



HAL
open science

Mise au point et caractérisation de scellement anodique

Maxime Daudy

► **To cite this version:**

Maxime Daudy. Mise au point et caractérisation de scellement anodique . Sciences de l'ingénieur [physics]. 2017. hal-01546903

HAL Id: hal-01546903

<https://laas.hal.science/hal-01546903>

Submitted on 26 Jun 2017

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Maxime DAUDY

DUT Mesures Physiques Spécialité TI

IUT A – Université Paul Sabatier – Toulouse III

Promotion 2017

Rapport de stage

*Mise au point et caractérisation de scellement
anodique*



Stage effectué du 03 Avril au 23 Juin 2017 au laboratoire du LAAS-CNRS

7 Avenue du Colonel Roche, 31400 Toulouse

Maître de stage : Samuel Charlot
Enseignant Référent : David Lafarge

Remerciements

A l'issue de ces 12 semaines passées au LAAS-CNRS, je tiens à remercier toutes les personnes qui ont contribué au bon déroulement de mon stage et qui m'ont aidé lors de la rédaction de ce rapport.

Je tiens donc tout d'abord à remercier mon maître de stage, Samuel Charlot qui est ingénieur d'études au sein de l'équipe TEAM du LAAS, de m'avoir accueilli et encadré pendant ces trois mois. Tout au long de mon stage, il a su me guider et partager son savoir, malgré un emploi du temps chargé. Ses conseils et sa confiance m'ont été d'une grande aide afin d'accomplir mes missions.

Je souhaite remercier mon tuteur de stage à l'IUT, David Lafarge, pour sa disponibilité et ses conseils.

Je tiens aussi à remercier vivement Patrick Pons du service MINC qui gère l'équipe travaillant sur ce projet pour ses conseils. Je remercie également Julien Philippe qui fait aussi partie de l'équipe du projet pour l'aide qu'il m'a apporté en salle blanche et ses précieux conseils.

Une pensée également pour les autres stagiaires de Mesures Physiques, pour la bonne ambiance qu'ils ont maintenue autour de ce stage.

Enfin, de sincères remerciements à tous les membres de Team, et plus généralement à tous les membres du laboratoire, stagiaires et thésard, pour l'ambiance et la bonne humeur qu'il y a eu durant toute la durée de ce stage.

Résumé

La soudure anodique est une technique d'assemblage qui permet la réalisation de composant à l'échelle du micron. Cette technique qui a pour principe de souder deux plaques (verre/silicium) appelées wafers nécessite des étapes préalables. Au vue des prix des machines utilisées pour la soudure anodique, les abaques existent pour les matériaux standards. Cependant pour ce projet nous utilisons des matériaux résistif, fin avec cavité.

Mon stage s'oriente sur l'étude de ces différents procédés. En effet le LAAS développe un nouveau capteur qui permettra de détecter des rayonnements radioactifs pour le CEA. Basé sur le principe d'un capteur de pression, les éléments de ce capteur imposent des contraintes qui demandent la création d'un nouveau procédé de soudure.

Les objectifs de mon stage étaient :

- De me former à l'utilisation des machines de soudure anodique.
- De mettre au point un procédé efficace de nettoyage avant scellement.
- De caractériser la qualité des soudures à l'aide de différentes méthodes.

J'ai effectué des soudures anodiques en faisant varier les paramètres les uns après les autres. J'ai ainsi pu présenter mes résultats à l'équipe de ce projet qui a choisi les différents paramètres de nettoyage et de soudure. A l'issue de ce stage, l'équipe du projet dispose des informations nécessaires pour pouvoir créer les premiers prototypes du capteur.

Mots-clés : Soudure anodique, micro-électronique, test et essais

Abstract

Anodic bonding is a joining technique that allows the realization of a component at the micrometer scale. This technique uses two plates (glass / silicon) called wafers and it requires preliminary steps. We can find data only for standard materials. However, for this project we use thin resistive silicon with cavity.

My internship focuses on the study of these different processes. Indeed, LAAS laboratory is developing a new sensor that will detect radioactive radiation. It has a similar work principle as a pressure sensor. The creation of a new bonding process is needed because of the high mechanical stresses caused by the new sensor component. The objectives of my internship were:

- Learn to use anodic bonding machines
- Develop an effective cleaning process
- Characterize the quality of bonding using different methods

I made anodic bonding by varying one by one all parameters. I presented my results to the team. They selected the different parameters of the new bonding process. At the end of my internship the team has all the information necessary to create the first sensor prototypes.

Keywords: Anodic bonding, microelectronics, test

Sommaire

Introduction	3
Le laboratoire : LAAS-CNRS	4
1) Présentation du CNRS.....	4
2) Présentation du laboratoire	5
3) Organisation du laboratoire	5
Définition du sujet de stage	6
Wafer bonder AML & Wafer bonder SUSS	7
1) La soudure anodique	7
a) Principe de fonctionnement	7
i) Soudure simple stack	8
ii) Soudure triple stack	8
b) Wafer bonder SUSS.....	9
c) Wafer bonder AML	10
2) Le nettoyage	11
Méthodes de caractérisation des soudures	12
1) Machine de shear test Xyztec Condor Sigma	12
2) Test d'arrachement	13
3) Gravure à l'acide fluorhydrique.....	14
4) Tests d'herméticités	14
Etude des paramètres influençant la qualité de la soudure.....	15
1) Etude de l'influence du nettoyage	15
2) Etude de l'influence de la température	16
3) Etude de l'influence de la tension	17
4) Résultats	18
Conclusion	19
Bibliographie	20
Annexes.....	21

Table des illustrations

Figure 1 – Façade du laboratoire.....	4
Figure 2 – Organigramme du laboratoire.....	5
Figure 3 – Wafer avec cavité.....	7
Figure 4 – Exemple de soudure « SUSS ».....	7
Figure 5 – Fonctionnement d’un wafer bonder pour effectuer une soudure anodique.....	8
Figure 6 – Wafer bonder SUSS.....	9
Figure 7 – Cuve de soudure avec chargement latéral.....	10
Figure 8 – Wafer bonder AML.....	10
Figure 9 – Ecran de processus AML.....	10
Figure 10 – Capot de la machine AML.....	10
Figure 11 – Cuve de soudure machine AML.....	10
Figure 12 – Soudure avec mauvais nettoyage.....	11
Figure 13 – Etapes de nettoyage.....	11
Figure 14 – Machine de shear et pull tests Xyztec Condor Sigma.....	12
Figure 15 – Wafer découpé en puces de 5x5 mm.....	12
Figure 16 – Banc de test pour la résistance mécanique des soudures (cisaillement).....	13
Figure 17 – Banc de test pour la résistance mécanique des soudures (Arrachement).....	13
Figure 18 – Machine test d’herméticité et support de puces 1x1 cm.....	14
Figure 19 – Tableau récapitulatif des tests sur la variation de température.....	15
Figure 20 – Courbes caractéristiques d’une soudure anodique avec la machine AML.....	16
Figure 21 – Tableau récapitulatif des tests sur l’efficacité du nettoyage.....	16
Figure 22 – Tableau récapitulatif des tests sur la variation de tension.....	17
Figure 23 – Graphique synthèse des résultats de shear tests.....	18
Figure 24 – Référence Si/verre.....	18

Introduction

Dans le cadre de ma deuxième année de DUT Mesures Physiques à l'université Paul Sabatier Toulouse III, j'ai choisi de réaliser mon stage de fin d'études d'une durée de 12 semaines au sein du laboratoire LAAS-CNRS.

L'équipe avec laquelle je vais travailler au sein du laboratoire travaille sur la conception de « Micro_Electro_Mechanical_Systems » (MEMS). Dans le cadre d'un projet commun avec le CEA, cette équipe travaille sur la conception d'un capteur de rayonnements radioactifs. Ce capteur étant à l'échelle du micromètre, il faut utiliser des méthodes adaptées, comme la soudure anodique. Le principe de la soudure anodique est d'appliquer une forte tension entre deux plaques (Si/verre) à haute température afin de faire migrer certains ions et de créer des liaisons covalentes à l'interface. Cette méthode permet de créer une enceinte hermétique où seront placés les éléments du capteur. Nous connaissons aujourd'hui les conditions optimales pour effectuer une bonne soudure mais ces conditions ne conviennent pas aux matériaux utilisés dans le capteur. C'est donc dans l'optique de créer des abaques pour la soudure anodique que s'inscrit mon stage. Il consiste donc à déterminer ces nouveaux abaques par une approche expérimentale.

Les missions qui m'ont été confiées mettent en œuvre l'utilisation de la machine AML qui me permettra d'effectuer les soudures anodiques et ainsi d'en faire varier les paramètres d'utilisation. En effet j'ai dans un premier temps étudié la résistance mécanique des soudures entre du silicium et du verre. J'ai présenté ces premiers tests sous forme de statistique à l'équipe du projet, qui m'a apporté de nouvelles informations pour la suite du projet. J'ai ensuite continué les tests sur des soudures comprenant un wafer de Silicium haute résistivité et un wafer de verre pour effectuer des tests en conditions réelle.

Dans un premier temps, je présenterai le laboratoire du LAAS, ensuite, je définirai le sujet de stage de façon la plus précise possible. Puis, je décrirai le fonctionnement de l'appareillage que je suis amené à utiliser avant de vous expliquer les différents tests à effectuer. Pour finir, j'exposerai les résultats obtenus et les conclusions tirées.

Le laboratoire : LAAS-CNRS

1) Présentation du CNRS

Le laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes (LAAS) est une unité propre du Centre National de la Recherche Scientifique (CNRS). Il est sous tutelle du ministère de l'éducation nationale, de l'enseignement supérieur et de la recherche. Le CNRS compte près de 32 000 personnes pour un budget de 3.3 milliards d'euros. Il est présent dans de nombreux domaines de connaissance avec plus de 1100 unités de recherche et de service

2) Présentation du laboratoire

Le laboratoire du LAAS a été créé par Jean Lagasse en 1968. L'automatique était une science nouvelle et son domaine s'étendait des circuits électroniques à la théorie de la commande. A ce moment-là, l'Espace était l'enjeu d'une course haletante entre les grandes puissances, et un formidable moteur pour la recherche scientifique. Un laboratoire d'automatique et de ses applications spatiales était donc au centre d'une problématique et d'un domaine stratégiques. Jean Lagasse a eu cette vision et a convaincu le CNRS de cette création.



Figure 1 – Façade du laboratoire

Ce laboratoire situé à Toulouse, est associé par convention à 5 membres fondateurs de la COMUE Université de Toulouse :

- l'Université Toulouse III Paul Sabatier (UPS)
- l'Institut national des sciences appliquées de Toulouse (INSA)
- l'Institut national polytechnique de Toulouse (INPT)
- l'Université Toulouse - Jean Jaurès (UT2J)
- l'Université Toulouse I Capitole (UT1)

Aujourd'hui le laboratoire compte 207 Chercheurs/Enseignants chercheurs, 225 doctorants, 60 CDD de chercheurs et de nombreux stagiaires. Les recherches menées au LAAS-CNRS visent à une compréhension fondamentale des systèmes complexes tout en considérant l'usage qui peut en découler. Ces recherches sont basées sur quatre disciplines : Informatique, Automatique, Robotique et Micro-Nano-technologies.

Ces quatre disciplines sont réparties dans 8 départements : Informatique critique, Réseaux et communications, Robotique, Décision et optimisation, Hyperfréquences et optique, Nano ingénierie et intégration, Micro nano bio technologies, gestion de l'énergie.

3) Organisation du laboratoire

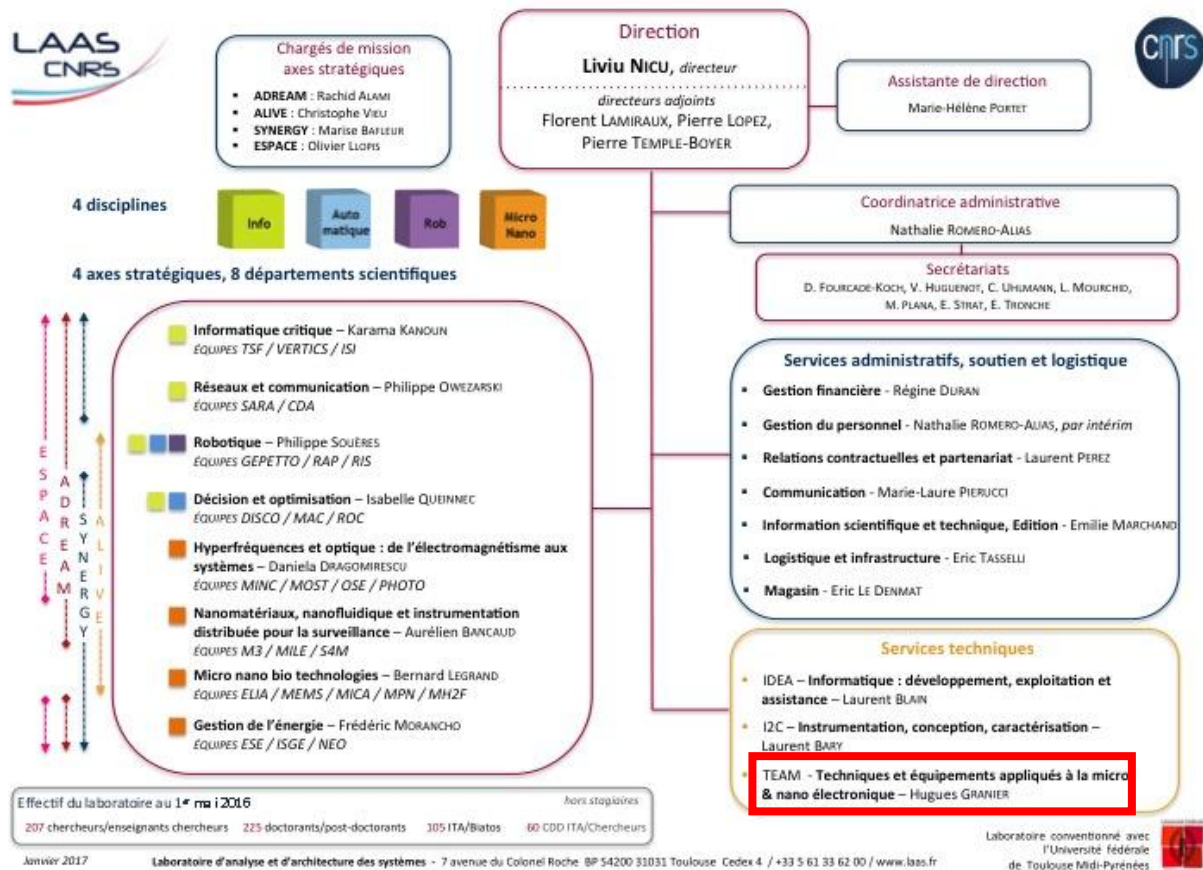


Figure 2 – Organigramme du laboratoire

Le service TEAM :

Le service TEAM (Techniques et Equipements Appliqués aux Micro et nanotechnologies), est composé de 36 personnes et est en charge du fonctionnement et du développement de la plateforme de Micro et Nano Technologies. Il mutualise l'ensemble des moyens de fabrication du laboratoire dans le domaine.

Ce service est en également en charge du fonctionnement et du développement de la plateforme de micro et nanotechnologie qui appartient au Réseau National des micros et NAnoTECHnologies (RENATECH – 6 centrales). Il est notamment chargé d'assurer le bon fonctionnement et la maintenance de la salle blanche du LAAS répondre à l'attente des utilisateurs.

Définition du sujet de stage

Pour répondre au besoin du projet qui est de créer un capteur, j'ai effectué plusieurs tests concernant la soudure anodique pour définir un procédé fiable.

Afin de mener à bien mon sujet de stage, j'ai dans un premier temps étudié à l'aide de documents, le fonctionnement de la soudure anodique. J'ai identifié trois grands axes qui agissent sur les paramètres des soudures :

1. Le nettoyage des wafers
2. La température appliquée lors de la soudure
3. La tension appliquée lors de la soudure

Ma première tâche a été de mettre au point des procédés de nettoyage avant scellement afin que les soudures soient de bonne qualité. C'est une étape importante que j'ai amélioré en mettant au point un protocole visant à définir le meilleur nettoyage.

Ma seconde tâche consistait à étudier l'effet de la température lors de la soudure anodique. En effet la température de soudure est normalement comprise entre 370°C et 420°C. Cependant les contraintes imposées par le projet ne permettent pas de monter aussi haut en température. Mon travail était donc d'effectuer des tests visant à trouver la température minimale à utiliser.

Une fois ces tests effectués l'étape suivante a été d'étudier l'impact de la tension sur la soudure anodique. Pour les tests précédents les wafers utilisés étaient des wafers de silicium et de verre dopé en sodium. Pour la réalisation du capteur le type de wafer utilisé sera du Silicium haute résistivité. Il est d'autant plus nécessaire d'étudier l'impact de la tension sur la soudure puisque nous ne connaissons pas le résultat de la soudure avec du Silicium haute résistivité.

Afin de caractériser la qualité des soudures, plusieurs tests sont possibles. Le but de ces tests est d'avoir des valeurs caractérisant des soudures faites avec des paramètres constructeur. Nous pourrons ensuite voir l'impact des différents paramètres en comparant ces valeurs. Le test principal que j'ai utilisé, consiste en un test de cisaillement afin d'évaluer la résistance mécanique des composants. Il y a également la possibilité de faire des tests de gravure à l'acide fluorhydrique (HF) afin de mettre en avant le lien entre le nombre de charge et la qualité de la soudure.

Le capteur doit au final être composé d'une cavité totalement hermétique. Il était alors nécessaire de mettre en place un protocole qui permet de tester l'herméticité des composants après la soudure.

Enfin une tâche importante a été de mettre en forme les résultats obtenus pour donner aux responsables du projet une vision claire et précise des paramètres à utiliser pour les tests à venir.

Wafer bonder AML & Wafer bonder SUSS

1) La soudure anodique

a) Principe de fonctionnement

Mentionné pour la première fois par Wallis et Pomerantz en 1969 la soudure anodique est aujourd'hui une technique très utilisée dans la fabrication de micros composants électromécanique. Cette technique comprend l'utilisation d'un wafer de verre et d'un wafer de silicium que nous pouvons transformer de plusieurs manières. En effet pour le sujet de mon stage, le principe est de créer une cavité à l'intérieur du wafer de silicium afin d'y inclure les éléments sensibles du capteur, puis de venir sceller le tout avec du verre. L'avantage principal est de créer un micro composant avec des qualités de résistance mécanique remarquables tout en l'isolant hermétiquement, de façon à le protéger de l'humidité ou des contaminations. Nous retrouvons également la soudure anodique dans la micro fluidique. Le principe étant similaire, il faut graver le silicium pour créer des canaux puis venir sceller par soudure avec un wafer de verre.

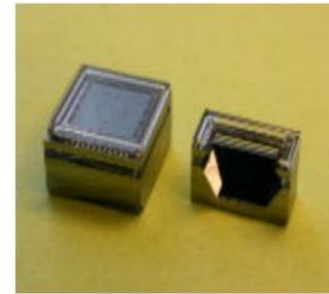


Figure 3 – Wafer avec cavité

La soudure anodique respecte toujours les étapes suivantes :

- Mise en contact des substrats après nettoyage
- Chauffage des substrats
- Soudure par application d'un champ électrique entraînant le transfert d'ions
- Refroidissement de la pile de wafer

De ce fait les paramètres variables sur lesquels nous pouvons agir sont : la tension, la pression entre les deux wafers et la température de chauffe.

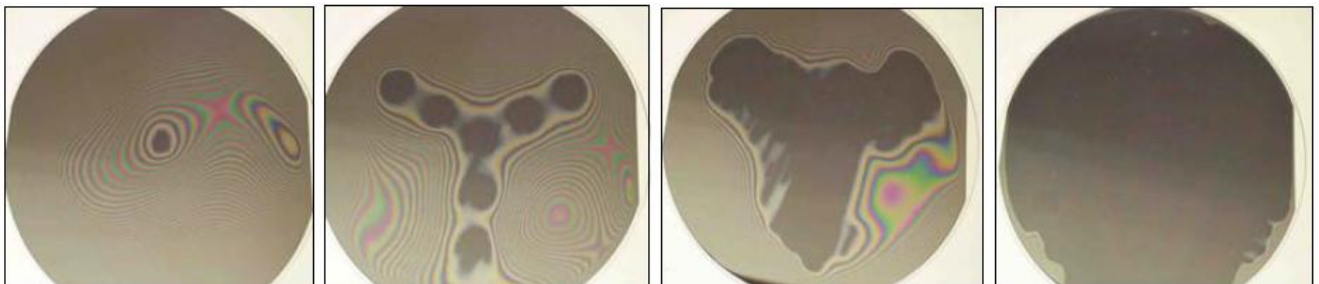


Figure 4 – Exemple de soudure « SUSS »

Tout au long du processus la soudure se fait sur la totalité du disque. Les taches représentent les zones soudées.

i) Soudure simple stack

La soudure anodique simple stack est une technique qui permet de sceller de façon définitive un substrat de verre borosilicate dopé en sodium avec un substrat en silicium. Cette méthode est la plus utilisée et elle est aussi la moins coûteuse.

Sous l'effet d'une différence de potentiel, les cations migrent vers la surface du verre ce qui crée une zone de déplétion avec un fort champ électrique à l'interface. Sous l'action de ce champ les wafers sont intimement en contact. La soudure est effectuée à haute température avoisinant les 400°C. Ces paramètres permettent aux anions du silicium de migrer à l'interface et de créer un lien chimique permanent. C'est cet aspect permanent qui nous intéresse dans ce projet puisque il faudra que la soudure reste intacte dans le temps

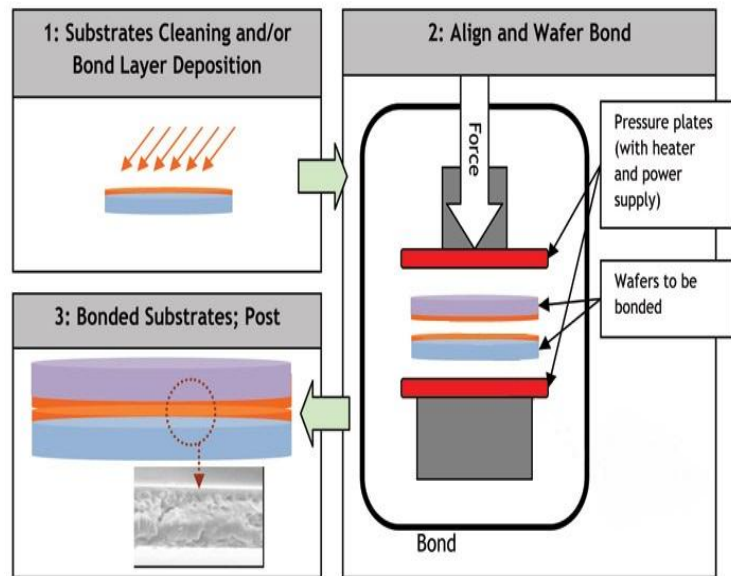


Figure 5 – Fonctionnement d'un wafer bonder pour effectuer une soudure anodique

ii) Soudure triple stack

La soudure anodique triple stack est une technique reprenant les principes de fonctionnement de la soudure simple. Le but étant d'encapsuler un wafer de verre entre deux wafers de silicium ou inversement. On l'utilise afin de renforcer mécaniquement l'enceinte contenant le capteur ou pour l'isoler électriquement à l'aide du verre.

Pour faire une soudure triple stack on commence d'abord par une soudure simple. On rajoute ensuite un wafer au-dessus ou en dessous et on répète le processus de soudure en prenant garde de générer le champ électrique dans le bon sens. L'inconvénient de cette technique est de créer une fragilité au niveau de la première soudure puisque le champ électrique va pousser les ions sodiums à aller dans l'autre sens.

b) Wafer bonder SUSS

La wafer bonder SB6 « SUSS » est une machine fabriquée par l'entreprise SUSS Microtech. Le groupe est un fournisseur leader d'équipements et de solutions de procédés pour des applications de micro structuration. En effet leurs machines sont présentes en photolithographie, en soudure anodique, en fabrication de photomask et en micro optique.

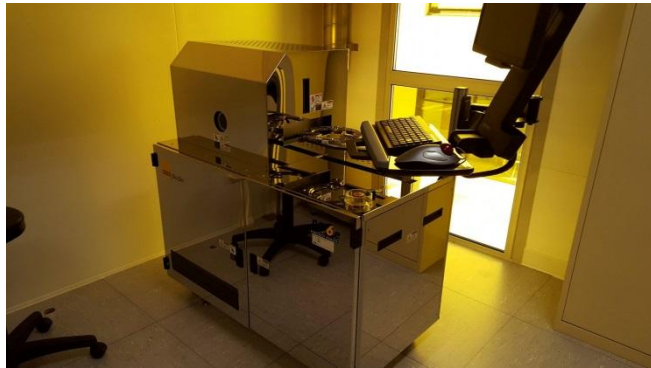


Figure 6 – Wafer bonder SUSS

Le SB6 de chez « SUSS » est l'une des deux machines disponible dans la salle blanche du LAAS, permettant de faire de la soudure anodique. Ayant utilisé cette machine lors des premiers tests de soudures, j'ai remarqué que son point fort est la programmation des processus. En effet le processus de soudure peut être long à cause de la basse pression nécessaire ainsi que de la température qu'il faut faire augmenter progressivement. La « SUSS » gère automatiquement ces paramètres ce qui lui confère une capacité de débit élevé.

Cette machine peut servir pour faire de la soudure simple ou triple stack mais elle ne fonctionne qu'avec des wafers entiers de 4 à 8 pouces. C'est pour cette raison que je n'ai fait que quatre soudures avant de changer de machine. En effet j'ai par la suite continué mes tests sur des quarts de wafers ce qui a permis de diminuer le cout.

La « SUSS » a aussi la capacité d'effectuer de la soudure par fusion. Cette technique est grandement utilisée par les techniciens et ingénieurs du LAAS. Le principe de la soudure par fusion consiste à appliquer une pression à très haute température entre deux wafers polis ce qui permet de les lier.



Figure 7 – Cuve de soudure avec chargement latéral du wafer

c) Wafer bonder AML

Le wafer bonder AML est l'autre machine disponible en salle blanche et permettant de faire de la soudure anodique. La société Applied Microengineering Ltd (AML) est une société privée indépendante créée en 1992 qui s'est spécialisée dans la fabrication de matériel lié à la soudure anodique. Disposant des mêmes possibilités de soudure que la « SUSS », la AML se démarque par la capacité à aligner les wafers directement avant la soudure. En effet pour effectuer la soudure il faut mettre en contact les deux wafers. Cette machine permet à l'aide d'un système de maintien des wafers, de régler leur positionnement.



Figure 8 – Wafer bonder AML

Cette machine dispose d'une option nécessaire à la réalisation de mon projet que la « SUSS » ne dispose pas. L'utilisation en mode manuel de cette machine nous permet de souder des morceaux de wafer. Mon projet nécessitant une soudure pour chaque test, le fait de pouvoir découper les wafer en quatre évite le gaspillage.

Un aspect avantageux et nécessaire pour la réalisation de mon stage, réside aussi dans l'option d'utilisation manuelle de cette machine. Lors d'une soudure nous contrôlons toutes les variables tels que la pression, la température, la force appliquée sur les wafers, la tension et le courant appliquée.

Tout au long du processus de soudure, la machine enregistre les informations provenant des différents capteurs dans un fichier data (annexe 2). La valeur importante pour caractériser les soudures est le nombre de charges transmises. La machine ne donnant pas directement cette information, j'ai dû intégrer la courbe d'intensité

pour



Figure 11 – Cuve de soudure

2) Le nettoyage

Le nettoyage est une étape importante à réaliser avant la soudure anodique. En effet, travaillant à l'échelle du micromètre, un grain de poussière peut influencer la qualité du scellement. Le but étant d'avoir le meilleur contact entre les deux plaques pour que les charges migrent correctement. Si une poussière reste entre les deux plaques il y a une zone non soudé sur le wafer.

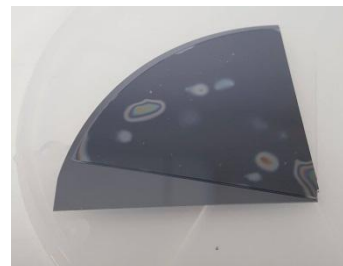


Figure 12 – Soudure avec mauvais nettoyage

Les nettoyages effectués étaient de type chimique. J'avais à ma disposition six bacs de nettoyages contenant :

- Piranha, 1L d'eau oxygénée + 1L d'acide sulfurique
- HF, acide fluorhydrique à 50%
- SC1, 1.6L d'eau déionisée + 320mL d'eau oxygénée + 80mL d'ammoniaque
- SC2, 2080mL d'eau déionisée + 720mL eau oxygénée + 280mL d'acide chlorhydrique
- QDR, rinçage eau déionisée
- Méga-son, nettoyage aux ondes soniques

Voici le schéma de ce que préconisent les constructeurs des machines de soudures anodique pour un nettoyage optimal. Les étapes de traitement au HF concernent uniquement le Silicium. En effet une des caractéristiques du HF est de graver le verre. Il n'est donc pas judicieux de le faire intervenir dans le nettoyage de cette matière. Le nettoyage étant l'étape précédent la soudure, le contact consiste à placer le wafer de verre sur celui de silicium.

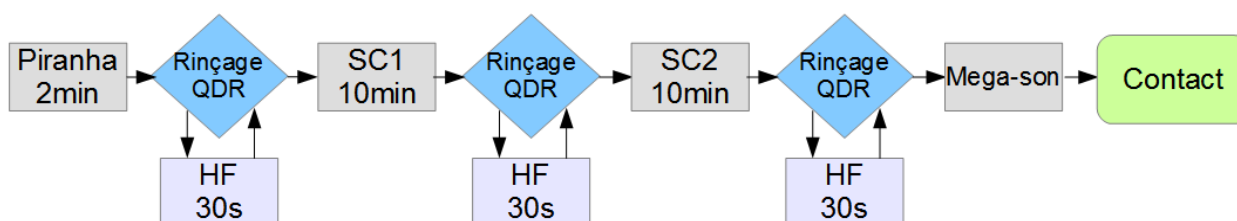


Figure 13 – Etapes de nettoyage

Le principal problème de ce nettoyage est la durée. En effet il faut compter 1h de nettoyage avant chaque soudure. Une partie de mon projet a été de diviser ce protocole de nettoyage en plusieurs étapes afin de savoir si un protocole moins long pouvait apporter les mêmes résultats.

Méthodes de caractérisation des soudures

1) Machine de shear test Xyztec Condor Sigma

Le laboratoire dispose d'une machine acquise récemment qui sert à tester les liaisons entre les matériaux. Avec 6 outils montés en permanences cette machine permet de faire des tests d'arrachements, de cisaillement (shear) ou de compression. Avec la résolution la plus élevée au monde de 24 bits l'appareil permet de mesurer avec fiabilité des forces pouvant aller de 1gf à 200Kgf. Cette équipement est très intuitif et permet un traitement des données rapide à l'aide de statistiques réalisé automatiquement par le logiciel.



Figure 14 – Machine de shear et pull tests Xyztec Condor Sigma

Dans le cadre de mon stage j'ai été amené à utiliser la machine afin de tester la qualité des soudures anodiques. J'ai dans un premier temps appris à utiliser l'appareil à l'aide de la notice fournit par le constructeur et qui est en anglais. Une fois la prise en main terminée, j'ai pu rédiger avec l'aide d'un collègue, une notice général d'utilisation en français.

J'ai ensuite réalisé des tests d'arrachements sur du « wire bonding » afin de mieux observer la précision des mesures. En effet un test de cisaillement sur une soudure anodique atteint des forces de l'ordre de 150Kgf alors que pour du pull test on dépasse rarement les 15gf.

Afin de pouvoir faire les tests de cisaillement nous avons découpé les quarts de wafers en pièces de 5mm par 5mm. Le laboratoire disposait d'une pièce usinée avec un rebord de 350 microns de haut qui servait de support pour pouvoir faire des tests. Cependant les tests précédemment effectués ne mettaient pas en œuvre des forces aussi importantes. La pièce s'est donc vite détériorer et nous avons dû chercher un moyen de la remplacer. Il a donc fallu fabriquer un nouveau support.

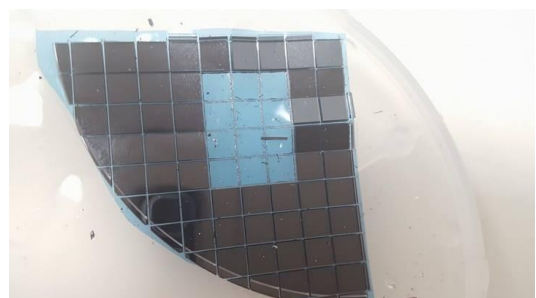


Figure 15 – Wafer découpé en puces de 5x5 mm

Caractériser les soudures par shear tests est une méthode simple et qui amène des résultats cohérents. Cependant j'ai observé une valeur limite liée à la résistance des matériaux utilisés. En effet lorsque la force est proche de 170Kgf les wafers explosent en poussière ce qui empêche la caractérisation de la liaison. C'est dans l'optique d'améliorer ce test, que j'ai ensuite essayé de mettre en place un protocole visant à arracher les 2 plaques par traction.

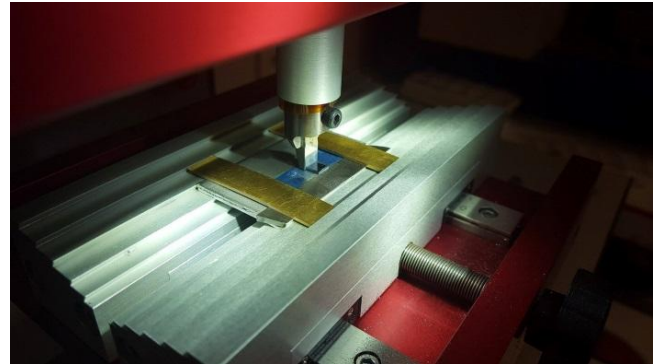


Figure 16 – banc de test pour la résistance mécanique des soudures (cisaillement)

Il est important de comprendre l'unité utilisé par la machine. En effet les résultats sont exprimés en Kgf. Cette unité doit être ramenée à une surface. Ici on teste des puces de 25mm² l'unité sera donc $\frac{x}{25}$ Kgf/mm². Afin que les résultats soient facilement exploitables j'ai converti cette unité en Megapascal pour montrer les résultats à l'équipe. 1kgf/mm²=9.80665 MPa.

2) Tests d'arrachement

Pour les tests d'arrachement nous utilisons la machine Xyztec Condor Sigma comme pour les tests de cisaillement. Nous avons avec l'aide de mon maître de stage, défini les colles à utiliser. Nous avons choisi d'effectuer ce test sur cinq échantillons. Trois d'entre eux sont collés à l'aide d'une colle Epoxy (annexe 9) et deux sont collés avec de la Loctyte. J'ai dans un premier temps appliqué de la colle entre la partie Silicium de l'échantillon et une plaque qui sera ensuite placée dans l'étau de la machine. J'ai ensuite fixé un boulon sur la partie en verre de l'échantillon avec la même colle. Étant donné les forces mises en jeu les tests n'apportent aucun résultat. En effet la colle Epoxy ne tient pas sur le verre et la colle Loctyte casse après une force de 2gf. Nous savons grâce au shear test que les forces mises en jeu sont d'environ 100Kgf ce qui rend la résistance de la colle trop faible pour pouvoir rendre ce test faisable.



Figure 17 – banc de test pour la résistance mécanique des soudures (Arrachement)

3) Gravure à l'acide fluorhydrique

La gravure à l'acide fluorhydrique est une méthode connue depuis longtemps qui comprend une relation entre le nombre de charge à l'interface des deux plaques et le temps de gravure, qui est le temps où les plaques se décollent. En effet j'ai constaté grâce aux shear tests que la résistance mécanique d'une soudure est directement liée aux nombre de charges déplacé pendant le processus de soudure. Ainsi un temps de gravure nous permettrait de vérifier la qualité de la soudure et de quantifier ce nombre de charge..

J'ai dans un premier temps utilisé la thèse de Patrick Favaro intitulé « Soudure moléculaire silicium / verre développement de procédés applicables aux microsystemes » pour me renseigner. En effet il explique dans sa thèse que la vitesse de gravure est inversement proportionnelle au nombre de charges.

J'ai donc fais un premier test en plongeant les plaques dans de l'acide fluorhydrique à 5%. Après une attente de 15min il n'y avait aucun effet visible sur la soudure. Comme indiqué par Mr Favaro dans sa thèse il faudrait utiliser de l'HF à 50% de concentration. Après en avoir discuté avec le responsable du projet et avec mon maître stage, ils ont décidé d'abandonner ce test car il demande trop de temps et qu'il n'apporte aucune information par rapport au test de cisaillement.

4) Tests d'herméticités

Pour la fabrication du capteur, il est nécessaire de vérifier un autre aspect de la soudure anodique. En effet jusque-là nous vérifions l'aspect mécanique du scellement, mais le capteur étant un capteur de pression il est aussi nécessaire que la soudure soit hermétique. A conditions optimales nous savons qu'une soudure est hermétique. Il sera intéressant de voir si l'échantillon le reste avec d'autres processus de fabrication.

Il a fallu dans un premier temps percer le silicium afin de tester l'herméticité au niveau de la soudure. Les composants étant de petite taille il était nécessaire de créer une pièce pouvant s'adapter à l'appareil qui fait le vide. Cette machine peut faire le vide jusqu'à 10^{-9} Pa. La pièce est collée hermétiquement dessus, elle vient donc aspirer et faire le vide à l'interface de la soudure grâce au trou dans le silicium. Une fois cette pression atteinte, on vient souffler de l'hélium autour de la pièce. L'hélium sera détecté par un spectromètre à l'intérieur de la machine. La pièce adaptatrice impose d'utiliser des échantillons de 1cm^2 au minimum.



Figure 18 – Machine test d'herméticité et support de puces

Etude des paramètres influençant la qualité de la soudure

1) Etude de l'influence du nettoyage

Pour étudier l'influence du nettoyage sur la qualité des soudures, j'ai dans un premier temps proposé à mon maitre de stage un protocole permettant d'isoler chaque étape du nettoyage. (Annexe 3)

Les paramètres de soudure sont alors fixés. J'ai utilisé les paramètres de soudure optimaux conseillés par le constructeur : 400°C, 600V.

J'ai ensuite comparé la durée de la soudure, le nombre de charge et la résistance mécanique à l'aide de shear tests. Afin d'avoir des données statistiques cohérente, les tests de cisaillements ont été fait sur 10 échantillons pour chaque soudures

Méthode	T (°C)	Tension (V)	t (s)	Intensité (mA)	charge (mC)	Peak force (Mpa)	Min force (Mpa)	Max force (Mpa)	Nbr de mesures (fail)
Piranha	400	600	165	7,3	298	59,34	47,3504	69,3997	10 (0)
SC1	400	600	151	5,1	294	60,83	50,6886	69,3095	10 (0)
SC1; M	400	600	151	7,7	338	65,63	59,7578	69,3566	10 (0)
SC1; SC2; M	400	600	142	9,3	305	56,35	42,5452	65,9674	10 (0)

Figure 19 – Tableau récapitulatif des tests sur l'efficacité du nettoyage

On remarque qu'à première vue le nettoyage n'influe pas sur la qualité de la soudure quand il est soigneux. Les wafers que j'ai utilisés étant vierges mes résultats ne sont peut-être pas très parlants. En effet lorsque les cavités seront faites les wafers auront subi un traitement avant leur nettoyage et les résultats ne seront pas les mêmes. On constate que le nombre de charge est toujours proportionnel à la résistance mécanique. On remarque tout de même que le nombre de charge augmente légèrement lorsqu'on utilise le Megason. Cela peut venir d'un meilleur contact dû à une meilleure finition du nettoyage à l'aide du Megason.

Après avoir exposé mes résultats au responsable du projet, il a décidé d'éliminer le nettoyage comprenant le bac SC2 puisque le capteur comprendra une partie métallique que l'acide chlorhydrique attaquerait.

2) Etude de l'influence de la température

Afin d'étudier l'influence de la température sur la qualité de la soudure, mon maitre de stage a choisi d'effectuer des tests à quatre températures différentes : 200°C, 250°C, 350°C et 400°C. N'ayant pas encore traité les données provenant des nettoyages à ce moment-là, j'ai choisi de faire le nettoyage conseillé par les fabricants afin qu'il n'intervienne pas dans le test. Les soudures ont été faites à 600V qui est la tension conseillée pour une soudure à 370°C.

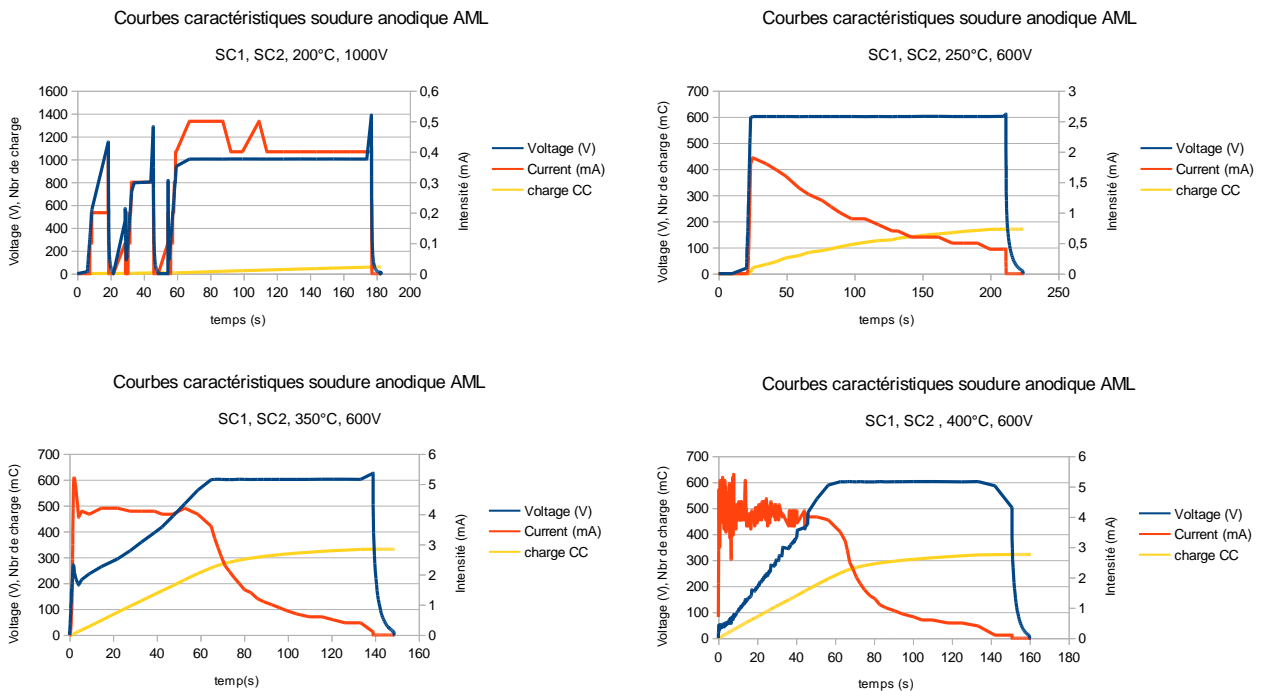


Figure 20 – Courbes caractéristiques d’une soudure anodique (annexe 5) avec la machine AML

Lors des soudures à 400°C et à 350°C on observe un comportement normal de soudure avec un nombre de charge final supérieur à 300mC. Ces résultats semblent cohérents puisque ces paramètres sont de paramètres standards de soudure. La soudure à 250°C est correcte malgré un nombre de charge moitié moins importants. On pourra s’attendre à ce que la soudure à 200°C ne résiste pas au shear test étant donnée le faible nombre de charge.

T (°C)	Tension (V)	t (s)	Intensité (mA)	charge (mC)	Peak force (Mpa)	Min force (Mpa)	Max force (Mpa)	Nbr de mesures (fail)
400	600	160	5,4	321,9	40,11	28,506	57,314	10 (0)
350	600	149	5,2	331,02	51,98	40,6309	61,2602	10 (0)
250	600	224	1,9	170,01	28,54	17,0243	42,7609	10 (0)
200	1000	183	0,5	57,17	17,85	8,9868	40,9251	10 (3)

Figure 21 – Tableau récapitulatif des tests sur la variation de température

On remarque grâce aux shear tests que le nombre de charge semble lié à la résistance mécanique des soudures. Un résultat intéressant que nous apportent les shear tests est l’hétérogénéité des charges sur le wafer. En effet pour la soudure à 200°C on remarque une grande différence entre la force minimum et maximum.

On peut donc conclure partiellement que la température à une grande importance dans le processus de soudure. Nous savons grâce à la documentation théorique que lorsque la température n’est pas assez élevée les ions migrent moins bien puisque la quantité d’énergie apportée n’est pas assez importante. La couche d’oxyde qui fait la liaison est alors moins épaisse et la soudure est plus fragile. Il sera donc impossible de descendre en dessous de 250°C pour encapsuler le capteur.

3) Etude de l'influence de la tension

Après une réunion avec les personnes travaillant sur le projet, il était convenu d'utiliser des wafers Silicium haute résistivité (HR) afin que le capteur puisse fonctionner. N'ayant aucune idée de la réaction de ce matériau lors d'une soudure j'ai effectué des tests afin de comparer le Silicium dopé au Bohr (wafer basique) et le Silicium haute résistivité (HR). Un wafer est considéré comme haut résistif si sa résistance n'est pas inférieure à 5000 Ω .cm

Durant la réunion, le responsable du projet a choisi de fixer une gamme de température. En effet en plus des résultats que j'avais apporté sur l'influence de la température sur une soudure, une autre personne a en parallèle étudié la résistance thermique des matériaux utilisés. Nous savons donc qu'effectuer une soudure à 350°C ne pose aucun problème mais que 400°C est proche de la limite thermique amenant la dégradation des matériaux.

Mon maître de stage a choisi d'effectuer quatre tests avec pour paramètres de tension 600V ou 1000V et pour température 350°C ou 400°C. En effet ne connaissant pas la réaction d'une soudure avec des wafers HR, ces tests permettront de comparer la résistance mécanique des soudures faites à 350°C ou à 400°C. Nous savons aussi qu'une tension trop élevée risque de faire chauffer le matériau utilisé et ainsi le détériorer. Nous espérons alors que le scellement à 350°C et 600V posséderait des caractéristiques correctes.

Wafers	Méthode	T (°C)	Tension (V)	t (s)	Intensité (mA)	charge (mC)	Peak force (Mpa)	Min force (Mpa)	Max force (Mpa)	Nbr de mesures (fail)
SIHR/Verre	SC1;M	350	600	136,8	5,6	334	44,1	30,93	59,91	10 (0)
SIHR/Verre	SC1;M	400	600	151	5,6	340	35,99	25,75	48,16	10 (0)
SIHR/Verre	SC1;M	350	1000	189	5,2	463	46,51	34,35	60,06	10 (0)
SIHR/Verre	SC1;M	400	1000	200	9,9	523	57,32	44,74	67,9	10 (0)

Figure 22 – Tableau récapitulatif des tests sur la variation de tension

La soudure à 400°C, 600V n'était pas réussie. En effet lors de la soudure les deux plaques se sont désalignées avant d'appliquer la force entre les deux plateaux.

On remarque une différence importante entre la théorie et la pratique. En effet lorsque l'on applique une plus haute tension lors de la soudure une zone de déplétion se crée à l'interface ce qui augmente la résistance électrique entre les deux plaques et ainsi diminue le nombre de charge transférée. Or en réalité la tension appliquée n'est pas directe. La machine ayant une limite de puissance la tension est augmentée progressivement et suit une courbe linéaire. Ceci entraîne un nombre de charge plus élevé et donc une meilleure résistance mécanique.

On constate aussi que la soudure avec les paramètres 350°C, 600V apporte une résistance mécanique élevée. En comparant les résultats entre la soudure avec un wafer de silicium basique et un wafer HR nous n'observons pas de différence majeure.

4) Résultats

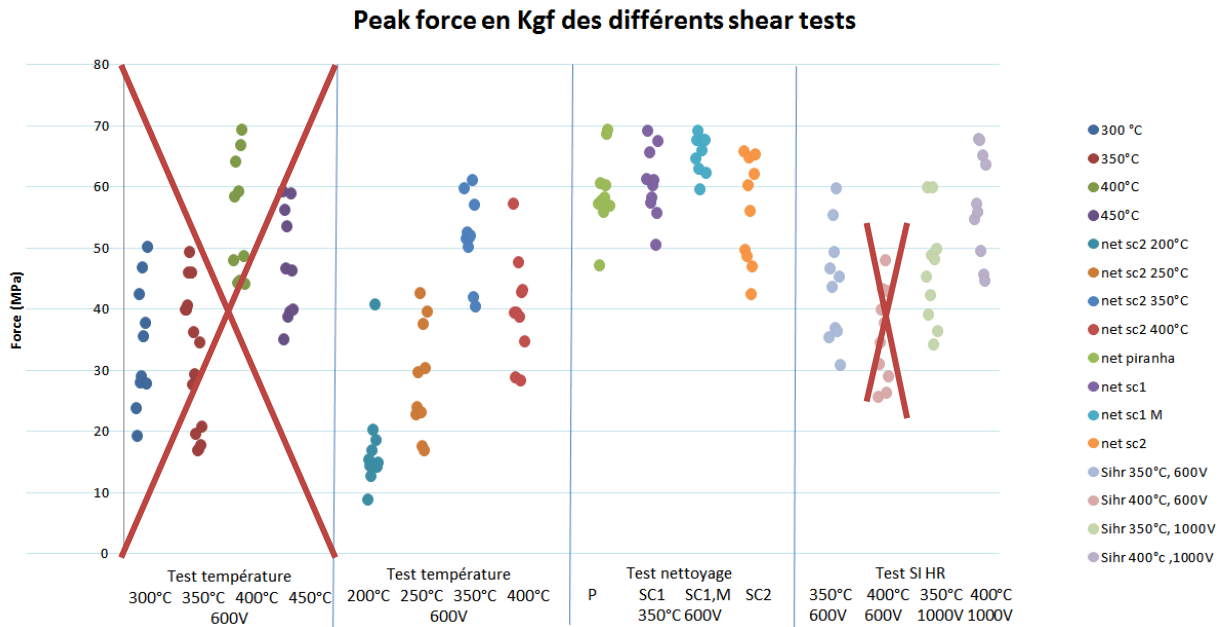


Figure 23 – Graphique synthèse des résultats de shear tests

Le tableau de la figure 23 regroupe la totalité de mes résultats de shear tests. La première concernant les premières soudures n'est pas représentative puisqu'il y a eu des problèmes pendant le scellement. Dans la deuxième partie du tableau on constate la faible résistance mécanique des échantillons pour la soudure à 200°C. Le point situé autour des 100Kgf montre que la soudure n'était pas homogène. On constate que les soudures faites à 350°C et à 400°C possède une moyenne plus élevée malgré une grande dispersion.

Dans la troisième partie du tableau qui traite les tests sur les différents nettoyages on constate que terminer par le nettoyage SC2 n'apporte aucune amélioration à la qualité de la soudure. On constate pour les 3 premiers que plus le nettoyage devient complexe plus la résistance mécanique de la soudure est homogène sur le wafer. Le nettoyage optimal semble donc être celui terminant par le bac SC1 et le Megason.

Dans la quatrième partie du tableau on constate que la tension importe peu sur la qualité de la soudure. On peut en déduire qu'il y a une limite dans ces résultats. En effet le nombre de charge étant plus grand pour 1000V la résistance mécanique devrait être meilleur. On remarque grâce au document référence que ma fournit mon maître de stage qu'on atteint la résistance limite des matériaux ce qui explique qu'on ne constate pas d'écart entre 600V et 1000v. La soudure est donc plus résistante que le matériau lui-même. (Annexe 8)

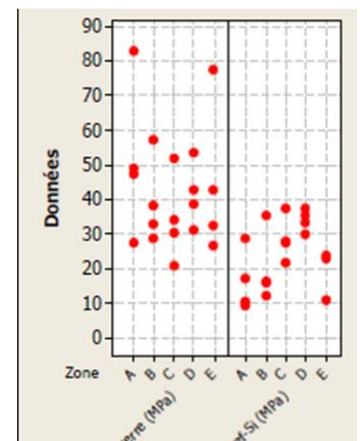


Figure 24 – référence Si/verre

Conclusion

Le but de mon stage était d'étudier la qualité de soudures anodiques en faisant varier les paramètres de fabrication. J'ai ainsi pu transmettre mes résultats à l'équipe chargée de fabriquer un capteur de radiation en utilisant cette technologie.

J'avais pour tâche de réaliser des abaques qui serviront au chef du projet afin qu'il choisisse les paramètres optimaux pour fabriquer ce capteur. J'ai dans un premier temps mis en place un banc de mesures afin d'étudier les résistances mécaniques des échantillons. J'ai commencé par caractériser la résistance mécanique des soudures faites en condition optimale. Ces données m'ont permises par la suite d'avoir une échelle de comparaison.

J'ai ensuite identifié les paramètres sur lesquels nous pouvions agir pendant la soudure anodique. Une fois ces paramètres identifiés j'ai fait plusieurs tests en variant les méthodes de fabrications. Pour une majeure partie des tests nous atteignons des forces élevées qui correspondent à la résistance des matériaux. Il est donc difficile de caractériser efficacement les soudures mais nous pouvons observer une tendance.

Une fois les paramètres optimaux défini, le chef du projet a décidé de faire des tests en conditions réelle. En effet le capteur sera à l'intérieur d'un wafer de silicium haute résistivité. J'ai donc étudié le comportement mécanique de ce matériau en utilisant les conditions optimales trouvées au préalable.

En parallèle, j'ai essayé de mettre en place d'autres méthodes qui permettraient de qualifier la qualité des soudures. J'ai donc analysé les limites des tests de shear afin de trouver des tests permettant de mieux qualifier une soudure.

Le banc d'essai pour le test d'herméticité est fait, il faudra donc faire des tests avec. Afin de se rapprocher des conditions réelle il sera ensuite nécessaire de refaire ces tests avec la cavité dans le silicium qui accueillera ensuite les éléments du capteur.

Bibliographie

- **Site public du CNRS : disponible à l'adresse**
<http://www.cnrs.fr/>
- **Intranet LAAS : Disponible à l'adresse**
<https://www.laas.fr/intranet/>
- **Thèse de Mr Patrick Favaro :**
Soudure moléculaire silicium/verre développement de procédés applicables aux microsystemes
- **Site public société SUSS Microtech : disponible à l'adresse**
<https://www.suss.com/en/products-solutions/wafer-bonder/sb6-sb8-gen2>
- **Site public société AML : disponible à l'adresse**
<http://www.aml.co.uk/index.php/machines2/>

Annexe

Annexe 1 : Déroulement du projet

Travaux sur soudure anodique

- Equipement soudure utilisé
 - SUSS
 - Permet de programmer cycles de dégazage du PE avant soudure
 - Uniquement plaques entières
 - Alignement Si / Verre ?
 - AML
 - Possibilité de mettre des morceaux de plaque mais sans alignement
 - Triple stack possible avec outil spécial (polarisation directe Si/verre)

- Type de caractérisations possibles
 - Quantification Force / Contrainte rupture (interface Si/Verre) : « F_{rupture} »
 - Shear tests : Possibilité caractériser triple stack (Attention compatibilité outil disponible)
 - Pull test : Attention influence colle
 - Quantification chimique de l'interface Si/Verre : « V_{HF} »
 - Gravure à l'HF : vitesse de gravure dépend qualité soudure
 - Qualification herméticité par fuites He : « He »
 - Soit par banc de test Auxitrol, soit en développant un banc en interne
 - Réalisation trou ($\Phi \cong 1\text{mm}$) dans Si ou verre après soudure (sur puces avec soudure pleine plaque) avec sableuse
 - Qualification herméticité dans bâtis utilisés pour quantifier dégazage polymère ? : « $P_{\text{cavité}}$ »
 - Soudure verre avec (Si + cavité) : Pas pour soudure pleine plaque
 - Mettre dans cavité une pression contrôlée de N₂ (He possible ?)
 - Pression dans cavité suffisante pour pouvoir détecter les gaz qui sortiraient de la cavité si fuites au niveau de l'interface mais pression assez faible pour ne pas trop modifier conditions de soudure.
 - Avant test dégazage, faire désorber l'ensemble (puce, bâtis)
 - $T^\circ = 100^\circ\text{C}$? (T° pas trop élevée pour ne pas modifier la puce)
 - Vide dans enceinte moins important que celui dans la cavité pour ne pas vider la cavité avant le test si cavité non hermétique

- Echantillons
 - Taille échantillons : 5mm x 5mm ?
 - Force arrachement pas trop grande pour pouvoir la caractériser facilement
 - Compatibilité mesures fuites He Auxitrol ?
 - Nombre échantillons

Prévoir 10 échantillons pour chaque type de mesure (statistiques)

Annexe 2 : Fichier data du wafer bondé AML

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L
1	Data log for sample anodique Si hr 400c 1000v started on 17/05/2017 at 14:34:38, machine ID: standard machine											
2												
3												
4												
5	Mode: manual											
6												
7	Date	Time	Time since start(s)	Pressure (mbar)	Pressure control gauge (mbar)	Upper T (deg C)	Lower T (deg C)	Voltage (V)	Current (mA)	Platen force (N)	Wafer separation (mm)	Pump current (A)
8	17/05/2017	14:34:38	0	1,18E+002	-1,38E+000	161	181	0	0	208	3,69	0
9	17/05/2017	14:34:47	8,7	1,19E+002	-1,38E+000	160	180	0	0	234	3,69	0
10	17/05/2017	14:34:47	8,7	1,18E+002	-1,38E+000	160	180	0	0	202	3,69	0
11	17/05/2017	14:34:47	9,1	1,18E+002	-1,38E+000	160	180	0	0	225	3,69	0
12	17/05/2017	14:34:47	9,3	1,19E+002	-1,38E+000	160	180	0	0	195	3,69	0
13	17/05/2017	14:34:48	9,3	1,19E+002	-1,38E+000	160	180	0	0	221	3,69	0
14	17/05/2017	14:34:58	19,4	1,20E+002	-1,38E+000	159	179	0	0	208	3,7	0
15	17/05/2017	14:35:08	29,4	1,22E+002	-1,38E+000	162	178	0	0	208	3,7	0
16	17/05/2017	14:35:18	39,4	1,22E+002	-1,38E+000	163	178	0	0	213	3,7	0
17	17/05/2017	14:35:18	40,1	1,22E+002	-1,38E+000	163	178	0	0	213	3,7	0,04
18	17/05/2017	14:35:19	41,2	1,22E+002	-1,38E+000	163	178	0	0	214	3,7	0,11
19	17/05/2017	14:35:21	42,3	1,22E+002	-1,38E+000	163	178	0	0	214	3,7	0,17
20	17/05/2017	14:35:22	43,5	1,22E+002	-1,38E+000	163	178	0	0	214	3,7	0,25
21	17/05/2017	14:35:23	44,6	1,22E+002	-1,38E+000	163	178	0	0	214	3,7	0,35
22	17/05/2017	14:35:24	45,7	1,22E+002	-1,38E+000	163	178	0	0	215	3,7	0,46
23	17/05/2017	14:35:25	46,8	1,22E+002	-1,38E+000	163	178	0	0	215	3,7	0,6
24	17/05/2017	14:35:26	48	1,23E+002	-1,38E+000	163	178	0	0	214	3,7	0,76
25	17/05/2017	14:35:27	49	1,23E+002	-1,38E+000	163	178	0	0	213	3,7	1,41
26	17/05/2017	14:35:28	50,1	1,23E+002	-1,38E+000	163	178	0	0	213	3,7	0,95
27	17/05/2017	14:35:34	55,7	1,23E+002	-1,38E+000	163	177	0	0	214	3,7	1,06
28	17/05/2017	14:35:42	63,4	1,26E+002	-1,38E+000	163	177	0	0	218	3,68	1,18
29	17/05/2017	14:35:42	63,6	1,25E+002	-1,38E+000	163	177	0	0	174	3,68	1,18
30	17/05/2017	14:35:42	63,6	1,29E+002	-1,38E+000	163	177	0	0	108	3,68	1,18
31	17/05/2017	14:35:42	63,7	1,27E+002	-1,38E+000	163	177	0	0	46	3,68	1,18
32	17/05/2017	14:35:42	63,8	1,26E+002	-1,38E+000	163	177	0	0	29	3,68	1,18
33	17/05/2017	14:35:42	63,9	1,27E+002	-1,38E+000	163	177	0	0	20	3,68	1,18
34	17/05/2017	14:35:42	63,9	1,27E+002	-1,38E+000	163	177	0	0	5	3,68	1,18
35	17/05/2017	14:35:42	64	1,25E+002	-1,38E+000	163	177	0	0	2	3,68	1,18
36	17/05/2017	14:35:42	64,1	1,25E+002	-1,38E+000	163	177	0	0	4	3,68	1,18
37	17/05/2017	14:35:42	64,2	1,26E+002	-1,38E+000	163	177	0	0	7	3,67	1,18
38	17/05/2017	14:35:43	64,3	1,25E+002	-1,38E+000	163	177	0	0	14	3,67	1,18
39	17/05/2017	14:35:43	64,4	1,26E+002	-1,38E+000	163	177	0	0	4	3,67	1,18
40	17/05/2017	14:35:43	64,5	1,25E+002	-1,38E+000	163	177	0	0	-1	3,67	1,18
41	17/05/2017	14:35:43	64,5	1,26E+002	-1,38E+000	163	177	0	0	0	3,67	1,18
42	17/05/2017	14:35:43	64,6	1,26E+002	-1,38E+000	163	177	0	0	7	3,67	1,19
43	17/05/2017	14:35:43	64,7	1,27E+002	-1,38E+000	163	177	0	0	4	3,61	1,19
44	17/05/2017	14:35:43	64,8	1,26E+002	-1,38E+000	163	177	0	0	6	3,61	1,19
45	17/05/2017	14:35:43	64,8	1,26E+002	-1,38E+000	163	177	0	0	1	3,61	1,19

Annexe 3 : Protocole pour étudier l'influence du nettoyage

¼ de wafer Verre : Piranha → QDR

Silicium : Piranha → QDR → HF → QDR

¼ de wafer Verre : Piranha → QDR → SC1 → QDR

Silicium : Piranha → QDR → HF → QDR → SC1 → QDR → HF

¼ de wafer Verre : Piranha → QDR → SC1 → QDR → Megason

Silicium : Piranha → QDR → HF → QDR → SC1 → QDR → HF → Megason

¼ de wafer Verre : Piranha → QDR → SC1 → QDR → SC2 → QDR → Megason

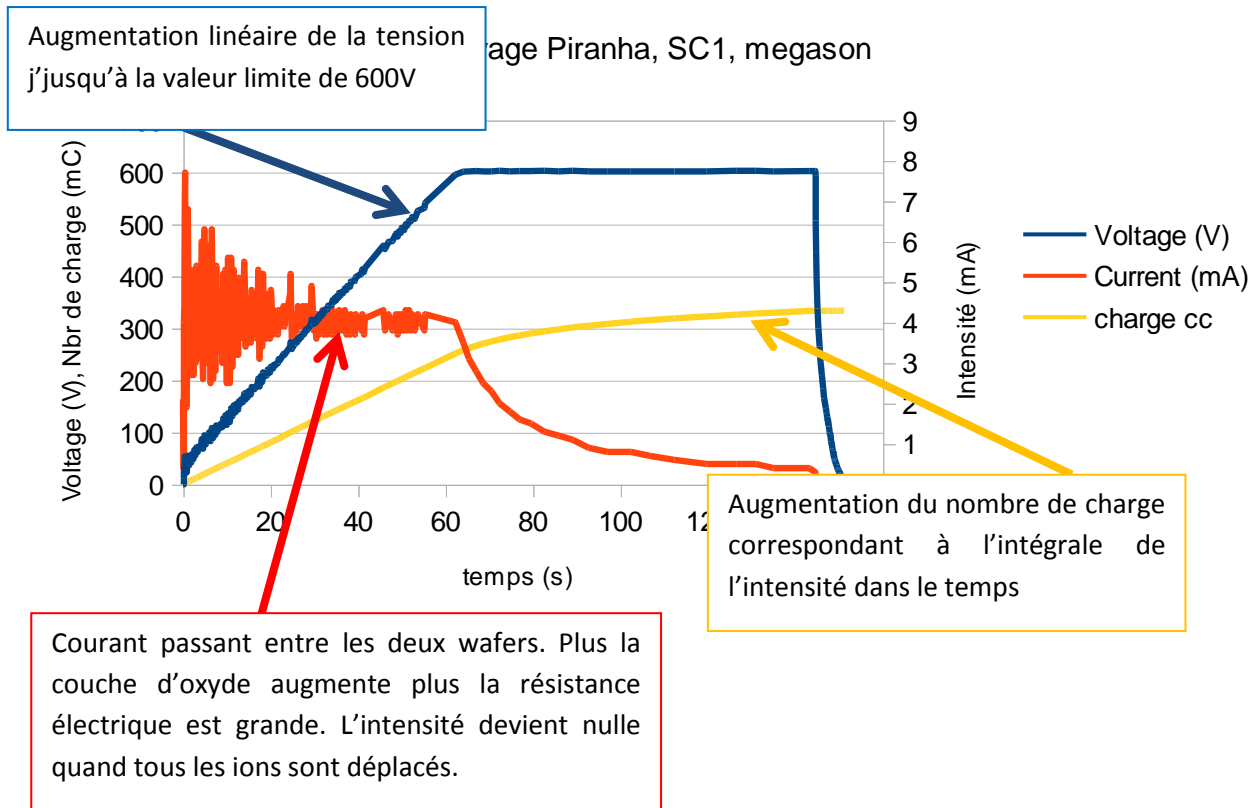
Silicium : Piranha → QDR → HF → QDR → SC1 → QDR → HF → QDR → SC2 → QDR → HF → Megason

Annexe 4 : Tableau récapitulatif des résultats

	Wafers	Méthode	T (°C)	Tension (V)	t (s)	Intensité (mA)	charge (mC)	Peak force (Mpa)	Min force (Mpa)	Max force (Mpa)	Nbr de mesures (fail)
AML	Si/Verre	Piranha, HF, SC1	300	600	148,3	4	257,52	34,22	28,3216	43,3964	10 (0)
	Si/Verre		350	600			1854,8	32,23	17,0871	49,4647	15 (0)
	Si/Verre		400	600	162	4,8	342,33	54,92	44,2868	69,4938	10 (0)
	Si/Verre		450	600	149,1	5,6	329,94	47,56	35,1784	59,3812	10 (0)
	Si/Verre	Piranha, HF, SC1, SC2	400	600	159,6	5,4	321,9	40,11	28,506	57,314	10 (0)
	Si/Verre		350	600	148,7	5,2	331,02	51,98	40,6309	61,2602	10 (0)
	Si/Verre		250	600	224,3	1,9	170,01	28,54	17,0243	42,7609	10 (0)
	Si/Verre		200	1000	182,6	0,5	57,17	17,85	8,9868	40,9251	10 (3)
	Si/Verre	Piranha	400	600	165	7,3	298	59,34	47,3504	69,3997	10 (0)
	Si/Verre	SC1	400	600	151	5,1	294	60,83	50,6886	69,3095	10 (0)
	Si/Verre	SC1; M	400	600	151,2	7,7	338	65,63	59,7578	69,3566	10 (0)
	Si/Verre	SC1; SC2; M	400	600	142,1	9,3	305	56,35	42,5452	65,9674	10 (0)
	SIHR/Verre	SC1;M	350	600	136,8	5,6	334	44,1	30,93	59,91	10 (0)
	SIHR/Verre	SC1;M	400	600	151	5,6	340	35,99	25,75	48,16	10 (0)
	SIHR/Verre	SC1;M	350	1000	189	5,2	463	46,51	34,35	60,06	10 (0)
	SIHR/Verre	SC1;M	400	1000	200	9,9	523	57,32	44,74	67,9	10 (0)

Annexe 5 : Graphique caractéristique soudure anodique

Courbes caractéristiques soudure anodique AML

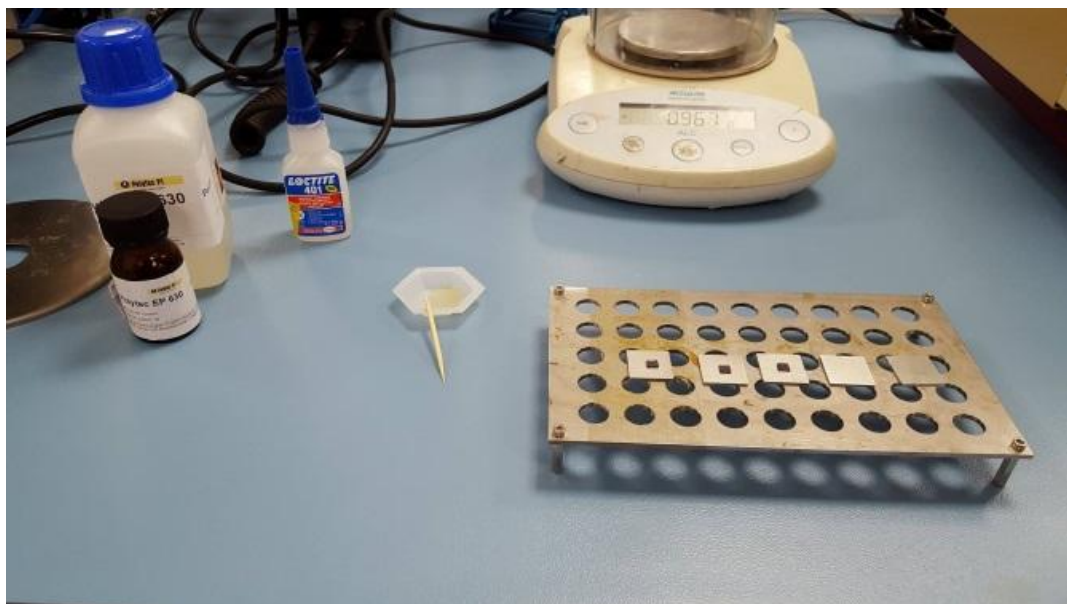


Annexe 6 : Notice d'utilisation Xyztec Condor Sigma

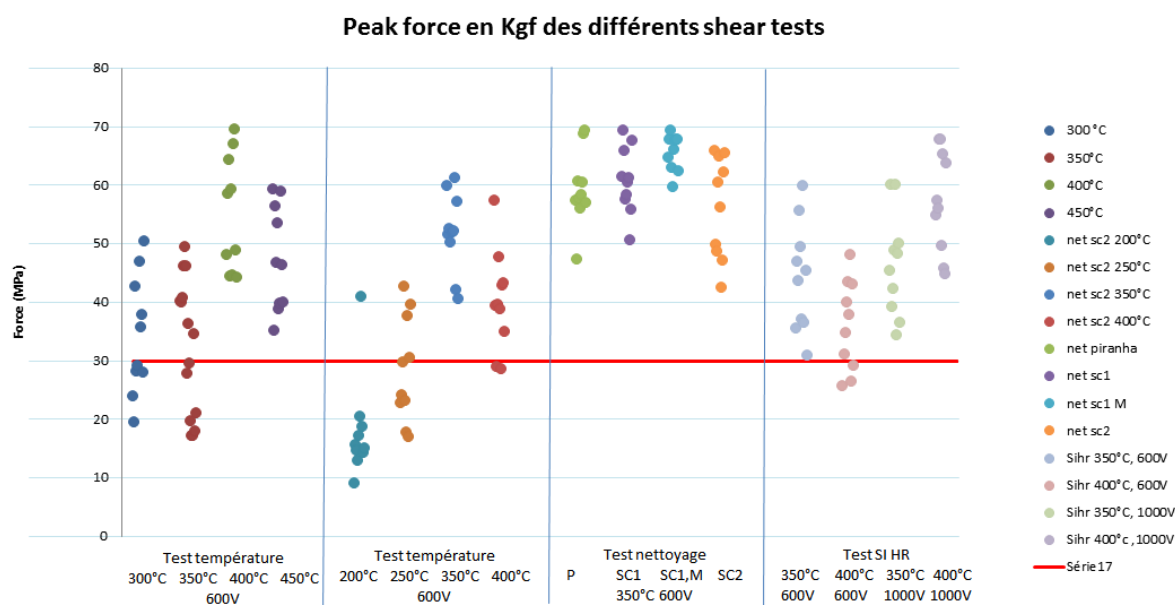
Protocole d'utilisation de la machine

- 1) Allumer l'ordinateur situé derrière la machine
- 2) Allumer la machine à l'aide du bouton vert à droite sur l'armature
- 3) Ordinateur allumé. Lancer le logiciel « Start Condor Sigma » sur le bureau
- 4) Logon as : « Default supervisor » (aucun mot de passe) → « OK »
- 5) Onglet 3 SPC partie C créer la série de mesures « insert form » (annexe 1)
- 6) Onglet 4 SPC sélection de l'outil (annexe 2 flèche 1)
- 7) Sélection de la méthode et le choix de la série « form » (annexe 2 flèche 2)
- 8) Réglage de la mesure à l'aide de l'icône (annexe 2 flèche 3)
 - a) « Test distance » distance de déplacement en micron
 - b) « Test speed » vitesse de déplacement en micron/s
 - c) Case « Null sensor before test » coché → mise à zéro de la force
 - d) Case « Destructive » coché → la mesure s'arrête lorsque la pièce est détruite
 - e) Case « Touchdown » coché → l'outil va toucher la plaque avant de commencer la mesure
 - « Speed » vitesse pour aller au contact de la surface
 - « Shear height » distance entre la surface de la plaque et la hauteur où va être effectuée la mesure
- 9) Déplacer l'outil à l'aide des deux Joystick (droite : hauteur et rotation (axe z), gauche : déplacement du plateau (axes x et y))
 - a) Pour ne pas détériorer l'outil ou le circuit, mettre en place la sécurité basse à l'aide du bouton « lower limit » situé sur le contrôleur gauche (rester appuyer sur le bouton et contrôler le joystick pour en définir une nouvelle)
- 10) Bouton « Test » → lancer la mesure (arrêt impossible)
- 11) Sélectionner le résultat correspondant dans la nouvelle fenêtre (si failed la machine va prendre une photo et revenir en position automatiquement)
- 12) Mesures terminées → fermer le logiciel, arrêter l'ordinateur, couper l'alimentation de la machine à l'aide du bouton sur l'armature


Annexe 7 : collage pour test d'arrachement



Annexe 8 : Tableau (barre rouge résistance mécanique du verre /Si)



Annexe 9 : Caractéristique colle Epoxy E356



Polytec PT
Polymere Technologien

Data Sheet Version 4/2012

Polytec EP 630

Polytec EP 630 is a 100% solid, two component, low viscosity, high temperature adhesive, underfill and encapsulation.
It complies to USP Class VI Biocompatibility Standards

Typical Properties

Number of Components	2	<p>Polytec EP 630 provides excellent high temperature, chemical, electrical and moisture resistance. It was designed for semiconductor, medical, hybrid, piezo, fiber optics, HV and UHV applications. It has an excellent adhesion to silicon, glass, metal, ceramic, ferrite and most plastics and can be used as low viscosity adhesive, epoxy impregnation, underfill and encapsulation. Polytec EP 630 passed > 1000 autoclave steam cycles!</p> <p>Typical applications:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Near hermetic sensor and UHV seals - Bonding and Sealing of fibers into ferrules - Laminating PZT ferroelectrics - Flip Chip Underfill - Bonding fiber optic bundles (medical endoscopes) <p>Features:</p> <ul style="list-style-type: none"> - USP VI compliant - Autoclavable (> 1000 autoclave steam cycles) - Excellent moisture and chemical resistance - Long pot life - High Tg <p>Processing:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Dispensing - Jet-Dispenser - Potting <p>Available Packs Sizes:</p> <ul style="list-style-type: none"> - See Price List - Customized Packaging - Also available as pre-mixed-frozen version Polytec EP 630-frozen <p>For more information, see:</p> <ul style="list-style-type: none"> • MSDS of Polytec EP 630 • Application notes
Mix Ratio By Weight	100	
Part ,A' (resin)	10	
Part ,B' (hardener)	24 Hours	
Pot Life at room temperature	12 Months	
Shelf Life at room temperature	3000 mPa s	
Viscosity (84 RPM @ 23°C)	Pourable Liquid	
Consistency	1,15 g/cm ³	
Specific Gravity Part ,A' (resin)	1,05 g/cm ³	
Specific Gravity Part ,B' (hardener)	1,10 g/cm ³	
Specific Gravity mixed	Yellow / Amber	
Color (Before / Upon Cure)		

Minimum Bond Line Cure Schedule

80°C	90 Minutes
120°C	30 Minutes
150°C	5 Minutes

Thermal Properties

Glass Transition Temperature	105°C
Continuous Operating Temperature	-55°C / 230°C
Intermittent Operating Temperature	-55°C / 300°C
Degradation Temperature	400°C

Mechanical Properties

Shore- Hardness	D85
Die Shear Strength	90 N/mm ²
CTE below Tg / Above Tg	40 / 170 [x10 ⁻⁶ /K]

Cation-Anion Analysis

Chlorine (Cl)	<190 ppm
Sodium (Na ⁺)	< 3 ppm
Ammonium (NH ₄)	< 320 ppm
Potassium (K ⁺)	< 3 ppm
Fluoride (F)	< 3 ppm

Please note:
The above listed information are typical data based on tests and are believed to be accurate. Polytec PT makes no warranties (expressed or implied) as to their accuracy. The above listed data do not constitute specifications. The processing (in particular the cure conditions) of the material, the process control and the variety of different applications at various customers are not under Polytec PT's control. Therefore Polytec PT will not be liable for concrete results in any specific application or in any connection with the use of this product. In particular the cure conditions do have a major effect on the properties of the cured material. Therefore it is highly recommended to keep the cure schedule – once established - under tight control.
With the release of this data sheet all former data sheets will be null and void.

Polytec PT GmbH
Polymere Technologien • Polytec-Platz 1-7 • 76337 Waldbronn • Germany
Tel. ++49(0) 7243 604-400 • FAX ++49 (0) 7243 604-420 • Email: info@polytec-pt.de • <http://www.polytec-pt.de>

Creating Solutions Through Polymers **www.polytec-pt.de**