

**UNIVERSITÉ BORDEAUX 1**

**THESE**

Pour obtenir le grade de

**DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ BORDEAUX 1**

**École doctorale : SCIENCES PHYSIQUES ET DE L'INGÉNIEUR**

**Spécialité : ÉLECTRONIQUE**

par

**David VEYRIÉ**

---

**APPROCHE ALTERNATIVE DE L'ÉVALUATION DE  
L'HERMÉTICITÉ DES MICRO CAVITÉS –  
APPLICATION AU PACKAGING DES MEMS**

---

Soutenue le 8 Février 2007

Après avis de :

**M. DESMULLIEZ** Professeur, Heriot-Watt University, Edinburgh **Rapporteurs**  
**E. DUFOUR-GERGAM** Professeur, Université Paris Sud

Devant la commission d'examen formée de :

**N. LABAT** Professeur, Université Bordeaux 1 **Président et rapporteur**  
**M. DESMULLIEZ** Professeur, Heriot-Watt University, Edinburgh **Examineurs**  
**E. DUFOUR-GERGAM** Professeur, Université Paris Sud  
**C. PELLET** Professeur, Université Bordeaux 1  
**J. L. ROUX** Ingénieur, CNES Toulouse  
**O. VENDIER** Ingénieur, Alcatel Alenia Space Toulouse

## Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier le professeur André Touboul, directeur de l'IXL, ainsi que Francis Pressecq, chef du service Laboratoire et expertises du CNES, pour leur accueil au sein de leur unité de recherche.

Je remercie sincèrement mon directeur de thèse Claude Pellet, professeur à l'IXL, et Jean-Luc Roux, ingénieur au CNES, sous la responsabilité desquels ces travaux ont été réalisés. Leur expérience et leurs conseils, ainsi que leur soutien scientifique, m'ont été précieux durant ces trois années de thèse.

Je remercie les professeurs Elisabeth Dufour-Gergam et Marc Desmulliez pour m'avoir fait l'honneur d'être rapporteurs de cette thèse, et pour le temps qu'ils ont consacré à l'amélioration de ce manuscrit.

Je remercie également l'ensemble des enseignants, doctorants et post doctorants de l'IXL qui m'ont apporté leur aide pendant la première année de la thèse. Je tiens à remercier particulièrement Angélique Tetelin pour ses conseils et Marc Budinger pour son aide sur la partie modélisation.

Je remercie toute l'équipe d'ingénieurs et techniciens du Laboratoire d'Expertise du CNES, de Thales Security Systems et de NovaMems, sans oublier les doctorants et stagiaires que j'ai côtoyé au CNES durant plus de deux ans, pour leur aide et leur soutien technique, mais aussi pour leur accueil et leur sympathie.

Je remercie Nicolas Sillon et Xavier Baillin, du Cea Leti, qui ont réalisé les boîtiers utilisés durant la thèse pour mettre au point le test de fuite par spectroscopie IR.

Je tiens tout particulièrement à remercier Xavier Lafontan, sans qui je ne me serais probablement pas lancé dans cette thèse, et Petra Schmitt, pour sa disponibilité, ses conseils et son aide précieuse.

Enfin, je remercie ma famille pour leur présence et leur soutien tout au long de ces trois années de thèse.

# Table des Matières

<b>REMERCIEMENTS .....</b>	<b>5</b>
<b>TABLE DES MATIERES .....</b>	<b>7</b>
<b>LISTE DES FIGURES .....</b>	<b>11</b>
<b>LISTE DES TABLEAUX .....</b>	<b>17</b>
<b>INTRODUCTION GENERALE .....</b>	<b>19</b>
<b>CHAPITRE 1 : NOTIONS SUR LE PACKAGING DES MEMS .....</b>	<b>25</b>
<b>1.1 INTRODUCTION .....</b>	<b>27</b>
<b>1.2 LE PACKAGING EN MICROELECTRONIQUE .....</b>	<b>28</b>
<i>1.2.1 Niveaux de packaging .....</i>	<i>28</i>
<i>1.2.2 Packaging niveau 1 .....</i>	<i>30</i>
1.2.2.1 Technique classique d'encapsulation .....	30
1.2.2.2 Types de boîtiers .....	35
1.2.2.3 Boîtiers et encapsulations spécifiques .....	36
<b>1.3 LE PACKAGING DES MEMS .....</b>	<b>40</b>
<i>1.3.1 Les spécificités des MEMS .....</i>	<i>40</i>
<i>1.3.2 Le packaging niveau wafer .....</i>	<i>41</i>
1.3.2.1 Encapsulation puce par puce (CSP) .....	41
1.3.2.2 Encapsulation wafer-wafer (WLP) .....	43
1.3.2.3 Encapsulation par dépôt chimique en phase vapeur (CVD) .....	44
<i>1.3.3 Les techniques de scellement .....</i>	<i>45</i>
1.3.3.1 Scellement anodique .....	45
1.3.3.2 Scellement eutectique .....	47
1.3.3.3 Scellement direct .....	48
1.3.3.4 Scellement adhésif organique .....	50
<b>1.4 LE PROBLEME DE L'HERMETICITE .....</b>	<b>53</b>
<i>1.4.1 Problèmes de fiabilité liés à la condensation de vapeur d'eau .....</i>	<i>53</i>
1.4.1.1 Défaillances classiques des circuits microélectroniques .....	54
1.4.1.2 Phénomène de collage .....	55
<i>1.4.2 Contrôle de l'atmosphère interne .....</i>	<i>56</i>
<b>1.5 CONCLUSION .....</b>	<b>57</b>

<b>CHAPITRE 2 : PHYSIQUE DE LA PENETRATION DES GAZ ET MESURE DE L'HERMETICITE .....</b>	<b>59</b>
<b>2.1 INTRODUCTION .....</b>	<b>61</b>
<b>2.2 MECANISMES DE PENETRATION DES GAZ .....</b>	<b>62</b>
2.2.1 <i>L'écoulement moléculaire</i> .....	62
2.2.1.1 Théorie issue de la mécanique des fluides.....	63
2.2.1.2 Détermination pratique de l'herméticité.....	66
2.2.2 <i>La diffusion moléculaire</i> .....	69
2.2.2.1 Théorie de la diffusion .....	69
2.2.2.2 Méthodes pratiques d'approximation de la perméabilité .....	72
<b>2.3 TECHNIQUE CLASSIQUE DE MESURE DU TAUX DE FUITE .....</b>	<b>74</b>
2.3.1 <i>La méthode 1014 de la norme MIL-883</i> .....	74
2.3.1.1 Les tests fines fuites.....	75
2.3.1.2 Les tests grosses fuites .....	78
2.3.2 <i>Le test de fuite d'hélium</i> .....	80
2.3.2.1 Testeur de fuite d'hélium .....	81
2.3.2.2 Calcul du taux de fuite standard .....	82
2.3.3 <i>Analyse et critique</i> .....	84
2.3.3.1 Limites de détection.....	84
2.3.3.2 Zone de fuites indéterminées.....	88
2.3.3.3 Application aux scellements organiques .....	89
<b>2.4 AUTRES METHODES DE MESURE DU TAUX DE FUITE.....</b>	<b>91</b>
2.4.1 <i>Mesure de la déflexion du capot</i> .....	91
2.4.1.1 Principe de la mesure de la déflexion.....	91
2.4.1.2 Avantages et inconvénients .....	93
2.4.2 <i>Capteur in-situ</i> .....	94
2.4.2.1 Principe de la mesure par capteur in-situ.....	94
2.4.2.2 Avantages et inconvénients .....	95
<b>2.5 CONCLUSION.....</b>	<b>97</b>
 <b>CHAPITRE 3 : MODELISATION DE LA DIFFUSION DES GAZ AU TRAVERS DES SCHELLEMENTS ORGANIQUES.....</b>	 <b>99</b>
<b>3.1 INTRODUCTION .....</b>	<b>101</b>
<b>3.2 CALCUL DU COEFFICIENT DE DIFFUSION .....</b>	<b>102</b>
3.2.1 <i>Techniques classiques de détermination du coefficient de diffusion</i> .....	102
3.2.1.1 Mesure du demi temps de sorption .....	102
3.2.1.2 Mesure du taux initial de sorption.....	103
3.2.2 <i>Mesure de la prise d'eau de films polymères</i> .....	104
3.2.2.1 Titrage de l'eau.....	104
3.2.2.2 Analyse gravimétrique.....	106

3.2.3	<i>Tests réalisés sur différents polymères</i> .....	107
3.2.3.1	Colle Ablebond 84-3.....	107
3.2.3.2	Résine Hysol FP4450.....	109
3.2.4	<i>Cas du BCB</i> .....	111
<b>3.3</b>	<b>MODELISATION DE LA DIFFUSION A TRAVERS UN ANNEAU DE SCELLEMENT POLYMERE</b> .....	<b>112</b>
3.3.1	<i>Modélisation classique de la diffusion à travers un anneau de scellement</i> .....	112
3.3.2	<i>Prise en compte de l'évolution de la concentration interne</i> .....	113
3.3.2.1	Calcul de l'évolution de la concentration pour une itération.....	114
3.3.2.2	Evolution de la concentration interne.....	116
3.3.3	<i>Implémentation logicielle du modèle</i> .....	117
3.3.3.1	Etude de l'évolution de la concentration à l'intérieur de l'anneau de scellement.....	118
3.3.3.2	Etude des variations de la pression partielle de gaz à l'intérieur de la cavité.....	119
<b>3.4</b>	<b>COMPARAISON DU MODELE AVEC LE TEST DE FUITE D'HELIUM</b> .....	<b>122</b>
3.4.1	<i>Véhicules de test</i> .....	122
3.4.2	<i>Mesures de fuite d'hélium</i> .....	123
3.4.3	<i>Modélisation</i> .....	124
3.4.4	<i>Comparaison entre test et modélisation</i> .....	125
<b>3.5</b>	<b>CONCLUSION</b> .....	<b>128</b>
<b>CHAPITRE 4 : DETERMINATION DE L'HERMETICITE DES MICRO CAVITES PAR SPECTROSCOPIE FTIR</b> .....		<b>129</b>
<b>4.1</b>	<b>INTRODUCTION</b> .....	<b>131</b>
<b>4.2</b>	<b>PRINCIPE DE LA DETECTION DE FUTES PAR SPECTROSCOPIE INFRAROUGE</b> .....	<b>132</b>
4.2.1	<i>Principe de la spectroscopie infrarouge</i> .....	132
4.2.1.1	Niveaux d'énergie d'une molécule .....	132
4.2.1.2	Rappels sur le rayonnement électromagnétique.....	135
4.2.1.3	Interaction matière-rayonnement.....	136
4.2.2	<i>Application au test d'herméticité des micro boîtiers</i> .....	138
4.2.2.1	Particularité des micro boîtiers MEMS.....	139
4.2.2.2	Détection de gaz à l'intérieur d'un micro boîtier silicium.....	142
4.2.2.3	Application à la détection et à la mesure de fuite.....	144
4.2.2.4	Choix du gaz traceur.....	146
<b>4.3</b>	<b>EXPERIMENTATIONS</b> .....	<b>147</b>
4.3.1	<i>Réalisation des véhicules de test</i> .....	147
4.3.1.1	Fabrication des boîtiers.....	147
4.3.1.2	Dimensionnement des boîtiers et des anneaux de scellement.....	150
4.3.2	<i>Tests de fuites sur les boîtiers semi-hermétiques</i> .....	151
4.3.2.1	Procédure de test .....	151
4.3.2.2	Détection de N <sub>2</sub> O dans les boîtiers silicium .....	152
4.3.2.3	Evolution de l'atmosphère interne du boîtier.....	157

## Table des Matières

---

4.3.2.4	Etude de l'herméticité des scellements BCB .....	158
4.3.3	<i>Tests de fuite sur les boîtiers étanchés</i> .....	160
4.3.3.1	Tests de spectroscopie infrarouges sur un dépôt de parylène.....	160
4.3.3.2	Détection de N <sub>2</sub> O dans les boîtiers étanchés.....	161
4.3.3.3	Protection de l'anneau de scellement .....	164
<b>4.4</b>	<b>CONCLUSION</b> .....	<b>166</b>
	<b>CONCLUSION GENERALE</b> .....	<b>167</b>
	<b>RÉFÉRENCES</b> .....	<b>172</b>
	<b>ANNEXES</b> .....	<b>179</b>

## Liste des Figures

FIG. 1.1	PRESENTATION DES DIFFERENTS NIVEAUX DE PACKAGING .....	29
FIG. 1.2	EXEMPLES DE BOITERS PLASTIQUES CLASSIQUES.....	30
FIG. 1.3	IMAGE RX DU SUPPORT D'INTERCONNEXION D'UN BOITIER DIP .....	31
FIG. 1.4	MICROSECTION DU REPORT D'UNE PUCE ENCAPSULEE DANS UN BOITIER PLASTIQUE .....	31
FIG. 1.5	IMAGES RX DU MICROCABLAGE D'UN BOITIER QFP .....	32
FIG. 1.6	TECHNIQUES DE MICROCABLAGE : A) BALL BONDING – B) WEDGE BONDING .....	33
FIG. 1.7	EXEMPLES DE BOITERS ELECTRONIQUES : A) BOITIER PLASTIQUE – B) BOITIER CERAMIQUE – C) BOITIER CERAMIQUE-METAL .....	34
FIG. 1.8	EXEMPLE DE BOITERS UTILISANT LA TECHNOLOGIE DE MONTAGE PAR INSERTION .....	35
FIG. 1.9	EXEMPLE DE BOITERS CMS (MONTAGE EN SURFACE) .....	36
FIG. 1.10	PRINCIPE DU REPORT D'UN BOITIER BGA .....	37
FIG. 1.11	REPORT FLIP CHIP D'UNE PUCE : A) PUCE NUE – B) DEPOT DES BILLES D'INTERCONNEXION – C) REPORT DE LA PUCE – D) INJECTION DE L'UNDERFILL.....	38
FIG. 1.12	EXEMPLE DE MCM SPATIAL CONÇU PAR EADS-ASTRIUM .....	39
FIG. 1.13	PROCEDE D'ENCAPSULATION CSP : (A) WAFER NU, (B) DEPOT DES ANNEAUX DE SCELLEMENT – DEPEND DE LA TECHNIQUE DE SCELLEMENT UTILISEE, (C) REPORT DES CAPOTS, (D) DECOUPE DES BOITERS .....	42
FIG. 1.14	MICRO BOITERS OBTENUS PAR ENCAPSULATION AU NIVEAU DE LA PUCE AVANT DECOUPE [GOE02].....	42
FIG. 1.15	PROCEDE D'ENCAPSULATION WLP : (A) WAFER NU, (B) DEPOT DES ANNEAUX DE SCELLEMENT – DEPEND DE LA TECHNIQUE DE SCELLEMENT UTILISEE, (C) SCELLEMENT DES WAFERS, (D) DECOUPE DES BOITERS .....	43
FIG. 1.16	EXEMPLE DE MICRO BOITIER OBTENU PAR SCELLEMENT DE WAFERS SILICIUM.....	44
FIG. 1.17	PROCEDE D'ENCAPSULATION CVD : (A) WAFER NU, (B) DEPOT DE LA RESINE SACRIFICIELLE, (C) DEPOT D'UNE COUCHE HERMETIQUE, (D) LIBERATION DE LA STRUCTURE ENCAPSULEE, (E) DECOUPE DES BOITERS .....	44
FIG. 1.18	PRINCIPE DU SCELLEMENT EUTECTIQUE VERRE - SILICIUM.....	46
FIG. 1.19	OBSERVATION AU MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE D'UN SCELLEMENT ANODIQUE VERRE - SILICIUM .....	46

FIG. 1.20	OBSERVATION AU MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE D'UN SCELLEMENT EUTECTIQUE CUIVRE - ETAIN .....	47
FIG. 1.21	DIAGRAMME DE PHASE SIMPLIFIE DE L'ALLIAGE EUTECTIQUE OR – SILICIUM [CUI] .....	48
FIG. 1.22	SCELLEMENT DIRECT – FORMATION DE LIAISONS COVALENTES [LIN04] .....	49
FIG. 1.23	PROCEDE DE SCELLEMENT PAR FUSION DU SILICIUM.....	49
FIG. 1.24	OBSERVATION AU MICROSCOPE INFRAROUGE D'ANNEAUX DE SCELLEMENT ORGANIQUES.....	50
FIG. 1.25	STRUCTURE DU BCB : (A) STRUCTURE CHIMIQUE DU BENZOCYCLOBUTENE ; (B) MONOMERE DU BCB.....	52
FIG. 1.26	PRINCIPE DU MECANISME DE CORROSION DE PISTES METALLIQUES.....	54
FIG. 1.27	OBSERVATION AU MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGES DE MICRO POUTRES COLLEES .....	55
FIG. 1.28	COLLAGE DU AUX FORCES CAPILLAIRES.....	55
FIG. 2.1	OBSERVATION AU MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE D'UN SCELLEMENT ANODIQUE DEFECTUEUX .....	62
FIG. 2.2	MODELE GEOMETRIQUE SIMPLIFIE D'UNE FUITE .....	63
FIG. 2.3	SIMPLIFICATION DE LA GEOMETRIE DES FUITES : A) FUITE DE DIAMETRE VARIABLE ; B) FISSURE DUE A UN PROBLEME DE DELAMINATION.....	64
FIG. 2.4	VUE EN COUPE D'UN MICRO BOITIER AVEC SCELLEMENT ORGANIQUE, ET MODELISATION DE L'ANNEAU DE SCELLEMENT POLYMERE.....	71
FIG. 2.5	EFFICACITE DES MATERIAUX DU POINT DE VUE DE L'HERMETICITE [KO95] .....	74
FIG. 2.6	IMAGE RX D'UN ANNEAU DE SCELLEMENT EUTECTIQUE DEFECTUEUX – GROSSE FUITE .....	78
FIG. 2.7	DETECTEUR DE FUITE LEYBOLD UL200 ET CHAMBRE DE PRESSURISATION A L'HELIUM DES MICRO BOITIERS .....	80
FIG. 2.8	PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT D'UN TESTEUR DE FUITE D'HELIUM A DEFLEXION MAGNETIQUE. ....	82
FIG. 2.9	TAUX DE FUITE D'HELIUM A MESURER EN FONCTION DU VOLUME DE LA CAVITE AVEC $L_A = 5 \cdot 10^{-8} \text{ ATM} \cdot \text{CM}^3 \cdot \text{S}^{-1}$ .....	86
FIG. 2.10	PLAGES DE DETECTION FINES ET GROSSES FUITES D'UN MICRO BOITIER.....	88
FIG. 2.11	PROFIL DU CAPOT D'UN MICRO BOITIER DE 5MM DE COTE SCHELLE SOUS VIDE .....	92
FIG. 2.12	CAPTEUR D'HUMIDITE HMX2000 – INTEGRATION A UN MICRO BOITIER SILICIUM .....	94
FIG. 3.1	CELLULE DE TITRAGE DU KARL FISHER.....	104



FIG. 3.2	EXEMPLE DE MESURE DU KARL FISHER - LA MASSE D'EAU DESORBEE EST REPRESENTEE EN ABCISSES, ET LE TEMPS EST REPRESENTE EN ORDONNEES .....	105
FIG. 3.3	MICROBALANCE DE L'ANALYSEUR GRAVIMETRIQUE DE SORPTION DVS ADVANTAGE1 .....	106
FIG. 3.4	COURBE DE PERTE ET PRISE D'EAU REALISEE AVEC L'ANALYSEUR GRAVIMETRIQUE DE SORPTION .....	107
FIG. 3.5	COURBE DE PRISE DE MASSE D'UN FILM DE COLLE 84-3 SOUMIS A 80% D'HUMIDITE RELATIVE .....	108
FIG. 3.6	REPRESENTATION DE LA COURBE $M_t/M_\infty$ .....	108
FIG. 3.7	COURBE DE PRISE DE MASSE D'UN ECHANTILLON DE RESINE FP4450 SOUMIS A 70% D'HUMIDITE RELATIVE .....	110
FIG. 3.8	REPRESENTATION DE LA COURBE $M_t/M_\infty$ .....	110
FIG. 3.9	CONCENTRATIONS AUX LIMITES DE L'ANNEAU DE SCHELLEMENT.....	113
FIG. 3.10	REPRESENTATION EN 2 DIMENSIONS D'UN ANNEAU DE SCHELLEMENT ORGANIQUE.....	115
FIG. 3.11	EVOLUTION DE LA CONCENTRATION D'EAU A L'INTERIEUR D'UN ANNEAU DE SCHELLEMENT BCB – LA CAVITE MESURE 2MM X 2MM X 350 $\mu$ M, L'ANNEAU DE SCHELLEMENT FAIT 5 $\mu$ M D'EPAISSEUR ET 200 $\mu$ M DE LARGE. LE BOITIER, INITIALEMENT VIDE, EST SOUMIS A L'AIR AMBIANT ( $C = 15\text{G.M}^{-3}$ ).....	119
FIG. 3.12	EVOLUTION DE LA PRESSION PARTIELLE DE VAPEUR D'EAU A L'INTERIEUR DE LA CAVITE – LE BOITIER EST EXPOSE A L'AIR AMBIANT ( $P_{\text{H}_2\text{O}} = 21 \text{ MBAR}$ ). .....	120
FIG. 3.13	DETAIL DE LA COURBE DE VARIATION DE LA PRESSION INTERNE DE VAPEUR D'EAU – DELAI ENTRE L'EXPOSITION ET L'ARRIVEE DE L'HUMIDITE .....	121
FIG. 3.14	EVOLUTION DE LA PRESSION PARTIELLE DE VAPEUR D'EAU DANS UN BOITIER D'1 $\text{MM}^3$ AVEC UN SCHELLEMENT DE 2,5 $\mu$ M D'EPAISSEUR ET DE 500 $\mu$ M DE LARGEUR EXPOSE A 21 MBAR DE VAPEUR D'EAU PENDANT 3 SEMAINES PUIS A DE L'AIR SEC.....	121
FIG. 3.15	DIMENSIONS DES MICRO BOITIERIS UTILISES POUR LE TEST DE FUITE D'HELIUM.....	122
FIG. 3.16	MODELISATION DE L'EVOLUTION DE LA CONCENTRATION DE VAPEUR D'EAU A L'INTERIEUR DE L'ANNEAU DE SCHELLEMENT D'UN BOITIER EXPOSE A L'AIR AMBIANT ..	124
FIG. 3.17	MODELISATION DE L'EVOLUTION DE LA PRESSION PARTIELLE DE VAPEUR D'EAU A L'INTERIEUR DE L'UN DES ECHANTILLONS TESTES EXPOSE A L'AIR AMBIANT.....	125
FIG. 3.18	VARIATION DE LA PRESSION PARTIELLE DE VAPEUR D'EAU A L'INTERIEUR DES ECHANTILLONS TESTES. INITIALEMENT, LES BOITIERIS NE CONTIENNENT PAS DE VAPEUR D'EAU. ILS SONT ENSUITE EXPOSES A L'AIR AMBIANT ( $P_{\text{H}_2\text{O}} = 21 \text{ MBAR}$ ) .....	126
FIG. 4.1	ORDRES DE GRANDEUR DES NIVEAUX D'ENERGIE MOLECULAIRES.....	134

FIG. 4.2	DIAGRAMME ENERGETIQUE D'UNE MOLECULE .....	134
FIG. 4.3	RECAPITULATIF DES ONDES ELECTROMAGNETIQUES CLASSEES PAR ENERGIE TRANSPORTEE .....	135
FIG. 4.4	EXEMPLES DE TRANSITIONS : A) TRANSITIONS ROTATIONNELLES ( $\Delta J = +1$ ) $\Delta E \leq 0,01$ eV – B) TRANSITIONS DE VIBRATION ( $\Delta v = +1$ ) ET DE VIBRATION-ROTATION ( $\Delta v =$ $+1, \Delta J = \pm 1$ ) $\Delta E \leq 0,1$ eV .....	137
FIG. 4.5	SPECTRE INFRAROUGE EN TRANSMISSION D'UNE COLLE COMMERCIALE .....	137
FIG. 4.6	SPECTROMETRE FTIR UTILISE POUR REALISER LES TESTS D'HERMETICITE.....	138
FIG. 4.7	SPECTRE FTIR D'UN WAFER TYPE P 14-22 OHM POLI 2 FACES .....	139
FIG. 4.8	ILLUSTRATION DU PHENOMENE MIR (REFLEXIONS INTERNES MULTIPLES) .....	140
FIG. 4.9	PERTES DE SIGNAL DUES AUX REFLEXIONS AUX INTERFACES ENTRE LE WAFER ET L' AIR.....	140
FIG. 4.10	SPECTRE FTIR D'UN WAFER DE PYREX .....	141
FIG. 4.11	PRINCIPE DE LA DETECTION DE GAZ POUR UN MICRO BOITIER SILICIUM .....	142
FIG. 4.12	SPECTRE INFRAROUGE EN TRANSMISSION DU PROTOXYDE D'AZOTE CONTENU DANS UN BOITIER SILICIUM.....	143
FIG. 4.13	PRESSION PARTIELLE DE GAZ DANS UN MICRO BOITIER EN FONCTION DU TAUX DE TRANSMISSION MESURE POUR LE PIC D'ABSORPTION - LA PROFONDEUR DU BOITIER EST DE $350\mu\text{m}$ ET LE COEFFICIENT D'ABSORPTION MOLAIRE DU GAZ A ETE PRIS EGAL A $250 \text{ L.MOL}^{-1}.\text{CM}^{-1}$ .....	145
FIG. 4.14	SPECTRE D'ABSORPTION DU PROTOXYDE D'AZOTE DANS L'INFRAROUGE MOYEN .....	147
FIG. 4.15	PROCEDE DE FABRICATION DES CAPOTS : (A) WAFER SILICIUM DE $450\mu\text{m}$ D'EPaisseur ; (B) OXYDATION THERMIQUE ; (C) PHOTOLITHOGRAPHIE DES CAVITES ; (D) GRAVURE SECHE $\text{SiO}_2$ ; (E) NETTOYAGE RESINE ; (F) GRAVURE HUMIDE KOH $350\mu\text{m}$ ; (G) GRAVURE SECHE $\text{SiO}_2$ FACE ARRIERE .....	148
FIG. 4.16	PROCEDE DE SCHELLEMENT ET DE DECOUPE : (A) PHOTOLITHOGRAPHIE DES CORDONS DE SCHELLEMENT BCB SUR LE SUBSTRAT ; (B) SCHELLEMENT DES DEUX WAFERS ; (C) DECOUPE DES MICRO BOITIERS.....	149
FIG. 4.17	DEPOT DE LA COUCHE HERMETIQUE POUR LES BOITIERS ETANCHES : (A) DEPOT D'UNE COUCHE DE PARYLENE DE $5\mu\text{m}$ D'EPaisseur SUR LA FACE ARRIERE ; (B) DEPOT D'UNE COUCHE DE PARYLENE DE $5\mu\text{m}$ D'EPaisseur SUR LA FACE AVANT DES BOITIERS .....	149
FIG. 4.18	STRUCTURE D'UN VEHICULE DE TEST DE $5 \text{ mm}^3$ ET OBSERVATION DE L' ANNEAU DE SCHELLEMENT BCB PAR MICROSCOPIE INFRAROUGE.....	150
FIG. 4.19	SPECTRE INFRAROUGE EN TRANSMISSION A TRAVERS UN BOITIER DE $20 \text{ mm}^3$ VIDE.....	152

FIG. 4.20	SPECTRE INFRAROUGE EN TRANSMISSION A TRAVERS UN BOITIER DE 5 MM <sup>3</sup> VIDE.....	152
FIG. 4.21	SPECTRE INFRAROUGE EN TRANSMISSION A TRAVERS UN BOITIER DE 20 MM <sup>3</sup> APRES EXPOSITION AU N <sub>2</sub> O .....	153
FIG. 4.22	SPECTRE INFRAROUGE EN TRANSMISSION A TRAVERS UN BOITIER DE 5 MM <sup>3</sup> APRES EXPOSITION AU N <sub>2</sub> O .....	154
FIG. 4.23	SPECTRE INFRAROUGE EN TRANSMISSION A TRAVERS LE GAZ AYANT PENETRE DANS UN BOITIER DE 20 MM <sup>3</sup> APRES EXPOSITION AU N <sub>2</sub> O .....	154
FIG. 4.24	SPECTRE INFRAROUGE EN TRANSMISSION A TRAVERS LE GAZ AYANT PENETRE DANS UN BOITIER DE 5 MM <sup>3</sup> APRES EXPOSITION AU N <sub>2</sub> O .....	155
FIG. 4.25	SPECTRE FTIR DU GAZ CONTENU DANS UN BOITIER DE 10 MM <sup>3</sup> DONT LE CAPOT EST PERCE, PREALABLEMENT EXPOSE A DU PROTOXYDE D'AZOTE.....	156
FIG. 4.26	SPECTRE FTIR DU GAZ CONTENU DANS UN BOITIER DE 10 MM <sup>3</sup> AVEC UN CAPOT DE 70µM D'EPaisseur, PREALABLEMENT EXPOSE A DU PROTOXYDE D'AZOTE.....	156
FIG. 4.27	SPECTRES FTIR DU GAZ CONTENU DANS UN BOITIER DE 20 MM <sup>3</sup> , AVEC UNE EPaisseur DE SCeLLEMENT DE 100µM, PRIS A INTERVALLES REGULIERS APRES LA FIN DE L'EXPOSITION AU N <sub>2</sub> O .....	157
FIG. 4.28	OBSERVATION DU CORDON DE SCeLLEMENT DEFECTUEUX AU MICROSCOPE INFRAROUGE .....	160
FIG. 4.29	SPECTRE INFRAROUGE EN TRANSMISSION A TRAVERS UN WAFER DE SILICIUM DE 450µM D'EPaisseur RECOUVERT D'UNE COUCHE DE 5µM DE PARYLENE .....	161
FIG. 4.30	SPECTRE INFRAROUGE EN TRANSMISSION A TRAVERS UN BOITIER DE 20 MM <sup>3</sup> RECOUVERT D'UNE COUCHE DE 5µM DE PARYLENE AVANT PRESSURISATION AU N <sub>2</sub> O ...	162
FIG. 4.31	SPECTRE INFRAROUGE EN TRANSMISSION A TRAVERS UN BOITIER DE 20 MM <sup>3</sup> RECOUVERT D'UNE COUCHE DE 5µM DE PARYLENE APRES PRESSURISATION AU N <sub>2</sub> O ....	162
FIG. 4.32	SPECTRE INFRAROUGE EN TRANSMISSION A TRAVERS LE GAZ AYANT PENETRE DANS UN BOITIER DE 20 MM <sup>3</sup> RECOUVERT D'UNE COUCHE DE 5µM DE PARYLENE APRES EXPOSITION AU N <sub>2</sub> O .....	163
FIG. 4.33	SPECTRE INFRAROUGE EN TRANSMISSION A TRAVERS LE GAZ AYANT PENETRE DANS UN BOITIER DE 20 MM <sup>3</sup> RECOUVERT D'UNE COUCHE DE 5µM DE PARYLENE APRES EXPOSITION AU N <sub>2</sub> O – BOITIER DEFECTUEUX.....	164
FIG. 4.34	DETAILS DE LA TRANCHE D'UN BOITIER DE 20 MM <sup>3</sup> RECOUVERT D'UNE COUCHE DE PARYLENE.....	165



## Liste des Tableaux

TABLEAU 2.1	TAUX DE FUITE D'HELIUM MAXIMUMS AUTORISES POUR LE TEST A <sub>1</sub> .....	75
TABLEAU 2.2	TAUX DE FUITE D'AIR STANDARD MAXIMUMS AUTORISES POUR LE TEST A <sub>2</sub> .....	76
TABLEAU 2.3	TAUX DE FUITE DE KRYPTON-85 MAXIMUMS AUTORISES POUR LE TEST B .....	77
TABLEAU 2.4	CONDITIONS DE PRESSURISATION POUR LES TESTS C <sub>1</sub> ET C <sub>3</sub> .....	79
TABLEAU 3.1	TAUX DE FUITE MESURES SUR LES VEHICULES DE TEST.....	123
TABLEAU 4.1	LONGUEURS D'ONDE ET ENERGIES DES RAYONNEMENTS INFRAROUGES .....	136
TABLEAU 4.2	CONFIGURATIONS DE VEHICULES DE TEST.....	151
TABLEAU 4.3	TAUX DE TRANSMISSION DU SIGNAL MESURES AU NIVEAU DU PIC D'ABSORPTION DU N <sub>2</sub> O POUR LES DIFFERENTS BOITIERIS TESTES .....	159



# *Introduction générale*





Au cours des dernières années, le développement des MEMS (Micro Electro Mechanical Systems) a entraîné d'importants bouleversements dans le domaine de la micro encapsulation avec l'émergence de nouvelles techniques de packaging niveau zéro, et notamment avec le packaging niveau wafer. Cette technique qui consiste à encapsuler les MEMS directement sur le wafer, avant même la découpe des puces, a permis des progrès significatifs sur deux aspects fondamentaux pour l'industrie microélectronique. D'une part, l'encapsulation niveau wafer permet d'obtenir des boîtiers de dimensions extrêmement réduites, avec des cavités dont le volume est très souvent inférieur au millimètre cube. Au final, la taille du composant encapsulé reste proche de la taille de la puce nue. D'autre part, cette technique d'encapsulation collective permet de s'affranchir de toutes les étapes de manipulation et d'encapsulation des puces individuelles, et ainsi d'améliorer le rendement et les coûts de production des composants finaux.

Dans le même temps, le packaging des microsystèmes implique une protection accrue du composant encapsulé. En effet les MEMS, qui comportent des structures libérées et fragiles, très souvent mobiles, sont extrêmement sensibles aux perturbations extérieures ainsi qu'aux variations de leur environnement de travail, que ce soit au moment de leur fabrication ou, par la suite, pendant toute leur durée de vie. Ces perturbations peuvent entraîner une dégradation significative des performances pour de nombreux composants comme les résonateurs, et même des dysfonctionnements critiques avec l'apparition de mécanismes de défaillance comme le collage ou la corrosion.

Les techniques de packaging niveau wafer permettent dans une certaine mesure d'améliorer la protection des composants vis-à-vis de ces problèmes environnementaux, notamment lors de la fabrication des puces. L'encapsulation ayant lieu directement sur le wafer avant la découpe, les composants sont protégés durant cette étape critique. En revanche, les dimensions réduites des micro boîtiers conçus avec les techniques d'encapsulation niveau wafer posent d'autres problèmes en matière d'herméticité. Pour les faibles volumes mis en jeu, la moindre fuite au niveau du boîtier va automatiquement entraîner une variation non négligeable de l'atmosphère interne de la cavité, et donc de l'atmosphère de travail du composant encapsulé. Plus le boîtier est petit, plus les problèmes d'herméticité deviennent critiques.

A l'heure actuelle, l'étude de l'herméticité des micro boîtiers reste basée sur les normes et les méthodes de test développées il y a plusieurs dizaines d'années pour les boîtiers électroniques classiques, à savoir la norme MIL-STD-883 et le test de fuite d'hélium. Or les limites de la norme ont été fixées par les limitations des appareils de détection de fuite utilisés. Elle n'est pas adaptée au test de cavités dont le volume est inférieur à  $50 \text{ mm}^3$ , ce qui est très au-dessus du volume des micro

boîtiers actuels. Pour garantir l'herméticité nécessaire au bon fonctionnement des MEMS, il est donc nécessaire d'améliorer les connaissances actuelles sur les phénomènes de fuites pour les micro cavités de faible volume utilisées pour le packaging niveau wafer, et de développer des méthodes de test adaptées à ce type de boîtiers.

L'étude présentée dans ce manuscrit a été effectuée dans ce cadre. Elle a pour but l'obtention d'une meilleure compréhension des phénomènes de pénétration des gaz à travers les micro boîtiers MEMS, et la mise en place de moyens de vérification et d'estimation de l'herméticité de ces micro boîtiers par la modélisation et le développement d'une technique de test de fuite adaptée. Elle a été réalisée en collaboration entre le groupe Capteurs, Microsystèmes du Laboratoire d'Etude de l'Intégration des Composants et Systèmes Electroniques (IXL) de Bordeaux, et les services Environnement, Composants Nouveaux et Laboratoire d'Expertise du Centre National d'Etudes Spatiales (CNES) à Toulouse.

Le premier chapitre présente les bases du packaging microélectronique classique, et les différentes étapes de l'encapsulation des composants conventionnels. Une partie est plus spécifiquement consacrée aux particularités du packaging des MEMS, avec la description des différentes méthodes d'encapsulation niveau zéro existantes. Les types de scellement les plus fréquemment associés à ces techniques de packaging sont également présentés, notamment le scellement adhésif organique qui est fréquemment employé pour l'encapsulation des composants microsystèmes, et qui a été choisi pour la réalisation des véhicules de test utilisés au cours de la thèse. La dernière partie de ce chapitre est consacrée aux principales défaillances dues à la vapeur d'eau et aux variations de pression à l'intérieur des micro boîtiers, et aux conséquences d'une mauvaise herméticité du boîtier sur la fiabilité des composants encapsulés.

Dans le deuxième chapitre nous étudions en détails les mécanismes physiques responsables de la pénétration des gaz à travers le scellement des micro cavités, ainsi que les normes et méthodes de test existantes pour tester l'herméticité des boîtiers microélectroniques. Il existe deux mécanismes pouvant être responsables des échanges de gaz entre l'intérieur et l'extérieur d'un micro boîtier :

- L'écoulement moléculaire du gaz à travers des fissures de l'anneau de scellement ou à l'interface entre l'anneau de scellement et le corps du boîtier. Ce mécanisme, qui dépend de la qualité du scellement réalisé, peut se produire quel que soit le type de scellement employé.
- La diffusion moléculaire du gaz à travers les colles organiques. Contrairement au mécanisme précédent, la diffusion moléculaire n'intervient que pour les scellements adhésifs organiques. En revanche, elle ne dépend pas de la qualité du scellement mais des propriétés de la colle utilisée.

Pour détecter d'éventuelles fuites dues à l'un ou l'autre de ces deux mécanismes, les boîtiers sont généralement testés à l'aide d'un détecteur de fuites d'hélium en se référant à la méthode 1014 de la norme MIL-STD-883. Nous verrons que cette technique n'est pas adaptée au test de très petites

cavités, ni au test de boîtiers scellés à l'aide de colles organiques. Des techniques alternatives de test de fuites sont apparues au cours des dernières années. Mais ces techniques possèdent des avantages et des inconvénients propres, et ne conviennent pas à tout les types de boîtiers MEMS.

Le troisième chapitre est consacré à la modélisation des phénomènes de diffusion moléculaire à travers les scellements adhésifs organiques, et plus particulièrement à travers les cordons de scellement BCB. Un modèle a été implémenté en utilisant le logiciel Matlab. Ce modèle, qui prend en compte l'évolution de la concentration de gaz à l'intérieur de la cavité, permet d'étudier en détails la pénétration du gaz dans l'anneau de scellement puis dans la cavité contenant le composant encapsulé, et à partir des résultats obtenus de déterminer le taux de fuite dû à la diffusion moléculaire pour un boîtier donné. Ce modèle a notamment été utilisé au cours de la thèse pour étudier la qualité de scellements organiques, en le confrontant à des résultats expérimentaux de tests de fuite pour déterminer la part de fuites due à la diffusion moléculaire, et la part due à des écoulements moléculaires à travers des défauts du cordon de scellement.

Pour finir, le quatrième chapitre présente une technique nouvelle de test de fuites développée au cours de la thèse. Cette technique, qui utilise le principe de la spectroscopie infrarouge bien connu dans le domaine de l'analyse des matériaux, permet de détecter les variations de l'atmosphère interne d'un micro boîtier en silicium ou en verre, et ainsi d'évaluer son herméticité. Pour valider la méthode, de nombreux tests ont été réalisés sur des véhicules de test en silicium avec scellement adhésif organique. En plus de la validation de la technique de test, ces tests ont permis d'obtenir de précieuses informations sur l'influence de paramètres tels que le volume de la cavité ou la largeur de l'anneau de scellement sur l'évolution de l'atmosphère interne d'un micro boîtier avec scellement adhésif organique. Des tests supplémentaires effectués sur des boîtiers recouverts d'une couche de parylène afin d'empêcher la pénétration des gaz au niveau de l'anneau de scellement ont également permis de valider la méthode de spectroscopie infrarouge à travers des couches de protection organiques.



# *Chapitre 1 : Notions sur le packaging des MEMS*



## 1.1 INTRODUCTION

---

L'encapsulation fait partie intégrante du processus de fabrication des circuits microélectroniques. Son rôle est de protéger le composant vis-à-vis de son environnement tout en permettant une communication avec l'extérieur par l'intermédiaire d'interconnexions, et tout cela sans dégrader ses performances, afin de permettre son fonctionnement de manière fiable et répétable.

La plupart des problèmes de fiabilité en microélectronique sont liés à l'encapsulation [Mor99]. Il n'est pas rare que les investissements consacrés à la conception du boîtier de circuits commerciaux représentent plus de la moitié du coût final des composants. Pour les applications militaires ou spatiales, cette proportion peut même être beaucoup plus importante [Mul96]. C'est donc une étape très importante, qu'il ne faut surtout pas négliger.

Le packaging des circuits microélectroniques classiques obéit à des règles bien établies, avec différents niveaux et différents types de boîtiers et techniques d'encapsulation adaptés en fonction du type d'application auquel sont destinés les composants encapsulés. Toutefois, les techniques classiques d'encapsulation ne sont pas vraiment adaptées aux MEMS, qui comprennent en général des structures libérées, la plupart du temps mobiles, et qui sont par conséquent extrêmement fragiles. Pour ce type de composants, un niveau de packaging supplémentaire est intégré au procédé de fabrication.

Ce niveau supplémentaire est appelé packaging niveau 0. Il est réalisé avant l'encapsulation niveau composant, généralement considérée comme le premier niveau du packaging microélectronique. Les MEMS sont en fait encapsulés directement sur le wafer, avant la découpe des puces individuelles. Là encore, différentes techniques d'encapsulation et de scellement sont disponibles en fonction des spécifications de fonctionnement. Cette étape apporte une protection supplémentaire au circuit encapsulé, et permet une miniaturisation accrue du composant final. Elle est particulièrement importante du point de vue de l'herméticité, la stabilité de l'environnement de travail du composant encapsulé dépendant de la qualité du scellement réalisé. Or les problèmes d'herméticité, qui sont à la source de nombreuses défaillances, sont une préoccupation majeure en ce qui concerne la fiabilité des MEMS.

## 1.2 LE PACKAGING EN MICROELECTRONIQUE

---

Un composant électronique nécessite pour fonctionner un environnement spécifique qui lui permet de réaliser les fonctions pour lesquelles il a été conçu. Cet environnement spécifique est garanti par le packaging, qui va permettre à la fois de protéger le composant et d'assurer la communication avec l'environnement extérieur afin d'optimiser les performances et la fiabilité du circuit.

Le packaging microélectronique peut être divisé en plusieurs niveaux, chacun jouant un rôle dans la protection des composants ou pour permettre leur communication entre eux et avec l'extérieur. En règle générale, le niveau de packaging le plus bas est l'encapsulation du composant dans un boîtier, une fois les puces découpées. Pour cela, il existe différents procédés et différents types de boîtiers en fonction du type de composant encapsulé et de l'application à laquelle il est destiné.

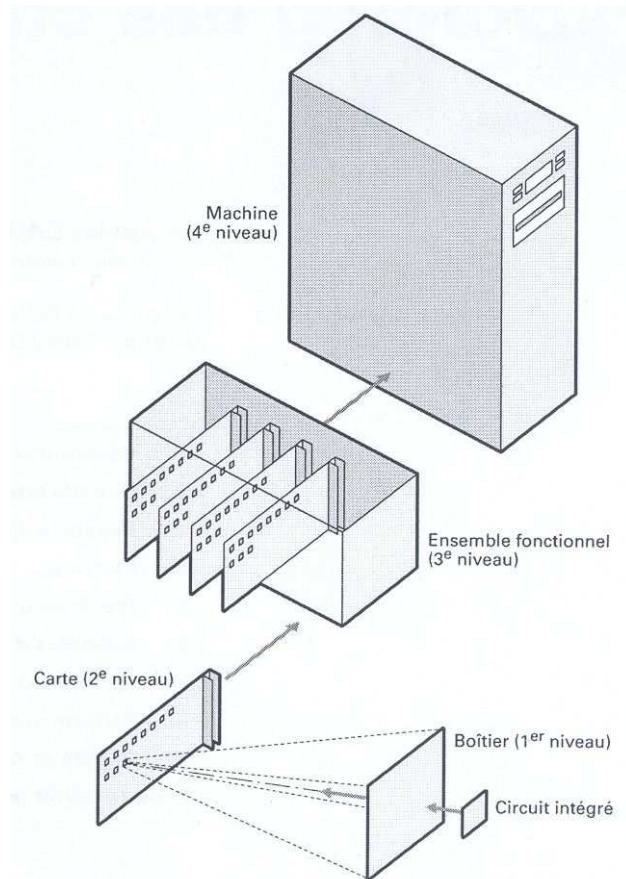
### 1.2.1 NIVEAUX DE PACKAGING

Classiquement, on considère qu'il existe plusieurs niveaux de packaging, allant de l'encapsulation du circuit intégré au niveau le plus bas, à la machine électronique complète disponible pour l'utilisateur final [Sai05]. La Fig. 1.1 présente les différents niveaux de packaging d'un système microélectronique classique, ainsi que leur imbrication pour réaliser au final un appareil fonctionnel :

- Le premier niveau de packaging est l'encapsulation de la puce dans un boîtier. Les composants, produits en grand nombre sur des wafers, sont découpés puis câblés sur un support d'interconnexion, qui permettra d'accéder aux entrées et sorties nécessaires à leur fonctionnement. Ils sont ensuite encapsulés dans un boîtier en céramique ou en métal, ou moulés dans une matière plastique, pour assurer leur protection. L'encapsulation niveau composant est une étape clé pour la protection de la puce. C'est notamment à ce niveau que sont résolus les problèmes d'évacuation de la chaleur générée par les circuits intégrés, et que l'on prend en compte les exigences de protection contre l'environnement, notamment en ce qui concerne les problèmes d'herméticité.
- Le packaging niveau deux, ou packaging niveau carte, permet de faire communiquer entre elles les différentes puces encapsulées au niveau précédent. Les boîtiers sont intégrés sur une carte, généralement en PCB, et reliés électriquement grâce à des pistes métalliques.
- Une fois les différents composants intégrés sur des cartes, ces cartes sont à leur tour reliées entre elles afin de réaliser un ensemble fonctionnel autonome. Les cartes ainsi assemblées peuvent partager des fonctions collectives, comme l'alimentation ou le traitement numérique. C'est le troisième niveau du packaging microélectronique.



- Enfin la dernière étape, le packaging niveau quatre, également appelé packaging niveau machine ou macro packaging, est l'assemblage des différents ensembles fonctionnels et leur intégration dans un boîtier pour réaliser un appareil électronique complet (ordinateur, téléphone, instrument intégré dans un satellite...).



**Fig. 1.1 Présentation des différents niveaux de packaging**

La structure présentée dans la Fig. 1.1 représente les différents niveaux de packaging généralement observés sur un grand nombre d'équipements électroniques. Toutefois, le nombre de niveaux de packaging n'est pas fixe et il n'est pas rare que certains des niveaux présentés soient absents, ou que des niveaux supplémentaires soient présents sur d'autres types de systèmes électroniques.

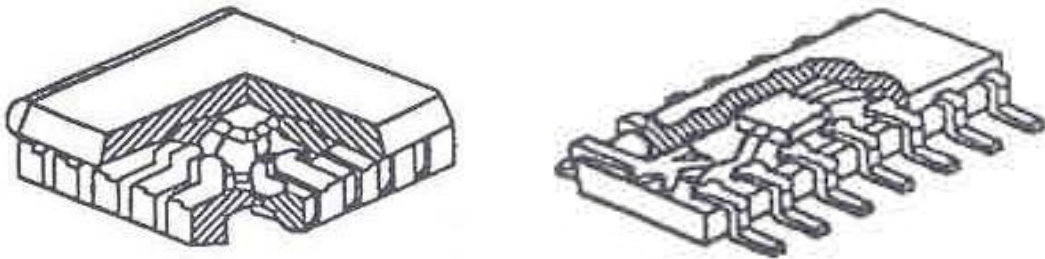
Du point de vue de la protection du composant encapsulé, l'étape critique reste le premier niveau de packaging. C'est particulièrement vrai en ce qui concerne la protection vis-à-vis de l'environnement, l'herméticité du boîtier étant déterminante pour le contrôle de l'atmosphère de travail du circuit. Cette partie sera donc principalement consacrée au packaging niveau un, les niveaux suivants n'ayant que peu d'influence sur ces problèmes d'herméticité. Certains aspects du packaging de deuxième niveau seront également abordés, les deux niveaux étant imbriqués, en particulier en ce qui concerne les interconnexions.

## 1.2.2 PACKAGING NIVEAU 1

Parmi les différents niveaux de packaging classiques, le packaging de premier niveau ou encapsulation niveau composant a un rôle prépondérant pour le bon fonctionnement du circuit encapsulé. Parmi les nombreuses fonctions qu'il doit assurer, on peut notamment citer les quatre points suivants :

- réaliser les connexions électriques.
- protéger le circuit intégré de l'environnement extérieur.
- évacuer la chaleur générée par le circuit encapsulé.
- permettre la manipulation et le test.

Pour réaliser toutes ces fonctions, la plupart des boîtiers microélectroniques classiques sont conçus selon le même principe, avec quelques variantes selon le type de composant et l'application à laquelle il est destiné. Toutefois, les contraintes liées au report des composants encapsulés sur des cartes électroniques lors du deuxième niveau de packaging ainsi que le développement en parallèle de solutions de packaging par différents fabricants de circuits intégrés ont conduit à une grande diversité de formes de boîtiers et de solutions d'interconnexions. La Fig. 1.2 présente par exemple deux types de boîtiers parmi les plus répandus.



---

**Fig. 1.2 Exemples de boîtiers plastiques classiques**

De plus, avec l'augmentation constante des densités d'assemblage, de nouvelles techniques d'encapsulation comme les Ball Grid Arrays, le Flip Chip ou les Multi Chip Modules se sont développées, ajoutant encore à la diversité des techniques d'encapsulation existantes.

### ***1.2.2.1 Technique classique d'encapsulation***

Classiquement, l'encapsulation des circuits microélectroniques est réalisée en trois étapes distinctes. La puce découpée est tout d'abord reportée sur un support d'interconnexion, puis les plots d'entrées et de sorties sont reliés à ce support d'interconnexion à l'aide de fils de bonding. Finalement, la puce et son support sont encapsulés afin d'assurer la protection physique du circuit. Ces différentes étapes peuvent être illustrées en prenant comme exemple un boîtier DIP (Dual In-line Package), relativement commun pour l'encapsulation des circuits commerciaux.

### a) Support d'interconnexion et report de la puce

Une fois le wafer découpé, la première étape de l'encapsulation niveau composant consiste à reporter les puces individuelles sur un support d'interconnexion qui va permettre à la fois de maintenir en place le circuit, et de permettre la communication électrique avec l'extérieur. La Fig. 1.3 présente le support d'interconnexion d'un boîtier DIP. Dans cet exemple simple, il s'agit d'une structure métallique avec un support central pour le report de la puce, et des pattes isolées pour l'accès aux plots d'entrée et de sortie du circuit. Pour les boîtiers céramique en revanche, la puce est en général reportée sur des pistes métalliques gravées au fond du boîtier.

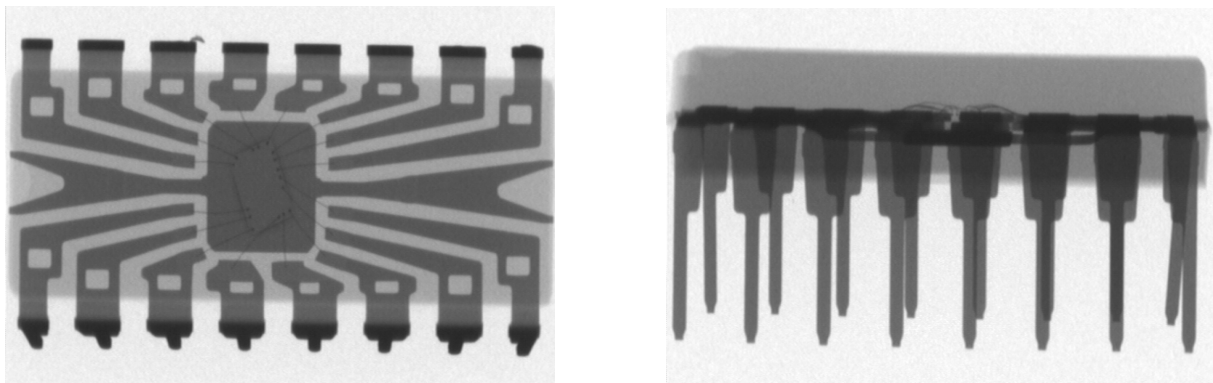


Fig. 1.3 Image RX du support d'interconnexion d'un boîtier DIP

La puce est généralement reportée sur le support central par collage. Pour les boîtiers DIP, on utilisera la plupart du temps une colle conductrice ICA (Isotropically Conductive Adhesive) afin de polariser le circuit encapsulé. Ces colles sont en réalité des résines époxy ou silicones, dans lesquelles on rajoute des particules métalliques afin d'obtenir la conduction électrique après polymérisation ou polycondensation dans le cas des colles silicones. La Fig. 1.4 montre un détail du collage d'une puce sur un support métallique. On voit que la couche d'adhésif est extrêmement fine, de l'ordre de 2 ou 3  $\mu\text{m}$  d'épaisseur.

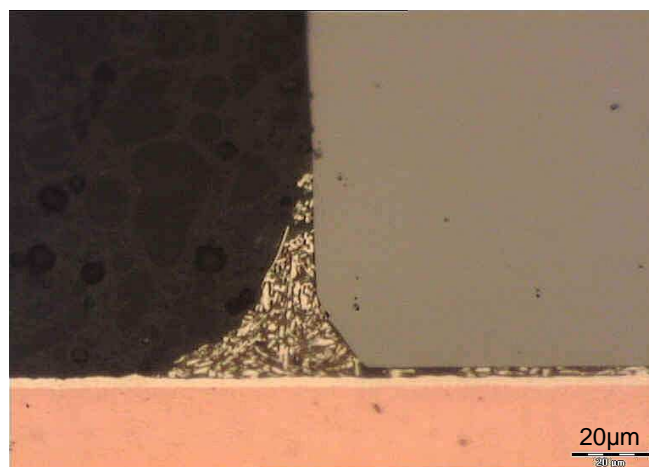


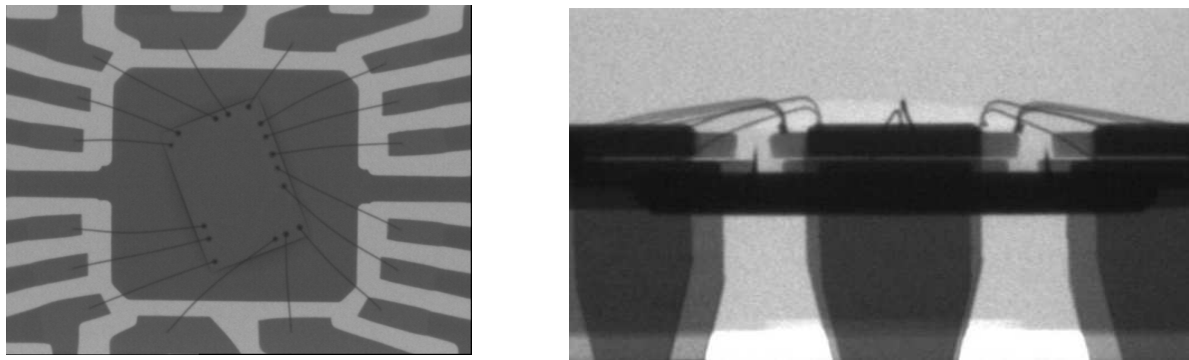
Fig. 1.4 Microsection du report d'une puce encapsulée dans un boîtier plastique

En fonction du type de report désiré, il est possible d'utiliser d'autres colles ne contenant pas de particules conductrices (NCA – Non Conductive Adhesives) ou permettant d'obtenir une conduction électrique localisée (ACA – Anisotropically Conductive Adhesives) afin de faire passer les interconnexions directement à travers l'adhésif [Sai05].

### b) Microcâblage

L'étape suivante est le câblage des plots d'entrée et de sortie du circuit vers les interconnexions destinées à intégrer le boîtier au niveau de packaging supérieur. Concrètement, un fil est soudé entre deux plots afin de permettre la conduction électrique. 90% des circuits intégrés sur le marché sont connectés de cette manière, même s'il existe d'autres techniques comme les colles ACA vues précédemment ou les billes d'or ou d'alliage étain-plomb utilisées pour des procédés particuliers comme les BGA et le Flip-Chip qui seront abordés ultérieurement.

Sur l'exemple du boîtier DIP le microcâblage est réalisé entre la puce et les pattes métalliques du support d'interconnexion, comme le montrent les images de la Fig. 1.5.



**Fig. 1.5** Images RX du microcâblage d'un boîtier QFP

Les deux techniques de microcâblage les plus utilisées sont le ball bonding et le wedge bonding.

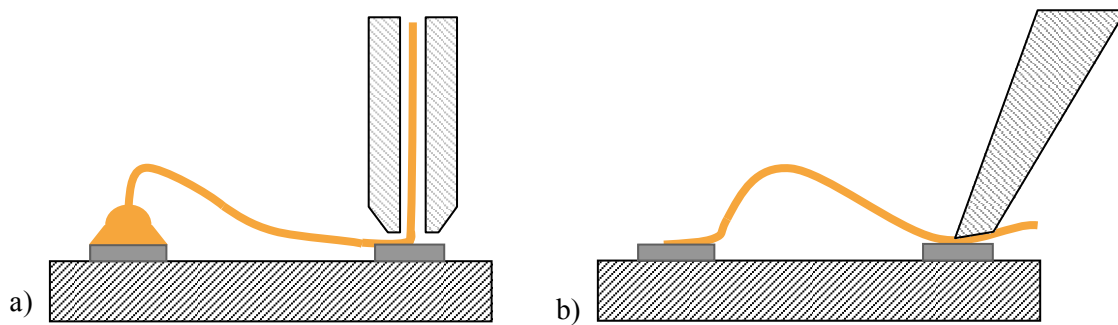
La première de ces deux techniques, le ball bonding, est généralement réalisée avec un fil en or. Ce fil est chauffé à l'intérieur d'un capillaire, puis une boule est formée à l'extrémité de ce capillaire par la décharge d'un condensateur ou par une flamme d'hydrogène. Cette boule est alors soudée sur l'un des plots à relier. Puis le capillaire est placé sur le deuxième plot, pour y effectuer une nouvelle soudure. Le fil est alors arraché par le capillaire (cf. Fig. 1.6 a). Initialement le ball bonding était réalisé par thermocompression, en appliquant une forte pression et une température élevée, comprise entre 300 et 400 °C, pour réaliser la soudure. Mais cette technique a peu à peu été remplacée par le câblage thermosonique, où l'on applique une énergie ultrasonore en plus de la pression mécanique et de la température. Cela permet de ramener la température de soudure aux alentours de 150 °C.

Le principal avantage de cette technique est sa rapidité. Le ball bonding est en effet facile à automatiser, et permet des gains de productivité intéressants. Toutefois, la température élevée nécessaire à la soudure des boules d'or peut endommager les circuits câblés. De plus, la boule

métallique réalisée au niveau de la connexion impose des dimensions de plots supérieures, et donc un pas important entre deux câblages.

La deuxième technique, le wedge bonding, fait quant à elle intervenir uniquement la pression mécanique et l'énergie ultrasonique pour réaliser la soudure. Un fil, le plus souvent en aluminium, est amené par un stylet sur le premier plot à connecter. C'est l'énergie ultrasonique qui permet la réalisation de la liaison entre le plot et le fil à connecter. Le fil est ensuite guidé vers la deuxième plot à l'aide du stylet, et une nouvelle soudure est là encore effectuée (cf. Fig. 1.6 b).

Cette technique de câblage est moins rapide à effectuer que le ball bonding, mais elle comporte des avantages non négligeables. Tout d'abord, étant donné que la soudure est réalisée à froid, on minimise les risques de détérioration du substrat dus à la température excessive. De plus, les soudures effectuées ont un diamètre similaire à celui du fil utilisé, contrairement aux boules d'or obtenues avec le ball bonding. Cette technique permet donc d'obtenir un pas réduit entre chaque plot câblé, et par conséquent une plus grande densité des circuits intégrés encapsulés.



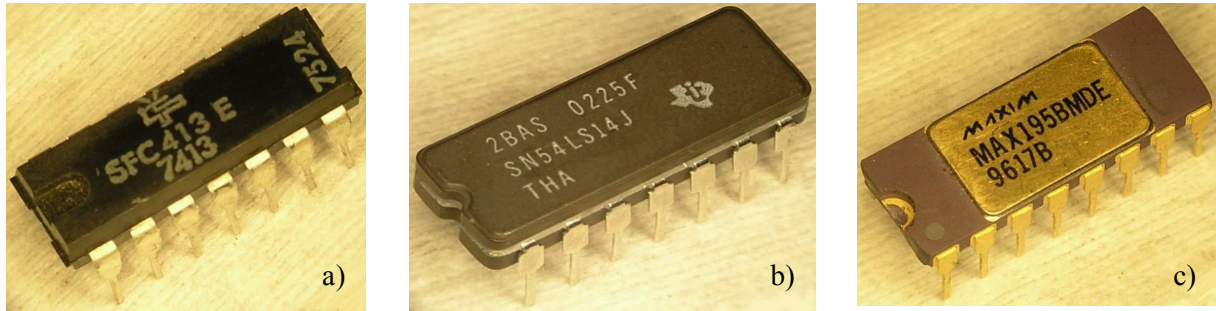
---

Fig. 1.6 Techniques de microcâblage : a) ball bonding – b) wedge bonding

### c) Encapsulation et protection de la puce

Une fois la puce fixée sur son support et les plots d'entrée et de sortie câblés, la dernière étape du packaging niveau composant est l'encapsulation du circuit à proprement parler. C'est cette étape en particulier qui va être critique pour la protection de la puce, que ce soit la protection mécanique, thermique ou encore la protection vis-à-vis de l'environnement.

Pour réaliser cette encapsulation, deux types de boîtiers sont le plus souvent utilisés : les boîtiers plastiques et les boîtiers céramiques. Pour certaines applications particulières, comme le spatial, l'aéronautique et le militaire, on peut également trouver des boîtiers métalliques. La Fig. 1.7 présente différents types de boîtiers DIP commerciaux. Le premier est un boîtier plastique, alors que le deuxième et le troisième sont des boîtiers en céramique, avec un capot métallique pour le troisième.



**Fig. 1.7 Exemples de boîtiers électroniques : a) boîtier plastique – b) boîtier céramique – c) boîtier céramique-métal**

Les boîtiers les plus répandus pour l'encapsulation des composants commerciaux sont les boîtiers plastiques. C'est sur ce type de boîtiers qu'ont été réalisées les images RX des Fig. 1.3 et 1.5. Une fois fixée et câblée sur sa grille d'interconnexion, la puce est moulée dans une résine polymère pour assurer sa protection. Le gros avantage de ce type de boîtiers est son coût de revient extrêmement faible. De plus, il offre une protection suffisante pour la grande majorité des circuits commerciaux destinés à des conditions d'utilisation normales. Toutefois, les résines utilisées autorisent la pénétration des gaz à travers le boîtier par diffusion moléculaire. Les boîtiers plastiques ne sont donc pas hermétiques. D'autre part, l'utilisation du plastique peut poser d'autres problèmes en ce qui concerne l'évacuation de la chaleur. Pour ce qui est de l'encapsulation des MEMS, cette solution n'est pas non plus utilisable telle qu'elle. En effet, les MEMS comportent des parties mobiles et doivent par conséquent être encapsulés à l'intérieur d'une cavité. Le moulage de la puce dans une résine rend donc impossible leur fonctionnement.

Si l'on souhaite une meilleure protection du circuit encapsulé, on peut utiliser un boîtier céramique à la place du boîtier plastique. La puce peut alors être reportée directement au fond du boîtier sur lequel les lignes d'interconnexion ont été réalisées au préalable. La cavité est alors refermée avec un capot. Le plus souvent, le scellement est réalisé avec un anneau de verre. On trouve aussi parfois des anneaux de scellement verre-plomb, qui permettent de diminuer sensiblement la température de scellement. Le coût de revient d'un boîtier céramique est sensiblement plus élevé que celui d'un boîtier plastique. Cette solution est néanmoins utilisée pour encapsuler certains composants fragiles ou sensibles à leur environnement de travail. Il est ainsi possible d'obtenir des cavités présentant une très bonne herméticité. De plus, les boîtiers céramique permettent une bonne dissipation de la chaleur générée par le circuit encapsulé.

Pour certaines applications critiques, notamment dans les domaines spatial et militaire, on trouve également des boîtiers métalliques. Ces boîtiers peuvent être utilisés pour renforcer la protection mécanique du dispositif, ou pour obtenir une herméticité totale. Ils peuvent également servir à protéger un circuit contre les radiations. Toutefois, ce type de boîtiers reste relativement marginal, de tels composants étant fabriqués en petites séries.

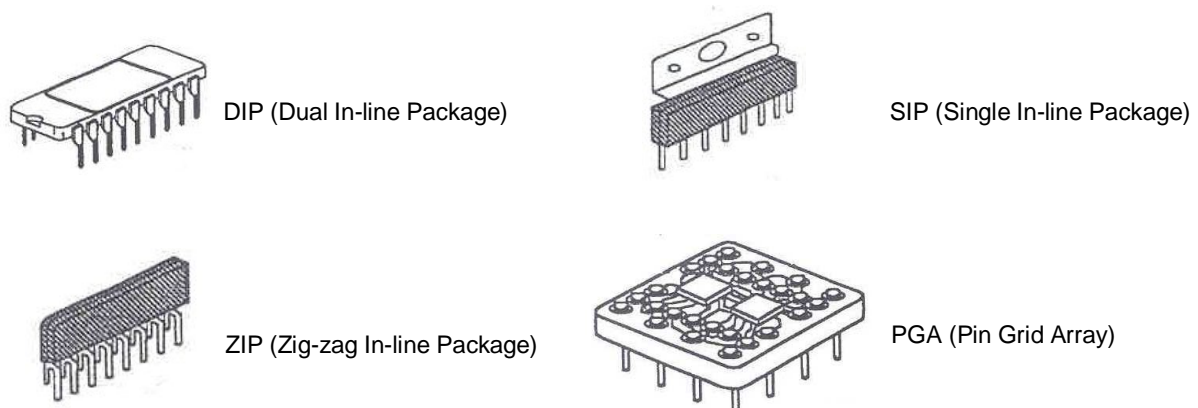


### 1.2.2.2 Types de boîtiers

Les étapes décrites dans le paragraphe précédent s'appliquent à l'encapsulation de n'importe quel circuit électronique classique. Toutefois pour chacune de ces étapes, il existe de très nombreuses variantes, et par conséquent il existe au final de très nombreux types de boîtiers différents. Chaque fabricant de semi-conducteurs développe des boîtiers spécifiques adaptés à ses produits. Au fil du temps, certains types de boîtiers ont été adoptés par l'ensemble des fabricants et se sont généralisés. D'autres sont uniquement dédiés à un composant particulier.

Indépendamment des spécificités des composants à encapsuler, la diversité des boîtiers microélectroniques peut s'expliquer par le souci constant des fabricants d'optimiser la taille des boîtiers et des cartes qui les supportent en mettant au point des solutions toujours plus innovantes. En plus du matériau utilisé pour réaliser l'encapsulation, les boîtiers peuvent être classés en fonction de deux critères : la nature des broches d'interconnexion et leur localisation sur la surface du boîtier.

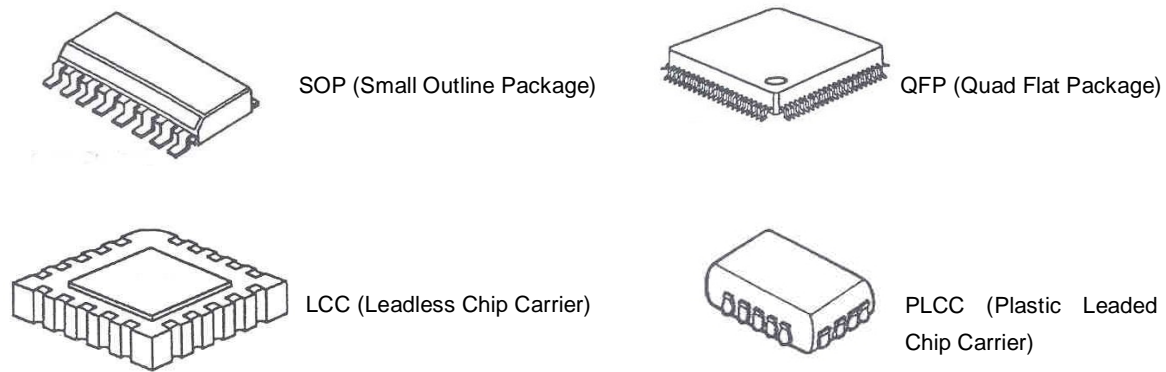
Historiquement, les premiers boîtiers à avoir fait leur apparition sont les boîtiers à montage par insertion. Comme leur nom l'indique, les broches de sortie de ces boîtiers sont insérées sur la carte qui les accueille, puis brasées par la face arrière. Si le circuit encapsulé présente un nombre limité d'entrées et de sorties, on utilise généralement un boîtier de type DIP (Dual In-line Package), alors que pour les circuits plus complexes, nécessitant de nombreuses interconnexions, les boîtiers les plus répandus seront des boîtiers PGA (Pin Grid Array) dont les broches sont situées directement sous le boîtier. Plusieurs exemples de boîtiers à technologie de montage par insertion parmi les plus répandus sont présentés dans la Fig. 1.8.



**Fig. 1.8 Exemple de boîtiers utilisant la technologie de montage par insertion**

Cette technologie de montage par insertion a aujourd'hui été supplantée par le montage en surface, qui s'avère beaucoup plus intéressant sur de nombreux points. Avec cette nouvelle technique, les broches d'interconnexion ne traversent plus la carte. Elles sont brasées directement sur la même face que le composant.

Le passage au montage en surface a ainsi permis de diminuer le pas entre deux broches, et donc d'augmenter le nombre de sorties disponibles à la périphérie d'un boîtier à volume égal. La Fig. 1.9 présente plusieurs exemples de boîtiers à technologie de montage en surface.



---

**Fig. 1.9 Exemple de boîtiers CMS (montage en surface)**

Le montage en surface présente d'autres avantages par rapport au montage par insertion. Le brasage sur la même face que le boîtier libère notamment la face arrière des cartes électroniques. Cela a permis la réalisation de cartes double face, aujourd'hui largement répandues. Ces cartes double face permettent encore de doubler le gain en surface lors du deuxième niveau de packaging.

En plus de ces gains au niveau du nombre de broches d'interconnexion et de la densité d'intégration des composants, la brasure directe en surface sans perçage de la carte permet de réaliser des contacts de meilleure qualité, notamment en supprimant les parasites générés par les trous. Enfin, les techniques de montage en surface sont beaucoup plus faciles à automatiser que les techniques de montage par insertion étant donné que l'étape de perçage de la carte a été supprimée. La généralisation des techniques de montage en surface a donc entraîné un gain de productivité significatif pour les fabricants de cartes électroniques.

### ***1.2.2.3 Boîtiers et encapsulations spécifiques***

Les techniques d'encapsulation et de report des composants présentées précédemment, bien que très largement répandues, ne sont pas suffisantes pour encapsuler des puces complexes présentant un grand nombre d'interconnexions. Pour faire face à la demande, plusieurs techniques alternatives d'encapsulation sont apparues. Parmi elles, on peut notamment citer les Ball Grid Arrays (BGA), le Flip Chip et les Multi Chip Modules (MCM). Les deux premières techniques sont en réalité une adaptation de l'encapsulation CMS, avec une disposition matricielle des interconnexions à la place des interconnexions périphériques classiques, alors que le MCM permet de regrouper plusieurs puces dans un même boîtier.

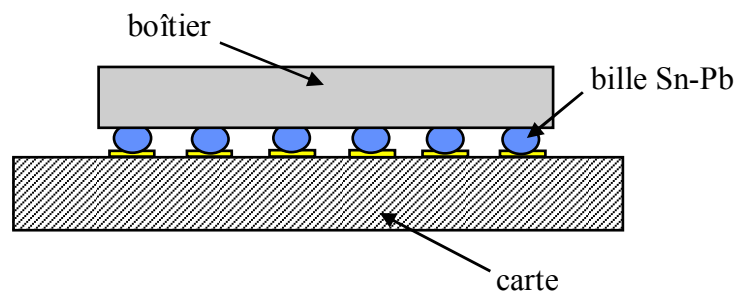


### a) Ball Grid Arrays

Si le nombre d'interconnexions nécessaires au fonctionnement d'un circuit est trop important, il devient impossible d'utiliser un boîtier CMS classique pour réaliser l'encapsulation. La distribution des broches de sortie à la périphérie du boîtier nécessiterait d'augmenter exagérément les dimensions du composant. Pour résoudre ce problème, il faut passer à une distribution matricielle des sorties, les interconnexions étant situées directement sous le boîtier. Les boîtiers BGA sont en réalité les versions matricielles des boîtiers CMS, de la même façon que les PGA pour les boîtiers à technologie de montage par insertion.

Pour conserver un pas raisonnable entre deux sorties et ainsi augmenter le nombre de plots d'interconnexion, l'utilisation de pattes métalliques posées horizontalement puis brasées sur la carte de support est exclue. Il a donc fallu trouver une solution alternative. La solution qui a été finalement adoptée est le BGA, ou Ball Grid Array. Les différentes sorties du circuit encapsulé sont reliées à la carte par l'intermédiaire de billes de soudure.

La Fig. 1.10 représente un boîtier BGA reporté sur une carte. Pour ce type de boîtiers, on n'utilise généralement pas de support d'interconnexion métallique. Les plots d'entrée et de sortie de la puce encapsulée sont reliés à la face arrière du composant par l'intermédiaire de vias pratiqués dans le substrat de la puce et dans le boîtier. Puis les billes de soudure sont déposées à la sortie de ces vias de manière à réaliser la matrice d'interconnexion. Les billes sont ensuite reportées sur des plots métalliques au niveau de la carte, puis brasées.



---

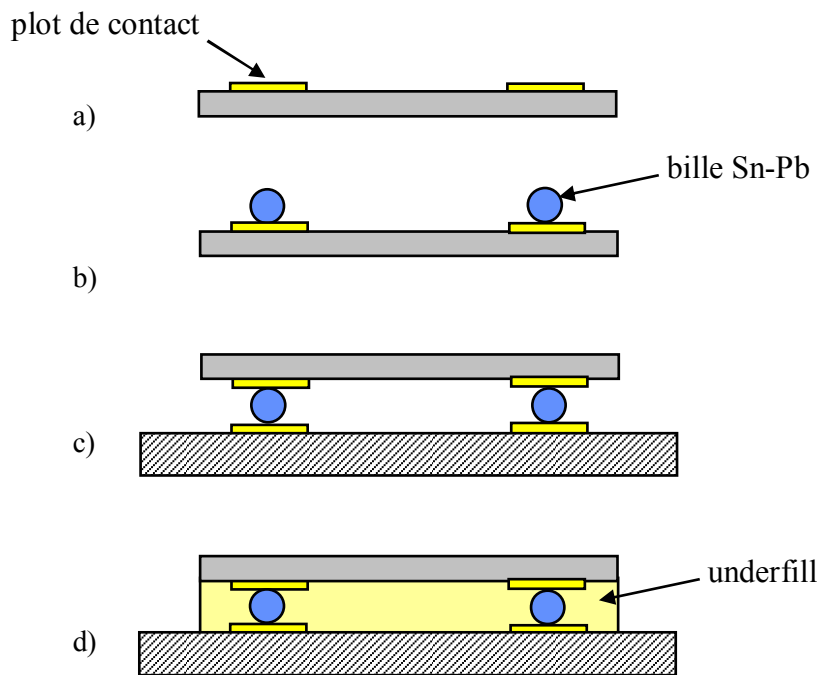
**Fig. 1.10** principe du report d'un boîtier BGA

Les boîtiers BGA sont aujourd'hui largement répandus, même pour l'encapsulation de circuits peu complexes, du moment qu'ils présentent plus d'une centaine de sorties. Le seul inconvénient de cette méthode vient du fait que les sorties se situant sous le boîtier et le brasage étant réalisé sur la même face que la puce, il est impossible de contrôler visuellement la qualité du report. Il a donc fallu mettre au point de nouvelles méthodes d'assurance qualité afin de s'assurer du bon fonctionnement des composants ainsi encapsulés.

### b) Flip Chip

La technique d'encapsulation Flip Chip a été mise au point par IBM dans les années 60. Elle reprend le principe de la matrice de billes d'interconnexion au BGA, tout en réduisant encore le volume du composant encapsulé puisque la puce est directement reportée nue sur le support d'interconnexion.

Le principe du report d'une puce en Flip Chip est présenté dans la Fig. 1.11. Des billes métalliques sont tout d'abord déposées sur les plots de sortie de la puce nue. Ces billes sont généralement réalisées par croissance électrolytique ou par dépôt chimique d'or, ou encore par sérigraphie pour les billes étain-plomb. La puce est alors retournée, et les billes sont reportées sur les plots du support d'interconnexion, en règle générale une carte électronique. La plupart du temps l'opération comporte une dernière étape, qui consiste à remplir l'espace entre la puce et son support avec une résine appelée underfill. Cette résine permet à la fois de protéger la puce restée nue, et de minimiser le stress généré par les contraintes thermomécaniques imposées au circuit, et qui peuvent entraîner des problèmes de fiabilité.



**Fig. 1.11 Report flip chip d'une puce : a) puce nue – b) dépôt des billes d'interconnexion – c) report de la puce – d) injection de l'underfill**

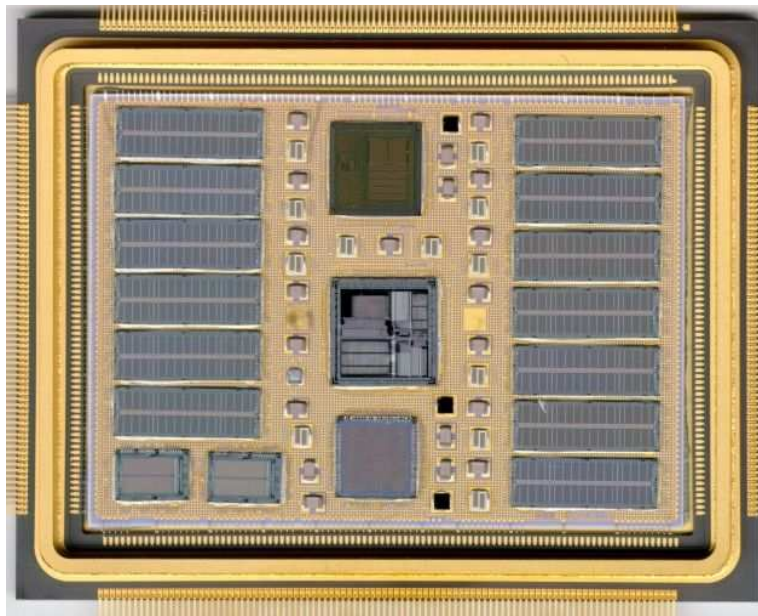
Là encore, le principal inconvénient vient du fait qu'une fois reportées, les puces ne peuvent plus être inspectées visuellement. De plus, si un défaut est observé sur un composant, son remplacement est très délicat, voire impossible selon la nature de l'underfill utilisé.

De plus, cette solution n'est pas hermétique. La puce étant protégée uniquement par l'underfill, qui est une résine organique, différents gaz comme la vapeur d'eau vont pouvoir diffuser jusqu'au circuit encapsulé. Si l'on souhaite résoudre ce problème, il faudra donc rajouter une couche hermétique par-dessus la puce.

### c) Multi Chip Modules

Le Multi Chip Module ou MCM est une solution de packaging très différente des deux techniques présentées précédemment. Cette fois-ci, il ne s'agit pas d'une amélioration du packaging CMS mais d'une approche totalement nouvelle de l'encapsulation des circuits intégrés.

Le principe du MCM est simple : regrouper plusieurs puces dans un même boîtier plutôt qu'assembler plusieurs boîtiers individuels sur une carte, et donc supprimer le deuxième niveau de packaging. Les puces nues sont reportées sur un support d'interconnexion commun, qui peut être un substrat céramique, organique, métallique ou silicium, et reliées entre elles à l'aide de pistes réalisées sur ce substrat. Les interconnexions peuvent être effectuées à l'aide des différentes techniques vues précédemment, que ce soit le microcâblage, ou la brasure de billes métalliques utilisée par exemple pour reporter directement une puce en flip chip sur le substrat. Les sorties nécessaires à la communication des circuits encapsulés avec l'extérieur sont ensuite connectées à des broches métalliques, et la cavité est refermée à l'aide d'un capot collectif. La Fig. 1.12 présente un exemple de boîtier MCM étudié au CNES.



---

**Fig. 1.12 Exemple de MCM spatial conçu par EADS-Astrium**

L'utilisation de MCM présente de nombreux avantages. Le fait de regrouper les puces nues dans un boîtier unique permet notamment d'optimiser le volume et la masse du composant final. Cela permet également de réduire la longueur des liaisons électriques entre deux circuits, ce qui améliore les performances électriques de l'ensemble. Par contre, cette solution s'avère beaucoup plus coûteuse que les techniques de packaging conventionnelles. En pratique, elle est donc réservée à des domaines spécifiques comme les télécommunications pour le traitement des signaux hautes fréquences, ou les domaines militaire et spatial pour les systèmes embarqués pour lesquels le volume et la masse sont primordiaux.

## 1.3 LE PACKAGING DES MEMS

---

Sur de nombreux points, l'encapsulation des microsystèmes est similaire à l'encapsulation des circuits microélectroniques classiques. Toutefois, de par les spécificités des MEMS, le rôle du boîtier est encore plus fondamental [Rom97, Bar00]. Il est donc nécessaire de développer des solutions de packaging plus adaptées à ces composants particulièrement fragiles.

Ce paragraphe présente les techniques de packaging les plus fréquemment utilisées pour la protection des MEMS, en insistant plus particulièrement sur les différents types de scellements employés et sur leur rôle vis-à-vis de la protection et de la fiabilité des composants encapsulés, notamment en ce qui concerne les problèmes d'herméticité.

### 1.3.1 LES SPECIFICITES DES MEMS

Contrairement aux circuits classiques, les composants microsystèmes nécessitent des boîtiers conçus sur mesure en fonction des contraintes liées aux applications désirées. La plupart des capteurs vont par exemple nécessiter une communication avec l'environnement extérieur. De même, les boîtiers utilisés pour l'encapsulation des MOEMS doivent comporter un chemin optique afin de pouvoir transmettre l'information [Ko95, Bal00, Ram00]. Il est donc très difficile de définir un boîtier type pour l'encapsulation des MEMS. On peut néanmoins dégager des contraintes communes et une orientation générale valable pour la plupart de ces boîtiers :

- Tout d'abord, les MEMS sont généralement encapsulés au niveau zéro, directement sur le wafer, avant la découpe des puces. En effet, l'encapsulation niveau wafer est particulièrement bien adaptée à la protection des MEMS. Elle permet à la fois une meilleure miniaturisation du composant final, ce qui est bien souvent le but recherché par les utilisateurs de MEMS, et une protection lors de la découpe des puces qui s'avère indispensable pour certaines structures libérées particulièrement fragiles.
- D'autre part, en plus des problèmes de fiabilité observés pour les circuits microélectroniques classiques, les MEMS sont particulièrement sensibles à leur environnement. Les problèmes de contamination, l'humidité ou les variations de pression peuvent notamment avoir des effets désastreux sur la durée de vie et les performances des composants comprenant des structures mobiles. Une attention particulière doit donc être apportée à l'herméticité des boîtiers.

Le packaging des MEMS ne peut donc pas être traité de la même manière que le packaging des circuits intégrés conventionnels. De par leurs spécificités, les microsystèmes nécessitent une encapsulation supplémentaire au niveau zéro. Leur développement ces dernières années s'est d'ailleurs accompagné d'une évolution notable des techniques de packaging niveau wafer.

### 1.3.2 LE PACKAGING NIVEAU WAFER

Classiquement l'encapsulation des circuits microélectroniques est réalisée au niveau composant, en utilisant les techniques décrites dans le paragraphe précédent. Les puces, produites en grand nombre sur des wafers de silicium, sont découpées puis encapsulées individuellement.

Néanmoins, l'encapsulation niveau composant, même si elle est aujourd'hui largement utilisée et parfaitement maîtrisée, présente plusieurs inconvénients :

- Tout d'abord, les techniques d'encapsulation employées et l'intégration de fils de bonding pour réaliser les interconnexions entraînent une augmentation considérable de la taille du composant, le volume dû au boîtier représentant en général entre 90 et 99% du volume du composant final [Mul96].
- D'autre part, l'encapsulation individuelle des puces nécessite des manipulations nombreuses et complexes, ce qui entraîne des temps et des coûts de conception élevés.
- Enfin, l'encapsulation étant réalisée après la découpe du wafer, les puces ne sont pas protégées durant cette étape critique. Ce point est particulièrement important pour les composants MEMS, étant donné qu'ils comportent souvent des structures libérées mobiles, susceptibles d'être plus facilement endommagées.

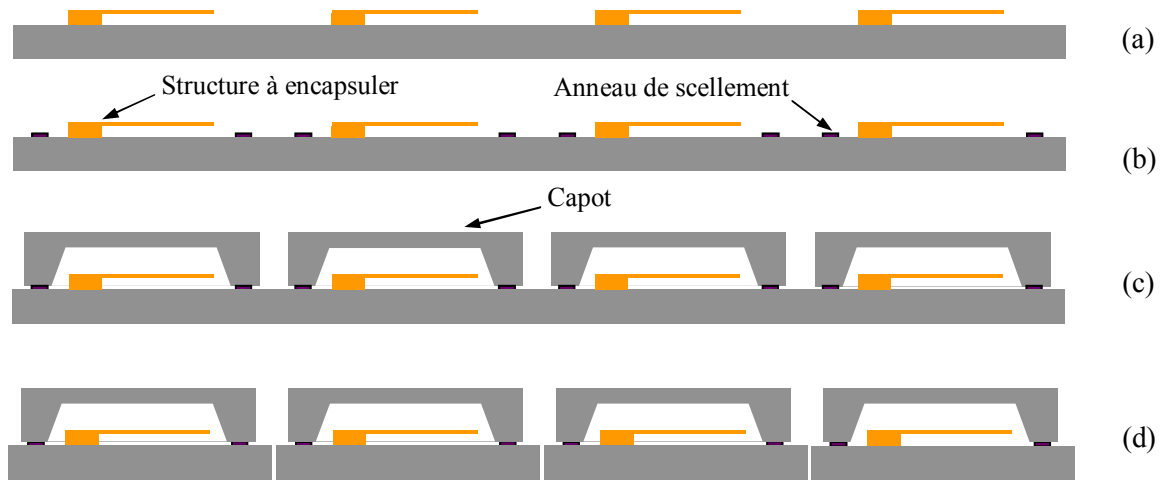
Pour résoudre ces problèmes, on a introduit un niveau d'encapsulation supplémentaire, l'encapsulation niveau 0, également appelée encapsulation niveau wafer, wafer level packaging (WLP) en anglais. L'encapsulation niveau zéro est effectuée à la fin du processus de fabrication de la puce, et elle est généralement intégrée à ce processus. Les puces sont encapsulées directement sur le wafer, avant la découpe. On obtient ainsi des composants encapsulés dans des boîtiers en silicium ou en verre, ou encore dans des boîtiers intégrant ces deux matériaux [Chi01]. Ce type d'encapsulation permet d'obtenir des composants dont la taille est égale à 1 à 1,2 fois celle de la puce nue [Goe02]. On peut ensuite utiliser le composant tel quel avec un gain de volume significatif, en flip-chip sur un circuit intégré ou dans un module multi puces (MCM) par exemple, ou l'intégrer à un processus d'encapsulation niveau 1, pour l'utiliser sur une carte électronique classique.

L'encapsulation niveau wafer, qui est particulièrement bien adaptée à l'encapsulation des MEMS, est également de plus en plus utilisée pour les composants électroniques classiques. Il existe plusieurs méthodes d'encapsulation niveau wafer, qui sont détaillées ci-dessous.

#### *1.3.2.1 Encapsulation puce par puce (CSP)*

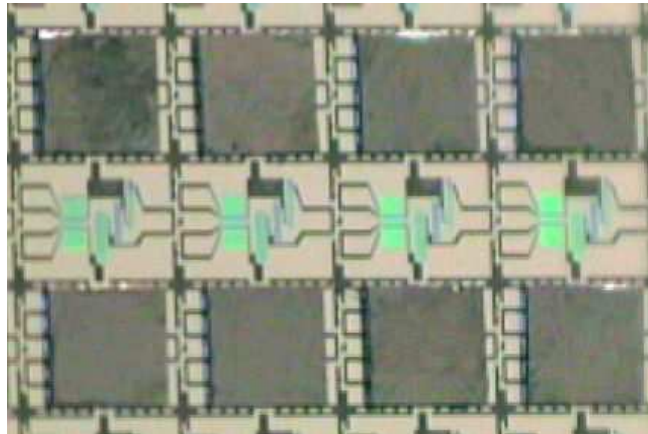
La technique d'encapsulation niveau wafer la plus simple est l'encapsulation puce par puce, également appelée encapsulation à l'échelle de la puce, chip scale packaging (CSP) en anglais. Cette technique consiste à reporter des capots individuels sur chaque puce présente sur le wafer avant la découpe. On dépose dans un premier temps des anneaux de scellement autour des composants à encapsuler, puis on

reporte les capots directement sur le wafer [Ges02, Goe02]. Une fois les composants encapsulés, le wafer peut être découpé. La Fig. 1.13 présente les différentes étapes du procédé d'encapsulation puce par puce.



**Fig. 1.13 Procédé d'encapsulation CSP : (a) wafer nu, (b) dépôt des anneaux de scellement – dépend de la technique de scellement utilisée, (c) report des capots, (d) découpe des boîtiers**

Les capots sont généralement réalisés en verre ou en silicium, qui sont des matériaux classiquement utilisés pour la conception de composants microélectroniques et microsystèmes, et dont le micro usinage est bien maîtrisé. La Fig. 1.14 présente un exemple de micro boîtier CSP avant la découpe du wafer.



**Fig. 1.14 Micro boîtiers obtenus par encapsulation au niveau de la puce avant découpe [Goe02]**

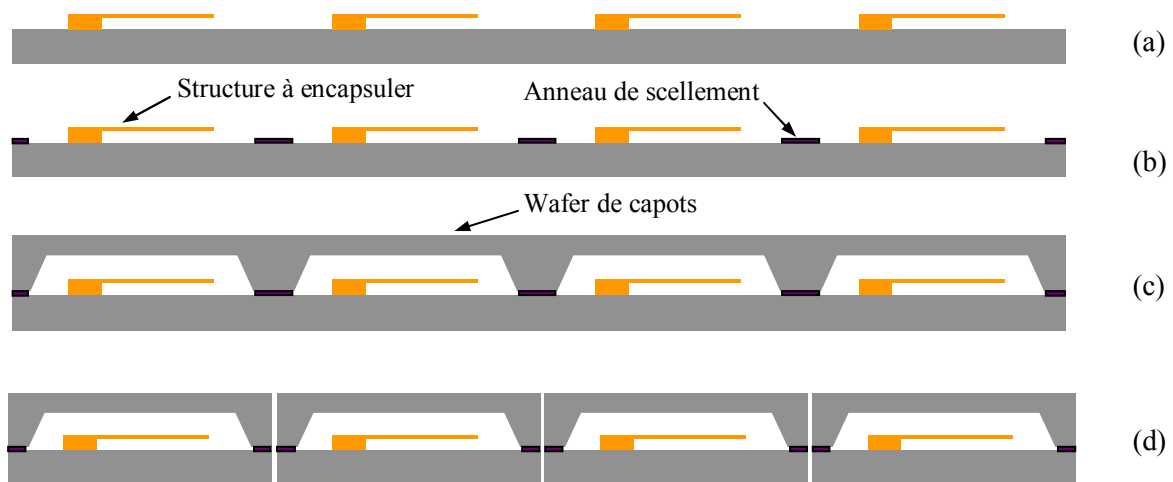
Cette technique d'encapsulation niveau zéro permet bien d'obtenir des boîtiers de taille réduite, et de protéger les puces lors de la découpe. Néanmoins, elle présente toujours un inconvénient majeur. En effet, le report des capots est réalisé individuellement. Il faut donc dans un premier temps découper les capots, puis les aligner et les reporter un par un sur le wafer contenant les puces à encapsuler, avant de découper les puces. Ce procédé est extrêmement long et difficile à automatiser, et il entraîne un coût

final des puces relativement élevé. Il a donc fallu mettre au point de nouvelles techniques d'encapsulation niveau zéro, afin d'optimiser l'étape du report des capots.

### 1.3.2.2 Encapsulation wafer-wafer (WLP)

L'encapsulation directe wafer-wafer est apparue au milieu des années 90. Cette fois-ci, un wafer de capots est reporté sur le wafer contenant les composants à protéger. Les deux wafers sont ensuite découpés ensemble, et l'on obtient directement les composants encapsulés [Ril03]. C'est cette technique qui est également appelée encapsulation niveau wafer, Wafer Level Packaging (WLP) en Anglais. Il faut toutefois souligner qu'en pratique, la distinction n'est que très rarement faite entre packaging à la taille de la puce et packaging niveau wafer. La plupart du temps, à partir du moment où l'encapsulation a lieu avant la découpe des puces, on parle de packaging niveau wafer. La Fig. 1.15 présente les différentes étapes du procédé d'encapsulation wafer-wafer.

Là encore, les matériaux utilisés pour les boîtiers sont dans la plupart du temps le silicium et le verre. Mais cette fois-ci, le report de l'ensemble des capots est effectué en une seule opération. La phase d'alignement est plus complexe, mais elle n'est réalisée qu'une seule fois par wafer [Goe02]. Au final, cette technique d'encapsulation permet des gains significatifs en termes de temps et de coût de production.



**Fig. 1.15 Procédé d'encapsulation WLP : (a) wafer nu, (b) dépôt des anneaux de scellement – dépend de la technique de scellement utilisée, (c) scellement des wafers, (d) découpe des boîtiers**

La Fig. 1.16 présente un exemple de micro boîtiers en silicium réalisés au Leti en utilisant cette technique. Les boîtiers présentés sont vides, ils ne comportent donc pas d'interconnexions. Toutefois, ces images permettent de se faire une idée des dimensions obtenues pour les micro boîtiers encapsulés au niveau wafer. L'exemple présenté fait environ 1,5 mm de côté pour une profondeur de 1mm, soit un volume total de 2,25 mm<sup>3</sup>. De plus, on peut apercevoir sur la photo de droite les traces laissées sur la tranche par la scie durant la découpe des puces. Lors de cette étape, la puce est parfaitement protégée à l'intérieur du boîtier.

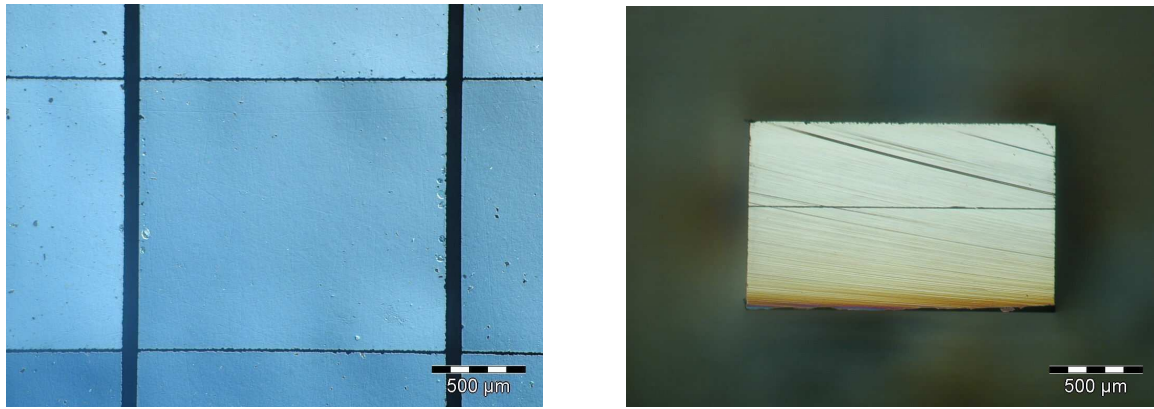


Fig. 1.16 Exemple de micro boîtier obtenu par scellement de wafers silicium

Cette technique d'encapsulation niveau wafer est la plus répandue à l'heure actuelle [Obe03]. C'est également celle que nous avons utilisé pour réaliser les véhicules de test sur lesquels nous avons effectué nos mesures d'herméticité.

### 1.3.2.3 Encapsulation par dépôt chimique en phase vapeur (CVD)

Il existe de nombreuses autres techniques d'encapsulation niveau zéro moins répandues, la plupart étant développées sur mesure pour des applications particulières. Certaines de ces techniques semblent néanmoins prometteuses. L'encapsulation par déposition chimique en phase vapeur, Chemical Vapor Deposition (CVD) en Anglais, par exemple, est une technique intéressante qui permet de s'affranchir des problèmes de scellement rencontrés lors de l'encapsulation niveau wafer classique [lin04a].

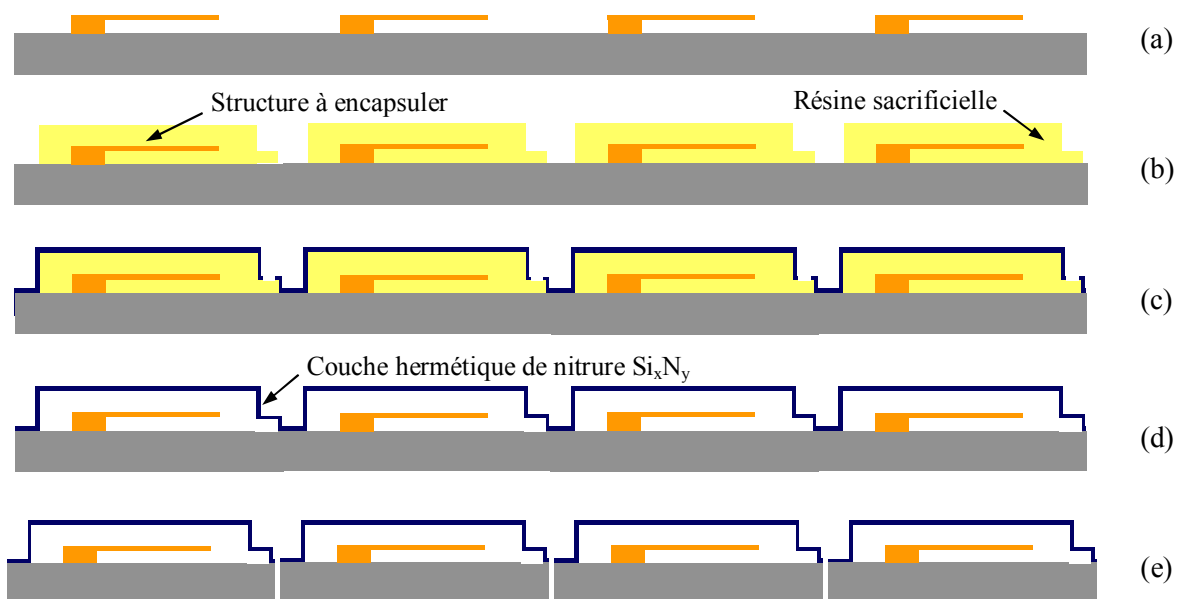


Fig. 1.17 Procédé d'encapsulation CVD : (a) wafer nu, (b) dépôt de la résine sacrificielle, (c) dépôt d'une couche hermétique, (d) libération de la structure encapsulée, (e) découpe des boîtiers



On dépose tout d'abord une couche de résine sacrificielle sur les MEMS à encapsuler. Puis on rajoute par-dessus cette couche sacrificielle une couche protectrice d'oxyde de silicium  $\text{SiO}_2$  ou de nitrure de silicium  $\text{Si}_x\text{N}_y$  par dépôt chimique en phase vapeur. On libère ensuite le MEMS en gravant la couche sacrificielle grâce à des accès ménagés à travers la couche protectrice. Il ne reste plus qu'à boucher les accès utilisés pour la libération du composant pour obtenir un boîtier avec une très bonne herméticité. Les différentes étapes de ce procédé d'encapsulation sont présentées dans la Fig. 1.17.

L'encapsulation par dépôt chimique en phase vapeur permet d'obtenir par un procédé relativement simple des boîtiers de taille extrêmement réduite. En effet, en utilisant cette technique on obtient une cavité interne qui épouse parfaitement la structure encapsulée et un capot de quelques micromètres d'épaisseur, contre plusieurs dizaines voire centaines de micromètres pour les boîtiers réalisés par scellement de wafers. Toutefois, cette technique présente plusieurs inconvénients. Il est par exemple difficile de contrôler l'atmosphère de scellement des boîtiers, car elle va dépendre des gaz utilisés pour le dépôt de la couche protectrice. D'autre part, le dépôt chimique en phase vapeur va entraîner la formation de films de quelques nanomètres d'épaisseur à l'intérieur même de la cavité, au niveau des accès pratiqués dans le capot. Pour éviter ce phénomène, on peut remplacer le dépôt chimique en phase vapeur par une évaporation métallique.

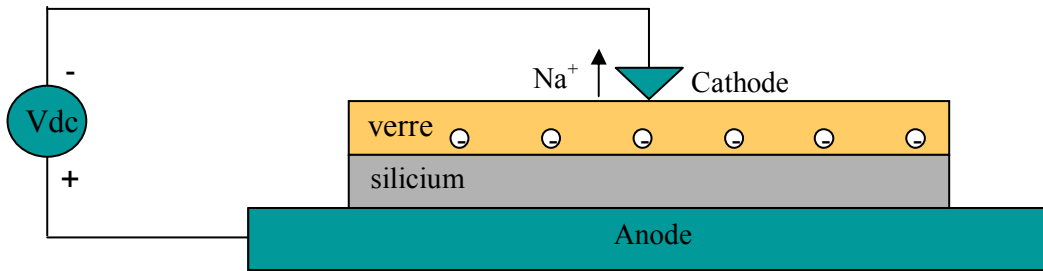
### 1.3.3 LES TECHNIQUES DE SCHELLEMENT

Si l'on excepte l'encapsulation par dépôt chimique en phase vapeur, l'étape clé des techniques d'encapsulation niveau wafer est la phase de scellement du boîtier. Cette étape va déterminer à la fois la solidité du boîtier et son herméticité. En effet, il est rare qu'un micro boîtier en verre ou en silicium se brise au niveau du capot ou du substrat. De la même façon, ces matériaux étant hermétiques, il ne pourra pas y avoir d'échange de gaz à travers les parois. Les risques de fissures et de fuites vont donc être localisés au niveau du scellement entre le substrat et le capot du boîtier, et la qualité de l'encapsulation va dépendre directement de la qualité du scellement réalisé. De plus, le type de scellement va être déterminant pour le contrôle de l'atmosphère initiale à l'intérieur du boîtier et pour la réalisation des interconnexions.

Il existe plusieurs techniques de scellement du verre et du silicium, chacune ayant des atouts spécifiques et étant adaptée à un type d'application. Ce paragraphe présente les techniques les plus couramment utilisées pour le scellement des micro boîtiers MEMS.

#### 1.3.3.1 *Scellement anodique*

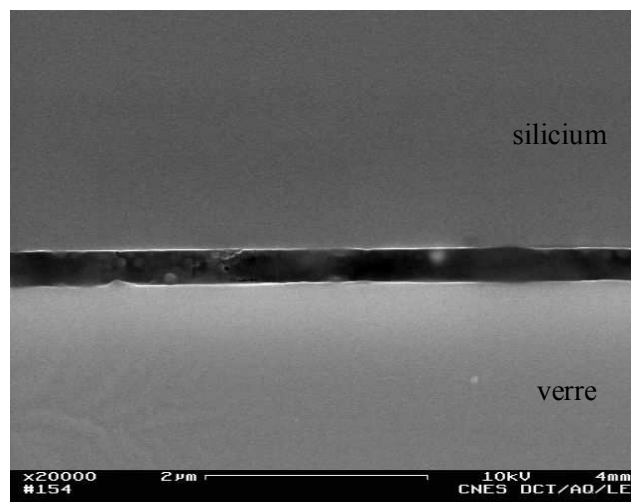
Le scellement anodique, parfois appelé scellement électrostatique, est utilisé pour le scellement des boîtiers verre - silicium. On applique une tension et une température élevées aux surfaces à sceller, typiquement 1,2 kV à 400°C, la cathode étant appliquée sur le wafer de verre alors que l'anode est appliquée sur le wafer silicium (voir Fig. 1.18).



**Fig. 1.18 Principe du scellement eutectique verre - silicium**

Sous l'action de la température, la mobilité des ions sodium  $\text{Na}^+$  présents dans le verre augmente ce qui entraîne une migration accélérée de ces ions vers la cathode. Il se crée alors un champ électrique intense à l'interface entre les deux wafers. Ce champ électrique plaque les deux wafers ensemble et entraîne la diffusion des atomes d'oxygène présents dans le verre à travers le silicium. Il se crée alors des liens covalents entre l'oxygène et le silicium, avec l'apparition à l'interface d'une couche d'oxyde  $\text{SiO}_2$ . Les deux wafers sont alors définitivement scellés.

La Fig. 1.19 présente un scellement anodique verre – silicium observé au microscope électronique à balayage. Il est également possible de réaliser des scellements silicium – silicium en utilisant le même principe, en intercalant une couche de verre entre les deux wafers [Kra95]. Si on applique une tension et une température suffisantes, cette technique permet d'obtenir des scellements présentant une très bonne herméticité. Il est également possible de réaliser un scellement par-dessus des interconnexions métalliques. Toutefois, des études ont montré que la qualité d'un scellement anodique dépendait grandement de la planéité des zones en contact [Mac97]. La présence d'interconnexions entraînera donc une dégradation de la solidité et de l'herméticité du scellement.



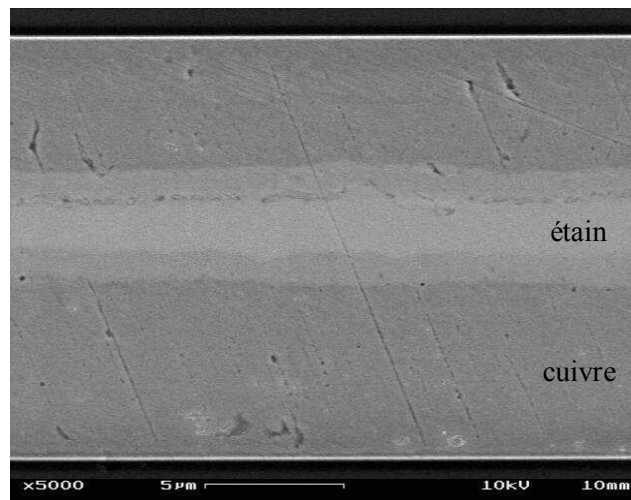
**Fig. 1.19 Observation au microscope électronique à balayage d'un scellement anodique verre - silicium**

Le problème principal du scellement anodique est la nécessité d'appliquer une tension et une température élevées au boîtier. Cela limite son utilisation dans le cadre de l'encapsulation des MEMS. En effet, comme cela a été souligné précédemment, la plupart des microsystèmes sont extrêmement fragiles et sensibles à des variations excessives de température ou de tension. Les composants risquent donc d'être endommagés voire détruits durant le processus d'encapsulation, avant même leur utilisation.

### ***1.3.3.2 Scellement eutectique***

Une autre technique de scellement couramment utilisée est le scellement eutectique. Cette fois-ci, on utilise un anneau de scellement métallique que l'on va chauffer afin de former un alliage avec le capot et le substrat du boîtier à sceller. De nombreux métaux peuvent être utilisés pour réaliser l'anneau de scellement. On trouve souvent des scellements eutectiques or, mais l'aluminium, l'argent, le platine ou le titane par exemple peuvent être préférés à l'or. Il est également possible d'utiliser des alliages plutôt qu'un métal pur.

Ce type de scellement est généralement utilisé pour les boîtiers silicium – silicium. La Fig. 1.20 présente un détail d'un scellement eutectique cuivre – étain. La photo a été prise à l'aide d'un microscope électronique à balayage.



---

**Fig. 1.20 Observation au microscope électronique à balayage d'un scellement eutectique cuivre - étain**

Comme pour le scellement anodique, le scellement eutectique permet d'obtenir des micro boîtiers hermétiques. Là encore, la principale limitation pour l'application de cette technique à l'encapsulation des MEMS est la température élevée à laquelle est soumis le boîtier lors de la phase de scellement. En effet, la création d'un alliage entre le métal de l'anneau de scellement et le silicium du boîtier à sceller va nécessiter d'appliquer une température élevée, proche de celles mises en jeu pour le scellement anodique. La courbe de la Fig. 1.21 permet de déterminer la température nécessaire à la création d'un alliage or – silicium en fonction du pourcentage de silicium présent dans cet alliage.

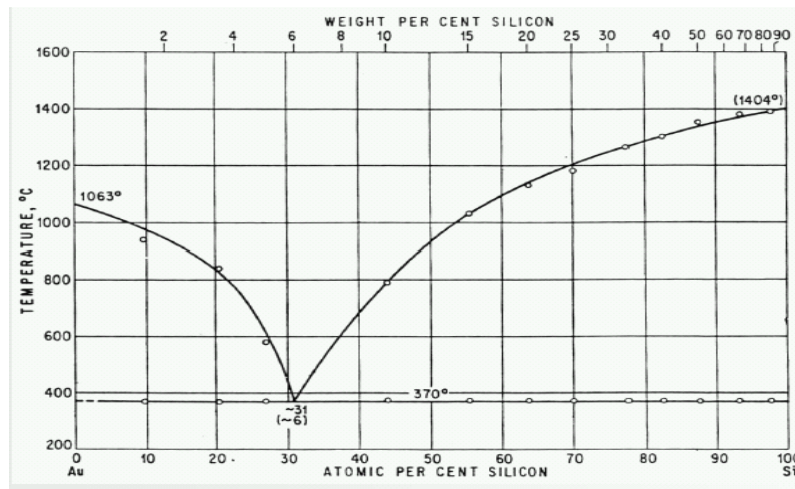


Fig. 1.21 Diagramme de phase simplifié de l'alliage eutectique or – silicium [Cui]

On peut déduire de cette courbe le point eutectique de l'alliage or – silicium, c'est-à-dire la température minimum nécessaire pour réaliser l'alliage. D'après la courbe, le scellement aura lieu si on soumet le boîtier à une température supérieure ou égale à 363°C. A cette température, l'alliage obtenu contiendra 6% de silicium et 94% d'or.

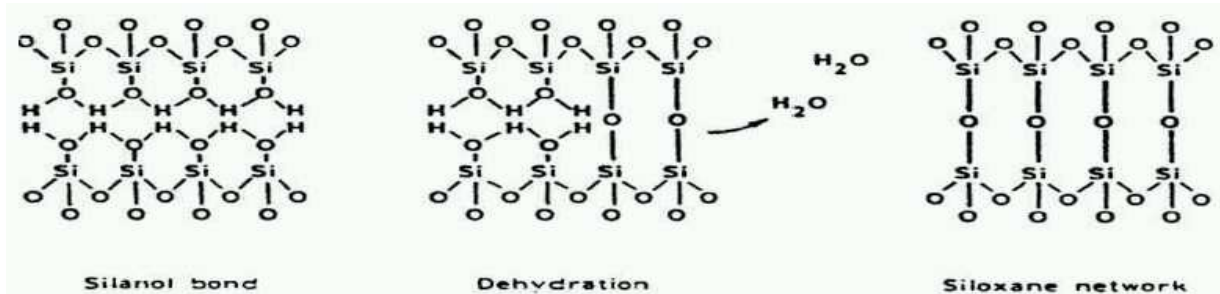
Le risque d'endommagement des composants présents à l'intérieur des boîtiers pendant le procédé de scellement peut toutefois être atténué par l'utilisation de techniques de chauffage localisé de l'anneau de scellement [Lin04a]. Plusieurs méthodes ont été mises au point, comme l'intégration de résistances chauffantes au niveau de l'anneau ou l'utilisation d'un laser [Tao03]. De ce point de vue, le scellement eutectique semble plus adapté à l'encapsulation des microsystèmes que le scellement anodique.

En ce qui concerne les interconnexions, l'utilisation de métaux pour réaliser l'anneau de scellement rend par contre impossible le passage de lignes d'interconnexion métalliques. Il faudra donc prévoir un système d'isolation de ces lignes métalliques, ou les remplacer par des vias pratiqués dans le substrat ou le capot du boîtier.

### 1.3.3.3 Scellement direct

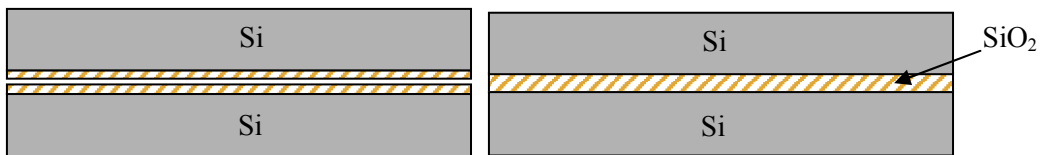
Le scellement direct ou scellement par fusion du silicium est une technique utilisée pour le scellement des micro boîtiers silicium – silicium. Tout comme les deux techniques présentées précédemment, elle permet d'obtenir des scellements hermétiques. Par rapport au scellement eutectique, cette technique a l'avantage de supprimer l'étape du dépôt de l'anneau de scellement. On exerce simplement une pression et une température élevées sur les deux wafers de silicium, afin de créer des liaisons covalentes au niveau de l'interface de scellement.

Pour obtenir un scellement de bonne qualité, il est toutefois nécessaire d'utiliser des wafers préalablement oxydés, et préparés afin d'avoir des liaisons O-H à l'interface. Le principe du scellement par fusion du silicium est présenté dans la Fig. 1.22.



**Fig. 1.22 Scellement direct – formation de liaisons covalentes [Lin04]**

Les deux wafers sont tout d'abord mis en contact. Sous l'action de la pression mécanique et de la température, une partie des atomes d'oxygène présents à l'interface se combinent avec les atomes d'hydrogène pour former des molécules d'eau qui sont ensuite évacuées. Les atomes d'oxygène restants forment alors des liaisons covalentes avec le silicium [Shi86]. Au final, on obtient bien un scellement silicium - silicium, avec une fine couche d'oxyde au niveau de l'interface (voir Fig. 1.23).



**Fig. 1.23 Procédé de scellement par fusion du silicium**

Pour qu'il y ait adhésion des wafers, le scellement doit être réalisé à une température d'au moins 300°C. Toutefois, à cette température, les molécules d'eau créées lors de la formation des liaisons covalentes ne peuvent pas être évacuées correctement et forment des « vides » à l'interface de scellement. Si l'on veut un scellement homogène, les wafers doivent être soumis à une température d'au moins 1000°C [Sch94]. A cette température le risque de détérioration du composant encapsulé est extrêmement élevé du moment qu'il contient des couches métalliques. En effet, on n'est pas loin des températures de fusion de métaux comme l'or ( $T_f = 1063^\circ\text{C}$ ). La seule solution est alors d'utiliser un système de chauffage localisé, coûteux et complexe à mettre en place.

D'autre part, les surfaces à sceller doivent être parfaitement planes. Pour avoir une bonne qualité de scellement, la rugosité doit être inférieure à 6 nm [Mac97]. Il est donc impossible de faire passer des lignes d'interconnexion au niveau de l'interface entre le substrat et le capot. Là encore, on devra percer des vias à travers le boîtier pour pouvoir échanger des données avec l'extérieur.

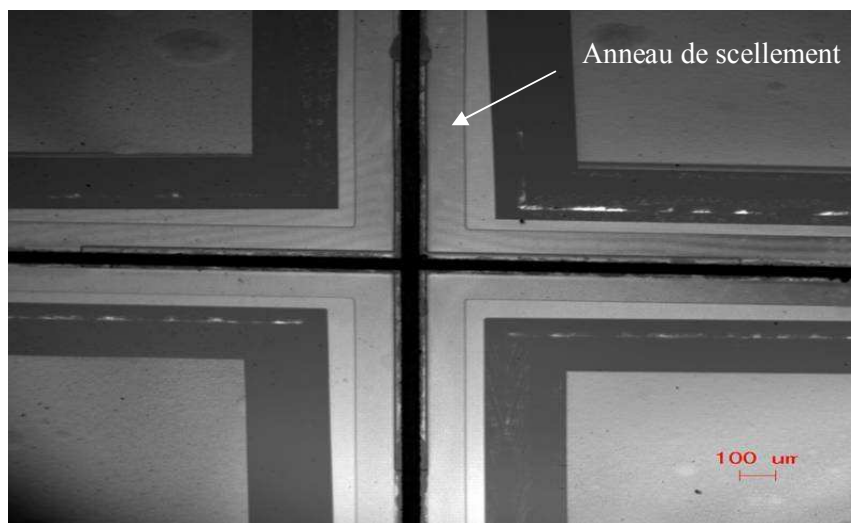
### 1.3.3.4 *Scellement adhésif organique*

Les trois techniques présentées précédemment permettent de réaliser des scellements hermétiques et de bonne qualité. Néanmoins les conditions, notamment de température, auxquelles sont soumis les boîtiers lors du scellement rendent ces techniques difficilement utilisables pour l'encapsulation des MEMS les plus fragiles. Pour ce genre de composants, on utilise généralement un quatrième type de scellement, le scellement adhésif organique.

#### a) Principe du scellement adhésif organique

Pour cette technique, on utilise un matériau polymère afin de réaliser les anneaux de scellement. Plusieurs types de polymères peuvent être utilisés. On trouve par exemple des anneaux de scellement réalisés avec des résines époxy ou des polyimides [Jac00].

Le polymère est généralement déposé à la tournette sur l'un des wafers à sceller, directement sur le wafer ou par l'intermédiaire d'un promoteur d'adhésion. Puis les anneaux sont obtenus soit par photolithographie, soit par gravure sèche en fonction du polymère utilisé. On peut aussi déposer les anneaux de scellement directement à la seringue. Les wafers sont ensuite scellés à faible température, par polymérisation des anneaux de scellement.



---

**Fig. 1.24** Observation au microscope infrarouge d'anneaux de scellement organiques

La Fig. 1.24 présente une photo prise au microscope infrarouge de micro boîtiers silicium avec scellement organiques réalisés par le Leti dans le cadre de la thèse. On y voit les angles de quatre boîtiers après scellement et découpe du wafer. Les anneaux de scellement observés sont des cordons polymères de 100µm de largeur et de 7µm d'épaisseur.

## **b) Avantages et inconvénients du scellement organique**

- **Avantages :**

Le principal avantage de cette technique est la faible température de scellement. En effet, les polymères employés présentent une température de polymérisation nettement plus basse que les températures mises en jeu par les scellements anodique, eutectique et surtout direct. Pour certaines colles, la polymérisation peut être réalisée dès 150°C. Le scellement adhésif organique est donc particulièrement bien adapté à l'encapsulation des MEMS [Obe04].

De plus, contrairement aux scellements anodique et direct, qui ne comportent pas d'anneau de scellement, le scellement polymère peut être réalisé sur des surfaces irrégulières. Il n'est pas nécessaire de traiter les wafers afin d'obtenir une planéité parfaite pour avoir une bonne adhérence. D'autre part, contrairement au scellement eutectique, l'anneau de scellement n'est pas métallique. Il est possible de faire passer des pistes métalliques à travers le scellement tout en garantissant leur isolation électrique. Le scellement polymère est donc idéal du point de vue des interconnexions [Lin03].

Enfin, les techniques de scellement adhésif organique sont relativement simples à mettre en œuvre en comparaison des trois techniques présentées précédemment. Les matériaux polymères utilisés étant en général bon marché, cette solution se révèle au final nettement plus économique que les techniques de scellement traditionnelles.

- **Inconvénients :**

Le scellement adhésif organique présente un inconvénient majeur : ce n'est pas un scellement hermétique. On parle plutôt de scellement quasi-hermétique, ou semi hermétique [Ril04]. En effet, les polymères sont des matériaux poreux. Il va donc y avoir échange de gaz entre l'intérieur et l'extérieur de la cavité par diffusion moléculaire à travers l'anneau de scellement.

La surface de contact entre l'environnement extérieur et le cordon de scellement étant très faible, ces échanges restent limités et les composants encapsulés sont tout de même à l'abri de variations brutales de leur atmosphère de travail. Néanmoins, pour certaines microstructures dont les performances dépendent grandement de l'environnement de travail comme les résonateurs, cette technique de scellement n'est pas adaptée.

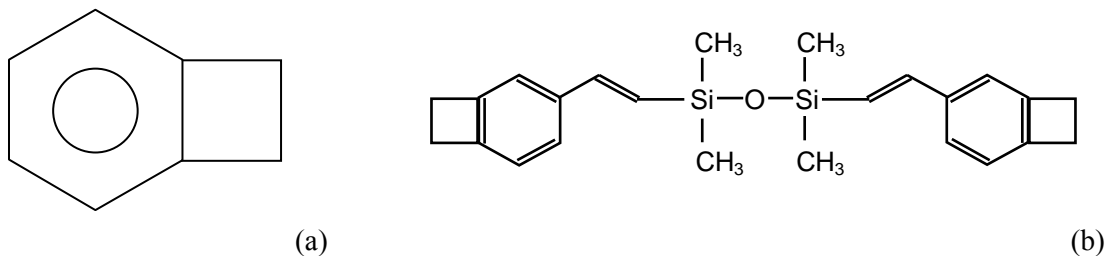
Le problème de l'herméticité peut néanmoins être résolu par l'ajout d'une couche hermétique autour du boîtier. De cette façon, la zone de scellement n'est plus en contact avec l'environnement extérieur et le phénomène d'échange à travers l'anneau organique n'est plus possible. Dans la littérature, on trouve beaucoup de micro boîtiers recouverts de nitrure de silicium  $\text{Si}_3\text{N}_4$  [Obe04] ou de parylène [Wu99]. On utilise également des couches métalliques, mais cela pose des problèmes du point de vue des interconnexions.

L'autre inconvénient majeur de cette technique est le risque de dégazage des cordons de scellement, à la fois pendant l'étape de polymérisation et tout au long de la durée de vie du composant. En effet, les matériaux employés peuvent libérer des molécules organiques qui vont contaminer l'intérieur de la cavité, et perturber le fonctionnement du MEMS encapsulé. Le choix de la colle utilisée est très important si l'on veut minimiser ce problème. Il est toutefois possible d'incorporer dans la cavité des getters, des pièges moléculaires qui vont absorber les molécules dégazées et préserver la composition de l'atmosphère interne du boîtier [Gil01].

### c) Etude d'un adhésif organique : le DVS-BCB

Le Divinyl Siloxane Benzocyclobutene ou DVS-BCB, plus simplement appelé BCB, est un matériau fréquemment utilisé en microélectronique, notamment comme diélectrique ou comme couche de passivation [Sch01]. C'est un polymère dérivé du benzocyclobutene ou bicyclo[4.2.0]-octa-1,3,5-triene. Son monomère est représenté sur la Fig. 1.25 [Tet03].

Les propriétés du BCB en font également un excellent matériau pour le scellement des micro boîtiers microélectroniques. En effet, il présente une prise d'eau et un dégazage extrêmement faibles pour un polymère [Jou02, Obe03]. La température de polymérisation conseillée par le fabricant est de 250°C, ce qui reste relativement raisonnable. De plus, de nombreuses études ont été menées pour réduire cette température et il a été démontré que l'on pouvait obtenir un excellent cordon de scellement avec une température de 170°C en augmentant la durée d'étuvage.



**Fig. 1.25 Structure du BCB : (a) Structure chimique du benzocyclobutene ; (b) Monomère du BCB**

Le BCB permet également d'obtenir une bonne adhésion avec la plupart des matériaux utilisés pour l'encapsulation des composants microélectroniques, comme le nitrure de silicium Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, le dioxyde de silicium SiO<sub>2</sub>, le cuivre et l'aluminium. D'autre part, il est disponible sous plusieurs formes dont certaines sont photosensibles, ce qui permet de l'utiliser facilement quel que soit le procédé de fabrication employé pour la réalisation de l'anneau de scellement [Sch01].

Les propriétés du BCB, notamment en ce qui concerne l'herméticité et le dégazage, en font un candidat idéal pour la réalisation de scellements adhésifs organiques. Ces dernières années, ce matériau a fait l'objet de nombreuses études et il est maintenant largement utilisé sur des micro



boîtiers commerciaux. C'est également le polymère qui a été retenu pour la réalisation des véhicules de test utilisés au cours de notre étude.

## **1.4 LE PROBLEME DE L'HERMETICITE**

---

La phase d'encapsulation, et en particulier la phase de scellement des micro boîtiers, est une étape critique pour la fiabilité des composants encapsulés. En effet, une grande partie des problèmes de défaillance observés sur les microsystèmes sont liés à l'encapsulation, ou peuvent être résolus grâce à une optimisation du boîtier.

Parmi ces problèmes, on peut par exemple citer le stress résiduel induit par des températures de scellement excessives. Si une microstructure est constituée de plusieurs matériaux assemblés entre eux et présentant des coefficients de dilatation thermique différents, toute variation de température pendant le processus de scellement générera des contraintes mécaniques aux interfaces entre ces différents matériaux. Pour de nombreuses microstructures comme les résonateurs, ces contraintes peuvent entraîner une dégradation des performances, voire la destruction du composant dans les cas extrêmes.

Selon les conditions d'utilisation du MEMS encapsulé, le boîtier va également jouer un rôle primordial pour la protection du composant vis-à-vis de son environnement extérieur, aussi bien en ce qui concerne les variations de température que les chocs et vibrations auxquels il est soumis tout au long de sa vie. Dans des domaines particuliers, où les composants sont exposés à des environnements extrêmes, le boîtier doit également offrir une protection accrue. C'est par exemple le cas pour les composants spatiaux, qui nécessitent des boîtiers spécifiques pour éviter l'exposition aux radiations.

Mais l'un des rôles fondamentaux du boîtier microélectronique et, à plus forte raison, du boîtier microsystème reste le contrôle de l'atmosphère de travail du composant encapsulé, et la protection contre l'humidité. L'herméticité du boîtier est donc l'une des préoccupations majeures des concepteurs de MEMS. En effet, de nombreuses défaillances sont dues à des problèmes liés à la condensation de vapeur d'eau au niveau du composant ou à des variations de pression ou de composition de l'atmosphère interne de la cavité.

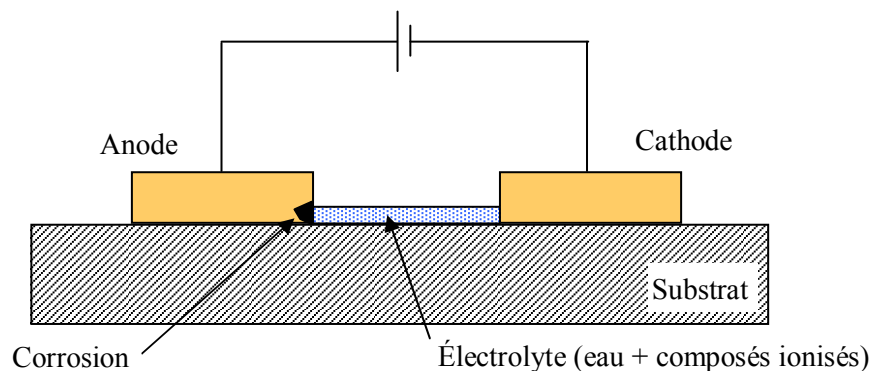
### **1.4.1 PROBLEMES DE FIABILITE LIES A LA CONDENSATION DE VAPEUR D'EAU**

L'humidité peut être à l'origine de nombreuses défaillances en microélectronique. En ce qui concerne les microsystèmes, la sensibilité à l'humidité est encore renforcée. En effet, les MEMS sont vulnérables aux défaillances électriques classiques fréquemment observées sur les circuits microélectroniques conventionnels, et notamment aux phénomènes de corrosion ou de court-circuit engendrés par la condensation au niveau des pistes et des structures métalliques. Toutefois, en plus de ces phénomènes bien connus, les spécificités des MEMS et en particulier la présence de structures libérées et mobiles les rend également vulnérables à des phénomènes nouveaux comme le collage.

### 1.4.1.1 Défaillances classiques des circuits microélectroniques

La plupart des MEMS commerciaux sont encapsulés avec l'électronique de commande et de traitement du signal nécessaire à leur utilisation. Ils sont donc soumis aux mêmes risques de défaillances que les circuits microélectroniques classiques. Ces défaillances incluent les problèmes de corrosion et de courts-circuits générés par la condensation de vapeur d'eau au niveau des pistes métalliques.

En présence d'eau, et à condition que l'atmosphère de travail du MEMS comprenne des composés ionisés, qui peuvent par exemple avoir pour origine le dégazage d'une colle ou d'un composé organique utilisé pour le scellement de la cavité, il est possible qu'il apparaisse un phénomène d'électrolyse entre deux pistes ou structures métalliques de la puce. Ce phénomène est décrit dans la Fig. 1.26.



---

**Fig. 1.26 Principe du mécanisme de corrosion de pistes métalliques**

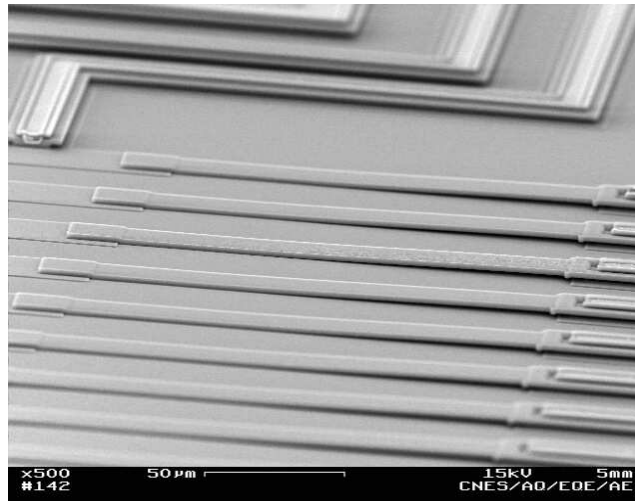
Sous l'action d'une différence de potentiel entre les deux pistes métalliques, il va y avoir oxydation de la piste placée au potentiel positif (anode) et libération d'ions métalliques qui vont migrer vers la piste de potentiel négatif (cathode).

La première conséquence de cette réaction va être la corrosion de l'anode, qui peut entraîner une réduction significative de la section dans le cas où l'anode est une piste métallique, et provoquer un échauffement local sous l'effet du passage du courant électrique. Cela peut également créer un point de faiblesse sur une structure métallique, à la base d'une poutre par exemple. D'autre part, la circulation d'ions métalliques entre les deux pistes peut créer un chemin de conduction entre la cathode et l'anode, et dans des situations extrêmes générer un court-circuit qui va entraîner une défaillance dans le fonctionnement de la puce, voire son endommagement.

### 1.4.1.2 Phénomène de collage

En plus des phénomènes de corrosion et de court-circuit observés sur tous les circuits microélectroniques, la présence de vapeur d'eau à l'intérieur d'un boîtier MEMS peut être à l'origine d'un mécanisme de défaillance supplémentaire, appelé collage. Le collage est l'un des mécanismes de défaillance principaux observés sur les MEMS, en particulier sur les MEMS comportant des structures libérées par micro usinage de surface.

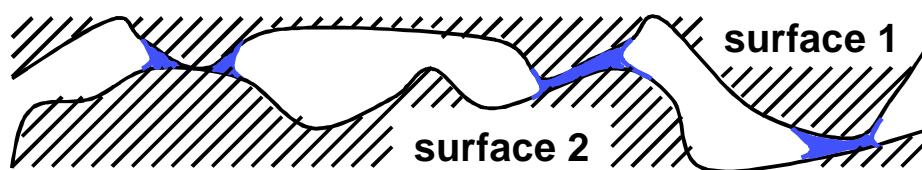
A l'échelle microscopique, les forces de surface habituellement négligeables deviennent prépondérantes par rapport aux forces macroscopiques. Elles peuvent alors entraîner le collage des micro structures d'un MEMS si ces structures entrent en contact [Spe03]. La Fig. 1.27 présente un exemple de structures collées par des forces capillaires.



---

**Fig. 1.27 Observation au microscope électronique à balayages de micro poutres collées**

Les principales forces de surface qui entrent en jeu dans le collage des MEMS sont les forces capillaires, les forces de van der Waals et les forces électrostatiques. Mais parmi ces différentes forces, les forces capillaires sont de loin les plus importantes. Ces forces capillaires sont dues à la condensation de la vapeur d'eau dans les pores et les fissures d'une surface lisse. Lorsque deux surfaces entrent en contact, une fine couche d'eau présentant une forte tension en surface apparaît entre les points de contact et les maintient collés, comme le montre le schéma de la Fig. 1.28 [Dar03].



---

**Fig. 1.28 Collage dû aux forces capillaires**

Ce phénomène peut se produire pendant le processus de fabrication du MEMS, en général lors des gravures humides, mais il peut également avoir lieu pendant le fonctionnement du composant. Une étude statistique réalisée en 2002 sur les micro miroirs DMD de Texas Instruments a établi un lien direct entre l'augmentation de l'humidité relative à l'intérieur du boîtier et le risque de collage en fonctionnement [Jac02]. L'herméticité du boîtier joue donc un rôle déterminant dans la prévention de ce type de défaillances.

### **1.4.2 CONTROLE DE L'ATMOSPHERE INTERNE**

Pour de nombreuses applications MEMS, l'atmosphère de travail, et donc l'atmosphère interne du boîtier, a une influence considérable sur le fonctionnement et la fiabilité du composant encapsulé.

Certains composants, comme les gyroscopes [Rom97] ou les résonateurs [Ram00] présentent de meilleures performances sous vide. D'autres types de MEMS comme les accéléromètres présenteront de bonnes performances à pression atmosphérique, mais nécessiteront un environnement sec pour minimiser le risque de défaillance [Rom97]. Pour certaines applications, comme les résonateurs, une infime variation de la pression de travail peut se traduire par une dérive significative des performances du composant.

Pour ce type de composants, l'étape d'encapsulation est généralement effectuée sous atmosphère contrôlée, optimisée afin d'obtenir le meilleur environnement de travail possible pour le MEMS. Le rôle du boîtier n'est plus alors uniquement de protéger le composant de l'humidité et de l'environnement extérieur, mais également de préserver l'atmosphère de travail fixée lors de l'encapsulation.

D'ailleurs, pour certaines applications, il a été démontré qu'une atmosphère de travail présentant un pourcentage raisonnable de vapeur d'eau, avec une humidité relative comprise entre 20% et 60%, pouvait améliorer la fiabilité du MEMS encapsulé en réduisant significativement l'usure des structures mobiles [Gil00].

## 1.5 CONCLUSION

---

Le packaging fait partie intégrante de la conception et de la fabrication des composants microélectroniques. C'est une étape clé du point de vue de la fiabilité des circuits encapsulés. Les circuits microélectroniques classiques sont généralement encapsulés individuellement au niveau composant, ou niveau 1 de packaging, après la découpe du wafer. Toutefois les MEMS, qui sont des composants extrêmement fragiles et sensibles à leur environnement, nécessitent un niveau de packaging supplémentaire.

A l'heure actuelle, la quasi-totalité des MEMS sont encapsulés au niveau wafer, ou niveau 0. De cette manière, le circuit est protégé tout au long des étapes ultérieures de packaging, y compris durant la découpe des puces, puis par la suite durant toute sa durée de vie tout en minimisant la taille finale du composant.

Il existe différentes techniques utilisées pour l'encapsulation niveau wafer, mais la plupart incluent une étape de scellement du boîtier qui se révèle critique du point de vue de l'herméticité. Pour effectuer cette étape de scellement, différentes méthodes ont été mises au point, chacune présentant des avantages et des inconvénients en termes d'herméticité, de risque de détérioration du composant encapsulé ou de coût de revient. Le choix de la méthode de scellement employée va donc dépendre des spécificités du composant encapsulé, et de l'application à laquelle il est destiné. Toutefois, pour la plupart des microsystèmes, l'herméticité reste un paramètre déterminant pour garantir les performances et la fiabilité du composant. En effet, en comparaison des circuits microélectroniques classiques, les MEMS sont particulièrement sensibles aux effets de l'humidité et des variations de pression ou de composition de leur atmosphère de travail.

Or il s'avère que pour des très petites cavités de l'ordre du  $\text{mm}^3$ , comme celles réalisées avec les techniques de packaging niveau wafer, l'utilisation d'une méthode de scellement considérée comme hermétique pour les boîtiers classiques ne suffit pas à garantir la protection du circuit encapsulé. Dans de tels boîtiers, la moindre fuite va entraîner une variation significative de l'atmosphère interne. La qualité du scellement est donc primordiale, afin d'éviter notamment la présence de fissures à l'interface entre le boîtier et l'anneau de scellement. Il est donc nécessaire de mettre au point des outils de mesure capables de contrôler précisément l'herméticité de ces micro boîtiers, afin de garantir la fiabilité des composants encapsulés, et d'améliorer les techniques de scellement actuelles. Pour cela, il est important dans un premier temps de comprendre les phénomènes de pénétration des gaz qui ont lieu à travers les différents types de scellement.



*Chapitre 2 : Physique de la  
pénétration des gaz et mesure  
de l'herméticité*





## 2.1 INTRODUCTION

---

L'étude de l'herméticité des micro boîtiers utilisés pour l'encapsulation des MEMS passe en premier lieu par la compréhension des mécanismes de pénétration des gaz à travers les anneaux de scellement. En effet, les matériaux utilisés pour la réalisation des boîtiers, généralement le verre ou le silicium, sont des matériaux hermétiques. S'il y a des fuites, elles seront donc obligatoirement localisées au niveau de l'interface de scellement entre le substrat et le capot du boîtier.

Ce chapitre présente les deux phénomènes physiques entrant en jeu dans le mécanisme de pénétration des gaz à travers le scellement des micro boîtiers MEMS. Le premier mécanisme étudié, qui est également le mieux connu, est l'écoulement moléculaire des gaz à travers des fissures ou à l'interface entre l'anneau de scellement et le boîtier. Le second mécanisme, qui a lieu uniquement au travers des scellements organiques, est un phénomène de diffusion moléculaire. En se basant sur les équations mathématiques régissant ces mécanismes, il est possible d'évaluer le taux de fuite maximum autorisé pour l'encapsulation d'un composant donné, en fonction de sa sensibilité aux variations de l'atmosphère interne du micro boîtier.

Pour mesurer ce taux de fuite, la technique la plus répandue est le test de fuite d'hélium, décrit dans la méthode 1014 de la norme MIL-883. Toutefois cette norme, dont la dernière révision date de 1995, a été conçue pour valider l'herméticité de boîtiers dont le volume reste supérieur à la dizaine de  $\text{mm}^3$ . Elle n'est donc pas adaptée à la mesure d'herméticité d'une majorité des boîtiers MEMS actuels. Plusieurs techniques de mesure de l'herméticité plus adaptées aux petits volumes ont donc vu le jour, avec par exemple la mesure de la déflexion du capot, ou l'intégration de capteurs de pression ou d'humidité directement à l'intérieur des boîtiers à tester.

## 2.2 MECANISMES DE PENETRATION DES GAZ

---

Dans un micro boîtier encapsulé niveau wafer, les fuites peuvent avoir pour origine deux mécanismes physiques différents. Le mécanisme le plus courant est l'écoulement moléculaire de gaz à travers des fissures ou des délaminations présentes au niveau de l'interface de scellement. Ce phénomène peut être observé quel que soit le type de scellement utilisé, et va dépendre de la qualité du scellement réalisé. Dans le cas des boîtiers avec anneau de scellement organique, on va voir apparaître un deuxième phénomène de diffusion moléculaire à travers le cordon de scellement. Cette fois-ci, le phénomène aura lieu quelle que soit la qualité du scellement réalisé, les polymères utilisés étant perméables aux gaz.

### 2.2.1 L'ÉCOULEMENT MOLECULAIRE

L'écoulement moléculaire des gaz à travers des fissures est le mécanisme de pénétration des gaz le mieux connu et le plus fréquemment étudié dans le cadre de l'herméticité des boîtiers microélectroniques.

Ce mécanisme d'écoulement des gaz peut se produire pour n'importe quel type de scellement, y compris les scellements dits hermétiques. Il dépend en fait de la qualité du scellement, les fissures étant généralement la conséquence d'un procédé d'encapsulation défectueux ou à un vieillissement prématuré du cordon de scellement. Sur la Fig. 2.1, on peut voir le détail d'un scellement anodique réalisé sur un micro boîtier verre-silicium.

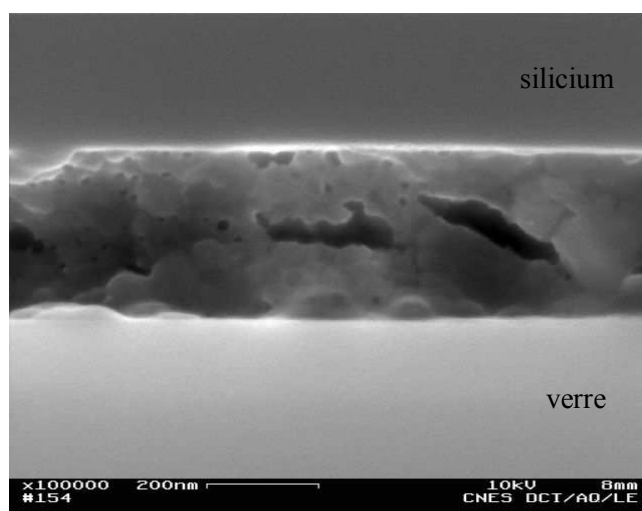


Fig. 2.1 Observation au microscope électronique à balayage d'un scellement anodique défectueux

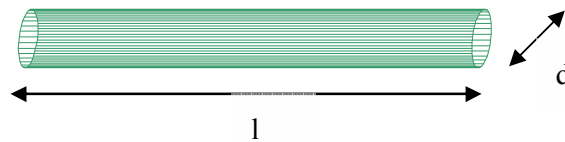
L'observation du scellement a révélé la présence de fissures au niveau de l'interface. L'herméticité du boîtier n'est donc pas assurée, les gaz pouvant s'écouler au travers de ces fissures. Ces écoulements sont régis par les lois de la mécanique de fluides, et il est possible de les caractériser en déterminant le flux de gaz circulant à travers une fuite de géométrie déterminée.

### 2.2.1.1 Théorie issue de la mécanique des fluides

L'écoulement des fluides, et en particulier des gaz, dans les fissures a fait l'objet de nombreuses études en mécanique des fluides, et son fonctionnement est parfaitement connu. Il est notamment possible de déterminer le taux de fuite d'un gaz au travers d'une fuite en fonction des dimensions de la fissure, des conditions de pression et de la nature du gaz en présence.

#### a) Géométrie de la fuite

Dans la pratique, le flux de gaz dépend de la géométrie de la fuite. Mais dans le cas qui nous intéresse, il est impossible de déterminer la géométrie des fissures présentes à l'interface de scellement d'un micro boîtier. Les fuites peuvent être dues à des fissures fines et tortueuses présentes à l'intérieur de l'anneau de scellement, comme dans l'exemple de la Fig. 2.1, ou au contraire à des problèmes de délamination, avec l'apparition de fissures larges et nettes au niveau des interfaces de scellement. Pour les calculs, on considère donc généralement toutes les fuites comme des capillaires, c'est-à-dire des cylindres parfaits de diamètre  $d$  donné et de longueur  $l$  correspondant à l'épaisseur du boîtier étudié (voir Fig. 2.2).

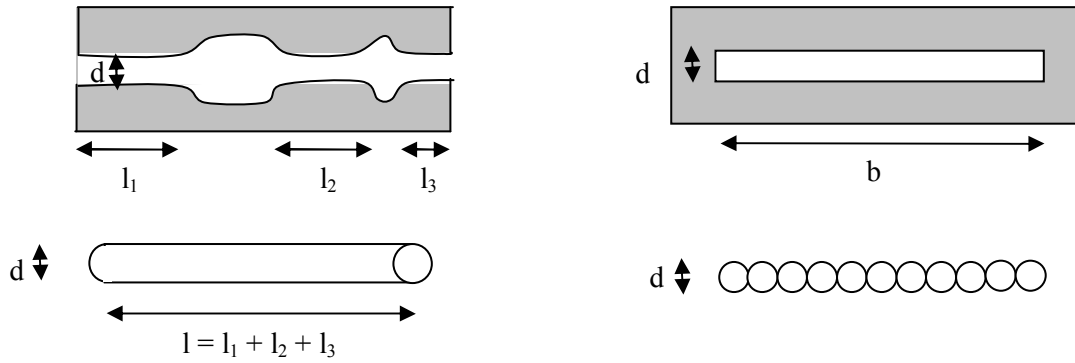


---

**Fig. 2.2** Modèle géométrique simplifié d'une fuite

A partir de l'étude de l'écoulement au travers de capillaires, il est également possible de calculer simplement le flux de gaz à travers des fuites de géométrie plus complexe, plus proches des fuites réellement observées sur les micro boîtiers (voir Fig. 2.3).

Par exemple, dans le premier cas présenté Fig. 2.3, où l'on a une fuite avec un diamètre variable, on considère généralement que la fuite est équivalente à un capillaire de diamètre égal au plus petit diamètre de la fuite, et de longueur égale à la somme des longueurs des sections de plus petit diamètre. Dans le cas des fissures plus larges dues à des problèmes de délamination, on considère cette fois que l'on a affaire à une série de capillaires de diamètre égal à l'épaisseur de la fissure, mis en parallèle [Dav75a].



**Fig. 2.3 Simplification de la géométrie des fuites : a) fuite de diamètre variable ; b) fissure due à un problème de délamination**

Une fois la géométrie fixée, on peut utiliser les équations de mécanique des fluides adaptées aux différents types d'écoulements pour déterminer le taux de fuite d'un gaz à travers une fissure donnée [Tal90, Der78].

### b) Détermination du type d'écoulement

Les conditions d'écoulement d'un gaz à travers une fissure dépendent du rapport entre son diamètre et le libre parcours moyen du gaz, c'est-à-dire la distance moyenne que parcourt une molécule de ce gaz entre deux collisions. Ce rapport est appelé nombre de Knudsen :

$$K_n = \frac{d}{l_m} \quad \text{Equation 2.1}$$

Avec  $d$  la dimension transversale représentative de la fuite (son diamètre pour une fissure cylindrique) et  $l_m$  le libre parcours moyen des molécules de gaz.

Pour  $K_n > 200$ , l'écoulement est visqueux.

Pour  $K_n < 1$ , l'écoulement est moléculaire.

Pour des valeurs de  $K_n$  comprises entre 1 et 200, on dit que l'écoulement est transitoire.

Pour chacun de ces trois types d'écoulement, il existe une formule permettant de déterminer le flux de gaz circulant au travers de la fuite. Dans tous les cas, on considère que l'écoulement est laminaire.

### c) Ecoulement visqueux

L'écoulement visqueux se produit pour les nombres de Knudsen supérieurs à 200, c'est-à-dire pour des écoulements mettant en jeu des molécules dont le libre parcours moyen est petit par rapport au diamètre de la fuite. Dans ce cas de figure, le taux de fuite est donné par la loi de Poiseuille :

$$R = \frac{\pi d^4}{128 l \eta} \bar{P} \Delta P \quad \text{Equation 2.2}$$

On obtient le taux de fuite  $R$  en  $\text{Pa.m}^3.\text{s}^{-1}$ , avec  $d$  le diamètre de la fuite et  $l$  sa longueur en  $\text{m}$ ,  $\bar{P}$  la pression moyenne à l'intérieur de la fuite en  $\text{Pa}$ ,  $\Delta P$  la différence de pression entre l'intérieur et l'extérieur de la cavité en  $\text{Pa}$  et  $\eta$  la viscosité du gaz, homogène à des  $\text{Pa.s}$ .

Il est important de remarquer que dans l'expression du taux de fuite  $R$  pour l'écoulement visqueux,  $\Delta P$  est la différence de pression totale entre l'intérieur et l'extérieur de la cavité. On ne travaille pas ici avec la pression partielle du gaz considéré. L'écoulement visqueux entraîne donc une uniformisation de la pression entre l'intérieur et l'extérieur du boîtier.

En pratique, compte tenu des faibles dimensions des molécules de gaz, les nombres de Knudsen supérieurs à 200 correspondent à des fuites de dimensions considérables. L'équation de Poiseuille ne s'applique donc que pour les grosses fuites, voire les très grosses fuites, dont la détection fait l'objet d'un test particulier dans la norme MIL [Der78].

#### d) Ecoulement moléculaire

Pour des fuites plus petites, lorsque le diamètre du capillaire est inférieur ou égal au libre parcours moyen des molécules de gaz, l'écoulement devient moléculaire. Pour calculer le taux de fuite de gaz, il faut alors utiliser la loi de Knudsen :

$$R = \frac{\sqrt{\pi R_c}}{3\sqrt{2}} \frac{d^3}{l} \sqrt{\frac{T}{M}} \Delta p \quad \text{Equation 2.3}$$

On obtient le taux de fuite  $R$  en  $\text{Pa.m}^3.\text{s}^{-1}$ , avec  $d$  le diamètre de la fuite et  $l$  sa longueur en  $\text{m}$ ,  $R_c$  la constante des gaz parfaits en  $\text{J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1}$ ,  $T$  la température en  $\text{K}$ ,  $M$  la masse molaire du gaz en  $\text{kg.mol}^{-1}$  et  $\Delta p$  la différence de pression partielle du gaz considéré entre l'extérieur et l'intérieur de la cavité en  $\text{Pa}$ .

Dans le cas d'un écoulement moléculaire, c'est la différence de pression partielle du gaz considéré qui entre en jeu dans le calcul du taux de fuite. L'équilibre est réalisé indépendamment pour chaque gaz concerné. En théorie, la différence de pression totale n'a donc aucune influence sur le processus d'écoulement.

Pour les applications qui nous intéressent, c'est-à-dire l'étude de l'écoulement des gaz au travers des microfissures présentes à l'interface de scellement des boîtiers MEMS, on se trouve dans le cas de figure d'un écoulement moléculaire. C'est donc la loi de Knudsen qui doit être utilisée pour déterminer le taux de fuite de nos micro boîtiers. Il faut toutefois noter que dans le domaine du test de fuite, les unités SI ne sont quasiment pas utilisées. Les taux de fuite sont en général exprimés en  $\text{atm.cm}^3.\text{s}^{-1}$  (c'est notamment cette unité qui est utilisée dans la norme MIL-STD-883) ou en  $\text{mbar.l.s}^{-1}$ , ce qui revient au même, voire en  $\text{torr.l.s}^{-1}$ , et il faut en tenir compte en utilisant cette loi.

### e) Ecoulement transitoire

Pour les nombres de Knudsen intermédiaires, aucun des deux mécanismes présentés précédemment n'est réellement prépondérant. L'écoulement est alors qualifié de transitoire. On utilise dans ce cas une équation plus générale, qui prend en compte les deux aspects visqueux et moléculaire de l'écoulement.

Si l'on se trouve dans le cas particulier où la différence de pression partielle du gaz considéré et la différence de pression totale entre l'extérieur et l'intérieur de la cavité représentent la même valeur, c'est-à-dire si le micro boîtier est soumis à un seul type de gaz, on peut par exemple utiliser la loi générale de Knudsen :

$$R = \frac{\sqrt{\pi R_c}}{3\sqrt{2}} \frac{d^3}{l} \sqrt{\frac{T}{M}} \left[ 0,07378 \bar{K}_m + \frac{1 + 1,256 \bar{K}_m}{1 + 1,551 \bar{K}_m} \right] \Delta p \quad \text{Equation 2.4}$$

On obtient là encore le taux de fuite R en Pa.m<sup>3</sup>.s<sup>-1</sup>, avec d le diamètre de la fuite et l sa longueur en m, R<sub>c</sub> la constante des gaz parfaits en J.K<sup>-1</sup>.mol<sup>-1</sup>, T la température en K, M la masse molaire du gaz en kg.mol<sup>-1</sup> et Δp la différence de pression entre l'extérieur et l'intérieur de la cavité en Pa.  $\bar{K}_m$  représente le nombre de Knudsen moyen, et est égal à  $d/\bar{l}_m$ , avec  $\bar{l}_m$  le libre parcours relatif à la pression moyenne  $\bar{p}$  du gaz considéré.

Il existe d'autres modèles permettant de déterminer un écoulement combiné moléculaire/visqueux. On peut notamment citer l'équation du flux combiné de Davy, qui prend en compte les deux composantes dues à la différence de pression totale et à la différence de pression partielle du gaz considéré entre l'extérieur et l'intérieur du micro boîtier [Dav75b].

Il est intéressant de noter que ces équations ne s'appliquent pas seulement aux écoulements dont le nombre de Knudsen est compris entre 1 et 200, mais qu'elles restent valables pour des écoulements à dominante visqueuse ou moléculaire, du moment que l'on reste en régime laminaire.

## 2.2.1.2 Détermination pratique de l'herméticité

### a) Mesure du taux de fuite

Dans le cas des fines fuites, l'écoulement des gaz au travers des fissures présentes au niveau du scellement des micro boîtiers MEMS est un écoulement moléculaire. On peut donc théoriquement modéliser le flux de gaz à travers ces fissures grâce à la loi de Knudsen, et ainsi déterminer un taux de fuite pour un boîtier déterminé. Toutefois en pratique, le calcul théorique n'est jamais utilisé pour déterminer l'herméticité d'un boîtier. En effet, dans la majorité des cas, son utilisation est impossible :

- Tout d'abord, on ne sait pas à l'avance si les boîtiers testés présentent des fuites, étant donné que l'herméticité dépend de la qualité du scellement. On ne connaît ni le nombre de fuites, ni leur géométrie et il est impossible de les déterminer sans ouvrir le boîtier.

- D'autre part, même si on arrive à déterminer le nombre et la géométrie des fuites, celles-ci sont en général beaucoup plus complexes que les exemples présentés dans la littérature. Les résultats obtenus par le calcul sont donc en général éloignés des taux de fuite mesurés expérimentalement.

La loi de Knudsen n'est donc généralement utilisée que pour valider des mesures d'herméticité réalisées sur des fuites étalons dont la géométrie est parfaitement connue. Pour tous les autres cas de figure, on se contente de mesures expérimentales.

Le taux de fuite est mesuré pour un gaz donné avec des conditions de pression fixées. Pour cela, il existe plusieurs méthodes qui seront détaillées par la suite. On peut par exemple utiliser un spectromètre de masse pour détecter les molécules de gaz qui s'échappent du boîtier après pressurisation, ou intégrer directement un capteur à l'intérieur du boîtier pour suivre l'évolution de la pression interne.

### b) Taux de fuite standard

Une fois le taux de fuite mesuré pour des conditions de pression connues, on peut facilement se ramener à un taux de fuite standard, qui correspond au taux de fuite obtenu pour le même boîtier soumis à une différence de pression de 1 atm entre l'intérieur et l'extérieur de la cavité. Pour cela, on utilise la relation suivante :

$$L = \frac{P_0}{P_E} R \quad \text{Equation 2.5}$$

Avec L le taux de fuite standard du boîtier pour le gaz considéré et R le taux de fuite mesuré en  $\text{atm.cm}^3.\text{s}^{-1}$ ,  $P_E$  la différence de pression partielle en atm entre l'intérieur et l'extérieur du boîtier au début de la mesure, et  $P_0$  égal à 1 atm.

La conversion du taux de fuite mesuré en taux de fuite standard permet de réaliser des comparaisons pertinentes de l'herméticité de boîtiers de volume différent, ou testés dans des conditions de pression différentes. De plus, d'après l'équation 2.3, pour un écoulement moléculaire, le flux de gaz dépend de la nature du gaz mis en jeu, par l'intermédiaire du rapport  $\sqrt{T/M}$ . A partir du taux de fuite standard calculé pour un gaz considéré, il est donc possible de déterminer le taux de fuite du boîtier pour un autre type de gaz, en appliquant la relation ci-dessous :

$$L_1 = \sqrt{\frac{M_2}{M_1}} L_2 \quad \text{Equation 2.6}$$

Avec  $L_1$  et  $L_2$  les taux de fuite standards pour les gaz 1 et 2 en  $\text{atm.cm}^3.\text{s}^{-1}$ , et  $M_1$  et  $M_2$  les masses molaires de ces mêmes gaz en  $\text{g.mol}^{-1}$ .

A partir d'une seule mesure du taux de fuite réalisée avec un gaz et des conditions de pression donnés, il est donc possible de déterminer par le calcul le taux de fuite du boîtier exposé à n'importe quel type de gaz.

### c) Evolution de l'atmosphère interne du boîtier

L'évolution de l'atmosphère interne d'un micro boîtier peut être déterminée à partir du taux de fuite. En effet, si un boîtier présente une fuite, et si la pression partielle du gaz considéré à l'intérieur de la cavité est différente de la pression externe, alors la pression interne va progressivement évoluer jusqu'à l'équilibre avec la pression externe. Cette évolution va dépendre de la conductance de la fuite et du volume du boîtier [Gre01].

$$\frac{d\Delta p}{dt} = \frac{F}{V} \Delta p \quad \text{Equation 2.7}$$

Avec  $\Delta p$  la différence de pression partielle entre l'intérieur et l'extérieur du boîtier en atm, F la conductance de la fuite en  $\text{cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  ( $F = R / \Delta p_r$ , avec  $\Delta p_r$  la différence de pression partielle entre l'intérieur et l'extérieur de la cavité lors de la mesure de R, et donc  $F = L / P_0$  d'après l'équation 2.5) et V le volume de la cavité en  $\text{cm}^3$ .

En réécrivant l'équation 2.7 et en l'intégrant on obtient :

$$\ln \Delta p_t - \ln \Delta p_0 = -\frac{F}{V} t \quad \text{Equation 2.8}$$

Et donc finalement en élevant à l'exponentielle et en remplaçant F par son expression en fonction du taux de fuite standard L :

$$\Delta p_t = \Delta p_0 e^{-\frac{Lt}{VP_0}} \quad \text{Equation 2.9}$$

On obtient donc  $\Delta p_t$  la différence de pression entre l'intérieur et l'extérieur du boîtier au temps t avec  $p_0$  la différence initiale de pression entre l'intérieur et l'extérieur du boîtier en atm, L le taux de fuite standard en  $\text{atm} \cdot \text{cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ , V le volume de la cavité en  $\text{cm}^3$ ,  $P_0$  la pression atmosphérique ( $P_0 = 1 \text{atm}$ ) et t le temps en s.

A partir de l'équation 2.9, il est ensuite possible de calculer la quantité de gaz qui va pénétrer dans un boîtier en fonction de son taux de fuite standard et des conditions de pression auxquelles il est soumis au cours de sa durée de vie [Gre01] :

$$Q_{in} = \Delta p_0 \left( 1 - e^{-\frac{Lt}{VP_0}} \right) \quad \text{Equation 2.10}$$



L'équation 2.10 permet d'étudier en détails l'herméticité des micro boîtiers. Par exemple, si on connaît le taux de fuite et que l'on détermine la quantité de gaz maximum acceptable à l'intérieur du boîtier, il est possible de calculer le temps au bout duquel cette quantité de gaz sera atteinte. De la même façon, si la pression interne maximum et la durée de vie du composant sont spécifiées, l'équation permet de déterminer le taux de fuite maximum acceptable pour un boîtier donné.

## 2.2.2 LA DIFFUSION MOLECULAIRE

Dans le cas des boîtiers semi hermétiques avec scellement adhésif organique, en plus des écoulements moléculaires dépendant de la qualité du cordon de scellement, il faut prendre en compte un deuxième phénomène de pénétration des gaz, la diffusion moléculaire. En effet, les polymères utilisés pour réaliser les cordons de scellement organiques sont nettement plus poreux que le verre et le silicium utilisés pour réaliser les boîtiers, ou les métaux utilisés pour réaliser les scellements eutectiques.

Le mécanisme de diffusion moléculaire des gaz à travers les polymères a lui aussi fait l'objet de nombreuses études. Mais contrairement à l'écoulement moléculaire, très peu de ces études ont été effectuées dans le cadre de l'encapsulation microélectronique. Jusqu'à ces dernières années, les matériaux organiques étaient en principe uniquement utilisés pour encapsuler des composants faible coût pour des applications ne nécessitant pas une très grande fiabilité. Il s'agit généralement de résines que l'on moule autour du composant à protéger. Ce type de boîtiers ne nécessite pas une étude poussée des phénomènes de pénétration des gaz.

Toutefois, avec le développement des MEMS, les micro boîtiers avec cordon adhésif polymère qui permettent de réaliser des scellements à basse température se sont rapidement généralisés. Ces boîtiers étant souvent utilisés pour l'encapsulation de composants sensibles aux variations de pression ou à l'humidité, il est nécessaire d'avoir une bonne compréhension de la physique de la diffusion moléculaire à travers les anneaux de scellement polymères.

### 2.2.2.1 *Théorie de la diffusion*

Le terme de diffusion désigne le transport de matière, par mouvements moléculaires aléatoires, d'un point de forte concentration de matière vers un point de faible concentration de matière à l'intérieur d'un système. C'est le résultat d'un gradient de concentration qui tend à uniformiser la concentration à l'intérieur du système [Tet03].

#### **a) Conditions fickiennes**

La plupart du temps, pour les milieux isotropes, le mécanisme de la diffusion moléculaire est modélisé par les lois de Fick, établies en 1855 par analogie avec la diffusion thermique responsable du transfert de chaleur par conduction [Cra75]. Pour que ces lois s'appliquent, il faut toutefois s'assurer que les conditions de sorption sont bien fickiennes, c'est-à-dire d'une part que le phénomène de diffusion est

prépondérant sur les phénomènes d'adsorption, et d'autre part que cette diffusion suit bien le modèle de Henry, et donc qu'à l'équilibre on a une relation linéaire entre les concentrations en phase gazeuse et sorbée [Vie91].

Dans le cas du scellement de micro cavités, la longueur de diffusion  $L$  représente en fait la largeur de l'anneau de scellement. Elle est suffisamment grande par rapport à la surface en contact avec l'extérieur pour négliger le phénomène d'adsorption de surface, l'épaisseur de la couche d'adhésif étant en général infime (on peut descendre jusqu'à  $3\mu\text{m}$  pour un anneau de scellement BCB, et on ne dépasse généralement pas les  $10\mu\text{m}$ ).

De plus, des tests de perméation réalisés sur des films polymères exposés à diverses concentrations de vapeur d'eau ont permis d'établir que pour les polymères vitreux comme le BCB, le mode prédominant dans le phénomène de sorption était bien le mode de Henry [Tet03]. Pour les scellements BCB, l'hypothèse des conditions fickiennes est donc pertinente. Toutefois, selon le polymère utilisé pour réaliser l'anneau de scellement et le gaz mis en jeu dans le phénomène de diffusion, les lois de Fick ne sont pas systématiquement applicables.

### b) Lois de Fick

La première loi de Fick exprime l'opposition de la diffusion au gradient des concentrations. Elle est basée sur l'hypothèse que le flux de substance diffusante à travers une section de surface unitaire est proportionnel au gradient de concentration normal à cette surface. Le coefficient de proportionnalité,  $D$ , est appelé coefficient de diffusion :

$$\Phi(x,t) = -D \frac{\partial C(x,t)}{\partial x} \quad \text{Equation 2.11}$$

Avec  $\Phi$  le flux de gaz en  $\text{kg}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ ,  $D$  le coefficient de diffusion du gaz dans le polymère en  $\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$ ,  $C$  la concentration de gaz dans le polymère en  $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$  et  $x$  la coordonnée de l'espace normale à la section en m et  $t$  le temps en s.

En appliquant cette équation à un volume élémentaire, avec un coefficient de diffusion  $D$  indépendant de  $x$ , Fick a établi sa deuxième loi, également appelée équation de la diffusion [Cra75]. Dans le cas d'une diffusion unidimensionnelle, cette équation s'écrit :

$$\frac{\partial C(x,t)}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C(x,t)}{\partial x^2} \quad \text{Equation 2.12}$$

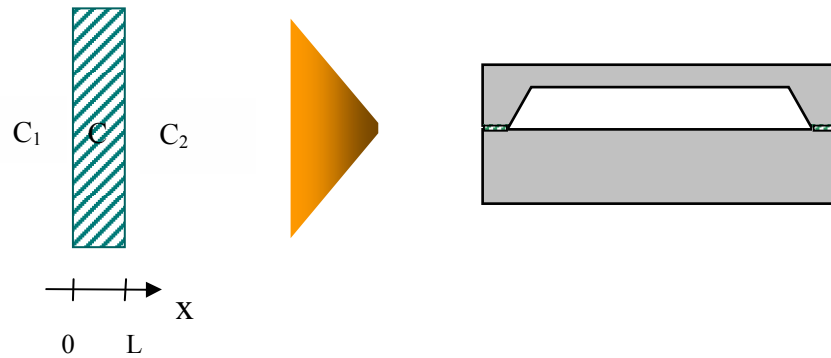
Où  $C$  est la concentration de gaz en  $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ ,  $D$  le coefficient de diffusion du gaz dans le polymère en  $\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$ ,  $x$  la coordonnée de l'espace normale au gradient de concentration en m et  $t$  le temps en s.

A partir de cette équation différentielle du deuxième ordre à deux inconnues, il est possible de résoudre n'importe quel problème de diffusion d'un gaz dans un polymère en adaptant les conditions de concentration aux limites.

### c) Etude de la diffusion à travers une membrane

Pour se ramener à l'étude de la diffusion à travers l'anneau de scellement organique d'un boîtier MEMS, il faut par exemple résoudre l'équation 2.12 pour une membrane polymère soumise à des concentrations aux limites différentes (voir Fig. 2.4).

Sur le schéma,  $C_1$  représente la concentration du gaz considéré dans l'atmosphère autour du boîtier, et  $C_2$  représente la concentration à l'intérieur de la cavité. La concentration à l'intérieur de l'anneau de scellement est notée  $C$ .



**Fig. 2.4** Vue en coupe d'un micro boîtier avec scellement organique, et modélisation de l'anneau de scellement polymère

La solution de ce problème est bien connue dans le cas le plus simple, avec des concentrations  $C_1$  et  $C_2$  constantes au cours du temps, et une concentration initiale à l'intérieur de la membrane indépendante de  $x$  ( $C_{t=0} = C_0$  constante). On obtient ainsi l'expression de la concentration de gaz à l'intérieur de l'anneau de scellement, en fonction de la distance par rapport l'interface avec l'environnement extérieur  $x$  et du temps  $t$  [Cra75] :

$$C(x, t) = C_1 + \left( \frac{C_2 - C_1}{L} \right) x + \frac{2}{\pi} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{C_2 \cos(n\pi) - C_1}{n} \sin\left( \frac{n\pi}{L} x \right) e^{\left( \frac{-Dn^2\pi^2 t}{L^2} \right)} + \frac{4C_0}{\pi} \sum_{m=0}^{\infty} \frac{1}{2m+1} \sin\left( \frac{(2m+1)\pi}{L} x \right) e^{\left( \frac{-D(2m+1)^2\pi^2 t}{L^2} \right)} \quad \text{Equation 2.13}$$

Avec  $C_0$  la concentrations initiale à l'intérieur de l'anneau de scellement et  $C_1$  et  $C_2$  les concentrations aux limites en  $\text{kg.m}^{-3}$ ,  $L$  la largeur de l'anneau de scellement et  $x$  la distance par rapport à l'interface extérieure en m,  $D$  le coefficient de diffusion du gaz dans le polymère en  $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$  et  $t$  le temps en s.

Toutefois, en réalité, on ne peut pas considérer que la concentration interne du boîtier reste constante au cours du temps. En effet, le volume de la cavité étant limité,  $C_2$  va évoluer avec la diffusion du gaz au travers du scellement, jusqu'à tendre vers un équilibre avec la concentration de l'environnement extérieur  $C_1$ . Cette évolution devra donc être prise en compte dans la modélisation de la pénétration du gaz à travers le boîtier présentée dans le chapitre 3, et va considérablement compliquer la résolution de l'équation 2.12.

### 2.2.2.2 Méthodes pratiques d'approximation de la perméabilité

Dans la littérature, on trouve plusieurs approches pour évaluer la perméabilité des boîtiers semi hermétiques sans passer par une modélisation du phénomène de diffusion. En général, il s'agit de déterminer un taux de fuite de gaz à partir des propriétés du polymère utilisé, ou d'estimer grossièrement la durée de vie d'un composant en fonction des spécifications imposées pour la composition de l'atmosphère de travail.

#### a) Détermination du taux de fuite équivalent

La manière la plus naturelle de traiter le problème de la perméation des gaz à travers le scellement d'une cavité semi hermétiques est de déterminer un taux de fuite de la même façon que pour un écoulement moléculaire. D'après Greenhouse [Gre01], dans le cas d'un scellement organique, on peut définir le taux de fuite de la cavité à partir des dimensions et des propriétés de perméation du polymère utilisé pour l'anneau de scellement :

$$R = \frac{SDA\Delta p}{l} \quad \text{Equation 1.14}$$

On obtient R le taux de fuite du gaz considéré en  $\text{atm.cm}^3.\text{s}^{-1}$  avec S la solubilité du gaz dans le polymère, D le coefficient de diffusion du gaz à travers le polymère en  $\text{cm}^2.\text{s}^{-1}$ , A la surface de l'anneau de scellement en contact avec l'atmosphère extérieure en  $\text{cm}^2$ ,  $\Delta p$  la différence de pression partielle entre l'intérieur et l'extérieur de la cavité en atm et l l'épaisseur du scellement en cm.

La plupart du temps, la solubilité S et le coefficient de diffusion D sont combinés en un coefficient K, qui représente la perméabilité de l'anneau de scellement. Le taux de fuite est donc plutôt exprimé en fonction de la perméabilité K, elle aussi en  $\text{cm}^2.\text{s}^{-1}$  :

$$R = \frac{KA\Delta p}{l} \quad \text{Equation 2.15}$$

Une fois le taux de fuite déterminé, on peut facilement calculer la quantité de gaz qui va entrer dans le boîtier en fonction du temps, en appliquant les calculs présentés dans le paragraphe 02.2.1.2.

$$Q = \Delta p \left( 1 - e^{-\frac{Rt}{\Delta p V}} \right) = \Delta p \left( 1 - e^{-\frac{KA t}{lV}} \right) \quad \text{Equation 2.16}$$

Toutefois, contrairement aux fuites dues au phénomène d'écoulement moléculaire, dans le cas de la diffusion il n'est pas possible de déduire le taux de fuite du boîtier pour n'importe quel gaz, en utilisant la relation 2.6. Si on veut établir le taux de fuite pour un gaz donné, il est obligatoire de connaître la perméabilité de l'anneau de scellement pour ce gaz particulier. Cela pose un réel problème, les coefficients de diffusion et de solubilité étant pour la plupart des gaz difficilement mesurables.

### b) Calcul du temps de pénétration des gaz

En se basant sur l'équation 2.16, il est possible de calculer la durée de vie d'un composant encapsulé dans un boîtier quasi hermétique, si on connaît la pression maximale de gaz autorisée à l'intérieur du boîtier et les conditions de pression auxquelles il sera soumis. Pour cela, il suffit d'utiliser la relation suivante :

$$t = \frac{Vl}{KA} \ln\left(\frac{p_0 - p_1}{p_0 - p_2}\right) \quad \text{Equation 2.17}$$

Avec V le volume interne du boîtier en cm<sup>3</sup>, l l'épaisseur de l'anneau de scellement en cm, K la perméabilité en cm<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup>, A la surface de l'anneau de scellement en contact avec l'environnement en cm<sup>2</sup>, p<sub>0</sub> la pression externe, p<sub>1</sub> la pression initiale à l'intérieur du boîtier et p<sub>2</sub> la pression maximale autorisée à l'intérieur du boîtier. On obtient t le temps au bout duquel la pression p<sub>2</sub> est atteinte en s.

Dans la littérature, la perméabilité de l'adhésif est souvent exprimée en unités moins conventionnelles. Pour les calculs de pénétration de vapeur d'eau par diffusion à travers les polymères, on trouve par exemple fréquemment l'équation suivante [Tra77, Ko95] :

$$t = \frac{Vl}{PART} \ln\left(\frac{p_0 - p_1}{p_0 - p_2}\right) \quad \text{Equation 2.18}$$

Avec P la perméabilité exprimée en g.cm<sup>-1</sup>.s<sup>-1</sup>.torr<sup>-1</sup>, R la constante des gaz parfaits (R<sub>c</sub> = 3465 torr.cm<sup>3</sup>.K<sup>-1</sup>.g<sub>H2O</sub><sup>-1</sup>) et T la température en K. Cette équation sert notamment de base à des graphes permettant de comparer l'efficacité de différents matériaux du point de vue de l'herméticité des boîtiers.

La Fig. 2.5 représente en abscisse le temps nécessaire pour atteindre 50% de l'humidité extérieure dans un boîtier scellé en environnement sec, en fonction du coefficient de perméation du matériau utilisé pour réaliser le boîtier et de son épaisseur. Dans ce cas précis, on ne s'intéresse pas à la diffusion de vapeur d'eau à travers un anneau de scellement mais à travers les parois du boîtier lui-même.

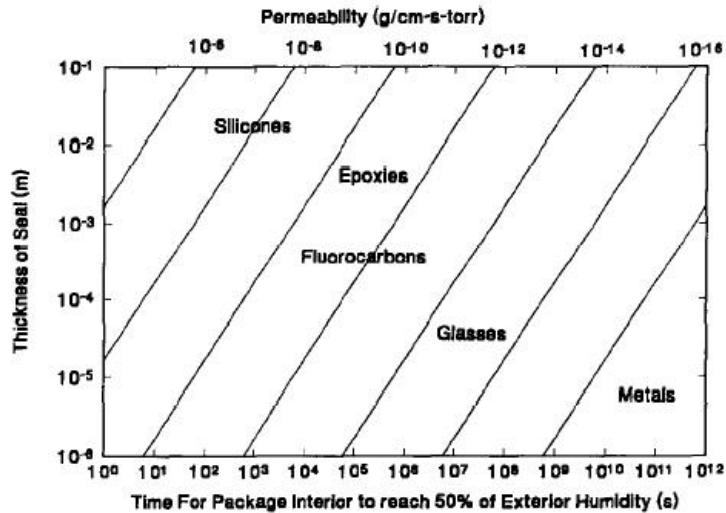


Fig. 2.5 Efficacité des matériaux du point de vue de l'herméticité [Ko95]

Ce type de graphe permet de se faire une idée de l'influence du choix du matériau utilisé pour réaliser l'encapsulation sur l'herméticité du boîtier. On voit notamment que les verres et les métaux ont une perméabilité nettement inférieure aux matériaux polymères, et que par conséquent la diffusion à travers ce type de matériaux est quasiment inexistante.

## 2.3 TECHNIQUE CLASSIQUE DE MESURE DU TAUX DE FUITE

En pratique, pour déterminer l'herméticité des boîtiers microélectroniques, on se réfère généralement à la méthode 1014 de la norme militaire américaine MIL-STD-883 [MIL95]. Cette norme recense la totalité des méthodes de test d'herméticité homologuées, et définit les valeurs limites de taux de fuite autorisées ainsi que les conditions de rejet ou d'acceptation des boîtiers testés pour chacune des méthodes.

Toutefois, parmi l'ensemble des méthodes définies dans la norme, la technique la plus largement utilisée pour le test fines fuites reste la mesure du taux de fuite d'hélium, qui consiste à mesurer la quantité de gaz s'échappant du boîtier testé après pressurisation à l'hélium. Nous verrons que même si cette méthode comporte de réels avantages, elle présente également plusieurs inconvénients majeurs.

### 2.3.1 LA METHODE 1014 DE LA NORME MIL-883

La méthode 1014 de la norme MIL-883 ne décrit pas une méthode standard de détermination de l'herméticité. Elle regroupe un ensemble de techniques homologuées pour certifier l'herméticité du scellement des boîtiers microélectroniques. La norme contient donc toute une série de tests, dont certains sont largement employés, alors que d'autres ne sont en pratique que très rarement utilisés.

La norme établit néanmoins une procédure de test à respecter : les boîtiers doivent tout d'abord subir un test « fines fuites » afin de s'assurer qu'ils ne présentent pas de fuites dues aux mécanismes présentés dans le paragraphe 2.2. Si ce test est concluant, les boîtiers sont ensuite soumis à un second test dit test « grosses fuites » qui permet de détecter les fuites plus importantes, indécélables en utilisant les techniques de test fines fuites.

### 2.3.1.1 Les tests fines fuites

Les tests fines fuites permettent de détecter des taux de fuite très faibles, qui correspondent à des écoulements moléculaires à travers des microfissures ou à des phénomènes de diffusion moléculaire à travers les matériaux organiques. La méthode 1014 de la norme MIL-883 définit plusieurs méthodes de test fines fuites.

#### a) Tests de fuite d'hélium

Les tests A<sub>1</sub> et A<sub>2</sub> de la méthode 1014 sont tous les deux basés sur la mesure du taux de fuite d'hélium des boîtiers testés. Ce sont les tests d'herméticité les plus fréquemment utilisés pour la détection des fines fuites.

- Le test A<sub>1</sub> est une méthode fixe de détermination de l'herméticité. Le test impose des conditions d'exposition à l'hélium en fonction du volume interne du boîtier testé. Le taux de fuite maximum autorisé pour un boîtier hermétique est également fixé en fonction du volume interne du boîtier. Les conditions d'exposition à l'hélium et les taux de fuite limites sont exposés dans le Tableau 2.1. P<sub>E</sub> représente la pression d'hélium à laquelle le boîtier est exposé avant la mesure du taux de fuite. t<sub>1</sub> est le temps maximum d'exposition à l'hélium, et t<sub>2</sub> est le temps maximum entre l'exposition à l'hélium et la mesure du taux de fuite.

Volume interne du boîtier (cm <sup>3</sup> )	Conditions d'exposition			Taux de fuite d'hélium limite (atm.cm <sup>3</sup> .s <sup>-1</sup> )
	Pression d'exposition P <sub>E</sub> (Psi)	Temps minimum d'exposition minimum t <sub>1</sub> (h)	Temps de repos maximum t <sub>2</sub> (h)	
<0,05	75	2	1	5.10 <sup>-8</sup>
≥0,05 - <0,5	75	4	1	5.10 <sup>-8</sup>
≥0,5 - <1,0	45	2	1	1.10 <sup>-7</sup>
≥1,0 - <10,0	45	5	1	5.10 <sup>-8</sup>
≥10,0 - <20,0	45	10	1	5.10 <sup>-8</sup>

Tableau 2.1 Taux de fuite d'hélium maximums autorisés pour le test A<sub>1</sub>

Dans le cas qui nous intéresse, c'est-à-dire pour le test des micro boîtiers avec scellement niveau wafer, le volume interne est largement inférieur à 50 mm<sup>3</sup>. On utilise donc les spécifications de la première ligne du tableau.

- Le test A<sub>2</sub> est la version « flexible » du test A<sub>1</sub>. Il permet d'adapter les conditions d'exposition à l'hélium en fonction de la résolution du détecteur de fuite d'hélium disponible. Cette fois-ci, la norme ne donne pas le taux de fuite d'hélium maximum, mais le taux de fuite d'air standard autorisé. Le taux de fuite d'air standard du boîtier est calculé à partir des conditions d'exposition utilisées et du taux de fuite d'hélium mesuré, en utilisant l'équation de Howl et Mann :

$$R = \frac{L_A P_E}{P_0} \sqrt{\frac{M_A}{M}} \left( 1 - e^{-\frac{L_A t_1}{V P_0} \sqrt{\frac{M_A}{M}}} \right) e^{-\frac{L_A t_2}{V P_0} \sqrt{\frac{M_A}{M}}} \quad \text{Equation 2.19}$$

On déduit L<sub>A</sub> le taux de fuite standard d'air en atm.cm<sup>3</sup>.s<sup>-1</sup> avec R le taux de fuite d'hélium mesuré en atm.cm<sup>3</sup>.s<sup>-1</sup>, P<sub>E</sub> la pression d'exposition à l'hélium en atm, P<sub>0</sub> la pression atmosphérique (1 atm), M<sub>A</sub> la masse molaire de l'air (28,7 g.mol<sup>-1</sup>), M la masse molaire de l'hélium (4 g.mol<sup>-1</sup>), t<sub>1</sub> le temps de pressurisation en s, t<sub>2</sub> le temps entre la mise sous vide et la mesure du taux de fuite en s et V le volume de la cavité en cm<sup>3</sup>.

Le tableau 2.2 rassemble les taux de fuite d'air standard maximum autorisés en fonction du volume interne des micro boîtiers.

Volume interne du boîtier (cm <sup>3</sup> )	Taux de fuite d'air standard limite (atm.cm <sup>3</sup> .s <sup>-1</sup> )
≤0,01	5.10 <sup>-8</sup>
>0,01 - ≤0,4	1.10 <sup>-7</sup>
>0,4	1.10 <sup>-6</sup>

**Tableau 2.2 Taux de fuite d'air standard maximums autorisés pour le test A<sub>2</sub>**

### b) Test de fuite par radioisotope

Le test fines fuites par radioisotope ou test B, reprend le même principe que les tests A<sub>1</sub> et A<sub>2</sub>. Là encore, on mesure le taux de fuite du boîtier après exposition à un gaz traceur. Néanmoins cette fois-ci, on n'utilise pas l'hélium mais un gaz radioactif, le krypton-85.

Le boîtier est tout d'abord exposé à une pression minimum de 2 atm d'un mélange de krypton-85 et d'azote pendant au moins 12 minutes. Puis on détermine la concentration de Krypton-85 à l'intérieur de la cavité en comptant les particules radioactives présentes dans le boîtier. Une fois le taux de fuite de krypton-85 déterminé, il suffit de le comparer aux taux de fuite limites présentés dans le tableau 2.3 pour vérifier l'herméticité du boîtier.



Volume interne du boîtier (cm <sup>3</sup> )	Taux de fuite de krypton limite (atm.cm <sup>3</sup> .s <sup>-1</sup> )
≤0,01	1.10 <sup>-8</sup>
>0,01 - ≤0,4	5.10 <sup>-8</sup>
>0,4	5.10 <sup>-7</sup>

**Tableau 2.3 Taux de fuite de krypton-85 maximums autorisés pour le test B**

En pratique, cette méthode de test est beaucoup moins utilisée que les méthodes de test basées sur la mesure du taux de fuite d'hélium. En effet, les gaz radioactifs comme le krypton-85 sont dangereux. Ils sont donc soumis à une réglementation très stricte, et nécessitent l'obtention de licences spéciales. Il est donc beaucoup plus simple d'utiliser des gaz comme l'hélium, qui présentent beaucoup moins de risques.

### c) Test optique grosses/fines fuites

La dernière méthode de test fines fuites décrite dans la méthode 1014 est le test optique grosses/fines fuites, ou test C<sub>5</sub>. Pour ce test, le boîtier est placé dans une chambre contrôlée en pression. On évacue dans un premier temps l'atmosphère de la chambre, puis on maintient la pression à un faible niveau pendant un temps t<sub>1</sub> déterminé. La chambre est ensuite repressurisée avec de l'hélium à 30 psi et maintenue à cette pression durant un temps t<sub>2</sub>. Durant toute la durée du test, la déflexion du capot du boîtier est observée à l'aide d'un interféromètre optique.

Le boîtier est déclaré non conforme en herméticité dans les cas de figure suivants :

- Si l'interféromètre ne détecte pas de déflexion du capot durant la descente en pression à l'intérieur de la chambre
- Si l'interféromètre détecte une variation de la déflexion durant le temps t<sub>1</sub> où la pression à l'intérieur de la chambre est maintenue à un faible niveau
- Si l'interféromètre détecte une variation de la déflexion durant le temps t<sub>2</sub> où la pression à l'intérieur de la chambre est maintenue à 30 psi

La norme précise bien que cette technique n'est applicable que sur des boîtiers dont le capot est suffisamment fin, à condition que la relation suivante soit vérifiée :

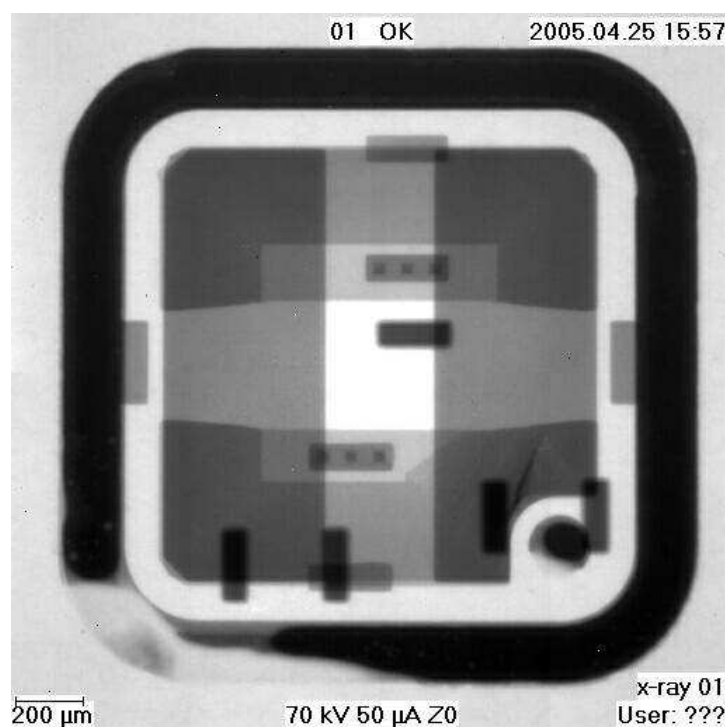
$$\frac{R^4}{ET^3} > 10^{-3} \quad \text{Equation 2.20}$$

Avec R la dimension minimale de la surface libérée du capot en pouces (la largeur dans le cas d'un boîtier rectangulaire), E le module de Young du matériau utilisé en GPa et T l'épaisseur du capot en pouces.

Le test  $C_5$  est donc un test qualitatif, applicable aux boîtiers dont le capot est suffisamment fin, et qui permet de valider simplement l'herméticité des micro boîtiers. Toutefois, la technique d'observation de la déflexion du capot utilisée pour ce test offre des possibilités supplémentaires. En effet, la déflexion du capot est proportionnelle à la différence de pression entre l'extérieur et l'intérieur de la cavité. Si l'on dispose d'un interféromètre suffisamment précis, il est donc possible de calculer le taux de fuite d'un boîtier à partir de la mesure des variations de déflexion. Cette technique peut être utilisée comme alternative au test de fuite d'hélium, comme nous le verrons par la suite.

### 2.3.1.2 Les tests grosses fuites

Une fois le test fines fuites effectué, les boîtiers fonctionnels sont soumis à un test supplémentaire, dit test grosses fuites. Le test grosses fuites permet de détecter des fuites plus importantes, généralement dues à des écoulements visqueux à travers des fissures plus larges, et indétectables avec les techniques utilisées pour le test fines fuites, à l'exception du test optique qui permet de détecter les 2 types de fuites. La Fig. 2.6 montre un exemple de boîtier présentant une grosse fuite au niveau de l'anneau de scellement.



---

**Fig. 2.6** Image RX d'un anneau de scellement eutectique défectueux – Grosse fuite

Ces tests sont réalisés en dernier, après les tests fines fuites. Leur étude n'entre pas dans le cadre de cette thèse. Néanmoins, étant donné que le test grosses fuites fait partie intégrante de la méthode 1014 de la norme MIL-883, il est intéressant de détailler les différents tests disponibles.

**a) Tests de fuite d'hydrocarbures perfluorés**

Les tests grosses fuites les plus fréquemment utilisés sont les tests aux hydrocarbures perfluorés. Les boîtiers sont placés dans une chambre sous vide pendant 30 minutes. Puis la chambre est remplie d'un liquide détecteur, et les boîtiers sont pressurisés suivant les spécifications du Tableau 2.4. S'il y a des fuites, le liquide détecteur va alors pénétrer dans les cavités.

Pression minimum (psi)	Temps minimum de pressurisation (heures)	
	C <sub>1</sub>	C <sub>3</sub>
30	23,5	12
45	8	4
60	4	2
75	2	1
90	1	0,5
105	0,5	N/A

**Tableau 2.4 Conditions de pressurisation pour les tests C<sub>1</sub> et C<sub>3</sub>**

Après l'étape de pressurisation, les boîtiers sont sortis de la chambre et séchés. On a alors le choix entre deux techniques pour détecter les éventuelles fuites :

- Pour le test C<sub>1</sub>, les boîtiers sont immergés dans un liquide indicateur maintenu à 125°C. Ils sont ensuite observés à l'aide d'une loupe avec un éclairage spécial. S'il y a apparition d'un filet de bulles en un point déterminé, alors le boîtier présente une grosse fuite. Ce test est également appelé « test des bulles ». C'est de loin le test grosses fuites le plus utilisé.
- Pour le test C<sub>3</sub>, on détecte la présence de fuites à l'aide d'un détecteur de vapeur d'hydrocarbure perfluoré. Le boîtier présente des grosses fuites si le détecteur de vapeur mesure plus de 0,167 µL d'hydrocarbure perfluoré.

**b) Test de fuite de colorant**

Le test D, ou test du colorant, est un test destructif permettant de détecter les grosses fuites. Les boîtiers sont tout d'abord placés dans une chambre remplie d'un liquide colorant. Puis la chambre est pressurisée à 105 psi pour 3 heures minimum. Si les boîtiers testés ne supportent pas les 105 psi, la norme prévoit également des conditions de pressurisation moins contraignantes (60 psi pendant 10 heures). Les boîtiers sont ensuite retirés de la chambre, nettoyés puis ouverts pour inspection.

L'inspection est réalisée avec une loupe, en utilisant une source lumineuse ultraviolette. Le boîtier est considéré comme défectueux si l'on trouve des traces de colorant à l'intérieur de la cavité. Bien que

destructif, ce test a l'avantage de donner des informations précieuses sur les chemins de fuite à l'intérieur du cordon de scellement.

### c) Test de prise de masse

Une autre technique pour déterminer les grosses fuites consiste à simplement mesurer la masse des boîtiers testés avant et après exposition à un fluide. Cette technique est détaillée dans le test E de la méthode 1014. Les boîtiers sont dans un premier temps pesés, puis ils sont placés dans une chambre sous vide pendant une heure. La chambre est alors remplie avec un fluide détecteur (hydrocarbure perfluoré) et pressurisée à 75 psi minimum pendant 2 heures pour que le fluide pénètre dans la cavité. Puis les boîtiers sont séchés et pesés à nouveau.

Si les boîtiers présentent des fuites, le fluide va pénétrer dans la cavité lors de la pressurisation. La masse va donc légèrement augmenter entre les deux mesures. On considère que les boîtiers présentent une grosse fuite si le gain de masse est supérieur à 1 mg si le volume interne de la cavité est  $\leq 0,01 \text{ cm}^3$ , ou 2 mg si le volume interne de la cavité est  $> 0,01 \text{ cm}^3$ .

## 2.3.2 LE TEST DE FUITE D'HELIUM

Pour la détection des fines fuites et la détermination du taux de fuite, nous avons vu que la technique la plus fréquemment utilisée restait le test de fuite d'hélium. Le principe de ce test de fuite est relativement simple. Le boîtier est tout d'abord placé dans une enceinte pressurisée avec de l'hélium pendant une durée fixée. S'il y a des fuites, l'hélium va alors pénétrer à l'intérieur de la cavité. Une fois l'enceinte dépressurisée, on mesure la quantité d'hélium qui s'échappe de la cavité à l'aide d'un détecteur de fuites. La Fig. 2.7 présente le dispositif expérimental utilisé au cours de la thèse pour réaliser ces tests de fuite d'hélium.

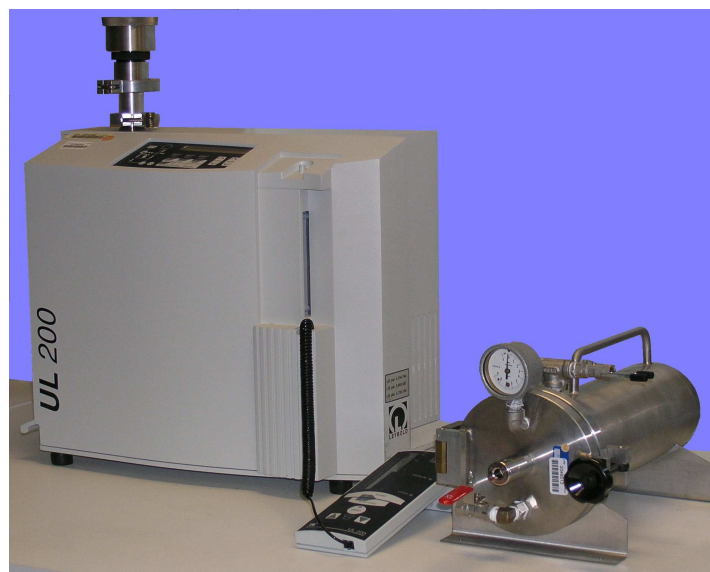


Fig. 2.7 Détecteur de fuite Leybold UL200 et chambre de pressurisation à l'hélium des micro boîtiers

Une fois le taux de fuite d'hélium déterminé dans les conditions du test, on peut ensuite en déduire le taux de fuite standard en utilisant les équations présentées dans le chapitre 2.2.1.2.

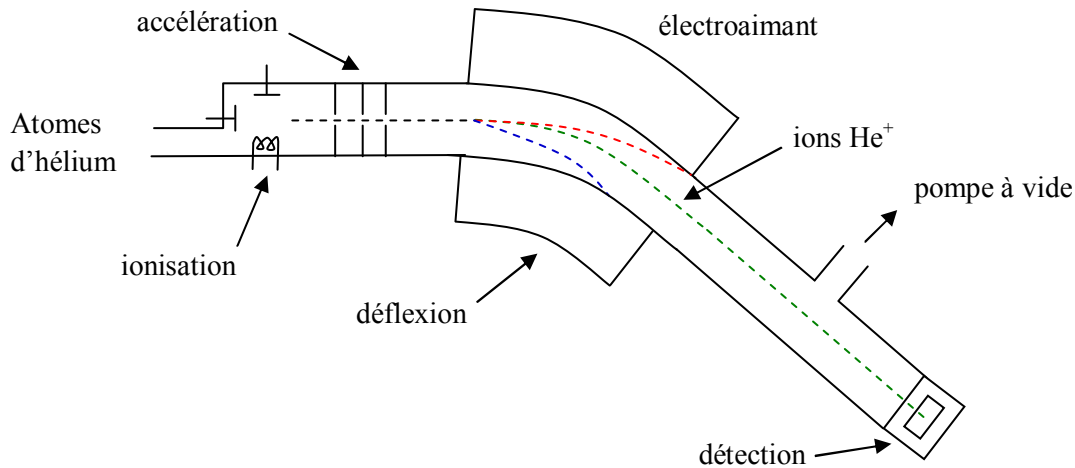
### 2.3.2.1 *Testeur de fuite d'hélium*

Pour déterminer le taux de fuite d'hélium du boîtier après pressurisation, on utilise un appareil appelé testeur de fuite d'hélium. Cet appareil est en réalité un spectromètre de masse calibré de manière à détecter uniquement les atomes d'hélium. Le principe de fonctionnement du testeur de fuites est donc similaire à celui du spectromètre de masse [Spec].

- Après l'exposition à l'hélium, le boîtier est placé dans le testeur, dans une chambre maintenue sous vide. La différence de pression partielle d'hélium entre l'intérieur du boîtier et l'extérieur maintenu sous vide va permettre aux atomes d'hélium rentrés durant la phase de pressurisation de sortir de la cavité.
- Une fois dans le testeur, les atomes sont ionisés afin de les transformer en fragments projectiles. Les atomes sont bombardés d'électrons générés par une bobine chauffée électriquement, et les collisions ainsi engendrées arrachent des électrons qui sont collectés par une électrode chargée positivement. On obtient donc après la phase d'ionisation des ions  $\text{He}^+$  qui sont expulsés vers la chambre d'accélération grâce à une autre plaque métallique chargée positivement.
- Lors de la phase suivante, les particules sont accélérées en diminuant progressivement le champ électrique auquel ils sont soumis. Pour cela, on fait passer le faisceau d'ions à travers des fentes pratiquées dans des plaques métalliques soumises à des tensions décroissantes. On passe ainsi d'une tension d'environ 10000V à l'intérieur de la chambre d'ionisation, à une tension de 0V à la sortie de la dernière plaque.
- Les ions accélérés sont ensuite filtrés et triés par masse. Pour cela, on les soumet généralement à un champ magnétique qui va infléchir leur trajectoire. La déflexion étant proportionnelle au rapport masse/charge, en admettant que les ions présentent tous la même charge, la déflexion sera plus importante pour les ions les plus légers. C'est cette technique qui est représentée dans le schéma de la Fig. 2.8. Le tri peut également être effectué par mesure du temps de vol, la vitesse étant là encore dépendante du rapport masse/charge des différents ions à la sortie de la chambre d'accélération. Ce tri permet de séparer les atomes d'hélium des autres molécules éventuellement présentes dans le testeur lors de la mesure.
- Une fois les ions  $\text{He}^+$  filtrés, ils sont projetés vers un capteur électrique constitué d'une simple boîte métallique. Lorsqu'un ion heurte la boîte, sa charge positive est neutralisée par un électron qui est arraché au métal. Les électrons ainsi arrachés libèrent des places à l'intérieur du métal, ce qui crée un flux d'électrons et donc un courant électrique proportionnel au

nombre d'ions collectés au niveau de la plaque. On peut ainsi compter le nombre d'atomes d'hélium qui se sont échappés du boîtier et qui ont été ionisés.

La Fig. 2.8 présente le principe de fonctionnement d'un détecteur de fuite d'hélium. Dans cet exemple, le filtrage des atomes d'hélium est réalisé à l'aide d'un électroaimant qui va générer un champ magnétique sur le parcours des molécules ionisées.



**Fig. 2.8** Principe de fonctionnement d'un testeur de fuite d'hélium à déflexion magnétique.

Les ions  $\text{He}^+$  détectés au niveau du capteur sont ensuite comptés, afin de définir un taux de fuite exprimé en  $\text{atm.cm}^3.\text{s}^{-1}$ . Actuellement, les détecteurs de fuite d'hélium les plus performants permettent de détecter des taux de fuite de  $5.10^{-12} \text{ atm.cm}^3.\text{s}^{-1}$ , soit 4 ordres de grandeur au-dessous des taux de fuite spécifiés dans la norme MIL.

### 2.3.2.2 Calcul du taux de fuite standard

Le testeur de fuites d'hélium permet d'obtenir le taux de fuite d'un boîtier préalablement soumis à des conditions de pression particulières. Toutefois, si l'on veut obtenir un taux de fuite réellement significatif de l'herméticité du boîtier testé, pour pouvoir le comparer avec d'autres boîtiers de dimensions différentes, ou testés dans des conditions différentes, il est nécessaire de convertir ce taux de fuite en taux de fuite standard.

Pour cela, on utilise les équations de mécanique des fluides présentées dans le paragraphe 2.2.1, en prenant en compte les conditions de pression et les temps d'exposition à l'hélium auxquels a été soumis le boîtier avant la mesure du taux de fuite.

D'après l'équation 2.5, on peut exprimer le taux de fuite d'hélium mesuré  $R$  en fonction du taux de fuite standard d'hélium  $L$  de la manière suivante :

$$R = \frac{\Delta P}{P_0} L \quad \text{Equation 2.21}$$

Le taux de fuite R étant connu, et la pression de l'air  $P_0$  étant fixée à 1 atm, il faut donc déterminer  $\Delta P$  la différence de pression partielle entre l'intérieur et l'extérieur du boîtier au moment de la mesure de R.

Initialement, le boîtier ne contient pas d'hélium. Puis il est exposé à une pression  $P_E$  d'hélium pendant un temps  $t_1$ , afin de faire pénétrer le gaz par les fuites éventuelles. D'après l'équation 2.10, la pression partielle d'hélium à l'intérieur du boîtier à la fin de l'exposition sera donc égale à :

$$P_{in1} = P_E \left( 1 - e^{-\frac{Lt_1}{VP_0}} \right) \quad \text{Equation 2.22}$$

Après l'exposition à l'hélium, le boîtier est sorti de l'enceinte pressurisée avant d'être placé dans le testeur de fuites d'hélium pour réaliser la mesure du taux de fuite. Pendant cette période, le boîtier est soumis à une atmosphère externe dépourvue d'hélium. La différence de pression partielle d'hélium entre l'extérieur et l'intérieur de la cavité est alors négative. L'hélium va donc fuir hors de la cavité. D'après l'équation 2.9, si l'on note  $t_2$  la durée de la transition entre l'exposition à l'hélium et la mesure du taux de fuite, la quantité de gaz présente dans le boîtier au moment de la mesure du taux de fuite est donc donnée par l'équation suivante :

$$\Delta P = P_{in1} e^{-\frac{Lt_2}{VP_0}} \quad \text{Equation 2.23}$$

Et en remplaçant  $P_{in1}$  par son expression en fonction du taux de fuite standard d'hélium L établie dans l'équation 2.22 :

$$\Delta P = P_E \left( 1 - e^{-\frac{Lt_1}{VP_0}} \right) e^{-\frac{Lt_2}{VP_0}} \quad \text{Equation 2.24}$$

Si l'on réécrit l'équation 2.21 en remplaçant  $\Delta P$  par la relation présentée ci-dessus, on obtient donc bien l'expression du taux de fuite d'hélium R en fonction du taux de fuite standard L :

$$R = \frac{LP_E}{P_0} \left( 1 - e^{-\frac{Lt_1}{VP_0}} \right) e^{-\frac{Lt_2}{VP_0}} \quad \text{Equation 2.25}$$

R et L sont exprimés en  $\text{atm.cm}^3.\text{s}^{-1}$ , avec  $P_E$  la pression d'hélium pendant l'exposition du boîtier en atm,  $P_0$  la pression atmosphérique ( $P_0 = 1\text{bar}$ ),  $t_1$  le temps d'exposition à l'hélium et  $t_2$  la durée de la transition entre l'exposition et la mesure du taux de fuite en s et V le volume interne du boîtier testé en  $\text{cm}^3$ .

Cette équation, proposée pour la première fois par Howl et Mann en 1965, permet de déterminer le taux de fuite standard d'hélium L du boîtier testé à partir de la mesure du taux de fuite obtenue grâce au testeur. Dans la majorité des cas, on préfère comparer les taux de fuite standard d'air plutôt que les taux de fuite standard d'hélium. Pour cela, il suffit de remplacer L dans l'équation 2.25 par son

expression en fonction du taux de fuite standard d'air  $L_A$ , en utilisant l'équation 2.6. On obtient alors l'équation 2.19, utilisée pour le test  $A_2$  de la méthode 1014 de la norme MIL-883 (cf. l'équation 2.19).

### 2.3.3 ANALYSE ET CRITIQUE

Si le test de fuite d'hélium est autant utilisé pour la détermination de l'herméticité des boîtiers microélectroniques, c'est parce qu'il est beaucoup plus simple à mettre en œuvre que les autres techniques décrites dans la norme. En effet, il ne nécessite pas la manipulation de gaz radioactifs comme pour le test par radioisotope, et il est directement applicable à n'importe quelle cavité, contrairement au test optique dont les performances dépendent grandement des matériaux utilisés et de l'épaisseur du capot du boîtier. Cette méthode de test a néanmoins ses limites, et elle présente plusieurs inconvénients.

#### 2.3.3.1 Limites de détection

Dans le texte de la norme, on n'explique nulle part le choix des taux de fuite maximums autorisés pour la détermination de l'herméticité. Les tests  $A_1$  et  $A_2$  spécifient des taux de fuite limite en fonction du volume du boîtier testé (cf. Tableau 2.1 et Tableau 2.2), mais ces taux limites ne tiennent pas compte des besoins de l'utilisateur en matière d'herméticité.

En réalité, les taux de fuite spécifiés correspondent aux limites de détection des testeurs de fuite d'hélium au moment de la rédaction de la norme, à savoir  $5.10^{-8}$  atm.cm<sup>3</sup>.s<sup>-1</sup> pour les volumes inférieurs à 50 mm<sup>3</sup> pour le test  $A_1$ . On peut donc légitimement s'interroger sur la pertinence de ces taux de fuite limites, notamment pour les boîtiers présentant un faible volume ( $V \leq 1$  mm<sup>3</sup>).

##### a) Calcul du taux de fuite limite

Pour vérifier les valeurs de taux de fuite standard limites spécifiées dans la norme, il est intéressant de refaire les calculs de taux de fuite à partir des équations présentées dans le paragraphe 2.2.1.

Il faut donc établir le taux de fuite standard maximum acceptable pour le boîtier testé à partir de la quantité de gaz maximum qui pourra pénétrer dans la cavité pendant la durée de vie du composant encapsulé. Pour cela, on utilise l'équation 2.10 qui, reformulée pour obtenir l'expression du taux de fuite standard, donne l'équation suivante :

$$L = -\frac{V}{t} \ln\left(1 - \frac{Q_{inP}}{\Delta p_0}\right) \quad \text{Equation 2.26}$$

Pour pouvoir comparer le taux de fuite obtenu à ceux de la norme, et en particulier à ceux du test  $A_2$ , il faut ensuite convertir le taux de fuite standard du gaz considéré en taux de fuite standard d'air en utilisant l'équation 2.6. On obtient donc finalement l'expression du taux de fuite standard d'air maximum autorisé :



$$L_A = -\sqrt{\frac{M}{M_A}} \frac{V}{t} \ln\left(1 - \frac{Q_{inP}}{\Delta p_0}\right) \quad \text{Equation 2.27}$$

Avec  $L_A$  le taux de fuite standard d'air maximum autorisé en  $\text{atm.cm}^3.\text{s}^{-1}$ ,  $M$  la masse molaire du gaz considéré et  $M_A$  la masse molaire de l'air ( $28,7 \text{ g.mol}^{-1}$ ),  $V$  le volume de la cavité en  $\text{cm}^3$ ,  $t$  la durée de vie du composant en s,  $Q_{inP}$  la pression de gaz maximum autorisée à pénétrer dans la cavité durant cette durée de vie en atm et  $\Delta p_0$  la différence initiale de pression du gaz considéré entre l'intérieur et l'extérieur de la cavité en atm.

Il suffit ensuite d'appliquer cette équation pour un boîtier donné, avec un volume et une atmosphère de scellement déterminés, en tenant compte des spécifications de durée de vie et d'herméticité désirées pour déterminer le taux de fuite standard d'air maximum autorisé.

Par exemple pour un boîtier de  $10 \text{ mm}^3$ , ne contenant initialement pas d'eau, exposé à l'air ambiant ( $p_{\text{H}_2\text{O}} = 0,02 \text{ atm}$ ) et pour lequel on tolère une augmentation de la pression partielle de vapeur d'eau de  $5.10^{-3} \text{ atm}$ , ce qui correspond à une variation de la pression de 5000 ppm pour une pression interne de la cavité de 1 atm on obtient, sachant que  $M_{\text{H}_2\text{O}} = 18\text{g.mol}^{-1}$  :

$L_A = 7,3.10^{-11} \text{ atm.cm}^3.\text{s}^{-1}$  pour une durée de vie désirée de 1 an

$L_A = 3,6.10^{-11} \text{ atm.cm}^3.\text{s}^{-1}$  pour une durée de vie désirée de 2 ans

$L_A = 1,5.10^{-11} \text{ atm.cm}^3.\text{s}^{-1}$  pour une durée de vie désirée de 5 ans

Ces valeurs sont nettement inférieures à celle donnée dans le test  $A_2$  pour les boîtiers dont le volume interne est inférieur ou égal à  $10 \text{ mm}^3$  ( $L_A = 5.10^{-8} \text{ atm.cm}^3.\text{s}^{-1}$ , cf. Tableau 2.2).

A l'inverse, il peut être intéressant de calculer la durée de vie de ce même boîtier avec le taux de fuite standard spécifié par la norme. On obtient alors  $t = 12\text{h } 47\text{min}$ . De même, on peut déterminer qu'avec ce taux de fuite, la pression partielle de vapeur d'eau à l'intérieur du boîtier atteindra 50% de la pression partielle extérieure en  $30\text{h } 48\text{min}$ . L'herméticité n'est donc pas du tout assurée.

L'insuffisance de la norme est encore plus évidente si l'on teste des boîtiers de volume inférieur. Pour un volume interne d' $1\text{mm}^3$ , avec un taux de fuite standard équivalent au taux de fuite maximum spécifié par la norme on atteindra une pression partielle de vapeur d'eau de  $5.10^{-3} \text{ atm}$  après seulement  $1\text{h } 17\text{min}$ , et 50% de la pression partielle extérieure au bout de  $3\text{h } 5\text{min}$ .

### b) Résolution de l'analyseur de gaz

Les calculs effectués dans le paragraphe précédent montrent que les valeurs de taux de fuite maximums spécifiées par la norme sont largement surestimées. Il est donc recommandé de calculer pour chaque application le taux de fuite maximum toléré en fonction des besoins en herméticité.

Cela pose un autre problème pour la réalisation des tests, la résolution des détecteurs de fuite d'hélium n'étant pas illimitée. Si l'on prend par exemple les conditions du test  $A_1$  ( $P_E = 75 \text{ Psi} = 5,1 \text{ atm}$ ,  $t_1 = 2\text{h}$ ,

$t_2 = 1h$ ), les taux de fuite standard exposés dans le paragraphe précédent correspondent aux taux de fuite d'hélium mesurés suivants :

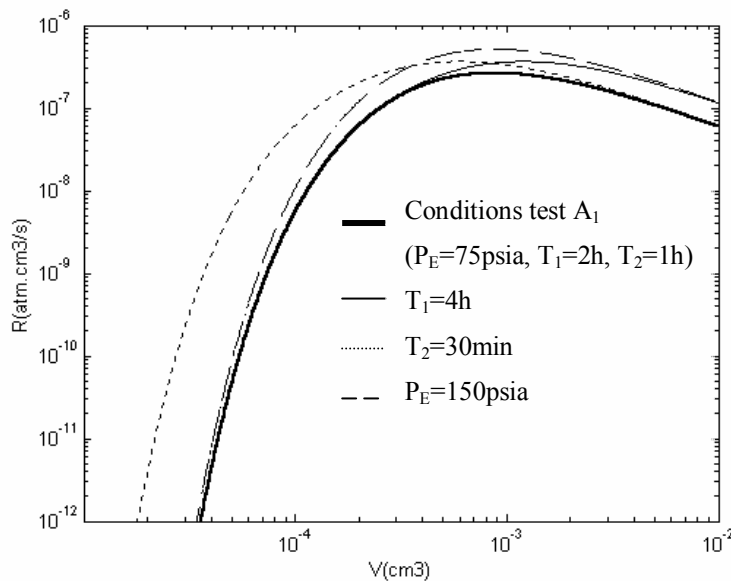
$R = 1,4 \cdot 10^{-13} \text{ atm.cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  pour une durée de vie désirée de 1 an

$R = 3,4 \cdot 10^{-14} \text{ atm.cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  pour une durée de vie désirée de 2 ans

$R = 5,9 \cdot 10^{-15} \text{ atm.cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  pour une durée de vie désirée de 5 ans

A l'heure actuelle les analyseurs les plus performants sont capables de détecter des taux de fuite de  $5 \cdot 10^{-12} \text{ atm.cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ . Ces appareils permettent de réaliser des tests sur des composants classiques, peu sensibles à l'humidité. Mais pour des boîtiers très petits et qui requièrent une herméticité poussée, leur résolution reste insuffisante comme on peut le voir avec les applications numériques. Pour résoudre ce problème, deux solutions sont possibles.

- La première solution consiste à jouer sur les paramètres expérimentaux  $P_E$ ,  $t_1$  et  $t_2$  du test  $A_2$  pour obtenir un taux de fuite d'hélium mesuré  $R$  plus grand avec l'équation de Howl et Mann (cf. équation 2.19). La Fig. 2.9 présente différentes courbes de  $R$  correspondant au taux de fuite d'air standard  $L_A = 5 \cdot 10^{-8} \text{ atm.cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  (taux indiqué dans la norme pour des cavités avec  $V < 0,01 \text{ cm}^3$ ) en fonction du volume de la cavité.



**Fig. 2.9** Taux de fuite d'hélium à mesurer en fonction du volume de la cavité avec  $L_A = 5 \cdot 10^{-8} \text{ atm.cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$

D'après les courbes obtenues, la valeur du taux de fuite d'hélium à détecter peut être augmentée en augmentant la durée de pressurisation, en diminuant le temps entre la fin de l'exposition et la mesure du taux de fuite ou en augmentant la pression d'hélium à l'intérieur de l'enceinte lors de la pressurisation. On remarque également que pour des volumes inférieurs à  $1 \text{ mm}^3$ , les courbes chutent brusquement, ce qui va dans le sens des observations faites dans le paragraphe précédent : pour des cavités de l'ordre du  $\text{mm}^3$  et au-delà, le taux de fuite limite défini dans la norme est inadapté. Il faut fixer un taux de fuite standard d'air maximum  $L_A$  plus faible.

Si l'on reprend l'exemple étudié précédemment en modifiant les conditions de test pour tenir compte des observations précédentes ( $P_E = 10\text{atm}$ ,  $t_1 = 24\text{h}$ ,  $t_2 = 30\text{min}$ ), on obtient les taux de fuite d'hélium mesurés limites suivants en fonction de la durée de vie désirée pour le composant encapsulé :

$R = 3,3 \cdot 10^{-12} \text{ atm.cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  pour une durée de vie désirée de 1 an

$R = 8,0 \cdot 10^{-13} \text{ atm.cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  pour une durée de vie désirée de 2 ans

$R = 1,3 \cdot 10^{-13} \text{ atm.cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  pour une durée de vie désirée de 5 ans

On peut noter une nette amélioration. Mais ces taux de fuite ne sont toujours pas détectables avec les appareils actuels. Pour obtenir des valeurs mesurables, il faudra exposer le boîtier à une pression d'hélium très importante pendant plusieurs jours.

- Pour pouvoir effectuer les tests rapidement, il faut donc trouver une autre solution. La méthode la plus simple est alors de sceller le boîtier directement sous hélium [Gre01]. Dans ce cas l'hélium n'entre plus dans le boîtier par les fuites éventuelles, il y est dès le départ. L'équation de Howl et Mann peut alors être remplacée par l'expression suivante :

$$R = \frac{L_A P_{He}}{P_0} \sqrt{\frac{M_A}{M}} e^{-\frac{L t}{V P_0}} \quad \text{Equation 2.28}$$

Avec  $R$  le taux de fuite d'hélium mesuré et  $L_A$  le taux de fuite standard d'air en  $\text{atm.cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ ,  $P_{He}$  la pression interne d'hélium au moment du scellement,  $P_0$  la pression atmosphérique ( $P_0 = 1\text{bar}$ ),  $M_A$  et  $M$  les masses molaires de l'air et de l'hélium (respectivement  $28,7 \text{ g.mol}^{-1}$  et  $4 \text{ g.mol}^{-1}$ ),  $t$  la durée entre le scellement et la mesure en s et  $V$  le volume du boîtier en  $\text{cm}^3$ .

Vue la faiblesse des taux de fuite mesurés, on peut négliger le terme exponentiel si le test est effectué dans le mois suivant le scellement du boîtier. Après simplification et en remplaçant  $M_A$ ,  $M$  et  $P_0$  par leur valeur, l'équation s'écrit donc :

$$R = 2,679 L_A P_{He} \quad \text{Equation 2.29}$$

En gardant l'exemple du boîtier de  $10 \text{ mm}^3$ , le scellement de la cavité sous  $1 \text{ atm}$  d'hélium permet d'obtenir des taux de fuite limites d'hélium nettement plus élevés. En appliquant l'équation 2.29, on obtient :

$R = 2,0 \cdot 10^{-10} \text{ atm.cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  pour une durée de vie désirée de 1 an

$R = 9,6 \cdot 10^{-11} \text{ atm.cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  pour une durée de vie désirée de 2 ans

$R = 4,0 \cdot 10^{-11} \text{ atm.cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  pour une durée de vie désirée de 5 ans

Avec les analyseurs de gaz actuels, on peut alors garantir l'herméticité du boîtier pour une durée de vie supérieure à 5 ans. Il est de plus tout à fait possible de sceller la cavité avec une pression d'hélium supérieure à  $1 \text{ atm}$ , de manière à obtenir une valeur de  $R$  encore plus élevée.

Cette méthode comporte toutefois des restrictions, ce procédé étant beaucoup plus coûteux que la méthode classique. En général, les cavités à tester ne nécessitant pas une herméticité aussi poussée que dans l'exemple précédent, on remplit la cavité avec 1 atm d'un mélange de 90% d'azote et de 10% d'hélium. Lors du scellement, on a ainsi une pression partielle d'hélium de 0,1 atm à l'intérieur du boîtier.

### 2.3.3.2 Zone de fuites indéterminées

La détection des très fines fuites n'est pas le seul problème lié à la résolution du détecteur de fuite. En effet, la gamme de détection du taux de fuite d'hélium est également limitée pour les taux de fuite élevés.

Si un boîtier présente une fuite suffisamment importante, l'hélium qui a pénétré dans la cavité lors de la phase de pressurisation a le temps de s'échapper avant la mesure du taux de fuite. La mesure du taux de fuite d'hélium indiquera alors un taux de fuite inférieur à la limite de détection du testeur, comme si le boîtier était bien hermétique. Pour les boîtiers de volume important, cette limite maximum de détection du taux de fuite se situe au-delà de la limite minimum de détection des tests grosses fuites et il n'y a par conséquent pas de problème. Mais pour les petits volumes, il existe une zone indéterminée entre la plage de détection du test fines fuites et la plage de détection du test grosses fuites, comme on peut le voir sur la Fig. 2.10 [Jou02].

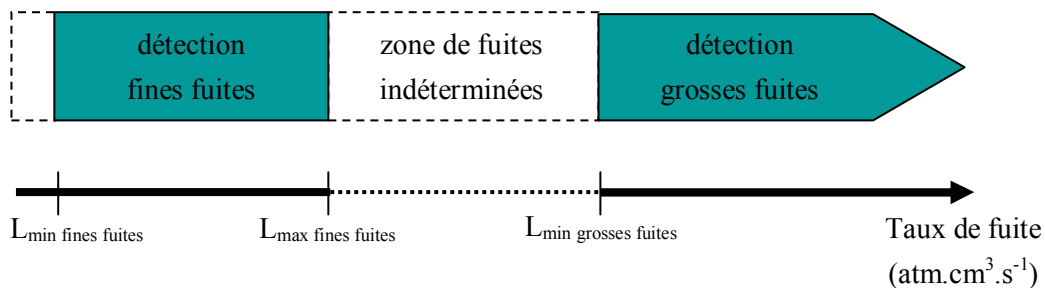


Fig. 2.10 Plages de détection fines et grosses fuites d'un micro boîtier

Si l'on considère que le test grosses fuites le plus fréquemment utilisé, à savoir le test d'hydrocarbures perfluorés ou test « des bulles », permet de détecter des taux de fuites jusqu'à  $10^{-4}$  atm.cm<sup>3</sup>.s<sup>-1</sup> [Tum89], le taux de fuite standard maximum détectable par le test de fuites d'hélium doit donc être supérieur à cette valeur.

Pour un temps  $t_2$  entre la fin de la pressurisation à l'hélium et la mesure du taux de fuite réaliste, de l'ordre de 5 min, il est intéressant de calculer cette limite supérieure pour différents volumes de boîtiers. Pour cela, il suffit d'appliquer l'équation d'Howl et Mann (cf. équation 2.19) en prenant comme valeur de R le taux de fuite d'hélium minimum détectable avec les testeurs actuels ( $R = 5.10^{-8}$  atm.cm<sup>3</sup>.s<sup>-1</sup>).

Pour une pressurisation à  $P_E = 5,1$  atm pendant  $t_1 = 2h$ , comme spécifié dans le test  $A_1$ , le taux de fuite standard d'air maximum détectable est de  $1,3 \cdot 10^{-4}$  atm.cm<sup>3</sup>.s<sup>-1</sup> pour un volume de 0,01 cm<sup>3</sup>. La limite de détection est supérieure à la limite minimale du test grosses fuites, il n'y a donc pas de zone indéterminée. En revanche, pour un volume du boîtier testé égal à 1 mm<sup>3</sup>, le taux de fuite standard d'air maximum détectable n'est plus que de  $9,8 \cdot 10^{-6}$  atm.cm<sup>3</sup>.s<sup>-1</sup>. Pour un volume de 0,1 mm<sup>3</sup> la limite diminue encore, le taux de fuite maximum détectable est de  $6,4 \cdot 10^{-7}$  atm.cm<sup>3</sup>.s<sup>-1</sup>.

La zone de fuites indéterminées, inexistante pour le test des grandes cavités, apparaît à mesure que le volume des boîtiers testés diminuent, et devient extrêmement problématique pour les très petits boîtiers, dont le volume est inférieur ou égal au mm<sup>3</sup>. Pour de tels boîtiers, l'application des tests fines et grosses fuites de la méthode 1014 de la norme MIL-883 ne permet pas de valider à coup sûr l'herméticité. Si un boîtier passe avec succès les deux tests, alors deux hypothèses sont possibles : soit le boîtier est effectivement hermétique, soit son taux de fuite se situe dans la zone de fuites indéterminées.

### ***2.3.3.3 Application aux scellements organiques***

Il est important de souligner que la formule de Howl et Mann utilisée dans le test  $A_2$  de la méthode 1014 de la norme a été établie pour des boîtiers présentant des fuites dues à des écoulements moléculaires. Or on peut constater à travers la littérature que le test de fuite d'hélium et la norme MIL sont très souvent utilisés pour déterminer l'herméticité de boîtiers présentant un anneau de scellement organique, au travers duquel les gaz peuvent pénétrer par diffusion moléculaire.

Dans une certaine mesure, le test de fuite d'hélium peut effectivement être appliqué aux cavités avec scellement organique. Il est ainsi possible de déterminer un taux de fuite d'hélium équivalent, qui peut même être calculé à partir de la géométrie et des propriétés de l'anneau de scellement, comme expliqué dans le paragraphe 2.2.2.2. Toutefois, les phénomènes physiques mis en jeu lors de la pénétration des gaz par écoulement moléculaire restent différents de ceux mis en jeu pour la diffusion moléculaire. Ces différences se traduisent par des limitations à l'utilisation du test de fuite d'hélium, notamment en ce qui concerne l'exploitation des résultats.

#### **a) Conversion du taux de fuite d'hélium**

Tout d'abord, l'équation de Howl et Mann telle qu'elle est présentée dans le texte de la norme n'est pas applicable dans le cas d'un scellement organique. En effet, la norme impose la conversion du taux de fuite d'hélium mesuré en taux de fuite d'air standard, afin de pouvoir facilement comparer l'herméticité de boîtiers soumis à des gaz et à des pressions différentes. Pour cela, le taux de fuite standard d'hélium entrant en jeu dans la formule est converti en taux de fuite standard d'air en utilisant la relation de l'équation 2.6. Or cette relation présentée dans le paragraphe 2.2.1.2 n'est applicable que pour un écoulement moléculaire.

Dans le cas de la diffusion moléculaire, il n'existe pas de relation permettant de déterminer le taux de fuite d'un gaz à partir de mesures du taux de fuite réalisées avec un autre gaz. Pour chaque combinaison gaz diffusant / polymère dans lequel a lieu la diffusion, il faut déterminer expérimentalement un coefficient de diffusion  $D$  spécifique. Le test de fuite d'hélium ne permet donc d'obtenir que le taux de fuite standard d'hélium du boîtier, en utilisant l'équation incomplète de Howl et Mann de l'équation 2.25.

La masse moléculaire de l'atome d'hélium étant extrêmement faible, le test de fuite d'hélium permet néanmoins d'obtenir des données pertinentes sur l'herméticité des boîtiers testés. En effet, si l'hélium n'arrive pas à pénétrer dans un boîtier, on peut en déduire que les molécules plus grosses ne pourront pas non plus y pénétrer. Toutefois, si un boîtier échoue au test de fuite d'hélium, rien ne dit qu'il ne sera pas hermétique à la vapeur d'eau et aux autres contaminants présentant une masse moléculaire plus élevée.

### **b) Mesure effective des variations de pression interne**

L'autre inconvénient du test de fuite d'hélium vient de la méthode employée pour la mesure du taux de fuite. En effet avec cette technique, on mesure la quantité de gaz expulsé à l'extérieur du boîtier. On n'a donc pas réellement une mesure des variations de pression à l'intérieur de la cavité, mais à la sortie de l'anneau de scellement. Dans le cas des fuites dues à des écoulements moléculaires à travers des fissures, cela n'est pas gênant. Le taux de fuite de gaz qui s'échappe de l'anneau de scellement est bien représentatif du taux de fuite au niveau de la cavité. Mais dans le cas de la diffusion à travers un anneau de scellement organique, ce n'est plus valable.

Si le gaz circule par diffusion moléculaire, il y aura un temps de retard entre le début de la diffusion et la détection d'un taux de fuite, le temps que le gaz ait pu diffuser de part et d'autre de l'anneau de scellement. Si l'on se place dans les conditions du test de fuite d'hélium, le boîtier est tout d'abord placé dans une chambre pressurisée à l'hélium afin de faire pénétrer le gaz dans la cavité, puis sous vide afin de mesurer la quantité d'hélium qui s'en échappe. Selon le type de matériau organique choisi pour l'anneau de scellement, ses dimensions et la durée de l'exposition à l'hélium, il est possible qu'après la phase de pressurisation le gaz n'ait pas pu diffuser à travers toute la largeur de l'anneau et qu'il n'ait donc pas pu pénétrer dans la cavité. Pourtant, une fois le boîtier placé sous vide, l'hélium qui a diffusé dans l'anneau de scellement va s'échapper et être détecté par le testeur. Au final, on mesure un taux de fuite et on en déduit la quantité de gaz qui a pénétré dans la cavité, alors qu'en réalité le gaz n'a pénétré que dans l'anneau de scellement.

Il faut donc prendre des précautions particulières si l'on souhaite effectuer un test de fuites d'hélium sur un boîtier avec scellement organique. Il faut prévoir des temps de pressurisation à l'hélium  $t_1$  et de repos avant la mesure du taux de fuite  $t_2$  plus grands et s'assurer que l'on ne mesure pas l'hélium qui s'échappe de l'anneau de scellement pendant la phase de transition, et que l'on a bien fuite de l'hélium de l'intérieur de la cavité vers l'extérieur et le testeur de fuite. Pour cela, le plus sûr reste de modéliser

au préalable la diffusion du gaz à travers le scellement afin d'estimer le temps nécessaire. Toutefois, cela nécessite de connaître le coefficient de diffusion de l'hélium à travers le polymère utilisé pour l'anneau de scellement.

## **2.4 AUTRES METHODES DE MESURE DU TAUX DE FUITE**

---

Le test de fuite d'hélium, très largement employé pour la détection de fuites des boîtiers microélectroniques classiques, n'est pas vraiment adapté aux micro boîtiers MEMS du fait de leur volume réduit et de la généralisation des anneaux de scellement organiques. Ces micro boîtiers, réalisés à l'aide de techniques d'encapsulation niveau wafer, requièrent donc des techniques de mesure de l'herméticité plus adaptées.

Plusieurs techniques ont été développées au cours des dernières années. Elles sont toutes basées sur le même principe, à savoir la mesure directe des variations de la pression interne, plutôt que la détection d'un gaz s'échappant du boîtier à travers les fuites. Parmi elles, deux techniques ont particulièrement suscité l'intérêt des laboratoires travaillant sur la fiabilité des boîtiers microélectroniques et microsystèmes : la mesure de la déflexion du capot et l'utilisation de capteurs intégrés.

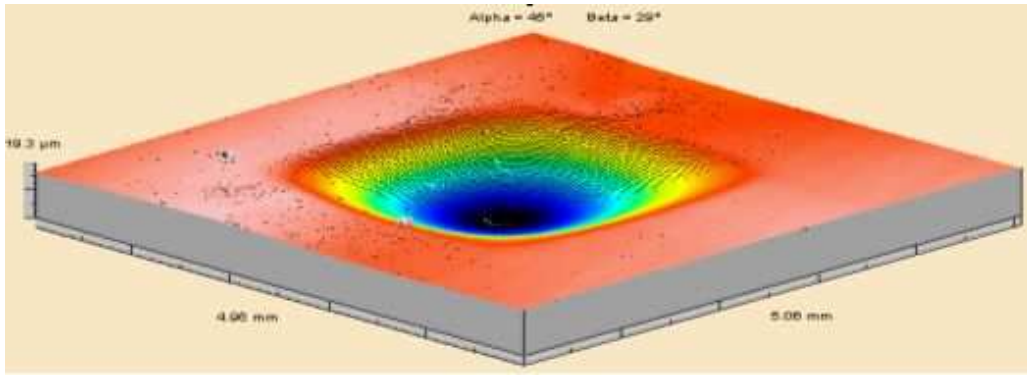
### **2.4.1 MESURE DE LA DEFLEXION DU CAPOT**

La technique de mesure de la déflexion du capot reprend le même principe que les tests optiques fines et grosses fuites décrits dans la norme MIL. Toutefois, contrairement aux tests de la norme, qui se contentent de détecter une déflexion et d'en déduire que la cavité n'est pas hermétique, cette technique permet de déterminer le taux de fuite du boîtier testé en fonction de l'amplitude de la déflexion mesurée.

#### ***2.4.1.1 Principe de la mesure de la déflexion***

Le principe de la détermination du taux de fuite par mesure de la déflexion est simple. Si le capot du boîtier testé est suffisamment fin, la force exercée en son centre par la différence de pression entre l'intérieur et l'extérieur de la cavité va entraîner une déflexion vers l'intérieur du boîtier si la pression interne est inférieure à la pression externe, ou vers l'extérieur du boîtier dans le cas contraire.

La Fig. 2.11 représente le profil obtenu pour un boîtier carré scellé sous vide, la mesure étant réalisée à atmosphère ambiante ( $p = 1\text{bar}$ ). Le capot présente une déflexion de  $19,3\mu\text{m}$  vers l'intérieur de la cavité. Cela signifie que la pression interne reste inférieure à la pression atmosphérique. Les pressions ne se sont pas équilibrées entre l'extérieur et l'intérieur de la cavité, on peut donc déjà affirmer que le boîtier ne présente pas de grosses fuites.



**Fig. 2.11 Profil du capot d'un micro boîtier de 5mm de côté scellé sous vide**

A partir de la mesure de cette déflexion, il est possible de calculer la différence de pression à l'aide d'équations de mécanique et, à condition de connaître la pression externe, de déterminer la pression à l'intérieur du boîtier. Le taux de fuite de la cavité peut alors être déduit de l'observation des variations de la pression interne.

En assimilant le capot d'un micro boîtier à une membrane encastrée sur ses quatre côtés, la différence de pression entre l'intérieur et l'extérieur de la cavité peut s'exprimer en fonction de la flèche mesurée au centre de la membrane, grâce à l'équation suivante [Bon95] :

$$P_{diff} = C_1 \frac{hz}{a^2} \sigma + C_2 \frac{hz^3}{a^4} \frac{E}{1-\nu} + C_3 \frac{E}{1-\nu^2} \frac{h^3 z}{a^4} \quad \text{Equation 2.30}$$

Avec  $\sigma$  le stress résiduel et  $E$  le module de Young de la membrane,  $h$  son épaisseur,  $a$  sa largeur et  $z$  la flèche mesurée en son centre. Les coefficients  $C_1$ ,  $C_2$  et  $C_3$  dépendent de la géométrie de la membrane,  $C_2$  dépendant également du coefficient de poisson  $\nu$ . Par exemple, pour une membrane silicium carrée, ces coefficients valent respectivement 3,4075, 1,84 et 4,129.

Le premier terme représente l'influence du stress résiduel  $\sigma$  sur la raideur du capot, alors que les deuxième et troisième termes traduisent respectivement l'étirement et la flexion du capot sous l'influence de la pression.

Plusieurs approches sont possibles pour déterminer le taux de fuite d'un boîtier. La première solution consiste à exposer dans un premier temps le boîtier testé à une pression élevée de gaz à l'intérieur d'une chambre pressurisée, de la même manière que pour le test de fuite d'hélium. Puis le boîtier est retiré de la chambre et la déflexion est mesurée à l'aide d'un profilomètre optique. Si un boîtier n'est pas hermétique, il y aura une surpression à l'intérieur de la cavité et on observera une déflexion du capot vers l'extérieur. A partir de la mesure de la déflexion, il est ensuite possible de calculer la quantité de gaz entré dans le boîtier pendant la durée de la pressurisation, et ainsi de calculer le taux de fuite.

Cette technique permet également de contrôler en temps réel l'évolution de l'atmosphère interne d'un boîtier soumis à un environnement contrôlé. Pour cela, il faut utiliser une chambre en pression ou une



chambre à vide avec un hublot adapté pour réaliser des mesures de déflexion des capots des boîtiers placés à l'intérieur de la chambre à l'aide d'un profilomètre optique ou d'un interféromètre. Les boîtiers testés sont soumis à une surpression ou au vide, ce qui entraîne une déflexion du capot. On observe alors l'évolution de cette déflexion. Si un boîtier n'est pas hermétique, sa pression interne va s'équilibrer avec l'atmosphère de la chambre. On observera donc une diminution de la déflexion. Là encore, le taux de fuite du boîtier pourra être déduit des variations de déflexion mesurées.

La précision de la mesure dépendra à la fois de la résolution de l'instrument utilisé pour mesurer la déflexion, et de la géométrie et de la composition des boîtiers testés. De nombreuses études ont été réalisées pour optimiser cette technique, et les résultats obtenus sont très intéressants. Des tests effectués sur des boîtiers d'environ 1mm de côté scellés sous vide ont par exemple d'ores et déjà permis de détecter des variations de pression comprises entre  $10^{-2}$  et  $10^{-1}$  mbar [Bos05].

### ***2.4.1.2 Avantages et inconvénients***

L'avantage principal de la mesure de la déflexion du capot est la possibilité de mesurer les variations de pressions à l'intérieur de la cavité. Cela résout les problèmes d'incertitude sur la signification du taux de fuite mesuré, les gaz piégés au niveau de l'anneau de scellement ou adsorbés à la surface du boîtier n'étant pas pris en compte. Cette méthode est donc mieux adaptée à l'étude de l'herméticité des boîtiers avec scellement adhésif organique. D'autre part, la mesure de la déflexion du capot permet d'étudier en temps réel l'évolution de la pression interne d'un boîtier soumis à une atmosphère donnée, contrairement au test de fuite d'hélium classique qui consiste en une mesure ponctuelle du taux de fuite, à partir de laquelle on doit calculer l'évolution de l'atmosphère interne.

Toutefois, cette technique présente plusieurs inconvénients majeurs. En effet, le rapport entre la déflexion du capot et les variations de pression interne dépend de nombreux paramètres, aussi bien géométriques que structurels. Ainsi, ce rapport sera par exemple différent selon que le boîtier est en silicium ou en verre, ou si les dimensions du boîtier ou l'épaisseur du capot diffèrent. L'automatisation du test d'herméticité est donc particulièrement délicate.

L'épaisseur du capot et ses dimensions ont une importance cruciale lors du choix de la méthode de test. Un capot large et fin subira une déflexion plus importante sous l'effet de la pression. La résolution de la mesure de la variation de pression interne sera donc excellente. Mais en contrepartie, la structure sera fragilisée et les contraintes subies lors de la pressurisation du boîtier ou de sa mise sous vide risqueront de briser le capot. A l'inverse, un capot épais encapsulant un petit boîtier sera plus résistant, mais la mesure des variations de pression sera moins précise. Cette technique nécessite donc une étude préliminaire des propriétés mécaniques des boîtiers avant de procéder à un test d'herméticité. Si l'on veut optimiser la précision de la mesure, il devient même nécessaire de prendre en compte les contraintes lors de la conception des boîtiers, notamment en ce qui concerne l'épaisseur des capots.

## 2.4.2 CAPTEUR IN SITU

La solution la plus évidente pour déterminer l'herméticité d'un boîtier reste l'intégration d'un capteur directement à l'intérieur de la cavité, afin de surveiller en temps réel l'évolution de l'atmosphère interne. Il est ainsi possible de détecter des variations de pression totale, et même des variations de pression partielle d'un gaz donné en utilisant des capteurs spécifiques, par exemple des capteurs d'humidité pour contrôler la pression de vapeur d'eau.

### 2.4.2.1 Principe de la mesure par capteur in situ

Le principe général de cette technique est extrêmement simple. Un capteur est utilisé pour contrôler l'atmosphère interne de la cavité. L'herméticité du boîtier peut ainsi être déterminée en mesurant les variations de pression lorsque le boîtier est soumis à différentes conditions environnementales. Deux approches sont possibles : l'intégration directe de capteurs commerciaux existants, ou le développement de capteurs spécifiques dédiés à la détection de fuites.

Dans le cadre de la thèse, une étude a été réalisée afin d'intégrer un capteur d'humidité commercial à des micro boîtiers MEMS. Après un état de l'art des capteurs commerciaux effectué en 2004, notre choix s'est porté sur le capteur HMX2000 d'Hygrometrix, qui présente à la fois des dimensions réduites et une bonne résolution pour la détection de l'humidité. Malheureusement, même en choisissant les capteurs commerciaux les plus petits, il reste très difficile de les intégrer dans des micro boîtiers MEMS, dont le volume est proche du  $\text{mm}^3$ .

Le capteur sélectionné, par exemple, fait 2 mm de côté et 900  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Il ne peut donc être utilisé que dans des boîtiers d'au moins  $10 \text{ mm}^3$  conçus spécifiquement pour les tests d'herméticité, comme décrit sur la Fig. 2.12. Il est du coup impossible d'intégrer ce type de capteurs dans un boîtier contenant déjà le composant encapsulé. Les dimensions du capteur n'étaient pas adaptées aux véhicules de test conçus par le Leti dans le cadre de la thèse. Leur intégration aurait nécessité l'utilisation de wafers plus épais, et l'ajout d'une étape de gravure du substrat lors de la conception des boîtiers. Ces modifications auraient entraîné un coût supplémentaire, et les mesures in situ ont donc dû être abandonnées.

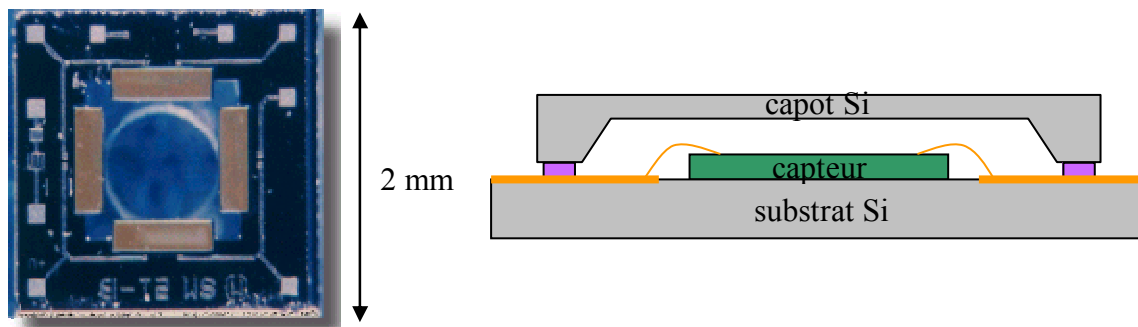


Fig. 2.12 Capteur d'humidité HMX2000 – Intégration à un micro boîtier silicium

La meilleure solution pour contrôler l'herméticité d'un micro boîtier contenant un circuit fonctionnel est donc de concevoir un capteur spécifiquement pour cette application. En général, pour mesurer de faibles variations de pression à l'intérieur d'un boîtier scellé sous vide on utilise des résonateurs, sous la forme de cantilevers dont on mesure le facteur de qualité  $Q$ . Ce facteur de qualité est inversement proportionnel à la pression à l'intérieur de la cavité, l'amortissement visqueux augmentant avec la pression [Blo92; Li99].

En se basant sur le même principe, il est également possible de concevoir des capteurs d'espèces spécifiques en déposant une couche sensible à une molécule particulière à la surface du résonateur. Si des molécules de l'espèce en question sont présentes dans la cavité elles vont se déposer sur la couche sensible, ce qui va modifier le facteur de qualité  $Q$  du résonateur. De cette manière, on va pouvoir détecter la présence d'un gaz particulier [Loc06].

Il existe également des solutions prometteuses dans le domaine des capteurs d'humidité. On peut notamment citer les capteurs à fibre optique, qui mesurent l'intensité lumineuse d'un signal à travers une fibre dont la gaine est sensible aux variations d'humidité [Hid04, Don05]. Cette technique permet d'obtenir des capteurs de dimensions réduites en comparaison des capteurs résistifs et capacitifs classiques.

#### ***2.4.2.2 Avantages et inconvénients***

La mesure par capteur in situ présente les mêmes avantages que la mesure de la déflexion du capot par rapport au test de fuite d'hélium. Ces deux techniques de détection de fuite permettent de contrôler l'atmosphère interne du boîtier testé, et de suivre en temps réel son évolution. Toutefois, avec l'utilisation d'un capteur intégré, la mesure de l'atmosphère interne est directe. Elle peut être effectuée simplement quelles que soient les conditions de pression auxquelles est soumis le boîtier, contrairement à la mesure de la déflexion du capot dont la résolution dépend de la pression extérieure et des dimensions de la cavité.

La technique de détection de fuite avec capteur in situ présente l'avantage supplémentaire de permettre la détection de fuites de gaz spécifiques. Pour cela, il suffit de remplacer le capteur de pression généralement utilisé par un capteur sensible uniquement à un gaz particulier, comme les résonateurs avec couche sensible décrits dans le paragraphe précédent.

Par contre, cette technique présente également de sérieux inconvénients. En effet, l'intégration d'un capteur à l'intérieur du boîtier en plus du circuit encapsulé entraîne nécessairement une complexification du procédé de fabrication du composant, et très souvent une augmentation de la taille du boîtier. Cette complexification va entraîner une augmentation du coût de revient des composants. De plus le capteur, qui est en général un capteur MEMS, peut être une source supplémentaire de défaillances.

Pour finir, pour la plupart des capteurs, l'alimentation et la récupération des données mesurées vont nécessiter l'ajout d'interconnexions supplémentaires. Or ces interconnexions peuvent être une source de fuites supplémentaires, et donc fausser l'herméticité du boîtier. Pour éviter que le test de fuite ne dégrade l'herméticité des boîtiers testés, il faut donc minimiser le nombre d'interconnexions dédiées au capteur, et s'assurer de leur qualité.

## 2.5 CONCLUSION

---

Les fuites à travers les boîtiers microélectroniques peuvent être dues à deux phénomènes physiques bien distincts : l'écoulement moléculaire des gaz à travers des fissures présentes dans l'anneau de scellement ou à l'interface entre le scellement et le boîtier, ou la diffusion moléculaire des gaz à travers les anneaux de scellement organiques. A l'heure actuelle, pour détecter ces fuites, on se base sur la méthode 1014 de la norme MIL-883, et plus particulièrement sur le test de fuite d'hélium qui permet de déterminer le taux de fuite d'un boîtier pour un gaz donné à partir de la mesure de la quantité d'hélium s'échappant de la cavité après pressurisation.

Toutefois, le test de fuite d'hélium présente des limites quand il s'agit de tester des boîtiers de faible volume, comme les boîtiers MEMS qui sont très souvent réalisés avec des techniques d'encapsulation niveau wafer et dont le volume est proche du millimètre cube. De plus, il semble mal adapté aux boîtiers semi hermétiques comportant un anneau de scellement polymère au travers duquel les gaz pénètrent par diffusion. Or ce type de boîtier est là encore largement utilisé pour l'encapsulation des MEMS. Il est donc nécessaire de développer des techniques alternatives de détermination de l'herméticité, mieux adaptées au test des micro boîtiers que la détection de fuite d'hélium. Plusieurs techniques existent, comme la mesure de la déflexion du capot et l'intégration d'un capteur à l'intérieur de la cavité. Ces techniques, bien que mieux adaptées au test des micro boîtiers MEMS, présentent d'autres inconvénients, avec des restrictions sur la géométrie et le type des boîtiers testés ou la nécessité de développer des capteurs spécifiques à intégrer avec la puce dans la cavité.

Il serait donc intéressant d'avoir une nouvelle méthode de test, plus simple à mettre en œuvre tout en restant parfaitement adaptée au test de micro boîtiers réalisés avec des techniques d'encapsulation niveau wafer. Une partie du travail de la thèse a été consacrée à la mise en place d'une telle méthode, basée sur le principe de la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier. Le développement de cette méthode et les résultats obtenus feront l'objet du chapitre 4 de ce mémoire. D'autre part, en ce qui concerne la diffusion moléculaire à travers les scellements organiques, le phénomène étant modélisable, une solution consiste à déterminer par le calcul l'herméticité des boîtiers. Il est donc possible d'estimer l'herméticité des boîtiers quasi hermétiques avec scellement polymère à partir de la modélisation de la diffusion des gaz au travers du scellement, comme nous le verrons dans le chapitre suivant.



*Chapitre 3 : Modélisation de la diffusion des gaz au travers des scellements organiques*





## 3.1 INTRODUCTION

---

Le scellement adhésif organique présente de nombreux avantages par rapport aux techniques de scellement plus classiques que sont les scellements eutectique, anodique ou direct. Comme nous l'avons vu dans le premier chapitre, il permet notamment d'encapsuler les MEMS à des températures raisonnables, et ainsi de limiter les risques de détérioration des structures les plus fragiles. Ces avantages ont conduit à un développement rapide de ce type de scellements, qui est aujourd'hui assez largement répandu dans le domaine de l'encapsulation des micro boîtiers. Au cours de la thèse, nous nous sommes donc tout particulièrement intéressé à ces scellements adhésifs organiques.

En revanche, le scellement organique ne garantit pas l'herméticité du boîtier et la protection du composant encapsulé vis-à-vis des contaminants extérieurs, ou des variations de pression. Avant d'utiliser ce type de scellements pour l'encapsulation de composants sensibles à leur environnement de travail, il est donc nécessaire d'étudier les échanges de gaz ayant lieu à travers les matériaux organiques utilisés. Cette étude est rendue possible grâce aux équations de Fick présentées dans le chapitre 2, et qui permettent de modéliser le phénomène de diffusion moléculaire à travers les polymères. Contrairement aux scellements hermétiques, il va donc être possible de prévoir le comportement d'un scellement organique vis-à-vis de l'herméticité sans effectuer de test de fuite, uniquement par la modélisation.

Pour cela, la première étape consiste à déterminer le coefficient de diffusion du gaz étudié dans le matériau utilisé pour le scellement. Au cours de la thèse, nous avons notamment déterminé le coefficient de diffusion de la vapeur d'eau dans différentes colles et résines utilisées pour l'encapsulation des composants microélectroniques. Une fois le coefficient de diffusion déterminé, il est alors possible de modéliser la diffusion du gaz à travers le scellement, et l'évolution de l'atmosphère interne de la cavité exposée à différentes conditions de pression. La modélisation peut alors être comparée aux résultats obtenus expérimentalement sur des cavités réelles en mesurant des taux de fuite, afin de vérifier la qualité des scellements étudiés.

## 3.2 CALCUL DU COEFFICIENT DE DIFFUSION

Si l'on veut modéliser la diffusion moléculaire d'un gaz à travers un polymère, la première étape est la détermination du coefficient de diffusion  $D$  qui intervient dans les équations de Fick. Cette étape est indispensable et doit être effectuée pour chaque combinaison de gaz et de polymère étudiée. Durant la thèse, nous nous sommes limités au calcul du coefficient de diffusion de la vapeur d'eau dans différents polymères, le matériel à notre disposition ne permettant pas les tests sur d'autres gaz comme l'hélium.

### 3.2.1 TECHNIQUES CLASSIQUES DE DETERMINATION DU COEFFICIENT DE DIFFUSION

Le coefficient de diffusion de la vapeur d'eau à travers un polymère peut être déterminé à partir de l'étude de la prise d'eau d'échantillons de ce polymère soumis à une atmosphère contrôlée de vapeur d'eau. Généralement, on trace une courbe de la prise d'eau en fonction du temps pour un film polymère, et on applique l'une des deux techniques présentées ci-dessous afin de calculer le coefficient de diffusion.

#### 3.2.1.1 Mesure du demi temps de sorption

Nous avons vu dans le chapitre précédent que dans le cas d'une diffusion Fickienne, la concentration d'un gaz à l'intérieur d'un film polymère soumis à des concentrations fixes de ce gaz  $C_1$  et  $C_2$  sur chacune de ses faces, et avec une concentration initiale  $C_0$  constante, pouvait être calculée grâce à l'équation suivante :

$$C(x,t) = C_1 + \left(\frac{C_2 - C_1}{L}\right)x + \frac{2}{\pi} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{C_2 \cos(n\pi) - C_1}{n} \sin\left(\frac{n\pi}{L}x\right) e^{\left(\frac{-Dn^2\pi^2t}{L^2}\right)} + \frac{4C_0}{\pi} \sum_{m=0}^{\infty} \frac{1}{2m+1} \sin\left(\frac{(2m+1)\pi}{L}x\right) e^{\left(\frac{-D(2m+1)^2\pi^2t}{L^2}\right)} \quad \text{Equation 3.1}$$

Avec  $C_0$  la concentrations initiale à l'intérieur du film et  $C_1$  et  $C_2$  les concentrations aux limites en  $\text{kg.m}^{-3}$ ,  $L$  la largeur de l'anneau de scellement et  $x$  la distance par rapport à l'interface extérieure en  $m$ ,  $D$  le coefficient de diffusion du gaz dans le polymère en  $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$  et le temps en  $s$ .

Si on note  $M_t$  la quantité totale de gaz ayant diffusé dans le polymère au temps  $t$ ,  $M_t$  peut être déduit de l'équation précédente par une simple intégration.

$$M_t = \int_0^l (C - C_0) dx \quad \text{Equation 3.2}$$

Il est alors possible de calculer le rapport de la quantité de gaz absorbé dans le film au temps  $t$   $M_t$  sur la quantité totale de gaz absorbé à saturation  $M_\infty$ . On obtient alors l'équation ci-dessous :

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{m=0}^{\infty} \frac{1}{(2m+1)^2} \exp\{-D(2m+1)^2 \pi^2 t / l^2\} \quad \text{Equation 3.3}$$

En utilisant cette équation, pour  $M_t/M_\infty$  égal à  $1/2$ , on peut approcher la valeur de  $t/l^2$  avec une erreur de 0,001% grâce à la relation suivante [Cra75] :

$$\left(\frac{t}{l^2}\right)_{\frac{1}{2}} = -\frac{1}{\pi^2 D} \ln\left\{\frac{\pi^2}{16} - \frac{1}{9}\left(\frac{\pi^2}{16}\right)^9\right\} \quad \text{Equation 3.4}$$

Ce qui nous donne au final l'expression de  $D$  en fonction du rapport  $t/l^2$  pour  $M_t/M_\infty$  égal à  $1/2$  :

$$D = \frac{0.049}{\left(t/l^2\right)_{\frac{1}{2}}} \quad \text{Equation 3.5}$$

La méthode de mesure du demi temps de sorption consiste donc à tracer la courbe  $M(t)/M_\infty$  pour un échantillon du polymère à tester. Une fois la courbe tracée, on relève le temps  $t_{1/2}$  au bout duquel on a  $M(t)/M_\infty$  égal à  $1/2$ . Il est alors possible de calculer  $(t/l^2)_{1/2}$ , puis d'en déduire  $D$  grâce à l'équation 3.5.

### 3.2.1.2 Mesure du taux initial de sorption

Toujours d'après Crank, si les deux faces du film polymère sont exposées à la même concentration  $C_1$ , alors le rapport de la masse absorbée au temps  $t$  sur la masse absorbée à saturation peut également être exprimé de la façon suivante :

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 4\sqrt{\frac{Dt}{l^2}} \left( \pi^{-\frac{1}{2}} + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n i \cdot \operatorname{erfc} \frac{nl}{\sqrt{Dt}} \right) \quad \text{Equation 3.6}$$

Avec  $M_t$  et  $M_\infty$  les masses d'eau dans le film au temps  $t$  et à saturation en kg,  $D$  le coefficient de diffusion en  $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ,  $l$  l'épaisseur du film en m et  $t$  le temps d'exposition en s.

Pour  $t$  petit, cette expression peut être ramenée à l'équation suivante :

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 4\sqrt{\frac{Dt}{\pi l^2}} \quad \text{Equation 3.7}$$

Si on trace la courbe  $M_t/M_\infty = f(\sqrt{t})$ , on obtient alors une droite de pente  $A$  à partir de laquelle on peut facilement déduire le coefficient de diffusion  $D$  :

$$D = \frac{\pi A^2 l^2}{16} \quad \text{Equation 3.8}$$

### 3.2.2 MESURE DE LA PRISE D'EAU DE FILMS POLYMERES

Les équations 3.3 et 3.7 qui entrent en jeu dans le calcul du coefficient de diffusion sont en fait des rapports de quantités d'eau absorbée par le film. Pour déterminer le coefficient  $D$ , il est nécessaire de tracer expérimentalement ces courbes pour les films polymères testés. En pratique toutefois, on ne trace généralement pas les courbes de prise d'eau mais de prise de masse du film soumis à une concentration déterminée de vapeur d'eau, ce qui ne change strictement rien étant donné que l'on travaille sur un rapport  $M_t/M_\infty$ .

Deux techniques sont possibles avec le matériel disponible au laboratoire d'expertise du CNES, le titrage de l'eau à l'aide d'un Karl Fisher et la pesée des échantillons.

#### 3.2.2.1 Titration de l'eau

La première technique disponible est le titrage de l'eau absorbée dans le film polymère à l'aide d'un Karl Fisher, afin de mesurer la désorption d'humidité dans l'échantillon.

Le film testé est tout d'abord placé dans une enceinte avec un taux d'humidité élevé, suffisamment longtemps pour atteindre l'équilibre de la concentration à l'intérieur du polymère. L'échantillon est ensuite introduit dans l'appareil est séché dans un four. L'eau est alors désorbée et entraînée par un gaz sec (de l'azote) dans la cellule de titrage (cf. Fig. 3.1) où elle va réagir avec de l'iode en présence de dioxyde de soufre, de méthanol et d'une base RN.

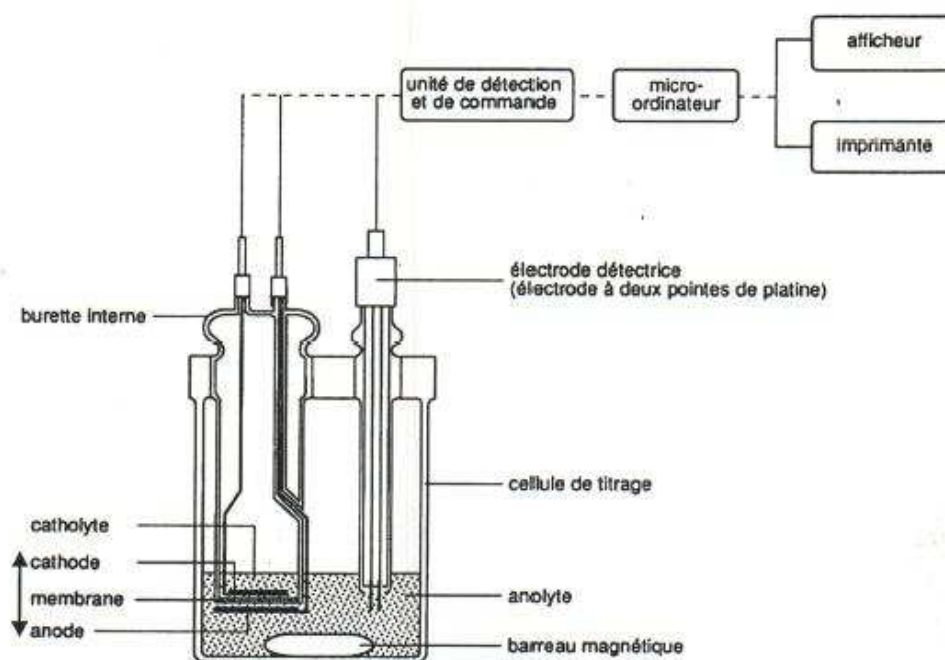


Fig. 3.1 Cellule de titrage du Karl Fisher

On a la réaction suivante :



D'après l'équation, l'iode réagit avec l'eau dans la proportion 1:1. Or l'iode est formée dans le Karl Fisher selon la technique coulométrique, c'est-à-dire par électrolyse selon la réaction ci-dessous :



D'après la loi de Faraday, la quantité d'iode formée entre l'anode et la cathode est proportionnelle au courant d'électrolyse. D'après la réaction (2), une mole d'iode correspond à  $2 \times 96\,500$  coulombs, donc une mole d'eau (18 g) correspond également à cette quantité d'électricité. La quantité d'électricité consommée par mg d'eau est par conséquent de 10,72 coulombs. On peut ainsi déduire la quantité d'eau de la quantité d'électricité consommée.

Tant qu'il y a de l'eau dans la cellule de titrage, l'iode formée réagit conformément à l'équation 3.9. Dès que toute l'eau est consommée par la réaction, un léger excès d'iode apparaît dans l'électrolyte. L'électrode à deux pointes de platine (cf. Fig. 3.1) détecte alors cet excès et arrête la formation d'iode.

Cette méthode de titrage présente une bonne précision. Elle permet en théorie de déterminer la quantité d'eau présente dans un matériau au dixième de  $\mu\text{g}$ . Pratiquement, l'appareil fournit des courbes du type de la Fig. 3.2.

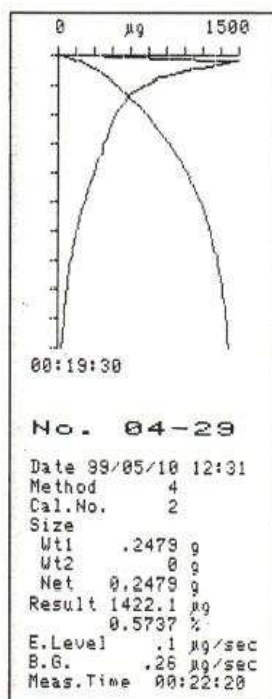


Fig. 3.2 Exemple de mesure du Karl Fisher - la masse d'eau désorbée est représentée en abscisses, et le temps est représenté en ordonnées

Il est important de noter que cette technique permet de tracer la courbe de désorption de l'échantillon testé, et pas la courbe de sorption. Pour exploiter les résultats obtenus, il faut donc poser comme hypothèse que le coefficient de diffusion est identique pour la sorption et la désorption, et par conséquent que les deux phénomènes sont symétriques.

### 3.2.2.2 Analyse gravimétrique

Une technique plus classique consiste à peser à intervalles réguliers un échantillon exposé à une atmosphère contrôlée de vapeur d'eau, afin de tracer directement la courbe de prise de poids.

Pour cela on utilise un analyseur gravimétrique de sorption, un appareil composé d'une microbalance placée dans une chambre environnementale et d'un système de contrôle du taux d'humidité. La génération de l'humidité est réalisée en mélangeant de l'azote saturé en vapeur d'eau avec de l'azote sec grâce à un système de micro vannes, et contrôlée par un capteur de point de rosée. L'appareil utilisé pour les mesures de coefficient de diffusion est présenté sur la Fig. 3.3.

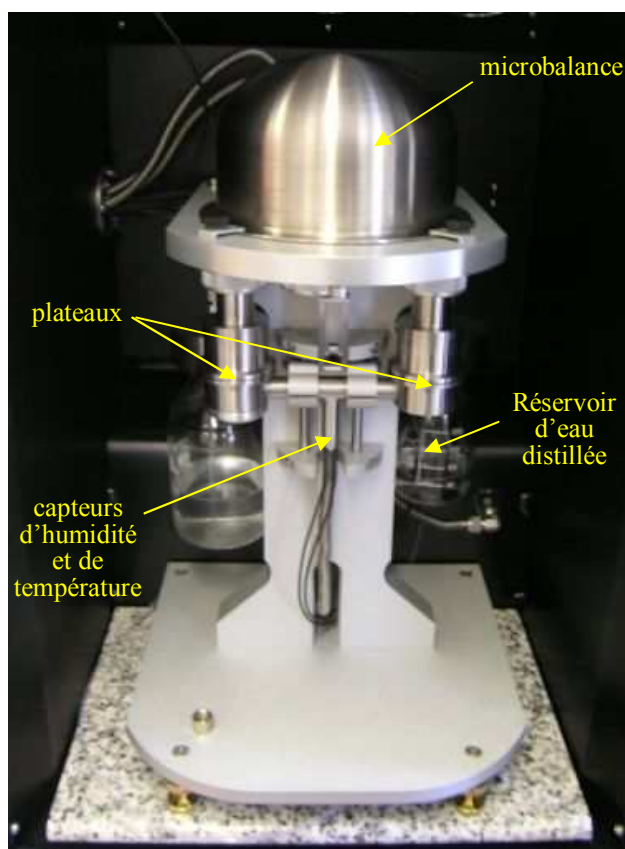


Fig. 3.3 Microbalance de l'analyseur gravimétrique de sorption DVS Advantage1

Le tout est inclus dans une enceinte contrôlée en température, afin d'éviter toute variation au cours des mesures. La microbalance permet en outre de réaliser des mesures au dixième de microgramme près, ce qui permet d'effectuer des tests sur des échantillons de matériaux présentant une faible prise d'eau.

L'analyseur gravimétrique de sorption fournit des courbes du type de celle présentée sur la Fig. 3.4. On obtient donc directement la courbe  $M(t)$ , et en mesurant  $M_\infty$  lorsque l'échantillon est à saturation on peut facilement tracer la courbe  $M_t/M_\infty$ .

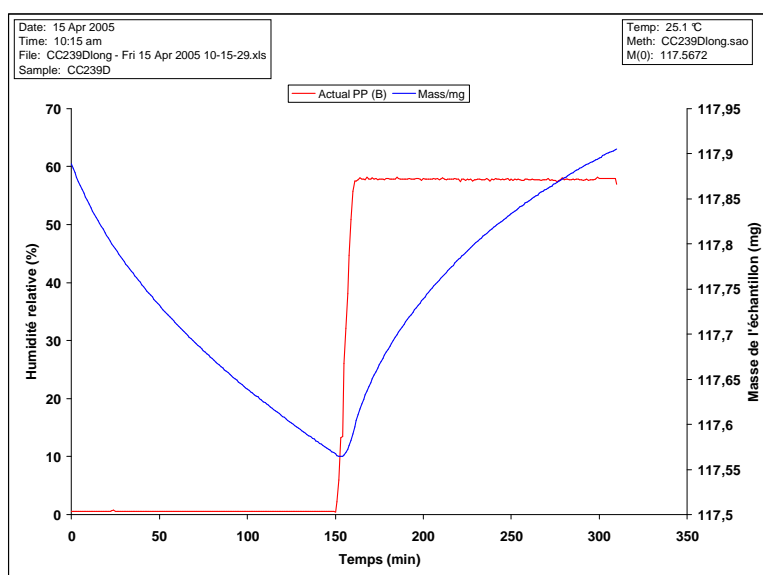


Fig. 3.4 Courbe de perte et prise d'eau réalisée avec l'analyseur gravimétrique de sorption

C'est cette technique d'analyse gravimétrique qui a été choisie pour les mesures de prise d'eau réalisées au cours de la thèse.

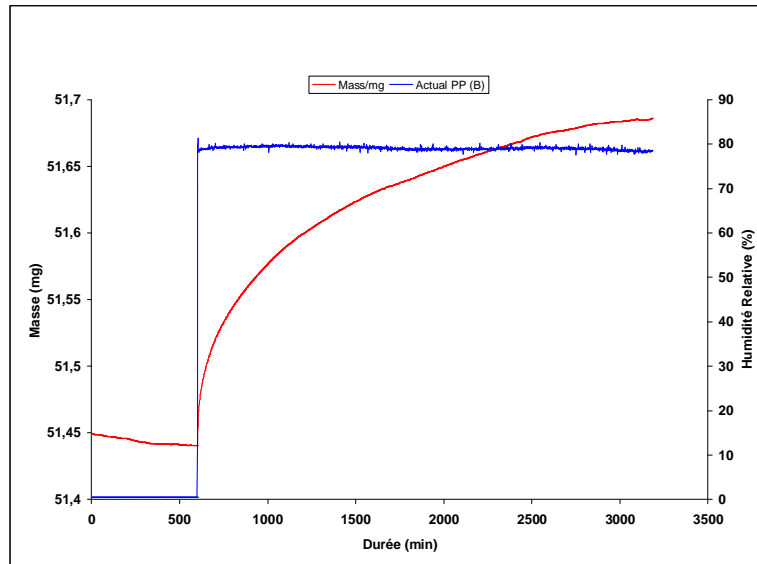
### 3.2.3 TESTS REALISES SUR DIFFERENTS POLYMERES

Les techniques décrites précédemment ont été utilisées pour déterminer le coefficient de diffusion de colles et de résines d'enrobage utilisées pour le scellement et l'encapsulation de composants microélectroniques.

#### 3.2.3.1 Colle Ablebond 84-3

Des analyses de sorption ont été effectuées sur la colle 84-3 utilisée par le CNES pour le scellement de boîtiers microélectroniques spécifiques embarqués sur des satellites. Les tests ont été réalisés sur des échantillons de colle préalablement déposés sur un support en téflon, puis décollés et découpés de façon à obtenir des films de 8 mm de côté et de 500  $\mu\text{m}$  d'épaisseur.

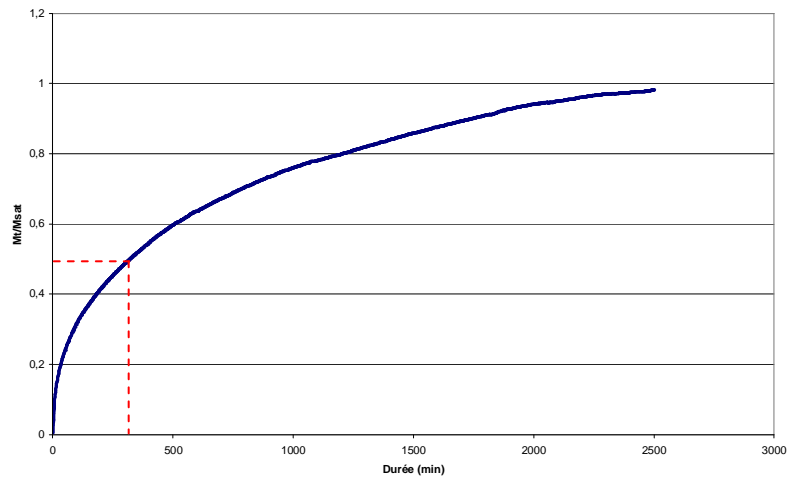
Les films ont été maintenus pendant plusieurs jours dans une atmosphère sèche, avec un taux d'humidité inférieur à 1%, puis exposés à une humidité relative de 80% pendant 55 heures. La courbe de prise de masse d'un échantillon est présentée sur la Fig. 3.5.



**Fig. 3.5** Courbe de prise de masse d'un film de colle 84-3 soumis à 80% d'humidité relative

Au bout des 55 heures, la concentration de vapeur d'eau à l'intérieur du film arrive à saturation. L'échantillon, qui pèse 51,44 mg sec, atteint un poids d'équilibre de 51,69 mg. La prise du poids due à l'absorption de vapeur d'eau est donc de 260  $\mu\text{g}$ , ce qui correspond à une prise d'eau de 0,5% en masse.

Pour déterminer le coefficient de diffusion, il faut tracer la courbe  $M_t/M_\infty$ . Cette courbe est représentée sur la Fig. 3.6. Pour utiliser la méthode du demi temps de sorption, il faut ensuite mesurer sur cette courbe le temps au bout duquel on obtient  $M_t/M_\infty=0,5$ .



**Fig. 3.6** Représentation de la courbe  $M_t/M_\infty$

D'après la courbe,  $t_{1/2} = 320$  min. Avec cette valeur, il est ensuite possible de calculer directement  $D$  en utilisant l'équation 3.5 :

$$D = \frac{0.049}{(320 \times 60 / 0,0005^2)} = 6,38 \cdot 10^{-13} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \quad \text{Equation 3.11}$$



Converti en unités plus conventionnelles, on obtient un coefficient de diffusion de  $6,38 \cdot 10^{-9} \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ . Ce coefficient de diffusion est relativement faible pour un polymère. Cette colle présente donc des propriétés intéressantes du point de vue de l'herméticité, et c'est un bon choix pour le scellement de boîtiers semi hermétiques.

La deuxième méthode présentée, la mesure du taux initial de sorption, n'est pas utilisable avec les courbes de sorption réalisées. En effet, l'échantillonnage des mesures étant d'une mesure toutes les 60 secondes, il n'est pas possible de tracer une courbe expérimentale de  $M_t/M_\infty = f(t^{1/2})$  comportant plus de 4 points. Or pour pouvoir utiliser cette technique, il faut mesurer précisément la pente de cette courbe pour les valeurs de  $t$  très petites. Le calcul du coefficient de diffusion est donc uniquement basé sur la méthode du demi temps de sorption.

### **3.2.3.2 Résine Hysol FP4450**

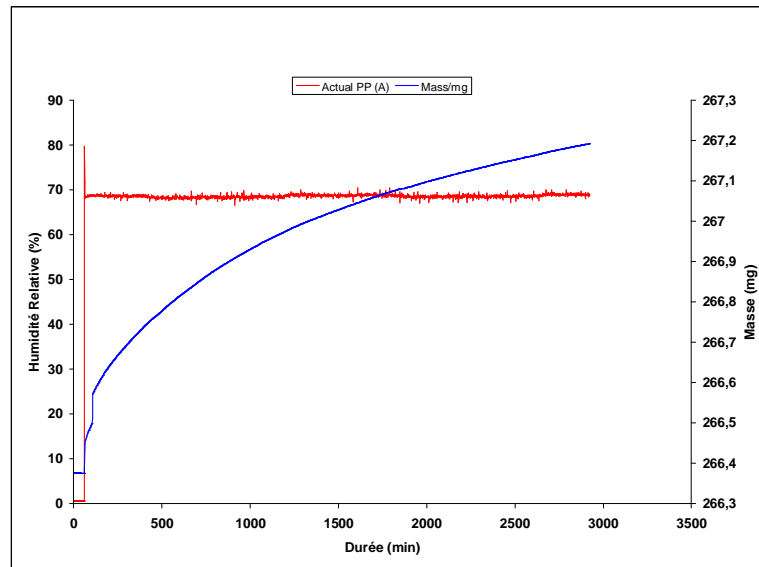
L'analyseur gravimétrique de sorption a également été utilisé pour tester un autre matériau organique, la résine Hysol FP4450. Cette résine est un encapsulant liquide utilisé pour le packaging plastique des semi-conducteurs.

Ce type de packaging est réservé à l'encapsulation des circuits ne nécessitant pas une herméticité poussée. Néanmoins, il est important de connaître les propriétés d'absorption de la résine, et notamment son comportement vis-à-vis de l'humidité. En effet, le boîtier doit jouer le rôle de filtre en présence de variations brutales de l'atmosphère de travail du composant. Sa prise d'eau doit également être limitée. Dans le cas contraire, l'absorption d'humidité peut entraîner un gonflement de l'encapsulant pouvant aller jusqu'à créer des fissures à l'interface avec la puce, ou à détériorer des brasures dans le cas d'un boîtier CMS.

Les mesures ont été réalisées sur des blocs de 8 mm de côté et de 4 mm d'épaisseur. Les échantillons ont été préalablement séchés, puis exposés à une atmosphère présentant une humidité relative de 70% pendant 50h.

La Fig. 3.7 présente l'évolution de la masse d'un échantillon de résine durant le test. On peut noter qu'il y a eu des problèmes de mesure de la masse au début du test, mais la majeure partie de la courbe reste parfaitement exploitable.

Une fois sec, la masse mesurée de l'échantillon est de 266,38 mg. Au bout des 48 heures d'exposition, la courbe n'est toujours pas à saturation. L'eau continue à diffuser dans la résine. Cela est principalement dû au volume important des échantillons testés. Toutefois, on peut approximer la masse de l'échantillon à saturation à 267,25 mg. On a donc une prise d'eau de 870  $\mu\text{g}$ , ce qui correspond à un pourcentage de 0,32% en masse de l'échantillon sec. Cette valeur est relativement faible, ce qui exclut à priori les problèmes de gonflement pour les boîtiers réalisés en utilisant cette résine.

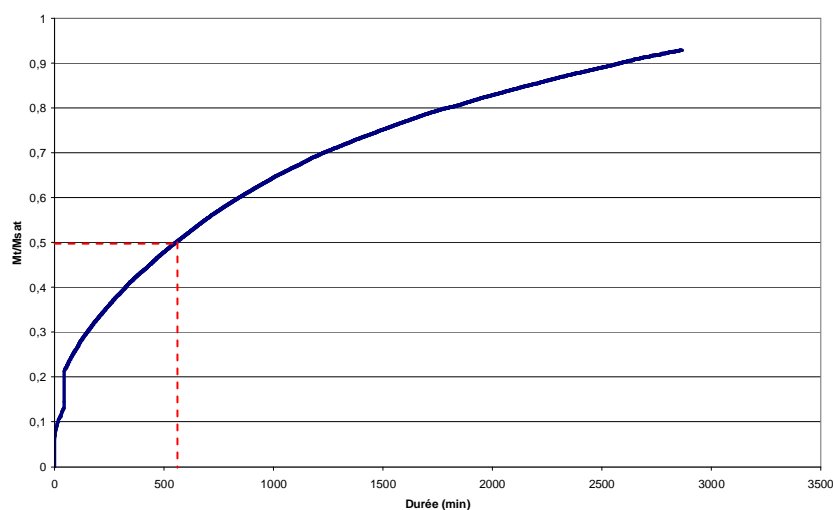


**Fig. 3.7** Courbe de prise de masse d'un échantillon de résine FP4450 soumis à 70% d'humidité relative

Le calcul du coefficient de diffusion de cette résine est délicat. En effet, étant donné l'épaisseur des échantillons testés, on n'est pas réellement en présence de films et l'équation 3.1 n'est pas totalement représentative du phénomène de diffusion à l'intérieur de la résine. Il est toutefois possible de calculer une estimation de ce coefficient en considérant que la diffusion reste unidirectionnelle, en négligeant la pénétration de vapeur d'eau par les flancs de l'échantillon.

La Fig. 3.8 présente la courbe  $M_t/M_\infty$  pour l'échantillon testé. D'après la courbe,  $t_{1/2} = 553$  min. En utilisant l'équation 3.5, on obtient une estimation du coefficient de diffusion  $D$  :

$$D = \frac{0.049}{(553 \times 60 / 0,004^2)} = 2,36 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \quad \text{Equation 3.12}$$



**Fig. 3.8** Représentation de la courbe  $M_t/M_\infty$

Etant donné les erreurs de mesure pour les premières valeurs de  $M_t/M_\infty$ , la méthode du taux initial de sorption n'est là encore pas utilisable. Toutefois, à partir du coefficient de diffusion obtenu grâce à la méthode du demi temps de sorption, il est déjà possible de déduire le comportement de la résine en présence d'eau.

En effet, la valeur de  $D$  est visiblement élevée ( $D = 2,36.10^{-7} \text{ cm}^2.\text{s}^{-1}$ ). L'eau va donc diffuser facilement à travers les boîtiers réalisés avec cette résine, et rapidement atteindre le circuit encapsulé. Cela confirme la mauvaise protection des boîtiers plastiques du point de vue de l'herméticité, et cela explique pourquoi cette solution n'est jamais retenue pour l'encapsulation des composants sensibles à l'humidité ou à d'autres types de contaminants.

### 3.2.4 CAS DU BCB

Dans le cadre de la thèse, nous nous sommes surtout intéressés à la diffusion des gaz à travers le BCB, qui est un polymère fréquemment utilisé pour le scellement des micro boîtiers MEMS. Pour modéliser le phénomène, il a donc été nécessaire de déterminer le coefficient de diffusion de l'eau dans le BCB. Mais la détermination de ce coefficient s'est avérée particulièrement délicate.

En effet, il a été impossible de se procurer des films de BCB avec une épaisseur supérieure à 20  $\mu\text{m}$ . Or la surface des échantillons est limitée à 8 mm x 8 mm par les dimensions des plateaux de la microbalance de l'analyseur de sorption. Les films testés présentaient donc un faible volume, et leur masse était de l'ordre du milligramme. Finalement, les mesures effectuées avec l'analyseur gravimétrique n'ont pas permis de tracer la courbe d'évolution de la masse de ces échantillons exposés à une atmosphère saturée en vapeur d'eau, d'autant plus que le BCB a la particularité de présenter une très faible prise d'eau, de l'ordre de 0,1% en pourcentage de sa masse totale [Pra91]. La prise d'eau sur des films de cette épaisseur est inférieure à 1  $\mu\text{g}$ , et la résolution de la balance étant de 0,1  $\mu\text{g}$  les courbes obtenues ne sont pas exploitables.

D'autre part, le coefficient de diffusion des films BCB testés dépend des conditions de polymérisation auxquelles ils ont été soumis. Même si on arrive à déterminer ce coefficient, il ne sera pas forcément représentatif de celui d'un scellement BCB réalisé avec des conditions de polymérisation différentes.

Toutefois, pour mener à bien la modélisation de la diffusion à travers un anneau de scellement BCB, la détermination d'un coefficient de diffusion reste indispensable. Ce coefficient a été trouvé dans la littérature. H. Pranjoto et D. Denton ont utilisé la même technique de mesure gravimétrique de la prise d'eau pour étudier des films BCB. Ils ont mesuré un coefficient de diffusion de  $4,5 \pm 0,5 \mu\text{m}^2.\text{s}^{-1}$  [Pra91]. C'est cette valeur de  $4,5.10^{-12} \text{ cm}^2.\text{s}^{-1}$  qui a été retenue est qui est utilisée dans l'ensemble des modélisations effectuées au cours de la thèse.

### **3.3 MODELISATION DE LA DIFFUSION A TRAVERS UN ANNEAU DE SCHELLEMENT POLYMERE**

---

Nous avons vu dans le chapitre précédent que contrairement au phénomène d'écoulement moléculaire à travers des fissures, la diffusion moléculaire des gaz à travers les scellements organiques était modélisable à partir des équations de Fick. Pour effectuer ce type de modélisation, la seule donnée expérimentale requise est le coefficient de diffusion  $D$  pour le couple gaz / polymère considéré. Dans le cas des micro boîtiers, qui présentent un volume interne extrêmement réduit, la modélisation est cependant complexifiée par l'évolution de l'atmosphère interne sous l'effet même du phénomène de diffusion.

#### **3.3.1 MODELISATION CLASSIQUE DE LA DIFFUSION A TRAVERS UN ANNEAU DE SCHELLEMENT**

Des études ont déjà été menées pour modéliser la pénétration de gaz dans des boîtiers à travers un anneau de scellement organique, notamment la pénétration de vapeur d'eau à travers un anneau de scellement BCB [Tet03].

Ces études posent comme hypothèse que l'anneau de scellement est assimilable à une membrane avec une concentration initiale uniforme  $C_0$ , et exposée sur une face à la concentration extérieure constante  $C_1$ , et sur l'autre face à la concentration interne elle aussi constante  $C_2$ . Elles se placent donc dans les conditions classiques présentées dans le paragraphe 2.2.2.1 c), pour lesquelles la concentration de gaz à l'intérieur de l'anneau de scellement peut être exprimée à l'aide de l'équation 2.13.

Ces hypothèses sont tout à fait applicables pour les boîtiers classiques, avec des volumes internes de l'ordre du  $\text{cm}^3$ , et présentant des fuites limitées. En effet pour des volumes importants, la concentration interne peut être considérée comme constante, même si de petites quantités de gaz entrent ou sortent de la cavité. Par contre, si l'on étudie des micro cavités dont le volume est en général de l'ordre du  $\text{mm}^3$  voire inférieur au  $\text{mm}^3$ , la même quantité de gaz diffusant à travers le scellement va automatiquement entraîner une variation significative de la concentration à l'intérieur de la cavité.  $C_2$  ne peut plus être considéré comme constant.

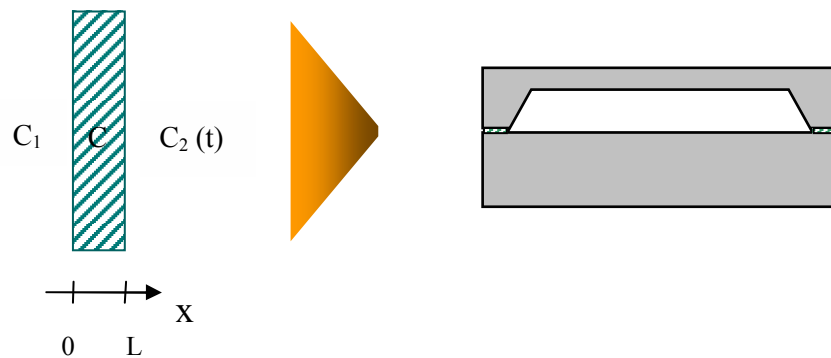
Or, de la même façon que pour l'écoulement moléculaire, la vitesse de diffusion à travers un anneau de scellement est directement liée à la différence de concentration entre l'intérieur et l'extérieur de la cavité. A mesure que la concentration interne se rapproche de la concentration extérieure, la pénétration du gaz est ralentie progressivement jusqu'à atteindre l'équilibre des concentrations.

Si la modélisation ne tient pas compte des variations de concentration interne, la vitesse de pénétration du gaz est donc surestimée. Si la modélisation est utilisée pour déterminer un taux de fuite, cette surestimation se traduira par une mauvaise appréciation de l'herméticité du boîtier étudié.

### 3.3.2 PRISE EN COMPTE DE L'EVOLUTION DE LA CONCENTRATION INTERNE

La modélisation de la diffusion à travers le scellement organique des micro cavités nécessite donc une modification des hypothèses sur les concentrations aux limites, comme le montre la Fig. 3.9.

La concentration extérieure  $C_1$  reste bien constante. De même, on peut considérer que la concentration initiale à l'intérieur du cordon de scellement est uniforme selon  $x$  ( $C_{t=0} = \text{constante}$ ). En revanche, la concentration à l'intérieur de la cavité  $C_2$  évolue à mesure que le gaz diffuse à travers le scellement. On a donc une concentration  $C_2(t)$  fonction du temps.



**Fig. 3.9 Concentrations aux limites de l'anneau de scellement**

Cette modification dans les conditions aux limites complique significativement la modélisation. En effet, on a désormais non seulement une expression de la concentration  $C(x,t)$  à l'intérieur de l'anneau de scellement qui va s'exprimer en fonction d'une concentration  $C_2$  non constante, mais également une concentration  $C_2$  dont l'évolution est fonction de la concentration  $C$  à l'intérieur du film.

Pour résoudre ce problème, nous avons opté pour une approche itérative du phénomène, afin de conserver des concentrations aux limites  $C_1$  et  $C_2$  constantes pour la résolution de l'équation de Fick. En considérant que la concentration interne  $C_2$  reste constante sur une courte période de temps, le phénomène a été décomposé en une succession d'itérations constituées des deux étapes suivantes :

- Calcul de l'évolution de la concentration  $C(x,t)$  à l'intérieur de l'anneau de scellement sur une courte période en considérant  $C_1$  et  $C_2$  constantes
- Réévaluation de la concentration interne  $C_2$  en prenant en compte l'évolution de  $C$  durant la période d'itération

Une fois la concentration interne  $C_2$  réévaluée, elle est utilisée pour calculer l'évolution de la concentration à l'intérieur de l'anneau de scellement pour l'itération suivante. En effectuant des itérations successives un nombre suffisant de fois, on obtient la concentration  $C_2$  finale à l'intérieur de la cavité. Il est alors très facile d'en déduire une quantité de gaz entré, et ainsi de déterminer l'herméticité du boîtier étudié.

### 3.3.2.1 Calcul de l'évolution de la concentration pour une itération

La première étape est la modélisation de la diffusion à l'intérieur de l'anneau de scellement pour une itération. Il faut noter que pour la première itération, la concentration initiale à l'intérieur du film  $C_{t=0}$  est supposée constante. On se trouve donc dans la situation décrite dans le paragraphe 3.3.1, et dont la solution est bien connue. Par contre, pour les itérations suivantes, il est nécessaire de reprendre les équations de Fick à la base.

#### a) Méthode de résolution et conditions aux limites

A partir de la deuxième itération, la diffusion du gaz a commencé à l'intérieur du scellement.  $C_{t=0}$  ne peut donc plus être considérée comme uniforme selon l'axe  $x$ . L'équation 2.13 n'est alors plus valable. Pour modéliser le phénomène il faut reprendre la deuxième loi de Fick, et la résoudre pour une concentration initiale quelconque ( $C_{t=0} = f(x)$ ). La deuxième loi de Fick est rappelée ci-dessous :

$$\frac{\partial C(x,t)}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C(x,t)}{\partial x^2} \quad \text{Equation 3.13}$$

Avec  $C$  est la concentration de gaz en  $\text{kg.m}^{-3}$ ,  $D$  le coefficient de diffusion du gaz dans le polymère en  $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$ ,  $x$  la coordonnée de l'espace normale au gradient de concentration en m et  $t$  le temps en s.

Nous avons donc affaire à une équation différentielle du deuxième ordre à deux inconnues, qui peut être résolue à l'aide de différentes méthodes. Pour notre modèle itératif, il convient d'utiliser une méthode de résolution par séparation des variables.

Si l'on suppose que les variables  $x$  et  $t$  de l'équation 3.13 sont séparables, alors la solution la plus générale de la deuxième loi de Fick est l'équation suivante [Cra75] :

$$C = ax + b + \sum_{m=1}^{\infty} (A_m \sin \lambda_m x + B_m \cos \lambda_m x) e^{-\lambda_m^2 D t} \quad \text{Equation 3.14}$$

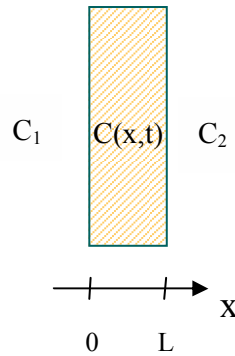
Pour obtenir l'expression de  $C$  dans le cas qui nous intéresse, il suffit donc de déterminer les valeurs des différents coefficients  $a$ ,  $b$ ,  $A_m$ ,  $B_m$  et  $\lambda_m$ . L'anneau de scellement étudié est représenté sur la Fig. 3.10 avec les concentrations aux limites  $C_1$  et  $C_2$ .

A partir des concentrations initiale à l'intérieur du film et aux limites au niveau de chacune des faces, on peut écrire le système d'équations suivant :

$$C(x,0) = C_0(x) \quad \text{quelconque pour } 0 < x < L \quad \text{Equation 3.15}$$

$$C(0,t) = C_1 \quad \text{Equation 3.16}$$

$$C(L,t) = C_2 \quad \text{Equation 3.17}$$



**Fig. 3.10 Représentation en 2 dimensions d'un anneau de scellement organique**

Ces équations vont permettre de déterminer les coefficients manquants, et ainsi de modéliser l'évolution de la concentration de gaz à l'intérieur de l'anneau de scellement au cours d'une itération.

### b) Expression de la concentration

On déduit facilement de l'équation 3.16 les valeurs de  $b$  et de  $B_m$ , et de l'équation 3.17 les valeurs de  $a$  et de  $\lambda_m$ . En remplaçant ces constantes par leur valeur réelle, on peut ainsi réécrire l'expression de la concentration à l'intérieur de l'anneau de scellement :

$$C = \frac{C_2 - C_1}{L} x + C_1 + \sum_{m=1}^{\infty} A_m \sin \frac{m\pi}{L} x e^{-\left(\frac{m\pi}{L}\right)^2 Dt} \quad \text{Equation 3.18}$$

Avec  $C$  est la concentration de gaz à l'intérieur du scellement en  $\text{kg.m}^{-3}$ ,  $C_1$  la concentration extérieure et  $C_2$  la concentration interne de gaz également exprimés en  $\text{kg.m}^{-3}$ ,  $L$  la largeur de l'anneau de scellement en  $\text{m}$  et  $D$  le coefficient de diffusion du gaz dans le polymère en  $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$ .  $A_m$  est un coefficient qui reste à déterminer pour obtenir l'expression de  $C$ .

### c) Calcul du coefficient $A_m$

Le coefficient  $A_m$  est plus délicat à déterminer. Pour cela, il faut utiliser l'équation 3.15 en remplaçant  $C$  par son expression dans l'équation 3.18.

$$\frac{C_2 - C_1}{L} x + C_1 + \sum_{m=1}^{\infty} A_m \sin \frac{m\pi}{L} x = C_0(x) \quad \text{Equation 3.19}$$

Avec  $C_0(x)$  l'expression de la concentration à l'intérieur de l'anneau de scellement au début de l'itération. Mais  $C_0(x)$  correspond également à l'expression de la concentration à l'intérieur de

l'anneau de scellement à la fin de l'itération précédente  $\tilde{C}_{\Delta t}(x)$  avec  $\Delta t$  la durée d'une itération. On peut donc écrire l'égalité suivante :

$$\frac{C_2 - C_1}{L}x + C_1 + \sum_{m=1}^{\infty} A_m \sin \frac{m\pi}{L}x = \frac{\tilde{C}_2 - C_1}{L}x + C_1 + \sum_{p=1}^{\infty} \tilde{A}_p \sin \frac{p\pi}{L}x e^{-\left(\frac{p\pi}{L}\right)^2 D\Delta t} \quad \text{Equation 3.20}$$

Avec  $\tilde{C}_2$  la concentration à l'intérieur de la cavité lors de l'itération précédente,  $\tilde{A}_p$  le coefficient calculé lors de l'itération précédente et  $t_0$  la durée d'une itération. Cette égalité peut être simplifiée, afin d'obtenir une expression plus claire :

$$\sum_{m=1}^{\infty} A_m \sin \frac{m\pi}{L}x = \frac{\tilde{C}_2 - C_2}{L}x + \sum_{p=1}^{\infty} \tilde{A}_p \sin \frac{p\pi}{L}x e^{-\left(\frac{p\pi}{L}\right)^2 D\Delta t} \quad \text{Equation 3.21}$$

A partir de cette égalité, il est possible d'exprimer la valeur du coefficient  $A_m$  en fonction du coefficient  $\tilde{A}_m$  et de la concentration  $\tilde{C}_2$  calculés pour l'itération précédente :

$$A_m = \tilde{A}_m e^{-\left(\frac{m\pi}{L}\right)^2 D\Delta t} + (\tilde{C}_2 - C_2) \frac{2}{(m\pi)^2} (\sin(m\pi) - m\pi \cos(m\pi)) \quad \text{Equation 3.22}$$

Afin ne pas alourdir les explications, les calculs nécessaires au passage de l'équation 3.21 à l'équation 3.22 ne sont pas détaillés ici. Ils sont toutefois disponibles en Annexe 1.

Le coefficient  $A_m$  est maintenant connu. En l'intégrant à l'expression de la concentration présentée dans l'équation 3.18, il va être possible de modéliser l'évolution de la concentration du gaz à l'intérieur de l'anneau de scellement pendant une itération. Il est à noter que ce coefficient  $A_m$  est le seul terme incluant des éléments calculés lors de l'itération précédente. C'est donc ce coefficient qui fait la nature itérative du modèle.

### 3.3.2.2 Evolution de la concentration interne

Après chaque itération, la concentration à l'intérieur du boîtier doit être réévaluée en fonction de la quantité de gaz ayant diffusé à travers le scellement. Le coefficient de diffusion du gaz dans la cavité étant très grand, de l'ordre de  $0,23 \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  pour le coefficient de diffusion de l'eau dans un boîtier scellé sous air ambiant [Ola94], on peut considérer que la diffusion de la vapeur d'eau y est instantanée en comparaison du phénomène de diffusion ayant lieu dans l'anneau de scellement ( $D = 4,5 \cdot 10^{-8} \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  pour de l'eau diffusant dans un scellement BCB).

La quantité de gaz entrant dans la cavité à l'instant  $t$  est par conséquent égale à la quantité de gaz présente dans l'anneau de scellement en  $x = L$ , à l'interface entre le scellement et la cavité, à cet instant  $t$ . La variation de la concentration interne de gaz durant une itération sera proportionnelle à l'intégrale du flux de gaz en  $x = L$  sur la durée de l'itération :

$$\Delta C_2 = \frac{S}{V} \int_0^{\Delta t} \Phi(L, t) dt \quad \text{Equation 3.23}$$



Avec S la surface de l'anneau de scellement à l'interface avec la cavité, V le volume interne du boîtier,  $\Delta t$  la durée d'une itération et  $\Phi(L,t)$  le flux de gaz en  $x = L$  et au temps t.

Après chaque itération, la concentration de gaz à l'intérieur du boîtier peut donc être réévaluée en fonction de la concentration  $\tilde{C}_2$  et du flux  $\tilde{\Phi}$  calculés pour l'itération précédente, à l'aide de l'équation suivante :

$$C_2 = \tilde{C}_2 + \frac{S}{V} \int_0^{\Delta t} \tilde{\Phi}(L,t) dt \quad \text{Equation 3.24}$$

Or d'après la première loi de Fick, à l'intérieur de l'anneau de scellement, le flux de gaz est relié à la concentration par l'équation ci-dessous :

$$\Phi(x,t) = -D \frac{\partial C(x,t)}{\partial x} \quad \text{Equation 3.25}$$

En remplaçant le flux par son expression en fonction de la concentration dans l'équation 3.24, on obtient donc :

$$C_2 = \tilde{C}_2 - \frac{DS}{V} \int_0^{\Delta t} \frac{\partial \tilde{C}}{\partial x}(L,t) dt \quad \text{Equation 3.26}$$

Et avec l'expression de C obtenue dans l'équation 3.18, la nouvelle concentration  $C_2$  se calcule finalement grâce à l'équation suivante :

$$C_2 = \tilde{C}_2 - \frac{DS}{VL} \left[ (\tilde{C}_2 - C_1) \Delta t + \frac{L^2}{\pi D} \sum_{m=1}^{\infty} \frac{\tilde{A}_m}{m} \cos(m\pi) \left( 1 - e^{-\left(\frac{m\pi}{L}\right)^2 D \Delta t} \right) \right] \quad \text{Equation 3.27}$$

Avec  $\tilde{C}_2$  la concentration interne utilisée lors de l'itération précédente en  $\text{kg.m}^{-3}$ , D le coefficient de diffusion du gaz considéré dans le scellement en  $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$ , S la surface de l'anneau de scellement en contact avec la cavité en  $\text{m}^2$ , V le volume interne en  $\text{m}^3$ , L la largeur de l'anneau de scellement en m,  $C_1$  la concentration extérieure en  $\text{kg.m}^{-3}$ ,  $\Delta t$  la durée d'une itération en s et  $\tilde{A}_m$  le coefficient calculé à l'aide de l'équation 3.22 pour l'itération précédente.

Là encore, le passage de l'équation 3.26 à l'équation 3.27 nécessite plusieurs lignes de calcul qui n'ont pas été détaillées ici. Ces calculs sont toutefois disponibles en Annexe 1.

### 3.3.3 IMPLEMENTATION LOGICIELLE DU MODELE

Le modèle a été implémenté avec Matlab, afin de pouvoir suivre l'évolution de la concentration à l'intérieur d'un anneau de scellement organique en fonction du temps, et d'observer les variations de concentration à l'intérieur de micro boîtiers incluant ce type de scellement.

Le code du programme Matlab est disponible en Annexe 2. Ce programme permet d'étudier la diffusion de différents types de gaz à travers différents types de boîtiers, en fixant toute une série de paramètres :

- Les dimensions de la cavité
- L'épaisseur et la largeur de l'anneau de scellement
- Le coefficient de diffusion du gaz dans l'anneau de scellement
- Les concentrations initiales dans l'anneau de scellement et dans la cavité
- La concentration extérieure

Il est également possible de choisir le nombre d'itérations afin d'obtenir un compromis entre la précision de la modélisation et la vitesse de calcul.

### ***3.3.3.1 Etude de l'évolution de la concentration à l'intérieur de l'anneau de scellement***

Le premier intérêt de la modélisation est qu'elle permet d'étudier l'évolution de la concentration du gaz à l'intérieur de l'anneau de scellement en fonction du temps. Pour illustrer cela, il est intéressant d'appliquer le modèle à un exemple réaliste de micro boîtier.

Le modèle a donc été utilisé pour étudier la pénétration de vapeur d'eau dans un micro boîtier avec anneau de scellement BCB. La cavité interne du boîtier étudié fait 2 mm de côté et 350  $\mu\text{m}$  de profondeur. L'anneau de scellement a une épaisseur de 5  $\mu\text{m}$  et une largeur de 200  $\mu\text{m}$ . L'étude portant sur la diffusion de vapeur d'eau à travers un anneau de scellement BCB, le coefficient de diffusion  $D$  a été fixé à  $4,5 \cdot 10^{-8} \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  (cf. le paragraphe 3.2.4).

La concentration initiale de vapeur d'eau est supposée nulle dans le film et dans la cavité. Le boîtier est soumis à l'air ambiant, ce qui correspond à une concentration en vapeur d'eau de  $15 \text{ g} \cdot \text{m}^{-3}$  ou à une pression partielle de vapeur d'eau de 21 mbar.

L'évolution de la concentration à l'intérieur du film est représentée sur la Fig. 3.11. La concentration extérieure  $C_1$  est représentée sur la gauche de chaque courbe. La concentration à l'intérieur de la cavité  $C_2$  est quand elle représentée sur la droite. L'anneau de scellement de 200 $\mu\text{m}$  est représenté entre les deux lignes pointillées. Une courbe représente donc la distribution de la concentration de vapeur d'eau dans l'anneau de scellement selon l'axe  $x$ , à un instant  $t$ .

On voit nettement sur la Fig. 3.11 qu'après 2 minutes d'exposition l'eau a déjà commencé à pénétrer dans l'anneau de scellement, jusqu'à environ 100  $\mu\text{m}$  de profondeur. Après 20 minutes, l'eau arrive à l'interface entre l'anneau de scellement et la cavité et commence à pénétrer dans le boîtier. Au bout d'1 jour, la concentration de vapeur d'eau à l'intérieur de la cavité a déjà augmenté. Elle atteint un

tiers de la pression extérieure après 8 jours, et deux tiers après 20 jours. Au bout de 70 jours, la pression de vapeur d'eau à l'intérieur du boîtier est quasiment identique à la pression extérieure.

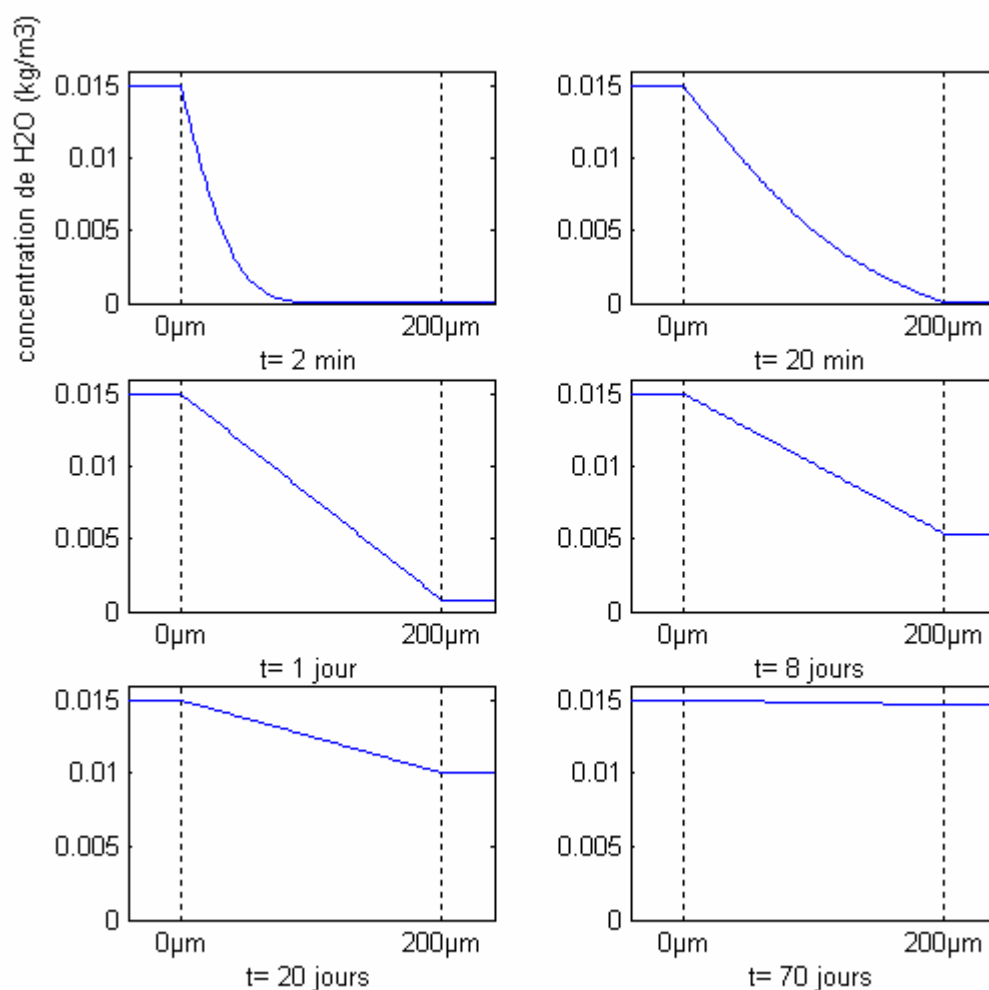
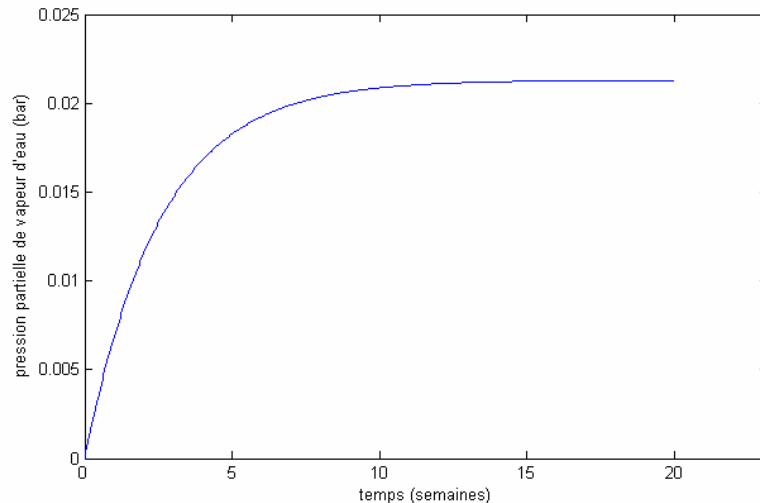


Fig. 3.11 Evolution de la concentration d'eau à l'intérieur d'un anneau de scellement BCB – La cavité mesure 2mm x 2mm x 350μm, l'anneau de scellement fait 5μm d'épaisseur et 200μm de large. Le boîtier, initialement vide, est soumis à l'air ambiant ( $C = 15\text{g.m}^{-3}$ )

### 3.3.3.2 Etude des variations de la pression partielle de gaz à l'intérieur de la cavité

Le programme réalisé permet également de tracer la courbe de variation de la concentration du gaz considéré à l'intérieur du boîtier au cours du temps. A partir de cette courbe, il est également très facile d'obtenir la quantité de gaz entrant ou sortant de la cavité, ou les variations de pression partielle du gaz à l'intérieur du boîtier.

La courbe de la Fig. 3.12 représente l'évolution de la pression partielle de vapeur d'eau à l'intérieur du boîtier étudié précédemment sur une durée de 140 jours. Le boîtier ne contient pas d'eau au début de la modélisation, et il est exposé à l'air ambiant.



**Fig. 3.12 Evolution de la pression partielle de vapeur d'eau à l'intérieur de la cavité – le boîtier est exposé à l'air ambiant ( $p_{H_2O} = 21 \text{ mbar}$ ).**

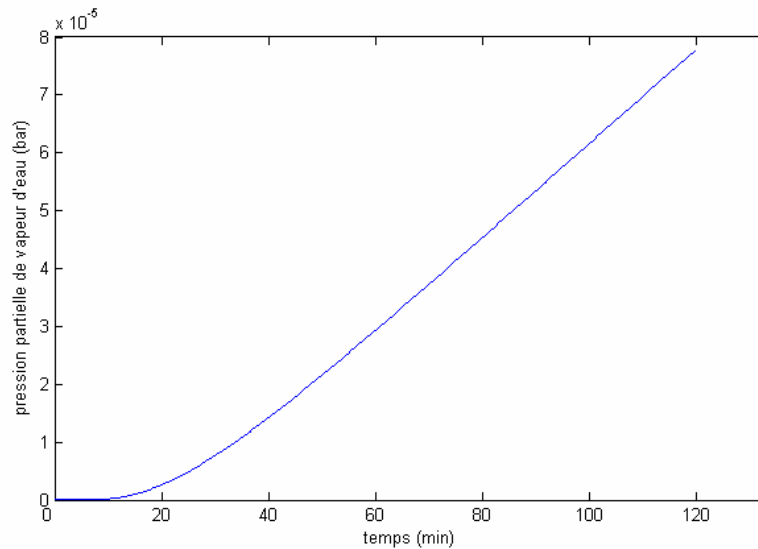
D'après le graphe, la pression partielle de vapeur d'eau à l'intérieur de la cavité atteint 50% de la pression partielle extérieure après seulement 2 semaines. L'équilibre entre les 2 concentrations est observé au bout de 10 semaines.

Cette courbe confirme que les boîtiers avec scellement adhésif organique ne peuvent pas être considérés comme hermétiques. Ce type de scellement, parfois appelé scellement semi hermétique, ne protège pas le composant encapsulé des échanges moléculaires avec l'environnement extérieur. Le scellement organique joue par contre le rôle de filtre, et protège efficacement contre les variations brutales de l'environnement de travail.

La courbe obtenue semble similaire aux courbes de variation de pression interne causée par des écoulements moléculaires à travers des fissures. Les deux phénomènes sont relativement proches, ce qui explique les tentatives de ramener le problème de diffusion à un problème d'écoulement classique (cf. paragraphe 2.2.2.2.1).

Toutefois, si le pas utilisé pour les itérations est suffisamment fin, il apparaît une différence entre les deux phénomènes. En effet, la diffusion à travers un scellement organique implique un délai entre l'exposition au gaz et l'arrivée effective des molécules dans la cavité. La Fig. 3.13 met ce phénomène en évidence. Dans le cas choisi pour l'étude, il faut attendre plus de 10 minutes après le début de l'exposition avant de voir l'humidité pénétrer effectivement dans la cavité.

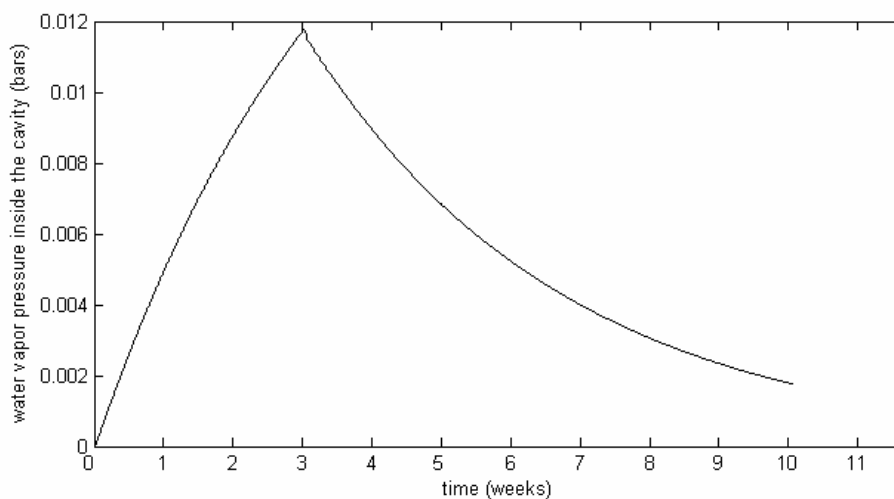
Ce retard n'est pas présent dans le cas d'un écoulement moléculaire, la pénétration du gaz étant quasiment instantanée. Dans le cas étudié, le retard peut être considéré comme négligeable. Mais selon le coefficient de diffusion du couple gaz / polymère mis en jeu et la largeur du scellement, il peut être beaucoup plus important.



**Fig. 3.13** Détail de la courbe de variation de la pression interne de vapeur d'eau – délai entre l'exposition et l'arrivée de l'humidité

Il est à noter que le modèle fonctionne également pour les cas où la pression externe est inférieure à la pression interne, et qu'il est adaptable pour étudier le comportement d'un boîtier exposé à une concentration extérieure variable.

Ce cas de figure a été étudié pour un boîtier dont les dimensions font  $40\mu\text{m} \times 5\text{ mm} \times 5\text{ mm}$  avec un anneau de scellement de  $2,5\ \mu\text{m}$  d'épaisseur et de  $500\ \mu\text{m}$  de largeur [Vey05a]. Le boîtier a été exposé à une pression partielle de vapeur d'eau de 21 mbar pendant 3 semaines, puis placé dans un environnement sec. La courbe obtenue est présentée sur la Fig. 3.14.



**Fig. 3.14** Evolution de la pression partielle de vapeur d'eau dans un boîtier d' $1\ \text{mm}^3$  avec un scellement de  $2,5\mu\text{m}$  d'épaisseur et de  $500\mu\text{m}$  de largeur exposé à 21 mbar de vapeur d'eau pendant 3 semaines puis à de l'air sec

Après 3 semaines d'exposition, la pression partielle de vapeur d'eau à l'intérieur de la cavité atteint 12 mbar. Le boîtier est alors placé dans une atmosphère sèche, sans aucune humidité. Après 7 semaines, la pression interne n'a toujours pas atteint 0 bar.

La différence dans les vitesses de diffusion s'explique par la différence initiale de pression partielle de vapeur d'eau entre l'extérieur et l'intérieur de la cavité. Quand le boîtier est exposé à l'air ambiant, la différence de pression partielle entre l'intérieur et l'extérieur de la cavité est de 21 mbar. Au moment où le boîtier est placé dans un environnement sec cette différence est seulement de 12 mbar, étant donné que l'équilibre n'a pas été atteint avec l'atmosphère extérieure. D'après les lois de la diffusion, il est donc normal que la perte de vapeur d'eau soit plus lente.

### 3.4 COMPARAISON DU MODELE AVEC LE TEST DE FUITE D'HELIUM

---

Pour être validé, le modèle doit être confronté à des résultats expérimentaux de tests de fuites réalisés sur des cavités réelles. Malgré ses limitations en ce qui concerne le test des micro boîtiers, et particulièrement des micro boîtiers avec scellement organique, le test de fuites d'hélium reste le moyen de mesure de l'herméticité le plus utilisé, y compris pour les boîtiers MEMS. Des tests de fuite d'hélium ont donc été réalisés sur des échantillons de micro boîtiers avec un cordon de scellement, afin de comparer les résultats obtenus [Vey05a].

#### 3.4.1 VEHICULES DE TEST

Les véhicules de test utilisés pour cette comparaison sont présentés sur la Fig. 3.15. Ce sont des micro cavités en silicium scellées à l'aide d'un anneau de scellement BCB de 5  $\mu\text{m}$  d'épaisseur et de 100  $\mu\text{m}$  de largeur.

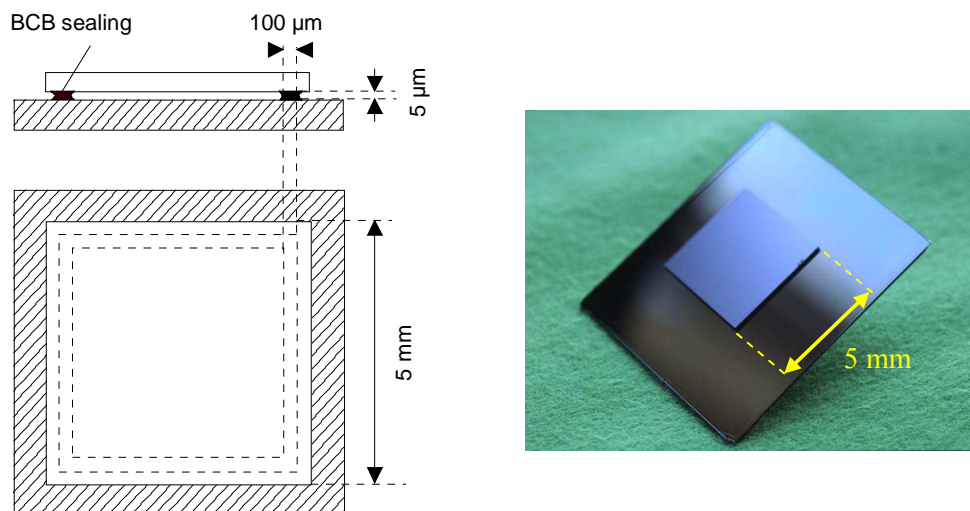


Fig. 3.15 Dimensions des micro boîtiers utilisés pour le test de fuite d'hélium

---

La cavité interne mesure 4,6 mm de côté et 5 µm de profondeur. Le capot est en fait un simple wafer posé directement sur l’anneau de scellement BCB, il n’y a pas de cavité gravée dans le silicium. Du fait de la faible profondeur le volume de la cavité est donc extrêmement réduit, de l’ordre de 0,1 mm<sup>3</sup>. De plus, le cordon de scellement étant relativement fin, la diffusion des gaz à travers le scellement devrait donc être rapide.

### 3.4.2 MESURES DE FUITE D’HELIUM

Les tests de fuite d’hélium ont été réalisés sur 3 des cavités présentées précédemment, en utilisant le spectromètre de masse Leybold UL200 disponible au CNES (cf. Fig. 2.7). Nous avons pour cela utilisé les spécifications du test A<sub>2</sub> de la méthode 1014 de la norme MIL-STD-883E présenté dans le paragraphe 2.3.1.1.1.

Les échantillons ont tout d’abord été exposés pendant 18 heures à une pression d’hélium de 2,5 bar, et les taux de fuite d’hélium ont été mesurés après un temps de repos de 5 min. Les résultats obtenus ont ensuite permis de déterminer le taux de fuite standard de vapeur d’eau, c’est-à-dire le taux de fuite de vapeur d’eau pour une différence de pression partielle de vapeur d’eau de 1 atm entre l’intérieur et l’extérieur de la cavité pour chacun des boîtiers testés. Pour cela, nous avons utilisé l’équation de Howl et Mann rappelée ci-dessous :

$$R = \frac{L_W P_E}{P_0} \sqrt{\frac{M_W}{M}} \left( 1 - e^{-\frac{L_W t_1}{V P_0} \sqrt{\frac{M_W}{M}}} \right) e^{-\frac{L_W t_2}{V P_0} \sqrt{\frac{M_W}{M}}} \quad \text{Equation 3.28}$$

Où R est le taux de fuite d’hélium mesuré et L<sub>W</sub> le taux de fuite standard de vapeur d’eau recherché tous deux en atm.cm<sup>3</sup>.s<sup>-1</sup>, P<sub>E</sub> est la pression d’hélium durant l’exposition en atm, P<sub>0</sub> est la pression atmosphérique (1 atm), M<sub>W</sub> la masse moléculaire de la vapeur d’eau (18 g.mol<sup>-1</sup>), M la masse moléculaire de l’hélium (4 g.mol<sup>-1</sup>), V le volume de la cavité en cm<sup>3</sup> et t<sub>1</sub> et t<sub>2</sub> les temps d’exposition et de repos tous deux exprimés en s.

Les valeurs de taux de fuite standard de vapeur d’eau L<sub>W</sub> ont été extraites de l’équation 3.28 en utilisant le logiciel Mathematica. Les valeurs du taux de fuite d’hélium mesuré et du taux de fuite standard de vapeur d’eau des différents échantillons sont exposés dans le Tableau 3.1.

	échantillon #1	échantillon #2	échantillon #3
Taux de fuite d’hélium mesuré (atm.cm <sup>3</sup> .s <sup>-1</sup> )	2.4x10 <sup>-8</sup>	4.7x10 <sup>-8</sup>	6.8x10 <sup>-8</sup>
Taux de fuite standard de vapeur d’eau (atm.cm <sup>3</sup> .s <sup>-1</sup> )	4.61x10 <sup>-9</sup>	9.20x10 <sup>-9</sup>	1.36x10 <sup>-8</sup>

**Tableau 3.1 Taux de fuite mesurés sur les véhicules de test**

Les 3 taux de fuite d'hélium mesurés présentent un écart significatif. Ils se situent cependant tous autour de  $5.10^{-8} \text{ atm.cm}^3.s^{-1}$ . Or les tests ont été réalisés après une exposition à une pression de 2,5 bar d'hélium. Le taux de fuite standard d'hélium, pour une différence de pression d'1 bar, sera donc inférieur à  $5.10^{-8} \text{ atm.cm}^3.s^{-1}$  pour les 3 échantillons.

Du point de vue de la norme, les 3 cavités sont donc hermétiques. Toutefois, le volume de ces cavités est très largement inférieur au volume minimum prévu par la norme ( $0,1 \text{ mm}^3$  contre  $50 \text{ mm}^3$ ). En réalité, l'herméticité mesurée n'est pas suffisante pour un si petit volume, et l'atmosphère interne n'est pas protégée des variations extérieures.

### 3.4.3 MODELISATION

Le modèle a été appliqué aux véhicules de test, en indiquant dans le programme Matlab les dimensions de la cavité et de l'anneau de scellement. La Fig. 3.16 montre l'évolution de la concentration en vapeur d'eau à l'intérieur de l'anneau de scellement de l'un de ces micro boîtiers soumis à l'air ambiant ( $C_{\text{H}_2\text{O}} = 15 \text{ g.m}^{-3}$ ).

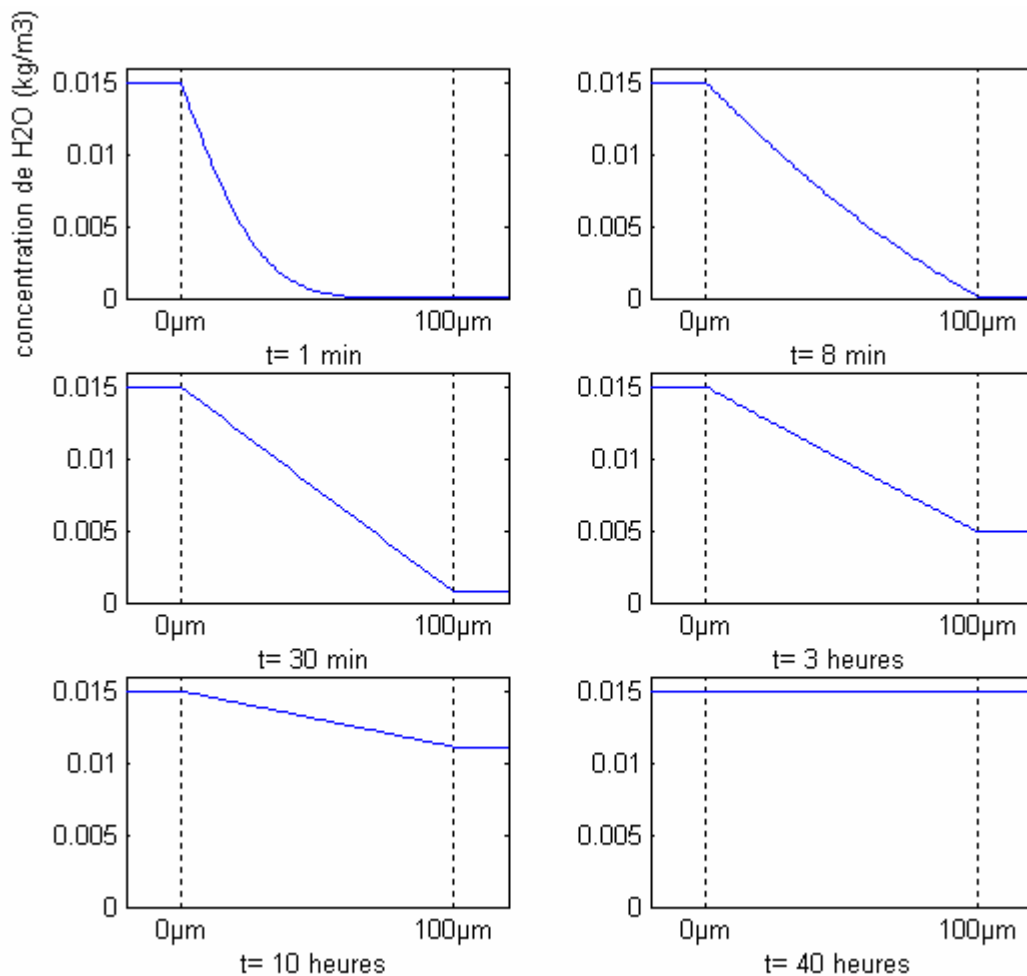
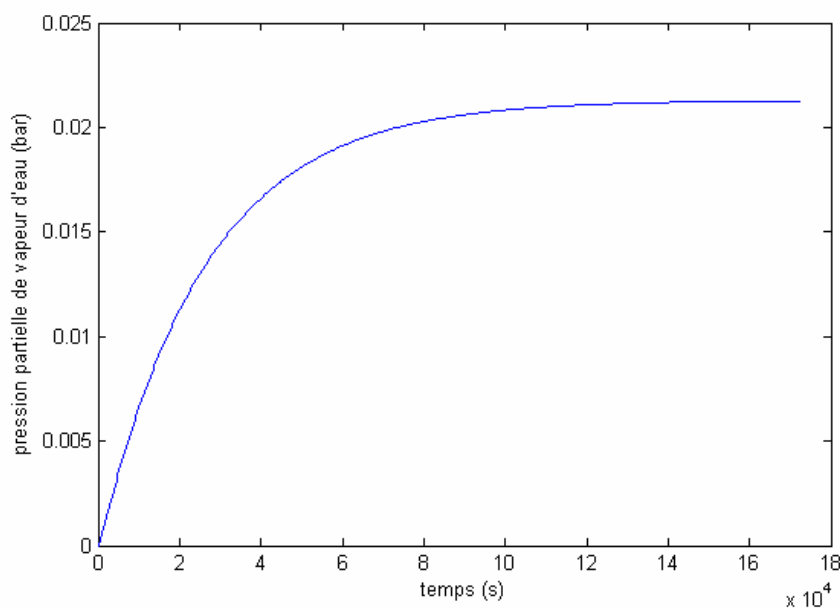


Fig. 3.16 Modélisation de l'évolution de la concentration de vapeur d'eau à l'intérieur de l'anneau de scellement d'un boîtier exposé à l'air ambiant



Après seulement une minute, l'eau a pénétré d'environ 60  $\mu\text{m}$  à l'intérieur de l'anneau de scellement qui ne fait que 100  $\mu\text{m}$  de large. Après 8 minutes elle commence à pénétrer dans la cavité (la pente de la courbe de distribution de la concentration n'est pas nulle en  $x = 100 \mu\text{m}$ ). Après 30 min la concentration de vapeur d'eau a clairement augmenté à l'intérieur de la cavité. Après 3 heures elle atteint un tiers de la concentration extérieure, et après 10 heures plus de deux tiers. Au bout de 40 heures, la concentration de vapeur d'eau à l'intérieur de la cavité est déjà à l'équilibre avec la concentration extérieure.

La Fig. 3.17 présente l'évolution de la pression partielle de vapeur d'eau à l'intérieure d'un de ces boîtiers soumis à l'air ambiant ( $p_{\text{H}_2\text{O}} = 21 \text{ mbar}$ ).



---

**Fig. 3.17 Modélisation de l'évolution de la pression partielle de vapeur d'eau à l'intérieur de l'un des échantillons testés exposé à l'air ambiant**

L'équilibre entre les pressions de vapeur d'eau à l'intérieur et à l'extérieur de la cavité est atteint en moins de 2 jours. Cela montre bien que ce type de scellement ne peut pas être utilisé sur des boîtiers de cette dimension pour l'encapsulation de composants sensibles à des variations de pression ou de composition de leur atmosphère de travail.

### 3.4.4 COMPARAISON ENTRE TEST ET MODELISATION

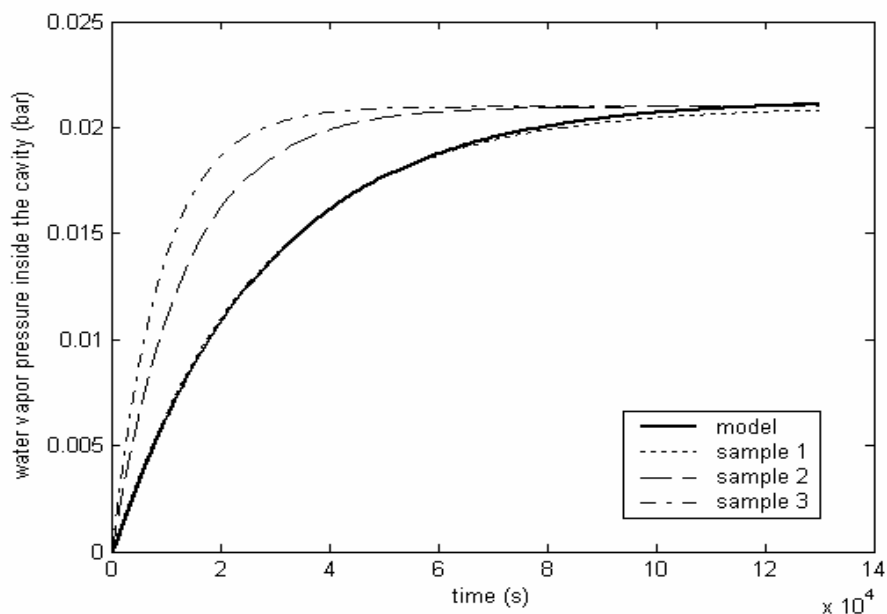
Afin pouvoir effectuer la comparaison entre le test de fuite d'hélium et le modèle, nous avons choisi de tracer les courbes de l'évolution de la pression partielle de vapeur d'eau à l'intérieur des boîtiers testés à partir des taux de fuite standard de vapeur d'eau exposés dans le tableau 3.1.

Pour cela, nous avons utilisé l'équation 2.10 présentée dans le paragraphe 2.2.1.1.3. Cette équation est rappelée ci-dessous :

$$Q_{in} = \Delta p_0 \left( 1 - e^{-\frac{L_w t}{V P_0}} \right) \quad \text{Equation 3.29}$$

Avec  $Q_{in}$  la pression partielle de vapeur d'eau entrée dans la cavité en atm,  $\Delta p_0$  la différence initiale de pression partielle de vapeur d'eau entre l'extérieur et l'intérieur de la cavité en atm,  $L_w$  le taux de fuite standard de vapeur d'eau de la cavité en  $\text{atm.cm}^3.\text{s}^{-1}$ ,  $V$  le volume interne de la cavité en  $\text{m}^3$ ,  $P_0$  la pression atmosphérique (1 atm) et  $t$  le temps en s.

Les courbes obtenues pour les 3 échantillons testés sont représentées sur la Fig. 3.18 avec la courbe obtenue grâce à la modélisation. Le modèle est représenté en gras, alors que les courbes issues de l'expérimentation sont tracées en pointillés.



**Fig. 3.18** Variation de la pression partielle de vapeur d'eau à l'intérieur des échantillons testés. Initialement, les boîtiers ne contiennent pas de vapeur d'eau. Ils sont ensuite exposés à l'air ambiant ( $p_{\text{H}_2\text{O}} = 21 \text{ mbar}$ )

Pour les 3 échantillons nous avons mesuré 3 taux de fuite différents. Ces différents taux de fuite correspondent à des courbes de variation de pression différentes. Ces différences peuvent être expliquées par la présence de fissures au niveau de l'interface entre le boîtier en silicium et l'anneau de scellement BCB, les fuites éventuelles dues à un écoulement moléculaire à travers des fissures n'étant pas prises en compte par le modèle.

La Fig. 3.18 montre clairement que pour le premier échantillon testé, la courbe de l'évolution de la vapeur d'eau calculée à l'aide du taux de fuite d'hélium est très proche de la courbe obtenue par la modélisation. Pour les deux autres échantillons en revanche, la pénétration de vapeur d'eau semble sous estimée.

Cet exemple montre l'utilité du modèle pour analyser la qualité d'un scellement organique. En effet, si la pression de vapeur d'eau à l'intérieur du boîtier numéro un évolue comme attendu par le modèle on

peut en déduire que l'eau a bien pénétré dans la cavité par diffusion, et par conséquent que l'anneau de scellement BCB ne présente aucune fissure. Pour les échantillons deux et trois en revanche, la pénétration de vapeur d'eau semble plus rapide qu'attendu. Le modèle permet alors de déterminer la part de cette pénétration due à la diffusion moléculaire, et par conséquent d'estimer la part due à des fuites à travers des fissures dues à une mauvaise qualité du procédé de scellement ou à une détérioration du cordon.

## 3.5 CONCLUSION

---

Une partie du travail effectué pendant la thèse a consisté à étudier et à modéliser le phénomène de pénétration des gaz dans les micro boîtiers à travers les scellements organiques. Une procédure a été mise en place afin de déterminer en mesurant la prise de masse le coefficient de diffusion de la vapeur d'eau ou de solvants organiques dans les résines et les colles utilisées pour le scellement des microcavités. D'autre part, un modèle itératif de la diffusion des gaz à travers les scellements organiques a été mis au point. Ce modèle tient compte de l'évolution de la pression à l'intérieur de la cavité sous l'effet de la diffusion moléculaire.

Le modèle mis au point présente un intérêt certain pour la réalisation et l'analyse de défaillance des micro boîtiers semi hermétiques avec anneau de scellement adhésif organique. En ce qui concerne la réalisation des boîtiers, le modèle permet de dimensionner la cavité ainsi que la largeur et l'épaisseur de l'anneau de scellement en fonction de la sensibilité du composant encapsulé aux variations de pression ou de composition de l'atmosphère interne, et en fonction de l'environnement dans lequel sera placé le boîtier durant sa durée de vie. Pour ce qui est de l'analyse de défaillance, le modèle permet une comparaison avec les résultats des mesures de taux de fuite, afin de s'assurer que les fuites détectées sont bien dues au phénomène de diffusion. Cela permet d'évaluer la qualité d'un scellement, et de détecter d'éventuelles fissures ou des problèmes de délamination à l'interface entre le scellement et le boîtier si le modèle sous estime la vitesse de pénétration du gaz.

Pour effectuer les comparaisons du modèle avec des valeurs de taux de fuite mesurées expérimentalement, nous avons utilisé le test de fuite d'hélium qui est préconisé par la norme MIL et qui était disponible dès le début de la thèse. Or nous avons vu dans le chapitre précédent que cette méthode de test n'était pas vraiment adaptée aux cavités présentant un volume inférieur à la dizaine de  $\text{mm}^3$ , et particulièrement aux cavités scellées à l'aide d'un cordon organique. La dernière partie du travail de thèse a donc consisté en la mise au point d'une méthode de détermination de l'herméticité plus adaptée aux micro boîtiers MEMS, en utilisant la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.

*Chapitre 4 : Détermination de  
l'herméticité des micro cavités  
par spectroscopie FTIR*



## 4.1 INTRODUCTION

---

L'étude de l'herméticité des boîtiers avec des volumes internes de l'ordre du millimètre cube, et en particulier des boîtiers scellés à l'aide d'adhésifs organiques, nécessite la mise au point de techniques alternatives au test de fuite d'hélium, qui s'avère inadapté pour déterminer l'herméticité de ce type de micro boîtiers. Les techniques utilisées doivent notamment être capables de détecter de faibles variations de pression directement à l'intérieur de la cavité plutôt que de mesurer la quantité de gaz s'échappant de l'anneau de scellement.

Nous avons vu dans le chapitre 2 deux techniques existantes adaptées à ce type de micro boîtiers, la mesure de la déflexion du capot en fonction des variations de pression interne et l'intégration d'un capteur in situ mesurant les variations de pression ou de composition à l'intérieur de la cavité. Chacune de ces deux techniques présente des avantages et des inconvénients propres, et ne convient pas pour toutes les applications. Pour notre part, nous nous sommes intéressés à une troisième technique, qui utilise la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR pour Fourier Transform Infrared Spectroscopy en anglais). Cette technique a fait l'objet d'une unique publication en 1995 dans laquelle les auteurs ont mis en évidence son intérêt dans le cadre de la détection de fuite [Nes95]. Depuis, il n'y a plus eu de travaux sur ce sujet. Pourtant, c'est une approche extrêmement prometteuse, adaptée au packaging niveau wafer et à l'encapsulation des MEMS.

La première partie de ce chapitre sera consacrée à la présentation du principe général de la spectroscopie infrarouge, et à son application à la détection de gaz à l'intérieur de micro boîtiers en silicium ou en verre, ainsi qu'à la détermination de l'herméticité de ce type de micro boîtiers. Dans la deuxième partie, nous détaillerons les différentes mesures de spectroscopie infrarouge effectuées sur des véhicules de test en silicium avec scellement organique BCB étanchés ou non afin de mettre au point et de valider la méthode.

## 4.2 PRINCIPE DE LA DETECTION DE FUITES PAR SPECTROSCOPIE INFRAROUGE

---

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse basée sur l'absorption du rayonnement infrarouge par les liaisons moléculaires. Elle permet d'analyser qualitativement et quantitativement la composition moléculaire d'un matériau ou d'un gaz. Cette méthode a été initialement développée pour réaliser des analyses chimiques de matériaux. Cependant, il est possible de l'adapter à la mesure d'herméticité, en détectant les variations de pression d'un gaz traceur à l'intérieur de micro boîtiers transparents au rayonnement infrarouge.

### 4.2.1 PRINCIPE DE LA SPECTROSCOPIE INFRAROUGE

La spectroscopie infrarouge utilise le principe de l'interaction matière – rayonnement. On trace le spectre infrarouge en transmission ou en réflexion sur un échantillon à tester, et l'étude des pics correspondants aux différentes longueurs d'onde absorbées permet de caractériser la composition moléculaire du matériau étudié.

#### 4.2.1.1 Niveaux d'énergie d'une molécule

L'énergie d'un atome ou d'une molécule ne peut prendre que certaines valeurs précises que l'on appelle niveaux d'énergie, et que l'on représente généralement par un diagramme de traits horizontaux.

Dans le cas des atomes, l'ensemble des énergies possibles est constitué des niveaux d'énergie électroniques, qui varient pour chaque type d'atome et qui sont donc caractéristiques d'un atome donné. Dans le cas des molécules, aux niveaux d'énergie électroniques vont s'ajouter des niveaux d'énergie supplémentaires dus aux interactions entre les atomes constitutifs du système. Ce sont les niveaux d'énergie de vibration, de rotation et de translation. Au final, l'énergie d'une molécule est donc la somme de quatre composantes [Haz96] :

$$E_{\text{Totale}} = E_{\text{électronique}} + E_{\text{vibration}} + E_{\text{rotation}} + E_{\text{translation}} \quad \text{Equation 4.1}$$

Chacune de ces quatre composantes est due à un phénomène physique différent et peut être déterminée séparément en utilisant des modèles adaptés.

- L'énergie électronique

A l'échelle moléculaire, les niveaux d'énergie électronique sont très difficiles à déterminer. Les électrons de chaque atome interagissent entre eux, ce qui modifie la valeur globale de l'énergie. Par conséquent, il n'existe pas de modèle général pour quantifier les niveaux d'énergie électronique d'une



molécule. On utilise toutefois des modèles adaptés à un type donné de molécule. Ces modèles sont généralement basés sur la géométrie de la molécule plus que sur le type d'atomes qui la constituent.

Typiquement, la séparation entre deux niveaux d'énergie électronique est de l'ordre de l'électron-volt ou plus.

▪ L'énergie vibrationnelle

Pour une molécule diatomique, les mouvements de vibration correspondent aux oscillations de la longueur de liaison entre les deux molécules au voisinage de sa valeur d'équilibre. En faisant une approximation, on peut assimiler ces mouvements de vibration avec ceux d'un ressort élastique microscopique, ce qui permet de quantifier l'énergie correspondante :

$$E_v = \left( v + \frac{1}{2} \right) h \nu_{vib} \quad \text{avec } v = 0, 1, 2, \dots \quad \text{Equation 4.2}$$

On obtient l'énergie vibrationnelle en Joules avec  $\nu_{vib}$  la fréquence de vibration de la molécule en  $s^{-1}$  et  $h$  la constante de Planck égale à  $6,6262 \cdot 10^{-34}$  J.s. Pour les molécules plus complexes, le modèle n'est pas aussi simple mais il est toujours possible de déterminer des niveaux d'énergie.

Typiquement, la séparation entre deux niveaux d'énergie vibrationnelle est de l'ordre du dixième d'électron-volt ( $\Delta E_J^{vib} \leq 0,1 \text{ eV}$ ).

▪ L'énergie rotationnelle

En plus des mouvements de vibrations, une molécule est soumise à un mouvement de rotation autour de son centre de gravité. A ce mouvement de rotation est là encore associée une énergie appelée énergie rotationnelle. Si l'on assimile une molécule à un rotateur rigide symétrique, de moment d'inertie  $I$ , alors on peut quantifier cette énergie rotationnelle grâce à l'équation suivante :

$$E_R = \frac{h^2}{8\pi^2 I} J(J+1) \quad \text{avec } J = 0, 1, 2, \dots \quad \text{Equation 4.3}$$

L'énergie rotationnelle est exprimée en Joules avec  $I$  le moment angulaire de la molécule et  $h$  la constante de Planck. Là encore, pour des molécules plus complexes, le calcul n'est pas aussi simple.

Typiquement, la séparation entre deux niveaux d'énergie rotationnelle est de l'ordre du centième d'électron-volt ( $\Delta E_J^{Rot} \leq 0,01 \text{ eV}$ ).

▪ L'énergie translationnelle

Le mouvement de translation uniforme d'une molécule dans un volume donné peut être assimilé à celui d'une particule, et donc quantifié de la manière suivante :

$$E_T = \frac{n^2 h^2}{8mL^2} \quad n = 1, 2, 3 \dots \quad \text{Equation 4.4}$$

On obtient l'énergie translationnelle en Joules avec m la masse moléculaire en kg, L la longueur de la translation en m et h la constante de Planck.

Pratiquement, les niveaux d'énergie de translation sont tellement rapprochés qu'on peut considérer cette énergie comme non quantifiée. Dans la plupart des cas, on va même jusqu'à la négliger ( $\Delta E_j^{Trans} \approx 0 \text{ eV}$ ).

▪ Diagramme énergétique

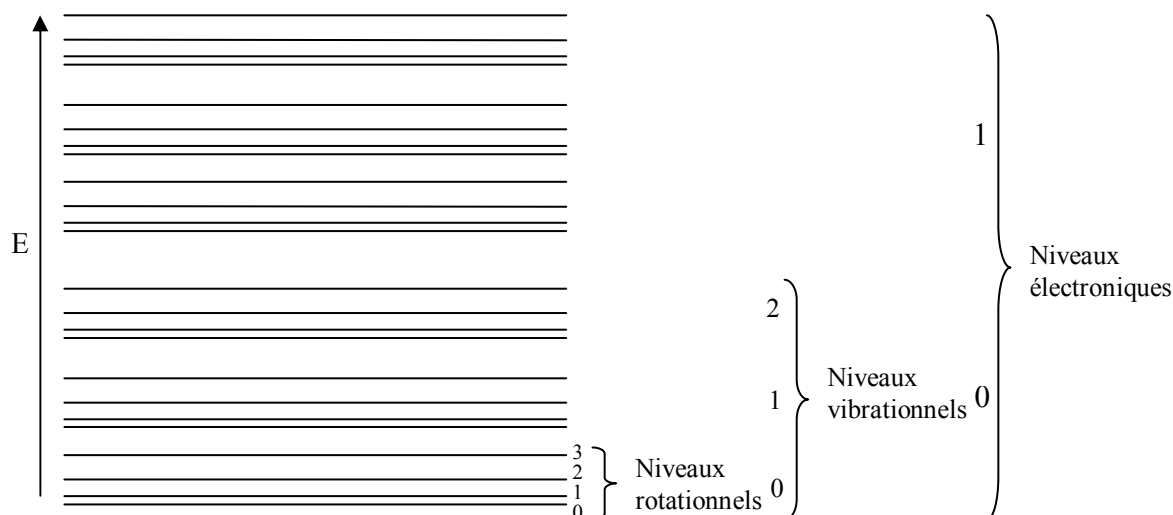
Si l'on tient compte des ordres de grandeur présentés précédemment, les différentes énergies mises en jeu s'ordonnent comme exposé sur la Fig. 4.1 :

$$E_{\text{translation}} \ll E_{\text{rotation}} \ll E_{\text{vibration}} \ll E_{\text{électronique}}$$

$$\approx 0 \text{ eV} \ll 10^{-2} \text{ eV} \ll 10^{-1} \text{ eV} \ll 1 \text{ eV}$$

**Fig. 4.1** Ordres de grandeur des niveaux d'énergie moléculaires

En négligeant l'énergie de translation, le diagramme énergétique d'une molécule sera donc représenté comme dans la Fig. 4.2.



**Fig. 4.2** Diagramme énergétique d'une molécule

A la température ambiante, sans excitation, toutes les molécules sont dans leur état électronique fondamental. Presque toutes les molécules sont dans leur état vibrationnel fondamental ( $v = 0$ ), et elles sont distribuées sur les différents états de rotation.

### 4.2.1.2 Rappels sur le rayonnement électromagnétique

Une onde électromagnétique est composée de deux champs vectoriels que l'on peut mesurer séparément, un champ électrique  $\vec{E}$  et un champ magnétique  $\vec{B}$ . En règle générale, le comportement de ces deux champs peut être décrit par les équations de Maxwell.

Une onde électromagnétique est caractérisée par sa longueur d'onde  $\lambda$ , qui représente la distance séparant deux crêtes successives de cette onde. La longueur d'onde est égale à la vitesse de l'onde divisée par sa fréquence. Dans le cas d'une onde électromagnétique se propageant dans le vide, cette vitesse est égale à la vitesse de la lumière dans le vide  $c$ . L'expression de la longueur d'onde est donc dans ce cas :

$$\lambda = \frac{c}{\nu} \quad \text{Equation 4.5}$$

Avec  $c = 3 \cdot 10^8 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$  la vitesse de la lumière et  $\nu$  la fréquence de l'onde en  $\text{s}^{-1}$ .

Or l'énergie d'une onde électromagnétique peut se déduire directement de sa fréquence, en utilisant la formule suivante :

$$E = h\nu \quad \text{Equation 4.6}$$

L'énergie de l'onde  $E$  est exprimée en J, avec  $\nu$  la fréquence en  $\text{s}^{-1}$  et  $h$  la constante de Planck égale à  $6,6262 \cdot 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s}$ .

La fréquence étant elle-même reliée à la longueur d'onde par l'équation 4.5, on voit bien que l'énergie d'une onde électromagnétique est inversement proportionnelle à sa longueur d'onde. Les ondes de longueur d'onde élevée présentent donc une énergie limitée, alors que les ondes de faible longueur d'onde transportent une énergie plus importante. La Fig. 4.3 répertorie les différents types d'ondes électromagnétiques en fonction de l'énergie transportée.

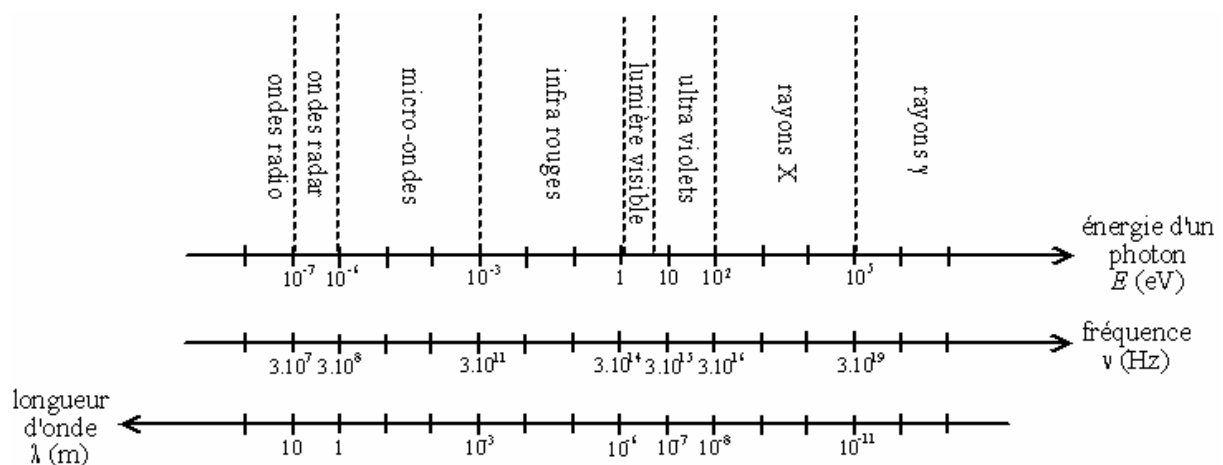


Fig. 4.3 Récapitulatif des ondes électromagnétiques classées par énergie transportée

Pour l'application qui nous intéresse, à savoir la spectroscopie infrarouge, les rayonnements mis en jeu doivent présenter une longueur d'onde correspondant aux niveaux d'énergie de rotation et de vibration des liaisons intramoléculaires, c'est-à-dire à des énergies allant du meV à l'eV. D'après la Fig. 4.3, cela correspond au domaine infrarouge, avec des longueurs d'onde comprises entre  $10^{-6}$  et  $10^{-3}$  mètres. Le Tableau 4.1 présente plus en détails les différents domaines de l'infrarouge et les longueurs d'onde correspondantes.

	Visible	IR proche	IR moyen	IR lointain
Longueur d'onde( $\mu\text{m}$ )	0,4	0,65	2	1000
Energie (eV)	3,1	1,9	0,62	0,0012

**Tableau 4.1 Longueurs d'onde et énergies des rayonnements infrarouges**

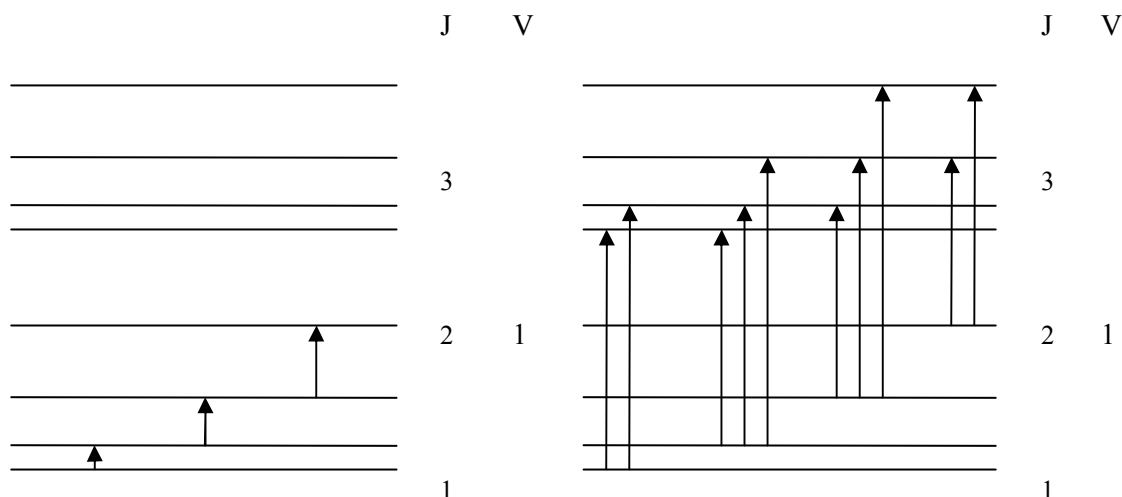
C'est l'interaction de ces rayonnements infrarouges avec les molécules des matériaux à tester qui est à la base du principe de la spectroscopie infrarouge.

### 4.2.1.3 Interaction matière-rayonnement

Lorsque l'on vient percuter une liaison moléculaire se trouvant dans un état d'énergie fondamental  $E_i$  avec une onde électromagnétique d'énergie exactement égale à  $\Delta E = E_f - E_i$  la différence d'énergie entre l'état fondamental et un état excité de cette liaison, et donc de fréquence  $\nu = h / (E_f - E_i)$ , le rayonnement est absorbé par la liaison qui récupère l'énergie ainsi apportée. La molécule se retrouve alors dans un état excité, avec un niveau d'énergie  $E_f$  supérieur au précédent [Haz96].

Pour la spectroscopie infrarouge, les rayonnements mis en jeu sont bien évidemment des rayonnements infrarouges. D'après le Tableau 4.1, ces rayonnements peuvent fournir des énergies allant de  $10^{-3}$  eV pour l'IR lointain à 1 eV pour l'IR proche. Cela limite donc les sauts d'énergie mis en jeu à des transitions d'énergie de rotation pour des rayonnements situés dans l'IR lointain, et à des sauts d'énergie de vibration ou de vibration-rotation pour des rayonnements situés dans l'IR moyen. Pratiquement, on ne travaille que dans l'IR moyen. Les transitions étudiées sont donc des transitions de vibration et de vibration-rotation. Ces types de transitions sont illustrés sur la Fig. 4.4.

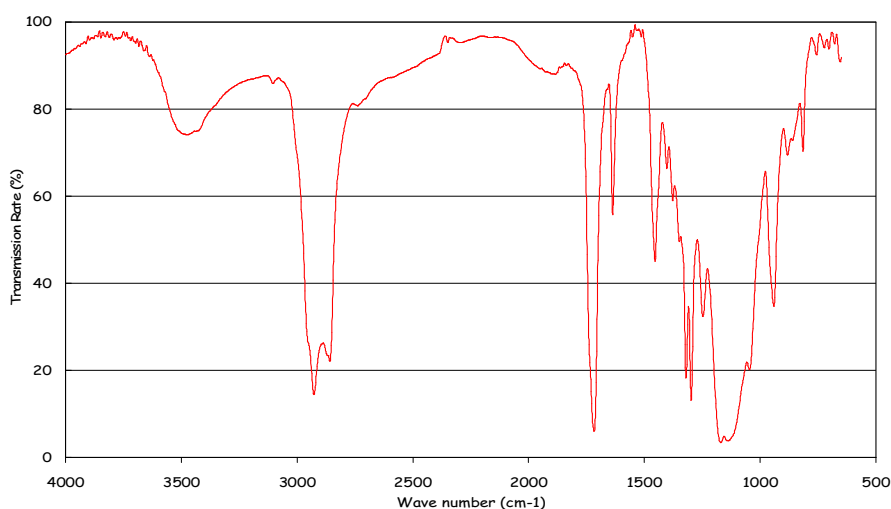
Comme on l'a vu précédemment, l'énergie moléculaire étant quantifiée, les transitions n'ont lieu que pour des rayonnements dont l'énergie vaut précisément  $\Delta E$ , c'est-à-dire pour des rayonnements de longueur d'onde  $\lambda = ch / \Delta E$ . Or les énergies de rotation et de vibration sont différentes pour chaque type de liaison. Si on connaît les valeurs des niveaux d'énergie de vibration et de rotation des différentes liaisons moléculaires, il est alors possible de déterminer la nature d'une liaison et donc d'une molécule uniquement en mesurant les longueurs d'onde pour lesquelles le rayonnement est absorbé.



**Fig. 4.4 Exemples de transitions : a) Transitions rotationnelles ( $\Delta J = +1$ )  $\Delta E \leq 0,01$  eV – b) Transitions de vibration ( $\Delta v = +1$ ) et de vibration-rotation ( $\Delta v = +1, \Delta J = \pm 1$ )  $\Delta E \leq 0,1$  eV**

La spectroscopie infrarouge est basée sur ce principe. On trace le spectre infrarouge en réflexion ou en transmission à travers l'échantillon testé. Lorsque le rayonnement est absorbé par une liaison moléculaire, on enregistre une diminution de l'intensité réfléchi ou transmise. Cela va se traduire au niveau du spectre infrarouge par un pic d'absorption pour la longueur d'onde correspondant à l'énergie de la transition responsable de la perte d'intensité.

Les différents pics d'absorption observés vont ainsi permettre de déterminer la composition moléculaire de l'échantillon testé. En mesurant l'intensité de ces pics d'absorption, il sera également possible d'analyser quantitativement les différentes molécules présentes dans le matériau ou le gaz testé. La Fig. 4.1 montre un exemple de spectre infrarouge en transmission à travers une colle commerciale.



**Fig. 4.5 Spectre infrarouge en transmission d'une colle commerciale**

En pratique, les spectres ne sont pas réalisés en balayant une par une l'ensemble des longueurs d'onde infrarouges sur l'échantillon. L'analyse est effectuée à l'aide d'un unique faisceau infrarouge dont les différentes longueurs d'onde sont modulées à des fréquences différentes à l'aide d'un interféromètre de Michelson. Le faisceau modulé est dirigé vers l'échantillon, où les absorptions interviennent. On obtient ainsi un interférogramme, qui est finalement converti en spectre infrarouge par transformée de Fourier. C'est pour cela que l'on parle de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier, ou spectroscopie FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy en anglais). L'appareil utilisé durant la thèse pour les mesures de spectroscopie infrarouge est présenté dans la Fig. 4.6. Il s'agit d'un spectromètre 560ESP de Nicolet.



**Fig. 4.6** Spectromètre FTIR utilisé pour réaliser les tests d'herméticité

A la base, la spectroscopie infrarouge est dédiée à l'analyse chimique des matériaux, aussi bien au niveau qualitatif que quantitatif. Elle permet notamment de détecter la présence d'un contaminant, ou de vérifier la composition d'un échantillon. Toutefois, dans le cadre de la thèse, cette technique d'analyse a été utilisée dans un tout autre objectif ; tester l'herméticité de micro boîtiers utilisés pour l'encapsulation des MEMS.

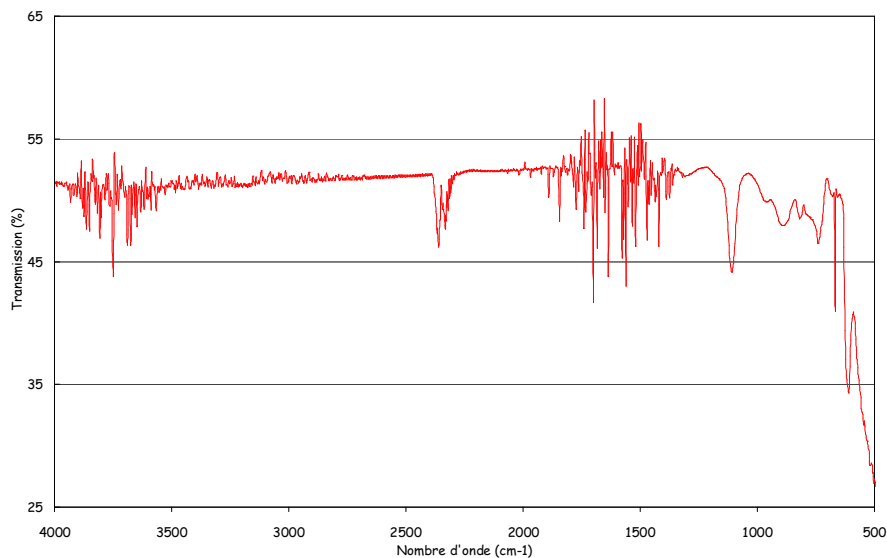
### **4.2.2 APPLICATION AU TEST D'HERMETICITE DES MICRO BOITIERS**

La spectroscopie n'est pas seulement utilisée pour l'analyse chimique des matériaux. Elle permet également d'analyser la composition de gaz, à condition que le chemin du rayonnement infrarouge à travers l'échantillon testé soit suffisamment long et que les molécules à détecter présentent des pics d'absorption importants dans l'infrarouge moyen. Si l'on utilise des boîtiers transparents au rayonnement infrarouge, il est donc possible de détecter la présence d'un gaz à l'intérieur d'une cavité. En exposant un boîtier à une atmosphère déterminée de gaz, et en observant les variations de pression de ce gaz à l'intérieur du boîtier, il est ensuite facile de déterminer son herméticité.

### 4.2.2.1 Particularité des micro boîtiers MEMS

Comme nous l'avons vu dans le chapitre 1, les techniques de packaging niveau wafer utilisées pour encapsuler les MEMS permettent de concevoir des boîtiers en silicium ou en verre. Dans la plupart des cas, le substrat et le capot du boîtier sont tous les deux en silicium. Pour certaines applications comme l'encapsulation de MOEMS, on peut toutefois trouver des boîtiers verre-silicium ou verre-verre. Or le silicium, et dans une moindre mesure le verre, sont des matériaux transparents aux longueurs d'ondes infrarouges.

Au cours de la thèse, les mesures ont toutes été réalisées sur des boîtiers silicium-silicium qui sont à l'heure actuelle les boîtiers les plus largement répandus en ce qui concerne le packaging niveau wafer. Des tests préalables ont donc été effectués sur différents wafers de silicium afin d'étudier la transmission des longueurs d'onde infrarouges à travers ce matériau. La Fig. 4.1 représente le spectre infrarouge en transmission à travers un wafer silicium dopé P poli sur les 2 faces. Le wafer testé fait 450 $\mu\text{m}$  d'épaisseur.

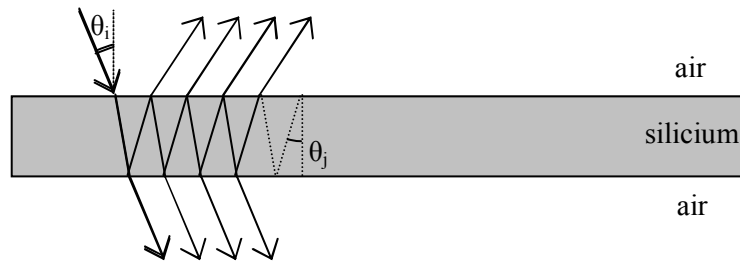


**Fig. 4.7** Spectre FTIR d'un wafer Type P 14-22 Ohm poli 2 faces

Les spectres présentés ne sont pas tracés en fonction de la longueur d'onde mais en fonction du nombre d'onde, exprimé en  $\text{cm}^{-1}$ , et qui correspond à l'inverse de la longueur d'onde. Toutefois, ils restent présentés dans l'ordre des longueurs d'onde croissantes. L'axe des abscisses est donc compris entre  $4000 \text{ cm}^{-1}$  et  $500 \text{ cm}^{-1}$ , ce qui correspond à la gamme de longueurs d'onde comprise entre  $2,5\mu\text{m}$  et  $20\mu\text{m}$ . On se situe bien dans l'infrarouge moyen.

Le spectre obtenu présente toute une série de pics d'absorption et d'interférences. Le bruit observé entre  $4000 \text{ cm}^{-1}$  et  $3500 \text{ cm}^{-1}$ , et celui observé  $1800 \text{ cm}^{-1}$  et  $1300 \text{ cm}^{-1}$  sont dus aux molécules atmosphériques, en particulier la vapeur d'eau, car le spectroscopie n'a pas été totalement purgée lors de la mesure. De même, le double pic observé aux alentours de  $2350 \text{ cm}^{-1}$  est dû au  $\text{CO}_2$  atmosphérique, que le spectroscopie ne permet pas de purger totalement. Le bruit plus léger observé sur l'ensemble du

spectre est quant à lui dû à un phénomène d'interférences causé par des réflexions multiples à l'intérieur du wafer, comme le montre la Fig. 4.8 [Let02].



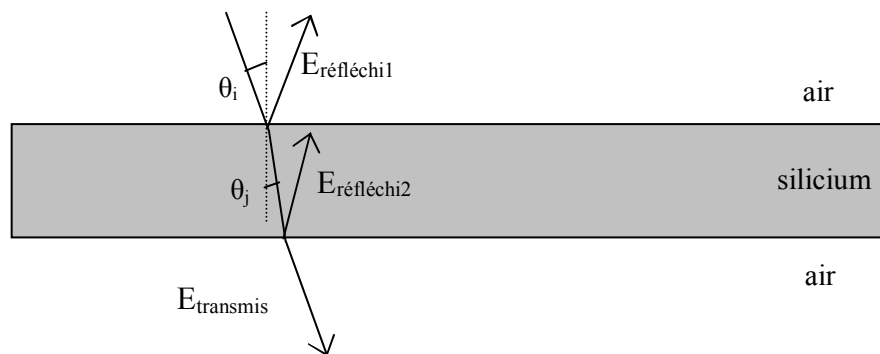
**Fig. 4.8 Illustration du phénomène MIR (Réflexions Internes Multiples)**

Il s'agit en fait d'oscillations dont la périodicité peut d'ailleurs être calculée à partir de l'épaisseur du wafer étudié, en utilisant l'équation suivante :

$$T = \frac{1}{2n.d} \quad \text{Equation 4.7}$$

On obtient ainsi T la « période » des oscillations en  $\text{cm}^{-1}$  avec n l'indice du matériau, ici le silicium, et d l'épaisseur du substrat. En prenant un indice de 3,42 pour le silicium, l'épaisseur du wafer étant de  $450\mu\text{m}$ , on obtient des oscillations dont la période vaut  $3\text{ cm}^{-1}$ . Cela explique le fait que les oscillations nous apparaissent comme un bruit très faible. En pratique, ce bruit ne va pas perturber les mesures. Pour des wafers plus fins en revanche, ce phénomène va être à l'origine d'oscillations beaucoup plus importantes, et potentiellement gênantes.

Si l'on fait abstraction des problèmes d'interférences et de pollution atmosphérique, on constate tout de même que pour les nombres d'onde compris entre  $4000\text{ cm}^{-1}$  et  $1300\text{ cm}^{-1}$  le spectre est relativement constant. En pratique, on constate que le taux de transmission n'est pas de 100%, mais qu'il est compris entre 50% et 55%. En effet, comme le montre la Fig. 4.9, une partie du rayonnement est réfléchi aux deux interfaces air/silicium et silicium/air.

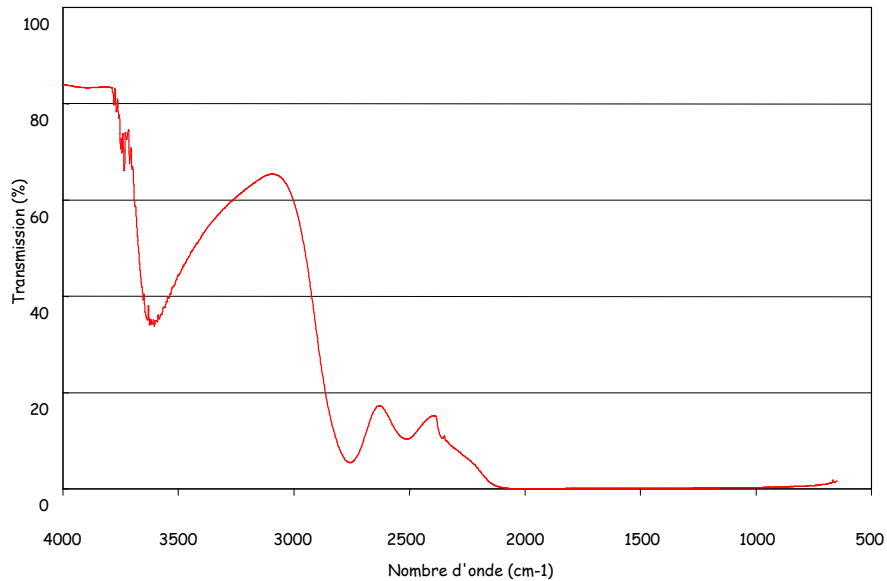


**Fig. 4.9 Pertes de signal dues aux réflexions aux interfaces entre le wafer et l'air**



Toutefois, il n'y a pas de pic d'absorption dû au silicium susceptible de perturber les mesures spectroscopiques. Les wafers silicium testés sont donc bien transparents dans le domaine de l'infrarouge moyen.

L'autre matériau fréquemment employé pour les techniques de packaging niveau wafer est le verre. Ce matériau a lui aussi fait l'objet d'études, dans le but d'utiliser la spectroscopie infrarouge sur des boîtiers comportant une partie en verre, voire entièrement composés de verre. La Fig. 4.10 présente le spectre infrarouge en transmission à travers un wafer de pyrex de 1 mm d'épaisseur.



---

**Fig. 4.10** spectre FTIR d'un wafer de pyrex

On peut tout d'abord noter que les interférences ont disparu, l'épaisseur du wafer étant très supérieure aux longueurs d'onde étudiées. On note également que cette fois-ci, le spectre n'est plus constant dans le domaine considéré. Néanmoins, pour les nombres d'onde supérieurs à 2000 cm<sup>-1</sup> une partie du signal est transmise. Lorsqu'on se rapproche des grands nombres d'onde et du domaine visible, on atteint même des taux de transmission supérieurs à 80%. La spectroscopie infrarouge est donc bien applicable à travers le pyrex, en prenant toutefois en compte les différentes bandes d'absorption dues au matériau lui-même lors des analyses. Des tests ont d'ailleurs été réalisés sur des boîtiers verre-silicium et ont permis de valider la méthode pour ce type de technologies. L'inconvénient majeur de ce type de matériaux est que si l'on souhaite étudier des pics d'absorption compris entre 2800 cm<sup>-1</sup> et 2000 cm<sup>-1</sup>, le signal mesuré est extrêmement faible.

Parmi les matériaux classiques utilisés pour l'encapsulation des composants microélectroniques, le silicium et le verre sont de très loin les mieux adaptés pour la spectroscopie infrarouge. Les métaux et les céramiques sont totalement opaques pour ces longueurs d'onde. Il est donc impossible d'obtenir un spectre infrarouge en transmission à travers un boîtier conçu avec ces matériaux. Les résines organiques en revanche permettent le passage du rayonnement infrarouge. Mais elles présentent de

nombreux pics d'absorption qui, s'ils sont situés dans la plage que l'on souhaite étudier, vont perturber la mesure réalisée.

#### 4.2.2.2 Détection de gaz à l'intérieur d'un micro boîtier silicium

Comme nous l'avons vu précédemment, le silicium utilisé pour la conception de micro boîtiers MEMS est transparent dans l'infrarouge moyen. Il est donc possible d'effectuer des analyses par spectroscopie FTIR à travers de tels boîtiers, et en particulier d'analyser des gaz contenus à l'intérieur de la cavité.

Le principe est extrêmement simple. Une première mesure FTIR est effectuée à travers un boîtier témoin vide, ou rempli d'air ambiant, afin d'avoir le spectre infrarouge en transmission du boîtier lui-même. Puis une seconde mesure est effectuée sur le boîtier contenant le gaz à analyser. En divisant le spectre obtenu par le spectre du boîtier témoin, on obtient directement le spectre infrarouge du gaz contenu dans la cavité [Vey06b]. La Fig. 4.11 résume le principe de l'analyse.

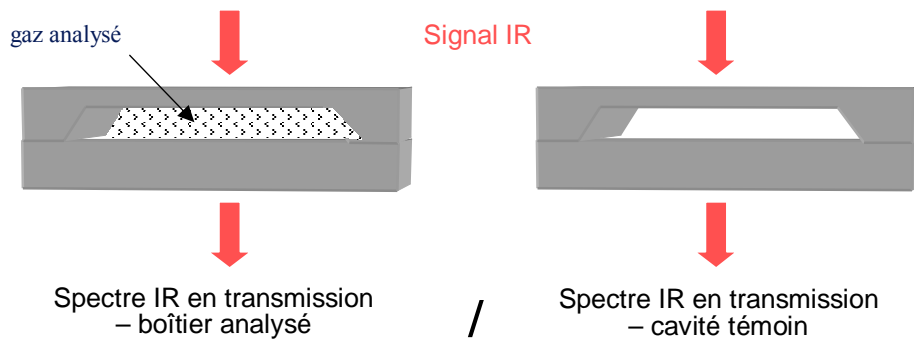


Fig. 4.11 Principe de la détection de gaz pour un micro boîtier silicium

Si l'on néglige les interférences dues aux réflexions multiples à l'intérieur du capot et du substrat, la transmittance du signal infrarouge à travers le boîtier se calcule de la manière suivante :

$$T_{\text{boîtier témoin}} = T_{12} \times T_{23} \times T_{34} \times T_{45} \quad \text{Equation 4.8}$$

Avec  $T_{12}$ ,  $T_{23}$ ,  $T_{34}$  et  $T_{45}$  les transmittances aux différentes interfaces traversées par le signal, c'est-à-dire respectivement les interfaces air/capot, capot/cavité, cavité/substrat et substrat/air. Toujours en négligeant les phénomènes de réflexions internes multiples, les différentes transmittances aux interfaces et avec, toujours en négligeant les réflexions multiples à l'intérieur du capot et du substrat :

$$T_{i,i+1} = \left| \frac{\tilde{n}_{i+1}}{\tilde{n}_i} \right| \times \left| \frac{2\tilde{n}_i \cos \theta_i}{\tilde{n}_i \cos \theta_i + \tilde{n}_{i+1} \cos \theta_{i+1}} \right|^2 \quad \text{Equation 4.9}$$

Avec  $\tilde{n}_i$  l'indice de réfraction de la  $i$ -ème couche (soit de l'air, soit du silicium) et  $\theta_i$  l'angle d'incidence du signal au niveau de l'interface entre les couches  $i$  et  $i+1$ .

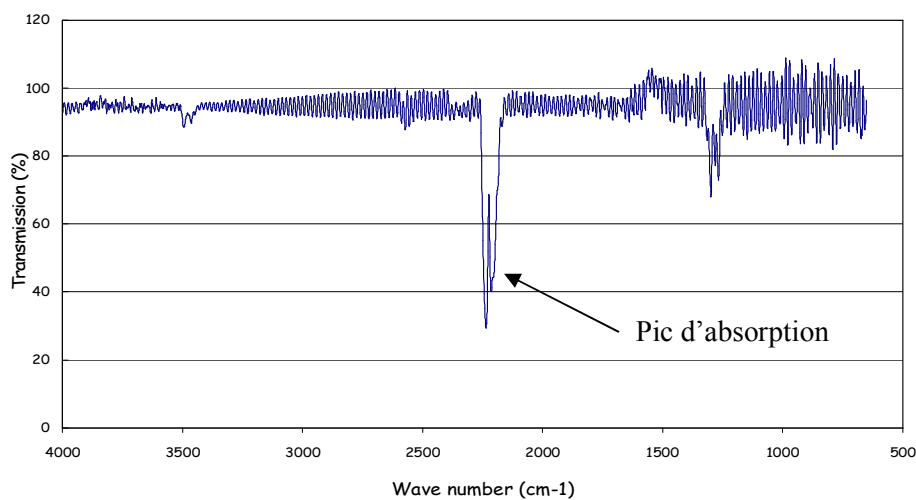
Si la cavité contient un gaz présentant des pics d'absorption dans le domaine de longueurs d'onde analysé par le spectromètre, l'expression de la transmittance du boîtier est alors :

$$T_{\text{boîtier analysé}} = T_{12} \times T_{23} \times T_{\text{gaz}} \times T_{34} \times T_{45} \quad \text{Equation 4.10}$$

En divisant le spectre en transmission à travers le boîtier analysé par le spectre en transmission obtenu sur le boîtier témoin, on obtient donc directement  $T_{\text{gaz}}$  le spectre infrarouge en transmission du gaz contenu dans la cavité.

Si l'on tient compte des interférences dues aux phénomènes MIR générés au niveau du capot et du substrat de la cavité, l'expression de la transmittance est nettement plus complexe [Let02]. L'équation 4.9 n'est plus valable pour calculer la transmittance à chaque interface traversée par le signal. Toutefois, le spectre obtenu pour la cavité contenant le gaz sera là encore égal au produit du spectre obtenu pour la cavité témoin et du spectre du gaz analysé. En théorie, la division des deux spectres permet donc d'obtenir directement le spectre en transmission du gaz contenu dans la cavité analysée. En pratique, il y a toujours un déphasage entre les interférences observées pour le boîtier témoin et celles mesurées pour le boîtier analysé. Lors de la division des deux spectres, ce déphasage va se traduire par un bruit au niveau du spectre du gaz analysé [Vey05b].

La Fig. 4.12 montre un exemple de spectre infrarouge obtenu par spectroscopie FTIR à travers un micro boîtier silicium en utilisant la technique décrite précédemment. La cavité testée contenait du protoxyde d'azote  $\text{N}_2\text{O}$ , un gaz qui présente un double pic d'absorption dans l'infrarouge moyen pour les nombres d'onde  $2210 \text{ cm}^{-1}$  et  $2240 \text{ cm}^{-1}$ .



**Fig. 4.12 Spectre infrarouge en transmission du protoxyde d'azote contenu dans un boîtier silicium**

La transmission du signal est proche de 100% sur l'ensemble des longueurs d'onde analysées, exception faite de quelques pics correspondant aux longueurs d'onde absorbées par les liaisons du  $\text{N}_2\text{O}$ . On a donc bien le spectre du protoxyde d'azote contenu dans la cavité.

On peut observer le bruit généré par les interférences dues au phénomène de réflexions multiples, mais ce bruit est limité et ne gêne pas l'observation des différents pics d'absorption. On peut également noter qu'en dehors des pics d'absorption, le taux de transmission n'est pas tout à fait de 100% mais qu'il se situe autour des 96%. Ce décalage s'explique par de légères différences dans les conditions de mesure sur le boîtier témoin et sur le boîtier analysé, en particulier en ce qui concerne l'angle d'incidence du signal infrarouge sur le boîtier.

#### **4.2.2.3 Application à la détection et à la mesure de fuite**

La technique de détection de gaz par spectroscopie FTIR à travers les micro boîtiers peut être facilement utilisée pour le test de fuites. En choisissant un gaz traceur qui présente un pic d'absorption important dans la gamme de longueurs d'onde du spectroscope, il va en effet être possible de vérifier l'herméticité d'un boîtier en étudiant les variations de pression du gaz dans la cavité.

Deux techniques sont possibles. Soit on teste un boîtier qui ne contient pas initialement de gaz, et que l'on pressurise pendant un temps et à une pression donnée dans une chambre en pression. Si le pic d'absorption du gaz traceur apparaît sur le spectre, comme sur la Fig. 4.12, alors le boîtier fuit. Soit on remplit préalablement la cavité de gaze traceur, et on trace à intervalles réguliers le spectre IR en transmission à travers le boîtier. Si la cavité présente des fuites, le gaz va s'échapper de la cavité pour rejoindre l'environnement extérieur. L'amplitude du pic d'absorption sera donc de plus en plus faible au cours du temps.

Plusieurs expérimentations ont été réalisées au cours de la thèse afin de mettre au point et de valider ces méthodes de détection de fuites. Ces expérimentations sont présentées en détails dans la dernière partie de ce chapitre.

Mais la spectroscopie infrarouge ne permet pas simplement de détecter la présence de fuites. Il est également possible d'effectuer une analyse quantitative du gaz contenu dans le boîtier, et donc de mesurer la pression interne et le taux de fuite de la cavité.

En effet, l'amplitude du pic d'absorption peut être reliée à la concentration de gaz dans la cavité grâce à la loi de Beer-Lambert [Rob74] :

$$-\log(T) = daC \quad \text{Equation 4.11}$$

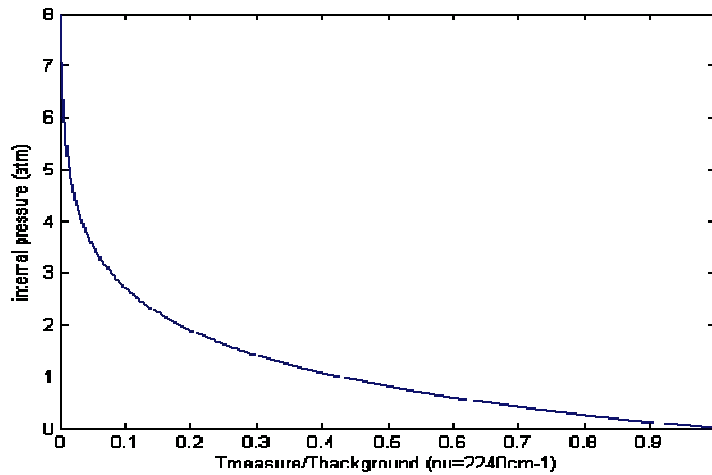
Où T est le taux de transmission du signal mesuré pour le pic d'absorption du gaz considéré, d la distance parcourue par le signal à travers le gaz en cm, c'est-à-dire la profondeur de la cavité, a le coefficient d'absorption molaire du gaz pour la longueur d'onde du pic d'absorption en  $L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$  et C la concentration du gaz en  $mol \cdot L^{-1}$ .

Si l'on considère que le gaz traceur comme un gaz parfait, il est ainsi possible de calculer directement la pression de gaz traceur dans la cavité en fonction du taux de transmission du signal pour le pic d'absorption :

$$-\log(T) = \frac{da}{R\Theta} p \quad \text{Equation 4.12}$$

On obtient p la pression partielle du gaz traceur à l'intérieur du boîtier en atm, avec R la constante universelle des gaz (0.082 L.atm.K<sup>-1</sup>.mol<sup>-1</sup>) et Θ la température en K.

La Fig. 4.13 présente une courbe de la pression partielle de gaz contenu dans un micro boîtier en fonction du taux de transmission mesuré pour le pic d'absorption du gaz lors de la mesure de spectroscopie infrarouge. La courbe a été tracée pour un boîtier dont la cavité fait 350μm de profondeur, et le coefficient d'absorption molaire du gaz a été fixé arbitrairement à 250 L.mol<sup>-1</sup>.cm<sup>-1</sup>.



**Fig. 4.13** Pression partielle de gaz dans un micro boîtier en fonction du taux de transmission mesuré pour le pic d'absorption - La profondeur du boîtier est de 350μm et le coefficient d'absorption molaire du gaz a été pris égal à 250 L.mol<sup>-1</sup>.cm<sup>-1</sup>

Cette courbe permet de mieux comprendre le rapport entre la quantité de gaz à l'intérieur du boîtier et l'amplitude du pic d'absorption observé. On voit que pour les faibles pressions le taux de transmission mesuré pour le pic d'absorption diminue rapidement avec l'augmentation de la pression, c'est-à-dire que l'amplitude du pic augmente rapidement. En revanche, à mesure que la pression augmente, une variation de pression entraîne des variations d'amplitude du pic d'absorption de plus en plus faibles.

Une fois que la pression partielle de gaz traceur à l'intérieur de la cavité est connue, le taux de fuite standard de la cavité peut être directement calculé. Si le boîtier testé ne contenait initialement pas de gaz et qu'il a été pressurisé juste avant l'analyse FTIR, il suffit par exemple d'utiliser une version modifiée de la formule de Howl et Mann :

$$p = p_E \left\{ 1 - e^{-\left[ \frac{Lt_1}{Vp_0} \right]} \right\} e^{-\left[ \frac{Lt_2}{Vp_0} \right]} \quad \text{Equation 4.13}$$

La pression partielle de gaz  $p$  est ici exprimée en atm, avec  $L$  le taux de fuite standard de gaz traceur de la cavité en  $\text{atm}\cdot\text{cm}^3\cdot\text{s}^{-1}$ ,  $p_E$  la pression de gaz traceur à laquelle le boîtier a été exposé pendant la pressurisation en atm,  $t_1$  et  $t_2$  les temps d'exposition et de repos en s et  $V$  le volume de la cavité en  $\text{cm}^3$ .

A partir de ce taux de fuite standard, il est ensuite possible d'étudier la pénétration des gaz dans la cavité pour n'importe quelle condition de pression en utilisant les équations présentées dans le chapitre 2, et ainsi d'étudier plus en détails l'herméticité du boîtier.

#### 4.2.2.4 *Choix du gaz traceur*

Le choix du gaz traceur est crucial pour la précision du test de fuite. Ce choix doit être fait par rapport à deux critères principaux, la présence d'un pic d'absorption dans la plage de longueurs d'onde étudiées et la taille de la molécule de gaz.

En ce qui concerne le pic d'absorption, il est bien entendu obligatoire de choisir un gaz qui comporte un pic dans l'infrarouge moyen, qui soit compris à la fois dans la plage de transparence du silicium et dans la plage de fonctionnement du spectroscope soit une longueur d'onde comprise entre  $2,5\mu\text{m}$  et  $8\mu\text{m}$ . Il faut également que ce pic d'absorption soit suffisamment important pour réaliser des mesures précises du taux de transmission, et pour avoir une bonne résolution.

Pour ce qui est de la taille de la molécule, la masse moléculaire du gaz choisi ne doit pas être trop importante à la fois pour minimiser la durée de la pressurisation effectuée avant la mesure en transmission afin de faire pénétrer le gaz, et pour avoir un comportement de fuite réaliste par rapport aux gaz dont on souhaite protéger le composant encapsulé.

Dans le cadre de la thèse nous avons choisi le protoxyde d'azote  $\text{N}_2\text{O}$ , qui semble être le meilleur candidat au vu des deux critères exposés ci-dessus. Il présente notamment un double pic d'absorption pour les nombres d'onde  $2240\text{ cm}^{-1}$  et  $2210\text{ cm}^{-1}$ , ce qui correspond à des longueurs d'onde de  $4,46\mu\text{m}$  et  $4,52\mu\text{m}$  environ. La Fig. 4.14 présente le spectre en absorption du protoxyde d'azote entre  $3000\text{ cm}^{-1}$  et  $1000\text{ cm}^{-1}$ . On voit clairement un pic principal aux alentours de  $2200\text{ cm}^{-1}$ , ainsi que deux pics secondaires pour les nombres d'onde se situant autour de  $2550\text{ cm}^{-1}$  et  $1300\text{ cm}^{-1}$ . Il est intéressant de noter que le spectre représenté ici est un spectre en absorption et non en transmission, il est donc inversé par rapport à celui de la Fig. 4.12. On retrouve néanmoins les mêmes pics sur les deux spectres.

En ce qui concerne la taille des molécules, le  $\text{N}_2\text{O}$  a une masse moléculaire de  $44\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$ . La molécule de protoxyde d'azote est donc plus grosse que celle de gaz comme la vapeur d'eau ou l'oxygène, souvent incriminés dans les problèmes de fuites. Toutefois, cette masse moléculaire reste raisonnable et l'expérimentation a montré que la pressurisation de boîtiers semi hermétiques avec du  $\text{N}_2\text{O}$  était tout à fait possible.

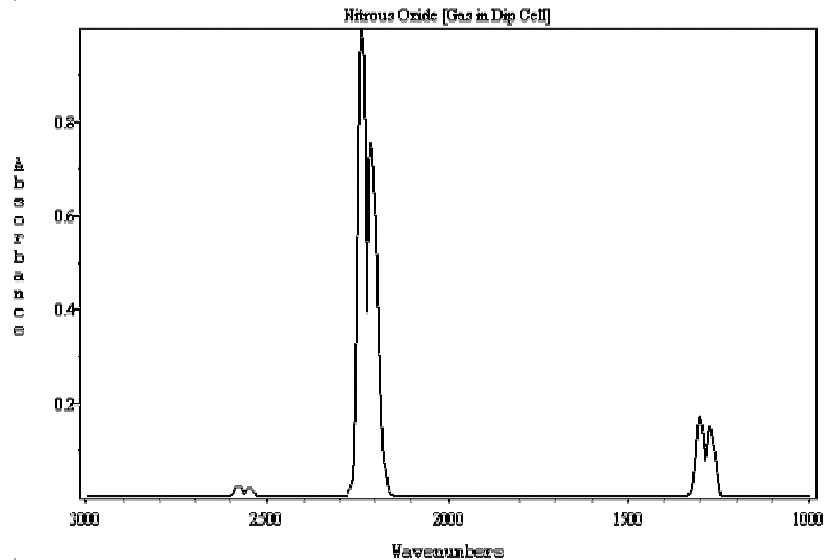


Fig. 4.14 Spectre d'absorption du protoxyde d'azote dans l'infrarouge moyen

D'autres gaz comme le  $\text{SF}_6$ , l'OCS, le HCl ou le  $\text{H}_2\text{S}$  présentent des pics d'absorption importants dans l'infrarouge moyen et peuvent être utilisés comme gaz traceur à la place du  $\text{N}_2\text{O}$  [Nes95]. Mais ils sont tous toxiques, à l'exception du  $\text{SF}_6$  dont la masse moléculaire est de  $146 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ .

## 4.3 EXPERIMENTATIONS

Cette technique semble très prometteuse. Il reste cependant à valider la méthode et à s'assurer qu'elle est réellement applicable pour les micro boîtiers utilisés pour l'encapsulation des MEMS. Pour cela, nous avons conçu une série de véhicules de test sur lesquels nous avons réalisé des mesures expérimentales de test de fuite. Ces tests de fuite ont non seulement permis de valider la technique de test par spectroscopie FTIR, mais aussi d'étudier l'herméticité des scellements organiques, et de développer des solutions pour minimiser les fuites.

### 4.3.1 REALISATION DES VEHICULES DE TEST

Pour valider la méthode, nous voulions utiliser des véhicules de test conçus avec les technologies réellement utilisées pour l'encapsulation des MEMS. Nous avons donc travaillé avec le CEA-LETI à Grenoble, qui a une bonne expérience dans le packaging niveau wafer, et en particulier dans le packaging des MEMS.

#### 4.3.1.1 Fabrication des boîtiers

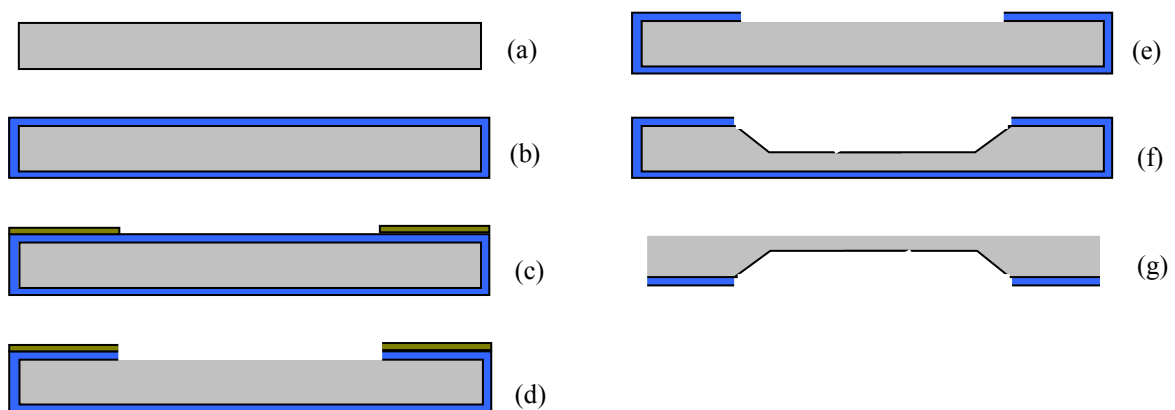
La fabrication des boîtiers de test a été effectuée en tenant compte de deux exigences. La première exigence était d'employer un procédé de packaging réellement utilisé pour l'encapsulation MEMS et microélectronique, de manière à tester une vraie technologie de packaging et pas des véhicules de test

conçus pour le laboratoire. Le deuxième point était de réaliser des boîtiers qui ne soient pas totalement hermétiques, de manière à pouvoir détecter des fuites pour valider effectivement la méthode.

Pour satisfaire à ces deux exigences, nous nous sommes donc orientés vers une technique de packaging niveau wafer, avec des boîtiers conçus en silicium. Nous avons choisi d'utiliser un scellement organique, en l'occurrence le BCB pour lequel la diffusion des gaz a été étudiée en détails dans le chapitre 3. Le BCB, qui est couramment utilisé pour le scellement de micro boîtiers, ne permet pas de réaliser des scellements hermétiques. Cela nous garantissait donc d'obtenir des cavités présentant des fuites pour valider la technique de spectroscopie FTIR.

Les micro boîtiers ont donc été fabriqués sous contrat CNES par le CEA-LETI. Le procédé d'encapsulation était séparé en deux étapes distinctes : la préparation du wafer supérieur qui comprend les capots dans un premier temps, puis le scellement et la découpe des micro boîtiers assemblés.

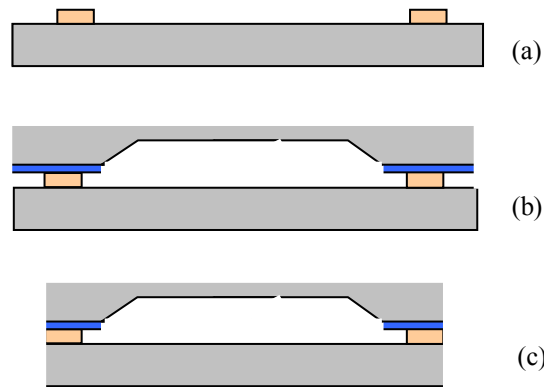
La première étape est la fabrication des capots pour les micro boîtiers Fig. 4.15. Un wafer de silicium de  $450\mu\text{m}$  d'épaisseur est préalablement oxydé. Puis on dépose un masque par photolithographie pour dessiner les cavités et l'oxyde est gravé par gravure sèche  $\text{SiO}_2$ . Après avoir nettoyé la résine utilisée pour le masque, on effectue une gravure KOH pour obtenir des cavités de  $350\mu\text{m}$  de profondeur. L'oxyde est alors retiré sur la face arrière du wafer.



**Fig. 4.15** Procédé de fabrication des capots : (a) wafer silicium de  $450\mu\text{m}$  d'épaisseur ; (b) Oxydation thermique ; (c) Photolithographie des cavités ; (d) Gravure sèche  $\text{SiO}_2$  ; (e) Nettoyage résine ; (f) Gravure humide KOH  $350\mu\text{m}$  ; (g) Gravure sèche  $\text{SiO}_2$  face arrière

Une fois le wafer de capots préparé, les boîtiers sont scellés et découpés Fig. 4.16. Les cordons de scellement sont déposés sur le wafer substrat par photolithographie. Le polymère utilisé est le BCB 4024-40. Le wafer de capots est ensuite aligné puis déposé sur le substrat, et les deux wafers sont scellés à  $250^\circ\text{C}$  sous vide secondaire ( $5.10^{-4}$  mbar). La dernière étape est la découpe des wafers pour obtenir les micro boîtiers individuels.

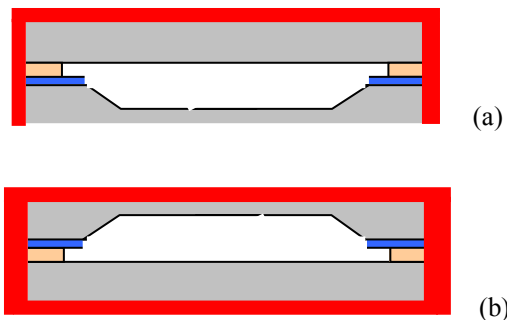




**Fig. 4.16 Procédé de scellement et de découpe : (a) Photolithographie des cordons de scellement BCB sur le substrat ; (b) Scellement des deux wafers ; (c) Découpe des micro boîtiers**

Le but des tests étant de valider la technique de mesure de fuites par spectroscopie infrarouge, nous souhaitions réaliser des véhicules de test non hermétiques. Il était toutefois intéressant de tester la méthode sur des cavités hermétiques, et de vérifier que l'on ne détectait pas de fuite. Il a donc été décidé d'étancher certains des échantillons obtenus en rajoutant une couche de parylène autour du boîtier silicium.

Le procédé a été réalisé en deux étapes après la découpe, individuellement sur chaque boîtier . Une première couche de 5 $\mu$ m de parylène a tout d'abord été déposée sur la face arrière des boîtiers. Puis ils ont été retournés, et une autre couche de 5 $\mu$ m de parylène a été déposée sur la face avant.



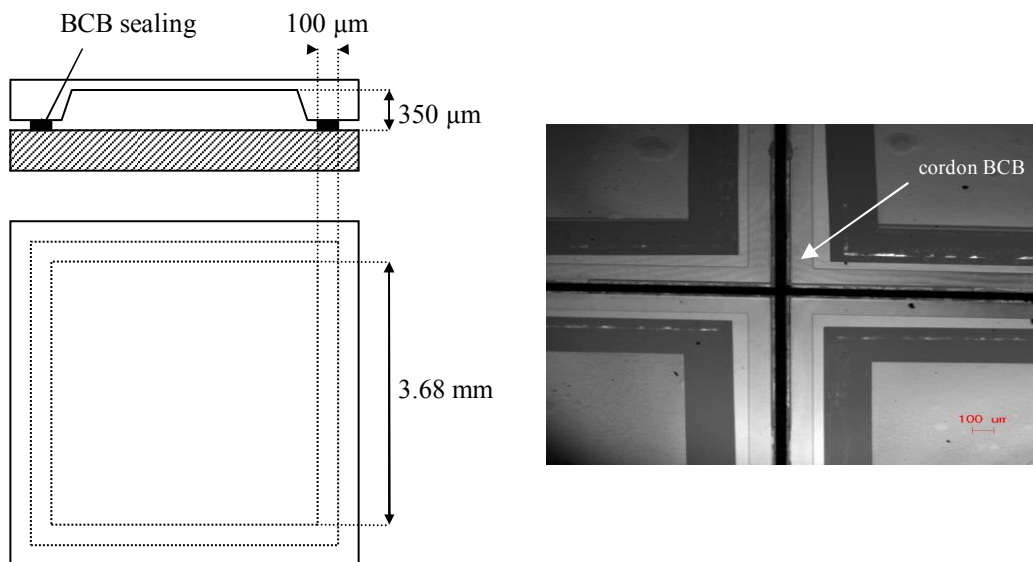
**Fig. 4.17 Dépôt de la couche hermétique pour les boîtiers étanchés : (a) dépôt d'une couche de parylène de 5 $\mu$ m d'épaisseur sur la face arrière ; (b) dépôt d'une couche de parylène de 5 $\mu$ m d'épaisseur sur la face avant des boîtiers**

La couche de parylène a pour but de protéger le boîtier au niveau de l'anneau de scellement. En effet, c'est à ce niveau-là que les fuites seront localisées, qu'elles soient dues à des fissures ou des délaminations entre le cordon de scellement et le silicium ou à la diffusion moléculaire directement à travers le scellement. Or le parylène étant déposé par les faces arrière et avant, il est très difficile de contrôler l'épaisseur de la couche de protection sur la tranche des boîtiers. Pour chaque échantillon, il faut donc s'assurer que la zone de scellement est bien totalement recouverte par le parylène.

### 4.3.1.2 Dimensionnement des boîtiers et des anneaux de scellement

Nous avons conçu plusieurs configurations de boîtiers afin de valider la technique de détection de fuites. Nous avons notamment prévu trois volumes différents,  $5 \text{ mm}^3$ ,  $10 \text{ mm}^3$  et  $20 \text{ mm}^3$ , pour étudier l'influence de la taille de la cavité sur la mesure du spectre infrarouge.

Nous avons également réalisé des boîtiers présentant des taux de fuite différents, afin de vérifier la cohérence des mesures infrarouges. Pour cela, nous avons joué sur les dimensions de l'anneau de scellement avec des largeurs de  $100 \mu\text{m}$  et  $300 \mu\text{m}$ . Enfin nous avons testé deux épaisseurs de capot,  $70 \mu\text{m}$  et  $100 \mu\text{m}$ , pour étudier l'influence de ce paramètre sur les mesures. Tous les boîtiers testés ont été réalisés sur un substrat silicium de  $450 \mu\text{m}$  et présentent une profondeur de cavité de  $350 \mu\text{m}$ . L'épaisseur de l'anneau de scellement est de  $7 \mu\text{m}$ . La Fig. 4.18 présente l'une des configurations de boîtier testées.



**Fig. 4.18** Structure d'un véhicule de test de  $5 \text{ mm}^3$  et observation de l'anneau de scellement BCB par microscopie infrarouge

Certains des boîtiers ont ensuite été étanchés avec une couche de parylène, selon le procédé présenté sur la Fig. 4.17. Pour les boîtiers étanchés, nous n'avons utilisé que des échantillons avec un capot de  $100 \mu\text{m}$  d'épaisseur et un cordon de scellement de  $100 \mu\text{m}$  de largeur. L'ensemble des configurations testées est récapitulé dans le Tableau 4.1.

Grâce aux différentes configurations de boîtiers, les véhicules de test ont pu être utilisés non seulement pour valider la technique de détermination de l'herméticité des micro boîtiers par spectroscopie infrarouge, mais aussi pour étudier l'influence de différents paramètres comme la largeur de l'anneau de scellement BCB ou l'ajout de la couche de parylène sur l'herméticité des boîtiers.

Couche parylène	Épaisseur du capot	Volume interne	Côté de la cavité	Largeur du cordon
Non	70 $\mu\text{m}$	5 $\text{mm}^3$	3,68 mm	100 $\mu\text{m}$
Non	70 $\mu\text{m}$	5 $\text{mm}^3$	3,68 mm	300 $\mu\text{m}$
Non	70 $\mu\text{m}$	10 $\text{mm}^3$	5,2 mm	100 $\mu\text{m}$
Non	70 $\mu\text{m}$	10 $\text{mm}^3$	5,2 mm	300 $\mu\text{m}$
Non	70 $\mu\text{m}$	20 $\text{mm}^3$	7,35 mm	100 $\mu\text{m}$
Non	70 $\mu\text{m}$	20 $\text{mm}^3$	7,35 mm	300 $\mu\text{m}$
Non	100 $\mu\text{m}$	5 $\text{mm}^3$	3,68 mm	100 $\mu\text{m}$
Non	100 $\mu\text{m}$	5 $\text{mm}^3$	3,68 mm	300 $\mu\text{m}$
Non	100 $\mu\text{m}$	10 $\text{mm}^3$	5,2 mm	100 $\mu\text{m}$
Non	100 $\mu\text{m}$	10 $\text{mm}^3$	5,2 mm	300 $\mu\text{m}$
Non	100 $\mu\text{m}$	20 $\text{mm}^3$	7,35 mm	100 $\mu\text{m}$
Non	100 $\mu\text{m}$	20 $\text{mm}^3$	7,35 mm	300 $\mu\text{m}$
Oui	100 $\mu\text{m}$	5 $\text{mm}^3$	3,68 mm	100 $\mu\text{m}$
Oui	100 $\mu\text{m}$	10 $\text{mm}^3$	5,2 mm	100 $\mu\text{m}$
Oui	100 $\mu\text{m}$	20 $\text{mm}^3$	7,35 mm	100 $\mu\text{m}$

Tableau 4.2 Configurations de véhicules de test

### 4.3.2 TESTS DE FUITES SUR LES BOITIERIS SEMI HERMETIQUES

Nous avons tout d'abord effectué des tests de spectroscopie infrarouge sur les boîtiers silicium non étanchés. Ces boîtiers étant scellés avec un cordon polymère on parle de boîtiers semi hermétiques, les gaz pouvant circuler à travers le scellement par diffusion à travers le BCB comme nous l'avons vu dans le chapitre 3. Ce type de boîtiers est idéal pour valider la méthode, étant donné que l'on est sûr d'avoir des fuites à détecter.

#### 4.3.2.1 Procédure de test

Les tests de spectroscopie infrarouge ont tous été réalisés en suivant la même procédure. Un premier spectre est tout d'abord tracé en transmission à travers chaque boîtier vide, de manière à obtenir une référence. Puis les boîtiers sont exposés au protoxyde d'azote à une pression et pendant une durée déterminées. Pour cela, on utilise une chambre de pressurisation alimentée par une bouteille de  $\text{N}_2\text{O}$ . Une fois la pressurisation terminée et après un temps de transition contrôlé, le spectre infrarouge en transmission à travers la cavité est à nouveau tracé. Puis ce spectre est divisé par le spectre de référence de la cavité. On obtient ainsi le spectre infrarouge du gaz qui ayant pénétré dans le boîtier durant la pressurisation, comme expliqué au paragraphe 4.2.2.2.

Si la cavité n'est pas hermétique, le spectre présentera un pic d'absorption pour le nombre d'onde correspondant à la raie d'absorption principale du protoxyde d'azote, à  $2240 \text{ cm}^{-1}$ . De plus, ce pic sera proportionnel à la quantité de gaz ayant pénétré dans la cavité, et donc à l'herméticité du boîtier testé, selon l'équation de Beer-Lambert.

La pression et le temps d'exposition ainsi que le temps de transition entre l'exposition et le tracé du spectre ne sont pas fixés, et il est possible de faire varier ces paramètres pour étudier leur influence sur la quantité de gaz contenu dans la cavité lors de la mesure. Il est cependant préférable de minimiser au maximum le temps de transfert de la chambre en pression au spectromètre afin d'éviter que le gaz entré dans la cavité pendant la pressurisation ne s'échappe du boîtier.

#### 4.3.2.2 Détection de $N_2O$ dans les boîtiers silicium

Les premiers tests réalisés ont eu pour but de valider la technique de test sur des boîtiers silicium présentant des volumes différents. Des mesures de spectroscopie infrarouge ont donc été effectuées sur des boîtiers de  $20\text{ mm}^3$ ,  $10\text{ mm}^3$  et  $5\text{ mm}^3$ . Tous les boîtiers étaient scellés avec un cordon BCB de  $100\mu\text{m}$  de large et l'épaisseur des capots étaient de  $100\mu\text{m}$ . Les spectres obtenus à travers des boîtiers de  $20\text{ mm}^3$  et de  $5\text{ mm}^3$  sont représentés respectivement sur la Fig. 4.19 et sur la Fig. 4.20

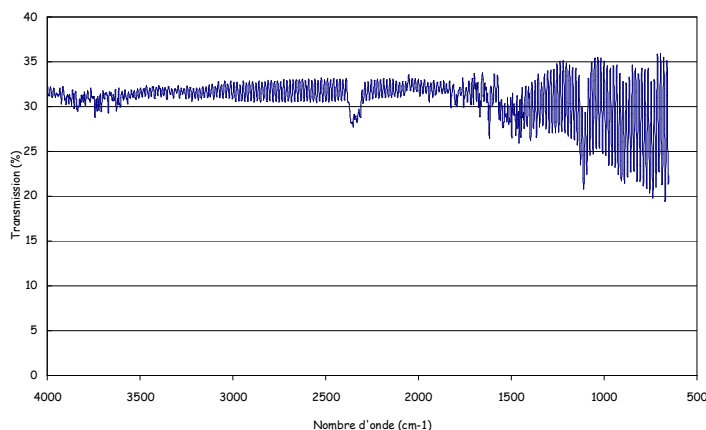


Fig. 4.19 Spectre infrarouge en transmission à travers un boîtier de  $20\text{ mm}^3$  vide

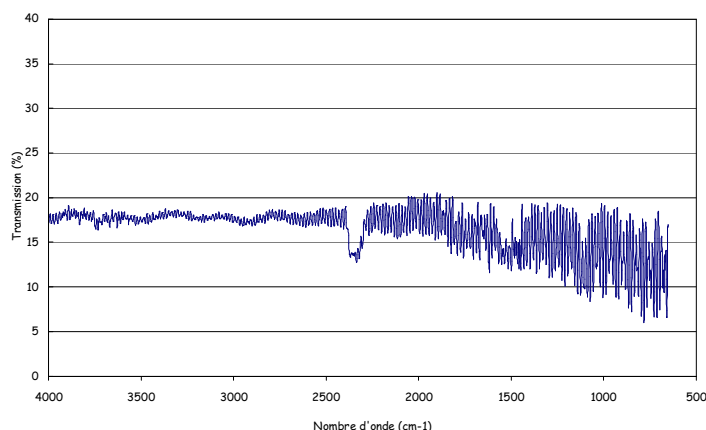


Fig. 4.20 Spectre infrarouge en transmission à travers un boîtier de  $5\text{ mm}^3$  vide

Sur les deux spectres, le taux de transmission reste relativement constant. Cette fois-ci, le signal traverse tout d'abord le capot de 100 $\mu\text{m}$ , puis la cavité assimilable à une lame d'air de 350 $\mu\text{m}$  et enfin le substrat de 450 $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Le phénomène d'interférences est donc plus important que celui observé lors de l'étude d'un simple wafer de silicium (cf. Fig. 4.7).

On note également la présence du pic de  $\text{CO}_2$  sur les deux spectres. Ce pic peut être dû à la fois au  $\text{CO}_2$  ambiant présent dans le spectromètre pendant la mesure et au  $\text{CO}_2$  de l'air piégé dans la cavité. En effet, bien que les boîtiers aient été scellés sous vide secondaire, les scellements BCB choisis ne garantissent pas leur herméticité et il est probable que de l'air a pénétré dans les cavités durant le stockage.

La principale différence entre les deux spectres reste le taux de transmission moyen mesuré. Pour le boîtier de 20  $\text{mm}^3$ , le taux de transmission est légèrement supérieur à 30%. Pour le boîtier de 5  $\text{mm}^3$ , ce taux tombe au-dessous des 20%. Pour les boîtiers de 10  $\text{mm}^3$ , le taux de transmission se situe entre ces deux valeurs. Cette diminution de l'intensité du signal transmis avec la diminution de la taille du boîtier est tout simplement due aux limitations du matériel utilisé. Le spectromètre a un rayon de 6 mm de diamètre. Or les dimensions des boîtiers testés sont rapidement inférieures à ces 6 mm. Les boîtiers de 20  $\text{mm}^3$  font 7,35 mm de côté, mais ceux de 10  $\text{mm}^3$  ne font plus que 5,2 mm de côté et ceux de 5  $\text{mm}^3$ , 3,68 mm. Pour les petits boîtiers, une partie du signal passe à l'extérieur de la cavité et est perdue pour la mesure. Ces pertes constituent la principale limitation du dispositif. En effet, si la cavité à tester est trop petite, la résolution de la mesure de fuite va être sensiblement dégradée. Néanmoins, pour les cavités testées le matériel utilisé reste suffisant.

Une fois les spectres tracés pour les boîtiers « à vide », tous les échantillons testés ont été exposés à une pression de 2 bar de protoxyde d'azote pendant 25 heures. Puis les spectres infrarouges ont été une nouvelle fois tracés en transmission à travers les boîtiers. Les résultats obtenus sur un boîtier de 20  $\text{mm}^3$  et sur un boîtier de 5  $\text{mm}^3$  sont exposés sur les Fig. 4.21 et Fig. 4.22.

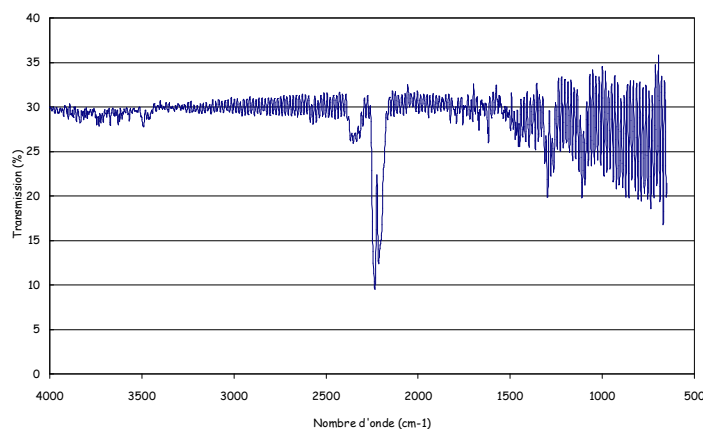
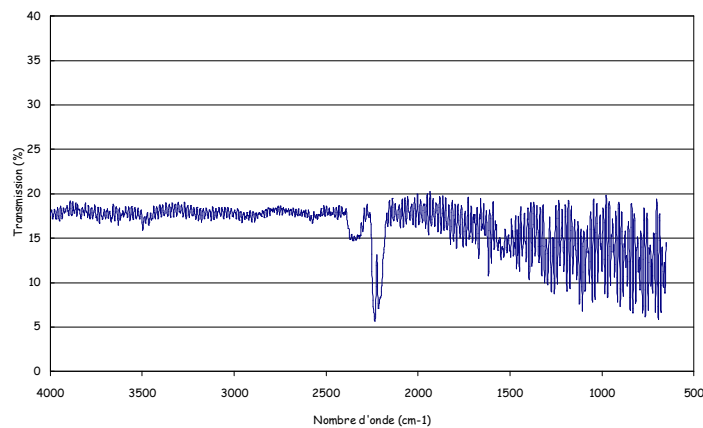


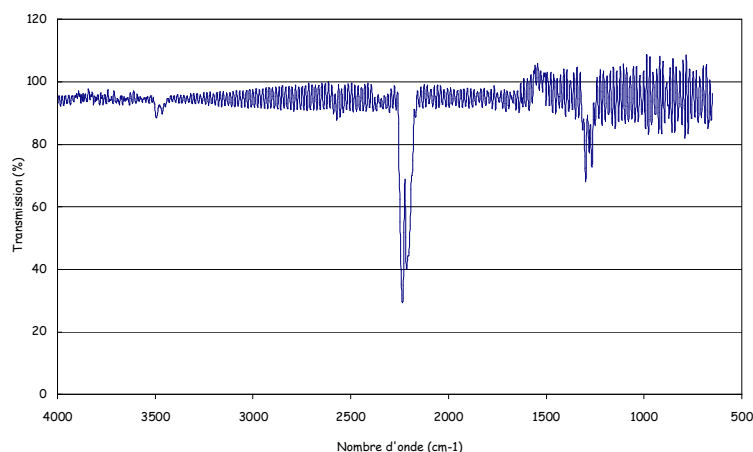
Fig. 4.21 Spectre infrarouge en transmission à travers un boîtier de 20  $\text{mm}^3$  après exposition au  $\text{N}_2\text{O}$



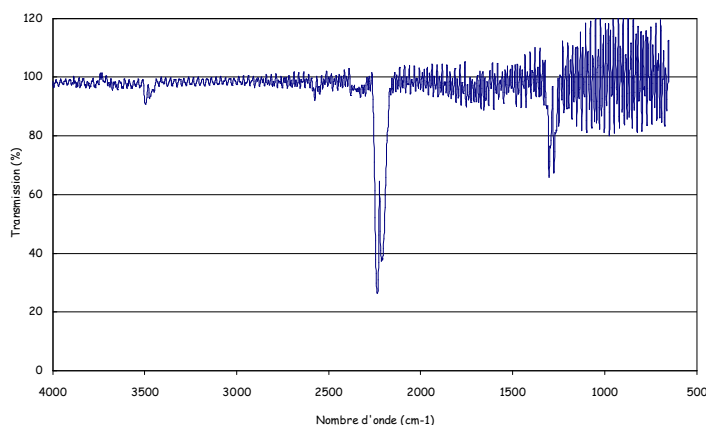
**Fig. 4.22 Spectre infrarouge en transmission à travers un boîtier de 5 mm<sup>3</sup> après exposition au N<sub>2</sub>O**

Que ce soit pour les boîtiers de 20 mm<sup>3</sup> ou pour ceux de 5 mm<sup>3</sup>, le pic d'absorption du protoxyde d'azote apparaît clairement sur le spectre tracé après l'exposition au gaz. Cela prouve que le gaz a bien pénétré dans la cavité, et donc que le boîtier n'est pas hermétique. Le pic de CO<sub>2</sub> reste visible à côté du pic de N<sub>2</sub>O. Les deux pics sont proches mais séparés. Le pic de CO<sub>2</sub> ne perturbe donc pas la mesure. Cela confirme que le test fuite peut être réalisé sur des cavités remplies d'air.

Une fois que les spectres infrarouges en transmission à travers le boîtier avant et après exposition au protoxyde d'azote sont tracés, il suffit de diviser le deuxième par le premier pour obtenir le spectre infrarouge en transmission à travers le gaz qui a pénétré dans la cavité pendant la pressurisation. La Fig. 4.23 et la Fig. 4.24 présentent les spectres obtenus pour deux boîtiers de volume différent, 20 mm<sup>3</sup> et 5 mm<sup>3</sup>.



**Fig. 4.23 Spectre infrarouge en transmission à travers le gaz ayant pénétré dans un boîtier de 20 mm<sup>3</sup> après exposition au N<sub>2</sub>O**



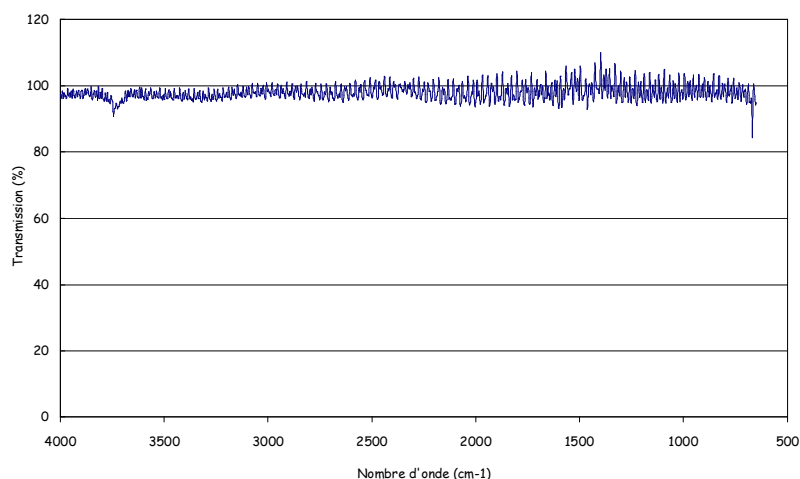
**Fig. 4.24 Spectre infrarouge en transmission à travers le gaz ayant pénétré dans un boîtier de 5 mm<sup>3</sup> après exposition au N<sub>2</sub>O**

Si l'on ne tient pas compte du bruit dû aux phénomènes d'interférences, les spectres obtenus sont constants avec un taux de transmission de 100% sur l'ensemble des nombres d'onde compris entre 1000 cm<sup>-1</sup> et 4000 cm<sup>-1</sup>, excepté au niveau des pics d'absorption du gaz. On retrouve bien le spectre infrarouge du N<sub>2</sub>O, et il est même possible d'observer les deux pics secondaires autour de 2550 cm<sup>-1</sup> et de 1300 cm<sup>-1</sup>.

Là encore, on voit très clairement que la cavité contient du protoxyde d'azote. Les deux spectres sont très similaires, avec un taux de transmission compris entre 25 et 30% au niveau du pic d'absorption principal. Cela signifie que la concentration de N<sub>2</sub>O à l'intérieur des deux cavités est sensiblement la même. C'est à partir de ces spectres que l'on peut remonter à la pression partielle de gaz contenu dans la cavité, grâce au coefficient d'absorption du gaz pour la longueur d'onde considérée et en utilisant l'équation de Beer-Lambert.

L'étape suivante a été de vérifier que le pic observé était bien dû à l'absorption du protoxyde d'azote ayant pénétré dans la cavité, et pas à du gaz piégé dans le cordon de scellement ou adsorbé à la surface du silicium sur les faces externes du boîtier. Pour cela, nous avons appliqué le même protocole expérimental sur un véhicule de test de 10 mm<sup>3</sup> pour lequel un via avait été préalablement percé dans le capot. La cavité interne était donc en contact direct avec l'atmosphère extérieure.

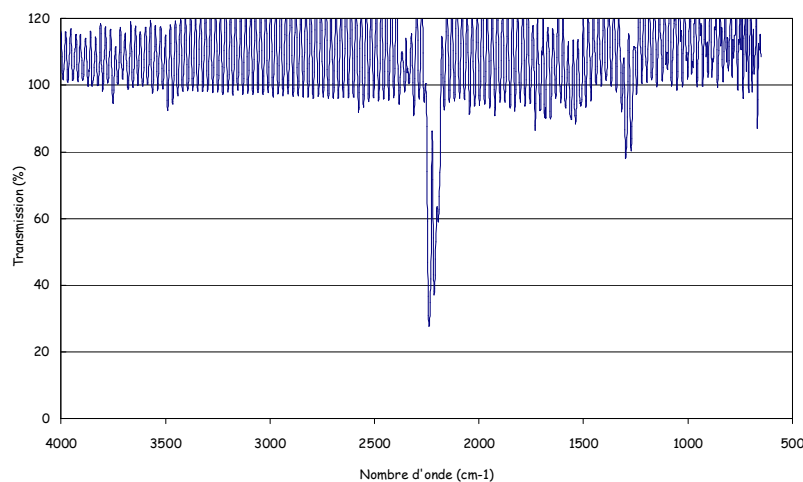
Le spectre obtenu est présenté dans la Fig. 4.25. Il n'y a aucune trace de pic d'absorption, le taux de transmission reste pratiquement constant à 100% sur l'ensemble du domaine étudié. Cela signifie que la cavité ne contient pas plus de protoxyde d'azote après l'exposition au N<sub>2</sub>O qu'avant. Le boîtier étant percé, il est normal que le gaz ayant pénétré dans la cavité durant l'exposition soit immédiatement ressorti une fois la pressurisation terminée. Par contre, si une partie du gaz était piégée dans le cordon de scellement ou à la surface du silicium, le pic d'absorption serait toujours visible. Les pics observés sur les spectres précédents sont donc bien dus au gaz entré dans la cavité à travers le cordon de scellement durant l'exposition au protoxyde d'azote.



**Fig. 4.25** Spectre FTIR du gaz contenu dans un boîtier de 10 mm<sup>3</sup> dont le capot est percé, préalablement exposé à du protoxyde d'azote

Le dernier point étudié a été l'influence de l'épaisseur du capot sur la transmission du signal, et donc au final sur la détection de fuites. Nous avons donc testé une série de boîtiers avec une épaisseur de capot de 70µm.

Les résultats montrent que l'épaisseur du capot n'a pas d'influence directe sur les spectres obtenus. En effet, les pertes en transmission sont dues à des réflexions aux différentes interfaces traversées par le signal plutôt qu'à une absorption liée à la distance parcourue. Quelle que soit l'épaisseur du capot, le signal ne traverse que 4 interfaces, pour passer de l'atmosphère externe au silicium du capot, puis du silicium à la cavité, de la cavité au silicium du substrat et pour finir du substrat à l'atmosphère externe.



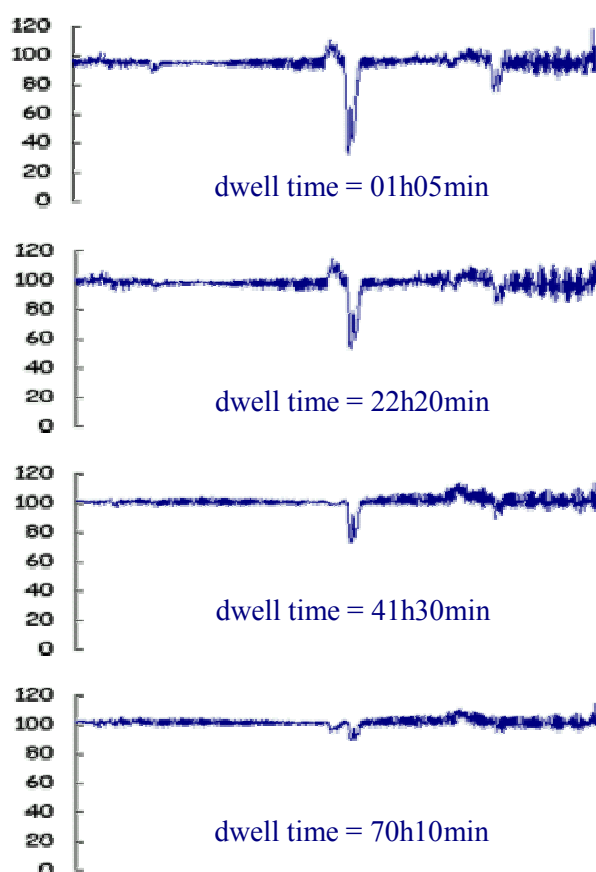
**Fig. 4.26** Spectre FTIR du gaz contenu dans un boîtier de 10 mm<sup>3</sup> avec un capot de 70µm d'épaisseur, préalablement exposé à du protoxyde d'azote



Les spectres obtenus sont donc similaires à ceux obtenus avec les capots de 100 $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Toutefois, l'épaisseur du silicium joue sur la déflexion du capot. Les boîtiers étant scellés sous vide secondaire et les mesures étant réalisées à pression atmosphérique, les capots de 70 $\mu\text{m}$  d'épaisseur présentent une déflexion prononcée. Or cette déflexion rend plus complexe le positionnement du boîtier pour la mesure infrarouge en transmission. Plus l'angle d'incidence du signal sur le capot est prononcé, plus les interférences dues aux phénomènes de réflexions internes sont importantes. Les spectres obtenus pour les boîtiers avec de faibles épaisseurs de capot sont par conséquent plus bruités, comme l'illustre la Fig. 4.26.

#### 4.3.2.3 Evolution de l'atmosphère interne du boîtier

D'autres tests ont été réalisés pour mettre en évidence la non herméticité des boîtiers étudiés. Des spectres FTIR ont été tracés pour un même boîtier à plusieurs reprises après la fin de l'exposition au protoxyde d'azote, afin d'observer l'évolution de l'atmosphère interne. La Fig. 4.27 présente les résultats obtenus pour un boîtier de 20 mm<sup>3</sup>.



**Fig. 4.27 Spectres FTIR du gaz contenu dans un boîtier de 20 mm<sup>3</sup>, avec une épaisseur de scellement de 100 $\mu\text{m}$ , pris à intervalles réguliers après la fin de l'exposition au N<sub>2</sub>O**

Le pic d'absorption principal du N<sub>2</sub>O décroît constamment au cours du temps. Une heure après la fin de l'exposition au gaz, le taux de transmission du signal au niveau du pic d'absorption est de 30%. Au

bout de 22 heures, il est de 50%. Après 41 heures, le taux de transmission est passé à 70% et finalement, au bout de 70 heures soit pratiquement trois jours, le taux de transmission mesuré est d'environ 90%. On voit qu'après trois jours, le pic d'absorption a presque totalement disparu. Cela signifie que la pression partielle de protoxyde d'azote diminue au cours du temps, et donc que le gaz ressort de la cavité. Le boîtier n'est pas hermétique. Il y a bien échange de gaz avec l'extérieur par diffusion moléculaire à travers le scellement.

Ce résultat montre que la spectroscopie infrarouge est particulièrement bien adaptée au contrôle de l'atmosphère interne des micro boîtiers, et pas seulement au test de fuite après pressurisation. En effectuant des mesures à intervalles réguliers sur un boîtier il est ainsi possible d'observer réellement l'évolution de l'atmosphère à l'intérieur de la cavité, et pas seulement de la déduire à partir des équations de mécanique des fluides.

#### ***4.3.2.4 Etude de l'herméticité des scellements BCB***

Une fois les premiers tests de détection de fuite effectués, nous avons souhaité utiliser la technique mise au point pour étudier la diffusion moléculaire des gaz à travers les anneaux de scellement polymères comme le BCB, et l'influence de paramètres comme la largeur du cordon de scellement sur l'herméticité de ces boîtiers. Pour cela, nous avons réalisé des analyses par spectroscopie infrarouge sur une série de micro boîtiers [Vey05c].

Pour ces analyses, les conditions de pressurisation ont été légèrement modifiées. Les boîtiers ont été exposés à une pression de 1,5 bar de protoxyde d'azote pendant 27 heures. En raison de la grande quantité de boîtiers testés, les mesures FTIR ont été réalisées entre 15 et 30 minutes après la fin de l'exposition au N<sub>2</sub>O.

Plusieurs configurations de boîtiers ont été testées pour étudier l'influence des dimensions de la cavité et de l'anneau de scellement sur l'herméticité. Pour chacun des 3 volumes de véhicules de test disponibles, 5 mm<sup>3</sup>, 10 mm<sup>3</sup> et 20 mm<sup>3</sup> nous avons testé 2 largeurs pour le cordon de scellement, 100µm et 300µm. Tous les anneaux de scellement testés avaient une épaisseur de 7µm. Quatre échantillons ont été testés pour chaque configuration de volume et de largeur de scellement. Au total, le test a donc porté sur 24 boîtiers.

Pour chaque boîtier testé, nous avons tracé le spectre infrarouge en transmission à travers le gaz ayant pénétré dans la cavité durant l'exposition au protoxyde d'azote. Pour chaque échantillon, nous avons donc obtenu un spectre semblable à ceux des Fig. 4.23 et Fig. 4.24. La valeur du taux de transmission pour le pic d'absorption principal du N<sub>2</sub>O a alors été relevée. L'ensemble des valeurs mesurées du taux de transmission au niveau du pic d'absorption de N<sub>2</sub>O sont présentées dans le Tableau 4.3.

Volume de la cavité		20 mm <sup>3</sup>	20 mm <sup>3</sup>	10 mm <sup>3</sup>	10 mm <sup>3</sup>	5 mm <sup>3</sup>	5 mm <sup>3</sup>
Largeur de l'anneau de scellement		100 µm	300 µm	100 µm	300 µm	100 µm	300 µm
Taux de transmission mesuré pour le pic d'absorption du N <sub>2</sub> O	Echantillon #1	0.31	0.55	0.39	0.49	0.28	0.47
	Echantillon #2	0.42	0.56	0.46	0.49	0.27	0.46
	Echantillon #3	0.35	0.65	0.42	0.50	0.29	0.48
	Echantillon #4	0.36	0.53	0.33	0.46	0.30	grosse fuite
	Valeur moyenne	0.36	0.57	0.40	0.49	0.29	0.57

**Tableau 4.3 Taux de transmission du signal mesurés au niveau du pic d'absorption du N<sub>2</sub>O pour les différents boîtiers testés**

Les résultats obtenus confirment une fois de plus la non herméticité des véhicules de test étudiés. Pour une configuration de volume et de largeur de scellement donnée le taux de fuite mesuré est relativement similaire pour les quatre boîtiers, avec toutefois quelques variations.

En regardant de plus près les valeurs moyennes, on ne trouve pas de relation évidente entre le volume du boîtier et le taux de transmission mesuré, c'est-à-dire la pression interne de protoxyde d'azote ayant pénétré dans la cavité durant la pressurisation. Pour les plus gros boîtiers, la surface du cordon de scellement en contact avec l'environnement extérieur est plus importante. La quantité de gaz qui pénètre par diffusion moléculaire à travers le BCB est donc elle aussi plus importante. Par conséquent, le taux de fuite des boîtiers de 20 mm<sup>3</sup> est supérieur à celui des boîtiers de 5 mm<sup>3</sup>. Mais cette différence de taux de fuite est compensée par leur plus grand volume. En effet, à taux de fuite égal, la pression interne d'une cavité de volume important augmentera plus lentement que celle d'un boîtier de faible volume. Au final, il n'y a pas de différence significative entre les taux de transmission mesurés.

Par contre, pour un volume interne donné, on peut clairement observer une augmentation du taux de transmission mesuré avec l'augmentation de la largeur de l'anneau de scellement. Cette augmentation du taux de transmission correspond à une diminution du pic d'absorption, et donc à une diminution de la concentration pression de protoxyde d'azote à l'intérieur de la cavité d'après la loi de Beer-Lambert. Cette observation est cohérente avec les lois de la diffusion présentées dans les chapitres précédents. Cela signifie que l'herméticité des micro boîtiers scellés à l'aide d'un cordon polymère augmente avec la largeur du cordon.

Pour l'un des boîtiers de 5 mm<sup>3</sup> testés, on n'a pas détecté de pic d'absorption de CO<sub>2</sub>. Cela signifie soit que le boîtier est plus hermétique que les autres, et que le gaz n'a pas pu pénétrer dans la cavité, soit qu'il présente des grosses fuites et que le protoxyde d'azote entré pendant la pressurisation est ressorti du boîtier avant la mesure.

La première solution est peu probable, étant donné que l'échantillon en question a été conçu de la même façon que les autres, avec un anneau de scellement BCB. Le gaz doit avoir pénétré dans la cavité par diffusion moléculaire. Ce boîtier a donc été analysé plus en détails afin de mettre en évidence la présence de grosses fuites. La Fig. 4.28 présente une observation au microscope infrarouge de l'un des angles du boîtier.

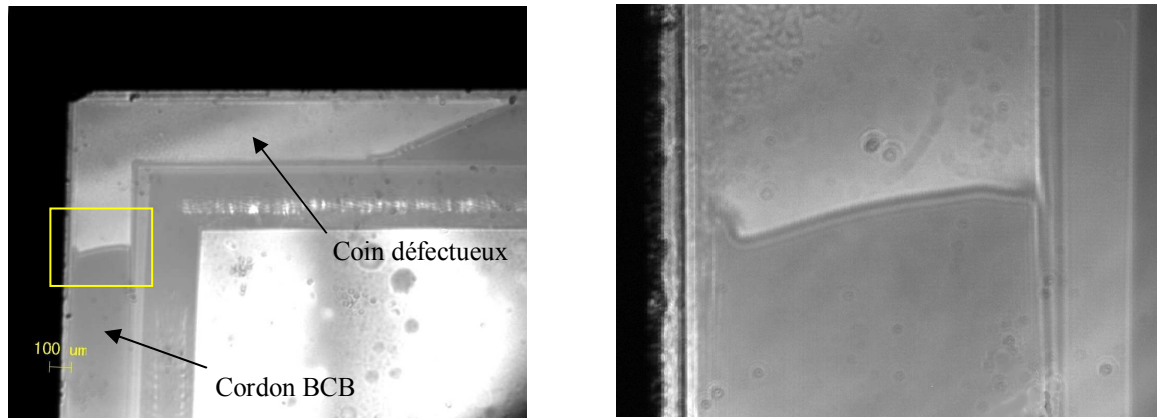


Fig. 4.28 Observation du cordon de scellement défectueux au microscope infrarouge

On peut voir sur l'image de gauche que le cordon de scellement semble défectueux au niveau de l'angle observé, avec toute une partie plus claire qui n'apparaît pas pour les autres boîtiers. En zoomant sur l'interface entre la partie sombre et la partie claire de l'anneau de scellement, on s'aperçoit qu'il y a un manque de BCB au niveau de l'angle, ou un problème de délamination entre le BCB et le silicium. Or il se trouve que le boîtier en question était situé sur un bord du wafer avant la découpe. Cela peut expliquer ce genre de défaut qui est probablement apparu lors de l'étape de scellement des micro boîtiers.

### 4.3.3 TESTS DE FUITE SUR LES BOITIERS ETANCHES

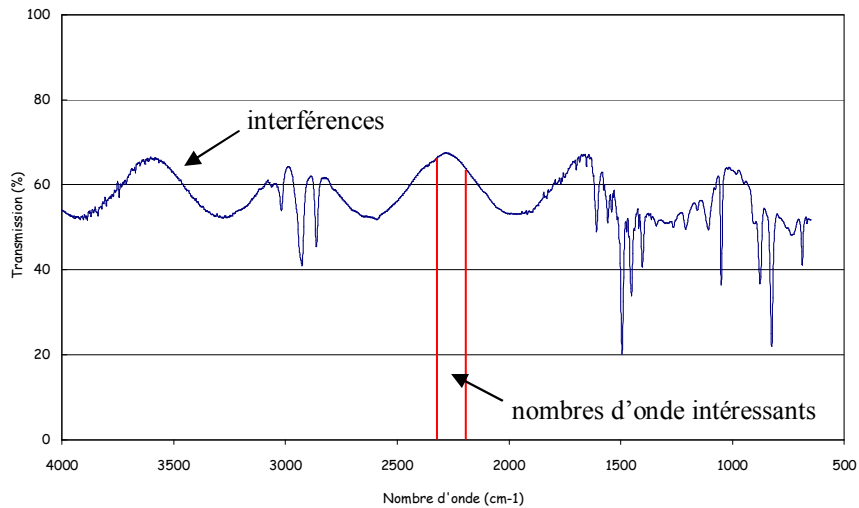
Une fois la méthode de détection de fuites validée sur les véhicules de test non hermétiques nous avons voulu tester les échantillons étanchés avec la couche de parylène, afin d'étudier l'efficacité de cette couche pour l'amélioration de l'herméticité du boîtier. Pour cela, il a dans un premier temps fallu s'assurer que les mesures de spectroscopie infrarouge étaient bien réalisables à travers la couche organique.

#### 4.3.3.1 Tests de spectroscopie infrarouges sur un dépôt de parylène

Contrairement au silicium le parylène, qui est un matériau organique, n'est pas transparent dans le domaine de l'infrarouge moyen. Par conséquent, la couche de parylène déposée sur les boîtiers à tester va générer des pics d'absorption additionnels dans le spectre infrarouge en transmission à travers la cavité. Si ces pics d'absorption se situent dans la même gamme de longueurs d'ondes que le pic principal de  $N_2O$ , ils risquent de perturber les mesures et au final de fausser le test de fuite. Il est donc nécessaire de réaliser une étude préalable des plages d'absorption du parylène dans l'infrarouge moyen.

Pour cela, le CEA-LETI nous a fourni spécialement des wafers de silicium sur lesquels était déposée une couche de parylène de  $5\mu m$  d'épaisseur, ce qui correspond à l'épaisseur de la couche déposée sur

le capot et le substrat des boîtiers. Des mesures de spectroscopie infrarouge ont ensuite été réalisées sur ces échantillons. La Fig. 4.29 présente l'un des spectres obtenus lors de ces mesures.



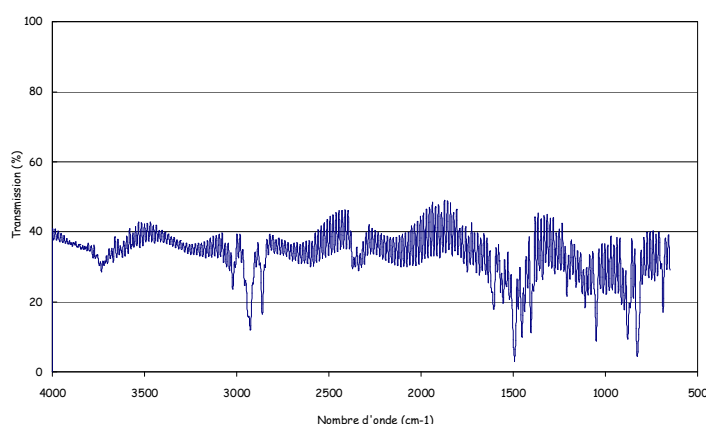
**Fig. 4.29 Spectre infrarouge en transmission à travers un wafer de silicium de 450 $\mu\text{m}$  d'épaisseur recouvert d'une couche de 5 $\mu\text{m}$  de parylène**

Le spectre comporte plusieurs pics d'absorption pour les nombres d'onde inférieurs à 1700  $\text{cm}^{-1}$  et autour de 3000  $\text{cm}^{-1}$ . Toutefois, on n'observe aucun pic autour de 2240  $\text{cm}^{-1}$ , qui correspond à la bande d'absorption du protoxyde d'azote. Par conséquent la couche de parylène ne devrait pas perturber la mesure du taux de transmission au niveau du pic d'absorption de  $\text{N}_2\text{O}$ .

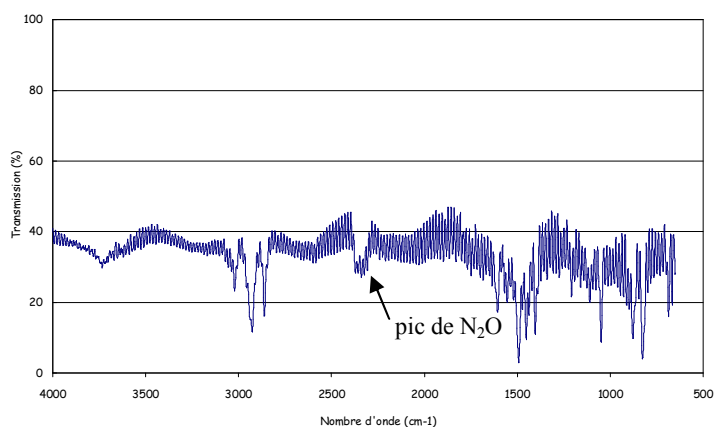
En plus des différents pics d'absorption, l'ajout de la couche de parylène entraîne l'apparition d'interférences supplémentaires au niveau du spectre. Ces interférences sont une fois encore dues à des réflexions multiples à l'intérieur de la couche de parylène. Cette fois-ci, l'épaisseur de la couche se situe exactement dans le domaine de longueurs d'onde étudiées. Par conséquent, la période des oscillations est beaucoup plus importante. Ces interférences risquent de perturber la mesure du taux de transmission. En effet, le moindre déphasage entre les spectres obtenus avant et après la pressurisation du boîtier avec le gaz traceur va générer du bruit supplémentaire sur le spectre en transmission du gaz contenu dans la cavité.

#### **4.3.3.2 Détection de $\text{N}_2\text{O}$ dans les boîtiers étanchés**

Des tests de fuite ont été réalisés sur les véhicules de test recouverts d'une couche de parylène de 5 $\mu\text{m}$  d'épaisseur au niveau du capot et du substrat silicium. Les tests ont été effectués de la même manière que pour les boîtiers silicium classiques. Le spectre infrarouge en transmission a été tracé à travers les boîtiers avant et après exposition à une pression de 1,5 bar de protoxyde d'azote pendant 27 heures. Les Fig. 4.30 et Fig. 4.31 présentent les spectres obtenus pour un boîtier de 20  $\text{mm}^3$  [Vey06a].



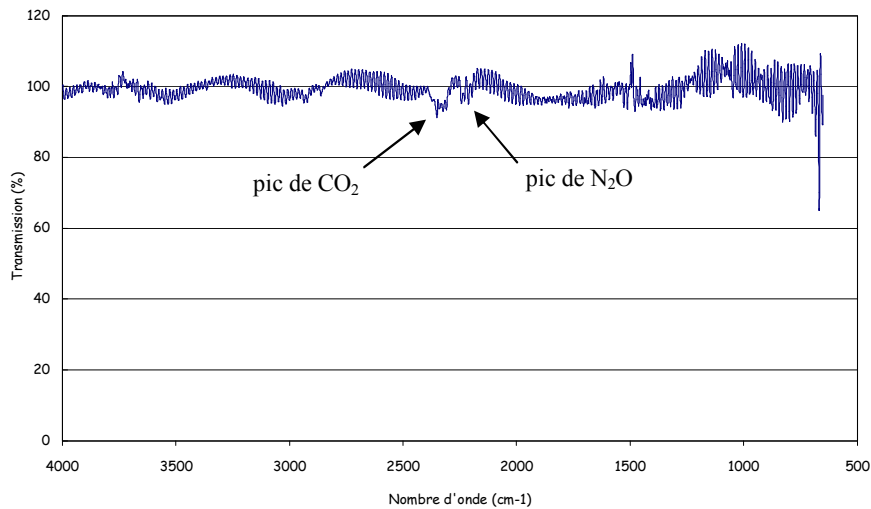
**Fig. 4.30** Spectre infrarouge en transmission à travers un boîtier de 20 mm<sup>3</sup> recouvert d'une couche de 5µm de parylène avant pressurisation au N<sub>2</sub>O



**Fig. 4.31** Spectre infrarouge en transmission à travers un boîtier de 20 mm<sup>3</sup> recouvert d'une couche de 5µm de parylène après pressurisation au N<sub>2</sub>O

Les pics d'absorption du parylène observé sur la Fig. 4.29 sont clairement visibles sur les deux spectres. Les oscillations lentes sont dues aux réflexions multiples à l'intérieur des couches de parylène, alors que le bruit est dû aux réflexions multiples au niveau du capot et du substrat en silicium.

A première vue, les spectres semblent identiques que la mesure ait été effectuée avant ou après l'exposition au N<sub>2</sub>O. Mais en réalité le second spectre présente un faible pic correspondant à la bande d'absorption du protoxyde d'azote. Ce pic est trop petit pour être observé, car il est collé au pic de CO<sub>2</sub> atmosphérique engendré par l'air piégé dans le spectroscopie au moment de la mesure. Toutefois, en divisant le spectre de la Fig. 4.31 par celui de la Fig. 4.30 pour obtenir le spectre en transmission à travers le gaz ayant pénétré dans la cavité durant la pressurisation, le pic devient visible. Le spectre ainsi obtenu est présenté dans la Fig. 4.32.



**Fig. 4.32 Spectre infrarouge en transmission à travers le gaz ayant pénétré dans un boîtier de 20 mm<sup>3</sup> recouvert d'une couche de 5µm de parylène après exposition au N<sub>2</sub>O**

Le spectre de la Fig. 4.32 est moins propre que les spectres obtenus pour les boîtiers classiques en silicium, ne comportant pas de couche de parylène. Comme prévu, les oscillations dues aux phénomènes de MIR dans la couche protectrice viennent s'ajouter au bruit dû aux phénomènes de MIR à l'intérieur du capot et du substrat. Le pic de N<sub>2</sub>O reste toutefois visible et peut être mesuré afin d'estimer l'herméticité du boîtier.

Nous avons testé en tout 12 échantillons étanchés : 4 grands boîtiers de 20 mm<sup>3</sup>, 4 boîtiers moyens de 10 mm<sup>3</sup> et 4 petits boîtiers de 5 mm<sup>3</sup>. Pour chacun de ces échantillons, le spectre obtenu présente un pic correspondant à la longueur d'onde d'absorption du protoxyde d'azote. L'amplitude de ce pic est variable d'un boîtier à l'autre, mais le taux de transmission reste compris entre 80% et 100% avec une grande majorité des boîtiers, 10 sur les 12 testés, présentant un pic avec un taux de transmission supérieur à 90%. Ces résultats démontrent avant tout que l'ajout de la couche de parylène a permis d'améliorer sensiblement l'herméticité de nos véhicules de test. Sans le parylène, le taux de transmission mesuré pour le pic d'absorption du gaz traceur ayant pénétré dans un boîtier de 20 mm<sup>3</sup> après exposition était de 36% (cf. Tableau 4.3). Avec la couche de parylène, le taux de transmission mesuré remonte à 95%. Cela signifie que la quantité de gaz ayant pénétré dans la cavité durant la pressurisation est nettement plus faible. La couche de protection a bien joué son rôle.

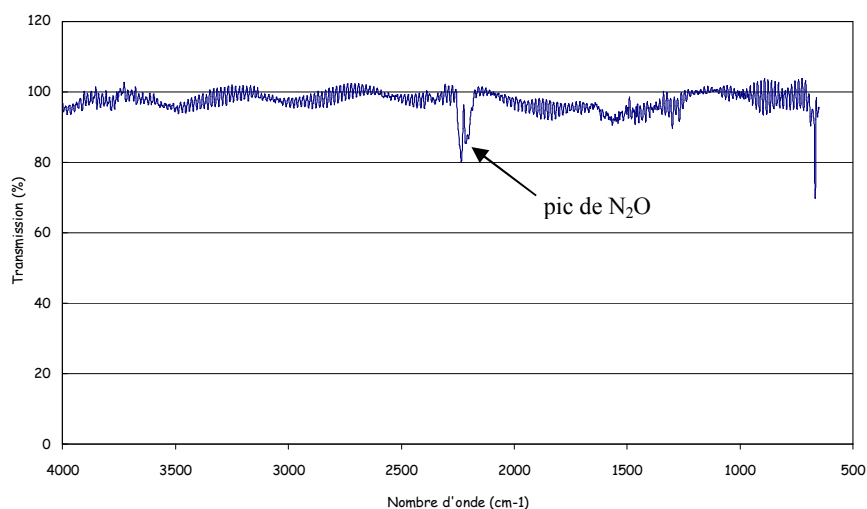
Il reste toutefois un point à éclaircir. En effet, le pic d'absorption mesuré étant relativement faible, on ne peut pas écarter l'hypothèse qu'il soit dû à des molécules de N<sub>2</sub>O adsorbées en surface de la couche de parylène plutôt qu'à des molécules de gaz se trouvant à l'intérieur du boîtier. Il est donc possible que le gaz n'ait en réalité pas pénétré dans la cavité malgré la détection d'un pic de N<sub>2</sub>O. Dans tous les cas, les tests ont permis de démontrer l'efficacité de la couche de parylène. Si le pic d'absorption est dû à des molécules adsorbées à l'extérieur de la cavité, cela signifie simplement que le boîtier est

encore plus hermétique que prévu. Le parylène semble être une solution adaptée pour améliorer l'herméticité des micro boîtiers avec scellement organique, qui sans cette protection permettent les échanges de gaz par diffusion moléculaire à travers l'anneau de scellement.

Indépendamment des informations obtenues sur l'efficacité du parylène comme barrière à la pénétration des gaz dans les boîtiers non hermétiques, les tests réalisés ont également permis de valider la technique de détection de fuites par spectroscopie FTIR pour les boîtiers comportant des couches organiques. Nous avons vu que les spectres obtenus étaient plus bruités que pour les boîtiers classiques, mais ils restent parfaitement exploitables. D'autre part, la dégradation du spectre est due à la faible épaisseur de la couche de protection et pas au fait que le matériau utilisé soit un matériau organique. Les pics d'absorption du parylène ne gênent en rien l'observation du pic dû au protoxyde d'azote.

#### 4.3.3.3 Protection de l'anneau de scellement

Même si les tests ont démontré une nette amélioration de l'herméticité avec l'ajout de la couche de parylène, les mesures de spectroscopie infrarouge ont révélé une variation non négligeable au niveau du pic d'absorption de protoxyde d'azote d'un échantillon à l'autre. Pour deux boîtiers de 20 mm<sup>3</sup> et 5 mm<sup>3</sup>, le taux de transmission au niveau du pic d'absorption du N<sub>2</sub>O se situait aux alentours de 80%, alors que pour les dix autres échantillons le taux de transmission ne descend pas sous les 90%. La Fig. 4.33 présente le spectre obtenu pour l'un de ces deux boîtiers.

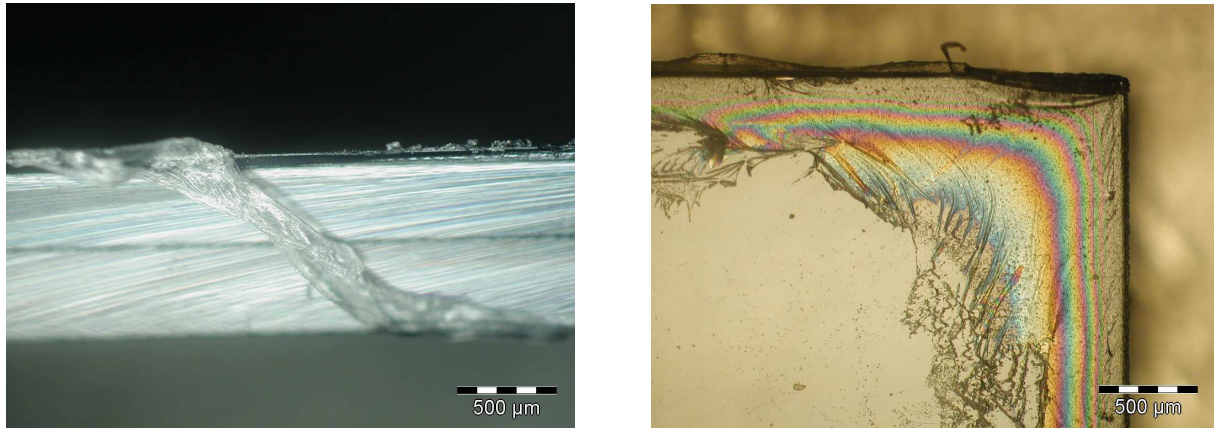


**Fig. 4.33 Spectre infrarouge en transmission à travers le gaz ayant pénétré dans un boîtier de 20 mm<sup>3</sup> recouvert d'une couche de 5µm de parylène après exposition au N<sub>2</sub>O – boîtier défectueux**

Le pic d'absorption est nettement plus prononcé que sur le spectre de la Fig. 4.32. Ce boîtier laisse donc pénétrer plus facilement le protoxyde d'azote durant la pressurisation.



Nous avons effectué une inspection optique de l'ensemble des boîtiers testés, et plus particulièrement des boîtiers qui semblent présenter des fuites, afin de déterminer la cause de la dispersion au niveau de l'herméticité des cavités. Il s'est avéré que l'ensemble des boîtiers testés présentaient des défauts apparents au niveau de la couche de parylène. Dans le cas des deux cavités présentant le pic d'absorption le plus important, certains des défauts les plus visibles étaient localisés sur la tranche des boîtiers. La Fig. 4.34 montre des images prises au microscope optique de la tranche et d'un angle de l'un de ces deux boîtiers.



---

**Fig. 4.34** Détails de la tranche d'un boîtier de 20 mm<sup>3</sup> recouvert d'une couche de parylène

La qualité du revêtement parylène n'est clairement pas bonne. La couche de parylène semble décollée par endroits, et son épaisseur est visiblement plus faible au niveau de la tranche. Ces défauts peuvent être dus à une manipulation inadaptée des échantillons testés, et au procédé de déposition employé. En effet, nous avons vu que le parylène était déposé en deux étapes, sur la face avant puis sur la face arrière du boîtier. Au niveau de la tranche, on ne contrôle pas l'épaisseur de la couche.

Dans tous les cas, le revêtement de parylène semble extrêmement fragile. De plus, nous n'avons pas de données sur l'adhérence de la couche sur le silicium, et sur d'éventuels problèmes de délamination. D'après l'inspection optique, il est tout à fait possible que l'anneau de scellement BCB ne soit pas totalement recouvert par la couche de parylène. Cela peut expliquer la quantité de gaz détectée dans certains des boîtiers testés après pressurisation.

## 4.4 CONCLUSION

---

La technique de détection de fuite par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier semble prometteuse pour le test de fuite des micro boîtiers en silicium utilisés pour l'encapsulation des composants MEMS. Si l'on utilise un gaz traceur adapté comme le protoxyde d'azote, avec un pic d'absorption extrêmement sensible situé dans les longueurs d'onde correspondant à l'infrarouge moyen, cette technique permet d'observer les variations de la pression interne de gaz traceur à l'intérieur de la cavité. Il est ainsi possible d'évaluer le degré d'herméticité des boîtiers testés.

Cette méthode a été validée grâce à de nombreux tests réalisés sur des boîtiers développés spécialement par le CEA-LETI à Grenoble. Elle a tout d'abord été testée sur des boîtiers silicium scellés à l'aide d'un cordon organique en BCB. La méthode a initialement été conçue pour ce type de boîtiers, qui est classiquement utilisé pour l'encapsulation des MEMS. Les tests effectués ont démontré que la technique fournissait d'excellents résultats pour des boîtiers de volume supérieur ou égal à  $5 \text{ mm}^3$ . Ils ont en outre permis de confirmer la non herméticité des scellements organiques en révélant la présence de gaz traceur dans les boîtiers testés après exposition et en mettant en évidence des variations de pression de l'atmosphère interne au cours du temps. Les premières mesures effectuées ont également permis d'étudier l'influence de paramètres comme la largeur du cordon de scellement sur l'herméticité de ces boîtiers. La technique a également été testée sur d'autres boîtiers silicium recouverts d'une couche organique pour améliorer l'herméticité en protégeant la zone de scellement de l'atmosphère extérieure. Les tests réalisés ont là encore permis de valider la méthode de spectroscopie infrarouge à travers les couches organiques. Ils ont de plus permis de vérifier l'efficacité du parylène pour améliorer l'herméticité des boîtiers semi hermétiques avec scellement organique.

La technique peut toutefois être améliorée, afin d'obtenir une alternative réelle aux tests de fuite actuels qui sont inadaptés aux micro boîtiers MEMS. L'étape suivante est la quantification de la pression de gaz traceur à l'intérieur de la cavité testée en utilisant la loi de Beer-Lambert. Pour cela, il faut déterminer le coefficient d'absorption molaire du protoxyde d'azote pour un signal de longueur d'onde égale à  $4,46 \mu\text{m}$ . Si l'on arrive à déterminer la pression de gaz dans les boîtiers testés il sera alors possible de déterminer la résolution de la méthode de test. On pourra non seulement détecter la présence de fuites, mais également déterminer quantitativement le taux de fuite des boîtiers testés.

## *Conclusion générale*



Le travail réalisé au cours de la thèse avait pour but d'améliorer la connaissance des phénomènes de pénétration des gaz à travers le scellement des micro cavités, et de mettre en place des outils et des méthodes adaptés au test de l'herméticité des micro boîtiers MEMS.

La première partie de ce travail décrite dans les premier et deuxième chapitres a consisté en une étude de l'état de l'art des techniques de packaging utilisées pour l'encapsulation des MEMS, et des différents phénomènes physiques régissant les échanges de gaz entre la cavité interne des micro boîtiers et l'environnement extérieur. L'étude bibliographique a également porté sur les normes et techniques de test utilisées pour étudier l'herméticité de ces boîtiers.

L'état de l'art présenté dans le premier chapitre a permis de situer dans son contexte l'étude des micro boîtiers MEMS réalisés avec des techniques d'encapsulation niveau wafer. L'encapsulation niveau wafer, également appelée packaging de niveau zéro, précède toutes les autres étapes de packaging (boîtier, carte, équipement,...). Il permet de protéger le MEMS dès la phase de découpe des puces. Si l'on excepte le cas de l'encapsulation par dépôt chimique en phase vapeur, l'herméticité d'un micro boîtier niveau wafer est déterminée par la technique de scellement utilisée. Les procédés de scellement dits hermétiques comme les scellements eutectique, anodique ou direct soumettent le composant encapsulé à des contraintes fortes de température et de stress. Par conséquent, pour le packaging des MEMS, on leur préfère souvent le scellement adhésif organique. En contrepartie, ce type de scellement ne permet pas de garantir l'herméticité de la cavité. Or le problème de l'herméticité peut lui aussi être critique pour de nombreuses applications microsystemes, les échanges de gaz entre l'atmosphère interne du boîtier et l'environnement extérieur pouvant entraîner une dégradation des performances du composant voire des défaillances dues à des problèmes de collage ou de corrosion.

Le deuxième chapitre est quant à lui consacré aux phénomènes physiques responsables des échanges de gaz entre l'atmosphère interne et externe des micro boîtiers et aux équations mathématiques qui les régissent, ainsi qu'aux techniques et aux normes utilisées pour quantifier ces échanges et pour tester l'herméticité des micro cavités. Le premier mécanisme d'échange des gaz est l'écoulement moléculaire à travers des fissures à l'interface de scellement. Ce mécanisme dépend de la qualité du scellement réalisé, et peut apparaître sur n'importe quel micro boîtier. Le deuxième mécanisme est la diffusion moléculaire à travers l'anneau de scellement. Contrairement au précédent, il n'intervient que pour les scellements adhésifs organiques. Toutefois, au vu de la généralisation de ce type de scellements pour le packaging des MEMS, il est tout aussi important. A l'heure actuelle, les tests

d'herméticité réalisés sur les micro boîtiers MEMS se basent généralement sur la méthode 1014 de la norme MIL-STD-883 et sur le test de fuite d'hélium. Ces outils ne sont pourtant pas adaptés aux très petites cavités ni aux scellements adhésifs organiques. Les solutions alternatives comme la mesure de la déflexion du capot et l'intégration de capteurs in situ qui sont de plus utilisées en remplacement des tests classiques, présentent quant à elles d'autres limitations.

L'état de l'art effectué durant la première partie de la thèse a mis en évidence un manque de connaissances dans le domaine de l'herméticité des micro cavités tant sur le plan de la modélisation que sur celui des techniques de test de fuites. Cela est particulièrement vrai pour les boîtiers dits quasi hermétiques, avec scellement adhésif organique, qui présentent de nombreux avantages pour l'encapsulation des MEMS. Nous nous sommes par conséquent efforcés dans la suite de ces travaux de développer des outils mieux adaptés à l'évaluation de l'herméticité de ce type de micro boîtiers. Les résultats obtenus font l'objet des troisième et quatrième chapitres de ce manuscrit.

Nous nous sommes tout d'abord intéressés à la modélisation de la diffusion des gaz à travers les scellements organiques. Le modèle présenté dans le chapitre 3 a été développé à partir des lois de Fick établies par analogie avec les équations de la diffusion thermique. Il permet d'étudier l'évolution de la concentration de gaz à l'intérieur de l'anneau de scellement d'un micro boîtier, ainsi que la pression partielle de gaz à l'intérieur de la cavité. A partir de l'étude des variations de pression interne, il est ensuite possible de calculer le taux de fuite du boîtier étudié. On dispose ainsi d'un outil de comparaison avec les résultats expérimentaux obtenus avec les tests de fuite. Ce modèle peut également être utile pour la conception des boîtiers. Il permet de dimensionner la cavité et l'anneau de scellement en fonction de spécifications d'herméticité imposées. La modélisation de la diffusion d'un gaz à travers un anneau de scellement polymère nécessite toutefois de connaître le coefficient de diffusion du couple gaz / polymère mis en jeu. Or ce coefficient n'est pas facile à mesurer expérimentalement. De plus, il dépend des conditions de polymérisation de l'anneau de scellement au moment de l'encapsulation de la puce. Il est donc hasardeux d'utiliser des données de la littérature, et il est bien souvent nécessaire d'effectuer des tests de sorption additionnels sur des échantillons de polymère si l'on désire une bonne précision du modèle.

La plus grande partie du travail réalisé durant la thèse a consisté en la mise au point d'une technique optique de test de fuite adaptée aux micro boîtiers utilisés pour l'encapsulation des MEMS. Cette technique, qui fait l'objet du dernier chapitre de ce manuscrit, utilise le principe de la spectroscopie infrarouge pour contrôler les variations de l'atmosphère interne des micro boîtiers et ainsi mettre en évidence la présence de fuites éventuelles. Elle est applicable à n'importe quel type de boîtier en silicium ou en verre, ces deux matériaux étant transparents aux longueurs d'onde de l'infrarouge moyen. Elle est par conséquent tout à fait indiquée pour le test des micro boîtiers niveau wafer, qui sont réalisés avec ces matériaux. De nombreux tests ont été effectués sur des micro boîtiers silicium afin de valider la méthode. Ces essais ont permis de vérifier le principe théorique de la détection de gaz par spectroscopie infrarouge en transmission à travers le boîtier, et ont confirmé l'intérêt de cette technique optique. Les premiers tests ont par ailleurs permis de vérifier la non herméticité des scellements BCB, et d'étudier l'influence de paramètres tels que la largeur de l'anneau de scellement

ou l'ajout d'une couche protectrice sur les échanges de gaz entre l'environnement extérieur et la cavité interne de ces micro boîtiers.

Au vu des résultats obtenus durant la thèse, le test de fuite par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier apparaît aujourd'hui comme une alternative prometteuse au test de fuite d'hélium, dont nous avons vu qu'il n'était plus applicable pour les micro boîtiers utilisés pour l'encapsulation des MEMS. La technique mise au point nécessite toutefois plusieurs améliorations avant d'être réellement utilisable industriellement pour le test d'herméticité.

Elle n'a tout d'abord été validée que sur des boîtiers de 5 mm<sup>3</sup> ou plus. Or le packaging niveau wafer permet la fabrication de boîtiers beaucoup plus petits, avec des volumes de l'ordre du millimètre cube. La technique de test doit être capable d'évaluer l'herméticité de tels boîtiers. Le dispositif utilisé au CNES est limité en terme de volume minimum de la cavité testée par la taille du rayon du spectromètre infrarouge qui fait 6 mm de diamètre. Pour les cavités de faible volume les dimensions du boîtier sont bien inférieures au diamètre du rayon. Par conséquent, la plus grande partie du signal est perdue et la précision de la mesure est dégradée. Pour résoudre ce problème, il convient d'intégrer au banc de test un spectromètre dédié au test de fuite, avec un diamètre réduit.

Le dernier point à améliorer est l'aspect quantitatif du test de fuite. A l'heure actuelle, la technique développée permet de détecter la présence de fuites par l'observation du spectre infrarouge en transmission à travers le boîtier et du pic d'absorption du gaz traceur. L'amplitude de ce pic d'absorption ainsi que son évolution dans le temps permettent d'évaluer le degré d'herméticité du boîtier, mais ne permettent pas encore d'accéder à la mesure réelle de la pression de gaz ou du taux de fuite. Pour déterminer ces paramètres, il reste à mener des expériences complémentaires afin de déterminer le coefficient d'absorption molaire du protoxyde d'azote pour la longueur d'onde correspondant au pic d'absorption. Une fois ce coefficient connu, la mesure du pic d'absorption fournira directement la pression partielle de gaz traceur à l'intérieur des boîtiers testés. Il sera alors possible de déterminer la résolution du test de fuite, et d'effectuer une comparaison avec les autres techniques existantes comme la mesure de la déflexion du capot ou l'intégration d'un capteur in situ.

**RÉFÉRENCES**

- [Bal00] H. Baltes, O. Brand, M. Waelti, "Packaging of CMOS MEMS", *Microelectronics Reliability* vol. 40, 2000, pp. 1255-1262
- [Bar00] S. F. Bart, S. Zhang, V. L. Rabinovich, S. Cunningham, "Coupled package-device modeling for microelectromechanical systems", *Microelectronics Reliability* vol. 40, 2000, pp. 1235-1241
- [Blo92] F. R. Blom, S. Bouwstra, M. Elwenspoek, J. H. J. Fluitman, "Dependence of the quality factor of micromachined silicon beam resonators on pressure and geometry", *J. Vac. Sci. Technol. B*10(1), 1992, pp. 19-26
- [Bon95] E. Bonnote, P. Delobelle, L. Bornier, B. Trollard, G. Tribillon, "Mise en oeuvre de deux méthodes interférométriques pour la caractérisation des films minces par l'essai de gonflement. Application au silicium monocristallin", *J. Phys. III France* 5, 1995, pp. 953-983
- [Bos05] A. Bosseboeuf, J. P. Grandchamp, C. Breluzeau, S. Lani, J. Palomo, D. Bouville, "Vacuum measurement in wafer level encapsulations by interference microscopy", *Proceedings of DTIP conference, Montreux, Switzerland, 2005*, pp. 215-220
- [Chi01] M. Chiao, L. Lin, "Accelerated hermeticity testing of a glass-silicon package formed by rapid thermal processing aluminium-to-silicon nitride bonding", *Sensors and Actuators A*97-98, 2001, pp. 405-409
- [Cra75] J. Crank, "The Mathematics of Diffusion", Oxford University Press, Cambridge, 1975
- [Cui] T. Cui, "Bonding, Packaging and Integration", *Fundamentals of MicroElectro Mechanical Systems (MEMS)*, University of Minnesota
- [Dar03] M. Dardalhon, "Contribution à l'analyse de la fiabilité des microsystèmes", mémoire de thèse, Université Montpellier II, 2003
- [Dav75a] J. G. Davy, "Calculations for leak rates of hermetic packages", *IEEE Transactions on Parts, Hybrids and Packaging* vol. 11, 1975, pp. 177-189
- [Dav75b] J. G. Davy, "Model Calculations for maximum allowable leak rates of hermetic packages", *Journal of Vacuum Science and Technology* vol. 12, 1975, p. 423-429



- [Der78 ] A. DerMarderosian, V. Gionet, "Water vapor penetration rate into enclosures with known air leak rates", Reliability Physics, 1978
- [Don05] S. Dong, Y. Liao, Q. Tian, "Sensing of corrosion on aluminium surfaces by use of metallic optical fiber", Applied Optics vol. 44 No. 30, 2005, pp.6334-6337
- [Ges02] T. Gessner, M. Wiemer, J. Frömel, "MEMS-packaging", Annual Report, Chemnitz University of Technology
- [Gil00] K. Gilleo, "MEMS packaging issues and materials", Advanced Microelectronics vol. 27, 2000, pp. 9-13
- [Gil01] K. Gilleo, S. Corbett, "Getters – molecular scavengers for packaging", HDI, January 2001, pp. 26-29
- [Goe02] M. Goetz, C. Jones, "Chip scale packaging techniques for RF SAW devices", Electronics Manufacturing Technology Symposium, 2002. IEMT 2002. 27<sup>th</sup> Annual IEEE/SEMI International, 17-18 July 2002, pp. 63-66
- [Gre01] H. Greenhouse, "Hermeticity of Electronic Packages", William Andrew Publishing / Noyes, 2001
- [Haz96] M. Hazouard, "La spectroscopie infrarouge et ses applications à la microélectronique", Rapport de DEA microanalyse, Université Bordeaux 1, 1996
- [Hid04] I. Hidalgo, R. Goya, I. R. Matías, F. J. Arregui, R. O. Claus, "Humidity evanescent hollow core fiber sensor", Proceedings of IEEE, Vol. 3, 2004, pp. 1214-1217
- [Jac00] J. Jacobs, J. Malone, "Suitability of an epoxy seal for a MEMS package", Proceedings of IMAPS International Symposium, Boston, 2000, pp. 586-591
- [Jac02] S. J. Jacobs, S. A. Miller, J. J. Malone, W. C. McDonald, V. C. Lopes, L. K. Magel, "Hermeticity and stiction in MEMS packaging", Proceedings of IEEE 40<sup>th</sup> Annual International Reliability Physics Symposium, Dallas, 2002, pp. 136-139
- [Jou02] A. Jourdain, P. de Moor, S. Pamidighantam, H. A. C. Tilmans, "Investigation of the hermeticity of BCB-sealed cavities for housing (RF-)MEMS devices", Proceedings of MEMS 2002 IEEE International Conference, 2002, pp. 677-680
- [Ko95] W. H. Ko, "Packaging of microfabricated devices and systems", Materials Chemistry and Physics vol. 42, 1995, pp. 169-175

- [Kra95] P. Krause, M. Sporys, E. Obermeier, K. Lange, S. Grigull, "Silicon to silicon anodic bonding using evaporated glass", Proceedings of Transducers 95, Stockholm, 1995, pp. 228-231
- [Let02] C. Le Touze, "A new method for hermeticity testing of wafer-level packaging", Rapport de projet Cnes/Memscap, 2002
- [Li99] B. Li, H. Wu, C. Zhu, J. Liu, "The theoretical analysis of damping characteristics of resonant microbeam in vacuum", Sensors and Actuators A77, 1999, pp. 191-194
- [Lin03] P. Lindner, T. Glinsner, C. Thanner, M. Wimplinger, C. Brubaker, S. Dwyer, H. Luesebrink, "Room temperature bond for wafer level packaging", Proceedings of IMAPS International Symposium, Boston, 2003
- [Lin04a] L. Lin, "Packaging schemes for MEMS", Packaging Course, University of California at Berkeley, 2004
- [Lin04b] L. Lin, "Special packaging schemes", Packaging Course, University of California at Berkeley, 2004
- [Loc06] F. Lochon, L. Fadel, I. Dufour, D. Rebiere, J. Pistre, "Silicon made resonant microcantilever: dependence of the chemical sensing performances on the sensitive coating thickness", Materials Science and Engineering C vol. 26/2-3, 2006, pp. 348-353
- [Mac97] S. Mack, H. Baumann, U. Gösele, "Gas tightness of cavities sealed by silicon wafer bonding", Proceedings of the IEEE 10<sup>th</sup> Ann. International Workshop on Micro Electro Mechanical Systems, Piscataway, 1997, pp. 488-493
- [MIL95] MIL-STD-883E, Method 1014, Test Methods and Procedures For Microelectronics, U.S. Department Of Defense, March 1995
- [Mor99] A. Morrissey, G. Kelly, J. Alderman, "Selection of materials for reduced stress packaging of a microsystem", Sensors and Actuators vol. 74, 1999, pp. 178-181
- [Mul96] L. Muller, M. H. Hecht, L. M. Miller, H. K. Rockstad, J. C. Lyke, "Packaging and qualification of MEMS-based space systems", Micro Electro Mech. Syst. Workshop, 1996, pp. 503-508
- [Nes95] M. Nese, R. W. Bernstein, I. R. Johansen, R. Spooren, "New method for testing hermeticity of silicon sensor structures", Proceedings of Transducers '95 . Eurosensors IX, Stockholm, Sweeden, 1995, pp. 260-262

- [Obe03] J. Oberhammer, F. Niklaus, G. Stemme, "Selective wafer-level adhesive bonding with benzocyclobutene for fabrication of cavities", *Sensors and Actuators* vol. 105, 2003, pp.297-304
- [Obe04] J. Oberhammer, F. Niklaus, G. Stemme, "Sealing of adhesive bonded devices on wafer level", *Sensors and Actuators* vol. 110, 2004, pp. 407-412
- [Ola94] L. Olander, "Equations and formulas for air and air Contaminants – a literature review", 1994
- [Pra91] H. Pranjoto, D. Denton, "Moisture uptake of bisbenzocyclobutene (BCB) films for electronic packaging applications", *Mater. Res. Soc. Symp. Proceedings* vol. 203, 1991, pp. 295-302
- [Ram00] R. Ramesham, R. Ghaffarian, "Challenges in interconnection and packaging of microelectromechanical systems (MEMS)", *Proceedings of IEEE 50<sup>th</sup> 2000 Electronic Components and Technology Conference*, 2000, pp. 54-59
- [Ril03] G. A. Riley, "A survey of wafer level hermetic cavity chip scale packages for RF applications", *Flipchips Tutorial 31*, June 2003, [www.flipchips.com/tutorial31.html](http://www.flipchips.com/tutorial31.html)
- [Ril04] G. A. Riley, "Hermeticity : much to do about nothing", *Flipchips Tutorial 41*, May 2004, [www.flipchips.com/tutorial41.html](http://www.flipchips.com/tutorial41.html)
- [Rob74] J. W. Robinson, "Handbook of Spectroscopy vol. II", CRC Press, 1974
- [Rom97] A. D. Romig Jr., P. V. Dressendorfer, D. W. Palmer, "High performance microsystem packaging : a perspective", *Microelectronics Reliability* vol. 37, 1997, pp. 1771-1781
- [Sai05] X. Saint Martin, "Packaging des circuits intégrés", *Techniques de l'Ingénieur, traité Electronique*, 2005
- [Sch94] M. A. Schmidt, "Silicon wafer bonding for micromechanical devices", *Proceedings of the IEEE Solid-State Sensor and Actuator Workshop*, Hilton Head, 1994, pp. 127-131
- [Sch01] D. Scheck, "Cyclotene (BCB) resins for bumping and wafer-level packaging", *WLP Seminar*, Taiwan, Sept. 2001
- [Shi86] M. Shimbo, K. Furukawa, K. Fukuda, K. Tanzawa, "Silicon-to-silicon direct bonding method", *Journal of Applied Physics*, Vol. 60, 1986, pp. 2987-2989
- [Spe03] W. Merlijn van Spengen, "MEMS reliability from a failure mechanisms perspective", *Microelectronics Reliability* vol. 43, 2003, pp. 1049-1060
- [Spec] <http://www.chemguide.co.uk/analysis/masspec/howitworks.html>

- [Tal90] J. Tallon, "Contrôle de l'étanchéité", Techniques de l'Ingénieur, traité Mesures et Contrôle, 1990
- [Tao03] Y. Tao, A. P. Malshe, W. D. Brown, "Selective bonding and encapsulation for wafer-level vacuum packaging of MEMS and related micro systems", *Microelectronics Reliability* vol. 44, 2004, pp. 251-258
- [Tet03] A. Tetelin, "Caractérisation et modélisation de la réponse transitoire d'un capteur d'humidité à couche sensible polymère", mémoire de thèse, Université Bordeaux 1, 2003
- [Tra77] R. K. Traeger, "Nonhermeticity of Polymeric Lid Sealants", *IEEE Transactions on Parts, Hybrids and Packaging* vol. PHP-13, June 1977, pp. 147-152
- [Tum89] R. R. Tummala, "Microelectronics Packaging Handbook", Van Nostrand Reinhold, New York, USA, 1989
- [Vey05a] D. Veyrié, M. Budinger, J. L. Roux, F. Pressecq, A. Tetelin, C. Pellet, "Modeling of water vapor permeation inside BCB-sealed packages for microsystems", *Proc. of DTIP Conference on Design, Test, Integration and Packaging of MEMS and MOEMS*, Montreux, Switzerland, June 01-03 2005, pp. 244-249
- [Vey05b] D. Veyrié, D. Lellouchi, J. L. Roux, F. Pressecq, A. Tetelin, C. Pellet, "FTIR spectroscopy for the hermeticity assessment of micro-cavities", *Microelectronics Reliability* 45, Issues 9-11, September-November 2005, pp. 1764-1769
- [Vey05c] D. Veyrié, J. L. Roux, F. Pressecq, A. Tetelin, C. Pellet, "A new method to assess the hermeticity of MEMS micro-packages", *Proc. of the 5th ESA Round table on micro/nano technologies for space*, Noordwijk, The Netherlands, October 3-5 2005
- [Vey06a] D. Veyrié, J. L. Roux, F. Pressecq, A. Tetelin, C. Pellet, "Hermeticity tests on organically sealed micro-packages using FTIR spectroscopy", *Proc. of the SPIE Reliability, Packaging, Testing, and Characterization of MEMS/MOEMS V Conference*, San Jose, California USA, January 21-26 2006
- [Vey06b] D. Veyrié, D. Lellouchi, J. L. Roux, F. Pressecq, A. Tetelin, C. Pellet, "Hermeticity assessment of MEMS micro packages – Leak rate measurements based on infrared spectroscopy", *Proc. of the CANEUS 2006 Conference*, Toulouse, France, Aug. 27-Sept. 1 2006
- [Vie91] W. R. Vieth, "Diffusion in and through polymers", Carl Hanser, Munich, 1991

- [Wu99] J. Wu, R. T. Pike, C. P. Wong, "Novel bi-layer conformal coating for reliability without hermeticity MEMS encapsulation", IEEE Transactions on Electronics Packaging Manufacturing vol. 22, 1999, pp. 195-201



# *Annexes*





## Annexe 1 :

## Détails des calculs du modèle de diffusion des gaz à travers les scellements organiques

**Calculs de la page 114 :**

$$\sum_{m=1}^{\infty} A_m \sin\left(\frac{m\pi}{L}x\right) = \frac{\tilde{C}_2 - C_2}{L}x + \sum_{p=1}^{\infty} \tilde{A}_p \sin\left(\frac{p\pi}{L}x\right) e^{-\left(\frac{p\pi}{L}\right)^2 D\Delta t}$$

En multipliant les deux termes de l'égalité par  $\sin\frac{p\pi x}{L}$  et en les intégrant de 0 à L, en utilisant la relation ci-dessous :

$$\int_0^L \sin\frac{p\pi x}{L} \sin\frac{m\pi x}{L} dx = \frac{1}{2}L \text{ si } m = p, 0 \text{ si } m \neq p \quad [\text{Cra75}]$$

On obtient pour le premier terme

$$\int_0^L \sin\left(\frac{p\pi}{L}x\right) \sum_{m=1}^{\infty} A_m \sin\left(\frac{m\pi}{L}x\right) dx = \frac{1}{2} A_p L$$

Et pour le deuxième terme

$$\int_0^L \sin\left(\frac{p\pi}{L}x\right) \left( \frac{\tilde{C}_2 - C_2}{L}x + \sum_{p=1}^{\infty} \tilde{A}_p \sin\left(\frac{p\pi}{L}x\right) e^{-\left(\frac{p\pi}{L}\right)^2 D\Delta t} \right) dx = \frac{1}{2} \tilde{A}_p L e^{-\left(\frac{p\pi}{L}\right)^2 D\Delta t} + \frac{\tilde{C}_2 - C_2}{L} \int_0^L \sin\left(\frac{p\pi}{L}x\right) x dx$$

$$\text{Il reste à calculer } I = \int_0^L \sin\left(\frac{p\pi}{L}x\right) x dx$$

Pour cela, on peut utiliser la règle de l'intégration par parties :

$$I = \frac{-L^2}{p\pi} \cos(p\pi) + \frac{L}{p\pi} \int_0^L \cos\left(\frac{p\pi}{L}x\right) dx$$

$$I = \frac{-L^2}{p\pi} \cos(p\pi) + \left(\frac{L}{p\pi}\right)^2 \sin(p\pi)$$

$$I = \left(\frac{L}{p\pi}\right)^2 (\sin(p\pi) - p\pi \cos(p\pi))$$

On obtient donc l'égalité suivante :

$$\frac{1}{2} A_p L = \frac{1}{2} \tilde{A}_p L e^{-\left(\frac{p\pi}{L}\right)^2 D \Delta t} + \frac{\tilde{C}_2 - C_2}{L} \left(\frac{L}{p\pi}\right)^2 (\sin(p\pi) - p\pi \cos(p\pi))$$

Puis en simplifiant et en renommant la variable p en m :

$$A_m = \tilde{A}_m e^{-\left(\frac{m\pi}{L}\right)^2 D \Delta t} + (\tilde{C}_2 - C_2) \frac{2}{(m\pi)^2} (\sin(m\pi) - m\pi \cos(m\pi))$$

**Calculs de la page 115 :**

$$C_2 = \tilde{C}_2 - \frac{DS}{V} \int_0^{\Delta t} \frac{\partial \tilde{C}}{\partial x}(L, t) dt$$

Pour expliciter cette équation, il faut développer l'intégrale. Pour cela, il faut dans un premier temps calculer la dérivée de l'expression de C présentée dans l'équation 3.18 :

$$\frac{\partial \tilde{C}}{\partial x}(x, t) = \frac{\tilde{C}_2 - \tilde{C}_1}{L} + \sum_{m=1}^{\infty} \tilde{A}_m e^{-\left(\frac{m\pi}{L}\right)^2 D t} \frac{m\pi}{L} \cos\left(\frac{m\pi}{L} x\right)$$

$$\frac{\partial \tilde{C}}{\partial x}(x, t) = \frac{1}{L} \left[ (\tilde{C}_2 - \tilde{C}_1) + \pi \sum_{m=1}^{\infty} m \tilde{A}_m \cos\left(\frac{m\pi}{L} x\right) e^{-\left(\frac{m\pi}{L}\right)^2 D t} \right]$$

$$\text{et donc } \frac{\partial \tilde{C}}{\partial x}(L, t) = \frac{1}{L} \left[ (\tilde{C}_2 - \tilde{C}_1) + \pi \sum_{m=1}^{\infty} m \tilde{A}_m \cos(m\pi) e^{-\left(\frac{m\pi}{L}\right)^2 D t} \right]$$

$$\int_0^{\Delta t} \frac{\partial \tilde{C}}{\partial x}(L, t) dt = \frac{1}{L} \left[ \int_0^{\Delta t} (\tilde{C}_2 - \tilde{C}_1) dt + \pi \sum_{m=1}^{\infty} m \tilde{A}_m \cos(m\pi) \int_0^{\Delta t} e^{-\left(\frac{m\pi}{L}\right)^2 D t} dt \right]$$

$$\int_0^{\Delta t} \frac{\partial \tilde{C}}{\partial x}(L, t) dt = \frac{1}{L} \left[ (\tilde{C}_2 - \tilde{C}_1) \Delta t + \frac{L^2}{\pi D} \sum_{m=1}^{\infty} \frac{\tilde{A}_m}{m} \cos(m\pi) \left( 1 - e^{-\left(\frac{m\pi}{L}\right)^2 D \Delta t} \right) \right]$$

d'où en remplaçant l'intégrale dans l'équation 3.26 par son expression présentée ci-dessus :

$$C_2 = \tilde{C}_2 - \frac{DS}{VL} \left[ (\tilde{C}_2 - \tilde{C}_1) \Delta t + \frac{L^2}{\pi D} \sum_{m=1}^{\infty} \frac{\tilde{A}_m}{m} \cos(m\pi) \left( 1 - e^{-\left(\frac{m\pi}{L}\right)^2 D \Delta t} \right) \right]$$

## Annexe 2 :

# Code Matlab pour la modélisation de la diffusion à travers les scellements organiques

```

%-----%
%          Evolution de la concentration dans le scellement d'un boîtier          %
%-----%

clear all;
figure(1);

% DEFINITION DES CONSTANTES

profondeur = 40e-6 ;           % profondeur de la cavité
p_cote = 5e-3 ;               % largeur de la cavité
g_cote = 5e-3 ;               % longueur de la cavité
epaisseur = 2.5e-6 ;          % épaisseur du scellement
l = 500e-6 ;                   % largeur du scellement
D = 4.5e-12 ;                  % coefficient de diffusion

S = 2*p_cote*epaisseur+2*g_cote*epaisseur ;      % surface de contact scellement / cavité
V = p_cote*g_cote*profondeur ;                  % volume de la cavité

C0 = 0 ;                                       % concentration initiale dans le scellement
C1 = 15e-3 ;                                  % concentration extérieure
C2 = 0 ;                                       % concentration initiale dans la cavité

% PARAMETRES DE CALCUL

% Nombre d'itérations des sommes
Ni = 200 ;

% Pas de X
Nx = 100 ;

% Pas et valeur limite de t

```

---

```

lim_t = 3600*24*100 ;    % durée de la modélisation
ech_t = 2000 ;          % nombre d'itérations

% CALCUL DE C(x,t)

X = linspace(0,l,Nx);
X2 = linspace(-l/(Nx-1)*20,l/(Nx-1)*20,Nx+40);

p = linspace(1,Ni,Ni);

%-----
T = linspace(0,lim_t,ech_t);          % Calcul de Mt
%-----

% Première itération

j = 1;

for i=1:Nx

    x=X(i);

    A0 = 2./(p*pi).*((C0-C1).*(1-cos(p*pi))-(C2-C1)./(p*pi).*(sin(p*pi)-p*pi.*cos(p*pi)));

    Somme_0 = A0.*sin(p*pi*x/l).*exp(-p.^2*pi^2*D*(lim_t/ech_t)/l^2);

    C(i) = C1+(C2-C1)*x/l+sum(Somme_0);
end

txt=sprintf('t= %4.2f s',lim_t/ech_t);

% Affichage pour t=0

Ccourbe = zeros(1,140);

for i=1:20
    Ccourbe(i)=C1;
end

```

---

---

```

for i=21:(Nx+20)
    Ccourbe(i)=C(i-20);
end

for i=(Nx+21):(Nx+40)
    Ccourbe(i)=C2;
end

figure(1)
plot(X2,Ccourbe);
axis([-l/(Nx-1)*20 l+l/(Nx-1)*20 0 16e-3]);
xlabel(txt);
M(j) = getframe;

% Itérations suivantes

t = lim_t/ech_t;
%-----
Mt(1) = C2*V; % Calcul de Mt
%-----

for j=2:(ech_t)

    t=t+(lim_t/ech_t);

    % Calcul du nouveau C2

    B = A0./p.*cos(p*pi).*(1-exp(-p.^2*pi^2*D*(lim_t/ech_t)/l^2));

    Mt0 = -D*S/l*((C2-C1)*(lim_t/ech_t)+l^2/(pi*D)*sum(B));
%-----
    Mt(j) = Mt(j-1)+Mt0; % Calcul de Mt
%-----
    new_C2 = C2+Mt0/V;

    % Calcul de C(x)

```

---

---

```

for i=1:Nx

    x=X(i);

    A = A0.*exp(-p.^2*pi^2*D*(lim_t/ech_t)/l^2)+(C2-new_C2)*(2./(p.^2*pi^2)).*(sin(p*pi)-
p*pi.*cos(p*pi));

    Somme = A.*sin(p*pi*x/l).*exp(-p.^2*pi^2*D*(lim_t/ech_t)/l^2);

    C(i) = C1+(new_C2-C1)*x/l+sum(Somme);
end

% Affichage des courbes C(x)

txt=sprintf('t= %4.2f s',t);

for i=1:20
    Ccourbe(i)=C1;
end

for i=21:(Nx+20)
    Ccourbe(i)=C(i-20);
end

for i=(Nx+21):(Nx+40)
    Ccourbe(i)=new_C2;
end

plot(X2,Ccourbe);
axis([-l/(Nx-1)*20 l+l/(Nx-1)*20 0 16e-3]);
xlabel(txt);
M(j) = getframe;

C2 = new_C2;
A0 = A;
end

figure(2);
plot(T,Mt);          % Quantité de gaz ayant pénétré dans la cavité

```

---

```
figure(3);  
plot(T,Mt/V);           % Evolution de la concentration interne  
xlabel('t(s)');  
ylabel('Cin');
```

```
figure(4);  
plot(T,Mt/V*1.42);     % Evolution de la pression interne
```