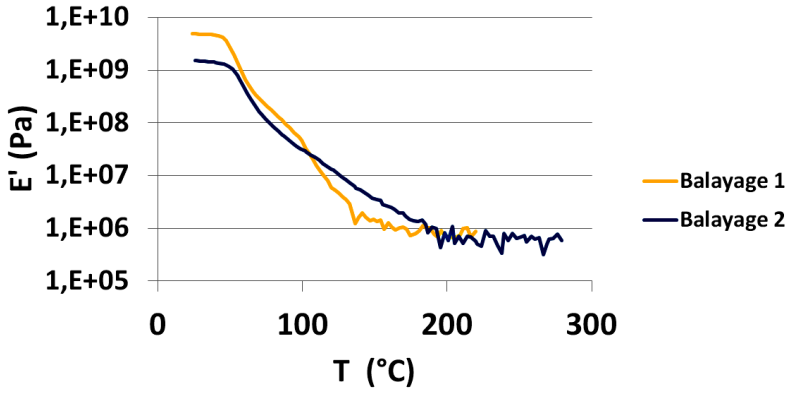


Figure 56 Effet d’un balayage sur l’évolution de E’ en fonction de la température

3.4.2 Effet cyclage isotherme

L’effet du vieillissement est étudié sous la condition de cyclage mécanique isotherme. E’ est pris comme indicateur durant l’essai. La plage de température de test, 150°-300°C, correspond à la fin de l’état caoutchouteux jusqu’à l’initiation de perte de masse (Figure 57).

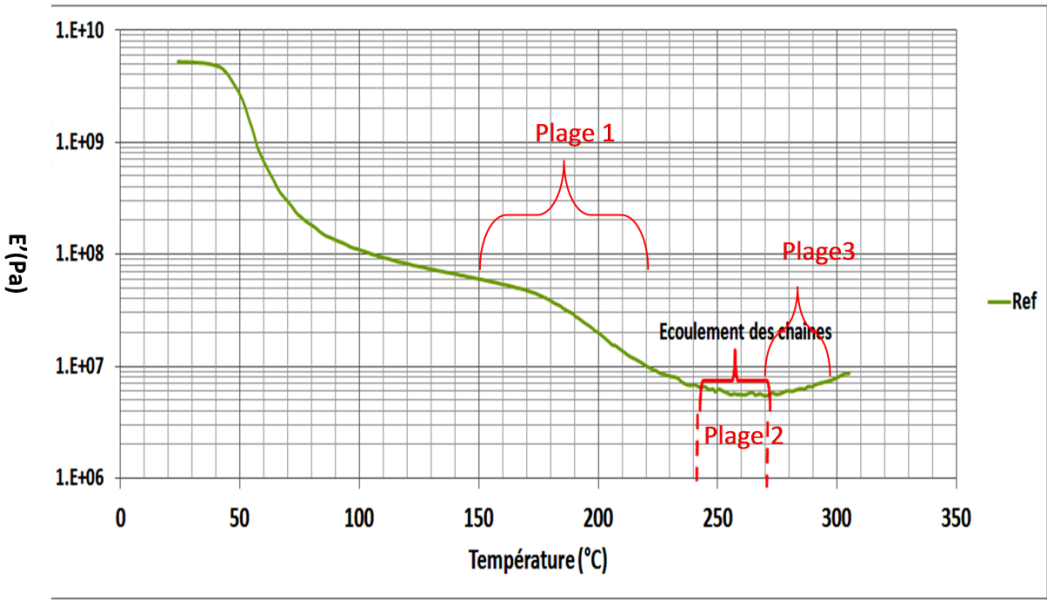


Figure 57 Les plages de température pour les essais de cyclage isotherme

Trois groupes de température sont identifiés (Figure 57).

Plage 1: 150°C à 220°, cette plage comprend la fin de l'état caoutchouteux et une période de relaxation des chaines :

Pour chaque essai, E' commence à diminuer puis sa valeur a tendance à augmenter. Ce phénomène est lié à la compétition entre la relaxation du réseau et l'effet du vieillissement. La diminution peut être causée par la relaxation du réseau. En fonction du temps, l'effet de relaxation diminue et le réseau se renforce. Une sur-réticulation peut avoir lieu. En observant l'effet de la température, on constate que les valeurs de E' diminuent en fonction de la température. Plus la température est élevée, plus l'effet du vieillissement est important. Cet effet est représenté par la pente d'augmentation de E'.

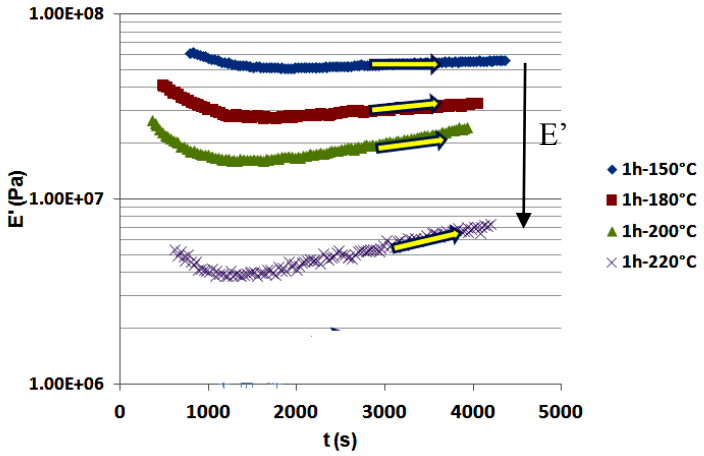


Figure 58 Evolution de E' en fonction du temps de sollicitation dans la plage 1

Plage 2 : 240°C à 270°C, celui-ci correspond au plateau après la relaxation des chaines secondaires :

Quand la température arrive à la plage de 240°C à 270°C, les mesures deviennent instables. En regardant la courbe de balayage en température (Figure 57), cette plage correspond à une période de stabilisation de E' après la deuxième chute de ce même paramètre. Durant cette période, en référence à l'analyse ATG, les chaines se décomposent et les produits volatiles se forment. Le réseau n'est pas stable. C'est la cause de l'instabilité des mesures.

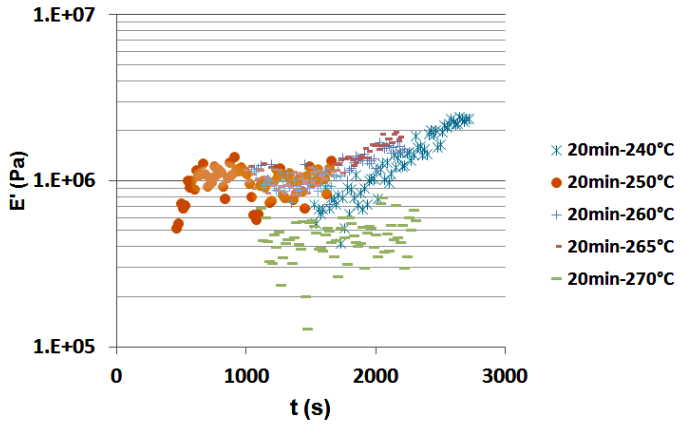


Figure 59 Evolution de E' en fonction du temps de sollicitation dans la plage 2

Les valeurs de E' mesurées ici sont assez proches malgré la différence de température. Ce phénomène corrèle bien avec la stabilisation de E' (plage 2) sur la courbe de balayage en température (Figure 57).

Plage 3 270-300 °C où le module élastique commence à remonter :

Les résultats pour les essais de 275°C à 300°C sont affichés en Figure 60.

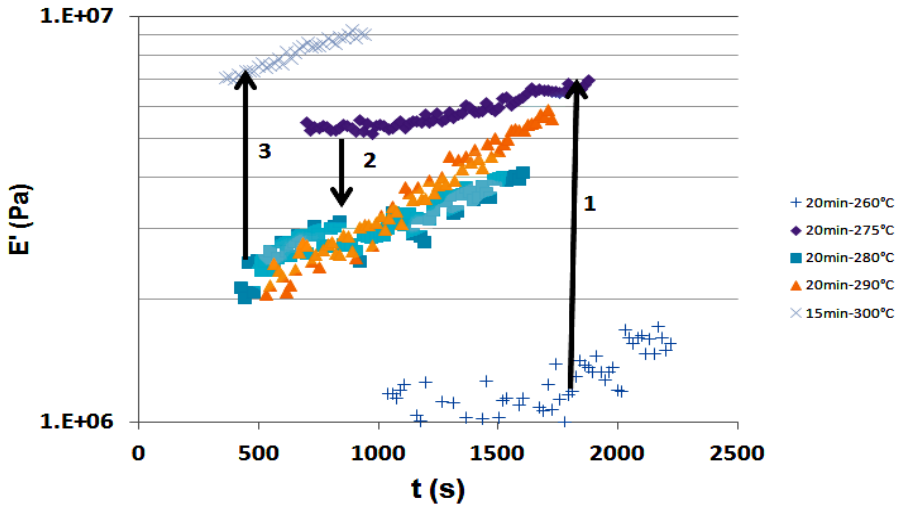


Figure 60 Evolution de E' en fonction du temps de sollicitation dans la plage 3

A 275°C (flèche 1) les mesures redeviennent stables par rapport aux mesures de la plage 2. Ceci signifie que le réseau est stabilisé. Il y a aussi une augmentation de la valeur de E'. Cette augmentation peut être causée par l'effet de dégradation. A cette température, avec l'accompagnement d'une perte de produits volatils, des nouveaux réseaux peuvent se former.
A 280°C (flèche 2), on observe une diminution de E' au début de la sollicitation par rapport à E' à 275°C. L'effet du vieillissement est très important, E' augmente rapidement, et se rapproche de la valeur de 275°C en fonction du temps. A 290°C, E' se trouve légèrement au-dessous de celui de 280°C au début de la sollicitation. ~~Mais~~ avec une plus grande vitesse de vieillissement, sa valeur dépasse E' de 280°C au bout de 10 min.

Dans le cas de balayage en température (Figure 57), la température atteint 280°C au bout de 93 min. Avec l'effet du vieillissement du à ce temps, la valeur de E' est de l'ordre de 5MPa. (6.5MPa pour 290°C). Ces valeurs correspondent à celle de E' mesurées ici.

Une grande croissance de E’ se produit jusqu’à 300°C (flèche 3). Des nouvelles chaines carbonées peuvent se former à cette température. La vitesse de dégradation est importante. L’essai ne peut durer que 10 min à cause de la dégradation d’échantillon. Les changements de couleur sont observés sur les éprouvettes soumises à une température supérieure à 265°C. Ce changement est le résultat d’oxydation surfacique.

La dégradation de matériau est visible pour l’essai sous 300°C. La carbonisation de résine se localise dans les zones brillantes (

Figure 61 b). De cette image, il est difficile de conclure quelle est la partie la plus dégradé : l’interface entre la charge et la matrice ou la matrice elle-même.

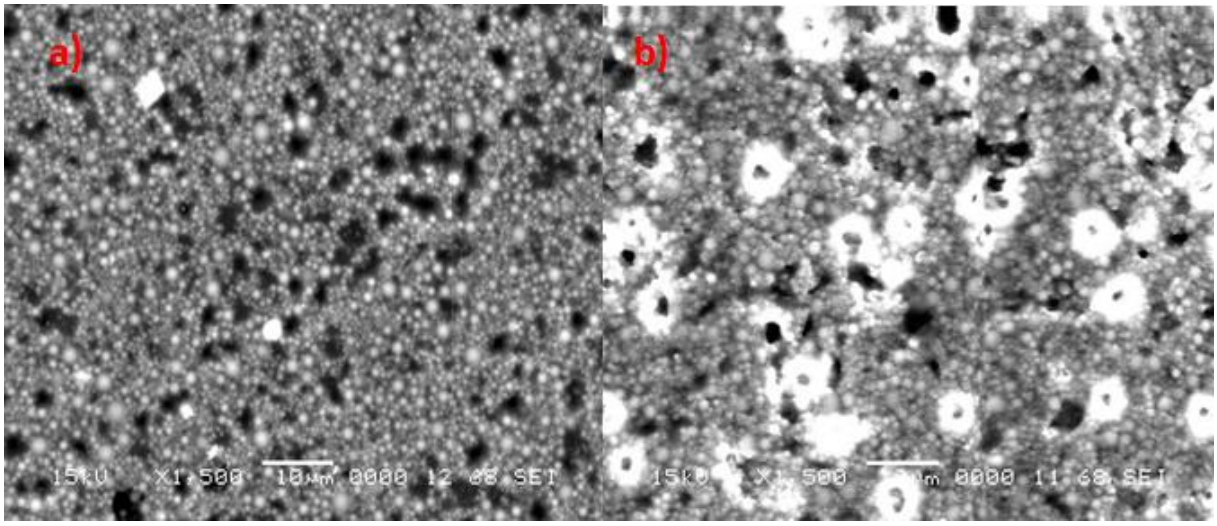


Figure 61 Microstructure avant a) et après b) la sollicitation isotherme à 300°C

4 Conclusion

Les propriétés de la résine pour l'encapsulation de 3Dice sont étudiées ici. Les résultats nous amènent à conclure :

- Par l'analyse de thermogravimétrie, nous identifions que la résine commence à perdre de la masse à partir 270°C. A 400°C, la vitesse de dégradation atteint au maximum.
- Par l'essai d'engorgement, on constate que la résine a une capacité d'absorbation prononcée durant les premières deux semaines puis cette capacité diminue progressivement.
- La concentration d'eau influence la température de relaxation des réseaux principaux et secondaires. Une augmentation de concentration d'eau diminue T_g mais augmente la température de relaxation des réseaux secondaires. L'augmentation de la T_g peut s'expliquer par le principe du volume libre.
- Durant le balayage en température. Une augmentation de E' est observée autour de 270°C. Cette température correspond à la température où l'éprouvette commence à perdre de la masse. Pendant la dégradation, de nouveaux réseaux peuvent se former et ceci peut être la raison d'augmentation de E'.
- Un traitement thermique prédéfinit provoque un effet de renforcement des réseaux principaux. En conséquence, on observe une augmentation de T_g et une légère augmentation de E'.
- Après les essais de cyclage isotherme, on observe les résultats suivants :
    1. La vitesse de dégradation augmente avec la température d'essai.
    2. Quand la température d'essai se situe dans la plage de 240°C à 270°C, les mesures de E' ne sont pas stables à cause de l'instabilité des réseaux.
    3. Une augmentation et une diminution de E' sont observées quand la température d'essai change de 270C° à 275C° et de 275C° à 280C° respectivement.

En présence d'une sollicitation mécanique, la température d'utilisation de cette résine doit être inférieure à T_g-30° pour assurer une propriété stable. La durée de traitement thermique pour une température supérieure de 270°C peut avoir un impact sur la durée de vie d'utilisation de la résine.

Chapitre III Caractérisation du joint de connexion

1 Bibliographie

1.1 Observation par les lumières polarisées

La lumière naturelle est une onde électromagnétique qui vibre dans toutes les directions dans un plan perpendiculaire au trajet de propagation. Lorsque cette lumière traverse un filtre polarisant, elle ne vibre que dans une seule direction. Cette lumière est appelée lumière polarisée. Lorsqu'un rayon lumineux pénètre dans un cristal, il se dédouble en deux rayons de polarisation différente qui se propagent avec une vitesse différente, c'est la biréfringence. On peut aussi décrire ce phénomène comme une rotation de la polarisation. Le filtre analyseur placé après l'échantillon sélectionne à nouveau les rayons lumineux selon leur polarisation. En fonction de l'intensité (dépendant de la nature des cristaux), ceux-ci apparaissent plus ou moins lumineux. Certains cristaux sont quasiment isotropes et ne provoquent pas de biréfringence (notamment les cristaux cubiques). Les cristaux anisotropes sont faciles à distinguer. C'est pourquoi les grains peuvent être observés sous les lumières polarisées. La Figure 62 schématise l'observation avec les lumières polarisées.

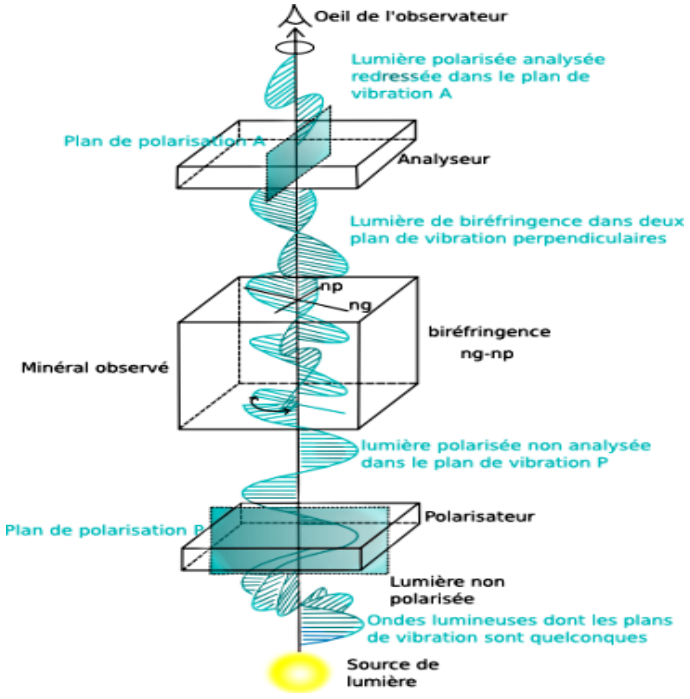


Figure 62 Le principe d'observation avec les lumières polarisées

1.2 Le mécanisme de fluage

Saint-Antonin F. (F.Saint-Antonin, 2013) a réalisé une synthèse des mécanismes de fluage. Quand la température est supérieure à $0.3T_f$ (température de fusion), on identifie trois stades de fluage (Figure 63).

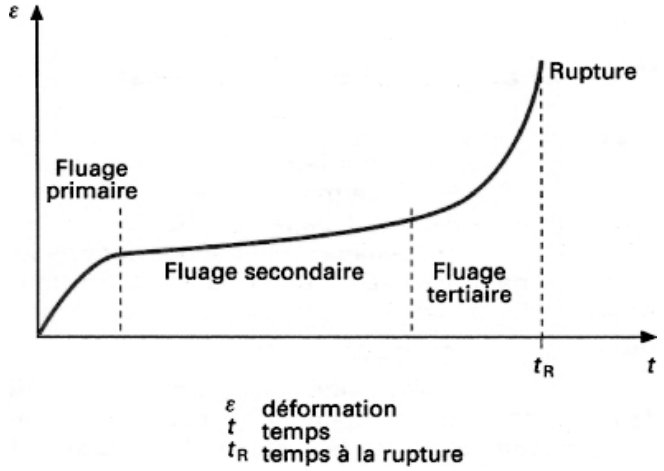


Figure 63 Les trois stades de fluage

Le mécanisme de fluage dominant est différent selon la température, la contrainte appliquée et le stade de fluage. Aux basses températures ($T < 0,4$ à $0,5\ T_f$), il s'agit d'une déformation plastique, liée à la mobilité des dislocations. Le mouvement principal de dislocation aux basses températures est le glissement. Durant le fluage primaire, nous ne pouvons pas observer des cellules de dislocations, mais nous pouvons observer les structures formées par glissement des dislocations e.g. les bandes de déformation, lignes de glissement, elles sont plus ou moins espacées.

Pendant le fluage secondaire, il y aura une formation de cellules sous l'effet des dislocations enchevêtrées. Les lignes de glissement sont reparties de manière régulière. La Figure 64 montre le schéma d'une structure cellulaire.

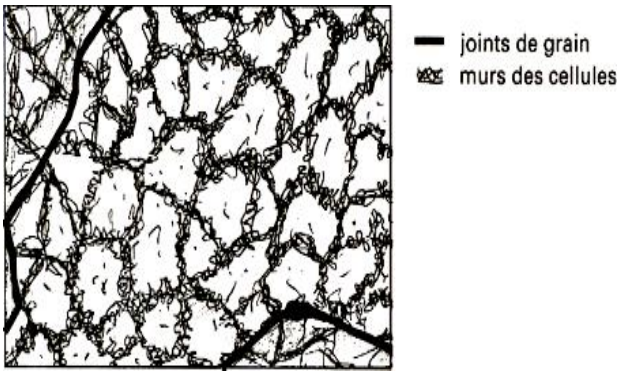


Figure 64 Les cellules formées

Aux hautes températures (T > 0,4 à 0,5 T_f), le mouvement de dislocation dominant est la montée des dislocations. Les sous-structures de dislocation sont parfaitement formées durant le fluage secondaire. La taille des sous grains SG dépend purement de la contrainte appliquée est représentée mathématiquement ci-dessous:

$$SG = \frac{K\mu b}{\sigma} \qquad 24$$

Avec K dépendant du matériau, b(m) : vecteur de Burger des dislocations qui décrit l'amplitude liée à la dislocation et μ (MPa) : le module de cisaillement.

Sous de très fortes contraintes, une recristallisation peut se déclencher. Egalement, à très hautes températures (T > 0.8T_f) le mécanisme dominant est l'autodiffusion. Le stade tertiaire correspond à l'apparition des cavités (Figure 65) et des fissures dans tout le matériau, surtout au niveau des joints de grain. La cavitation est divisible en trois stades :

- La naissance des cavités qui est souvent au niveau des lignes de glissement à l'intersection des joints de grain, des inclusions ou à l'interface de deux phases de nature différente,
- La croissance des cavités due à la diffusion de lacunes et à la présence d'un champ de contraintes autour des cavités,
- La coalescence correspond à la fusion entre cavités afin de déclencher la fissuration.

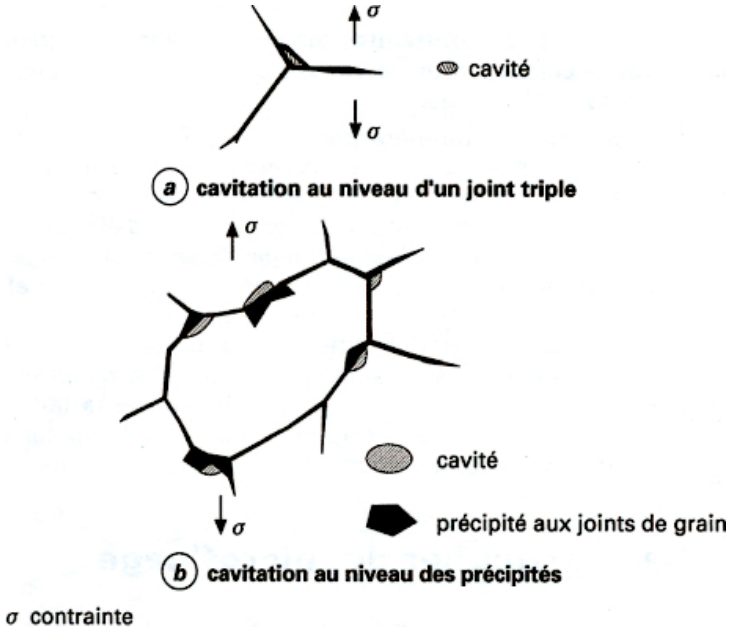


Figure 65 Les localisations des cavités

1.2.1 Effets des dispersoïdes sur la résistance au fluage

Des fins dispersoïdes peuvent renforcer les propriétés mécaniques du matériau. Sous l'effet des dispersoïdes, la vitesse de fluage peut diminuer plusieurs ordres de grandeur. La résistance au fluage du matériau est plus grande quand la distance entre les particules est faible. Les mécanismes d'interaction entre les dislocations et les particules peuvent être résumés de la façon suivante (Figure 66) :

Les dislocations contournent des particules mais ces boucles peuvent être effacées par la montée de dislocation (Figure 66 a)).

Quand les particules sont cohérentes avec la matrice, les dispersoïdes sont cisaillés(Figure 66 b)).

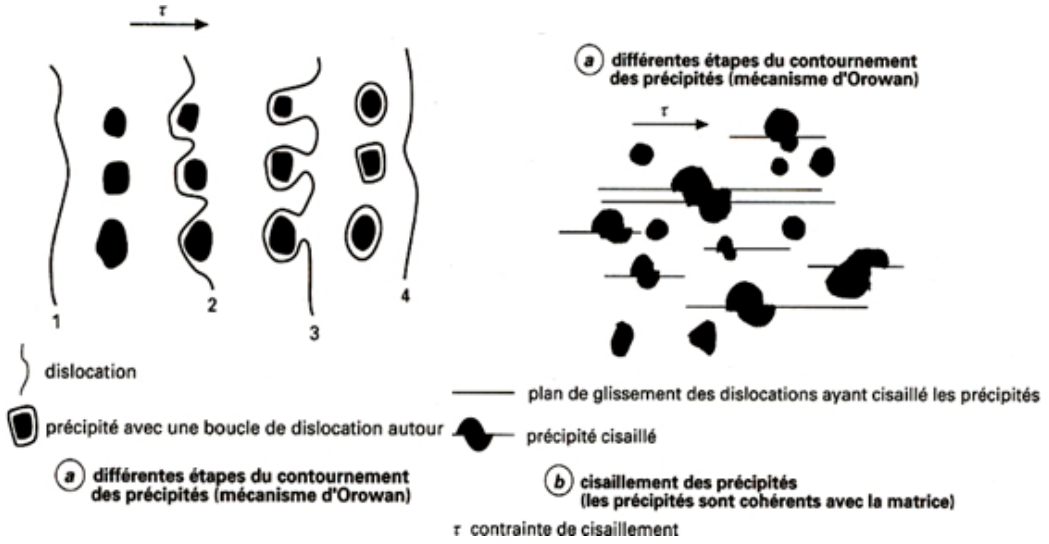


Figure 66 Les deux types de l'interaction entre les dislocations et les dispersoïdes

Les effets de dispersoïdes, le blocage et l'attachement de dislocation, introduisent une contrainte interne σ_i. Celle-ci doit être prise en compte pour l'analyse de fluage. La contrainte interne représente la résistance des précipités au moment des dislocations. Elle est la cause des grandes valeurs de l'exposant de contrainte (n) obtenu pour les matériaux contenant des précipités/dispersoïdes. La vitesse de déformation ne dépend pas de la contrainte appliquée σ mais de la contrainte effective :

$$\sigma_{eff} = \sigma - \sigma_i \qquad 25$$

Où σ est la contrainte appliquée et σ_i est la contrainte interne

La contrainte effective correspond au supplément de contrainte nécessaire au franchissement des précipités par les dislocations après leur blocage.

1.2.2 Descriptions mathématiques du fluage et lois de comportement

La variation de ε avec le temps est souvent données par la somme de déformation instantanée lors de la charge, la déformation durant le stade secondaire et la déformation tertiaire. La vitesse de déformation augmente avec la température : Elle est thermiquement activée, $\dot{\varepsilon}$ suit une loi de type Arrhenius :

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon_d} \exp(-\frac{Q}{RT}) \qquad 26$$

Avec $\dot{\varepsilon}$: la vitesse de déformation du fluage secondaire, Q : (J/mol) énergie d'activation, R : constante molaire des gaz (8.314J/mol K), T(K) : température et $\dot{\varepsilon_d}$: Le paramètre de dimensionnement

Cette expression est indépendante de la contrainte. L'énergie d'activation Q est donnée par la pente de la courbe $log\dot{\varepsilon}$ reportée en fonction de 1/T. Quand la droite est simple, un seul des mécanismes de fluage est activé. En revanche, si plusieurs mécanismes sont concurrents, on observe différentes droites. Les pentes de chacune des droites donnent des énergies d'activation correspondant à chacun des mécanismes prépondérants. Dans la Figure 67, la courbe II possède Q_2 qui représente l'énergie d'activation à basses température. Ces interprétations sont appropriées dans le cas où l'énergie d'activation est indépendante de la contrainte.

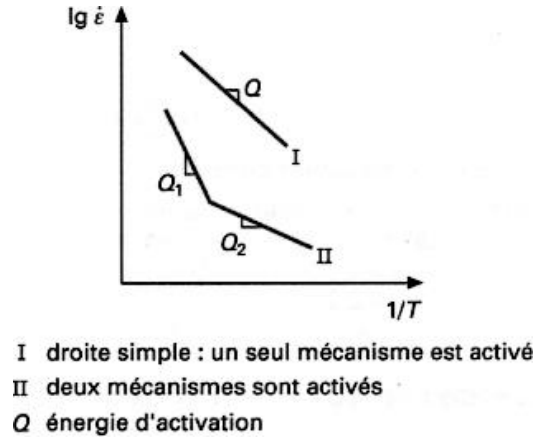


Figure 67 Courbes logε̇-1/T pour déterminer l'energie d'activation

Dans le cas de faible contraintes, quand $log\dot{\varepsilon}$ est en fonction de $log\sigma$, une droite est obtenue. Les expressions utilisées sont des lois en puissance qui sont appelées aussi loi de Norton sous de la forme de :

$$\dot{\varepsilon} = A\sigma^n \qquad 27$$

Avec A et n paramètres ajustables. Pour un large intervalle de contrainte, on obtient souvent deux droites (ou plus), e.g.Figure 68. Donc la vitesse de déformation est exprimée par :

$$\dot{\varepsilon} = A_1\sigma^{n_1} + A_2\sigma^{n_2} \qquad 28$$

Avec n_1 et n_2 pentes de chacune des droites.

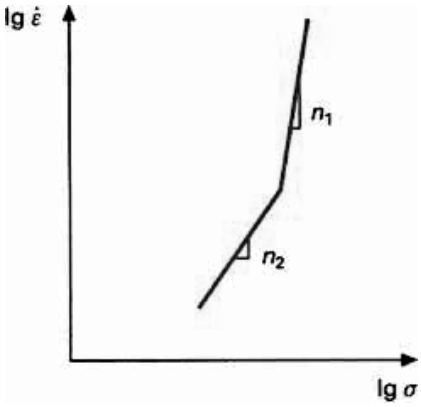


Figure 68 Exposant de contrainte dépendant de plage de contrainte

Le paramètre n est appelé coefficient de sensibilité à la contrainte :

$$n = [\frac{\partial log\dot{\varepsilon}}{\partial log\sigma}]_{T,\mu s} \quad 29$$

Avec µs pour microstructure constante.

En général, les valeurs de n pour les alliages métalliques de type solutions solides sont comprises entre 3 et 5.

Dans le cas de forte contrainte appliquée, la vitesse de déformation s'accroît de manière très rapide avec l'augmentation de la contrainte. La vitesse de déformation est représentée par :

$$\dot{\varepsilon} = Aexp(\alpha\sigma) \quad 30$$

Avec A et α ajustables.

Pour représenter la variation de la vitesse dans un grand intervalle de contrainte, la loi suivante a été proposée :

$$\dot{\varepsilon} = Asinh(\alpha\sigma)^n \quad 31$$

Avec A α et n ajustable.

1.3 Fluage durant Nano indentation

Le phénomène de fluage est souvent observé durant l'indentation. Il peut influencer les mesures de module réduit et la dureté. Il est conseillé d'avoir un période de maintien de 10 à 60 s pour éliminer cet effet de fluage sur la mesure des propriétés élastiques. Durant ce maintien, les données de fluage peuvent aussi être extraites. La contrainte représentative durant le maintien peut être représentée par la force appliquée F divisé par l'aire de projection A_p:

$$\sigma = \frac{F}{A_p} \qquad 32$$

La vitesse de déformation sous l'indenteur pyramide peut être calculée par :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{1}{h}\frac{dh}{dt} \qquad 33$$

Il existe différents méthodes pour analyser les propriétés de fluage par nano indentation.

1.3.1 « Constant load » méthode (CL)

Durant l'indentation, la partie fluage apparait dans la période de maintien. Pendant le maintien, la force maximum est constante. La profondeur de pénétration augmente durant le maintien, ce qui permet de déduire des contraintes. La courbe de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte peut être obtenue en suivant les procédures décrites dans la Figure 69. Cette méthode peut être aussi appliquée sous différentes températures pour obtenir l'énergie d'activation. La méthode « Constant load » est la méthode le plus populaire. Les avantages de cette méthode est la facilité et la rapidité.

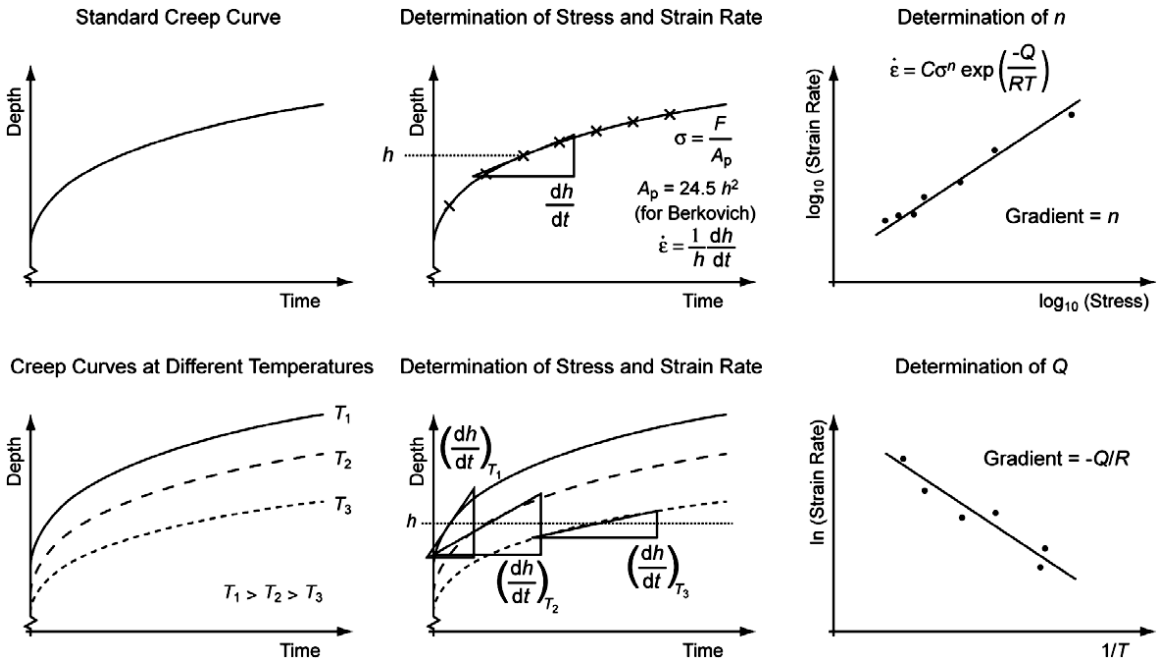


Figure 69 Le principe de la méthode CL (R.Goodall, 2006)

Goold et al. (R.Goodall, 2006) ont travaillé sur quinze matériaux différents avec cette méthode. Ils concluent que cette méthode est fiable sur la caractérisation des alliages de soudure. Pour les matériaux qui ont une haute température de fusion, les valeurs d'exposant de contraintes obtenues sont beaucoup plus élevées que les valeurs obtenues à partir des essais conventionnels. Ceci est dû au fait que pour ces matériaux, sous l'action des contraintes appliquées, il faut une longue période de maintien pour atteindre le fluage secondaire où la vitesse de déformation est constante. Dans leur travail, le temps de maintien n'est pas suffisamment long, le fluage primaire a affecté les résultats obtenus. Goold et al. proposent que pour évaluer les propriétés fluage des matériaux de haute température fusion, une grande période de maintien et les essais sous différentes températures sont nécessaires. Raman et Berriche (V.Raman, 1992) ont obtenu une plage valeur de n pour Sn entre 6.7 et 8.1. Ce résultat correspond bien avec la littérature.

1.3.2 « Constant depth » méthode

Pour appliquer cette méthode la profondeur de pénétration est maintenue constante. La force diminue en gardant la pénétration constante. La façon de l'analyse est comparable avec l'essai de relaxation conventionnel.

La plus grande difficulté d'application de cette méthode est d'assurer la profondeur de pénétration constante, ce qui n'est pas toujours facile. Cette méthode n'est pas très utilisée.

1.3.3 « Constant rate of loading » méthode (CRL)

Mayo et Nix (M.J. Mayo, 1988) proposent des essais avec une vitesse de chargement constante, la vitesse de pénétration peut rester constante et la vitesse d'écoulement de matière rentre dans un état stable. La sensibilité à la contrainte peut être résolue par la contrainte représentative et la vitesse de déformation. Les courbes pour analyser l'exposant de contrainte, présentées par Mayo et Nix, sont montrées dans la Figure 70.

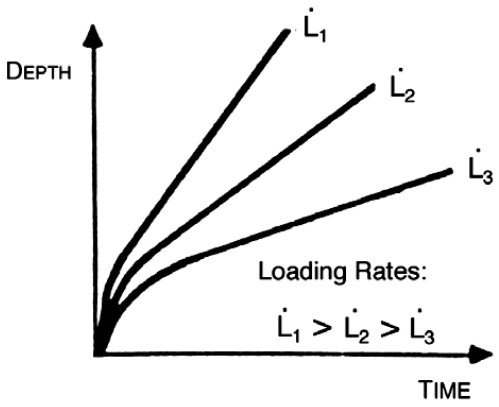


Figure 70 Les courbes de déplacement-temps présentées dans (M.J. Mayo, 1988)

Les courbes montrent un régime linéaire à grande profondeur de pénétration. Ce phénomène est lié au durcissement du matériau, la vitesse de changement de l'aire de projection diminue car le matériau se durcit. Si on indente sur un matériau élasto-plastique parfait (sans l'effet d'écrouissage), la courbe charge-profondeur doit suivre une relation de racine carrée mais pas linéaire. Donc la vitesse d'écoulement n'est pas constante.

1.3.4 « Constant indentation strain rate » method (CSR)

La vitesse de déformation peut être contrôlée via le contrôle de la vitesse de chargement. La question à poser est si la vitesse de déformation constante correspond bien au fluage stationnaire. Néanmoins la méthode a été appliquée par Lucas et Oliver (B.N.Lucas, 1999). L'énergie d'activation Q_a et la sensibilité à la contrainte n de l'Indium sont étudiés. Leurs résultats sont en accord avec la littérature. La valeur de n obtenue par méthode CSR pour l'indium est 7.3. Elle est plus proche de la valeur de littérature qui est de 7.6, alors que la valeur obtenue par la méthode CL est de 6.3.

1.4 Alliages et Analyse microstructure

Les matériaux utilisés comme les joints de connexion doivent avoir une température de fusion faible ainsi qu'une bonne mouillabilité. L'alliage Sn-Pb est utilisé depuis longtemps. Mais le plomb (Pb) est considéré comme un élément toxique. Depuis 2002, l'utilisation de Pb est déconseillée pour fabriquer des composants électriques. Selon les normes en vigueur: le Pb doit complètement remplacé par d'autres éléments avant 2014. Comme le Pb est utilisé depuis longtemps, les infrastructures des systèmes électroniques se sont adaptées à ses propriétés. e.g. L'alliage Sn-Pb contient généralement deux phases : la phase Sn et la phase Pb. La phase Pb est très souple et elle peut supporter une grande déformation. Au contraire, les alliages Sn contiennent environ 5% de phase intermétallique. Ces intermétalliques sont petits et durs. La phase Sn supporte toute la déformation sous charge. La phase Sn est moins ductile que la phase Pb ce qui fait que les soudures à base de Sn sont plus raides que les alliages Sn-Pb. Ceci induit une concentration de contrainte sur les composants en contact. Cette différence exige une reconfiguration des circuits imprimés et des substrats car la conception de ces composants est basée sur les propriétés d'alliage Sn-Pb. Une connaissance de l'alliage sans plomb est importante pour la production et pour évaluer la fiabilité du produit fini. L'alliage sans plomb contient essentiellement de Sn. Il ne contient qu'une faible dose des autres éléments. Elément Sn est situé à la cinquième colonne dans le tableau d'élément périodique. β Sn ; forme allotropique de Sn de 13°c à 162°c a une structure tétragonale centrée (Figure 71).

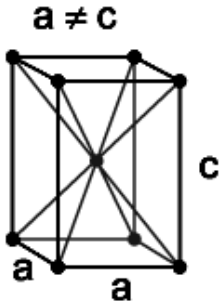
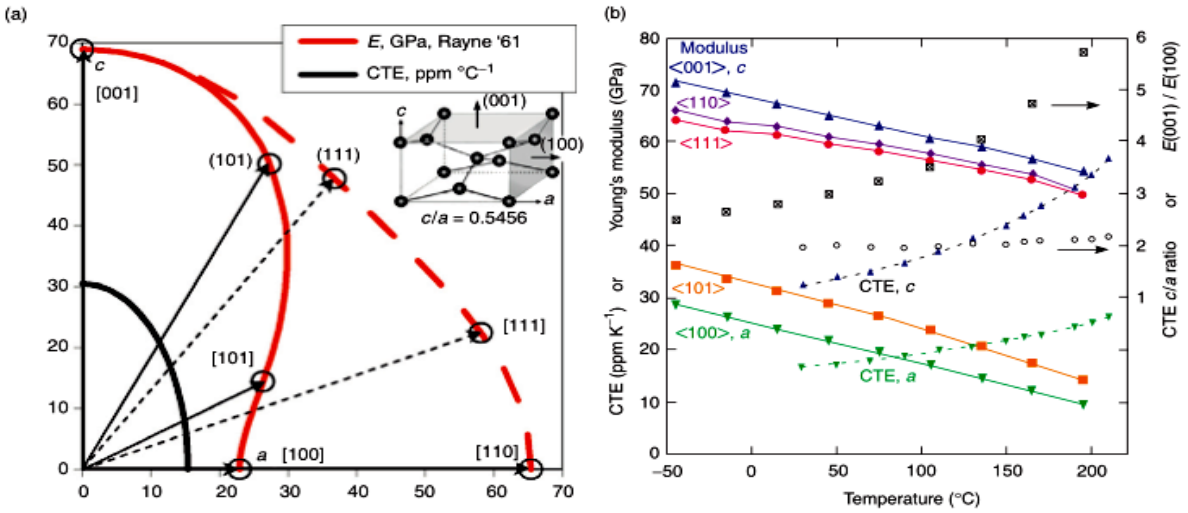


Figure 71 Réseau de bravais de Sn-Tétragonale centré

C'est une structure cristalline entre le cubique centré (diamant, Si, Ge) et le cubique face centré (Pb). β Sn a une couleur blanc, il peut se transformer en α Sn, qui est gris et qui possède une structure cubique centré. Dans le cas général, la structure stable de Sn est la structure β. La transformation de la structure β à la structure α est parfois observée avec un maintien long sous base température (au-dessous de 13.2°C). Cette transformation de structure cristalline peut causer les fissures internes (T.R.Bieler T. , 2010). La Figure 72 montre la propriété anisotropique de β Sn.



a) Anisotropie CTE et du module d'Young de β Sn (T.R.Bieler H. L., 2008)
b) Evolution de CTE et module en fonction de la température (T.R.Bieler H. L., 2008; D.G.House, 1960; V.T.Deshpande, 1962)

Figure 72 Les propriétés anisotropies de β Sn

La Figure 72 a) montre l'anisotropie du module d'Young et du coefficient de dilatation thermique (CET) de β Sn. La variation de CET est d'un facteur de 2 en fonction de

l'orientation cristalline. La variation du module d'Young est d'un facteur de 3 en fonction de la direction cristalline. La Figure 72 b) montre les évolutions du module et du CET de différentes directions cristallines en fonction de la température. Le CET varie peu en fonction de la température mais le module de Young est beaucoup plus sensible à la température. En comparant avec Pb, Sn a une plus grande conductibilité. C'est l'un des points positifs de l'alliage sans plomb. Aussi son entropie de fusion est plus importante que celle des métaux cubiques centrés. Cela signifie que Sn émet plus d'énergie lors du changement de la phase liquide (amorphe) en phase solide (cristallin). Cette propriété rend Sn une plus grande surfusion. Cette surfusion peut atteindre 50° durant la procédure de bumping. Avec cette surfusion, le nucléation de Sn est très rapide donc Sn a souvent une seule direction cristalline (mono cristallin) ou quelques directions cristallines (multi cristallins). (T.R.Bieler T. , 2010). Dans le Tableau 4, on montre les propriétés des éléments souvent appliquées dans les composants microélectroniques.

Propriétés	Pb	Sn	Ge	Si	Al	Cu	Ag	Au
CET ppm/K	29.1	15-30	6.1	2.49	24	16.4	19.6	14.4
Résistance électrique	20.8	13-20	50	125	210	385	419	301
Conductivité thermique W/m –K	33	63.2	64	124	210	385	419	301
T (fution) –K	327.5	232	937.4	1412	660.4	1083	962	1064
Entropie fusion J/mol - K	8.3	14	28.7	30	11.2	9.6	9.2	9.7
Module élastique GPa	10-40	22-69	103-155	131-196	64-76	67-192	44-120	43-116
Limite élastique MPa	<5	10			15	33		
Résistance mécanique MPa	18	220	150	270	182	210	140	120

Tableau 4 Les propriétés des éléments dans les composants microélectroniques

Les alliages à base de Sn sont fortement étudiés afin de trouver un alliage qui peut remplacer Sn-Pb. Ag et Cu sont deux éléments souvent utilisés comme élément d'addition dans les alliages sans plomb. Dans les alliages SnAgCu, SnAg et SnCu, la matrice Sn possède

des propriétés physiques similaires au Sn pur. Mais les cristaux de Sn forment des macles cycliques qui ne sont pas souvent observés dans Sn pur (L.P. Lehman, 2004; P. Borgesen, 2007). Un modèle d'une macle cyclique issu le travail de Lehman (L.P.Lehman, 2010) est montré dans la Figure 73.

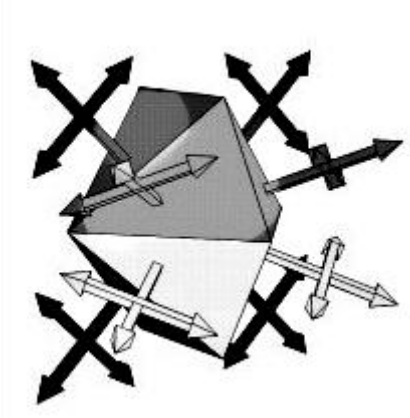


Figure 73 Modèle de macle cyclique de vue {101}, la nucléation se base sur les plans {110}

La morphologie des grains de Sn est très sensible à la composition, volume de la soudure et la température de bumping. Même les grains de Sn s'organisent de façon aléatoire, certaines morphologies apparaissent souvent. Lehman et al. (L.P.Lehman, 2010) ont conclu que l'arrangement le plus caractéristique des grains Sn pour les alliages sans plomb SnAgCu est une structure qui ressemble à celle d'un ballon de plage. Les grains sont comme des rayonnements émanant d'un point. Chaque grain a une direction (un couleur ou une nuance sous les lumières polarisés). 3 directions dominantes sont souvent observées dans la soudure.

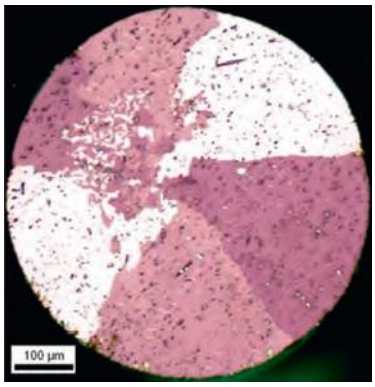


Figure 74 Microstructure d'une soudure SAC sous la forme de ballon de plage (L.P.Lehman, 2010)

Quand l'alliage ne contient pas de Cu, la soudure se compose en petits grains poly cristallins. Pour les alliages SnCu, les grains de Sn sont sous la forme de plaque (Figure 75 a)). La microstructure de l'alliage SnAg possède des petits grains de Sn (Figure 75 b))

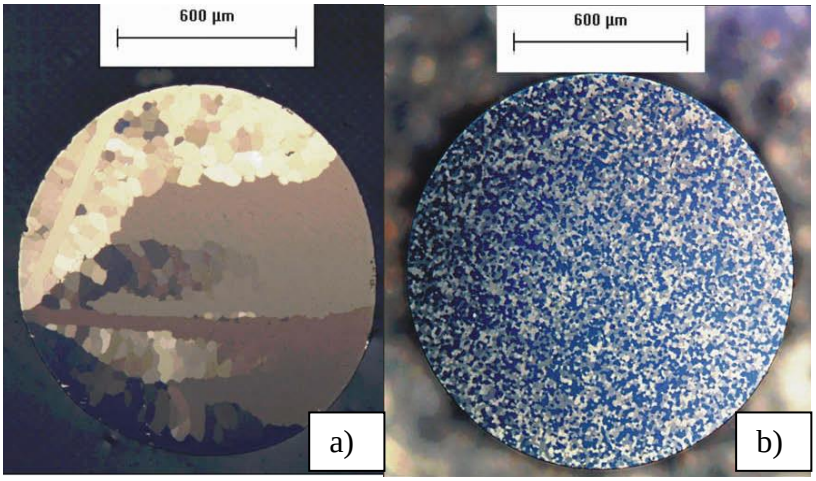


Figure 75 a)Microstructure d'une soudure SAC sous la forme des plaques (L.P.Lehman, 2010) ; b) Microstructure d'une soudure SnAg : les grains de Sn

Comme Sn à une faible solubilité, la phase secondaire donc la phase eutectique se précipite dans la matrice Sn. Phase β Sn séparée par la phase eutectique est la microstructure le plus commune. La phase Sn est souvent sous une forme dentaire. OCHOA et al. (F.Ochoa, 2004) ont travaillé sur l'effet de la vitesse de refroidissement sur la microstructure de l'alliage Sn3.5Ag.

Les conditions de refroidissement à l'eau avec une vitesse de 24° /s, refroidissement dans l'aire avec les vitesses de 0.5°/s et 0.08° /s sont étudiés. Une grande vitesse de refroidissement, e.g.24°/s, cause une solidification non équilibrée avec de fins précipités de Ag_3Sn sous forme sphérique dans la phase Sn. Avec 0.5°/s refroidissement, les grains de Sn sont plus grands à l'intérieur de la zone Sn, mais il y a aussi des petits grains Sn grains mélangés avec les Ag_3Sn. Avec une petite vitesse de refroidissement, e.g.0.08°/s, la solidification atteint l'équilibre et Ag_3Sn précipite, sous forme d'aiguille, dans la phase Sn. Les microstructures de l'alliage en fonction des différentes vitesses de refroidissement sont montrées dans la Figure 76.

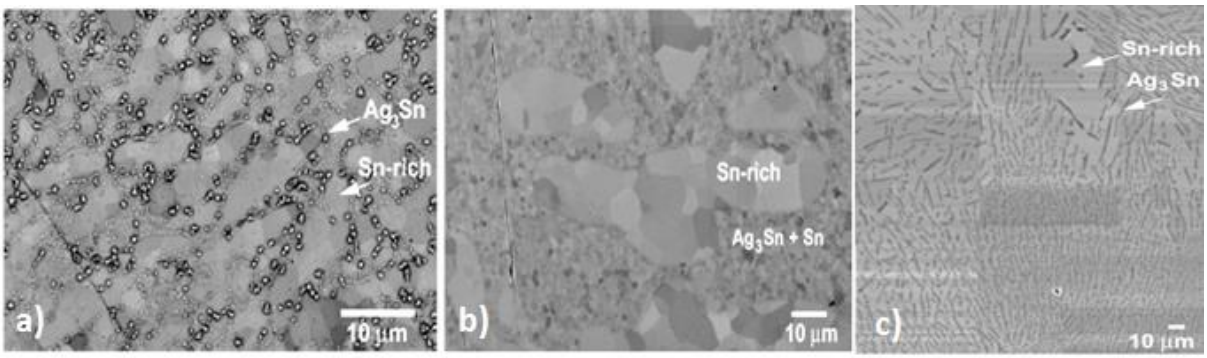


Figure 76 Effet de refroidissement sur la microstructure : a) Microstructure Sn3.5Ag(2.4°/s) ; b) Microstructure Sn3.5Ag(0.5°/s) ; c) Microstructure Sn3.5Ag(0.08°/s)

Les différentes microstructures provoquent des différences de propriétés mécaniques. Les alliages Sn-Cu étaient populaires mais ils ont une faible résistance à l'oxydation et au fluage. Pour améliorer ces propriétés, une addition d'Ag est proposée. Le pourcentage d'Ag influence également la microstructure d'alliage (Figure 77) et modifie les propriétés mécaniques.

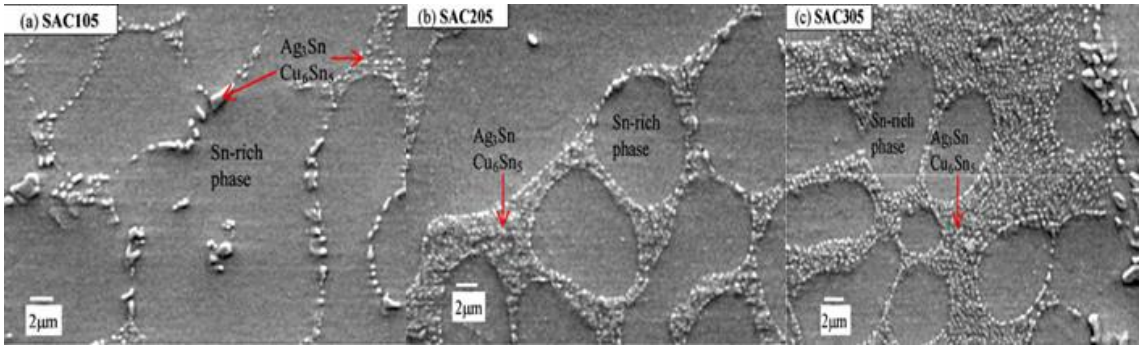


Figure 77 Influence de pourcentage de Ag sur la microstructure d'alliage SAC (F.X.Che W. E., 2010) : a) Microstucture de l'alliage sans plomb avec 1% Ag ; b) Microstucture de l'alliage sans plomb avec 2% Ag ; c) Microstucture de l'alliage sans plomb avec 3% Ag

Les relations entre les propriétés mécaniques et le pourcentage d'Ag peuvent être représentés par les équations analytiques (F.X.Che W. E., 2010). L'alliage Sn-3%Ag-0.5%Cu (SAC305) est un alliage le plus populaire. Suite au développement sur les alliages sans plomb, les études ont prouvé qu'une diminution du pourcentage d'Ag n'est pas seulement intéressante pour la raison économique, elle augmente aussi la capacité à dissiper de l'énergie plastique (S.Daewoong, 2007) sous l'action d'une sollicitation mécanique. Les alliages avec un bas pourcentage de Ag deviennent intéressants (M.Tanaka, 2006). Une faible addition de

Nickel peut améliorer la fiabilité lors d'utilisation. Che et al. (F.X.Che W. E., 2010) ont travaillé sur l'influence de pourcentage de Ni sur les propriétés de tels alliages. Ils ont constaté que les alliages avec 500ppm nickel sont plus ductiles que ceux avec 200ppm de Ni à cause d'une diminution de la phase Sn (Figure 78).

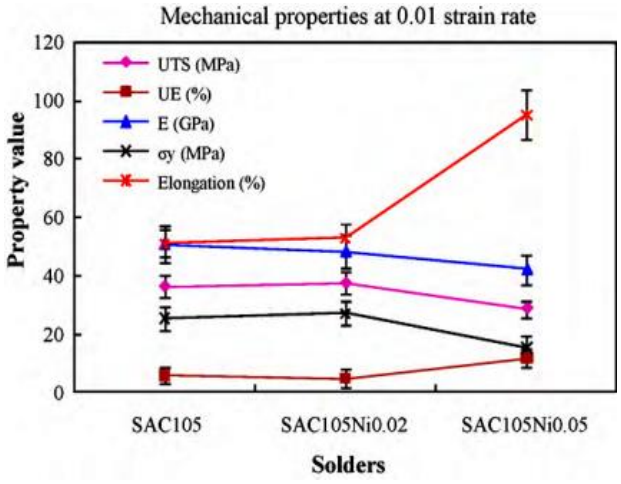


Figure 78 Comparaison des propriétés mécaniques avec différent pourcentage de Ni (F.X.Che W. E., 2010)

1.5 Effet Bumping

Les propriétés mécaniques globales des alliages peuvent être déterminées à partir des essais conventionnels. La comparaison et la sélection d'alliage peuvent se faire par cette méthode. Mais les propriétés mécaniques établies à l'aide des éprouvettes taillées dans la masse ne sont pas adéquates sur l'application microélectroniques à cause de l'effet de bumping et de la différence d'échelle. Pendant le « bumping », sous l'effet de la diffusion, les nouveaux composants se forment dans les soudures. Ces nouveaux produits se précipitent dans la soudure modifiant la microstructure de la soudure.

La couche IMC se forme entre l'UBM et la soudure pendant la procédure de reflow (une étape de bumping). La composition et la morphologie intermétallique dépendent fortement de la soudure, de l'UBM et à la procédure de bumping. La Figure 79 montre l'évolution de la morphologie de la couche intermétallique, $(Cu\ Ni)_6Sn_5$ qui se forme entre Sn-Cu (soudure) et Ni. Le substrat, sous différentes condition de reflow (J.W.Yoon, 2006).

Dans cette étude, le temps et la température de reflow influencent fortement la morphologie de la couche IMC.

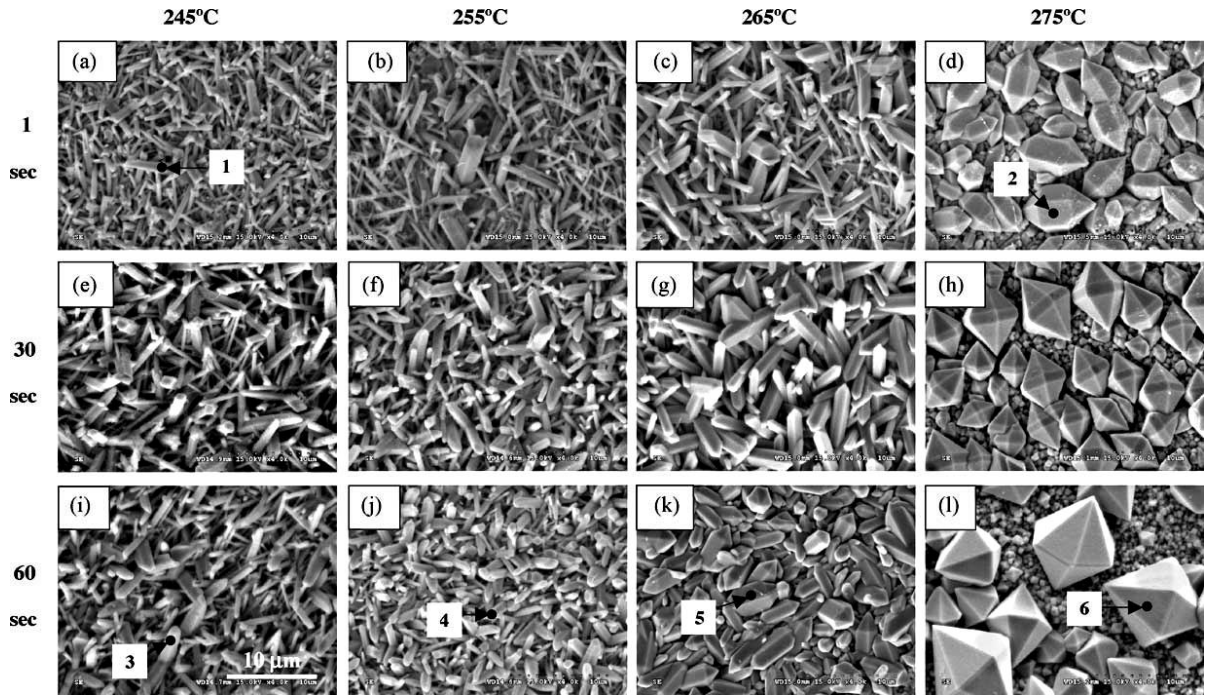


Figure 79 Evolution de la morphologie de (CuNi)6Sn5 en fonction des conditions (le temps et la température) de reflow (J.W.Yoon, 2006)

A part le reflow, le temps de traitement thermique aussi influence la formation de IMC. Che et al. (F.X.Che J. , 2012) ont observé la croissance de l'IMC qui se forme entre le SAC387 soudure et ENIG type UBM. IMC. Après le reflow, la morphologie de la couche IMC est irrégulière et sous forme d'aiguille, sa composition est $(Cu,Ni)_6Sn_5$. Après multi reflow ou un traitement thermique l'IMC du type $(Cu,Ni)_3Sn_4$ commence à se former entre $(Cu,Ni)_6Sn_5$ et l'UBM. Après 260h de traitement thermique, l'IMC sous la forme d'aiguille prend une forme de pétoncle. La croissance de l'épaisseur d'IMC dépend aussi du temps de traitement thermique (Figure 80).

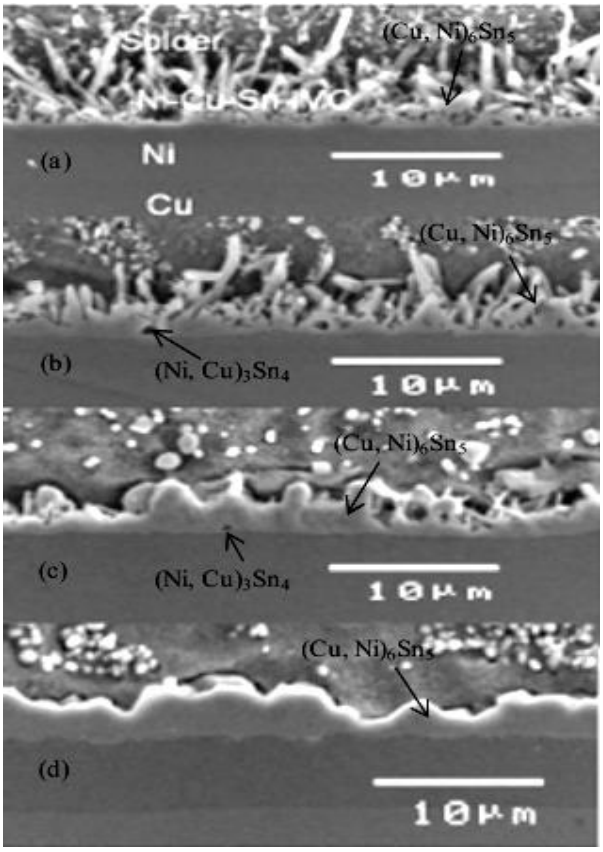


Figure 80 La croissance de l'IMC après traitements thermiques à 120°C a)0h b) 120h c) 260h d) 500h (F.X.Che J. , 2012)

Les fins précipités dans la soudure peuvent apporter un effet de renforcement. Par contre un grand volume de précipités, e.g Ag_3Sn, provoque la rupture fragile. Il est souvent à l'endroit où l'initiation de fissure apparait. Des précipités Ag_3Sn de grand volume se forment dans l'alliage où se trouve un grand pourcentage d'argent, e.g.Sn3.5Ag0.7Cu, Sn3.9Ag0.6Cu. La Figure 81 montre différentes morphologies de précipité Ag_3Sn qui se génèrent entre la soudure Sn3.9Ag0.6Cu et différents substrats. En choisissant les alliages qui contiennent une faible proportion Ag-Cu, cela permet d'éviter des inclusions de grand volume. (K.S.Kim, 2003).

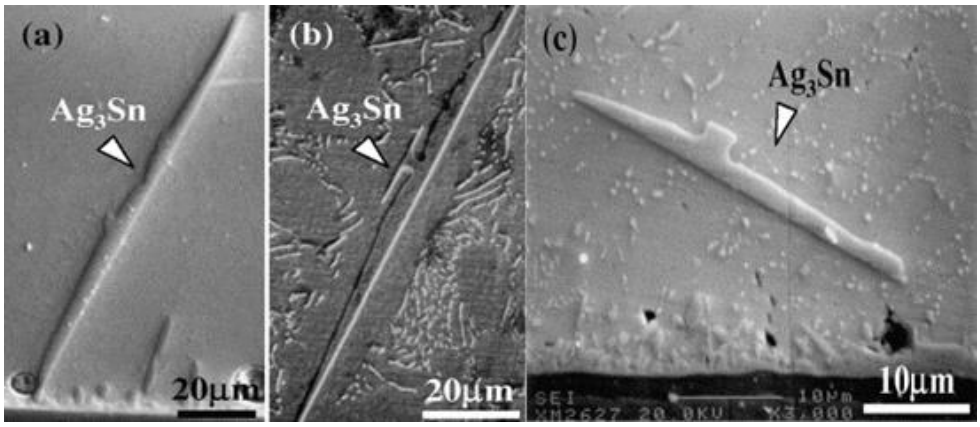


Figure 81 Sn3.9Ag0.6Cu sur a) substrat Cu b) substrat acier inoxydable c) substrat Cu revêtu AuNi (K.S.Kim, 2003)

La procédure utilisée dans l'industrie électronique peut conduire à la création des composés qui ne sont pas seulement concentrés près de l'interface. L'UBM type ENIG (electroless Ni/immersion Gold (Au)) est souvent utilisé dans la micro-électronique. Pendant le reflow, la couche Au (la couche anti oxydation de l'UBM) est très vite diffusée dans la soudure. Peng (S.P.Peng, 2010) a observé la dispersion de la couche Au dans la soudure pendant les première 5s de reflow. La Figure 82 montre la dispersion de Au composant après 30s reflow dans l'alliage SAC305 (F.Q.Li, 2006).

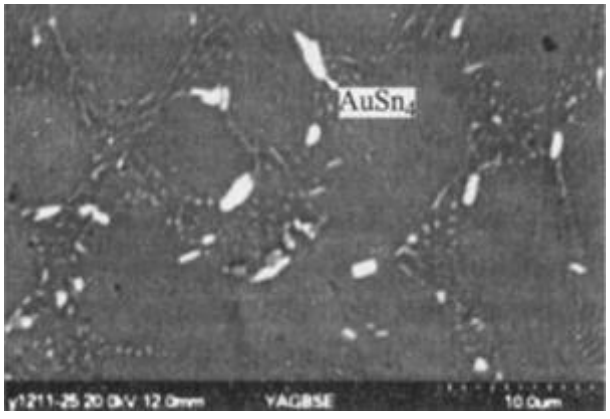


Figure 82 Formation de AuSn4 dans la soudure SAC305 après 30s de reflow (F.Q.Li, 2006)

1.6 Les essais conventionnels et essais in situ

Aujourd'hui, grâce à la simplicité et la précision, les essais conventionnels sont souvent appliqués pour avoir une connaissance globale des propriétés des matériaux. De

nombreux travaux concernant la caractérisation de soudure sans plomb par les essais conventionnels ont été effectués. Les essais les plus courants sont l'essai de traction et l'essai de fluage. Che et al. ont étudié l'influence de pourcentage de Ag et Ni sur les propriétés elasto-plastiques des alliages SnAgCu et SnAgCu-Ni avec des essais de traction (F.X.Che W. E., 2010). OCHOA et al. (F.Ochoa, 2004) ont étudié l'influence de la vitesse de refroidissement sur les propriétés de fluage de l'alliageSn3.5Ag. Ils ont constaté qu'une grande vitesse de refroidissement induit un raffinement de la microstructure. Ce dernier conduit à l'augmentation de la résistance au fluage. Les fins précipités formés avec une grande vitesse de refroidissement empêchent le glissement entre les grains. Grâce à une microstructure raffinée l'interaction entre les précipites et la dislocation augmente. Par contre, la vitesse de refroidissement n'influence pas ni le type de dislocation, ni l'énergie d'activation. Une augmentation de la température favorise la montée des dislocations.

Avec l'évolution de la technologie, les essais mécaniques sur les échantillons de petite taille deviennent possibles. Les travaux récents sur les alliages sans plombs témoignent de l'utilisation des échantillons qui sont dans la même échelle qu'un joint de connexion. Le micron force testeur et nanoindenteur sont des équipements souvent utilisés.

Guo et al. (F.Guo, 2003) ont étudié la résistance au fluage de SAC405 SANi355 et SAC21Ni1 en utilisant les joints de soudure simples comme l'éprouvette (Figure 83 a)), qui ont une dimension comparable à une vraie soudure. Les essais de cisaillement ont été effectués. Song et al. (J.M.Song, 2006) ont travaillé sur les propriétés de fluage de Sn3.5Ag, SAC305 et Sn0.7Cu avec un support d'échantillon qui contient neuf joints de soudures soudés entre les plots de cuivre et les métallisations Au/Ni (Figure 83 b)). Wise et al. ont comparé les propriétés d'éprouvettes massives, le joint de soudure de flip chip soudé entre deux plots de UBM (Figure 83 c)) et le joint de soudure de PCB soudé entre UBM et plot de cuivre (Figure 83 d)) qui ont subis des traitements thermiques différents. Leurs études ont démontré que les propriétés de fluage sont fortement influencées par le type d'échantillon, le traitement thermique ainsi que la métallisation.

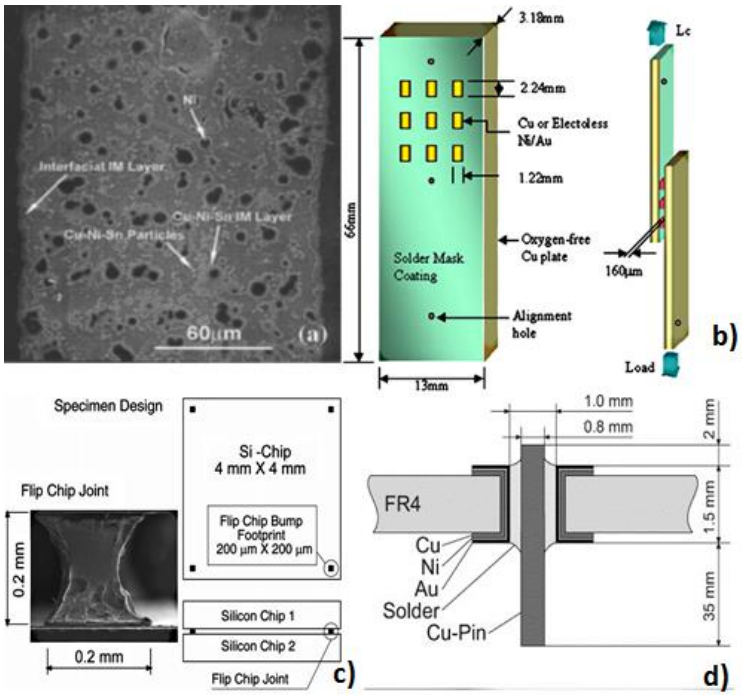


Figure 83 Les échantillons des essais in situ : a) Eprouvette cisaillement dans l'etude observé sous MEB (F.Guo, 2003) ; b) Eprouvette cisaillement dans (J.M.Song, 2006) ; c) Eprouvette joint de soudure flip chip (S.Wiese, 2007) ; d) Eprouvette joint de soudure PCB (S.Wiese, 2007)

En comparant avec le travail de (F.Ochoa, 2004), basé sur les éprouvettes massives, Kerr et Chawala (M.K.Chawala, 2004) ont aussi travaillé sur Sn3.5Ag. Dans cette étude ; les éprouvettes utilisées ont des diamètres 1mm de joints de soudure soudées entre les bars de cuivre. La Figure 84 a) et b) montrent la courbe, le taux de déformation normalisé en fonction de la contrainte normalisée de l'éprouvette massive et les courbes de taux de déformation normalisé en fonction du cisaillement normalisé de l'éprouvette représentative du joint de soudure. Pour l'éprouvette massive, l'énergie d'activation est indépendante de la température. Par contre, pour l'éprouvette de soudure similaire, l'énergie d'activation varie en fonction de la température. Ces travaux soulignent la différence de comportement en fluage entre différents types d'éprouvette de taille différente.

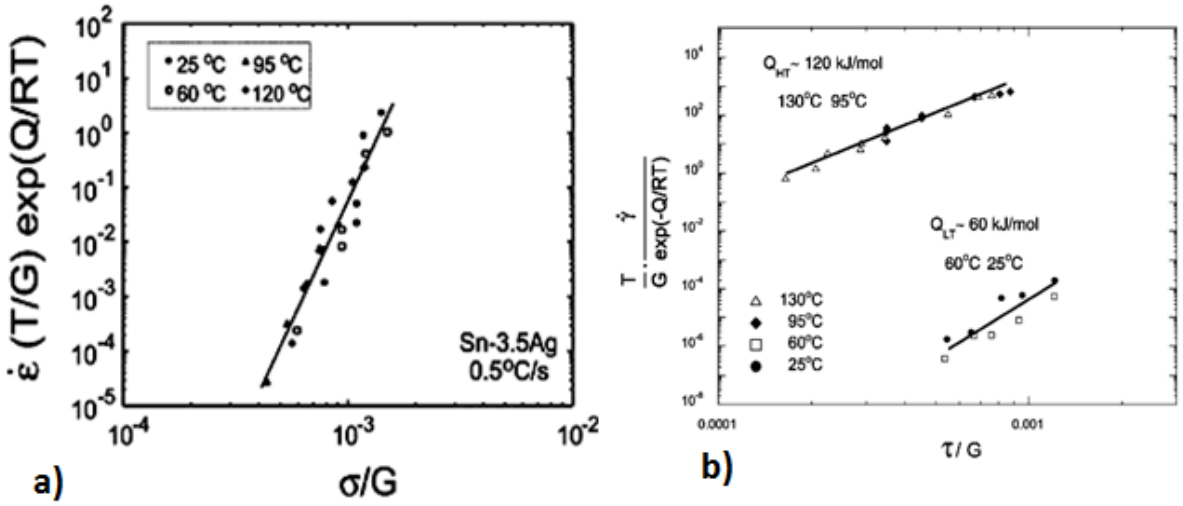


Figure 84 L'énergie activation d'éprouvette massive et éprouvette représentative de joint de soudure (alliage Sn3.5Ag) : a) Energie d'activation indépendante de la température pour l'éprouvette massive (F.Ochoa, 2004) ; b) Energie d'activation dépendant de la température pour soudure similaire éprouvette (M.K.Chawala, 2004)

Dans le travail de (Y.H.TianRong, 2012), l'effet d'IMC sur la rupture en traction in situ est étudié. Ils utilisent des soudures SAC305 soudées sur des substrats de Cu comme éprouvette. Pour les échantillons qui ne subissent qu'un simple reflow, les fissures se trouvent sur le joint des grains (Figure 85). Après avoir subi multiple reflow, la soudure est affaiblie par la croissance des IMCs. Les fissures s'initient dans la couche IMCs (Figure 86 a)) et les grands précipités se fracturent en plusieurs petits segments. Ceci est une source d'endommagement (Figure 86 c)).

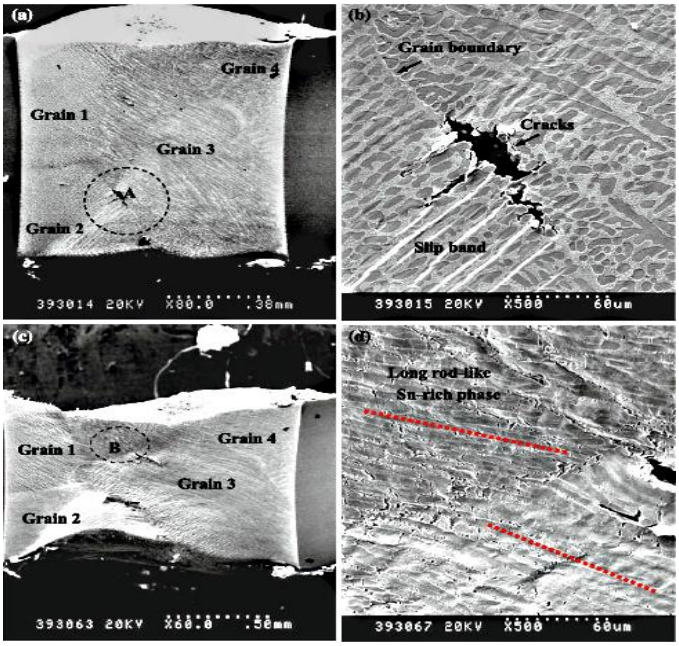


Figure 85 Zone d'endommagement d'échantillon après simple reflow a) déformation 5.3%, b) zoom zone A, c) déformation 53.2%, d) zoom zone B

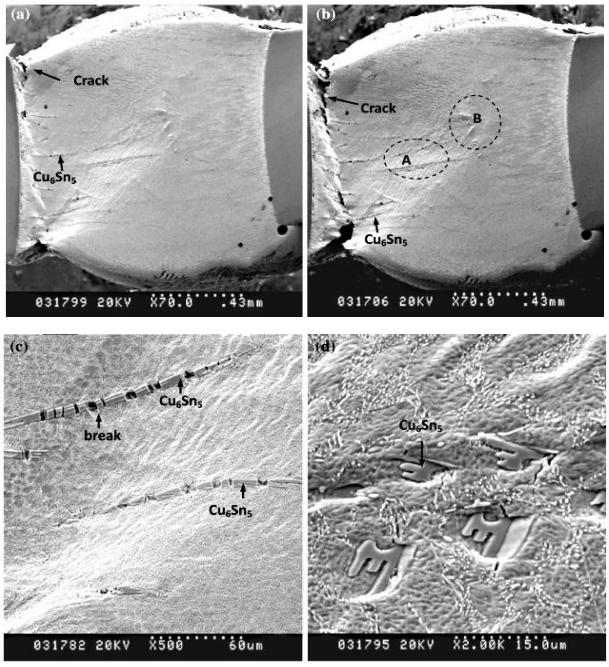


Figure 86 Zone d'endommagement d'échantillon après multi reflow a) déformation à13.3%, déformation à 54.8%, c) zoome de zone A, d) zoome de zone B

En comparant avec le micron force testeur, l'avantage de nanoindentateur est que nous pouvons prendre le joint de soudure du produit fini comme éprouvette. Les précipités dans la soudure peuvent être également mesurés.

Goodall and al (R.Goodall, 2006) ont démontré la possibilité de caractérisation des propriétés de fluage d'une soudure sans plomb par nanoindentaiton avec la méthode à force constante (constant load -CL) méthode. Niranjani et al (V.L. Niranjani, 2012) ont comparé les résistances au fluage d'alliage Sn3.5Ag avec différents pourcentage de nickel par nano indentation avec la méthode CL. Ils ont trouvé qu'une augmentation de pourcentage de Ni augmente la résistance au fluage (Figure 87 a)). Aussi avec la méthode CL, Marques et al. (V.M.F.Marques B. W., 2013; V.M.F.Marques C. P., 2013) ont travaillé sur les joints de soudure de SAC305 qui ont un diamètre 600µm. Le module d'Young, la dureté et les propriétés fluage de la phase eutectique, de la phase β-Sn et de l'inclusion sont étudiés. La phase eutectique a une plus grande sensibilité à la contrainte que la phase β-Sn (Figure 87 d)).

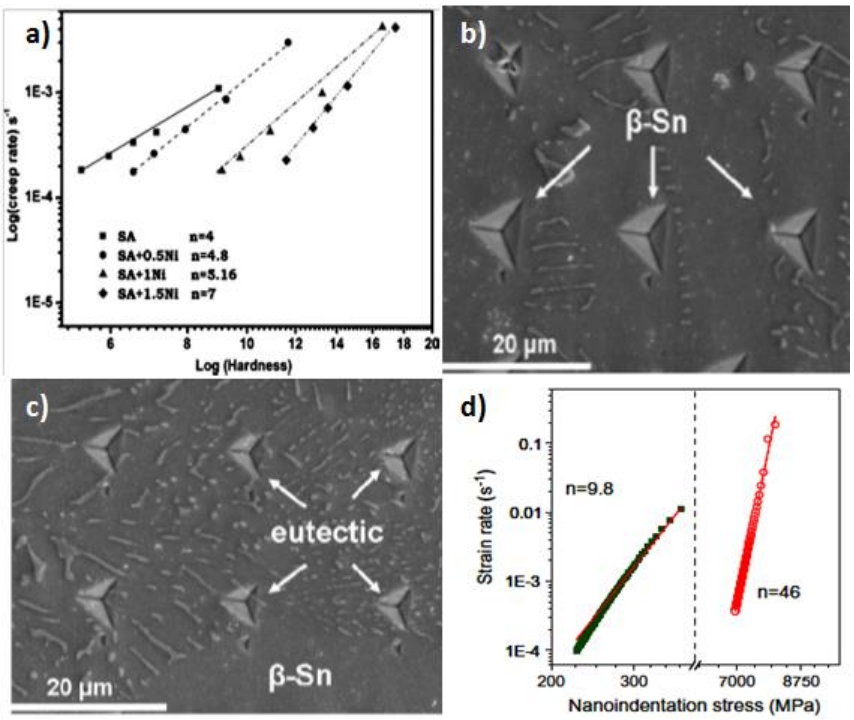


Figure 87 Caractérisation des propriétés fluage par CL méthode : a) Effet de Ni sur le fluage ; b) Empreintes sur la phase β-Sn (V.M.F.Marques B. W., 2013) ; c) Empreintes sur la phase eutectique (V.M.F.Marques B. W., 2013) ; d) Comparaison des sensibilités à la contrainte de β-Sn et la phase eutectique (V.M.F.Marques C. P., 2013)

Les propriétés d'IMCs sont aussi fréquemment étudiées par la nanoindentation car la morphologie des intermétalliques influence directement les propriétés du joint de soudure. Ils influencent indirectement la durée de vie du composant microélectronique e.g. la croissance de la couche IMC et sa grande dureté diminuent la durée de vie du composant

sous cyclages thermiques (F.X.Che W. E., 2010). Dans le Tableau 5 sont citées les propriétés élastiques IMCs caractérisées par la nanoindentation.

IMCs	Er (GPa)	Dureté (GPa)	Ref
Cu_6Sn_5	130+-0.9	6.67+-0.43	(V.M.F.Marques B. W., 2013)
Cu_3Sn	140+-13	6.18+-0.39	
(CuNi)Sn	130-210	4.2-6.67	(D.Ma, 2010; R.R.Chromik, 2003; H.Rhee, 2002)
Ag_3Sn	78.9+-3.7	3.25+-0.18	(X.Deng, 2004)

Tableau 5 Les propriétés d'IMCs caractérisés par la nanoindentation

Dans (V.M.F.Marques B. W., 2013) les propriétés de Cu_6Sn_5 et Cu_3Sn sont étudiées en fonction de la température. La Figure 88 illustre les courbes d'indentation sur Cu_6Sn à la température ambiante figure a) et 175°C b). Les ~~éclats de~~ déplacement nommés l'effet « pop in » sont observés sur ces deux courbes. L'effet de « pop in » apparait souvent sur la caractérisation de métaux mono-cristallins (Al,Ni, W) , semi-conducteur (Si,GaAs,InP) ou des matériaux cristallins ioniques (BaF2, CaF2). Ce phénomène est attribué à la nucléation de la dislocation voire à une transformation de déformation élastique à plastique associée à la dislocation. La déformation plastique apparait dans la zone de concentration de contrainte. Après la Figure 88, la température influence la force nécessaire pour atteindre la dislocation.

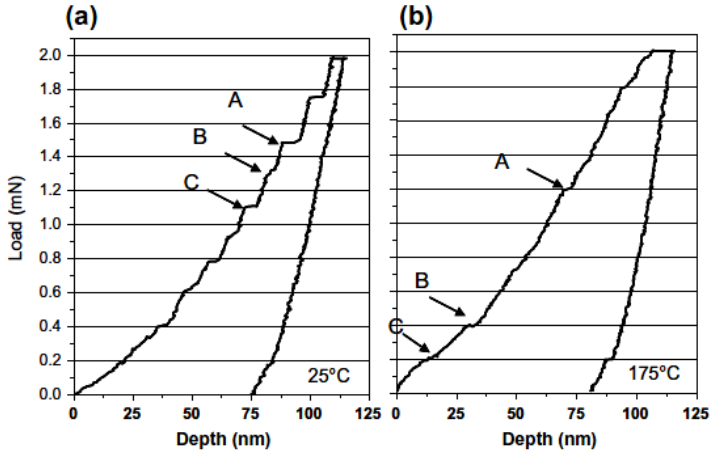


Figure 88 Les courbes de nanoindentation sur Cu_6Sn_5 à la température ambiante a) et à 175°C b)

2 Procédures Expérimentales

2.1 Préparation des échantillons

L'alliage de joint de connexion dans notre étude est le Sn1.2Ag0.5Cu0.05Ni (SACNi1255). La soudure de 220µm est réalisée sur une couche de métallisation (UBM) type ENIG. UBM a une structure multi-couches. Elle se compose d'une couche de Ti qui favorise l'adhésion avec le plot de Al, une couche Cu qui limite la diffusion, une couche de Ni qui représente la barrière chimique et une couche Au en contact avec la soudure. Cette couche sert à l'anti-oxydation. Durant la procédure de « bumping », sous l'effet de la température, les éléments Sn-Ag-Cu-Ni-Au réagissent entre eux. Les nouveaux composés se forment, les cristaux recristallisent et la microstructure change complètement par rapport à la soudure brute. Cet effet est nommé l'effet de « bumping »

.

Les matrices 2x2 de soudure (BGA 2x2) sont considérées comme l'éprouvette in situ. La matrice se trouve sur les puces type flip chip. La procédure de bumping des puces flip-chip est comparable à celle du futur produit 3Dice. La température pic de reflow est 255°C, la durée est de 55 secondes. Les soudures après bumping sont enrobées dans la résine à froid. Un polissage mécanique avec une finition de 0.5µm est effectué. Pour obtenir le corps de soudure, le polissage commence par le bas de soudure. Un polissage sur le profil de soudure donne le profil de la couche intermétallique et de la soudure. Pour obtenir la couche d'intermétallique, qui se situe entre la soudure et l'UBM, on enlève par la soudure par une attaque chimique. Pour ce faire, la puce est trempée dans l'acide acétique à 99% puis soumis dans un bain ultrason. Les corps de soudure sont dissous en 40min. La Figure 89 a) montre le profil du joint de connexion

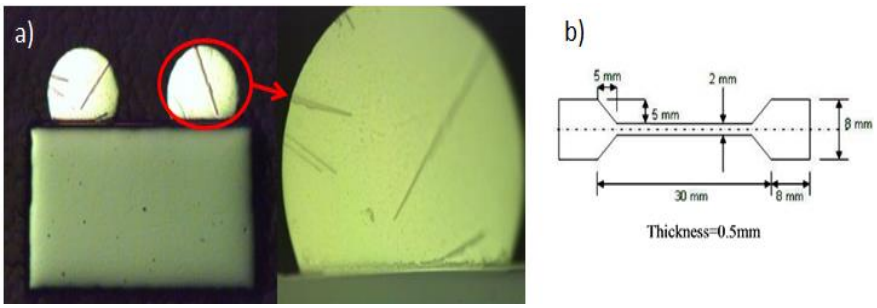


Figure 89 Les éprouvettes in situ a) et massive b)

Les éprouvettes massives de cet alliage sont aussi fabriquées. Les éprouvettes sont moulées dans un four de refusion à convection forcée. Le profil de température de moulage correspond à la condition de bumping. La Figure 89 b) montre la géométrie d'éprouvette massive. Un polissage mécanique avec une finition de 0.5µm est également effectué sur l'éprouvette massive pour la préparation d'analyse de microstructure.

2.2 Analyse microstructure

Les analyses de microstructure des éprouvettes sont effectuées sous un microscope optique et un MEB Jeol 6480 LV. Avec l'aide des diagrammes d'équilibre et une analyse par EDS, l'identification des phases constituant la microstructure est effectuée. Pour observer la structure des grains d'éprouvette in situ les lumières polarisés sont utilisées. L'illustration des lumières polarisées se trouve dans la section bibliographie.

2.3 Essai conventionnel

Les essais de traction en fonction de la température ont été effectués dans une étude précédente (Lecoq, 2010). Ses résultats montrent que les propriétés mécaniques de cet alliage dépendent fortement de la température et de sa faible température de fusion, ce qui fait que le fluage est actif même à la température ambiante. Donc, une étude de fluage est nécessaire.
Avec l'objectif d'éliminer l'erreur introduit par la différence d'équipements, les essais de traction sous la température ambiante sont aussi réalisés sur une machine Instron. Deux vitesses de chargement sont appliquées : 0.1mm/s et 1mm/s. Les essais de fluage sont

effectués sur l'éprouvette massive à quatre températures 50°C, 70°C, 80°C et 120°C. Les contraintes appliquées pour chaque température sont de 7MPa, 10MPa et 14MPa.

2.4 Essai de nanoindentation

2.4.1 Indentation sur éprouvette massive

Dans un premier temps, les essais de nanoindentation sont effectués sur l'éprouvette massive. Ces résultats sont comparés avec ceux obtenus sur les éprouvettes in situ. La vitesse de charge est contrôlée à 0.3mN/s. La force maximum est de 20mN. Le temps de maintien est de 120s. Les courbes sont moyennées pour obtenir le coefficient de sensibilité à la contrainte (exposant de contrainte) n par la méthode CL. Le module d'Young, la dureté et la valeur de n sont obtenus après analyse des résultats. Les résultats (le module d'Young et n) sont comparés avec ceux obtenus à partir des essais conventionnels. La comparaison entre les essais conventionnels et les essais de nanoindentation montre la faisabilité de la caractérisation des propriétés viscoélastiques de cet alliage par la nanoindentation.

2.4.2 Indentation sur soudure in situ

Les essais de nanoindentation sont ensuite appliqués sur l'éprouvette in situ. Les matrices d'indentations sont effectuées sur les soudures avec les mêmes conditions d'essai que celles de l'éprouvette massive. La méthode CL est appliquée sur la courbe moyennée de la partie maintien. La matrice d'indentation est exploitée pour générer une cartographie de la dureté et du module réduit. Les inclusions et la couche d'IMC sont aussi étudiées par nanoindentation. Les indentations, avec 7 cycles de multi charges, jusque à une force maximum de 1.4mN sont effectuées sur une inclusion. De nombreuses indentations avec une petite force de 1mN sont effectuées sur la couche IMC et la propriété élastique est discutée.

3 Résultats et discussions

3.1 Analyse de la microstructure et identification des phases

Les microstructures d'éprouvette massive et de soudure in situ sont illustrées dans la Figure 90. Les deux structures sont constituées de la phase blanche, β-Sn et la phase noire, phase eutectique. En comparant avec la microstructure d'une éprouvette massive, la taille des phases de soudure in situ est 10 fois plus petite.

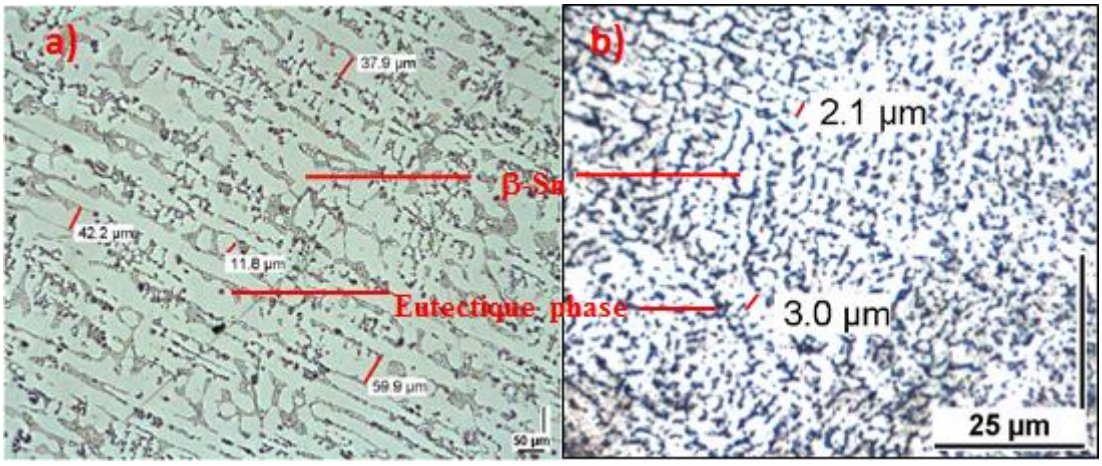


Figure 90 Les microstructures d'éprouvette massive a) et l'éprouvette in situ b)

Pour identifier la phase eutectique, une analyse du diagramme d'équilibre est nécessaire. La composition d'alliage est connue. Il est en base d'étain et les éléments d'additions sont de 1.2% d'argent, 0.5% de cuivre et 500ppm de Nickel. Le diagramme d'équilibre du système Sn-Ag-Cu-Ni, proposé par Liu et al. (X. J. LIU, 2007), est affiché dans la Figure 91. Ce diagramme est composé de sous diagrammes donc Sn-Cu-Ni, Sn-Ag-Ni, Sn-Ag-Cu et Ag-Cu-Ni ; ils sont en dessous des températures eutectiques de chaque système à savoir 226°C, 219°C, 217°C et 780°C respectivement. En prenant la partie riche de Sn (signalé en rouge), tous les composants formés dans cet alliage peuvent être identifiés. Ils sont Sn, Ni_3Sn_4, Ni_3Sn_2, Cu_6Sn_5, Ag_3Sn.

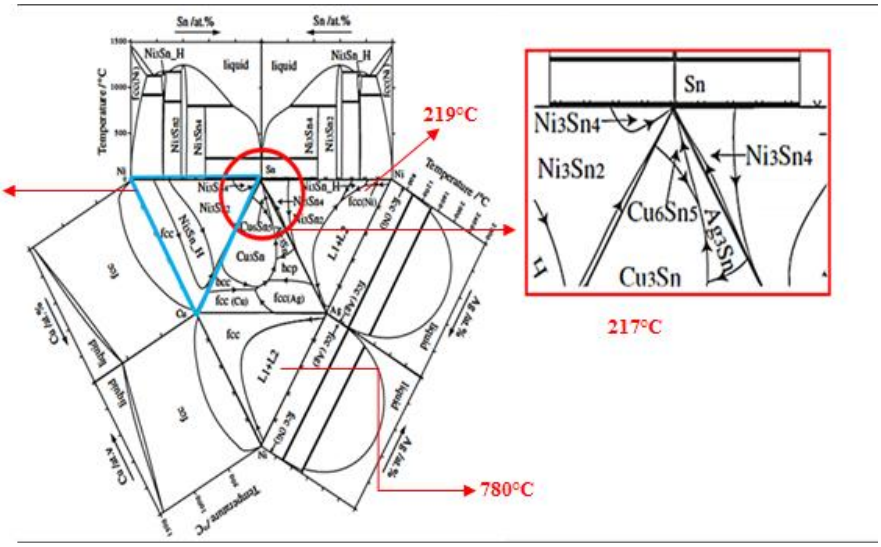


Figure 91 Le diagramme d'équilibre du system Sn-Ag-Cu-Ni proposé par liu et al. (X. J. LIU, 2007)

Les auteurs ont signalé que le diagramme montré pour le system Sn-Cu-Ni est intermédiaire (signalé en bleu). Avec une estimation en fonction des pourcentages relatifs (**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**). On conclut que Cu_6Sn_5 et Sn sont les produits de e système.

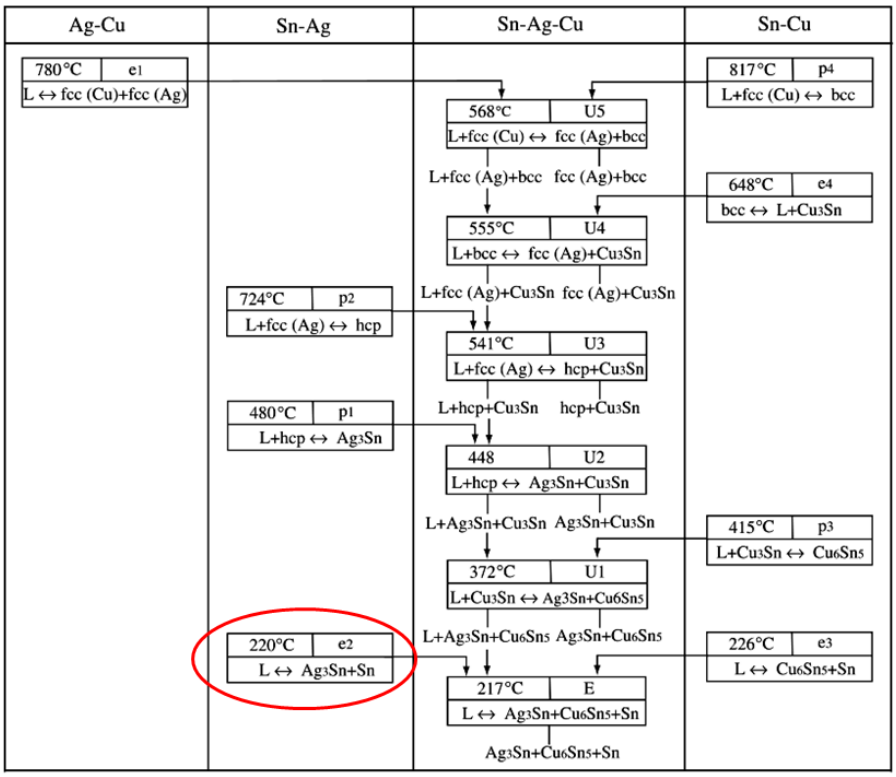


Figure 92 Le calcul du système Sn-Cu-Ni (X. J. LIU, 2007)

Ni a une haute solubilité dans Cu_6Sn_5, le composant $(Cu\ Ni)_6Sn_5$ ~~va~~ se forme à partir de la structure de Cu_6Sn_5. La vitesse de formation de $(Cu\ Ni)_6Sn_5$ est plus importante que celle de Ni_3Sn_4 (A.A.El-Daly, 2007). Donc, Ni participe plus tôt à la formation de $(Cu\ Ni)_6Sn_5$ que de Ni_3Sn_4. Quand la quantité de Ni devient aussi importante que Cu, Ni remplace tous les sites de Cu, il y a donc que de $(Cu\ Ni)_6Sn_5$. Tanaka (M.Tanaka, 2006) a proposé le modèle de transformation de Cu_6Sn_5 en $(Cu,Ni)_6Sn_5$ (Figure 93). Dans son modèle, l'atome Cu est substitué par Ni.

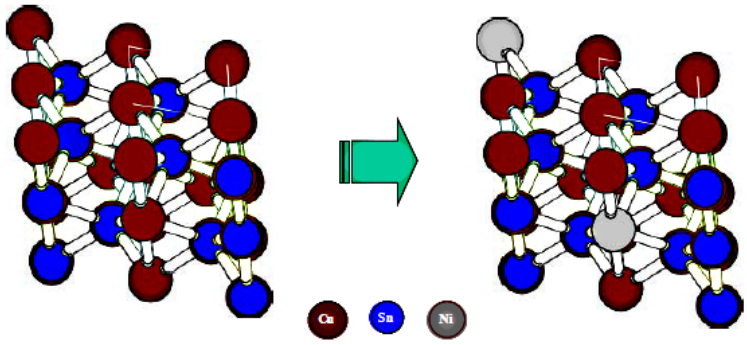


Figure 93 La transformation de Cu_6Sn_5 à $(Cu,Ni)_6Sn_5$ (M.Tanaka, 2006)

Les composés générés après bumping sont Sn, Cu_6Sn_5, Ag_3Sn et $(Cu\ Ni)_6Sn_5$. Nous concluons que la phase blanche est β-Sn, la phase noire (eutectique micro constituent) est composée de Cu_6Sn_5, $(Cu\ Ni)_6Sn_5$ et Ag_3Sn. Les détails de microstructure de la soudure in situ sont présentés dans la Figure 94. Les nouvelles caractéristiques observées après le bumping sont : Les précipités sous forme d'aiguilles (Figure 94 c) d)), une couche d'intermétallique (Figure 94 a) c)) et une inclusion plate (Figure 94 d)).

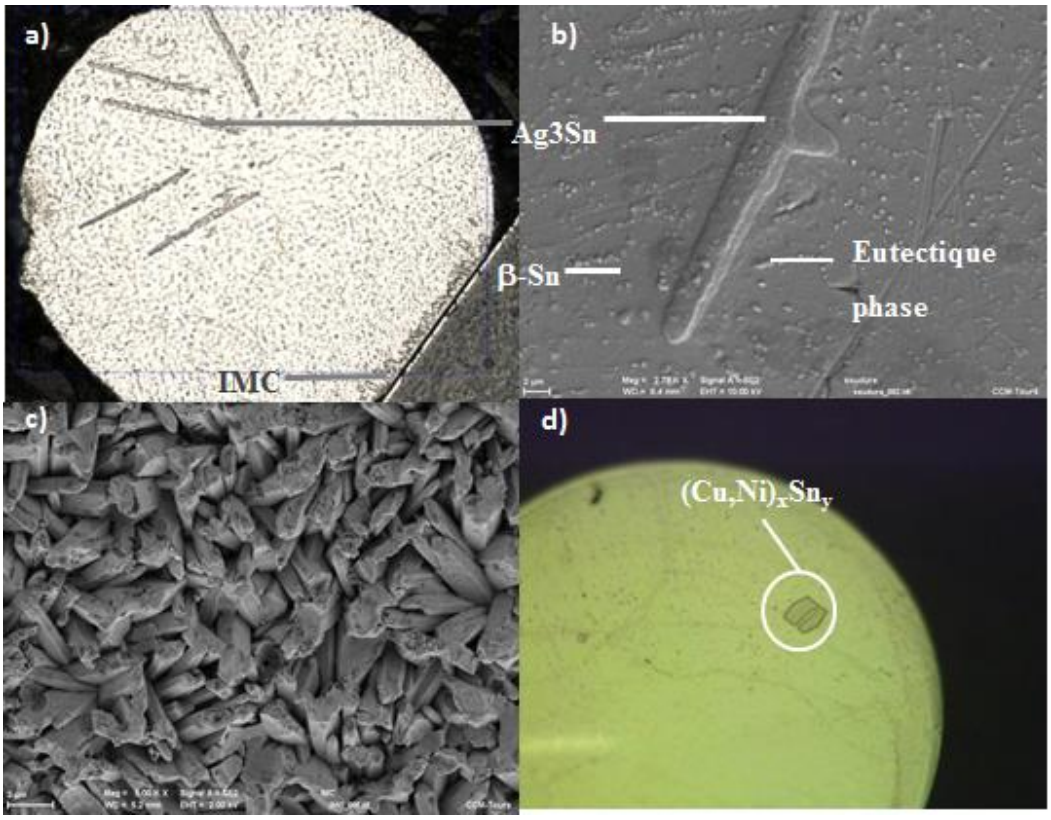


Figure 94 Les détails de microstructure de joint de connexion : a) Profile poli in situ; b) Ag3Sn précipités sous forme d'aiguilles ; c) Couche IMC; d) Inclusion

Les résultats d'analyse par EDS sont montrés dans la Figure 95. Le précipité sous forme d'aiguille est qualitativement identifié. Il est Ag_3Sn (Figure 95 a)). Les éléments qui composent la couche IMC sont Sn Cu, Ni.

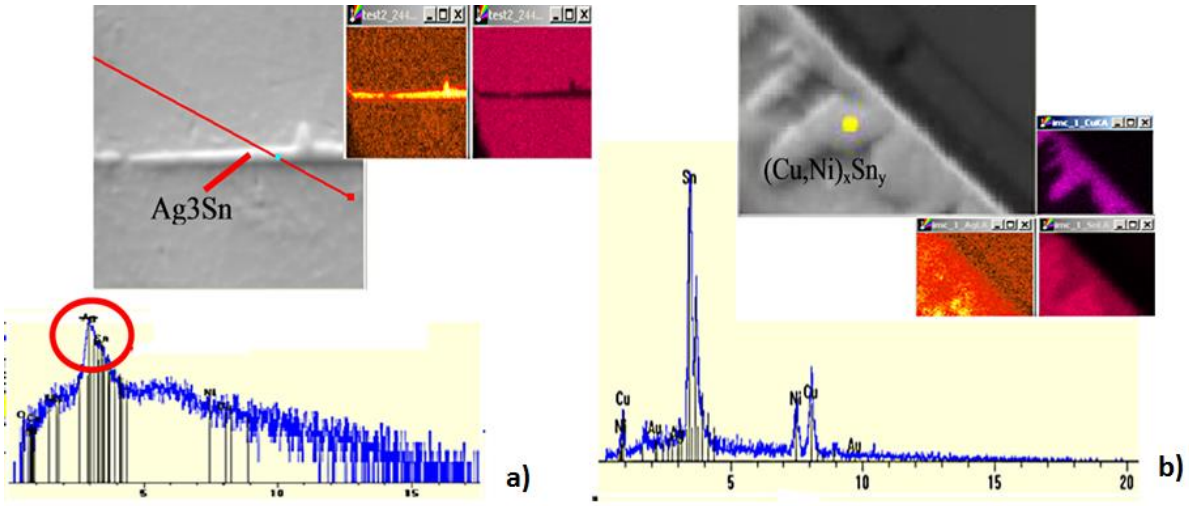


Figure 95 Identification des IMCs Ag_3Sn a), $(Cu,Ni)_xSn_y$ b)

Pour identifier les composants de la couche IMC, le diagramme d'équilibre du système Sn-Cu-Ni du côté riche en Cu et Ni est étudié. Sous l'effet de la diffusion, le pourcentage de Cu et Ni est plus élevé auprès de l'UBM. La formation d'IMC est extrême sensible à l'élément Cu (X. J. LIU, 2007; J.M.Song, 2006; V.Vuorinen, 2008). La diffusion conduit à une répartition hétérogène du Cu dans la soudure. En considérant la variation du pourcentage de Cu. Ici le diagramme d'équilibre en fonction du pourcentage de cuivre et la température (V.Vuorinen, 2008) est choisi pour l'analyse de la couche IMC actuelle. La figure ci-dessous (Figure 96) montre la formation de $(Cu,Ni)_3Sn_4$ et $(Cu,Ni)_6Sn_5$ en fonction du pourcentage de Cu et de la température de reflow. La température du pic de reflow pour l'échantillon actuel est de 255°C, le pourcentage de Cu d'alliage actuel est de 0.5%. En représentant cette condition par le point rouge (Figure 96), on constate que ce point se localise dans la zone $(Cu,Ni)_6Sn_5$. Il signifie que $(Cu,Ni)_6Sn_5$ est le premier composant formé durant reflow. Avec la diminution de la température, $(Cu,Ni)_6Sn_5$ reste la structure stable. A cause de la diffusion, le pourcentage de Cu près de l'UBM est plus élevé de 0.5% dans le premier composant formé est toujours $(Cu,Ni)_6Sn_5$, et $(Cu,Ni)_6Sn_5$ reste le composant stable auprès de l'interface. Ici nous proposons que $(Cu,Ni)_6Sn_5$ est le seul composant de la couche IMC.

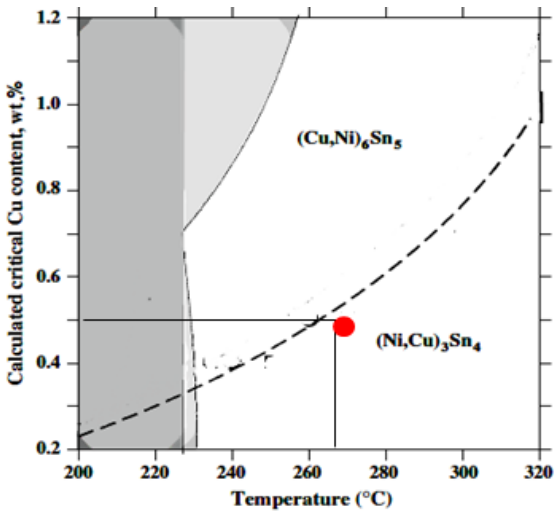


Figure 96 Apparition de type d'IMCs dans la couche d'IMC en fonction de la température et pourcentage de Cu

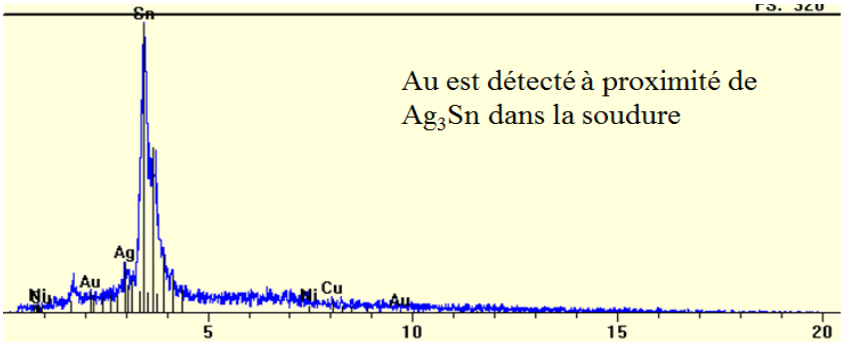
La morphologie de la couche IMC est observée après l'enlèvement de la soudure (Figure 94 c)). Ils ont une forme hexagonale. La morphologie observée a une grande ressemblance à l'observation de Yoon (Figure 97). Dans le travail de Yoon (J.W.Yoon, 2006),

les $(Cu,Ni)_6Sn_5$ sont générés par la réaction entre l'alliage Sn-Cu et le substrat Ni sous différentes conditions de reflow. L'éprouvette actuelle (Figure 94 c)) a subi un traitement thermique similaire (255°C pendant 55s).



Figure 97 Morphologie de la couche IMC (J.W.Yoon, 2006)

Après cette comparaison, nous pouvons conclure que la composition Ag n'a pas d'influence sur la morphologie de la couche IMC. Mais la température et le temps de reflow ont un grand effet sur la forme d'IMCs. Selon (F.Q.Li, 2006), la couche Au diffuse dans la soudure et forme $AuSn_4$. Une analyse par EDS est aussi effectuée dans l'objectif de détecter l'or. À cause d'une faible quantité, on ne détecte que des traces d'or. La Figure 98 montre une trace d'or, autour d'un précipité type Ag_3Sn.



Element	Line	keV	KRatio	Wt%	At%	At Prop	ChiSquared
Sn	LA1	3.443	0.8905	92.03	91.49	0.0	7.50
Au	MA1	2.121	0.0032	0.43	0.26	0.0	7.50
Cu	KA1	8.046	0.0000	0.00	0.00	0.0	
Ag	LA1	2.984	0.0781	7.54	8.25	0.0	7.50
Ni	KA1	7.477	0.0000	0.00	0.00	0.0	
Total			0.9719	100.00	100.00	0.0	5.57

Figure 98 Observation d'or diffusé dans la soudure

Grace au diagramme d'équilibre de system Sn-Ag-Au (Figure 99), nous pouvons confirmer que sous une température de reflow de 255°C, le seul composant formé est $AuSn_4$.

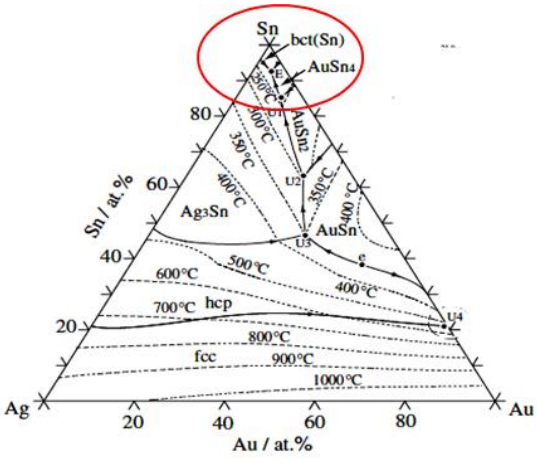


Figure 99 Le diagramme du system Sn-Ag-Au (X. J. LIU, 2007)

Les observations des structures des grains sous les lumières polarisées sont affichées dans la Figure 100. Ces trois soudures sont issues d'une seule puce.

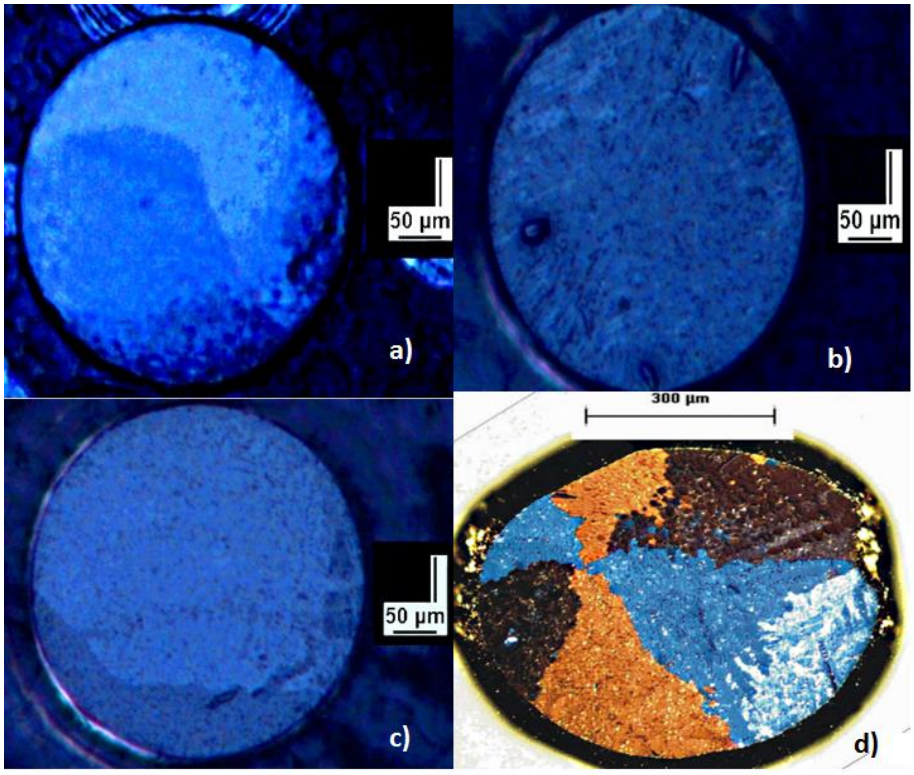


Figure 100 L'observation de joint de soudure par les lumières polarisées dans cet étude a)-c); La structure de « beach ball » SAC396 (L.P.Lehman, 2010) d)

Nous voyons que l'arrangement des grains est aléatoire. Mais il n'y a que 3 directions cristallines prépondérantes. Une direction est représentée par un ton de couleur. Cette observation est en accord avec le travail de Lehman (Figure 100 d)). La limitation de la direction cristalline est causée par la propriété physique de Sn. Sa grande surfusion entraine une nucléation relativement rapide donc le nombre de directions cristallines est limité. La structure caractéristique « Kara's beach ball » est aussi fréquemment observée dans le travail actuel (Figure 100 a)).

3.2 Propriétés élastique des éprouvettes massives et in situ

Dans cette section, une analyse sur les propriétés élastiques de l'éprouvette massive et le joint de soudure in situ sont présentées. Les résultats des essais de traction sous différentes températures réalisés par DMA au sein de la thèse de Lecoq, sont présentés dans le Tableau 6.

T (°C)	25	50	125	150
$\sigma_{e0.2\%}$ (MPa)	23	14	18	10
σ_m (MPa)	33	25	17	13
E (GPa)	46	42	39	32

Tableau 6 Les résultats des essais de traction (Lecoq, 2010)

Les résultats montrent que le matériau a une forte sensibilité à la température. Cette sensibilité exige une étude de fluage. Les courbes de traction avec différentes vitesses de chargements obtenues des essais sur une machine universelle Instron sont affichées dans la Figure 101.

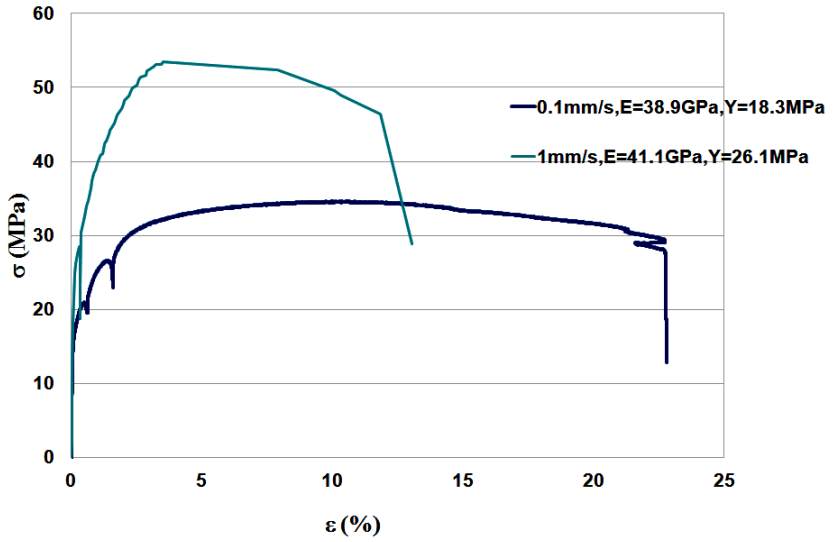


Figure 101 Les courbes d'essais de traction effectués sur Instron

Les propriétés de cet alliage sont sensibles à la vitesse de chargement. Le modèle Jonhson-Cook (G.R.Johnson, 1983) peut être utilisé pour la description de propriétés du matériau en tenant compte de la vitesse de déformation.

$$\sigma_y = [A + B(\varepsilon_{eff}^p)^n](1 + C \ln \dot{\varepsilon})[1 - T_H^M] \quad 34$$

ε_{eff}^pest déformation plastique effective, $\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{\varepsilon}_{eff}^p}{\dot{\varepsilon}_0}$est la vitesse de déformation, $\dot{\varepsilon}_0$ est la vitesse de déformation plastique effective lors d'un essai quasi statique où on détermine A,B et n, $T_H = \frac{T-T_R}{T_M-T_R}$ est la température homologue, T_M est la température de fusion et T_R est la température de référence.

Les résultats des essais de nanoindentation effectués sur l'éprouvette massive et in situ sont listés dans le Tableau 7. Le module d'Young est calculé selon l'équation 18. Le coefficient de poisson de soudure type sans plomb est de 0.33 (K.Dong, 2005; J.Bath, 2007). Pour garantir les résultats, les bonnes empreintes sont sélectionnées (Figure 102).

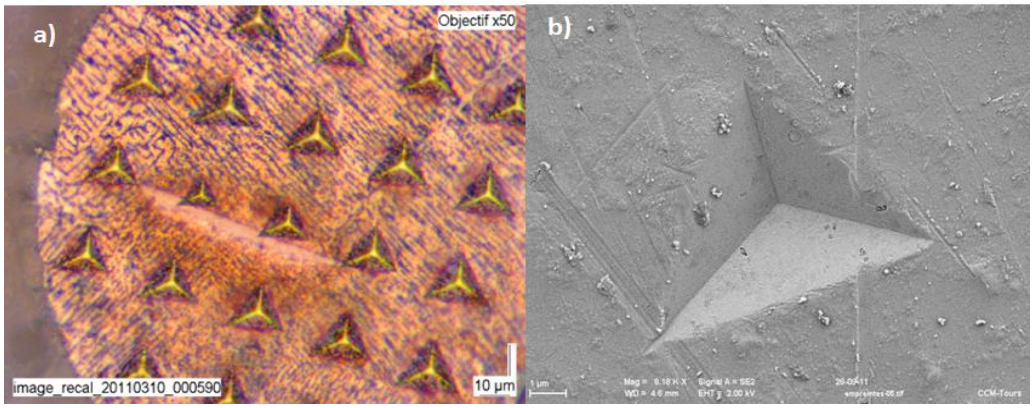
Specimen	Rate	E_r(GPa)	E(GPa)	H(GPa)
Bulk	0.3mN/s	51.9+-7	47	0.19+-0.01
In situ		60+-6	56	0.25+-0.02

Tableau 7 Les résultats élastiques par nanoindentation

Le module d'Young obtenu par nanoindentation sur l'éprouvette massive est proche du résultat conventionnel. La bonne corrélation valide la faisabilité de la caractérisation des propriétés élastiques par nanoindentation. En étudiant les résultats d'indentation sur l'éprouvette massive, nous trouvons que la vitesse de chargement a une grande influence sur la dureté mesurée. Cette conclusion est en accord avec le travail de (F.Gao, 2006). La dureté augmente avec la vitesse de chargement.

Le module réduit et la dureté mesurée d'éprouvette in situ sont plus élevés que ceux de l'éprouvette massive (Z. Ma, 2013). Ce phénomène peut être attribué à l'effet de bumping et la différence d'échelle. Les phénomènes similaires sont déjà observés dans nombreux travaux. La couche Au se consume au début de reflow; elle participe la formation d'une couche eutectique sur l'interface. Cette couche s'écaille dans la soudure au milieu du reflow afin de former $AuSn_4$. Ce composant a une dureté de 60GPa et il peut augmenter la dureté moyenne de la phase eutectique du joint de soudure. (M.K.Chawala, 2004; W.Yang, 1995; S.P.Peng, 2010; F.Q.Li, 2006; R.Bergmann, 2007).

Les précipités sont les produits de bumping. La Figure 102 a) montre l'effet de durcissement amené par le précipité Ag_3Sn. Les empreintes des indentations autour des précipités sont nettement plus petites indiquant une dureté plus importante.



a) Effet de renforcement de précipité ; b) Empreint observée par MEB

Figure 102 Indentations sur joint de soudure

Les « mapping » de la dureté et du module réduit sont calculés à l'aide d'une matrice d'indentation (Figure 103). La matrice est sur une soudure qui possède une structure

caractéristique de type « beach ball » : une structure avec les segments des grains émanant d'un point.

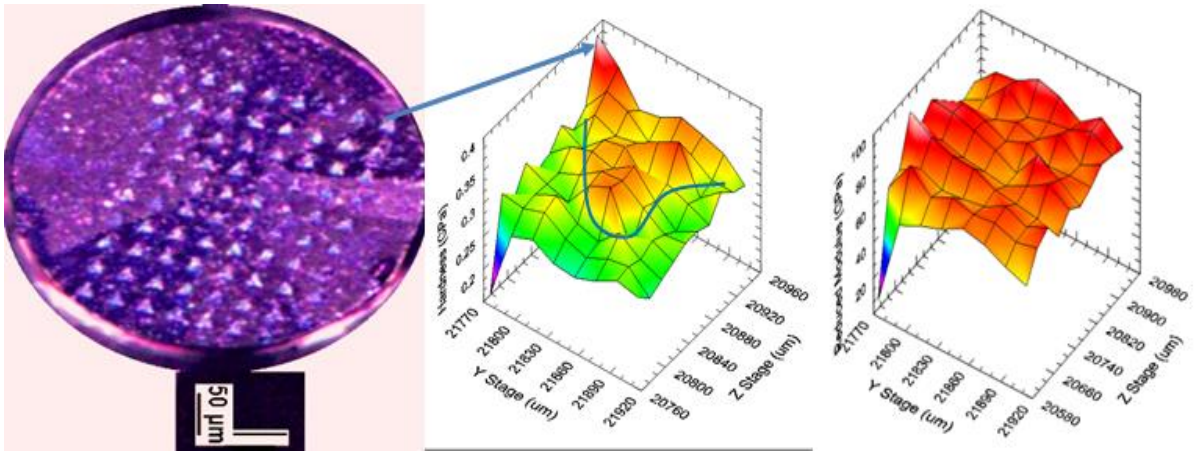


Figure 103 « Mapping » de dureté et de module réduit calculés à l'aide d'une matrice d'indentations (Z. Ma, 2013)

D'après les « mapping » les grains n'ont pas la même dureté mais la valeur de module réduit est relativement homogène. Le ratio H/E_r est différent dans les différents grains. e.g. les grains se localisent dans le zone marquée en bleu et possède un ratio H/E_r plus important. La différence de ratio H/E_r signifie que les grains possèdent des propriétés mécaniques différentes (Y.T.Cheng C. C., 2004).

Les soudures, dans cette étude, ne contiennent que quelques grains. Chaque grain peut avoir une influence significative sur la propriété de la soudure. Cette caractéristique est très différente de l'éprouvette massive. L'éprouvette massive contient de nombreux grains qui s'arrangent de façon aléatoire. Ceci diminue l'effet anisotropique considérant même que l'éprouvette massive a des propriétés isotropes. Donc, les propriétés d'éprouvette massive ne sont pas suffisantes pour expliquer des phénomènes mécaniques dans le domaine microélectronique.

3.3 Propretés de fluage d'éprouvette massive et in situ

Durant les essais fluage, l'alliage SACNi1255 atteint rapidement le fluage secondaire (Figure 104 a)). L'étude actuelle se concentre sur le fluage secondaire. Pour obtenir le coefficient de

sensibilité à la contrainte n, les courbes de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée sous différentes températures sont tracées sur l'échelle logarithmique (Figure 104 b)). En guise de comparaison, la courbe de l'alliage Sn3.5Ag à 120°C (F.Ochoa, 2004) est aussi tracée sur le graphe. En comparaison avec Sn3.5Ag, le SACNi1255 résiste moins bien au fluage. Cette conclusion est en accord avec Guo et al. (F.Guo, 2003). Ils ont constaté qu'un alliage quaternaire du type SACNi est moins résistant au fluage par rapport Sn3.5Ag. Le coefficient n pour l'alliage actuel est autour de 8 et 11 pour Sn3.5Ag. Ce phénomène peut être expliqué par la contrainte interne σ_i introduit par les précipités. Ceci est déjà présenté dans la section 1.2.1. Une grande valeur de n apparait dans les matériaux qui sont renforcés par les précipités (M.K.Chawala, 2004; D.V.V. Satyanarayana, 2007; S.Spigarelli, 1999).

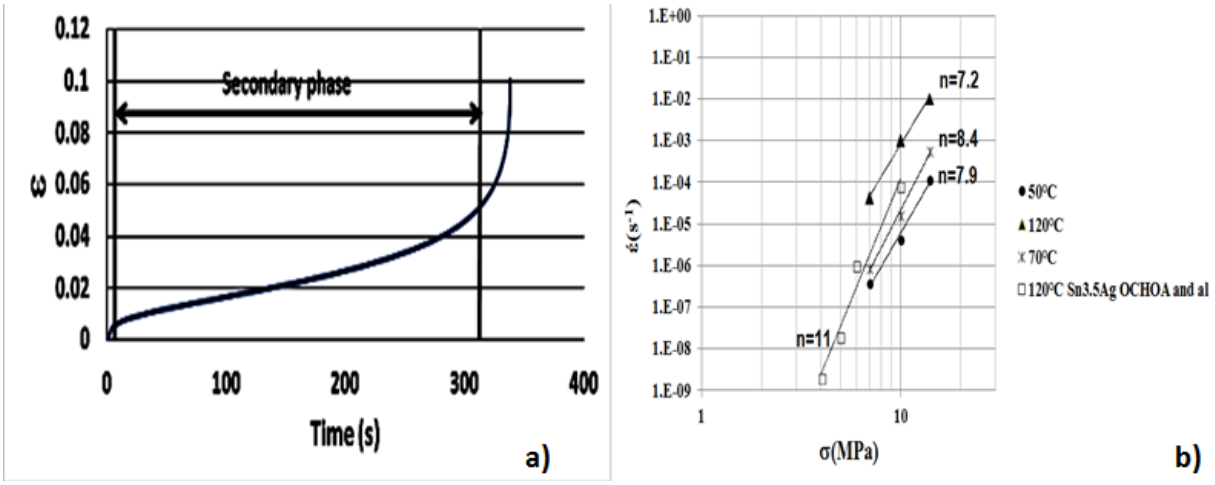


Figure 104 a) Une courbe de fluage 50°C 10MPa et b) les courbes de ε̇-σ comparées avec celle de (F.Ochoa, 2004)

Pour obtenir le vrai exposant de contrainte n et la contrainte interne σ_i, la procédure suivante est effectuée :

- Trace $\dot{\varepsilon}^{1/n}$ en fonction de la contrainte appliquée sur une échelle normale, avec la valeur de n comprise entre 5 et 8.
- Trouver la valeur optimale de n pour avoir un meilleur ajustement linéaire.
- Extrapoler les courbes à l'abscisse égale zéro. Les contraintes correspondantes sont les contraintes internes.

Dans le travail de F.Ochoa (F.Ochoa, 2004), la vraie valeur de n est de 6. Avec la procédure présentée, les courbes ajustées sont affichées dans la Figure 105.

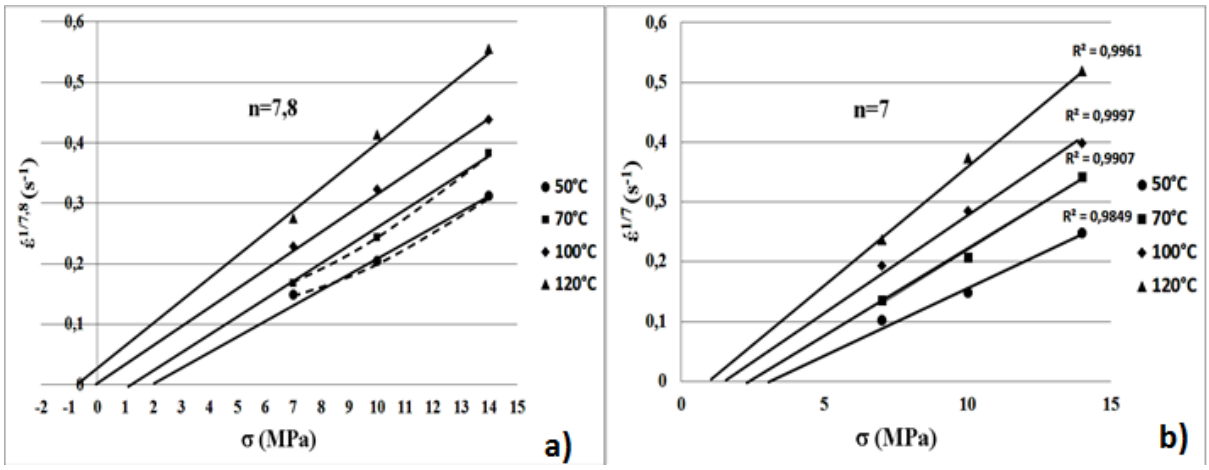


Figure 105 Les ajustements des courbes pour avoir n et σ_i

Dans la Figure 105 a), la valeur de n est prise à 7.8. C'est la valeur moyenne des n obtenus de la Figure 104 b). Malgré une bonne corrélation linéaire, les courbures des courbes de 50°C à 70 °C et les contraintes négatives indiquent que n=7.8 n'est pas la valeur appropriée (R.S.Mishra, 1995). Dans l'étude actuelle, la vraie valeur n obtenue est de 7 (Figure 105 b)). Les contraintes internes sont dans une plage de 1-3 MPa. Elle diminue en fonction de la température (Z. Ma, 2013).

La valeur de n obtenue dans l'étude actuelle est supérieur à 4. Ceci indique que le mécanisme dominant est la montée des dislocations (A.A.EI-Daly, 2013).

L'énergie d'activation Q_a peut être déterminée en traçant la vitesse de déformation en fonction de l'inverse de la température en Kelvin (Figure 106). Q_a obtenue est légèrement plus importante que 70kJ/mol. Cette valeur est hors de la plage d'énergie de l'autodiffusion qui est de 40 à 60 kJ/mol. Le mouvement de dislocation est probablement contrôlé par un autre type de diffusion e.g. lattice diffusion.

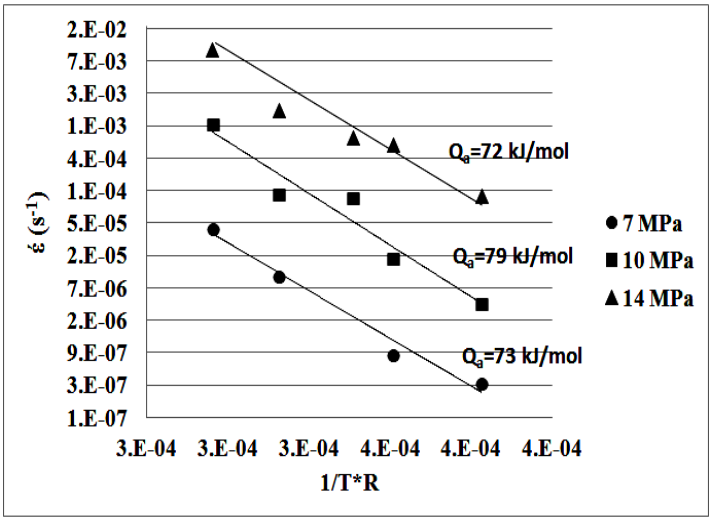


Figure 106 Les courbes pour obtenir l'énergie d'activation

Les courbes de vitesse de la déformation et de la contrainte normalisées à 80°C et à 120°C sont tracées dans la Figure 107. La contrainte est normalisée par le module de cisaillement. La vitesse de déformation est normalisée par le terme $G * \exp(-\frac{Q}{RT})$. Les courbes sont comparées avec la courbe de SACNi211 à 85°C, la courbe SAC405 à 85°C et la courbe de Sn3.5Ag0.5Ni à 85°C (F.Guo, 2003). Nous voyons que SACNi1255 et SACNi211 suivent la loi de puissance. Le coefficient n est unique sur la plage de contrainte testée. Les alliages ternaires SAC405 et Sn3.5Ag0.5Ni ont des faibles valeurs de n dans une plage de contrainte élevée et une grande valeur de n dans une plage de contrainte faible. Ceci montre que le comportement en fluage de l'alliage quartenaire SACNi peut être décrit par la loi de Norton. La loi du type double puissance ou sinus hyperbolique adapte bien le comportement fluage des alliages ternaires.

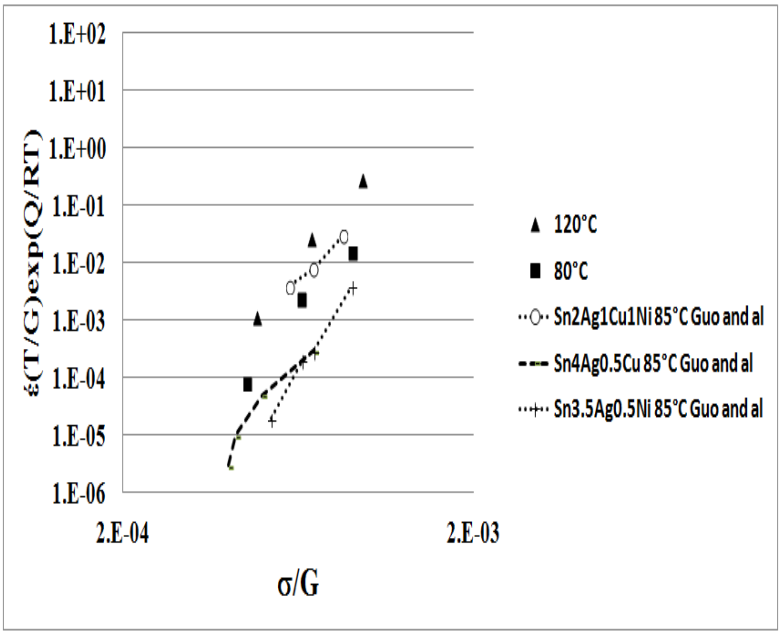


Figure 107 Les courbes ε̇-σ normalisées

Après l'application de la méthode CL présentée dans le travail (R.Goodall, 2006), les courbes extraites de la partie maintien de nanoindentation, les courbes de vitesse de déformations en fonction de la contrainte d'éprouvette massive et in situ sont tracées (Figure 108). Le coefficient de sensibilité à la contrainte est obtenu pour ces deux types d'éprouvettes.

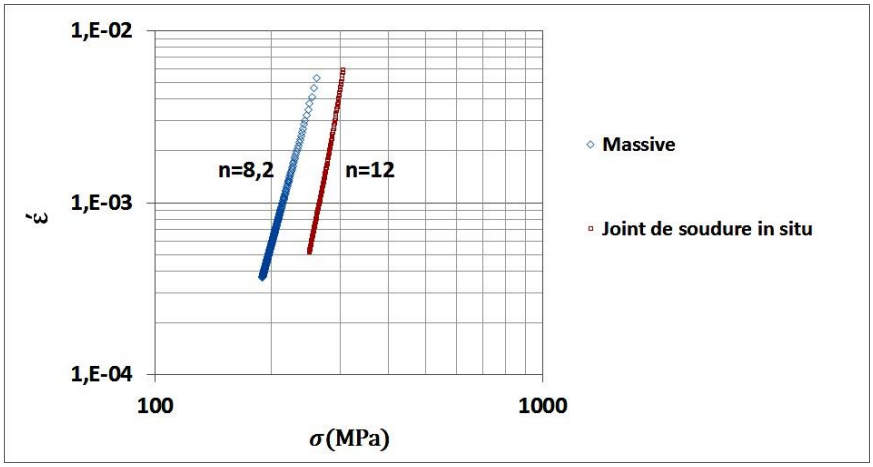


Figure 108 Les courbes ε̇-σ obtenues de la nanoindentation

Pour l'éprouvette massive, le coefficient n obtenu par nanoindentation 8.2 est proche de la valeur obtenue par les essais de fluage (moyenne 7.8 Figure 104 b)). Par contre, l'exposant de contrainte n de la soudure in situ est plus élevé que celui d'éprouvette massive.

Sa résistance au fluage est ainsi plus importante que celle de l'éprouvette massive. Au même niveau de $\dot{\varepsilon}$, la courbe du joint de soudure se décale vers la zone à grande contrainte. Ce renforcement de la résistance au fluage est causé par la microstructure fine et par la présence des IMCs (phase secondaire). La microstructure fine augmente l'effet d'interaction entre la dislocation et les dispersoïdes. La dislocation n'est pas observée dans l'étude actuelle, mais le phénomène similaire est observé dans (M.K.Chawala, 2004; E.Arzt, 1998; J.H.Schroder, 1985). Ces auteurs ont conclu que les IMCs empêchent le mouvement de dislocation. La dislocation est retardée et la résistance au fluage augmente. Le mécanisme dominant de fluage est la montée des dislocations. Ce mécanisme donne une grande valeur n. Des modèles analytiques peuvent expliquer cet effet de renforcement. Par exemple dans le modèle Orowan (Figure 66 a)), la force nécessaire pour l'atome à franchir un obstacle est proportionnel à la distance entre les obstacles donc les IMCs. La Figure 90 montre une plus fine microstructure dans le joint de soudure dont les distances entre les phases secondaires sont plus petites. C'est pourquoi, une fine microstructure cause un effet de renforcement.

Les courbes de partie de maintien durant l'indentation sur les éprouvettes massives et in situ sont superposées dans le même graphe (Figure 109). La vitesse de chargement pour les deux essais est de 0.3mN/s. La pénétration de l'indenteur durant le maintien sur le joint de soudure est moins importante que celle de l'éprouvette massive. Sa résistance au fluage est donc plus importante que celle de l'éprouvette massive. Cette conclusion est en accord avec (S.Wiese, 2007).

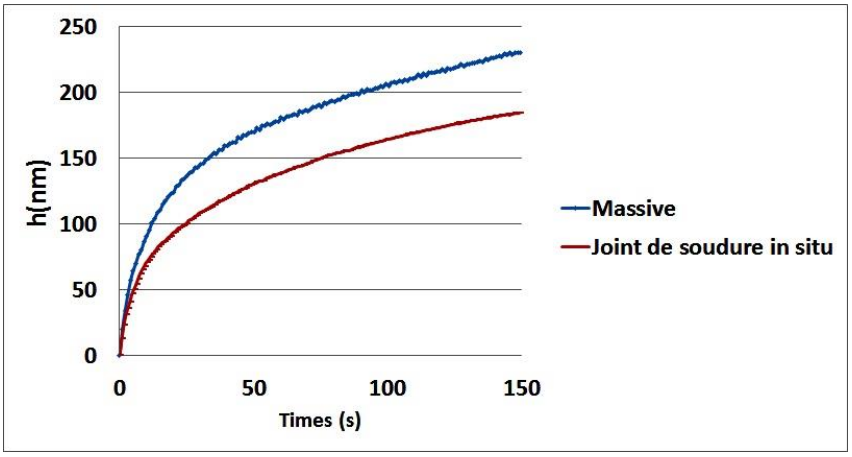


Figure 109 Comparaison des résistances au fluage d'éprouvette massive et d'éprouvette in situ

3.4 Les Intermétalliques

Selon les études précédentes, les intermétalliques formés sous l'effet de bumping prennent un rôle important dans les propriétés mécaniques de la soudure. Dans cette partie, les propriétés d'intermétalliques sont analysées en détail. Les propriétés des inclusions mesurées par la nanoindentation sont listées dans le Tableau 8.

IMC type	Elastic modulus (GPa)	Hardness (GPa)
La couche IMC	135.35±13	8.85±1.6
Inclusion $(Cu, Ni)_x Sn_y$	115±15	10±3
Précipité type Ag_3Sn	81±4	3.2±0.2

Tableau 8 Les propriétés des IMCs

Les mesures sur la couche IMC et le précipité Ag_3Sn sont comparables avec la littérature (X.Deng, 2004). Pour l'inclusion plat $(Cu, Ni)_x Sn_y$, le résultat des indentations de multi chargements est montré dans la Figure 110.

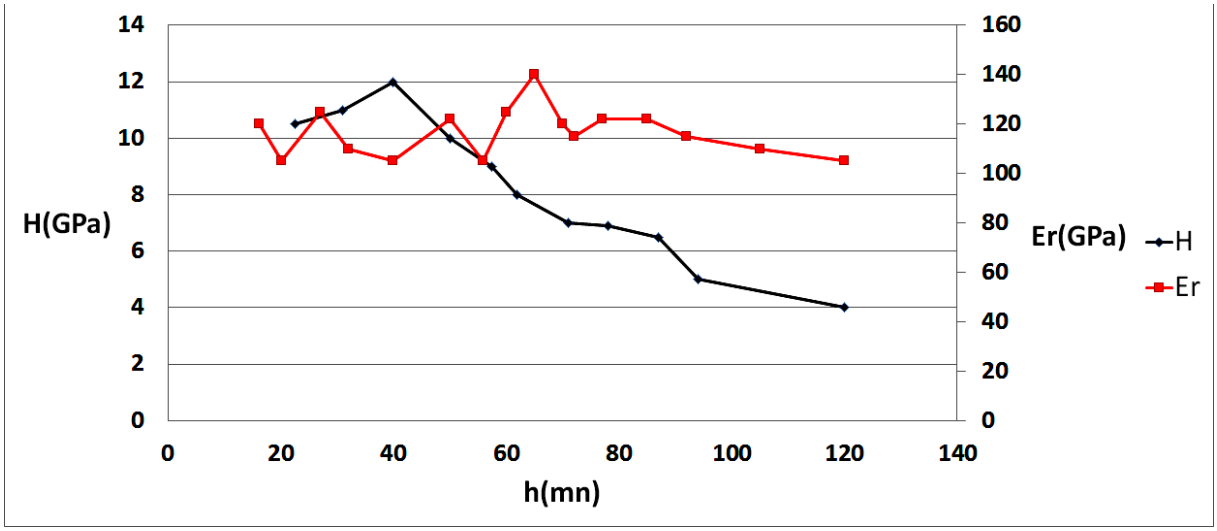


Figure 110 L'évolution de la dureté (H) et module réduit (E_r) fonction de la profondeur

La dureté d'inclusion diminue en fonction de profondeur d'indentation. La diminution de la dureté est l'effet de la matrice (corps de soudure). L'effet de la matrice sur la dureté d'inclusion mesurée peut être décrit par un modèle proposé par Battachary et Nix

(A.K.Bhattacharya, 1988). Ce modèle ci-dessous est souvent utilisé pour l'estimation d'épaisseur d'un revêtement.

$$H = H_m + (H_i - H_m)\exp(-\alpha(\frac{h}{t}))^n \qquad 35$$

H est la dureté mesurée. H_m est la dureté de la matrice. Ici la dureté du corps de soudure 0.25GPa. H_i est la dureté d'inclusion. Nous considérons que la première valeur d'inclusion mesurée est la vraie valeur d'inclusion donc 11.5GPa. α est le coefficient d'ajustement et t est l'épaisseur de l'inclusion. Avec un ajustement de la courbe (Figure 111), on obtient α=6.38 et t=1.029 µm.

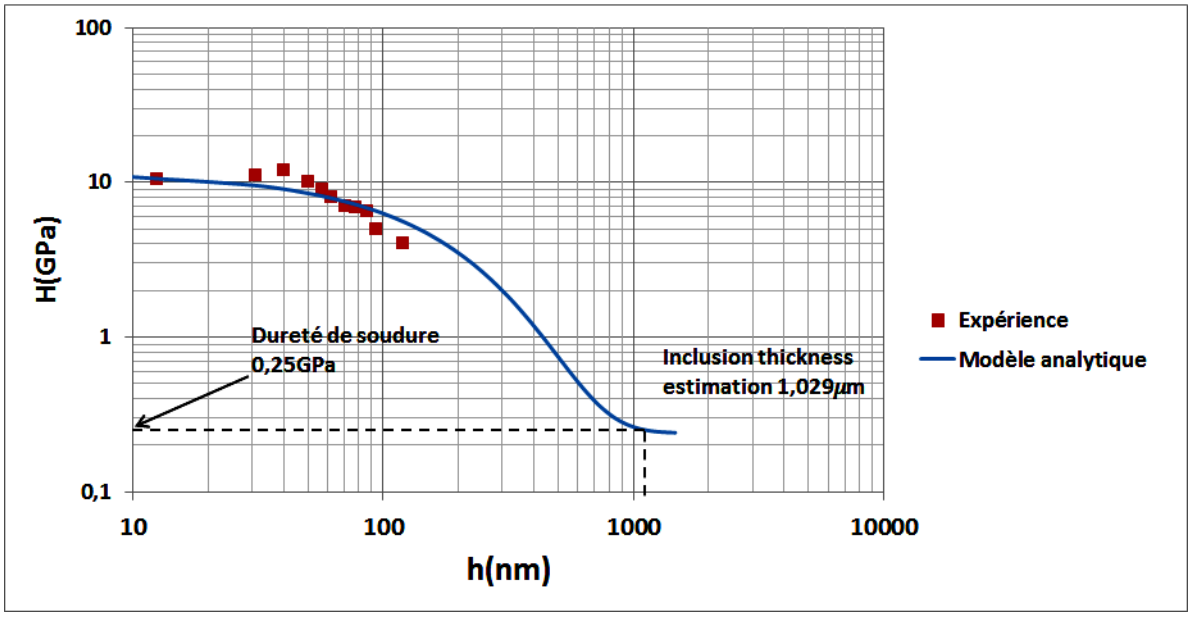


Figure 111 Estimation de l'épaisseur d'inclusion plat $(Cu, Ni)_x Sn_y$ par l'équation 35

Quand la profondeur d'indentation est égale à l'épaisseur d'inclusion, la dureté diminue jusqu'à une valeur proche de la dureté de la matrice (corps de soudure 0.25GPa). L'estimation (Figure 111) montre que l'épaisseur d'inclusion est supérieure de 1µm. L'épaisseur est relativement importante, c'est pourquoi le module réduit mesuré reste constant jusqu'à une profondeur de 120nm.

Les empreintes de multi chargement sont observées sous MEB. Nous voyons des 'pile up' autour des empreintes (Figure 112 b)). Le 'pile up' est causé par la déformation plastique. Comme l'inclusion est relativement dure, il est peut-être plus logique d'observer le phénomène du comportement fragile e.g. les micros fissures. Cette observation montre que le

comportement de l'inclusion a un comportement ductile sous l'indentation avec une charge quasi statique. La déformation hétérogène autour de l'empreinte montre une propriété plastique anisotrope. L'effet 'pile up' est également observé dans (V.M.F.Marques B. W., 2013).

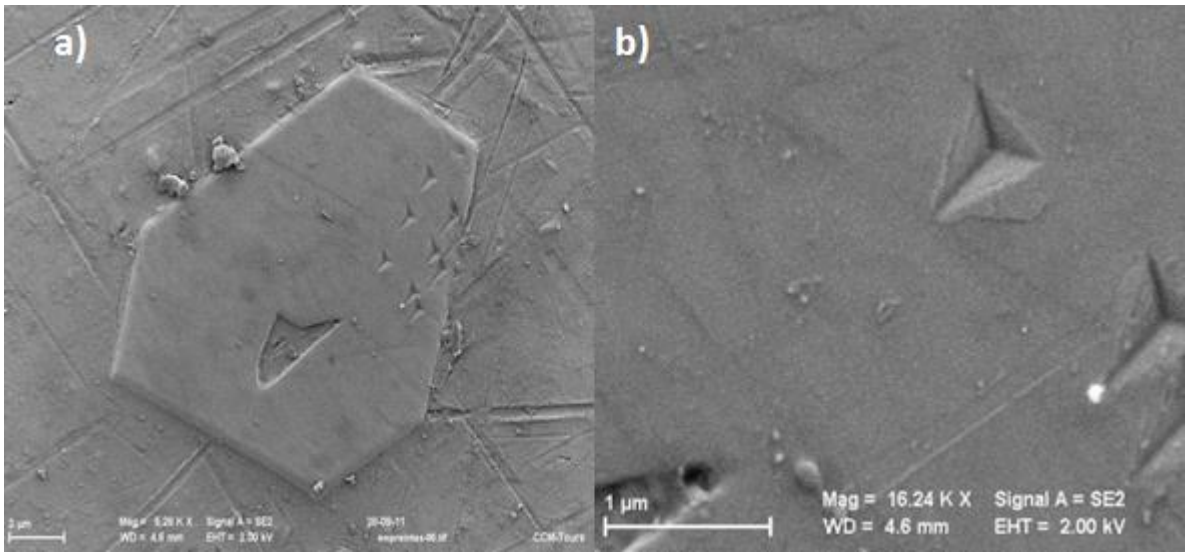


Figure 112 Les empreintes sur l'inclusion : a) Indentations sur$(Cu,Ni)_xSn_y$; b) Effet de 'pile up' sur $(Cu,Ni)_xSn_y$

Une courbe de multi-chargement sur l'inclusion est montrée dans la Figure 113. L'effet de 'pop in' est observé lors du chargement.

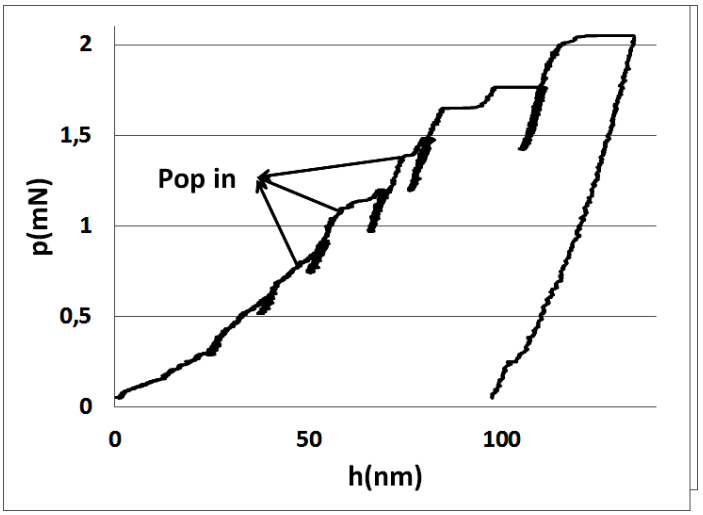


Figure 113 Une courbe de multi chargements sur $(Cu,Ni)_xSn_y$

Les courbes d'indentation sur le profil de la couche IMC sont affichées (Figure 114 a)). Ces courbes sont comparées avec celle de la soudure. En comparant avec la soudure, la couche IMC est beaucoup plus dure. Le 'pile up' est aussi observé autour des empreintes (Figure 114 b)).

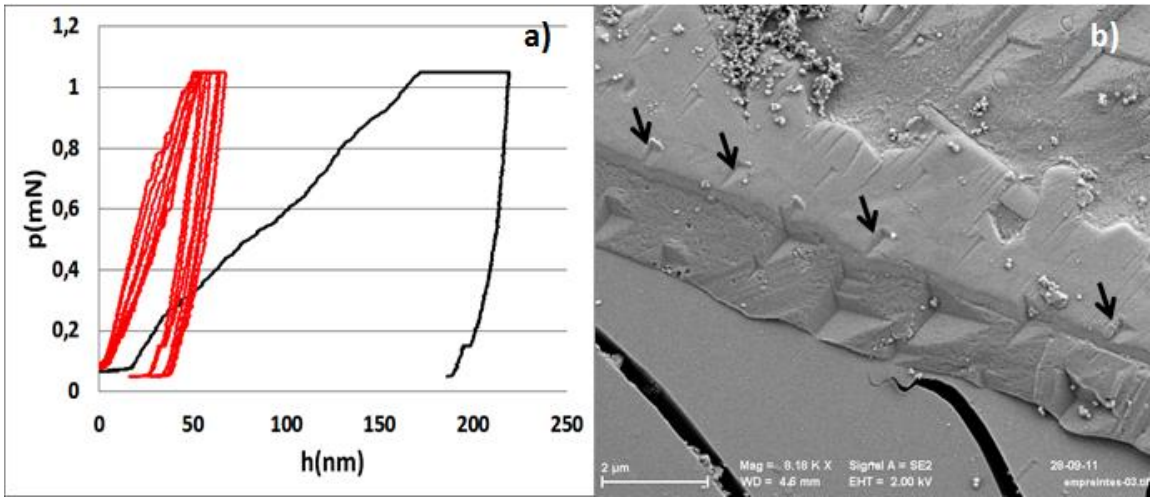


Figure 114 Les indentations sur la couche IMC : a) Les courbe d'indentation sur la couche IMC (rouge) et sur le corp de soudure (noir) ; b) : Les empeintres d'indentation sur la couche IMC

4 Conclusion

Dans ce chapitre, le joint de connexion est étudié. Les différences entre les propriétés d'éprouvette massive et de joint de soudure in situ sont soulignées. Nous obtenons les conclusions suivantes :

- La microstructure du joint de soudure est différente par rapport l'éprouvette massive à cause l'effet de bumping et la différence d'échelle.
- La différence de microstructure apporte différentes propriétés mécaniques. Les propriétés de joint de soudure sont renforcées par les nombreux et petits dispersoïdes.
- Le joint de connexion est plus résistant au fluage que l'éprouvette massive.
- L'inclusion de forme plate a une propriété de transition fragile-ductile.
- La fine microstructure améliore la résistance à la fatigue du joint de soudure.

Nous pouvons améliorer la tolérance à la fatigue de joint de connexion en garantissant une fine microstructure de joint de soudure.

Chapitre VI Fatigue du joint de connexion

1 Bibliographie

De plus en plus, le mode d'application exige une grande flexibilité aux composants microélectroniques. Les composants subissent une pré-charge avant la mise en service. L'impact de cette pré-charge sur le comportement de fatigue vis-à-vis des joints de connexions est intéressant à étudier. Dans ce chapitre le comportement en fatigue de l'alliage de joint de connexion SACNi1255 est étudié. Nous commençons par une étude sans pré-charge dans le domaine de fatigue oligocylique, LCF. Le comportement cyclique du matériau est analysé, puis l'effet de pré-charge est étudié dans le domaine de grande durée de vie, HCF. Un modèle de prédiction des courbes d'hystérésis est proposé avec l'objectif de prédire la durée de vie de l'alliage. D'abord, nous allons présenter quelques généralités sur la fatigue, le comportement cyclique des matériaux et les modèles de fatigue.

1.1 Fissure par fatigue

L'endommagement par fatigue se déroule en deux grandes étapes (Figure 115).

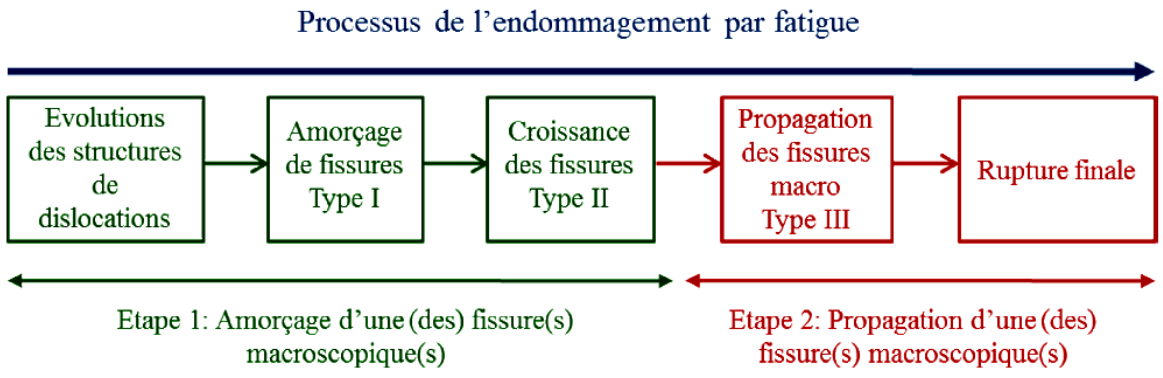


Figure 115 Les étapes de fatigue (J.Polák, 1991)

Les microfissures, les fissures type I, apparaissent sur la surface du matériau, dans une zone de concentration locale de contraintes. Il peut, par exemple, s'agir d'un défaut lié à l'état de surface (Figure 116 a)) suite à la mise en forme de la pièce (par exemple) ou d'une intrusion liée aux bandes de glissement (Figure 116 b)). Ces fissures sont de l'ordre de la taille de grain. Les microfissures sont souvent bloquées par les barrières microstructurales.

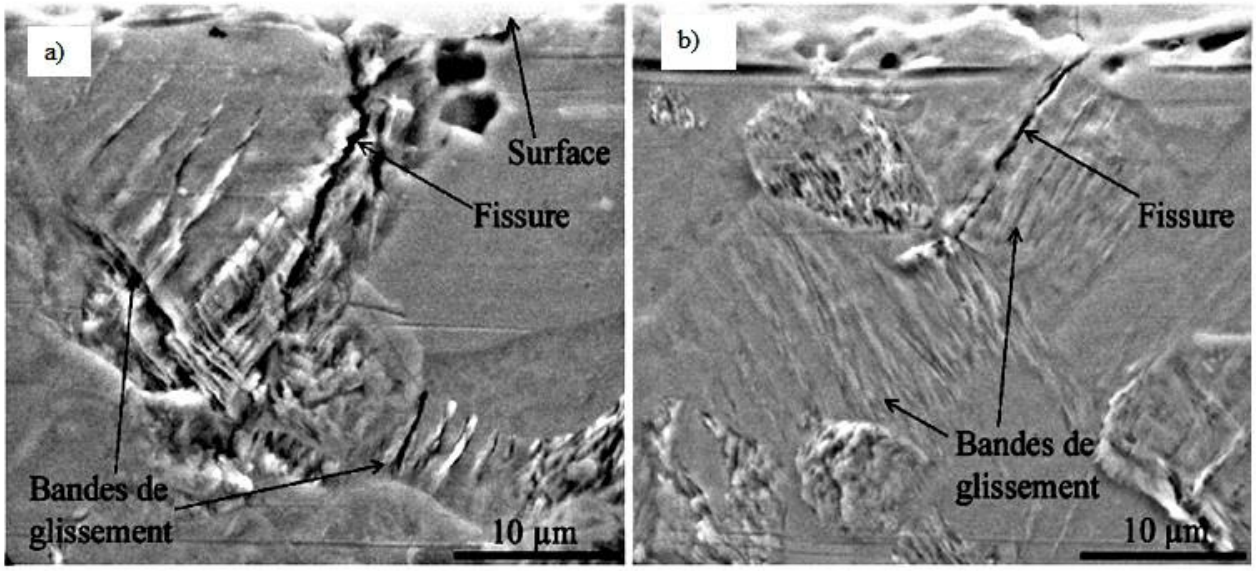


Figure 116 L'initiation de fissure causée par un défaut de surface a) ou par les bandes de glissement b)

Avec l'augmentation du nombre de cycles, l'accumulation de la déformation ~~de~~ plastique permet aux fissures de franchir les barrières microstructurales. Ensuite la formation de fissures de type II se produit. Elles ont une longueur de quelques grains. Les fissures de types II peuvent ensuite se coalescer pour former des fissures surfaciques d'une dimension de quelques dizaines grains. Enfin, quelques fissures de type II évoluent de la surface vers le volume conduisant à une fissure (ou à des fissures) de type III.

Ces deux étapes, l'amorçage et la propagation de fissure par fatigue, sont caractérisées par des essais spécifiques : l'essai de fatigue d'amorçage sur éprouvette lisse et l'essai de fatigue de propagation réalisés sur les éprouvettes pré-entaillées. Notre étude ne s'intéresse qu'à la fatigue d'amorçage.

1.2 Essai de fatigue

L'éprouvette est soumise à une charge cyclique jusqu'à rupture. Chaque essai permet de relier la contrainte à la durée de vie qui est définie comme le nombre de cycles à rupture de l'éprouvette. Une campagne d'essais nous permet de construire les courbes de Wöhler (Figure 117). La courbe de Wöhler est divisée en 3 parties :

LCF (low cycle fatigue, ou fatigue oligocyclique) quand la durée de vie est inférieure que 10^5 cycles. Dans LCF, la déformation plastique macroscopique apparait. Dans notre étude, nous nous intéressons au domaine LCF.

HCF (High cycle fatigue, l'endurance limitée) quand la durée de vie est supérieure à 10^5 cycles. Dans HCF la charge est faible, l'éprouvette est globalement en régime élastique. La rupture a lieu entre 10^5 et 10^7 cycles. L'effet de pré-charge sur HCF est étudié dans cette étude.

L'endurance est illimitée quand la durée de vie est théoriquement infinie ou, par convention, supérieure à10^7 cycles.

La Figure 117 montre la partie HCF des courbes Wöhler d'une gamme d'aciers qui sont utilisés dans le domaine d'automobile. L'acier de type FB590 a une meilleure résistance à la fatigue.

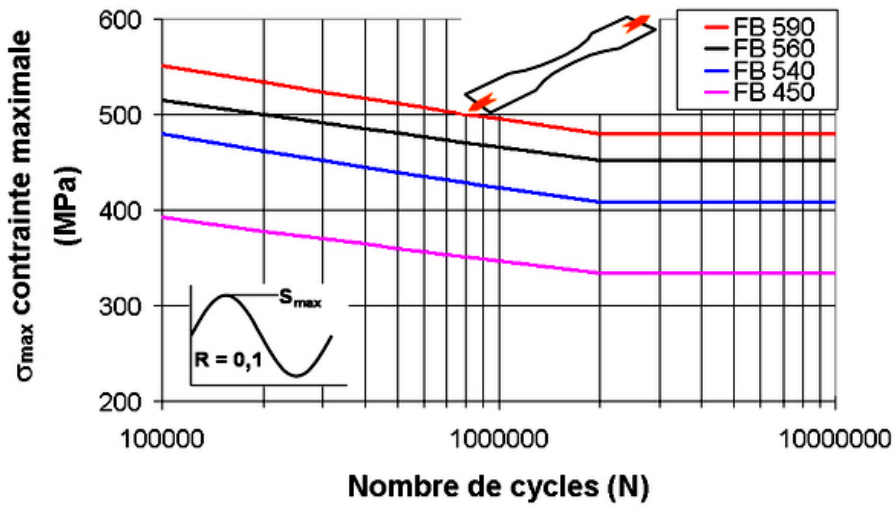


Figure 117 Les courbes de Wöhler d'une gamme d'aciers qui sont utilisés dans le domaine d'automobile (arcelormittal, 2012)

1.3 Comportement cyclique des matériaux

1.3.1 Effet Bauschinger

L'effet Bauschinger est la première manifestation des aspects cycliques du comportement de matériau. Il est caractérisé par la différence entre la limite d'élasticité en traction et en compression. La Figure 118 montre une diminution de la limite d'élastique en compression après un chargement en traction pour acier SA333 C-Mn (S. K. Paul, 2011). Pour ce matériau, la limite élastique de matériau vierge est σ_0 (A). Durant le chargement inverse, le matériau atteint la limite élastique B en compression lorsque la différence de contrainte entre B et le moment de décharge est deux fois la limite élastique vierge.

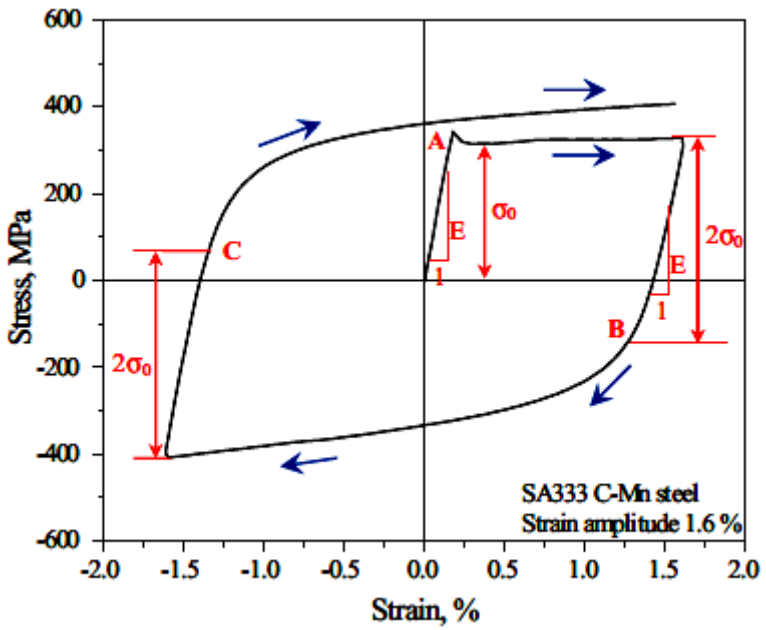


Figure 118 Effet Bauschinger d'acier SA333 C-Mn (S. K. Paul, 2011)

Le comportement cyclique du matériau peut être décrit par le modèle Ramberg-Osgood ci-dessous :

$$\frac{\Delta\varepsilon}{2} = \frac{\Delta\sigma}{2E} + \left(\frac{\Delta\sigma}{2K\prime}\right)^{1/n\prime} \qquad 36$$

Où $\frac{\Delta\varepsilon}{2}$ est l'amplitude de sollicitation, $\frac{\Delta\sigma}{2}$ est l'amplitude de la réponse de contrainte, K' désigne le facteur de résistance cyclique et n' le coefficient d'écrouissage cyclique.

1.3.2 Durcissement-adoucissement cyclique

L'étude du comportement des matériaux sous sollicitations cycliques est accompagnée par l'examen de l'évolution de l'amplitude de contrainte au cours des cycles en fonction de l'amplitude de la déformation imposée. Il est souvent possible de distinguer deux stades du comportement cyclique : un stade d'évolution rapide de l'amplitude de contrainte, et un stade de saturation pendant laquelle l'amplitude de contrainte reste constante ou quasi-constante. En fonction du comportement du matériau, on parlera de durcissement si l'amplitude de contrainte augmente au cours des cycles, et d'adoucissement si elle diminue.

Le comportement de durcissement ou d'adoucissement cyclique du matériau est influencé par la microstructure et la mobilité des dislocations lors de la déformation cyclique. La microstructure est caractérisée par sa structure cristalline, leurs degrés de liberté, la densité de dislocation, la taille, la forme et la distribution des phases secondaires. La Figure 119 montre l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction de nombre de cycles d'acier SA333 C-Mn (S. K. Paul, 2011). Le matériau se durcit au début de la sollicitation pour toute amplitude de sollicitation ; sauf pour 0.5%. Le degré de durcissement croît avec l'amplitude de sollicitation.

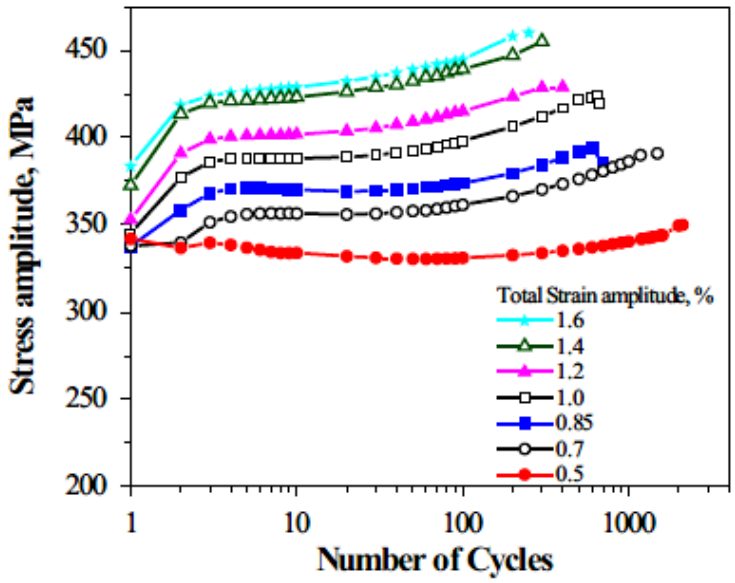


Figure 119 Evolution d'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles (S. K. Paul, 2011)

1.3.3 Effet « Masing »

Masing (G.Masing, 1926) a utilisé un matériau qui a un comportement quasi élasto-plastique bilinéaire pour modéliser l'effet de Bauschinger. Il a signalé que pour arriver à la limite élastique sous compression, la déformation nécessaire est le double de la déformation en traction. Le model de Masing est construit en se basant sur ce comportement. Selon ce modèle, les parties de chargement et de déchargement sont superposables quelle que soit l'amplitude de sollicitation. Cette régularité des courbes nous permet de les décrire avec un modèle analytique. Dans les expériences, l'effet de Masing est vérifié en déplaçant les courbes d'hystérésis stabilisées, sous différents amplitudes de sollicitations, avec un même point d'origine. Si les courbes de chargements sont identiques, l'effet de Masing existe pour le matériau concerné (Ellyin F., 1984). Dans la Figure 120 sont représentées les courbes d'hystérésis de acier 1080 après les avoir décalées sur la même origine (A.Plumtree, 2001).

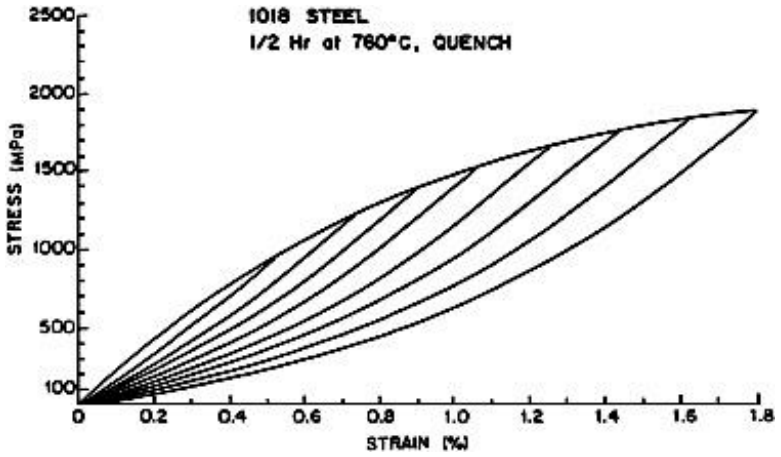


Figure 120 Effet Masing d'acier 1018 observé par Plumtree (A.Plumtree, 2001)

L'apparition de l'effet de Masing est influencée par la distribution de la phase secondaire. Il apparait souvent sur les matériaux qui sont renforcés par les phases secondaires et qui possèdent une microstructure dense. Le comportement Masing est observé aussi sur les matériaux monocristallins. Plumtree et al. (A.Plumtree, Cyclic stress-strain response and substructure, 2001) ont signalé que « Masing » existe sur les aciers qui ont des précipités fins. Fan et al (J.Jiang, 2004) ont trouvé que l'acier 16MnR possède le comportement Masing aux températures 300°C et 420°C. Maier et al. (H.J.Maier, 2006) ont observé « Masing » sur des matériaux avec des grains ultra fins.

Jameel et al. (M.A.Jameel, 2001) ont effectué les essais avec l'amplitude de sollicitation variée. Ils ont conclu que « Masing » apparait dans le cuivre monocristallin quand la microstructure est saturée de la déformation plastique. Le comportement Masing est observé quand l'amplitude de sollicitation est inférieure à celui d'avant. Celui-ci signifie que la microstructure évoluée après une amplitude de sollicitation importante est capable de supporter la déformation causée par une plus petite amplitude. La Figure 121 montre les courbes hystérésis de cuivre monocristallin, quand la contrainte est de 128MPa (saturation de la déformation plastique), le comportement Masing est absent dans la Figure 121 a), en diminuant la contrainte inférieure que 126MPa, le comportement Masing apparait (Figure 121 b)), le comportement Masing disparait quand la contrainte augmente à 128MPa (Figure 121c).

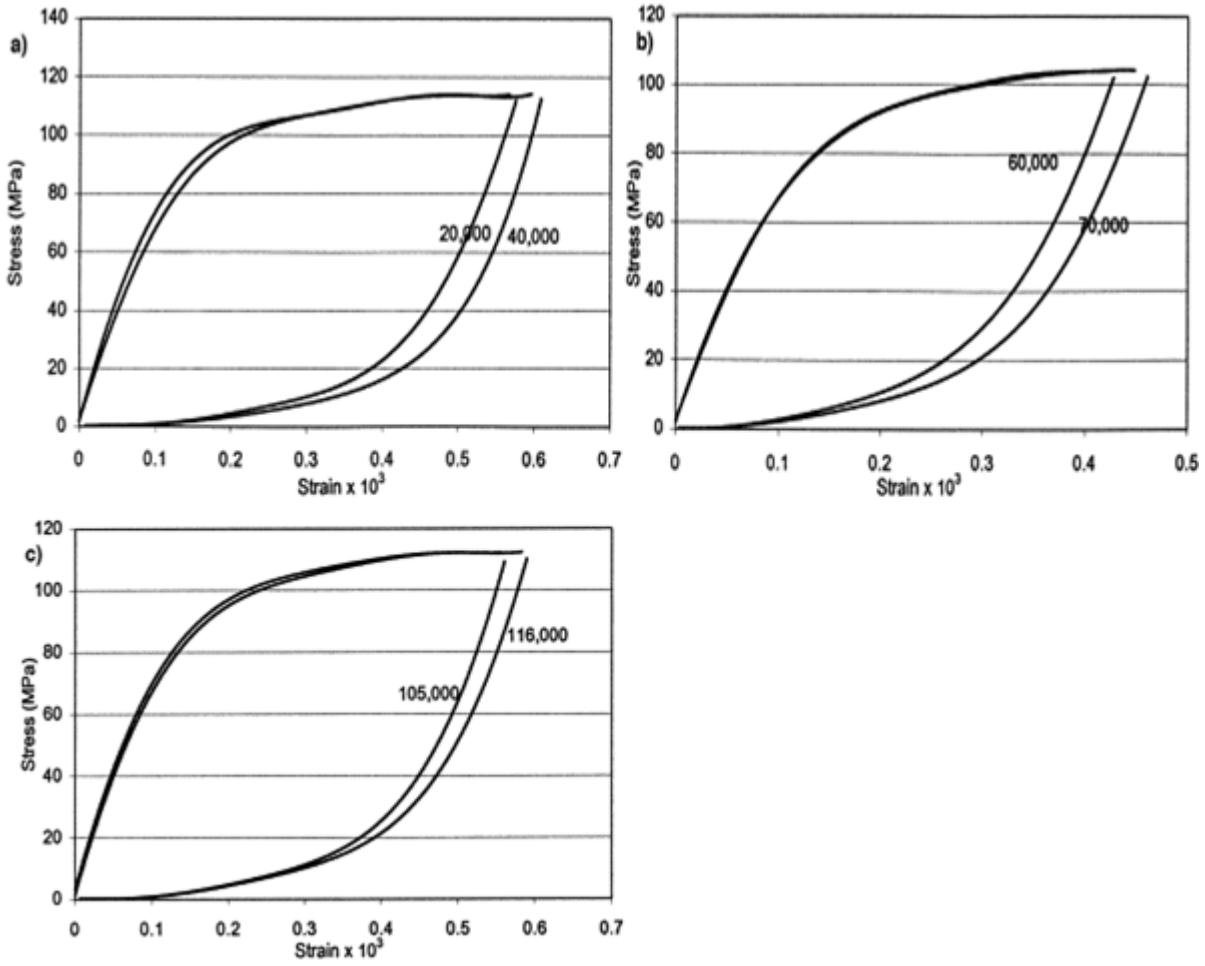


Figure 121 Courbes d'hystérésis d'un essai avec l'amplitude de sollicitation variée, a) La contrainte atteint 128MPa ; b) la contrainte est inférieure à 126MPa ; c) la contrainte atteint 128MPa

1.4 Les modèles de fatigue

Après les bases sur les comportements en fatigue et le comportement cyclique des matériaux, nous cherchons à décrire la durée de vie des matériaux concernés par les modèles mathématiques. Ces lois peuvent être implantées, avec les lois de comportement des matériaux, dans le code des éléments finis avec l'objectif de prédire la durée de vie de l'objet concerné par la modélisation numérique.

Les modèles empiriques en loi de puissance et les modèles de dommage continu sont deux grandes familles de modèles de fatigue appliqués souvent aux brasures pour la description de la durée de vie. (M.Grieu, 2010). Les modèles en loi de puissances sont populaires, car ils sont facilement identifiables. Ils permettent de comparer de manière empirique la durée de vie de différents alliages pour les technologies d'interconnexion diverses. En comparant avec les modèles en loi de puissances, les modèles de dommage continu ne sont pas souvent intégrés dans les codes de calcule par élément finis. Les modèles de zone cohésive sont également appliqués à la fatigue des brasures. Dans la fatigue des assemblages électroniques, l'observation de la propagation des fissures dans les joints est difficile à cause de la petite dimension de composant. La définition de la zone cohésive nous permet de réaliser la visualisation de la propagation de fissure dans le composant par les moyens numériques. Dans notre étude, nous cherchons à trouver une loi de puissance qui est adaptée à décrire la durée de vie d'alliage quand une pré-charge se présente. Dans la section suivante, une synthèse sur la loi de puissance est présentée.

1.4.1 Modèles empiriques en loi puissance

L'approche empirique est toujours la première méthode employée pour l'étude de la fatigue des alliages. Les lois sont établies sous l'hypothèse de cumul linéaire des cumules de déformation. Elles s'agissent d'exprimer le nombre de cycles à rupture en fonction du niveau de la sollicitation cyclique appliquée. Différents paramètres peuvent être injectés dans le modèle e.g. l'influence de la fréquence, de la température. L'expression la plus simple est la suivante :

$$\Delta X (N_f)^b = A \qquad 37$$

ΔX est l'amplitude du paramètre indicateur du niveau de sollicitation. A est le coefficient de ductilité en fatigue. N_f est le nombre de cycles à rupture et b est l'exposant de ductilité en fatigue. ΔX peut être l'amplitude de déformation, la densité de travail plastique par cycle ou la déformation viscoplastique accumulée par cycle.

ΔX est un paramètre physique cyclique (déformation plastique accumulée, travail inélastique etc.) .Il peut être calculée analytiquement ou par modélisation par éléments finis à partir des lois de comportement considérées e.g. la loi de fluage secondaire identifiées et présentée dans le chapitre de caractérisation du joint de connexion.

Dans la loi Coffin-Manson (L.F.Coffin, 1954). ΔX est l'amplitude de déformation plastique (crête-à -crête). La loi s'écrit :

$$\Delta\varepsilon_p N_f^{\alpha} = \theta \qquad 38$$

$\Delta\varepsilon_p$est l'amplitude de déformation plastique, θ est le coefficient de ductilité en fatigue, N_f est nombre de cycle à rupture et α est l'exposant de ductilité en fatigue. L'amplitude de déformation plastique peut être remplacée par l'amplitude de déformation de cisaillement plastique ou déformation totale.

Un paramètre de fréquence peut être ajouté dans le modèle de Coffin-Manson (J.H.L.Pang, 2004):

$$\Delta\varepsilon_p\left(N_f f^{k-1}\right)^{\alpha} = \theta \qquad 39$$

Ici f est la fréquence de la sollicitation (Hz), k est l'exposant de fréquence. Le produit $N_f f^{k-1}$est défini comme la durée de vie modifiée en fréquence. Cette variable peut être exprimée différemment selon la gamme de fréquence (J.H.L.Pang, 2004) en introduisant deux paramètres k1 et k2. L'exposant k dépende de la température (X.Q.Shi, 2000) pour des essais à température constante ; la prise en compte de la fréquence permet de tenir compte du matériau qui est sensible à la vitesse de déformation et de l'endommagement des alliages viscoplastique.

Dans le modèle de Morrow, ΔX est l'énergie dissipée (J.D.Morrow, 1965) :

$$W_{in} N_f^{\alpha} = \theta' \qquad 40$$

W_{in} est le travail inélastique dissipé pendant un cycle (l'aire de la courbe d'hystérésis stabilisée). θ' est le coefficient de ductilité en fatigue (MPa), N_f est nombre de cycle à rupture et α est l'exposant de ductilité en fatigue.

L'effet de fréquence peut aussi être ajouté dans ce modèle de la même manière que pour le modèle de Coffin-Manson modifié en fréquence.

$$W_{ac}\left(N_f f^{k-1}\right)^{\alpha} = \theta' \quad 41$$

W_{ac}est la densité d'énergie de déformation inélastique accumulée, f est la fréquence de la sollicitation (Hz), k est l'exposant de fréquence, θ est le coefficient de ductilité en fatigue (MPa), N_f est nombre de cycle à rupture et α est l'exposant de ductilité en fatigue.

Dans le modèle de Darveux (R.Darveaux, 2000), ΔX est la densité moyenne de travail plastique. Ce modèle décrit la durée de vie en deux parties : l'initiation de la fissure et la propagation de la fissure. La durée de vie est le somme des deux parties.

$$N_0 = K_1\left(W_{moy}\right)^{K_2} \quad 42$$

$$\frac{\mathrm{da}}{\mathrm{dN}} = K_3\left(W_{moy}\right)^{K_4} \quad 43$$

$$N_f = N_0 + \frac{a}{da/dN} \quad 44$$

N_0est le nombre de cycles à l'amorçage de la fissure, W_{moy}est la densité moyenne de travail plastique par cycle (Mpa), a est la longueur de la fissure à la défaillance, K_1 à K_4 sont les constantes du matériau. C'est en fait le modèle de Morrow modifié pour tenir compte de la phase d'amorçage et de propagation.

L'équation 45 donne le nombre de cycles à l'initiation d'une fissure de taille macroscopique. L'équation 46 donne l'évolution de la longueur de la fissure en fonction du nombre de cycles. Le nombre de cycles à défaillance est calculé au moyen de l'équation 46. La vitesse de propagation de la fissure est considérée constante. De plus, Darveaux montre que les valeurs des constantes dépendent du volume élémentaire choisi dans la modélisation par éléments finis. Ce modèle nécessite l'identification du nombre de cycles nécessaire à l'amorçage de la fissure macroscopique, et donc, à l'observation expérimentale de celle-ci.

Le modèle de fissuration est similaire à celui proposée par Ranganathan (N.Ranganathan, 1999). Selon ce modèle, qui est basé sur le modèle de Weertaman (J.Weertman, 1979), la vitesse de fissuration est exprimée en fonction de l'énergie hystérétique dissipée par cycle, Q :

$$\frac{da}{dN} = A\,Q^{b} \qquad 45$$

A est une constante. La valeur de b dépend du domaine de fissuration.
Lorsque la fissure avance sur chaque cycle par formation de stries, b est égalé à 1, soit on a une relation linéaire entre da/dN et Q.

Dans le domaine fissuration lente, où la fissure avance pas à pas, la valeur de b est supérieure à 1 et elle dépend du matériau. Le pas microscopique est la caractéristique du matériau et de l'environnement.

1.5 Nano impact

Cette méthode est souvent utilisée pour la caractérisation de la résistance à fatigue des revêtements d'outils coupants (B.D.Beake J. , 2004; B.D.Beake S. J., 2004). Les revêtements sont souvent des matériaux fragiles. Ben Beake ((a)B.D.Beake, 2004) a effectué nano impact sur différents polymères avec pour objectif l'évaluation de la résistance à la fatigue. Son travail montre la faisabilité de cette méthode sur les matériaux ductiles.

Le test Impact peut mesurer la résistance du matériau aux sollicitations qui sont associées aux grandes vitesses de déformation. Le principe de nano impact est une répétition de chocs sur la surface du matériau à étudier. L'énergie nécessaire pour l'endommagement de matériau peut être calculée à partir de ces résultats.

La configuration de nano-impact est montrée dans la Figure 122. Selon la force d'impact souhaitée, le pendule est maintenu à une distance précise, sous l'effet d'un champ électromagnétique, par rapport la surface du matériau à impacter. Au moment de l'impact, le champ magnétique disparait, la pendule balance vers l'échantillon et l'indenteur impact la surface du matériau avec une vitesse de déformation élevée. Le test peut être une approche de la fatigue oligocyclique.

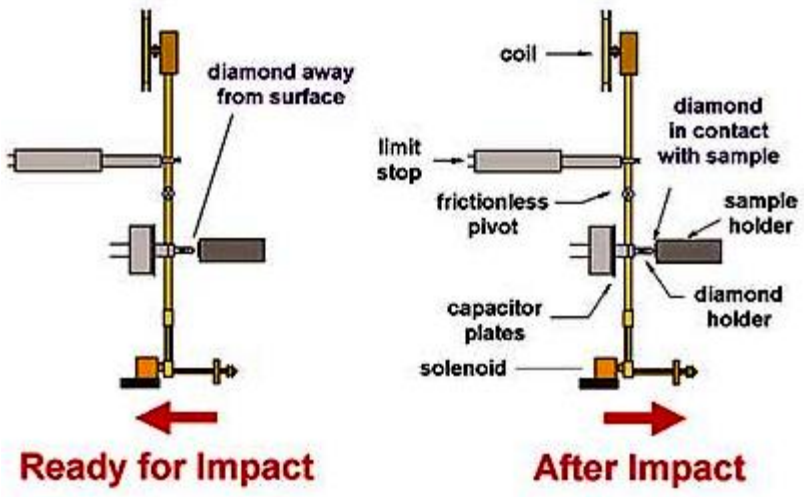


Figure 122 La configuration pour nano impact

La forme de l'indenteur, la force d'impact et le nombre d'impacts sont définis en fonction du matériau. L'indenteur sphérique et l'indenteur conique sont souvent utilisés. L'indenteur sphérique est appliqué sur un matériau ductile. Pour les matériaux fragiles, l'indenteur conique est plus approprié.

2 Procédure expérimental

Les éprouvettes pour les essais de fatigue sont moulées dans un four à convection forcée sous le même profil de température que la procédure « bumping ». La géométrie et le moule d'éprouvette sont présentés dans la Figure 123.

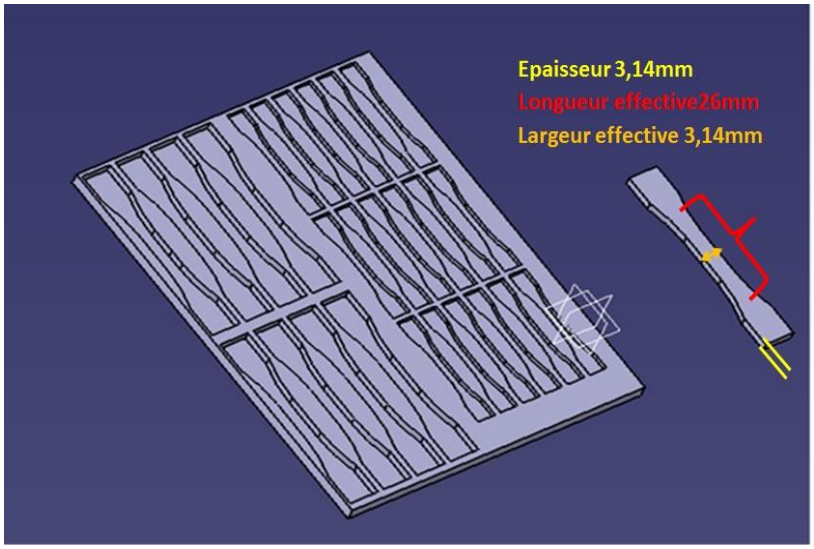


Figure 123 Géométrie d'éprouvette et son moule

Les essais sont effectués avec une machine de fatigue INSTRON E3000 qui est contrôlée par l'asservissement d'un moteur électrique. Les essais sont pilotés en déplacement. Durant l'essai, le déplacement total est maintenue constant sous température d'ambiante. Les essais cycliques sont effectués avec différentes déformations totales en variant la pré-charge avec l'objectif d'évaluer son effet sur le comportement en fatigue du matériau. La pré-charge (en déplacement) est définie selon les relations suivantes :

$$Precharge = \frac{(1+R_d)*Am}{(1-R_d)} \quad 46$$

$$Am = l_0 * \frac{\varepsilon_T}{2} \quad 47$$

$$R_d = \frac{D_{min}}{D_{max}} \quad 48$$

Am est l'amplitude de sollicitation, l_0 est la longueur initiale (longueur effective) qui est de 26mm, ε_T est le taux de déformation totale, R_d est le rapport entre le déplacement minimum et le déplacement maximum.

Les conditions de sollicitation d'essai sont affichées dans le Tableau 9:

Group	f (Hz)	ε_T=0.08%	ε_T=0.1%	ε_T=0.2%	ε_T=1%	ε_T=2%	ε_T =4%
R_d=-1	0.1				X	x	x
R_d=0.1	1	x	X	x			
R_d=0.5	1	x	X	x			
R_d=0.7	1	x	X				
R_d=0.9	1	x	X	x			

Tableau 9 Tableau des conditions d'essai

2.1 Essai de nano impact

Pour comparer la résistance à la fatigue. Le nanoimpact est utilisé sur l'éprouvette massive, le joint de soudure et la couche IMC. L'indenteur sphérique est choisi. Le période d'impact est de 6s. En considérant la ductilité de soudure, 1mN de force est choisi comme la force d'impact sur l'éprouvette massive et le joint de soudure. Au contraire de l'alliage de soudure, la couche IMC a une dureté relativement élevée donc une force d'impact 20mN est choisie. Sur l'éprouvette massive et le joint de soudure, deux groupes d'essais sont effectués. Un groupe d'essais dure 300 secondes, l'autre dure 600 secondes. Sur la couche IMC, la durée des essais est de 600 secondes.

3 Résultat et discussion

3.1 Le comportement cyclique

3.1.1 Pré charge nul (R_d=-1)

Effet Bauschinger

La partie chargement et la courbe d'hystérésis première cycle pour l'essai ε_T=1% sont affichées dans la Figure 124. Cette courbe a la même allure que la Figure 118 de (S. K. Paul, 2011). La limite élastique de la courbe de chargement vierge est σ_y dont la valeur est de 17 MPa. La différence entre le point de décharge et la limite élastique en compression est deux fois σ_y. La limite élastique en compression est de 8MPa, elle plus petite que σ_y. Après une charge de $2\sigma_y$, le matériau retrouve la limite élastique en traction.

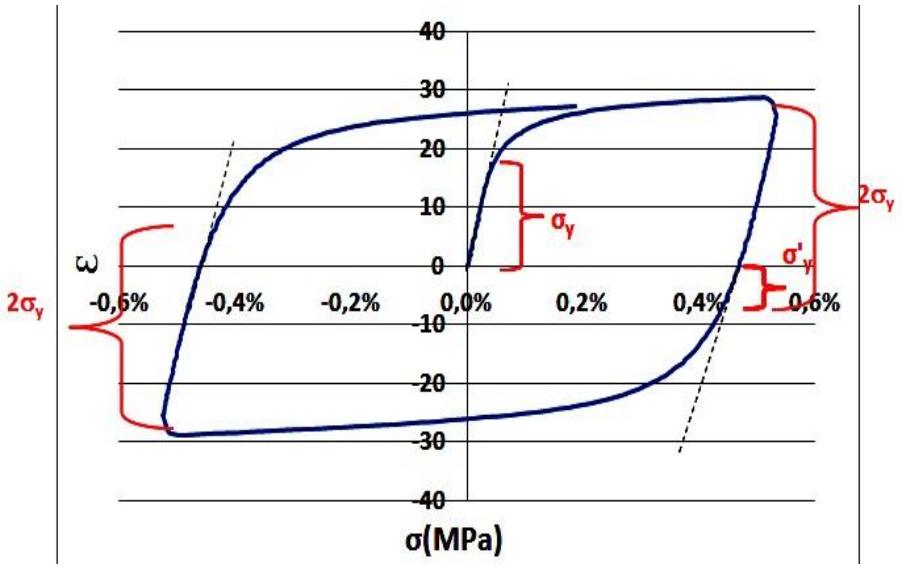


Figure 124 L'effet Bauschinger

Adoucissement cyclique

Les courbes d'hystérésis à 10ème ,50ème, 100ème, 200ème, 300ème, 400ème et 500ème cycle de l'essai avec ε_T = 4%, R_d=-1sont affichés dans la Figure 125. L'amplitude de contrainte diminue en fonction du nombre de cycles, celui-ci montre le comportement d'adoucissement cyclique du matériau.

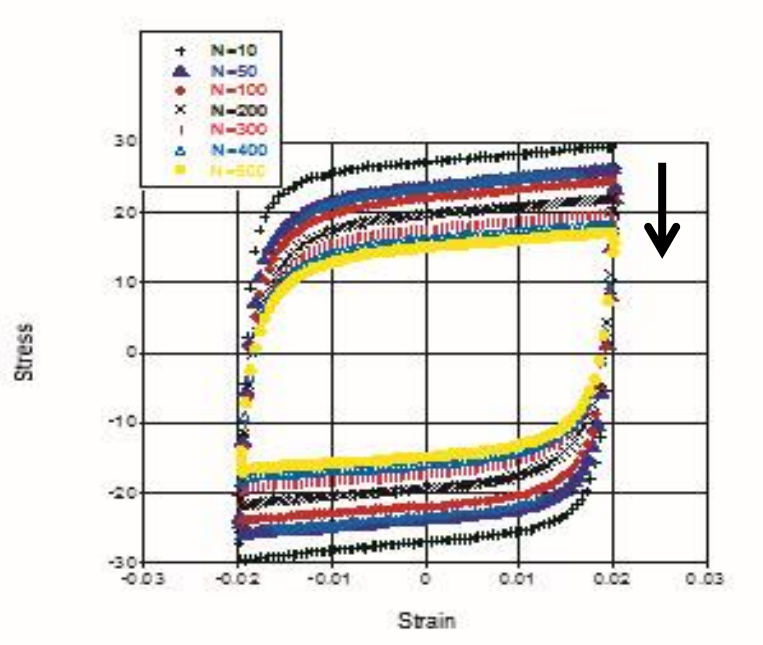


Figure 125 Les courbes d'hystérésis à différentes nombres de cycles pour l'essai à $\varepsilon_T = 4\%$, R=-1.

La Figure 126 montre l'évolution d'amplitude de contrainte en fonction de nombre de cycles. La courbe se distingue en trois phases :

- Dans la première phase, la chute d'amplitude de contrainte est rapide. Cette phase peut être corrélée à la coalescence, à l'initiation de la fissure et à l'adoucissement cyclique du matériau.
- Dans la deuxième phase, la vitesse de diminution de contrainte est quasi-constante. Ce comportement peut être corrélé au phénomène de propagation de fissure (C.E.Feltner, 1967; S. K. Paul, 2011) à la fin de cette phase, la contrainte d'amplitude arrive à la moitié de la valeur initiale. Par convention, on considère ce moment comme étant la fin de la durée de vie de l'éprouvette.
- Dans la troisième phase, une chute importante de contrainte apparait avant la rupture ductile l'éprouvette. (C.Kanchanomai Y. Y., 2002; C.Kanchanomai Y. , 2002a)

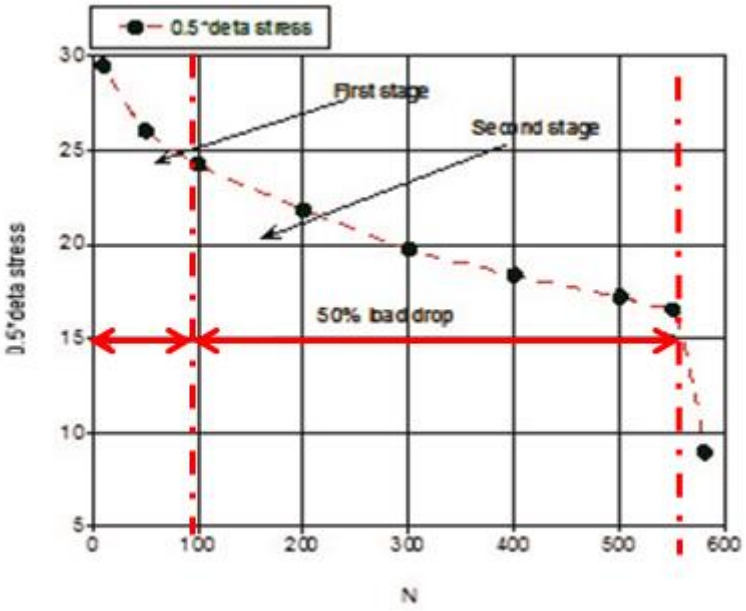


Figure 126 Evolution d'amplitude de contrainte en fonction de nombre de cycles

Pour étudier en détail le comportement cyclique. Les courbes de contrainte - déformation cyclique à stabilisation sont comparées avec une courbe de traction monotone conduite à une vitesse de déplacement proche de celle des essais cycliques (Figure 127).

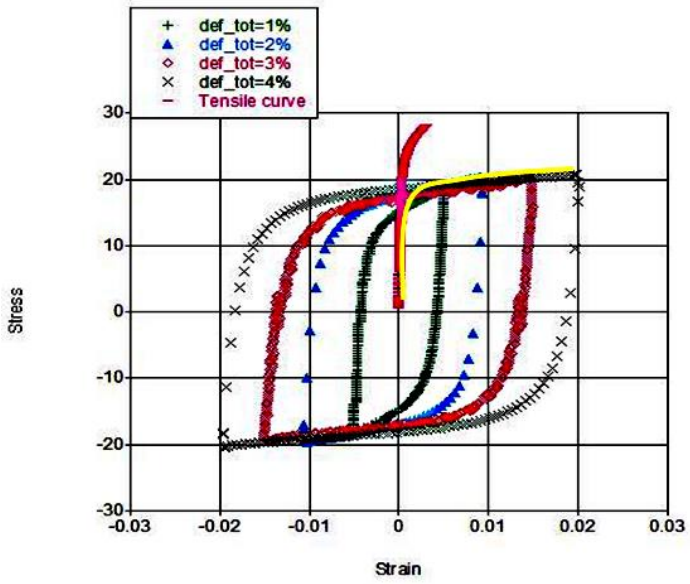


Figure 127 La courbe σ-$\boldsymbol{\varepsilon}$ cyclique de R_d=-1 (la courbe jaune) et la courbe traction monotone

La limite élastique de la courbe de traction est de 21MPa. Cette valeur est au-dessus de la limite élastique cyclique 16MPa. La courbe de contrainte déformation cyclique (en jaune) se trouve en dessous de la courbe de traction. Celui-ci traduit donc une déconsolidation cyclique d'alliage.

3.1.2 Pré charge non nul ($R_d \neq -1$)

Effet de relaxation

La Figure 128 montre la réponse en force en fonction du temps pour l'essai $\boldsymbol{\varepsilon}_T$ 0.08%, R_d=0.1.

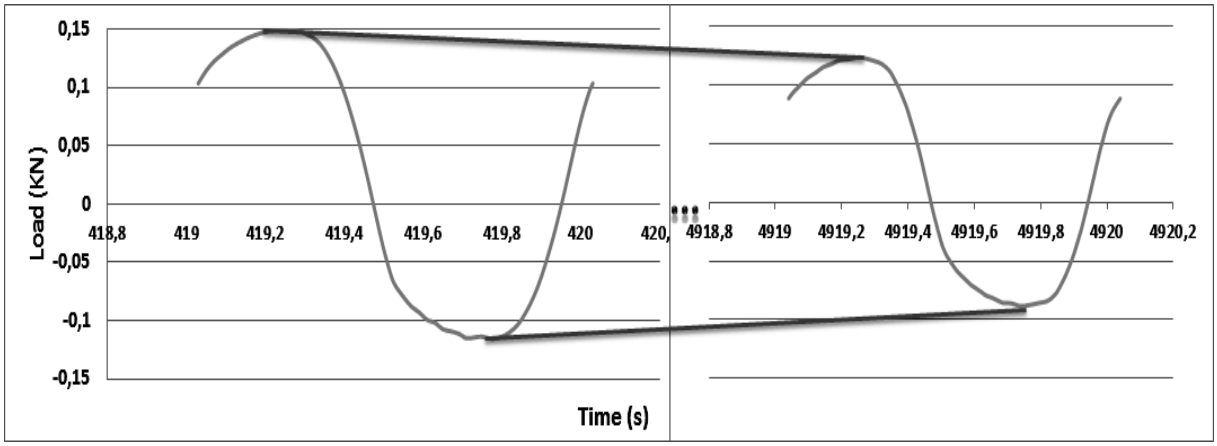


Figure 128 La réponse de force durant l'essai ε_T =0.08% R_d=0.1

L'amplitude de force diminue, ce qui donne lieu à un adoucissement cyclique. La force moyenne se relaxe en fonction du temps. Celui-ci indique une relaxation de contrainte cyclique.

Les courbes d'hystérésis stabilisées pour les essais de différent R_d sont tracées selon les mêmes amplitudes de sollicitation (Figure 129 a), b)). L'ordonnée est la réponse en force (KN) et l'abscisse est le déplacement (mm). En se basant sur la Figure 129 a), b), les évolutions de la force maximum en fonction de R_d pour différents ε_T sont présentées dans la Figure 129 c).

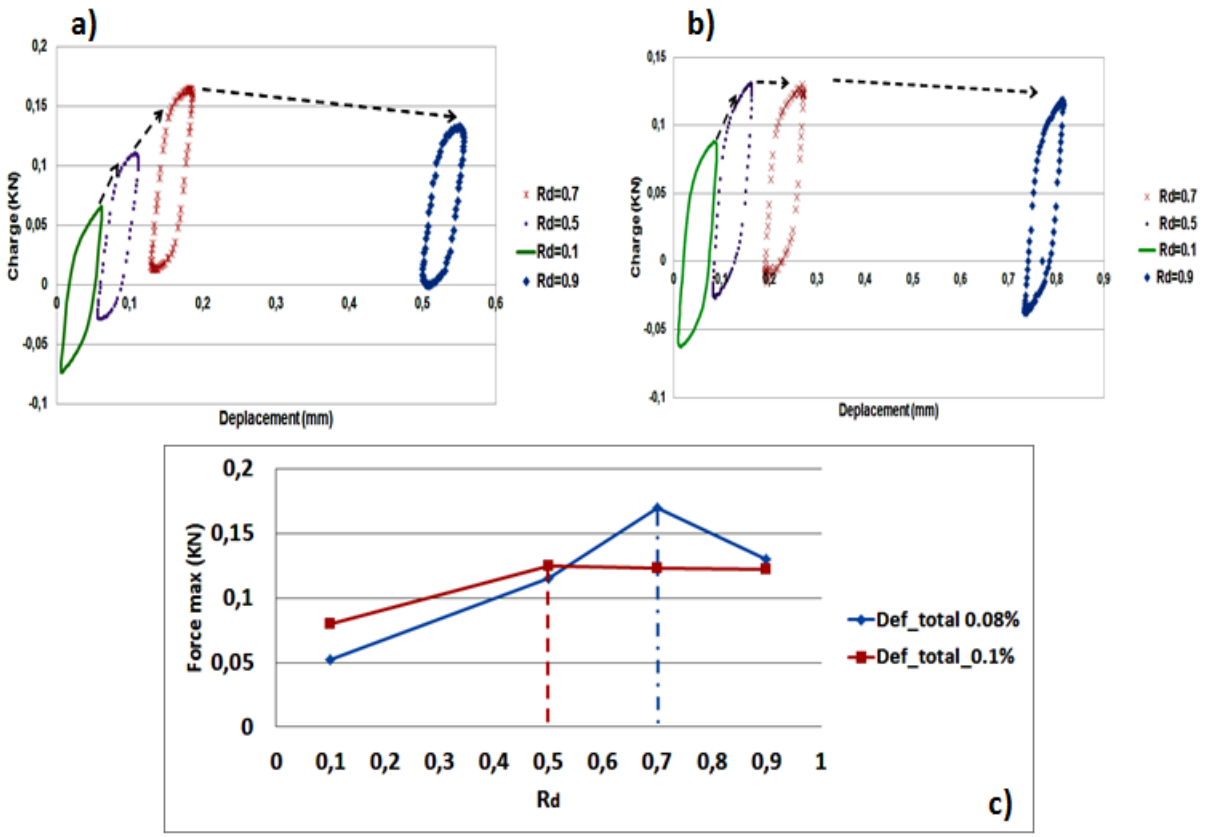


Figure 129 Analyse de la réponse de force en fonction de R_d et $\boldsymbol{\varepsilon}_T$: a) Courbes hystérésis stabilisées $\varepsilon_T = 0.08\%$; b) Courbes hystérésis stabilisées $\varepsilon_T = 0.1\%$; c) Evolution de F_{max} en fonction de R_d

Dans la Figure 129 c), nous voyons pour chaque ε_T qu'il existe un seuil, quand R_d dépasse ce seuil, la force maximum diminue en fonction de R_d. Un effet de relaxation apparait. Pour ε_T =0.08%, le seuil est R_d=0.7. Pour ε_T =0.1%, le seuil correspondant à la tournure pour la force maximum est R_d=0.5. Nous concluons que l'augmentation R_d provoque une relaxation de contrainte. Il existe un seuil de R_d pour cet effet de relaxation. Ce seuil est influencé par l'amplitude de sollicitation.

3.1.2.1 Adoucissement cyclique

Prenons les courbes d'hystérésis stabilisées et traçons les courbes de l'amplitude de contrainte en fonction d'amplitude de déformation pour les essais R_d=0.1, 0.9. Ces courbes

sont comparées avec la courbe contrainte déformation cyclique de R_d=-1 et la courbe de traction monotone dans la Figure 130.

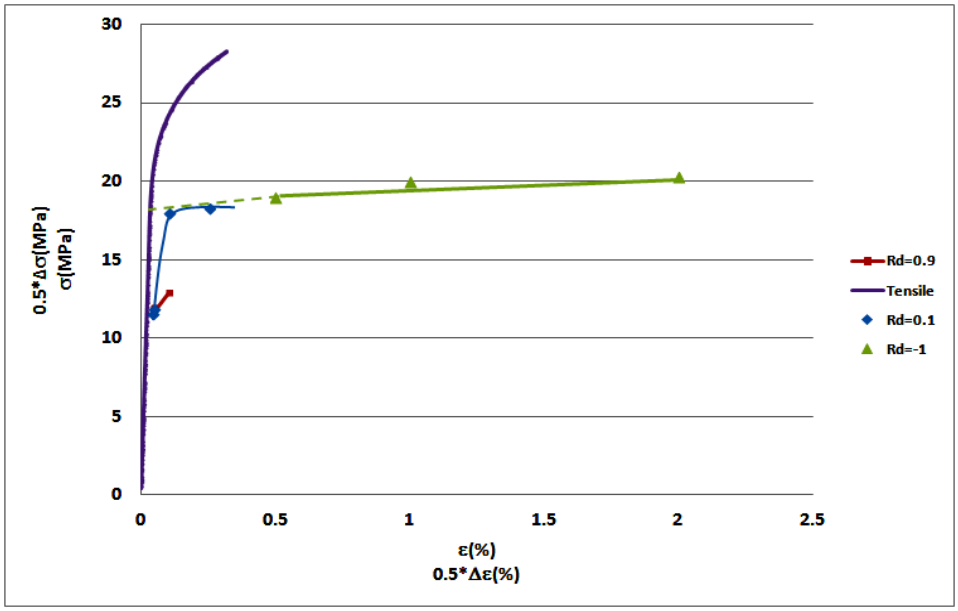


Figure 130 La comparaison des courbes σ-**ε** cycliques de R_d=-1, 0.1, 0.9 avec la courbe de traction monotone

Les courbes σ-**ε** cycliques se trouvent en dessous de la courbe de traction monotone qui indique un comportement d'adoucissement quelle que soit la pré-charge. Rappelons que classiquement une telle analyse est faite typiquement pour les essais cyclique à R_ε = -1. On voit ici que la courbe à R=0.1 est pratiquement confondue avec celle à R=-1. Celle de R_d=0.9 se trouve en dessous de la courbe de traction monotone qui indique qu'une grande pré-charge renforce le comportement d'adoucissement cyclique. Un zoom est réalisé sur les courbes de R_d=0.9 et 0.1 (Figure 131). Nous trouvons qu'elles divergent à partir de 0.05% d'amplitude de sollicitation ($\boldsymbol{\varepsilon}_T$=0.1%).

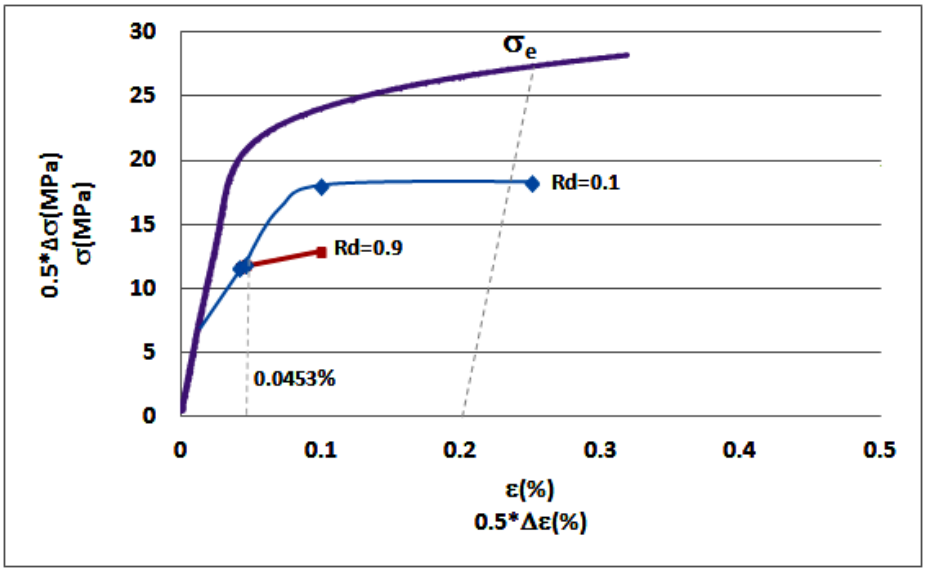


Figure 131 Zoom des courbes σ-$\boldsymbol{\varepsilon}$ cyclique pour R_d=0.1 et 0.9

La limite élastique cyclique pour les deux courbes est autour de 8MPa. R_d augmente le comportement d'adoucissement cyclique. Cet effet n'est pas significatif lors de petite déformation mais il devient important quand l'amplitude de sollicitation dépasse 0.05%. Basé sur le modèle Ramberg-Osgood (équation 39), avec un ajustement de courbe, les coefficients de résistance cyclique K' et le coefficient écrouissage cyclique sont obtenus. Ils sont listés dans le Tableau 10.

	K'	n'
R_d=0.1	25.7	0.053

Tableau 10 Les coefficients de modèle Ramberg-Osgood

3.2 Effet Masing

Les courbes hystérésis de différents R_d sont déplacées sur le même point d'origine (Figure 132). Nous voyons que certaines courbes ont une partie de chargements superposables, ceux qui montrent qu'elles suivent la règle de Masing.

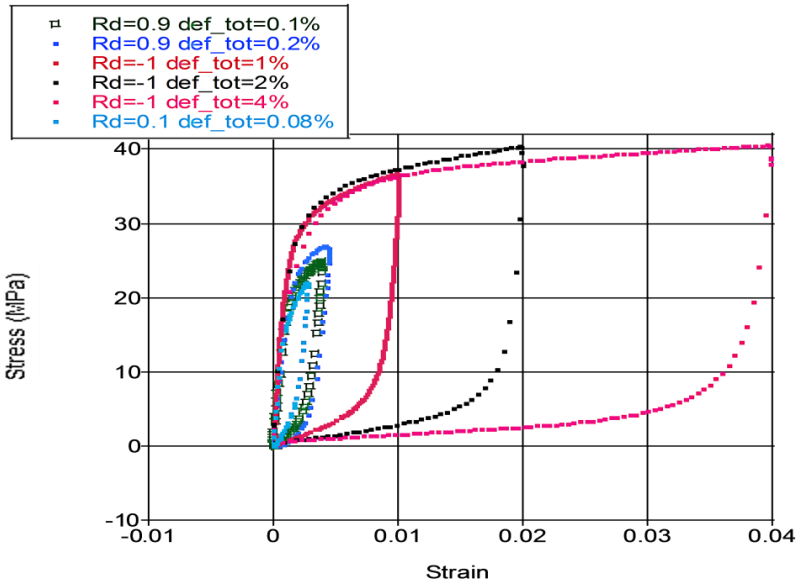


Figure 132 Les courbe hystérésis stabilisées

3.2.1 Pré charge nulle (Rd=-1)

Un zoom sur les courbes de chargement est réalisé, un effet Masing existe pour la déformation totale 1% et 2% (Figure 133). Avec une déformation totale de 4%, la courbe ne suit plus la règle de Masing. Nous concluons que l'effet de Masing existe quand la déformation totale est inférieur à 2% quand R_d=-1.

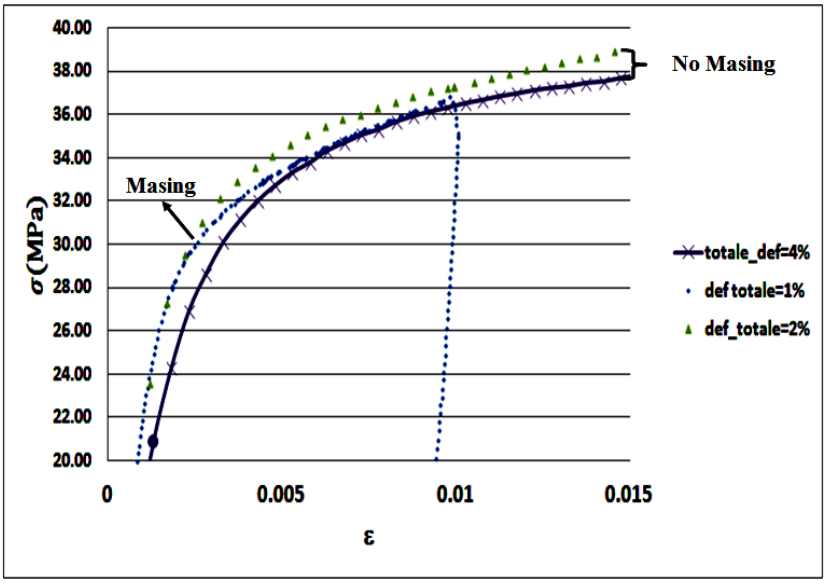


Figure 133 Courbes hystérésis R_d=-1

Selon l'explication de l'effet Masing : quand la différence entre les limites élastiques de traction et de compression est de $2\sigma_{y,}$ le matériau a le comportement Masing. La régularité des courbes hystérésis rend une possibilité à la simulation des courbes par un modèle analytique.

3.2.1.1 Description des courbes hystérésis par modèle analytique

Pour obtenir la courbe analytique, le modèle Ramberg-Osgood est utilisé pour calculer $\Delta\sigma$ avec un $\Delta\varepsilon$ donné. Quand Rd=-1, K' = 23.23 et n'=0.04 (Tableau 11), la limite élastique cyclique σ_{yc} est 16 MPa. La courbe analytique et la courbe expérimental sont affichées dans la Figure 134. Les coordonnées des points A B C D sont déterminées par la règle de Masing:

	A	B	C	D
x	$2*\boldsymbol{\Delta\varepsilon}$	$2*\Delta\varepsilon-\frac{2*\sigma_{yc}}{E}$	0	$2*\sigma_{yc}$
y	$2*\boldsymbol{\Delta}\sigma$	$2*\boldsymbol{\Delta}\sigma-2*\sigma_{yc}$	0	$\frac{2*\sigma_{yc}}{E}$

Tableau 11 Les coordonnées des points extrémités pour déterminer la courbes hystérésis

Une bonne corrélation montre que la courbe hystérésis, qui suit règle Masing, peut être décrit par le modèle analytique (Figure 134).

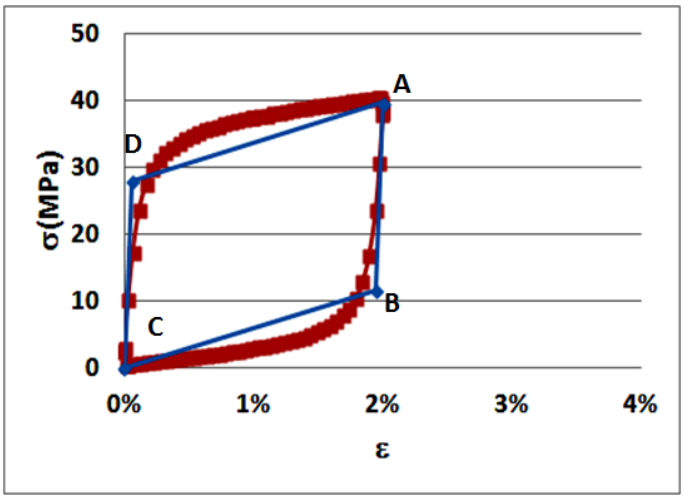


Figure 134 La corrélation entre les courbes hystérésis analytique et expérimentale

Avec ce modèle les courbes hystérésis avec de petites déformations totales (inférieures à 2%) pour R_d=-1 sont simulées et affichées dans la Figure 135.

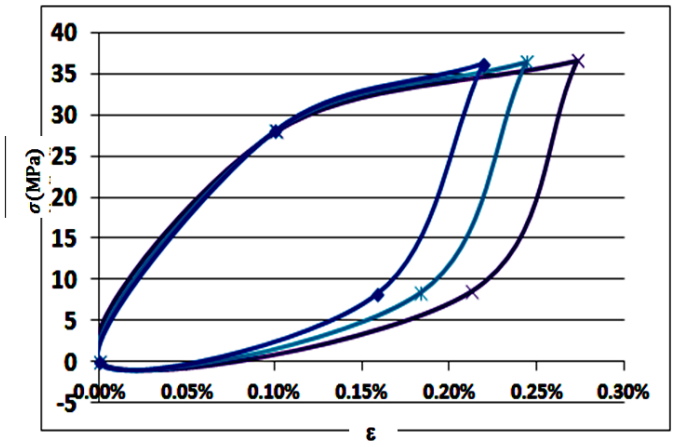


Figure 135 Les courbes analytiques hystérésis pour R_d=-1

3.2.2 Pré charge non nulle ($R_d \neq -1$)

3.2.2.1 L'effet R_d sur les courbes hystérésis

Pour évaluer l'effet de R_d sur les courbes hystérésis, les courbes avec différentes valeurs R_d sont superposées sous les mêmes amplitudes de sollicitation (Figure 136).

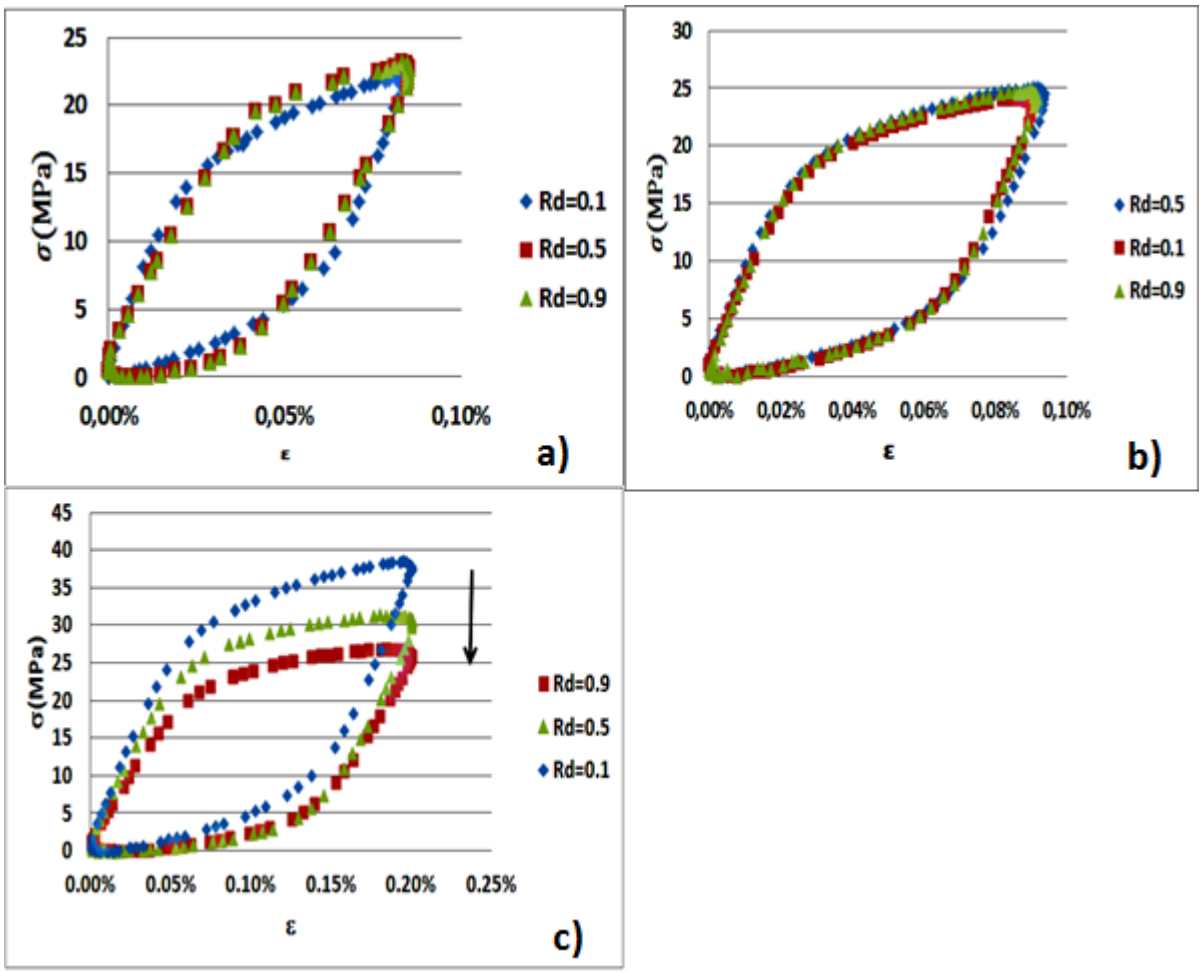


Figure 136 Effet Rd sur les courbes hystéresis $\boldsymbol{\varepsilon}_T$=0.08% a), $\boldsymbol{\varepsilon}_T$=0.1% b), $\boldsymbol{\varepsilon}_T$=0.2% c)

R_d a peu d'effet sur les courbes quand la déformation totale est petite (Figure 136 a) b)). L'effet de pré-charge devient significatif quand la déformation totale arrive à 0.2% (Figure 136 c)). La contrainte maximum diminue avec une augmentation de R_d. Autrement dit R_d n'a pas d'effet sur le comportement de Masing quand la déformation totale est inférieure que 0.1%. La Figure 137 montre l'effet de Masing malgré les différentes valeurs de R_d.

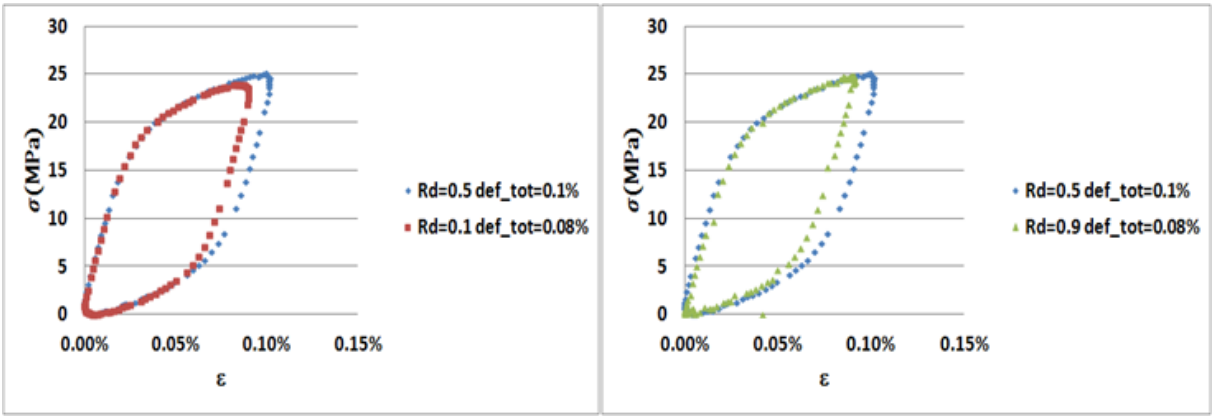


Figure 137 Effet de Masing

3.2.2.2 Description des courbes hystérésis par le modèle analytique

Comme présenté dans le cas de pré déformation nul, les courbes hystérésis peuvent être décrites par le modèle Ramberg-Osgood si le matériau a le comportement Masing. Pour l'alliage étudié, quand la pré-déformation n'est pas nulle, l'effet Masing existe quand la déformation totale est inférieure que 0.1%. Avec K'=25.7, n'=0.053 et σ_{yc}=11MPa (Tableau 10). La courbes hystérésis analytique avec $\boldsymbol{\varepsilon}_T$=0.1% est comparée avec la courbe expérimentale dans la Figure 138**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**.

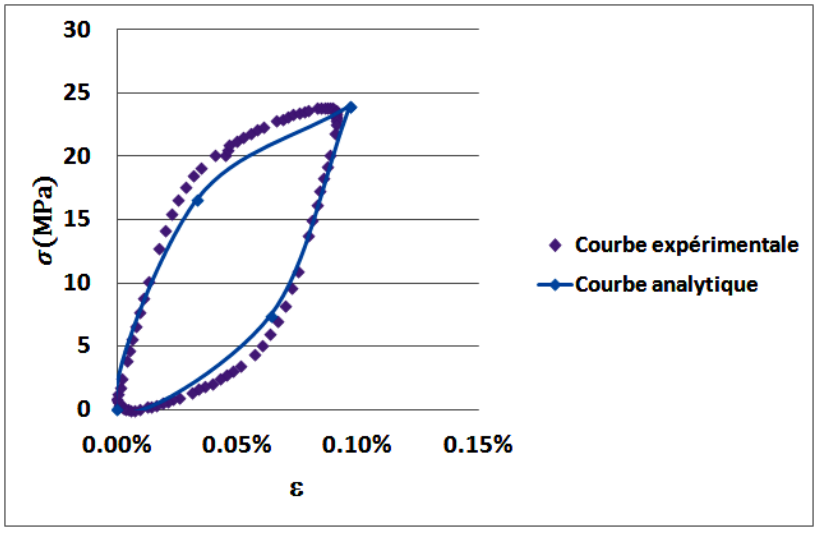


Figure 138 La corrélation entre les courbes hystérésis analytique et expérimentale

La bonne corrélation des courbes analytiques et expérimentales confirme que les courbes hystérésis, sous une pré-charge avec une déformation totale inférieure à 0.1%, peuvent être modélisées par ce modèle analytique. Les courbes analytiques sont affichées dans la Figure 139.

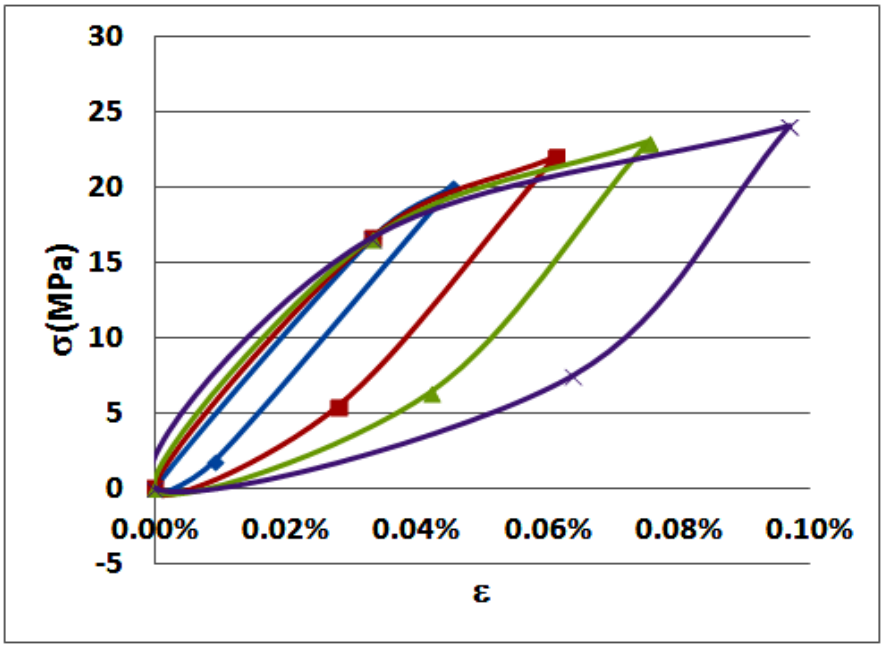


Figure 139 Les courbes analytiques hystérésis pour R_d=0.1

3.3 Une proposition pour le modèle de Morrow modifié

Le modèle de Morrow, qui se base sur l'energie dissipée, est choisi pour la description de la durée de vie de ce matériau. Les courbes Wöhler pour R_d=0.1 et 0.9 sont tracées dans la Figure 140.

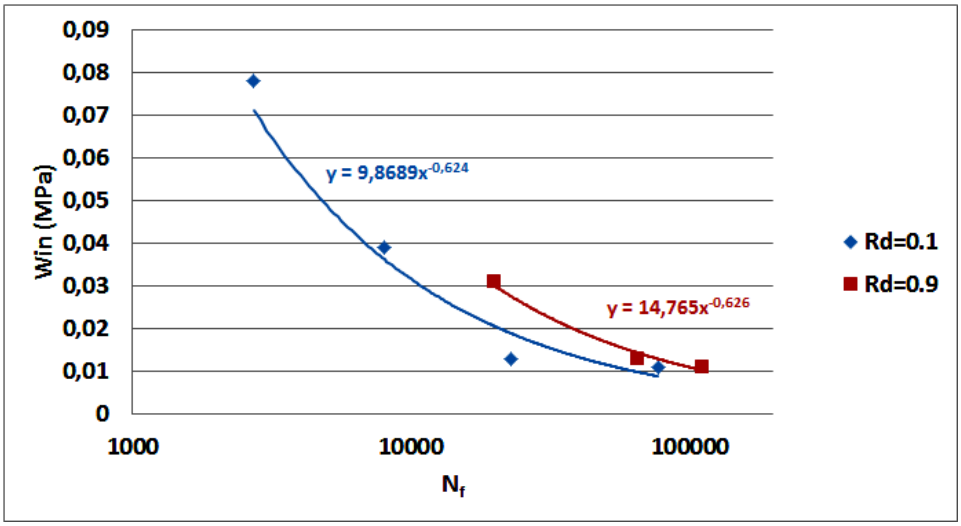


Figure 140 Les courbes Wöhler

L'exposant de ductilité en fatigue α est 0.624 et 0.626 pour les deux cas respectifs. R_d a peu d'influence sur cet exposant. α peut être considéré comme constant malgré la variation de R_d. Le coefficient de ductilité en fatigue θ est de 9.9 et de 14.8 pour les deux conditions respectives. R_d augmente le coefficient de ductilité en fatigue de ce matériau. Nous concluons que le modèle de Morrow est adapté pour la description de duré de vie de l'alliage concerné sous les sollicitations avec une pré-déformation non nulle. Dans ce modèle, il n'y a que le coefficient de ductilité en fatigue θ qui soit sensible à R_d. Nous proposons que le modèle de Morrow puisse être modifié sous la forme suivante :

$$W_{in}(N_f)^{\alpha} = \theta(R_d) \qquad 49$$

$\theta(R_d)$est le coefficient de ductilité en fatigue qui est une fonction de R_d.

Le modèle de Morrow modifié, en combinant le modèle qui simule les courbes hystérésis dans la partie avant, peut prédire la durée de vie du matériau SACNi1255 pour les petites amplitudes de sollicitation ayant une pré-charge non nulle.

3.4 Analyse fractographie

Après les essais de fatigue, les surfaces de fracture sont observées sous MEB. Les fissures intergranulaires et transgranulaires sont souvent observées (Figure 141 a)). Les fissures intergranulaires représentent typiquement un endommagement par fluage. La présence des parties striées et des parties intergranulaires indiquent que durant l'essai, l'endommagement est dû à la fatigue et au fluage. Les stries se trouvent perpendiculaires aux microfissures (Figure 141 b)). La rupture statique est souvent ductile. Ceci est représenté par l'apparition de cupules (Figure 141d)).

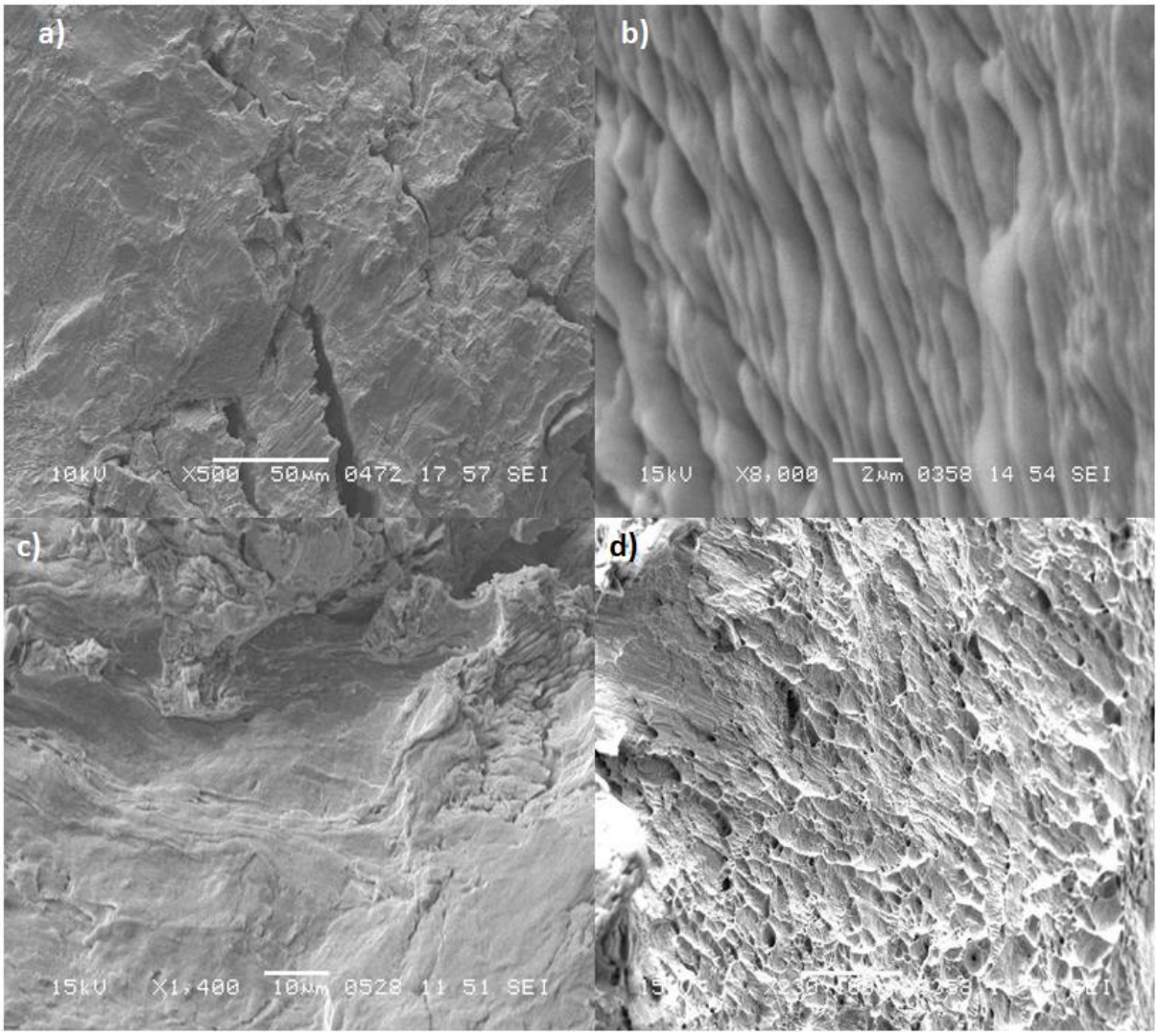


Figure 141 Fractographies d'essai R_d=0.1 $\boldsymbol{\varepsilon}_T$=0.1% : a) Fissures intergranulaires et transgranulaires mixées, c) Les stries autour de micron fissure, c) Fissures intergranulaires, transgranulaires stries mixées, d) Rupture ductile : les cupules

Pour les essais avec R_d =0.9, les fissures intergranulaires apparaissent plus souvent (Figure 142). Ceci signifie un effet de fluage prédominant.

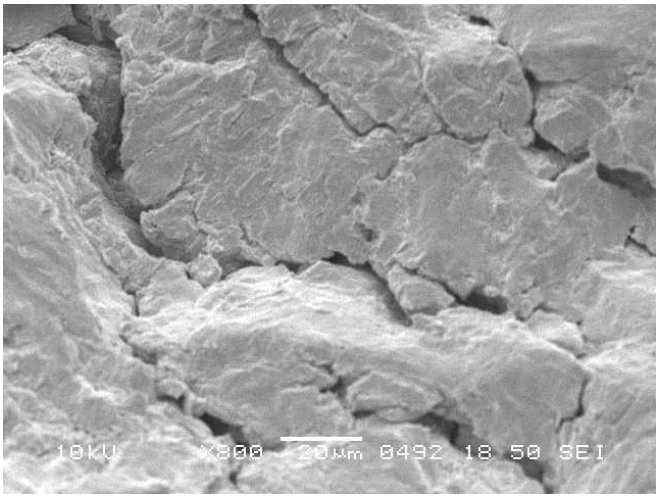


Figure 142 Les fissures intergranulaires pour un essai Rd=0.9 $\boldsymbol{\varepsilon}_T$=0.1%

3.5 Résistance à La Fatigue d'éprouvette Massive et In Situ

Les résultats d'impact sur l'éprouvette massive et l'éprouvette in situ sont illustrés sur la Figure 143.

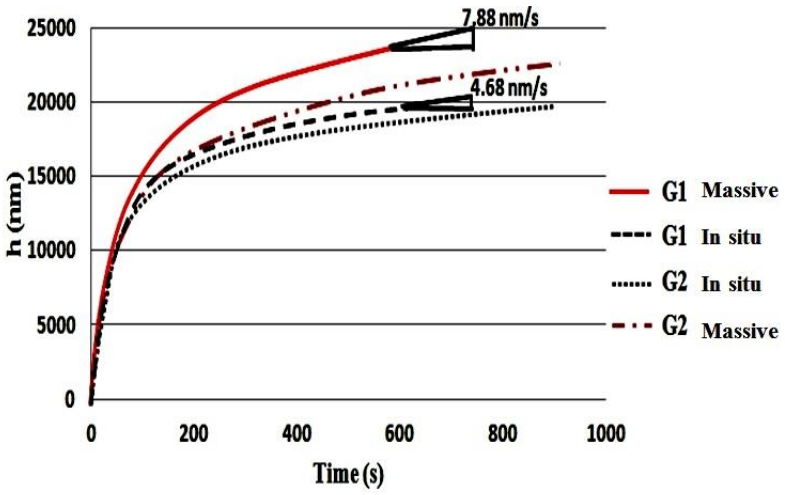


Figure 143 La comparaison des résistances à la fatigue du joint de soudure et d'éprouvette massive

Les courbes ont le même profil : la profondeur d'impact croît vite durant les premiers impacts puis la croissance devient progressive, la vitesse de croissance est presque constante. Cette vitesse de croissance est calculée pour les essais de groupe 1 (dans G1, le nombre d'impacts est 50). Elle est plus importante dans l'éprouvette massive.

Les essais ne sont pas répétables sur les deux types d'éprouvette. Celui-ci montre l'hétérogénéité des deux types d'éprouvette. Mais les courbes de joint de soudure in situ sont toujours au-dessous de celles de l'éprouvette massive. La microstructure est donc plus dense. La soudure in situ résiste mieux à la fatigue par impact.

Les empreintes d'impacts sur l'éprouvette in situ sont observées sous lumières polarisées (Figure 144). Les deux impacts se localisent dans deux grains respectivement. Nous avons vue précédemment, les différents grains peuvent avoir des propriétés différentes. Cette différence de propriétés peut être une raison de variance entre les deux impacts.

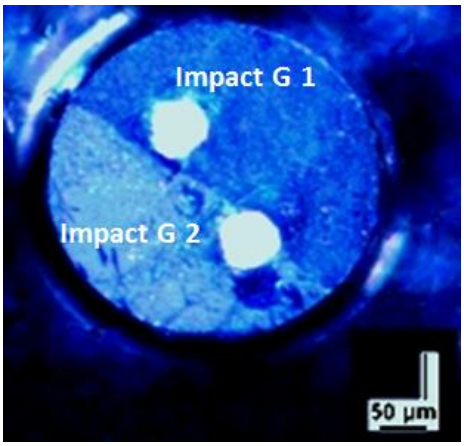


Figure 144 Empreintes d'impacts observés sous les lumières polarisées

Les empreintes d'impacts d'éprouvette in situ et massive sont observées sous MEB (Figure 145). Les 'pile up' formés sur les deux types d'éprouvettes après les impacts sont différents. Cette observation montre la différence de manier la déformation plastique. Les lignes de glissements sont observées autour d'une empreinte de joint de soudure.

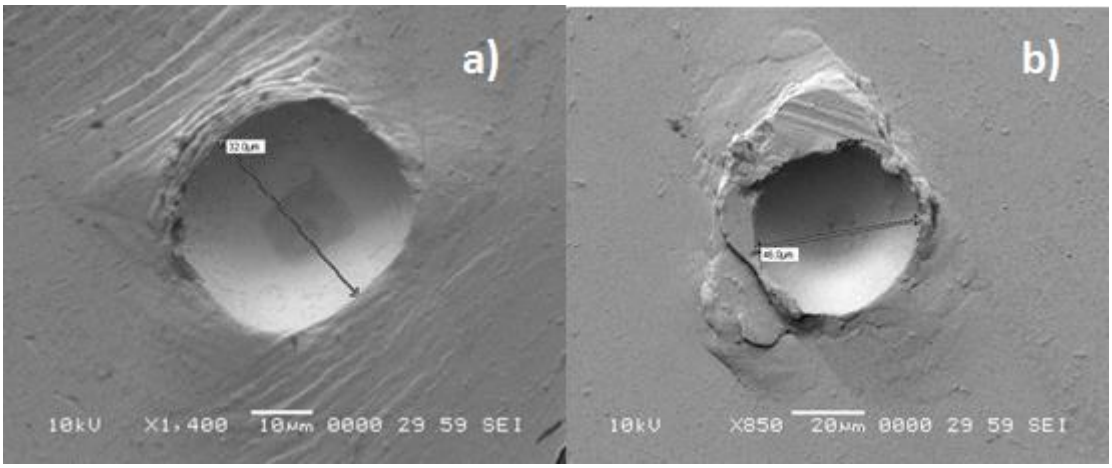


Figure 145 Observation des empreintes d'impacts sous MEB : a) le joint de soudure et b) l'éprouvette massive

Le résultat d'impact sur la couche IMC est affiché dans la Figure 146 b). Le profil de la courbe est différent de celui du joint de soudure (Figure 146 a)). Pour IMC, la profondeur reste constante du quatrième jusqu'au vingt-quatrième impact. Au bout du vingt-quatrième impact, elle croît brutalement puis reste stable. Ce profil de courbe indique une caractéristique d'impact sur un matériau fragile (B.D.Beake J. , 2004; B.D.Beake S. J., 2004).

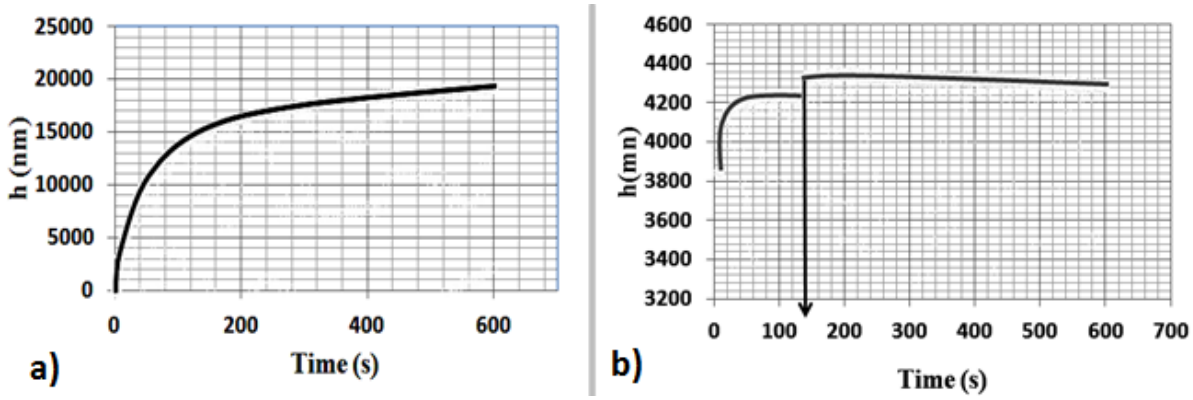


Figure 146 Les courbes d'impacts sur a) joint de soudure et b) la couche IMC

La marque d'impact sur IMC est aussi montrée dans la Figure 147. Les fissures sont observées.

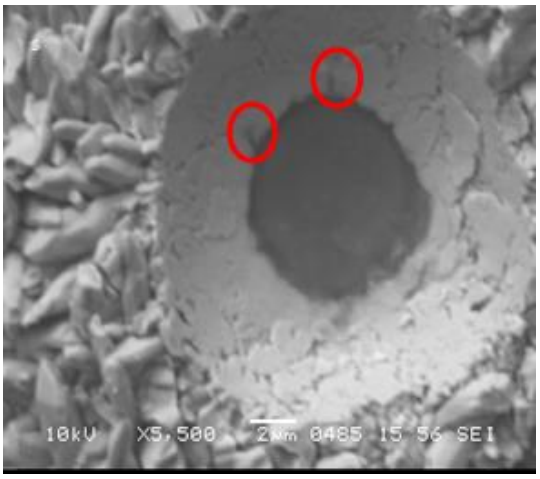


Figure 147 Les fissure autour d'un empreinte d'impact

Durant l'impact, IMC a un comportement de matériau fragile. Celui-ci est contraire à ce qu'on a observé lors de l'essai d'indentation. Le 'pile up' est observé autour d'empreinte d'indentation donc une déformation plastique apparait. Cette différence montre qu'il y a une transition de comportent ductile à fragile.

La transition de ductile à fragile est aussi observée dans d'autres matériaux. Ce phénomène peut être expliqué pour différentes raisons. e.g. Une variance de pression peut créer cette transition dans les rochers (J.D.Byerlee, 1968). La différence de pression et la température peut évoquer cette transition dans le silicium (P.B.Hirshc, 1989).

Cette transition peuvent avoir de nombreuses raisons e.g.:

- La vitesse de chargement. Dans le cas d'indentation, la vitesse de chargement est quasi statique mais une grande vitesse de déformation apparait durant l'impact.
- Différence de pression. La pression générée durant l'indentation et l'impact est différente.

3.6 Densité d'énergie critique pour l'initiation de fissure dans la soudure in situ

Les résistances à la fatigue des matériaux peuvent être facilement comparées quand les profils de courbe sont pareils. Mais la comparaison des résistances à la fatigue entre le

matériau ductile et fragile ne peut pas se faire par simple observation des courbes. Dans cette partie, le concept de densité d'énergie est proposé avec l'objectif de comparer la résistance à la fatigue d'IMC et celui de la soudure in situ (Z.Ma, 2012).

Sur IMC, l'impact sur la surface d'échantillon a une force prédéfinie F. Durant la pénétration issue de l'impact, la force F diminue jusqu'à zéro. Considérons que la diminution de la force est linéaire, le travail fait par l'indenteur durant la pénétration est ci-dessous:

$$\mathrm{w_i} = \frac{1}{2} * \mathrm{F} * \Delta \mathrm{h_i} \qquad 50$$

F est la force d'impact ; $\Delta \mathrm{h_i}$ est le profondeur de pénétration d'un impact.
Pour N impacts où la fissure apparait (la profondeur croît brutalement, Figure 146 b)), l'accumulation de travail est :

$$\mathrm{w_N} = \sum_{\mathrm{i=1}}^{\mathrm{N}} \mathrm{w_i} = \sum_{\mathrm{i=1}}^{\mathrm{N}} \frac{1}{2} * \mathrm{F} * \Delta \mathrm{h_i} \qquad 51$$

L'énergie obtenue w_N est l'énergie nécessaire pour l'initiation de fissure.
Cette énergie peut être normalisée par le volume de l'empreinte. Le résultat obtenu est l'énergie absorbée par unité de volume.

$$\mathrm{Q_N} = \frac{\mathrm{w_N}}{\mathrm{V_i}} \qquad 52$$

$\mathrm{V_i}$ est le volume de marques d'impact ; Q_N est le densité d'énergie son unité est MPa.

Dans le cas d'impacts sur IMC, la force d'impact est de 20mN. Au bout de 140 secondes donc 24ièmes impacts, la fissure apparait. La densité calculée est 6.8MPa.

Dans le cas d'impacts sur la soudure in situ, l'énergie de densité est calculée au bout de 100 impacts et la valeur est de 13.72MPa. Malgré la grande valeur, grâce à la propriété ductile, aucune fissure n'est observée dans la soudure. Donc, les fissures apparaissent dans l'IMC quand l'énergie absorbée par unité de volume arrive à 6.8J.

Cette conclusion est en accord avec nombreuses études. Après le drop test, les fissures sont souvent initiées autour des IMCs puis se propagent dans la soudure ou dans l'IMC ou suivant l'interface entre l'IMC et la soudure. (C.L.Yeh Y. C., 2005; C.L.Yeh T. Y.; Valota, 2006; K.Newman, 2005).

4 Conclusion

Dans cet chapitre, le comportement cyclique sous température ambiante d'alliage SACNi1255 est étudié. Nous arrivons aux conclusions suivantes :

Ce matériau présente une adoucissement cyclique. Cet effet est observé quelque soit le rapport R_d.

L'effet de adoucissement est accentué par R_d.

L'effet de Bauschinger est observé pour l'alliage.

Les courbes hystéresis, qui suivent la règle de Masing, peuvent être modélisées par un modèle analytique qui peut être implanté dans le logiciel de calcul. En se basant sur l'énergie dissipée, la durée de vie peut être estimée.

En se basant sur le modèle de Morrow, les courbes de Wöhler sont tracées pour R_d=0.1 et R_d=0.9. Il s'avère que le coefficient de ductilité en fatigue θ est sensible à R_d.

Nous proposons une modification au modèle de Morrow pour les sollicitaitons avec une pré déformation non nulle selon la formule : $W_{in}\left(N_f\right)^{\alpha} = \theta(R_d)$.

En combinant les courbes hystérésis simulées, ce modèle peut prédire la durée de vie du matériau pour les petites amplitudes de sollicitation avec des pré charges.

Après l'analyse fractographique, on constate un endommagement du matériau pour deux raisons : la fatigue et le fluage. L'effet de fluage augmente avec R_d. Celui-ci est représenté par l'apparation frequente des fissures inter granulaires.

Dans un joint de soudure , en comparent avec la couche intermétallique, le corps de soudure résiste plus aux impacts. La densité d'énergie critique est calculé pour la couche intermétallique, ceci peut accompagner la simulation numérique afin d'obtenir le nombre d'impact pour l'initiation de fissure.

Conclusion générale et perspective

La qualité des produits dépend de leur fiabilité. En améliorant les procédés de fabrication et le choix de matériaux, nous pouvons augmenter la fiabilité mécanique des composants microélectroniques. Pour évaluer les impacts des procédés sur la tenue des matériaux et comparer les propriétés de différents matériaux, les méthodes de caractérisation sont indispensables. Dans le projet 3Dice, la problématique consiste à se focaliser sur le développement des méthodes de caractérisation à micro échelle. Ce mémoire apporte non seulement les réponses sur les propriétés des matériaux concernés mais aussi sur les méthodes de caractérisation qui contribuent à évaluer les procédés et confirmer le choix des matériaux afin d'augmenter la fiabilité des produits. L'étude des méthodes de caractérisation a porté sur les deux endroits critiques du produit : le joint de connexion et la couche mince métallique.

La microstructure de soudure est sensible aux procédés et à la composition chimique d'alliage. Elle influence directement la tenue mécanique de soudure. La microstructure de joint de soudure est observée sous des lumières polarisées après un polissage de finition. De même que l'agencement des grains est aléatoire, la morphologie particulière « beach ball » est observée sur la soudure. Les propriétés mécaniques de soudure sont évaluées sous l'aide de nanoindentation. Les résistances aux chocs de la couche intermétallique et du corps de soudure sont comparées par les essais d'impact. L'initiation de la fissure dans la couche intermétallique durant les chocs est expérimentalement vérifiée. Une méthode est ainsi proposée pour le calcul de l'énergie d'initiation de fissure. En comparant avec l'éprouvette massive, à cause de l'effet de bumping, le joint de soudure est plus résistant au fluage et comporte des modules élastiques plus importants.

Les propriétés en fatigue de l'alliage SACNi1255 sont étudiées par les essais de fatigue conventionnels. Dans le but de répondre sur la flexibilité des produits microélectroniques, l'effet de pré-charge sur la tenue fatigue d'alliage est étudié. Le comportement cyclique, sous petite amplitude de sollicitation d'alliage, suit la règle de Masing. Les courbes d'hystéresis sont simulées par un modèle analytique. L'analyse de la fractographie est effectuée après les essais de fatigue. L'influence de pré-charge sur la propagation de fissure est mise en évidence. L'étude montre que sous de petites amplitudes de sollicitation, nous pouvons ajouter à l'alliage des pré-charges sans diminuer significativement sa tolérance à la fatigue.

A l'aide de la diffraction rayon X et de la nanoindentation, la différence de structure cristalline et des propriétés mécaniques du film mince d'aluminium en fonction de la position sont mises en évidence. Ceci peut expliquer les différents modes de défaillance des puces microélectroniques durant le 'drop test'. Une combinaison de nanoindentation avec simulation numérique est exploitée pour la caractérisation des propriétés plastiques de la couche. Ces méthodes peuvent être utilisées pour évaluer les propriétés de la couche mince métallique. La résine chargée en silice qui prend le rôle d'encapsulation est aussi étudiée sous ATG et DMA. Les effets d'humidité, de traitement thermique, de sollicitation thermomécanique sur la tenue mécanique de la résine sont évalués dans l'objectif de confirmer le procédé.

Durant ce projet, les méthodes de caractérisation micrométriques sont développées. Vu que les composants microélectroniques fonctionnent souvent sous température élevée, l'application de ces méthodes est intéressante. Nous pouvons aussi aller plus loin sur la liaison entre le procédé, la microstructure, les propriétés mécaniques et les tenues en fatigue des matériaux. Pour les couches minces, une analyse supplémentaire sur l'impact de procédés sur la structure cristalline, la contrainte résiduelle et les propriétés mécaniques de la couche sont à réaliser. L'auteur pense que les méthodes développées dans cette thèse pourront être un jour exploitées par les industriels pour améliorer leurs procédés de fabrication des produits.

Bibliographie

(a)B.D.Beake, R. J. (2004). Nano scale repetitive impact testing of ploymer films. *Journal of materials research* , vol19, 237-247.

A.A.EI-Daly, A.-T. (2013). Improved strength of Ni and Zn doped Sn-2.0Ag-0.5Cu lead-free solder alloys under controlled processing parameters. *Materials and design* , 47, p607-614.

A.A.El-Daly, A. A. (2007). Microstructure, mechanical properties, and deformation behavior of Sn–1.0Ag–0.5Cu solder after Ni and Sb additions. *Materials and Design* , 223-232.

A.Dragon, F. L. (2000). Modélisation du comportement et de la rupture des matériaux sous sollicitations dynamiques. *Mécanique & Industries* , vol.1, iss.5, pp521-537.

A.Gouldstone, H. K. (2000). Discrete and continuous deformation during nanoindentation of thin films. *Acta Materialia* , Volume 48, Issue 9, pp. 2277-2295.

A.K.Bhattacharya, W. (1988). Analysis of elastic and plastic deformation associated with indentation testing of thin films on substrates. *International Journal of Solids and Structure* , Vol 24 Issu 12 P1287-1298.

A.L.Shull, F. (1996). Measurements of stress during vapor deposition of copper and silver thin films and multilayers. *Journal of applied physics* , 80(11), pp6243-6256.

A.Plumtree, H.-R. (2001). Cyclic str.ess-strain response and substructure. *International Journal of Fatigue* , 799-805.

A.Plumtree, H.-R. (2001). Cyclic stress-strain response and substructure. *International Journal of Fatigue* , 799-805.

A.Tcharkhtchi, P. J. (2000). Water absorption characteristics of diglycidylether of butane diol–3, 5-diethyl-2, 4-diaminotoluene networks. *Polymer* , vol41, iss15, pp5777-5785.

arcelormittal. (2012). *Aciers laminés à chaud ferrite-bainite.*

B.Bhushan. (2002). *Introduction to Tribology.* John Wiley & Sons.

B.D.Beake, J. (2004). Nano-impact testing—an effective tool for assessing the resistance of advanced wear-resistant coatings to fatigue failure and delamination. *Surface and Coating Technology* , vol 188-189, 594-598.

B.D.Beake, S. J. (2004). Evaluating the fracture properties and fatigue wear of tetrahedral amorphous carbon films on silicon by nano-impact testing. *Surface and Coating Technology* , vol 177-178 611-615.

B.Fayolle, J. (2005). Vieillissement physique des matériaux polymères- Plastique composite. *Techniques de l'ingénieur* , AM3150.

B.Hialaire. (1991). *Etude du vieillissement thermique d'une résine polyimide thermostable.* Paris: Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers de Paris.

B.N.Lucas, W. (1999). Indentation power-law creep of high-purity indium. *Metallurgical and Materials Transactions A* , vol 30, 601-610.

C.A.May, Y. D. (1973). Physical and chemical properties of cured resins. Dans Y. C.A.May, *Epoxy Resins: Chemistry and Technology* (pp. 327-371).

C.Deleuze. (2010). *Méthodologie d'analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X sur des pièces d'alliage de titane de nuance Ti-10V-2Fe-3Al.* Paris: Ecole national supérieur d'art et métiers.

C.E.Feltner, C. (1967). Cyclic stress-strain response of FCC metals and alloys-I. phenomenological sexpriments. *Acta Metallique* , 15,1621-1632.

C.Kanchanomai, Y. (2002a). Low cycle fatigue behavior of lead free solder 96.5Sn/3.5Ag. *Jounal of Electronic materials* , 3:142-151.

C.Kanchanomai, Y. Y. (2002). Low-cycle fatigue behavior of Sn-Ag, Sn-Ag-Cu, and Sn-Ag-Cu-Bi lead-free solders. *Journal of Electronic Materials* , vol31, no.5, 456-464.

C.L.Tien. (2010). Effect of sputtering anisotropic ejection on the optical properties and residual stress of Nb2O5 thin films. *Applied Surface Science* , vol.257, iss.2, pp481-486.

C.L.Yeh, T. Y. (s.d.). Experimental stydies of board-level reliability of chip-scale packages sujected to JEDEC drop test condition. *Microelectron Relia* .

C.L.Yeh, Y. C. (2005). Evaluation of board-level reliability of electronic package under consecutive drops. *Microelectronics Reliability* , vol.46, No7, p1172-1182.

C.M.Kuo, H. (2005). Plastic deformation mechanism of pure aluminum at low homologous temperature. *Materials science and engineering A* , vol.409, pp59-66.

C.Marais, X. J. (1998). Relation entre perte masse d'un composite et thermo-oxydation de la résine : approches locale et globale. *Journées nationales sur les composites, Arcachon (france)* (pp. 227-234). Châtillon, FRANCE: Office national d'études et de recherches aérospatiales.

Céline, R. (1998). *Analyse mécanique des essais d'indentation sur matériaux élasto plastique homogènes ou multi-couches.* Paris: Mines ParisTech.

D. Lorenz, A. Z. (2003). Pop-in effect as homogeneous nucleation of dislocations during nanoindentation. *Phys. Rev. B* , vol67 issu17 pp172101.

D.G.House, E. (1960). Determination of the elastic moduli of tin singl crystals and their variation with temperature. *Br.J.Appl.Phy.* , 11, 254-259.

D.L.Smith, D. (1996). *Thin-Film Deposition: Principles and Practice.* Michgan: American Institute of Physics.

D.V.V. Satyanarayana, G. M. (2007). Analysis of flow behaviour of an aluminium containing austenitic steel. *Materials Science and Engineering A* , 244-253.

E.A.Turi. (1997). *Thermal characterization of polymeric materials (second edition).* San Diego: Academic Press.

E.Arzt, E. (1998). A model for dispersion strengthening of ordered intermetallic at high temperatures. *Acta Materialia* , Vol.16, No18, pp6575-6584.

E.S.Machlin. (2006). *Materials Science in Microelectronics: The relationships between thin film processing and structure.* Cambridge Univ Press.

Ellyin F., K. D. (1984). Plastic strain energy in fatigue failure. *Journal of Engineering Materials and Technology* , 342-347.

F. N. Kelley, F. B. (1961). Viscosity and glass temperature relations for polymer-diluent systems. *Journal of Polymer Science* , Vol. 50, Issue 154, pp.549–556.

F. P. Bowden, D. T. (2001). *The friction and lubrication of solids.* Oxford University Press.

F.Gao, T. (2006). Mechanical properties evolution of SnAg3.5 based lead free solders by nanoindentation. *Materials Lettres* , 30, 2315-2318.

F.Guo, S. K. (2003). Evaluation of creep behavior of near-eutectic Sn-Ag solders containing small amount of alloy additions. *Materials Science and Engineering A* , 190-199.

F.Ochoa, X. N. (2004). Effects of cooling rate on creep behavior of a Sn3.5Ag alloy. *Journal of electronic materila* , vol33,No12.

F.Q.Li, C. (2006). Influence of interfacial reaction between molten SnAgCu solder droplet and Au/Ni/Cu pad on IMC evolution. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* , Vol16, Iss1, p18-22.

F.Saint-Antonin. (2013). Essai de fluage. *Techniques de l'ingénieur Essais mécaniques sur les métaux et alliages* , re:m140.

F.X.Che, J. (2012). Characteriztaion of IMC layer and its effect on thermomechanic fatigue life of Sn-3.8Ag-0.7Cu solder joints. *Journal of alloys and compounds* , vol541, p6-13.

F.X.Che, W. E. (2010). The study of mechanical properties of Sn–Ag–Cu lead-free solders with different Ag contents and Ni doping under different strain rates and temperatures. *Journal of Alloy and Compounds* , 215-224.

G.F.Tudgey. (1998). *The effects of oxidative and hygrothermal ageing on carbon fibre composites comprising hydrophobically enhanced epoxy matrices.* University of Surrey.

G.Masing. (1926). Eigenspannungen und verfestigung beim messing. *Proc. 2nd International congress of applied mechanics*, (pp. pp.332-335). Zürich.

G.R.Johnson, W. C. (1983). A constitutive model and data for metals subjected to large strains, high strain rates and high. *Proceedings of the 7th International Symposium on Ballistics*, (pp. 541–547).

H. D. Espinosa, B. C. (2003). Size effects on the mechanical behavior of gold thin films. *Journal of Materials Science* , Volume 38, Issue 20, pp 4125-4128.

H.B.Huang, F. (2000). Tensile testing of free-standing Cu, Ag and Al thin films and Ag/Cu multilayers . *Acta Materialia* , vol.48, iss.12, pp3261-3269.

H.J.Maier, P. N. (2006). Cyclic stress-strain reponse of ultrafine grained copper. *International Journal of Fatigue* , 243-250.

H.T.G.Hentzell, C. D. (1984). Grain structure variation with temperature for evaporated metal-films. *Journal of Vacuum Science&Technology, Avaccum Surface and films* , 2(2), pp218-219.

I.M.Ward, J. S. (1983). *Mechanical Properties of Solid Polymers, 2nd Edition.* Chichester: Wiley Intersci.

J. C.Patterson-Jones, D. A. (1968). The thermal degradation of an amine-cured epoxide resin at temperatures between 200°C. and 310°C. *Journal of Applied Polymer Science* , vol12, iss7, pp1601-1620.

J.A.Folo, S. J. (2001). The dynamique competition beween stress generation and relaxation mechanisms during coalescence of volmer-weber thin films. *Journal of applied physics* , 89(9). pp4886-4897.

J.B.Nelson. (1983). Thermal aging of graphite/polyimide composites in long term behavior of composites. Dans T. K. O'Brien, *Long-term Behavior of Composites* (pp. 206-221). ASTM.

J.Bath. (2007). Lead free solder joint reliability.

J.C.Patterson-Jones. (1975). The mechanism of the thermal degradation of aromatic amine-cured glycidyl ether-type epoxide resins. *J Appl Polym Sci* , vol19, pp125-137.

J.D.Byerlee. (1968). Brittle-ductile transition in rocks. *J.Geophys.Res.* , 73(14), p4741-4750.

J.D.Morrow. (1965, Jan). Cyclic plastic strain energy and fatigue of metals. *ASTM* , SEDL / STP / STP378-EB / STP43764S.

J.H.L.Pang, B. T. (2004). Low cycle fatigue models for lead-free solders. *Thin solid films* , vol462-463, pp.408-412.

J.H.Schroder, E. (1985). Weak beam studies of dislocation dispersoid interaction. *Scripta Metallurgica* , vol.19, no.9, pp1129.

J.J.Vkassak, W. (2011). A new bulge test technique for the determination of Young's modulus and Poisson's ratio of thin films. *Journal of materials research* , vol.7, iss.12, pp.3242-3249.

J.Jiang, Z. (2004). Investigation of low cycle fatigue behavior of 16MnR Steel at elevated temperature. *Journal of Zhejiang Unniversity (En.Sci)* , 1190-1195.

J.L. Bucaille, S. S. (2003). Determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using different sharp indenters. *Acta Materialia* , Volume 51, Issue 6, pp1663-1678.

J.L.Halary, S. L. (1989). Relations entre structure chimique et propriétés mécaniques dans les réseaux époxydes. *Bulletin des Scociétés Chimiques Blges* , vol98, iss9-10, pp623-634.

J.M.Song, C. H. (2006). Microstructural Characteristics and Vibration Fracture Properties of Sn-Ag-Cu-TM (TM 5 Co, Ni, and Zn) alloys. *Journal of electronic materials* , Vol35, No12.

J.Peng. (2006). *Détermination des contraintes résiduelles dans les revêtements par diffraction des rayons X en faible incidence.* Paris: Arts et Métiers ParisTech.

J.Polák. (1991). *Cyclic plasticity and low cycle fatigue life of metals.* New York: Elsevier.

J.S.Wang, X. H. (2010). Identification of elastic parameters of transversely isotropic thin films by combining nanoindentation and FEM analysis. *Computational materials science* , vol.49, no.2, pp378-385.

J.Verdu. (1992). *Matériaux plymères, relations structure-propriétés (Cours).* Paris: Ecole nantional supérieur d'art et métier de Paris.

J.W.Yoon, S. S. (2006). Effects of reflow and cooling conditions on interfacial reaction and IMC morphology of Sn–Cu/Ni solder joint . *Journal of Alloys and Compounds* , vol415, p56-61.

J.Weertman. (1979). Fatigue crack propagation theories. *Fatigue and microstructure* , pp. pp.279-306.

K.Dong, G. (2005). Chapitre 3. Dans *Lead free solder interconnect reliability* (p. 77).

K.J.Bowles. (1991). *Effect of Fiber Reinforcements on Thermo-oxidative Stability and Mechanical Properties of Polymer Matrix Composites.* Azusa (Californie): SAMPE Quarterly.

K.Newman. (2005). BGA brittle fracture-alternative solder joint integrity test methods. *55th Electronic components and technology conference*, (pp. 1194-1200). Orlando.

K.P.Pang, J. (1990). Competition between cure and thermal degradation in a high Tg epoxy system: effect of time and temperature of isothermal cure on the glass transition temperture. *J.Appl.Polum.Sci.* , vol39, pp909-933.

K.S.Kim, S. K. (2003). Effects of intermetallic compounds on properties of Sn–Ag–Cu lead-free soldered joints. *Journal of Alloys and Compounds* , Vol352, Issu1-2, p226-236.

Kaufman, J. G. (1999, Jan.). Typical Mechanical Properties of Wrought Aluminum Alloys at Various Temperatures. *Properties of Aluminum Alloys: Tensile, Creep and Fatigue Data at High and Low Temperatures (ASM International)* , p. 7.

Kj.Bowles, A. (1986). Specimen geometry effects on graphite/PMR-15 composites during thermo-oxidative aging. *International SAMPE Symposium and Exhibition 31st* (pp. p. 1285-1299). Los Angeles: Society for the Advancement of Material and Process Engineering.

L. Nicola, Y. X. (2006). Plastic deformation of freestanding thin films: Experiments and modeling. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* , Volume 54, Issue 10, pp.2089-2110.

L.Audouin, V. J. (1994). Review, role of oxygen diffusion in polymer aging : kinetic and mechanical aspects. *Journal of Materials Science* , vol29, 569-583.

L.F.Coffin. (1954). A Study of the Effects of Cyclic Thermal Stresses on a ductile metal. *transaction of the ASME* , vol.76, pp.931-950.

L.P. Lehman, S. A. (2004). Growth of Sn and intermetallic compounds in Sn-Ag-Cu solder. *Journal of Electronic Materials* , Volume 33, Issue 12, pp 1429-1439.

L.P.Lehman, Y. T. (2010). Cyclic twin nucleation in tin based solder alloy. *Acta Materialia* , 58, 3564-3556.

Lecoq, C. (2010). *Prédiction de la fiabilité de composants élecroniques de type WL-CSP soumis à des sollicitations mécaniques.* Tours: Université Tours.

M.A. Haque, M. S. (1989). Thermo-mechanical properties of nano-scale freestanding aluminum films . *Thin Solid Films* , Volume 176, Issue 1, pp 13-24.

M.A.Jameel, P. C. (2001). Masing behavior in copper single crystals fatigued under load. *Materials sience and engineering A* , 48-53.

M.F.Doerner, W. (1988). Stresses and deformation processes in thin films on substrates. *Critical reviews in solid state and materials sciences* , vol.14, no.3, pp225-268.

M.Grieu. (2010). *Etude de la fatigue des joints brasés de composants électroniques soumis à des sollicitations thermomécaniques, vibratoires et combinées.* Paris: École nationale supérieure des mines de Paris.

M.J. Mayo, W. (1988). A micro-indentation study of superplasticity in Pb, Sn, and Sn-38 wt% Pb. *Acta Metall* , 36, 2183-2192.

M.K.Chawala. (2004). Creep deformation of Sn-3.5Ag solder/Cu couple at small length scales. *Acta Materialia* , 52, p4527-4535.

M.Lazzari, O. (2000). Thermal-ageing of paraloid acrylic protective polymers. *Polymer* , vol41, 6447-6455.

M.P.Zanni-Deffarges, M. (1994). Bulk and Interphase Effects in Aged Structural Joints. *The Journal of Adhesion* , vol45, iss1-4, pp245-257.

M.Tanaka, T. T. (2006). Improvement in Drop Shock Reliability of Sn-1.2Ag-0.5Cu BGA Interconnects by Ni addition. *Nippon steel corporation* .

M.Zhao, Y. J. (2008). Determining mechanical properties of thin films from the loading curve of nanoindentation testing. *Thin solid films* , vol.516, no.21, pp7571-7580.

N.Piccirelli, M. (2000). Thermal ageing of a supported epoxy-imide adhesive. *Polymer* , vol41,pp4077-4087.

N.Ranganathan. (1999). Analysis of fatigue crack growth in terms of crack closure and energy. *Advances in fatigue crack closure measurement and analysis: second volume ASTM* , pp.14-38.

N.Rose. (1995). *Etude de la dégradation thermique et du comportement au feu de résines époxydes utilisées dans l'aéronautique.* Lille: Université des science et technologie de Lille.

N.Rose, M. B. (1994). Thermal oxidative degradation of epoxy resins: evaluation of their heat resistance using invariant kinetic parameters. *Polymer Degradation and Stability* , vol45, iss3, 387-397.

P. Borgesen, T. B. (2007). Pb-Free Solder: New Materials Considerations for Microelectronics Processing. *MRS Bulletin* , Volume 32 Issue 04 pp.360-365.

P.B.Hirshc, S. J. (1989). The Brittle-Ductile Transition in Silicon. II. Interpretation. *Proc.R.Soc.* , vol.421 No.1860, p25-53.

P.Budrugeac. (2000). On the evaluation of the thermal lifetime of polymeric materials which exhibit a complex mechanism of thermal degradation consisting of two successive reactions. *Polymer Degradation and Stability* , vol67, pp271-278.

P.Laval. (1995). *Etude théorique et expérimentale de l'indentation des matériaux élastoplastiques homogènes ou revêtus : application à la mesure de la rhéologie et à l'adhérence des films minces.* Paris: Ecole des Mines de Paris.

PerkinEmer. (2008). *Introduction to Dynamic Mechanical Analysis (DMA) A beginner's guide.* Waltham: PerkinElmer, Inc.

Pogany, G. A. (1969). Heat resistance of epoxy resins. *British Polymer Journal* , vol1, iss4, pp177-179.

R. Koch, D. H. (2005). Compressive Stress in Polycrystalline Volmer-Weber Films. *Phys. Rev. Lett.* , vol.94, iss14, pp146101.

R.Bergmann, P. H. (2007). In-Situ Investigation of Lead-Free Solder Alloy Formation using a Hot-Plate Microscope. *9th Electronics Packaging Technology Conference.*

R.Darveaux. (2000). Effect of Simulation Methodology on Solder Joint Crack Growth Correlation. *Electronic Components & Technology Conference* (pp. 1048 - 1058). Las Vegas: IEEE.

R.Goodall, Y. (2006). A critical appraisal of the extraction of creep parameters from nanoindentation data obtained at room temperature. *Acta materialia* , 54, 5489-5499.

R.P.Vinci, J. (1996). Mechanical Behavior of Thin Films. *Annual Review of Materials Science* , Vol. 26, pp431-462.

R.S.Mishra, T. A. (1995). Superplasticity in powder metallurgy aluminum alloys and composites. *Acta Matall* , Vol.43, No3, pp877-891.

R.Venkatraman, J. W. (1990). Mechanical properties and microstructural characterization of Al-0.5%Cu thin films. *Journal of Electronic Materials* , vol.19, iss11, pp1231-1237.

S. K. Paul, S. S. (2011). Key issues in cyclic plastic deformation: Eperimentation. *Mechanics of Materials* , vol.43, no.11,705-720.

S.Daewoong, W. J. (2007). Effects of Ag content on fracture resistance of Sn–Ag–Cu lead-free solders under high-strain rate conditions. *Materials Science and Engineering A* , 595-603.

S.G.Corcoran, R. E. (1997). Anomalous plastic deformation at surfaces: Nanoindentation of gold single crystals. *Phys. Rev. B* , vol55, iss24, pp16057-16060.

S.G.Malhotra, Z. S. (1996). Analysis of thin film stress measurement techniques. *Thin films* , 301(1-2), pp 6243-6256.

S.Gan, J. R. (1989). A Methodology for characterizing reactive coatings: time temperaturetransformation (TTT). Analysis of the competition between cure, evaporation and thermal degradation for an epoxy-phenolic system. *J.Appl.Polym.Sci* , vol37 pp245-257.

S.P.Baker a, W. (1994). Mechanical properties of compositionally modulated Au-Ni thin films: Nanoindentation and microcantilever deflection experiments. *Journal of materilas research* , issu.12, pp3131-3144.

S.P.Baker, W. (1994). Intrinsic stresses in compositionally modulated Au-Ni thin films and the supermodulus effect. *Journal of materials research* , iss.12, pp3145-3152.

S.P.Peng, W. C. (2010). Effects of intermetallic compounds on properties of Sn–Ag–Cu lead-free soldered joints. *Journal of Alloys and Compounds* , vol.493, p431-437.

S.P.Timoshenko, J. (1951). *Theory of Elasticity.* 2nd edition MCGraw-Hill.

S.Roy. (2008). *Mesure de l'adhérence et des propriétés mécaniques de couches minces par des essais dérivés de la nanoindentation : application à la microélectronique et au biomédical.* Paris: École Nationale Supérieure des Mines de Paris.

S.Spigarelli, E. P. (1999). Interpretation of creep behaviour of a 9Cr–Mo–Nb–V–N (T91) steel using threshold stress concept. *Materials Science and Technology* , vol15, p1433-1440.

S.Suresh, T. G. (1999). Nano-indentation of copper thin films on silicon substrates. *Scripta materialia* , vol.41, pp951-957.

S.Wiese, K. (2007). Creep of thermally aged SnAgCu-solder joints. *Microelectronics Reliability* , vol47, iss2-3, p223-232.

Sneddon, I. N. (1965). The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *International Journal of Engineering Science* , vol3, pp47-57.

Société Française du Vide . (1994). *Cours d'obtetion des couches minces vol.3.*

T. P. Weihs, S. H. (1988). Mesureing the strength and stiffness of thin film materials by mechanically deflecting cantilever microbeams. *MRS Online Proceedings Library* , vol.130.

T.An, F. J. (2011). Mechanical behavior of solder joints under dynamic four-point impact bending. *Microelectronics Reliability* , 51,5,1011-1019.

T.An, Q., & N.Chen. (2009). Influence of strain rate effect on behavior of solder joints under drop impact loadings. *Electronic Packaging Technology & High Density Packaging*, (pp. 375-378).

T.Dyakonov, P. Y. (1996). Thermal analysis of some aromatic amine cured model epoxy resin systems—II: Residues of degradation. *Polymer Degradation and Stability* , Volume 54, Issue 1, pp67-83.

T.K.Tsotsis, S. J. (1999). Preliminary evaluation of the use of elevated pressure to accelerate thermo-oxidative aging in composites. *Polymer Degradation and Stability* , Volume 64, Issue 2, pp207–212.

T.R.Bieler, H. L. (2008). Influence of Sn grain size and orientation on the hermomechanical response and reliability of Pb-free solder joints. *Trans.Compon.Packag.Techno.(CPMT)* (pp. 31(2)370-381). IEEE.

T.R.Bieler, T. (2010). Lead free solder. *Encyclopedia of Materials: Science and Technology* , 1-12.

T.Y.Tsui, J. (1999). Indentation plastic displacement field: Part II. The case of hard films on soft substrates. *Journal of Materials Research* , Volume 14, Issue 06, pp 2204-2209.

T.Y.Tsui, J. W. (1999). Indentation plastic displacement field: Part I. The case of soft films on hard substrates. *Journal of Materials Research* , vol.14, iss6, pp 2196-2203.

T.Y.Zhang, W. M. (2004). The role of plastic deformation of routh surfaces in the size dependent hardness. *Aca materialia* , vol.52, iss.1, pp57-68.

Tabor, D. (2000). *The hardness of metals.* Oxford University Press.

Tsotsis, T. K. (1995). Thermo-Oxidative Aging of Composite Materials. *Journal of Composite Materials* , vol. 29 no. 3 410-422 .

V.Krevelen. (1990). *Properties of Polymers: Their Correlation with Chemical Structure; their Numerical Estimation and Prediction from Additive Group Contributions 4th edition.* Elsevier Science.

V.L. Niranjani, B. C. (2012). The influence of addition of nanosized molybdenum and nicke particles on creep behavior of Sn-Ag lead free solder alloys. *Journal of Alloys and Compounds* , 136-141.

V.M.F.Marques, B. W. (2013). Nanomechanical characterization of SnAgCu/Cu joints-Part2: nanoindentation creep and its relationship with uniaxial creep as a function of temperature. *Acta Material* , 2471-2480.

V.M.F.Marques, C. P. (2013). Nanomechanical characterization of SnAgCu/Cu joints-Part1:Young's modulus hardness and deformation mechanisms as a function of temperature. *Acta Materialia* , 2460-2470.

V.Raman, R. (1992). An investigation of the creep processes in tin and aluminium using a depth-sensing indentation technique. *J Mater Res* , 7, 627-638.

V.T.Deshpande, D. (1962). Thermal expansion of tin in the beta-gamma transition region. *Acta Cryst.* , 15, 294.

V.Vuorinen, H. T. (2008). Formation of Intermetallic Compounds Between Liquid Sn and Various CuNix Metallizations. *Journal of Electronic Materials* , vol.37, No.6.

Valota, A. L. (2006). High speed pull test characterizations of BGA solder joints. *7th International conference on thermal, mechanical and multiphysics simulation*, (pp. 1644-1655). Milano.

W.C. Oliver, G. P. (2004). Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research* , Vol19, Iss.1, pp 3-20.

W.C.Oliver, G. (1992). An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of materials research* , vol.7, iss.6, pp1564-1583.

W.D.Nix. (1989). Mechanical properties of thin films. *Metallurgical Transactions A* , vol.20, iss11, pp2217-2245.

W.M.Chen, M. T. (2007). Influence of indenter tip roudness on hardness behavior in nanoindentation. *Materials science and engineering A* , Vol. 445–446, pp323-327.

W.Yang, L. F. (1995). The effect of soldering process variables on the microstructure and mechanical properties of eutectic Sn-Ag-Cu solder joints. *Journal of Electronic Materials* , 24, 1465-1472.

X. J. LIU, C. P. (2007). Thermodynamic calculation of phase equilibria in the Sn-Ag-Cu-Ni-Au system. *Journal of Electronic Materials* , vol36, N.11.

X.Buch. (2000). *Degradation thermique et fluage d'un adhesif structural epoxyde.* Paris: Ecole des mines de paris.

X.Chen, Y. J. (2006). Novel technique for measuring the mechanical properties of porous materials by nanoindentation. *Journal of Materials Research* , vol.21, iss.3, pp715-724.

X.Deng, N. (2004). Deformation behavior of (Cu, Ag)–Sn intermetallics by nanoindentation. *Acta Materialia* , vol52, no.14, p4291-4303.

X.Q.Shi, H. W. (2000). Low cycle fatigue analysis of temperature and frequency effects in eutectic solder alloy. *International journal of fatigue* , vol.22, issu.3, pp.217-228.

Y. Xiang, X. C. (2005). Plane-strain bulge test for thin films. *Journal of Materials Research* , vol.20, iss9, pp.2360-2370.

Y.F.Cao, S. D. (2006). Nanoindentation measurements of the mechanical properties of polycrystalline Au and Ag thin films on silicon substrates: Effects of grain size and film thickness. *Materials science and engineering A* , vol427, pp232-240.

Y.H.TianRong, W. (2012). Effect of intermetallic compounds on fracture behaviors of Sn3.0Ag0.5Cu lead-free solder joints during in situ tensile test. *Journal of Materials Science Materials in Electronics* , vol23, p136-147.

Y.L.Shen, S. I. (1996). Stresses curvature and shape changes arising from patterned lines silicon wafers. *Journal of applied physics* , 80(3), pp.1388-1398.

Y.L.Wang, Z. J. (2002). Influence of sample surface condition on nano indentation experiment. *Chinese Journal of Rare Metals* , vol.21, iss 2.

Y.T.Cheng, C. C. (2004). Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements. *Maerials Science and Engineering* , R44 P91-149.

Y.T.Cheng, C. (2004). Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements. *Materials Science and Engineering: R: Reports* , vol.44, iss4-5, pp91-149.

Y.Xiang, T. J. (2006). The mechanical properties of freestanding electroplated Cu thin films. *Journal of Materials Research* , Volume 21, Issue 06, pp.1607-1618.

Y.Xiqng, X., & Chen, J. (2001). The Mechanical Properties of Electroplated Cu Thin Films Measured by means of the Bulge Test Technique. *MRS Proceedings* , vol.695.

Z. Ma, F. R. (2013). Local and Global Properties of a Lead-Free Solder. *Journal of Electronic Materials* , DOI 10.1007/s11664-013-2666-0.

Z.H.Shan, S. (2003). Elastic–plastic characterization of thin films using nanoindentation technique. *Thin Solid Films* , vol437 pp176-181.

Z.Ma, S. J. (2012). Energy density estimation of crack initiation in Sn-Ag-Cu(Ni) solder bump by nano-impact. *Electronic Packaging Technology and High Density Packaging (ICEPT-HDP), 2012 13th International Conference* (pp. 1367-1371). GuiLin: IEEE.

Z.Shan, S. (2003). Elastic–plastic characterization of thin films using nanoindentation technique. *Thin solid films* , vol437, no.1-2, pp176-181.

Ze MA

Une étude sur la fiabilité et le comportement thermomécanique de composant microélectronique type flip-chip

Résumé

L'étude s'inscrit dans le cadre d'un projet Européen 3Dice, dont l'objectif est d'améliorer la fiabilité mécanique d'un composant microélectronique innovant.

La *miniaturisation* du composant induit des difficultés lors de la caractérisation mécanique. Le développement de méthodes de caractérisation est nécessaire.

La *flexibilité* du composant microélectronique est de plus en plus demandée. Les joints de connexion subissent souvent un pré-chargement. La tolérance du joint aux pré-chargements est intéressante à étudier.

Cette thèse s'est déroulée autour de ces deux problématiques.

Les méthodes de caractérisation de la couche mince métallique, la résine chargée en silice et le joint de connexion sont développées. L'étude de la fatigue du joint de connexion est effectuée.

Mots clés : couche mince, résine chargée, joint de connexion, In situ, fluage, flexibilité fatigue

Résumé en anglais

This work is a part of an European fund project '3Dice' which aims to improve the mechanical reliability of an innovated microelectronic product.

The miniaturization of microelectronic component causes the difficulties to determine mechanical properties of materials involved. The development of experimental methods for microelectronic materials' characterization is necessary.

The flexibility of the products is an additional requirement recently in microelectronic field. The solder joint's tolerance to the pre-load is interesting to investigate.

The thesis is carried out based on these two topics.

The characterization methods of thin film, resin with fillers and solder joint are developed. The fatigue behavior of solder joint is investigated under different displacement ratios.

Key words : thin film, resin with fillers, solder joint, In situ, creep, flexibility, fatigue