

Metodi di identificazione di perdite in package ermetici e dispositivi industriali

C.Carretti, SAES Getters S.p.A., viale Italia 77, 20020 Lainate (MI)

1. Introduzione

Le caratteristiche di ermeticità di sistemi/dispositivi sigillati (in vuoto o in pressione di gas puro) sono assai importanti in numerose applicazioni industriali. In generale, infatti, tutti i dispositivi che lavorano in vuoto, depressione o con un gas puro di riempimento, non devono subire un rapido deterioramento del livello di vuoto, ovvero una variazione nella composizione del gas di riempimento, per effetto della penetrazione di aria attraverso piccole perdite. Di conseguenza, i metodi di identificazione delle perdite risultano di grande importanza e particolari caratteristiche di sensibilità, riproducibilità e rapidità di esecuzione nella ricerca di fughe possono essere richieste a seconda dell'applicazione /1/.

In questo lavoro, partendo dalla definizione di perdita, si riassumeranno brevemente i principali metodi di ricerca, localizzazione e dimensionamento delle perdite. Verranno poi discussi i problemi relativi alla calibrazione dei sistemi di ricerca delle fughe e gli approcci più utili per ridurre i tempi di analisi, in particolare nel caso delle applicazioni industriali. Infine, saranno presentati alcuni esempi significativi relativi alla microelettronica e alle MEMS (Micro Electro-Mechanical Systems). Per semplicità, e considerato lo spazio disponibile, la trattazione sarà quasi esclusivamente focalizzata su dispositivi e sistemi che operano in vuoto o in depressione.

2. Definizione di perdita

All'interno di un sistema evacuato si possono identificare quattro principali sorgenti di contaminazione, come descritto nella seguente figura: degasaggio, permeazione, perdite reali e perdite virtuali /2/.

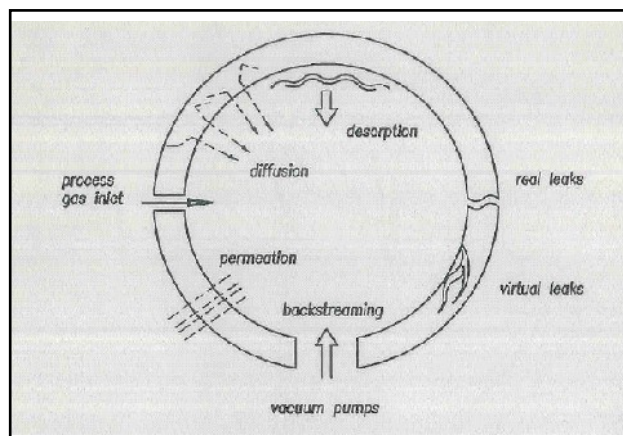


Fig. 1: sorgenti di gas all'interno di un sistema evacuato.

In linea di principio, una perdita (o fuga, in inglese leak) è dovuta alla presenza di un difetto (micro-foro, crepa o altro) sulle pareti del sistema. D'altra parte, anche porosità e zone ad alta permeabilità, ovvero qualsiasi altra difettosità che metta in contatto diretto l'interno del

dispositivo con l'atmosfera, consentendo un indesiderato flusso di aria dall'esterno, vanno considerate come perdite.

La distinzione tra perdita reale e virtuale è di fondamentale importanza, poichè influenza direttamente l'evoluzione della pressione all'interno della camera.

Nel caso sia presente un collegamento diretto tra l'atmosfera esterna e il volume del dispositivo, per cui la pressione all'interno continua ad aumentare con andamento costante fino a che non si è raggiunta la pressione atmosferica, si parla di perdita reale. Nel caso di perdita virtuale, invece, il rilascio di gas avviene da sacche o porosità nel quale è rimasto intrappolato del gas. Una volta svuotate queste sacche, la salita lineare di pressione si arresta. Il diverso andamento della pressione nei due casi è mostrato nelle seguenti figure.

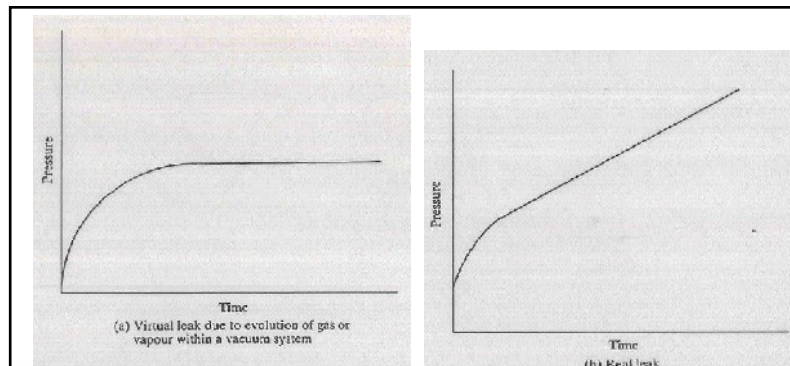


Fig.2: andamento della pressione in presenza di leak virtuale (a) oppure reale (b).

E' possibile affermare che in generale, sebbene una perdita reale sia sovente più compromettente per le prestazioni del sistema (in termini di vuoto finale, contaminazione dei componenti interni, ecc), le perdite virtuali possono essere più insidiose, poichè più difficili da individuare e da rimuovere.

Il flusso di gas proveniente da una perdita è generalmente rappresentato in Pa litri/s oppure in unità di massa, quali Kg/s.

Un tipico range di variabilità di perdite nelle condizioni di lavoro di un dispositivo in vuoto può estendersi su più ordini di grandezza, generalmente tra 10^{-1} e 10^{-8} Pa l/s. Nella tabella seguente sono riportati alcuni importanti parametri che contraddistinguono una perdita in funzione del flusso ad essa correlato: la salita di pressione prodotta e le dimensioni di un capillare equivalente. In tal modo è possibile visualizzare la dimensione della leak stessa /3/.

Leak rate* Torr·l/sec	Pressure rise in 1 litre volume	Time for 1 micron pressure rise/litre	Time for 1 cm ³ STP gas inflow	Equivalent opening
10^{-3}	1 µ/sec	1 sec	12.7 min	Rectangular slit with 1 cm width, 0.1 mm height and 1 cm depth
10^{-4}	6 µ/min	10 sec	2.1 hr	Rectangular slit with 1 cm width, 30µ height and 1 cm depth
10^{-5}	36 µ/hr	1.66 min	21 hr	Capillary 1 cm long and 7µ dia
10^{-6}	3.6 µ/hr	16.6 min	8.7 days	Capillary 1 cm long µ4 dia
10^{-7}	8.6 µ/day (24hr)	2.77 hr	87 days	Capillary 1 cm long 1.8µ dia
10^{-8}	0.86 µ/day	27.7 hr	2.4 yr	Capillary 1 cm long 0.8µ dia
10^{-9}	31 µ/yr	11.6 days	24 yr	Capillary 1 cm long 0.4µ dia
10^{-10}	3 µ/yr	116 days	240 yr	Capillary 1 cm long 0.2µ dia

L'evidenza che le perdite possano variare entro un ampio intervallo di flussi (diversi ordini di grandezza), ha due conseguenze principali:

- i. La calibrazione di uno specifico analizzatore risulta complessa
- ii. Il regime di flusso all'interno della leak può variare

Il primo punto verrà trattato più avanti; per quanto riguarda invece i regimi di flusso, va ricordato che, come ogni flusso di gas, anche quello delle perdite può essere in linea di principio viscoso o molecolare. Il numero di Knudsen, vale a dire il rapporto tra il libero cammino medio di una molecola e il diametro del canale attraverso cui essa si muove, permette di determinare lo specifico tipo di flusso.

Nel caso di flusso viscoso (cioè a più alta pressione), la conduttanza della perdita è regolata sia dalla viscosità del gas che dalla pressione media del gas. Nel caso di flusso molecolare, invece, la conduttanza dipende soltanto dalla massa e dalla differenza di pressione alle due estremità della perdita.

In formule, ciò può essere rappresentato come segue /4/:

$$\text{Flusso viscoso: } Q_{vis} = const \cdot \frac{1}{\eta} (p_1^2 - p_2^2)$$

$$\text{Flusso molecolare: } Q_{mol} = const \cdot \frac{1}{\sqrt{M}} (p_1 - p_2)$$

Come si può vedere, il flusso della perdita è sempre dato dal prodotto del flusso attraverso la conduttanza del difetto moltiplicato per la differenza di pressione; tuttavia, tale relazione è quadratica rispetto alla pressione nel caso di flusso viscoso e lineare per quanto riguarda il flusso molecolare.

3. Ricerca delle perdite

I metodi di ricerca delle perdite più comunemente usati sono i seguenti /5/:

- Misura della velocità di salita della pressione quando il sistema da vuoto viene isolato dal sistema di pompaggio.
- Uso di un indicatore di Tesla, nel caso le pareti del sistema siano in vetro.
- Uso di liquidi ad alta pressione di vapore.
- Pressurizzazione del sistema da vuoto.
- Rivelazione di un gas traccia fatto penetrare dall'esterno nel sistema evacuato.

Semplificando, è possibile affermare che il primo metodo è finalizzato principalmente alla verifica dell'esistenza di una perdita ed alla sua classificazione in termini di ordine di grandezza. Il secondo e terzo metodo consentono, nel caso di perdite di una certa entità, una precisa localizzazione. Gli ultimi due metodi sono invece particolarmente efficaci nel caso di leak assai piccole e permettono di determinare quantitativamente il flusso associato alle perdite. Inoltre, la pressurizzazione è applicabile con successo su scala industriale anche a dispositivi di piccole dimensioni, quali "package" elettronici o addirittura MEMS e può essere proficuamente utilizzato come controllo di processo.

Dovendo restringere la trattazione, si preferirà dare alcuni cenni generali ai metodi di individuazione e localizzazione di perdite su sistemi di dimensioni considerevoli, mentre si approfondiranno maggiormente gli aspetti connessi alle applicazioni su scala industriale.

4. Accertamento della presenza di una perdita

Dato un generico sistema da vuoto, completo di unità di pompaggio e teste di misura della pressione, l'impossibilità di raggiungere il valore limite di pressione atteso è in generale una prima indicazione plausibile dell'esistenza di una perdita. Tuttavia, è necessario effettuare un'analisi più approfondita per confermare questa ipotesi.

Un approccio piuttosto semplice consiste nell'isolare i sistemi di pompaggio e nel monitorare la risalita di pressione per mezzo di un vacuometro. Una risalita lineare della pressione è un chiaro indice della presenza di una perdita, poichè eventuali contributi dovuti al degasaggio vanno a decrescere in funzione del tempo, come mostrato nella figura seguente /4/.

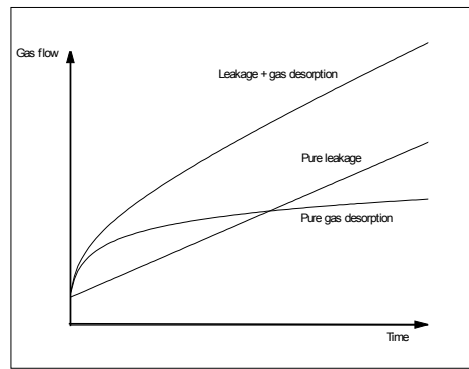


Fig.3: andamento della risalita di pressione in funzione del tipo di sorgente di gas.

Questo tipo di valutazione può essere effettuato con precisione assai maggiore nel caso si disponga di uno spettrometro di massa montato sul sistema da vuoto. In tal caso, la risalita costante dei picchi relativi ad azoto (28) ossigeno (32) e argon (40) è una precisa indicazione che si è in presenza di una perdita.

Di seguito sono mostrati due spettri caratteristici rappresentativi rispettivamente di un sistema da vuoto con perdita (figura a sinistra) e di un sistema da vuoto a tenuta (a destra) /6/. Si noti la grande differenza tra i rispettivi fondo scala (FSD).

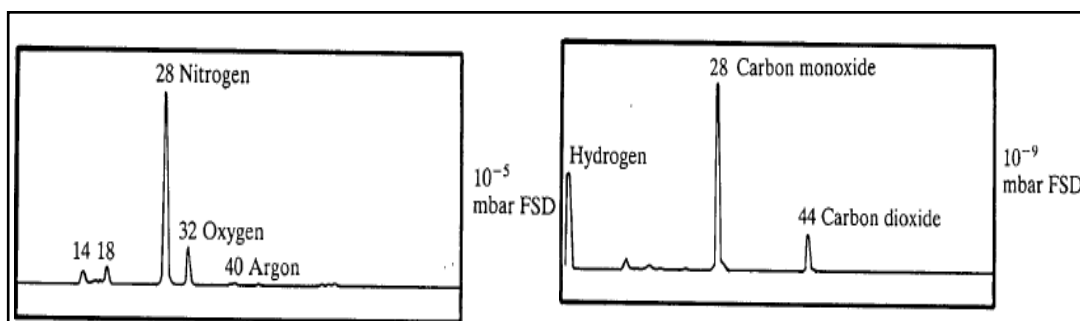


Fig.4: spettri caratteristici di sistemi con perdita (a sinistra) e a tenuta (a destra).

5. Localizzazione di una perdita

Una volta verificata l'esistenza di una perdita in un sistema evacuato, è di fondamentale importanza determinarne l'esatta posizione. Come accennato in precedenza, sia l'indicatore di Tesla che liquidi ad alta pressione di vapore possono essere utilizzati per localizzare con precisione una perdita. Nel primo caso il metodo si applica esclusivamente a sistemi in vetro, facendo scorrere la punta dell'indicatore ad alto potenziale elettrico lungo la superficie esterna presa in esame e si osserva la possibile penetrazione della scarica attraverso il piccolo

foro che genera la perdita. Nel secondo caso si bagna la superficie esterna del sistema e si osserva una brusca variazione della pressione dovuta alla penetrazione di vapori attraverso il difetto. Va ricordato che talvolta questi liquidi possono produrre una temporanea otturazione dei pori con improvviso e rapido miglioramento del grado di vuoto. Ovviamente, nessuno di questi metodi permette di stimare la grandezza della perdita stessa.

6. Misura del flusso associato alla perdita

La velocità di aumento della pressione, misurata con un vacuometro e ripulita dal contributo del degasaggio permette una buona stima della dimensione della perdita. Tuttavia, l'utilizzo di uno spettrometro di massa, ed in particolare un'analisi focalizzata sul picco dell'argon (che normalmente non comprende contributi dovuti al degasaggio) permette un'ottima valutazione della cosiddetta "leak rate".

Dato un flusso in ingresso di argon F_{Ar} , il corrispondente valore di leak rate per aria si può facilmente ottenere mediante la formula:

$$L_{air} = F_{Ar} \sqrt{\frac{M_{Ar}}{M_{air}}}$$

Nel caso si debbano testare singoli componenti da vuoto o dispositivi di vario genere, l'utilizzo di uno specifico strumento quale il cercafughe (o leak detector) permette di quantificare con precisione una perdita. Questo approccio è particolarmente interessante dal punto di vista delle applicazioni industriali. Il metodo si basa essenzialmente sulla creazione di un getto di uno specifico gas tracciante all'esterno del componente da analizzare e sulla rivelazione del gas penetrato all'interno del sistema attraverso i pori o le fessure responsabili della perdita. Generalmente la rivelazione del gas-tracciante viene effettuata mediante spettrometro di massa, il quale permette di ottenere sensibilità elevate e tempi di analisi molto brevi. Lo spettrometro di massa usato per questo tipo di applicazioni è già sintonizzato sulla massa specifica del gas tracciante ed è incorporato nella struttura del detector, munito di apposito sistema di pompaggio e dei raccordi necessari per il collegamento con il sistema da vuoto, come mostrato nella seguente figura /7/.

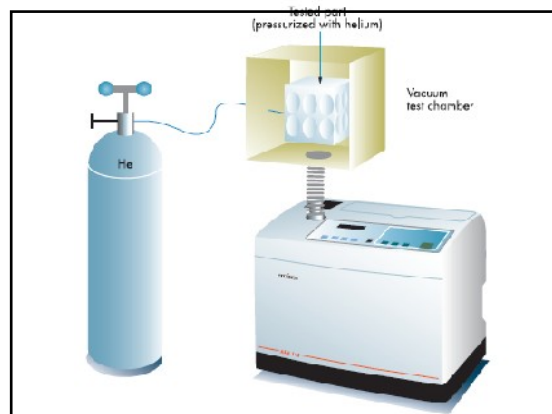


Fig.5: Schema generale di un apparato per ricerca delle perdite basato su leak detector.

Il gas-tracciante tipicamente usato per la ricerca delle fughe è l'elio. Le ragioni sono molteplici: l'elio non è infiammabile nè tossico; ha una massa e dimensioni atomiche molto piccole; è inerte; è presente in piccolissime quantità nell'atmosfera; non è eccessivamente

costoso. L'output del leak test permette di valutare se le caratteristiche di tenuta del pezzo sono compatibili con quelle prefissate dell'applicazione o meno, secondo lo schema rappresentato nella figura seguente /7/:

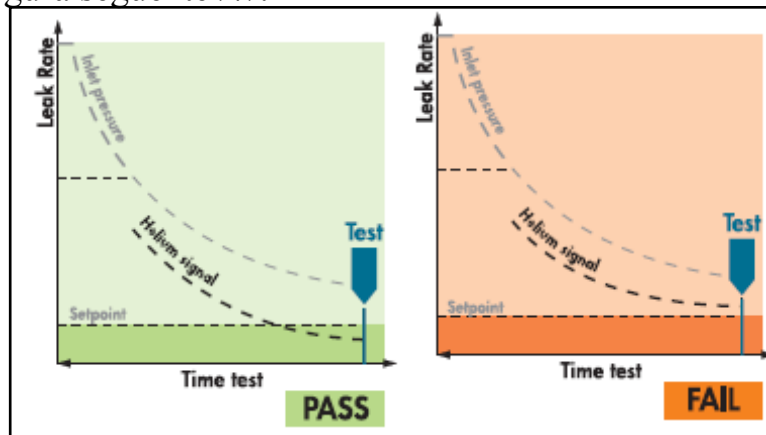


Fig. 6: Risultato di leak test in funzione del valore limite accettabile.

7. Specifiche di un leak detector basato sulla spettrometria di massa e sua calibrazione

I leak detector sono descritti, come ogni strumentazione analitica, da un set di specifiche. I tre parametri più importanti al fine di caratterizzare le prestazioni di un cercafughe sono: sensibilità/limite di rilevazione, tempo di risposta e massima pressione in ingresso.

Spesso i termini sensibilità e limite di rilevazione vengono confusi; il limite di rilevazione, cioè la minima leak rate misurabile è principalmente determinata dalla stabilità del sistema, e in particolare corrisponde al minimo segnale elettrico che l'analizzatore può distinguere dal rumore di fondo e dalle derive. La sensibilità, invece, è definita come il rapporto tra il segnale di output e il flusso della perdita.

Il tempo di risposta è fondamentale per ottimizzare la produttività dello strumento: in generale il tempo di risposta è strettamente legato alla minima leak rate identificabile, la quale stabilisce un limite inferiore a tale tempo. Ulteriori considerazioni sui tempi caratteristici verranno svolte nel paragrafo successivo.

La massima pressione di ingresso può a sua volta influenzare i tempi di svuotamento tra una prova e l'altra e quindi la produttività dello strumento.

Come già accennato nel paragrafo 2, i leak detectors non possono essere considerati strumenti primari, poichè la misura di leak rate si basa su un set di parametri che non sono conosciuti con precisione. I più importanti tra questi sono: la velocità di pompaggio reale alle varie pressioni totali, la sensibilità dello spettrometro e la sensibilità del preamplificatore. Anche in caso di calibrazione dello spettrometro del cercafughe, sia la linearità che la stabilità nel tempo risultano insufficienti per utilizzare lo strumento come uno standard di misura. Frequenti calibrazioni sono consigliabili, cercando di verificare soprattutto la linearità della risposta nel range di flussi delle perdite di interesse, vale a dire vicino al limite di accettazione.

Tra i metodi di calibrazione se ne raccomandano in particolare due:

- i. Calibrazione rispetto ad un secondo spettrometro di riferimento
- ii. Calibrazione per mezzo di misura volumetrica diretta di flusso attraverso un capillare tarato.

Dettagli su tali metodi e sui loro limiti sono riportati in /4/.

8. Produttività: tempi caratteristici

Nel caso di ricerca di perdite da effettuare su scala industriale su un grande numero di dispositivi finiti, la ottimizzazione dei tempi di processo risulta un parametro fondamentale. Utilizzando il metodo della ricerca mediante gas tracciante (elio), un rapido segnale di risposta del detector è importante per ottenere risultati non ambigui. Il tempo di risposta totale dipende sia dalle proprietà del leak detector utilizzato, sia dall'oggetto analizzato. Di conseguenza, il sistema è regolato da più di una costante di tempo: in particolare, tre parametri vanno tenuti in considerazione /4/:

- i. Il tempo di risposta necessario a misurare e mediare il segnale, espresso da una costante di tempo t_e caratteristica del detector.
- ii. Il tempo necessario a pompare il gas dall'oggetto analizzato, descritto da una costante di tempo t_v caratteristica del sistema da vuoto.
- iii. Il tempo di diffusione del gas tracciante nel suo percorso dall'oggetto sotto analisi al detector, descritto da una costante di tempo diffusiva t_D .

La prima costante di tempo dipende essenzialmente dal pre-amplificatore e dal software del leak detector. La seconda costante dipende dal volume del sistema e dal gruppo di pompaggio. Infine, la terza costante dipende dal volume del detector e dalla conduttanza della componentistica da vuoto utilizzata.

t_e e t_v possono essere ridotti nel caso sia possibile sacrificare i più elevati estremi di sensibilità. t_D invece può essere minimizzato riducendo la lunghezza delle connessioni tra campione e detector ed utilizzando elio, gas ad alta velocità di diffusione.

9. Ricerca di perdite su dispositivi per microelettronica

Il primo caso interessante, molto strettamente legato alla messa a punto di prove non distruttive su scala industriale, riguarda il test comunemente denominato "Helium bombing" ed effettuato generalmente su dispositivi microelettronici. Uno schema dell'apparato sperimentale è rappresentato nella figura seguente /7/.

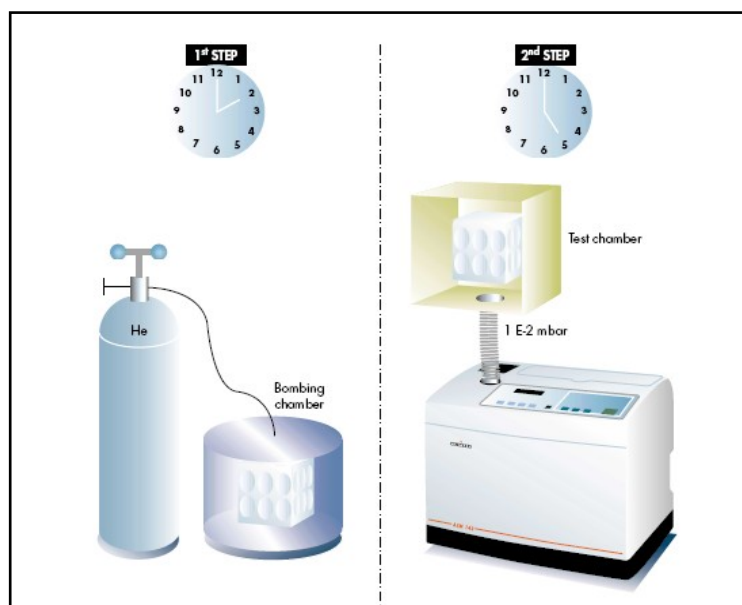


Fig.7: Schema di una ricerca di perdite col metodo "Helium Bombing"

Questo tipo di test si svolge in due fasi: dapprima è necessario pressurizzare il dispositivo da analizzare all'interno di una camera contenente il 100% di elio ad una pressione prestabilita. In tal modo, in presenza di una perdita, l'elio potrà penetrare all'interno del dispositivo; la quantità entrante dipenderà ovviamente dalla dimensione della leak, dalla pressione di elio in camera e dal tempo di "bombing". Terminata questa fase, il campione viene estratto dalla camera di bombing ed introdotto in un'altra camera, collegata ad un leak detector. In tali condizioni, l'elio che a questo punto fuoriesce dalla leak può essere misurato e la perdita accuratamente dimensionata, al fine di valutare se sia compatibile con la particolare applicazione. Il fenomeno fisico studiato è descritto matematicamente dall'equazione di Howell-Mann /8/:

$$R_1 = \frac{LP_E}{P_0} \left(\frac{M_A}{M} \right)^{\frac{1}{2}} \left\{ 1 - e^{-\left[\frac{LT_1}{VP_0} \left(\frac{M_A}{M} \right)^{\frac{1}{2}} \right]} \right\} e^{-\left[\frac{LT_2}{VP_0} \left(\frac{M_A}{M} \right)^{\frac{1}{2}} \right]}$$

dove: R_1 è la leak rate misurata con l'elio, L la leak rate equivalente in aria, P_E la pressione di esposizione all'elio, P_0 la pressione atmosferica, M_A il peso molecolare dell'aria, M quello dell'elio, T_1 il tempo di bombing, T_2 l'intervallo tra il bombing e la leak detection, V il volume del dispositivo.

Come si può vedere, l'equazione è composta da 3 parti:

- la parte 1 permette il passaggio dalla leak reale per aria a quella misurata per elio;
- la parte 2 calcola la quantità di elio entrante nel campione nel tempo di bombing t_1
- la parte 3 rappresenta la quantità di elio rimasta nel dispositivo al termine del test

Riassumendo, i parametri principali da tenere presente nell'effettuazione di questo tipo di prova sono i seguenti:

- Il tempo di bombing T_1
- La pressione di elio P_{He} nella camera di bombing
- Il volume V del dispositivo
- La durata del test T_2

Le norme MIL forniscono anche una serie di riferimenti riguardanti le condizioni di test, che possono essere riassunti nella seguente tabella tratta dalla norma MIL-STD-883E.

Volume of package (V) in cm ³	Bomb condition			R_1 Reject limit (atm cc/s He)
	Psia ±2	Minimum exposure time hours (t_1)	Maximum dwell hours (t_2)	
<0.05	75	2	1	5×10^{-8}
≥0.05 - <0.5	75	4	1	5×10^{-6}
≥0.5 - <1.0	45	2	1	1×10^{-7}
≥1.0 - <10.0	45	5	1	5×10^{-8}
≥10.0 - <20.0	45	10	1	5×10^{-8}

10. Il caso delle MEMS

Un ulteriore caso di studio piuttosto interessante riguarda le MEMS, vale a dire componenti per microelettronica estremamente miniaturizzati, aventi volumi interni dell'ordine del mm^3 o frazioni di esso. Molti di questi dispositivi contengono elementi risonanti che funzionano al meglio entro particolari e ristretti range di pressione. Anche nel caso delle MEMS la verifica di ermeticità è quindi estremamente importante, soprattutto considerando che, a causa del piccolo volume della cavità, anche modeste perdite possono provocare un rapido aumento della pressione interna del dispositivo. Infatti, una MEMS con un volume inferiore a 0.5 mm^3 , la cui pressione interna non deve oltrepassare 0.1 mbar dopo 15 anni di vita, avrà un limite di ermeticità dell'ordine dei 10^{-14} mbarl/s, nettamente al di sotto della sensibilità dei migliori cercafughe. E' evidente perciò che questa applicazione richiede un approccio innovativo al problema dei test di ermeticità.

Al fine di determinare un metodo efficace di analisi è bene partire dalle differenze fondamentali che possono essere evidenziate rispetto ai package microelettronici classici:

- i. Il materiale costituente la MEMS (silicio oppure vetro) è permeabile all'elio, per cui un test basato sull'helium bombing potrebbe dare risultati falsati.
- ii. La MEMS contiene un risonatore che può essere utilizzato come sensore di pressione, poichè la sua caratteristica di risposta varia con la pressione stessa.

Partendo da questi presupposti è stata dunque messa a punto una tecnica di leak test che va considerata come un'evoluzione di quella descritta in precedenza /9/. Nelle MEMS il gas tracciante utilizzato è il neon: tale scelta è dettata dalla necessità di ottenere una buona penetrazione del gas nelle microleak, senza avere fenomeni di permeazione e dall'esigenza di non avere interazioni con i materiali contenuti nelle MEMS, il tutto a costi relativamente contenuti. Il test prevede una misura in linea di produzione del tempo di smorzamento del risonatore, uno stage di Neon bombing analogo a quello applicato con elio (i tempi caratteristici sono stati determinati anche in questo caso) ed una nuova misura di smorzamento: una variazione significativa di tale tempo è indice della variazione della pressione nella MEMS dovuta alla penetrazione del gas tracciante. Questo metodo permette di ottenere sensibilità elevatissime (fino a 10^{-14} mbarl/s) ed inoltre la sensibilità stessa aumenta al diminuire del volume del dispositivo poichè la presenza di una microleak produce un aumento di pressione inversamente proporzionale al volume della cavità.

11. Bibliografia

- /1/ R.C.McMaster, "Nondestructive Testing Handbook", Vol.1 (1982)
- /2/ R.Waits, Proceedings of Semiconductor International Congress (1993)
- /3/ A.Roth, "Vacuum Technology", North Holland (1990)
- /4/ J.M.Lafferty, "Foundations of Vacuum Science and Technology", J.Wiley ed. (1998)
- /5/ B.Ferrario, "Introduzione alla Tecnologia del Vuoto", Patron Ed. (1999)
- /6/ "Partial Pressure Measurement in Vacuum Technology" edited by Balzers (1985)
- /7/ "Helium Leak Detection" in Alcatel Vacuum Technology Catalogue
- /8/ T.Green, "A practical Guide to TM1014" (2005)
- /9/ W.Reinert, D.Kahler, G.Longoni, Proceedings of Electronics Packaging Techniques Conference, 225 (2005)