



LIMAT B
Laboratoire d'Ingénierie
des MATériaux de Bretagne

Agence Nationale de la Recherche
ANR

Caractérisation et modélisation de la tenue de l'assemblage Ag-SnO₂/Cu

SNS 2014

Elodie BRISSON, Philippe ROGEON, Patrick CARRE, Henri DESPLATS,
Alexandre BONHOMME





I. Introduction

II. Essais de caractérisation

- Essais de frittage-assemblage
- Tests de cisaillement et observations microscopiques
- Bilan

III. Modélisation et validation

- Définition d'un critère de tenue de l'assemblage
- Evolution de ce critère avec la température de l'essai
- Modèle retenu pour l'évolution de ce critère
- Confrontation du modèle et de l'expérience

IV. Conclusion



LIMAT B
Laboratoire d'Ingénierie
des MATériaux de Bretagne

I. Introduction



Contexte de l'étude:

Projet ANR: « IMPULSE », janvier 2010-juin 2014

Partenaires:

- 4 académiques et 2 industriels + CETIM:
Schneider Electric Industries et la Société des Céramiques Techniques

Le rôle du LIMatB:

- Développement du modèle de frittage-assemblage d'un composite métallique l'Ag-SnO₂ sur un support Cu par courants pulsés

=> Caractérisation et modélisation de la tenue de l'assemblage Ag-SnO₂/Cu

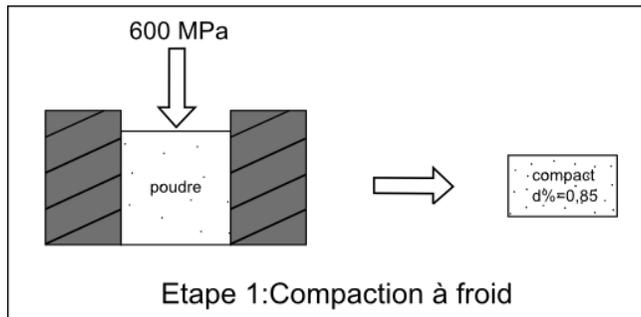
Matériaux:

- l'Al₂O₃/Ni
- l'**Ag-SnO₂/Cu**



Matériaux utilisés:

Pastille Ag-SnO₂ crue

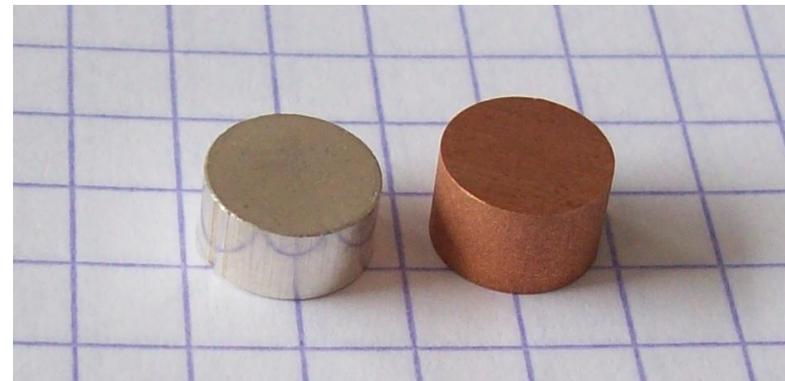


$$d_{\%0} = 85\%$$

Épaisseur 4 mm
Diamètre 8 mm

Pastille Cu OFHC massif

Épaisseur 5 mm
Diamètre 8 mm

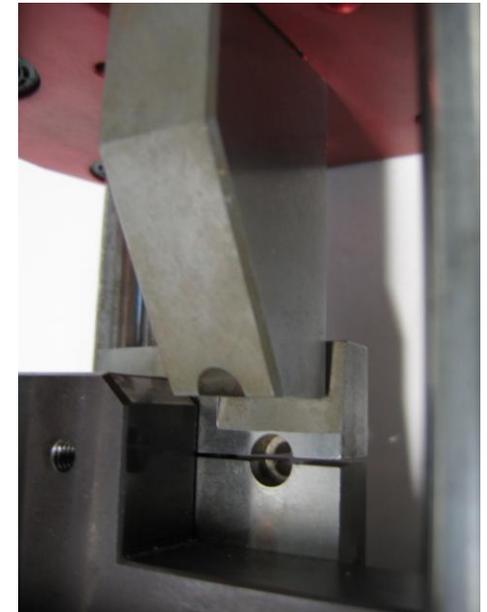
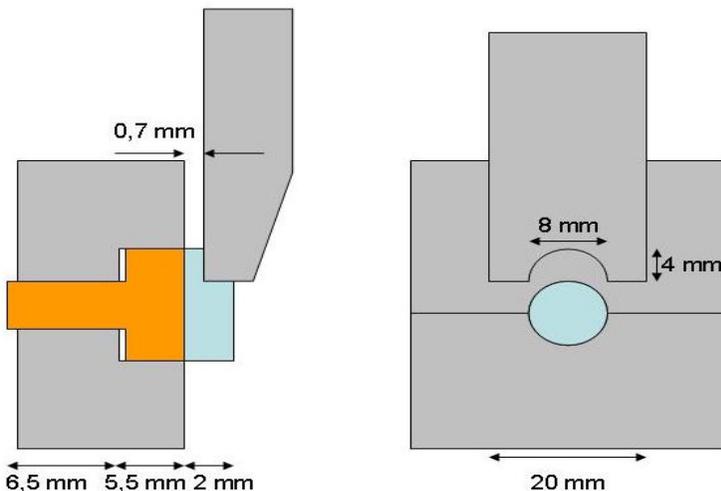




Qualité de la liaison:

Test de référence => test de cisaillement

- Machine d'essais : INSTRON 1195;
- Outillage type guillotine;
- Impose une vitesse de déplacement traverse de 2 mm/min;
- Enregistrement de l'effort jusqu'à la rupture.





Qualité de la liaison:

Test de référence => test de cisaillement

$F < 1850$ N, mis en place des outillages

- **Assemblage de référence**

=> *Assemblage avec brasure et sous-couche Ag*

$$F_{\text{ref}} = 5800 \text{ N}$$

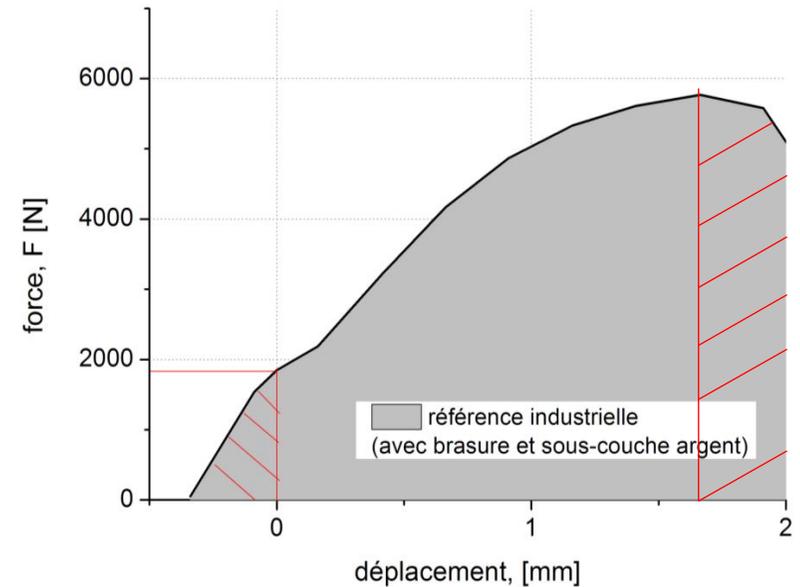
$$d_{\text{ref}} = 1,7 \text{ mm}$$

$$E_{\text{ref}} = 7,123 \text{ J}$$

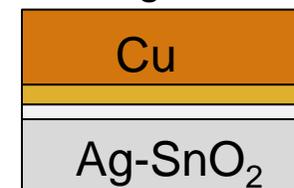
- *Assemblage sans brasure et sans sous-couche:*

$F < 4500$ N => assemblages sont trop fragiles

Pas de condition sur le déplacement



Assemblage de référence





Travaux précédents A. Fuentes 2010 - Assemblage:

Contexte:

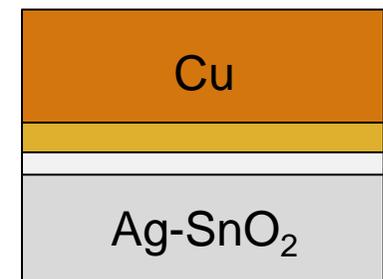
- Essais très rapides: temps d'assemblage < 1 s;
- Machines de soudage industrielles;
- Chauffage par effet Joule, piloté en courant;
- Pastille d'Ag-SnO₂ frittée ($d_{\%}=0,95$) sur un support cuivre.

- Différents assemblages testés;

⇒ **Éliminer la brasure et la sous-couche Ag**

- Dans ces conditions, seul l'assemblage avec sous-couche Ag a permis d'obtenir une tenue de liaison similaire à celle de l'assemblage de référence.

Assemblage de référence





Travaux précédents A. Fuentes 2010- Assemblage:

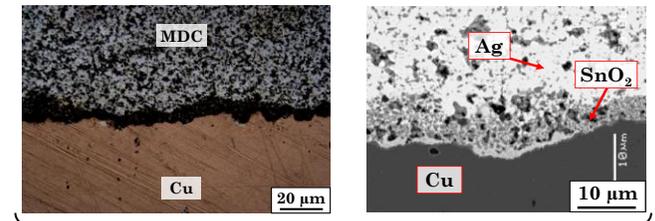
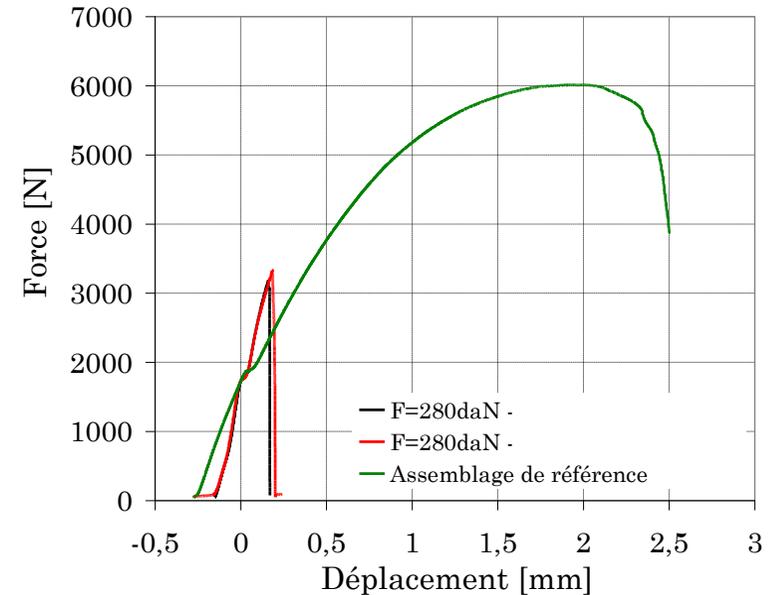
Assemblage sans sous-couche argent et sans brasure:

Observations:

- Faible force à la rupture: 2000-3000 N;
- Faible déplacement: 0,2 mm;
- Rupture de type fragile.

Explications:

- T interface très élevée -> fusion partielle de la matrice argent
- ⇒ Ségrégation: Ag expulsé à la périphérie et enrichissement localisé SnO₂
- ⇒ Liaison plus fragile



[FUENTES10]



II. Essais de frittage-assemblage - Caractérisation de la tenue de l'assemblage



Conditions d'essais de frittage-assemblage:

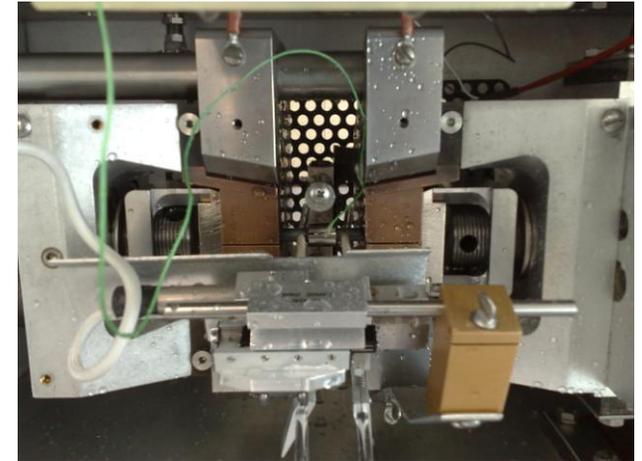
Essais interrompus réalisés sur la machine Gleeble du LIMatB, en compression oedométrique (avec matrice);

Essais de frittage-assemblage Ag-SnO₂/Cu:

- Pastille d'Ag-SnO₂ Ep 4 mm Φ 8 mm $d_{\%}$ 0,85
- Pastille de Cu Ep 5 mm Φ 8 mm
- Matrice acier inox Φ_{int} 8,2 mm
- Papyex (papier graphite) Ep 0,1 mm

Chargement mécanique:

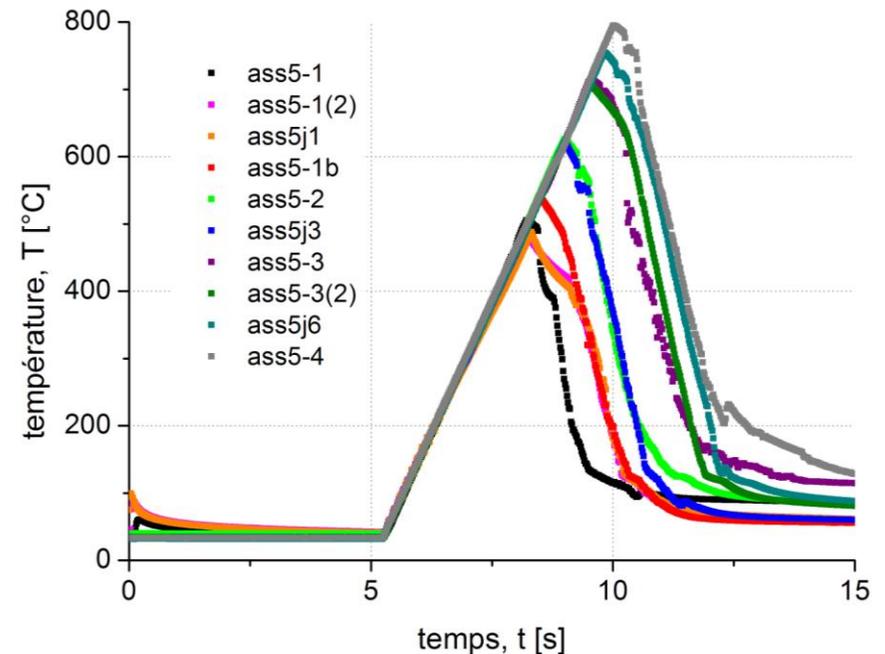
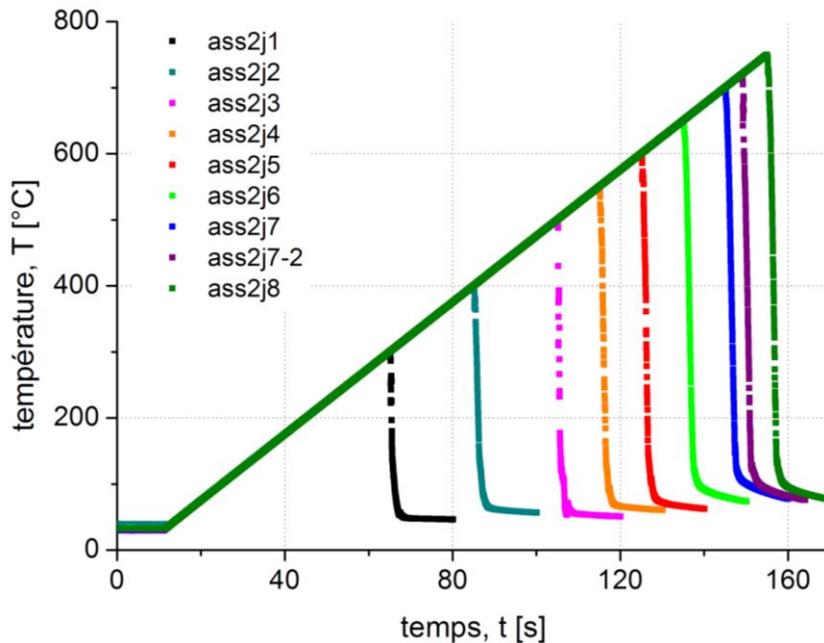
- Effort de 3000 N soit 60 MPa;
- Appliqué en 0,1s puis maintenu tout au long de l'essai.





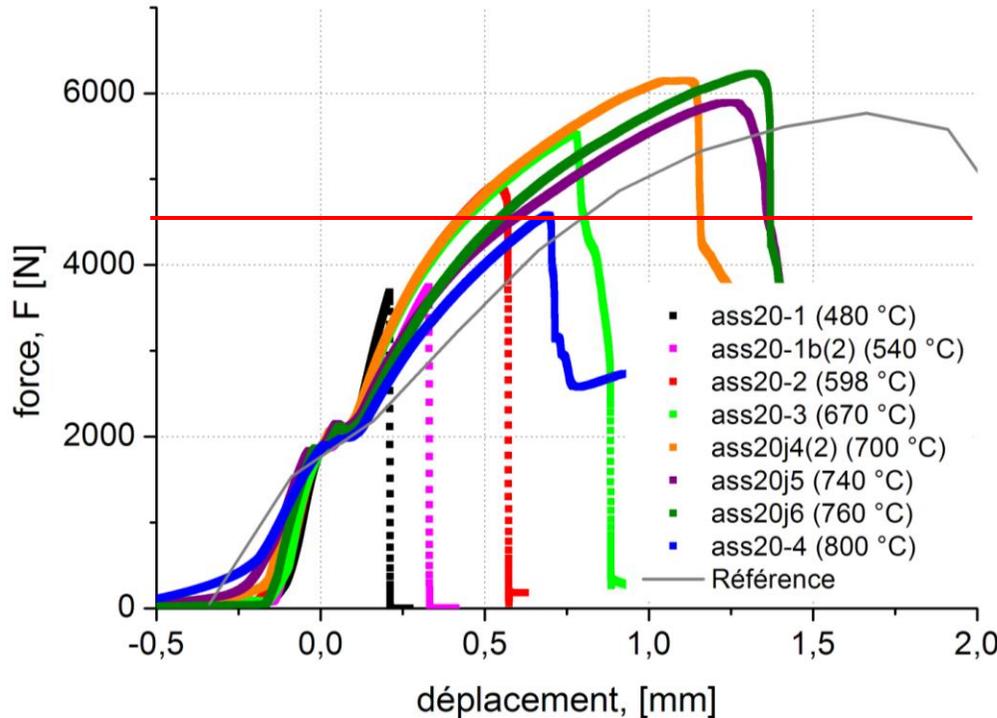
Conditions d'essais- chargement thermique:

- Chauffage par effet Joule;
- Température imposée au sein de l'échantillon d'Ag-SnO₂;
- Différentes cinétiques thermiques réalisées de 5 °C/s à 160 °C/s.
- Essais interrompus;
- Refroidissement par trempe à l'eau.





Résultats des tests de cisaillement concernant la cinétique thermique de 40 °C/s:



$600\text{ °C} \leq T \leq 760\text{ °C}$

$F > F_{ref}$ bien que $d < d_{ref}$

$760\text{ °C} \leq T \leq 800\text{ °C}$

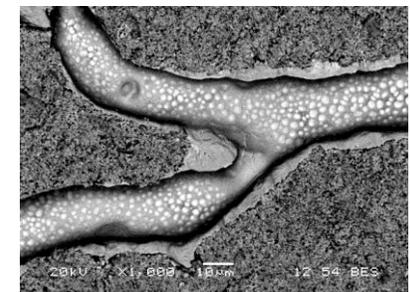
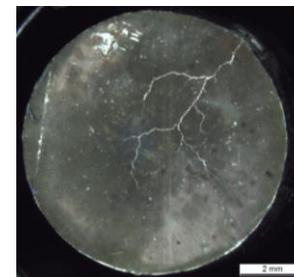
Chute de la qualité de la liaison

Liaisons de bonne qualité:

- ass20-2
- ass20-3
- ass20j4(2) => ϵ Cu
- ass20j5 => ϵ Cu
- ass20j6 => Ag-SnO₂ cédé

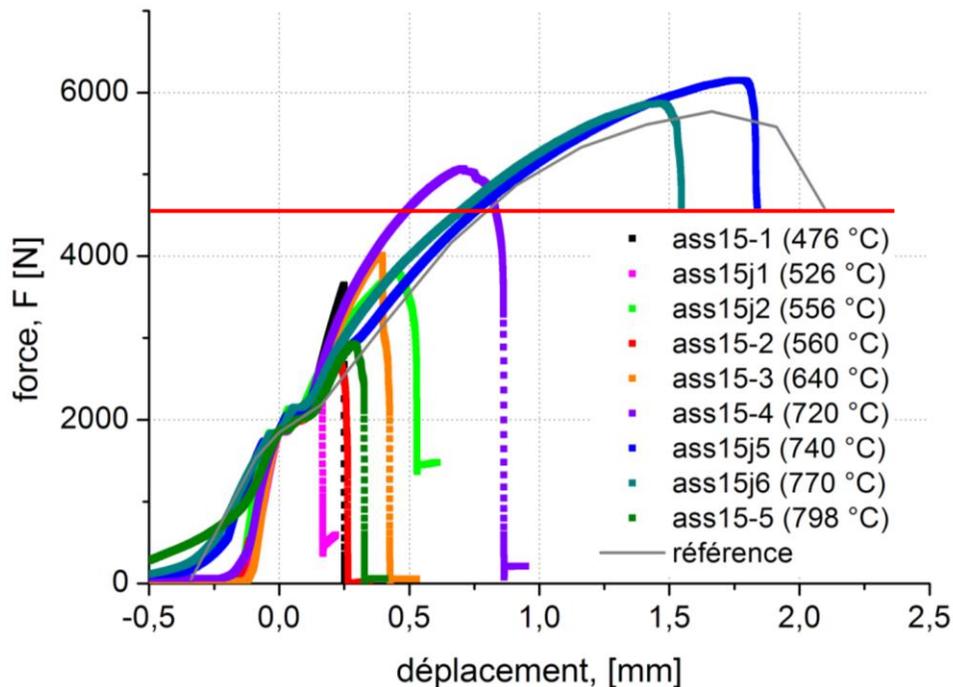


- ass20-4: interface noircie + fissure
- => Présence de zones fondues avec composition de l'eutectique dans la fissure





Résultats des tests de cisaillement concernant la cinétique thermique de 53 °C/s:



Liaisons de bonne qualité:

- ass15-4 => ?
- ass15j5 => ϵ Cu
- ass15j6 => ϵ Cu

- ass15-5: interface noircie + fissure ramifiée

$$720 \text{ °C} \leq T \leq 770 \text{ °C}$$

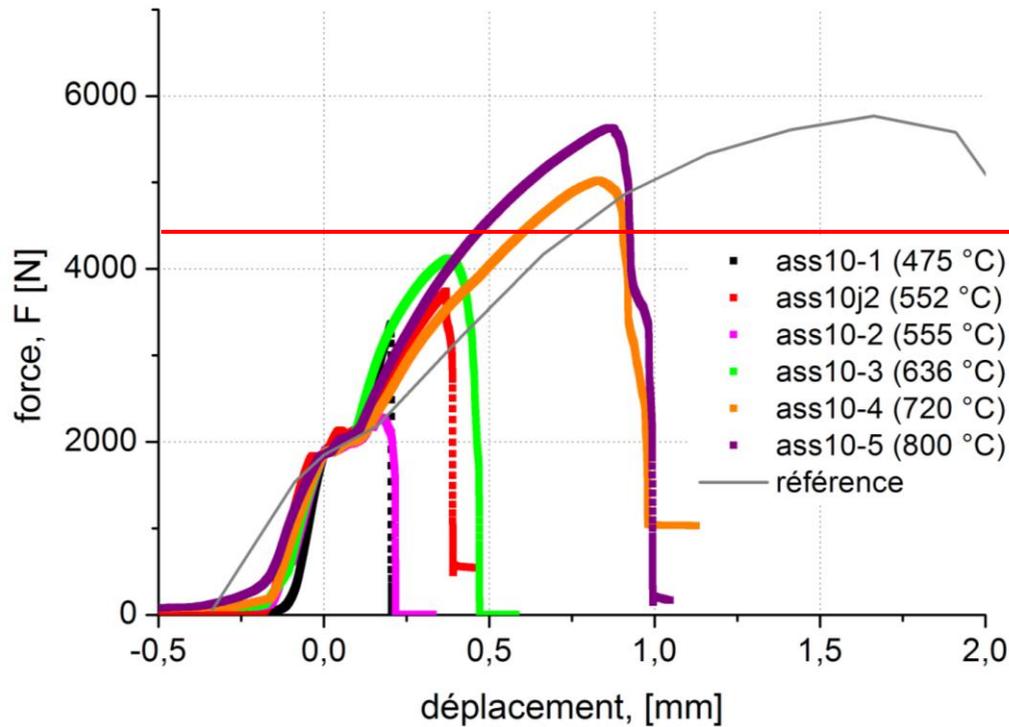
$$F > F_{\text{ref}} \quad \text{bien que } d < d_{\text{ref}}$$

$$770 \text{ °C} \leq T \leq 798 \text{ °C}$$

Chute très importante de la qualité de la liaison



Résultats des tests de cisaillements concernant la cinétique thermique de 80 °C/s:



$720\text{ °C} \leq T \leq 800\text{ °C}$

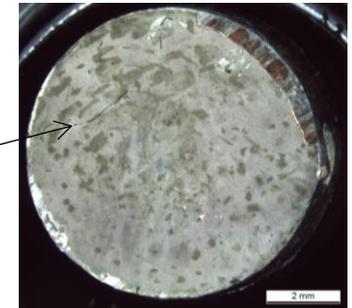
$F > F_{ref}$ bien que $d < d_{ref}$

À 800 °C

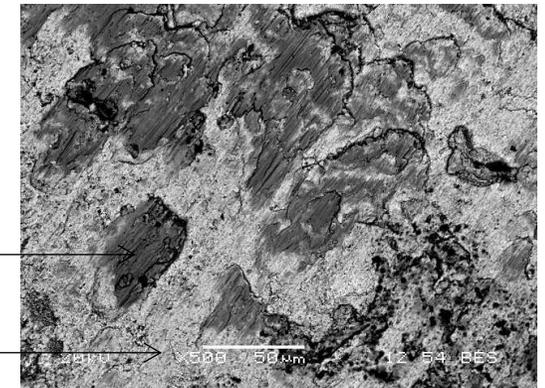
Liaison de bonne qualité

Liaisons de bonne qualité:

- ass10-4
- ass10-5



Fissure sans ramification

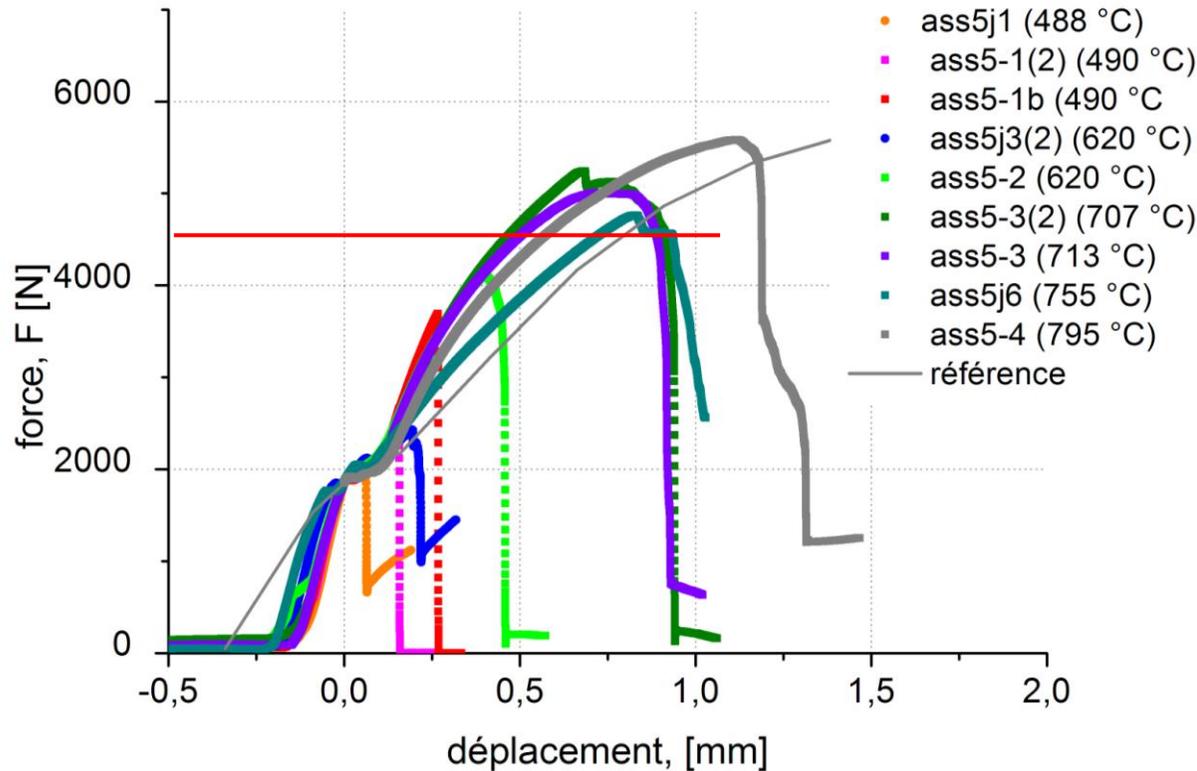


Cu (83%)

Ag (45%) Cu (20%)



Résultats des tests de cisaillement concernant la cinétique thermique de 160 °C/s:



Liaisons de bonne qualité:

- ass5-3(2) => liaison cédée
- ass5-3 => liaison cédée
- ass5j6 => ε Cu
- ass5-4 => ?

$$707 \text{ °C} \leq T \leq 795 \text{ °C}$$

$F > F_{\text{ref}}$ bien que $d < d_{\text{ref}}$

A 795 °C

Liaison de très bonne qualité



Bilan des essais de caractérisation:

- Une augmentation de la tenue de l'assemblage avec la température de l'essai de frittage-assemblage (mécanismes: soudage-diffusion + ancrage mécanique lié aux déformations viscoplastiques);
- Une température minimale pour l'obtention d'une bonne qualité de la liaison comprise entre 600 °C et 700 °C;
- A 800 °C:
 - Cinétiques thermiques faibles (40 °C/s et 53 °C/s),
présence de l'eutectique Ag-Cu
+ présence de fissure avec ramification
= chute de la qualité de la liaison;
 - Cinétiques thermiques élevées (80 °C/s et 160 °C/s),
pas de présence de l'eutectique Ag-Cu
+ présence fissure non ramifiée (80 °C/s)
= bonne tenue de l'assemblage.



Hypothèses:

Temps paramètre important concernant l'apparition de l'eutectique

Temps suffisamment long
Essais lents 40 °C/s et 53 °C/s

Diffusion solide
Ag72%-Cu28%

A 780 °C, Eutectique

Présence de la fissure => drainage
de la phase liquide et de l'argent
Zone appauvrie en argent sur le
reste de l'interface (noircie)

=> Rupture fragile

Temps courts
Essais rapides 80 °C/s et 160 °C/s

Diffusion solide
insuffisante

A 780 °C

Pas dans les conditions nécessaire à la
formation de l'eutectique

Pas d'apparition de phase liquide
Pas de ségrégation de l'Ag et du SnO₂

=> Bonne tenue de la liaison



LIMAT B
Laboratoire d'Ingénierie
des MATériaux de Bretagne

II. Modélisation et validation



Définition d'un critère de la tenue de l'assemblage:

Calcul de l'énergie dissipée avant la rupture de la liaison:

$$E = \int F d$$

L'énergie maximale atteinte est de 8,002 J et correspond à l'essai « ass15j5 ». Elle est supérieure à l'énergie de l'essai de référence, $E_{ref} = 7,123$ J.

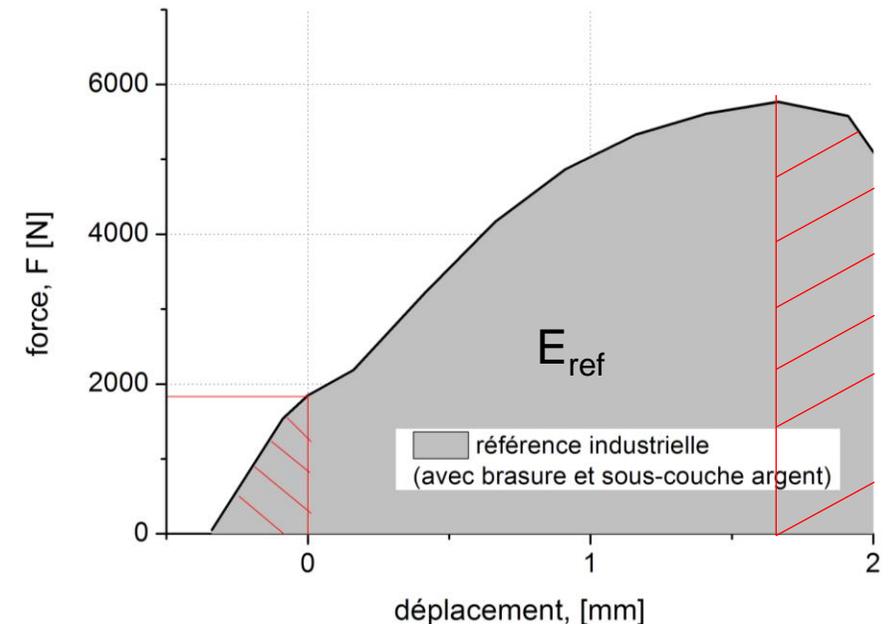
Définition d'un critère X:

$$X = \frac{E}{E_{max}}$$

Référence:

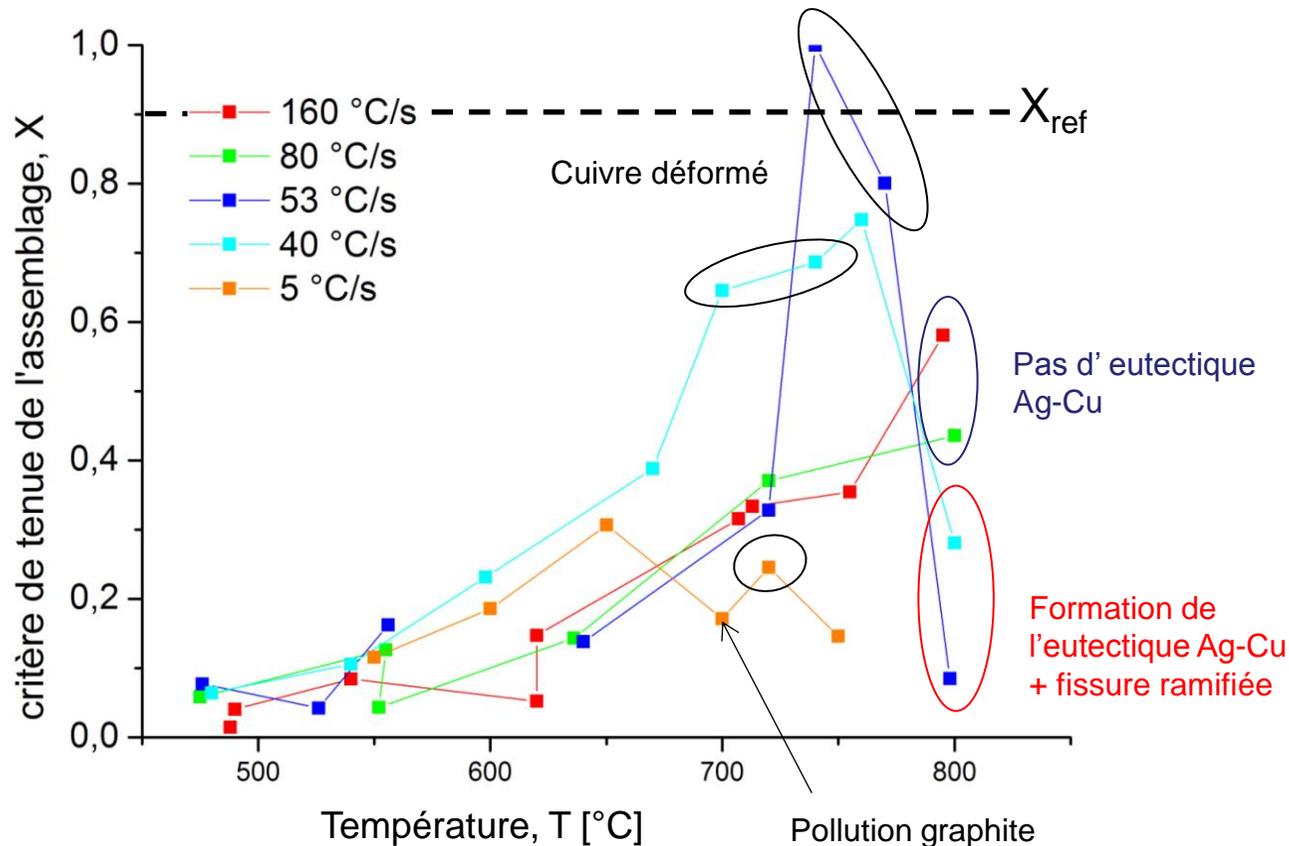
Assemblage avec brasure et sous-couche Ag

$$X_{ref} = \frac{E_{ref}}{E_{max}}$$





Evolution du critère de la tenue de l'assemblage:



- Dispersion importante;
- Tenue considérée correcte pour $0,2 < X < 0,3$ ($F > 4500$ N);
- Plus la cinétique thermique est rapide, plus:
 - L'évolution de X semble se décaler vers les hautes températures;
 - Il semble falloir se rapprocher de T_{fusion} pour obtenir des assemblages de plus grande qualité (proches référence).



Modélisation de la tenue de l'assemblage:

But:

- Développer un modèle d'assemblage simple afin d'estimer la tenue de la liaison, qui sera couplé au modèle de frittage déjà complexe.

Limitations de la caractérisation:

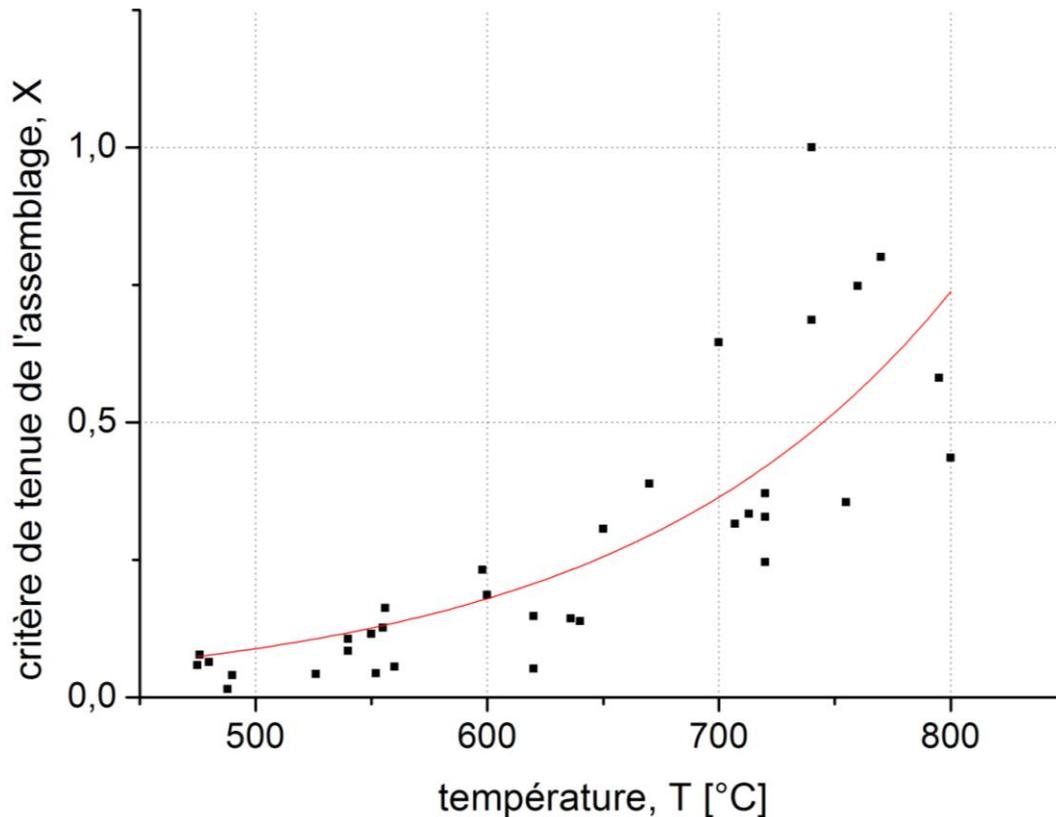
- Incertitude importante sur la détermination du critère X (positionnement échantillon, type rupture);
- Un nombre de point trop limité pour une bonne statistique;
- Un manque d'information à hautes températures concernant les cinétiques thermiques élevées.

Conséquence:

- Dans une première approche, **l'effet du temps est négligé.**
Le modèle ne dépendra donc que de la température maximale atteinte dans l'échantillon.
Il sera établi à partir des résultats obtenus pour **l'ensemble des cinétiques thermiques.**



Modélisation de la tenue de l'assemblage:



Choix d'un modèle simple:

- Avec un critère de tenue de l'assemblage X compris entre 0 et 1
- Variant de manière exponentielle avec la température;

$$X = A \exp(B T)$$

Avec $A = 0,0026$ et $B = 0,00706$

A $T = 20$ °C, la tenue du critère est nulle

Au-delà de 780 °C, la tenue de la liaison est jugée critique.



Essais de frittage-assemblage de validation:

Réalisés sur la machine Gleeble du LIMatB,
en compression oedométrique (avec matrice);

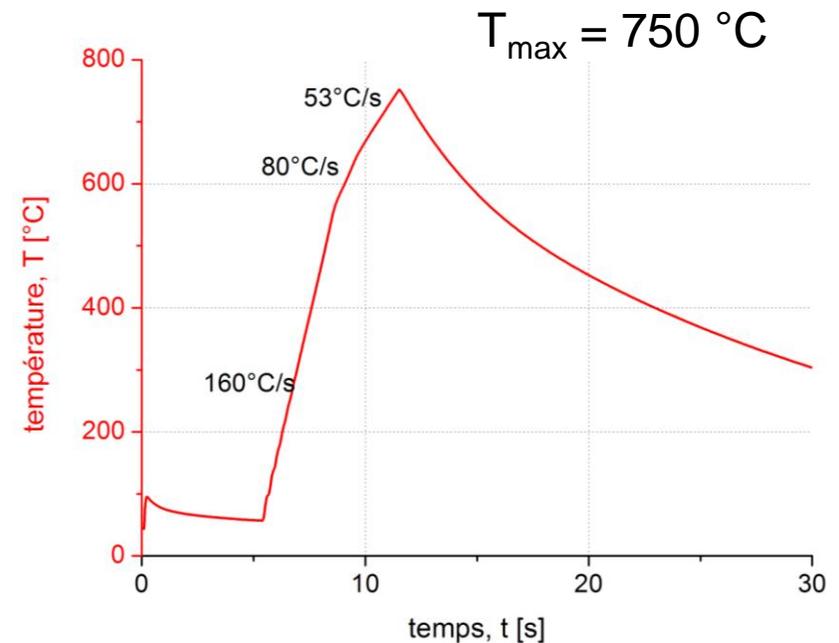
Essais de frittage-assemblage Ag-SnO₂/Cu:

- Pastille d'Ag-SnO₂ Ep 4 mm Φ 8 mm
d_{0%} 0,85
- Pastille de Cu Ep 5 mm Φ 8 mm
- Matrice acier inox Φ_{int} 8,2 mm
- Papyex (papier graphite) Ep 0,1 mm

Chargement mécanique:

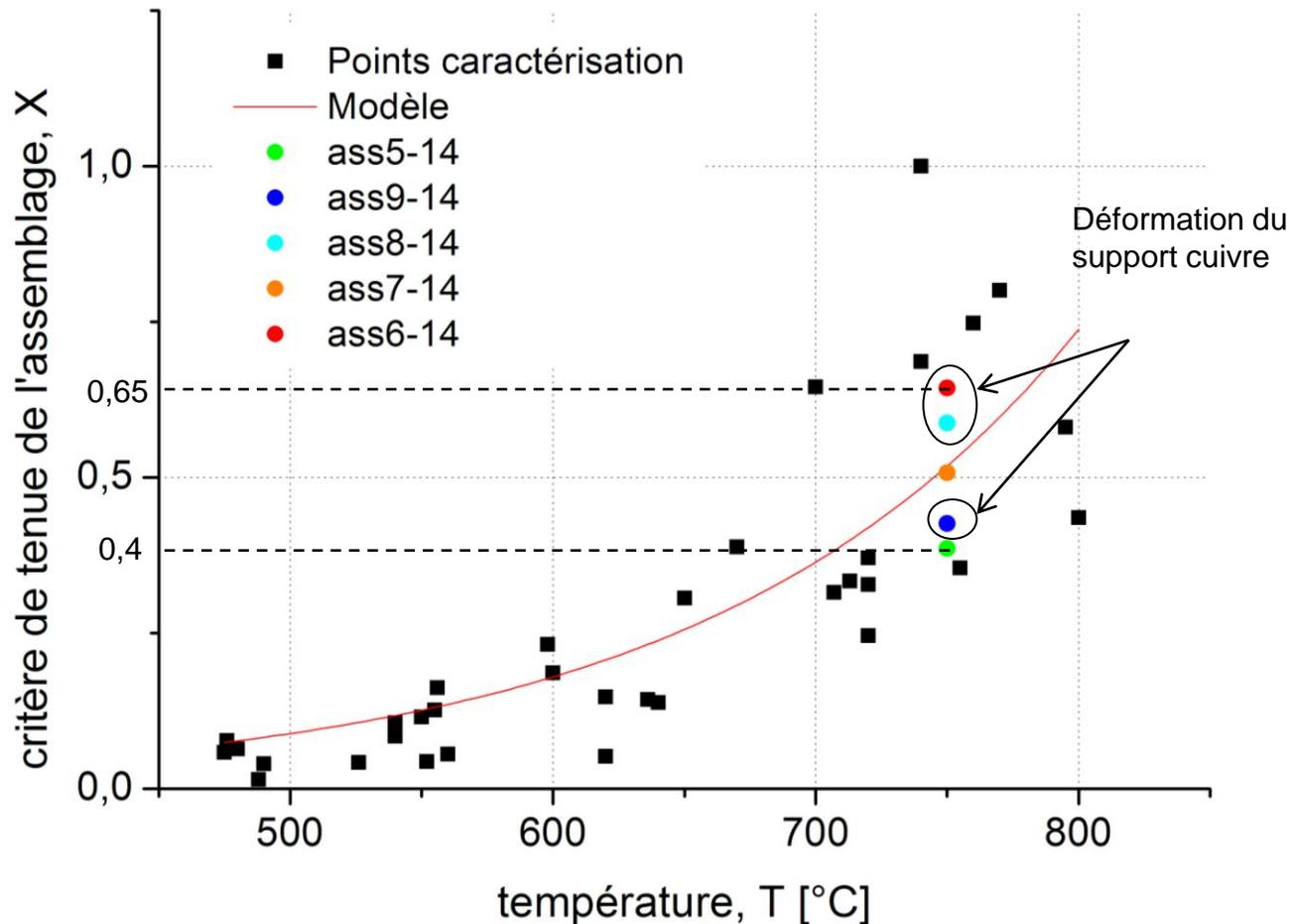
- Effort de 3000 N soit 60 MPa;
- Appliqué en 0,1s puis maintenu tout au long
de l'essai

Chargement thermique complexe:





Confrontation du modèle aux essais de validation:



- Dispersion assez importante, de l'ordre des différences observées entre les cinétiques
=> Difficile de trancher sur l'effet du temps sur l'évolution du critère
- Plutôt bonne adéquation entre modèle et les essais de validation
- Les valeurs du critère de tenue de l'assemblage obtenues dans le cadre des essais de validation sont centrées sur le modèle.



Conclusion:

- En contrôlant la cinétique thermique imposée à l'échantillon afin de garantir l'absence d'eutectique:
 - => qualité de tenue de la liaison similaire à la référence industrielle;
 - => économie sous-couche Ag et de la brasure.
- Mise au point d'un modèle simple de tenue de l'assemblage, dépendant uniquement de la température maximale atteinte dans l'échantillon;
- La tenue de l'assemblage prédite par le modèle est comprise dans l'incertitude de détermination de la tenue expérimentale.

Perspectives:

- **Utilisation du modèle d'assemblage a posteriori du modèle de frittage qui en cours de développement;**
- Compléter: - les essais de caractérisation à hautes températures (80 °C/s et 160 °C/s);
- les observations microscopiques;
=> Mieux comprendre les phénomènes et étayer nos hypothèses.



Merci pour votre attention



LIMAT B
Laboratoire d'Ingénierie
des MATériaux de Bretagne