

UNIVERSITE PARIS-SUD

ÉCOLE DOCTORALE : STITS

DISCIPLINE PHYSIQUE

THÈSE DE DOCTORAT

Soutenue le 12/12/213

Vincent BEIX

Etude des procédés d'encapsulation hermétique
au niveau du substrat par la technologie de
transfert de films

Elisabeth DUFOUR GERGAM, Professeur, Univ. Paris Sud

Martial DESGEORGES, Docteur, KFM Technology

Thérèse LEBLOIS, Professeur, Univ Franche-Comté

Claude PELLET, Professeur, IMS Univ. Bordeaux 1

Michael TATOULIAN, Professeur, ENSCP / UPMC

Virginie HOEL, Docteur HDR, Univ Lille 1

Fabrice VERJUS, Docteur, BodyCap

(Directrice de thèse)

(Responsable industriel)

(Rapporteur)

(Rapporteur)

(Examineur)

(Examineur)

(Invité)

Remerciements :

Le travail développé dans ce manuscrit a été réalisé dans le cadre d'une Convention Industrielle de Formation par la Recherche (CIFRE) entre le laboratoire IEF (Institut d'Electronique Fondamentale) de l'Université Paris Sud (XI) d'Orsay, au sein du département anciennement appelé Minasys (Micro et Nano-Systèmes) et la société KFM Technology.

Je tiens, tout d'abord, à remercier Claude Chappert (directeur actuel de l'IEF) pour m'avoir accueilli au sein du laboratoire, tout comme Alain Bosseboeuf qui apporte énormément à toute son équipe, tant sur le plan théorique que pratique et qui s'efforce d'être disponible malgré un emploi du temps très chargé (directeur du département Minasys et responsable du réseau international de recherche à NaMis). Je remercie ma directrice de thèse, Elisabeth Dufour-Gergam, pour son encadrement.

Je souhaite tout particulièrement remercier les membres de la société KFM Technology car sans eux je n'en serais pas là aujourd'hui. Je remercie Martial Desgeorges et Fabrice Verjus, qui m'ont permis d'évoluer sur de nombreux points tels que la communication, la rigueur scientifique et la gestion de la pression. Je dis un grand merci à Sébastien Brault pour le transfert de son savoir et savoir faire et la confiance qu'il a eu en moi pour la poursuite de ces travaux. Je remercie aussi Olivier Garel pour le partage de ces connaissances obtenues à l'IEF.

Je suis honoré de l'intérêt apporté par les membres du jury sur mes travaux de thèse. Je remercie Thérèse Leblois et Claude Pellet d'avoir accepté d'être les rapporteurs ainsi que Virginie Hoël, et Michaël Tatouliant de participer au jury.

Je transmets toute ma gratitude à tous mes collègues de Minasys avec qui j'ai passé d'agréables moments et qui ont su me remonter le moral lors des moments difficiles.

Nhung pour son écoute, sa générosité et son soutien.

Guillaume pour m'avoir transféré ses connaissances sur le transfert de films et m'avoir motivé à faire de la musculation.

Alexandre pour nos nombreuses discussions sur les nouvelles technologies.

Fabien pour m'avoir formé sous cadence et avoir su répondre présent et m'avoir conseillé lors des moments difficiles.

Sebastien N. pour m'avoir montré qu'il était possible de finir sa thèse tout en étant embauché dans une autre structure et sur une thématique différente.

Et de façon plus générale, Magdaléna, Pierre, Iman, Katia, Mériam, Guillaume, Seif, Hervé, Marion, Emile, Xavier, Samson, Nathalie et à tous ceux que j'oublie ...

Je remercie aussi toute l'équipe administrative et technique de l'IEF dont notamment Laurence Stephen, Ingrid Frey, Koro Sokhona, Annie Roy, Sylvie Durand ainsi que tout le personnel de la CTU pour leurs conseils et leur confiance à me laisser utiliser leur équipement avec parmi eux, David Bouville, Benoit Belier, Cédric Villebasse, François Mallard, Marie Paule Planté, Fabien Bayle, Jean René Coudelville.

Je tiens enfin à exprimer toute ma gratitude à ma famille et à mes proches qui m'ont soutenu, encouragé et supporté durant ces années : mes parents, grand-parents (une pensée toute particulière est portée à « Papy » qui n'a pas pu être présent pour la concrétisation de mes travaux), mes frères, cousins et oncles ; et mes amis : Greguinours, Romouna, Willou, La Rousse, Tust, Canard, TSP, La Machine, Chacha, Clothide, Binomette, Patate, Guillaume, Alex. Enfin je tiens à remercier mon amour, Céline, qui

a su me supporter, être compréhensive, faire des sacrifices et aussi me remonter le moral, quand c'était nécessaire.

Comme ces années de thèse ont été relativement éprouvantes, je tiens à remercier toutes ces personnes car même si ils ne se rendent pas compte de leur importance, ils m'ont permis de surmonter cette épreuve. Je m'excuse d'avance si j'en ai oubliées.

Sommaire

1	Introduction.....	9
1.1	Intérêts du conditionnement et verrous technologiques	9
1.2	Quelques éléments en revue sur le conditionnement de MEMS	12
	➤ En France.....	12
	➤ En Europe	14
	➤ En Amérique du Nord	15
	➤ En Asie.....	16
1.3	Présentation de l’articulation du manuscrit.....	17
2	Technologies d’encapsulation	19
2.1	Les différentes techniques les plus fréquemment utilisées.....	19
	2.1.1 Pick and Place	19
	2.1.2 Substrat - substrat	21
	2.1.3 Encapsulation par film mince	22
2.2	Techniques de scellement	30
	2.2.1 Conditions pour réaliser un scellement effectif.....	31
	2.2.2 Méthode directe.....	35
	2.2.3 Méthode de scellement indirect	38
2.3	Passages des connectiques entre l’intérieur et l’extérieur de l’encapsulation	45
	2.3.1 Connectiques horizontales	45
	2.3.2 Connectiques verticales	47
2.4	Herméticité.....	57

2.4.1	Vide nécessaire pour les microsystèmes	57
2.4.2	Diverses sources de gaz.....	57
2.4.3	Influence des sources de gaz.....	58
2.4.4	Techniques de caractérisation	59
2.5	Le procédé d'encapsulation développé au laboratoire.....	62
3	Etude du procédé de fabrication des capots hermétiques.....	65
3.1	La structuration du moule (KOH).....	65
3.2	L'élaboration de la couche d'adhésion contrôlée	66
3.2.1	Couche fluorocarbonée.....	67
3.2.2	Couche de carbone.....	70
3.3	La croissance du film pour l'amorçage des vias	71
3.4	L'élaboration des capots protecteurs.....	72
3.4.1	Modélisation de la rigidité du capot suivant sa forme et sa nature	73
3.4.2	Elaboration de capots en nickel	74
3.4.3	Capots isolants	76
3.4.4	Capots en nitrure d'aluminium (AlN)	81
3.4.5	Caractérisation des films en parylène	94
3.4.6	Conclusion	98
4	Scellement	101
4.1	Cordons adhésifs en BCB	101
4.1.1	Propriétés du BCB.....	101
4.1.2	Application du BCB aux différents capots	103
4.2	Cordons de scellement métallique In-Au	107
4.2.1	Cordons de soudure In-Au sur Si.....	107
4.2.2	Cordons de soudure In-Au sur capot.....	115
4.3	Scellement adhésif hermétique en parylène	117

4.3.1	Conclusion	119
5	Conclusion et perspectives.....	121
	Références bibliographiques.....	125

Table des tableaux

Tableau 1-1 : Domaines de pression nécessaire pour différents types de capteurs [Reinert 2006].....	10
Tableau 1-2 : Quelques exemples de perméabilité de matériaux [Gerlach 2001]	10
Tableau 2-1 : Comparaison des propriétés de différents matériaux pour la soudure par thermo-compression (tableau modifié de [Fan 2011])	39
Tableau 2-2 : Température de collage et pression d'arrachement de différents polymères.....	44
Tableau 3-1: Comparaison des caractéristiques du PTFE et d'un film CxFy synthétisé par plasma [Haïdopoulos 2005]	68
Tableau 3-2: Caractérisation de la couche C _x F _y déposée par plasma au cours des différentes étapes du traitement de stabilisation	70
Tableau 3-3 : Grandeurs mécaniques associées à la modélisation des capots	73
Tableau 3-4: Epaisseur minimale selon le matériau et la géométrie du capot	74
Tableau 3-5: Propriétés mécaniques de l'alumine selon les techniques et paramètres de dépôt utilisés	78
Tableau 3-6 : Synthèse des différentes caractéristiques de l'AlN.....	84
Tableau 3-7 : Paramètres de croissance de l'AlN.....	85
Tableau 3-8 : Perméabilité du parylène C en 10 ⁻¹⁹ m ² .s ⁻¹ .Pa ⁻¹ suivant différents gaz pour une épaisseur d'au moins 8 μm.....	95
Tableau 4-1 : Quelques propriétés physiques du BCB [Dow 05]	102
Tableau 4-2 : Comparaison entre les scellements Au-In et parylène	120

Table des figures

Figure 1-1 : Différents types de connectiques du MEMS encapsulé vers l'extérieur : a) pistes horizontales, b) vias à travers le substrat, c) vias à travers le capot	12
Figure 2-1 : Principe du procédé d'encapsulation puce par puce.....	20
Figure 2-2 : Principe du procédé d'encapsulation substrat-substrat.....	21
Figure 2-3 : Principe du procédé d'encapsulation hermétique substrat-substrat avec scellement non hermétique et capots amincis et localisés	22
Figure 2-4 : Principe du procédé d'encapsulation par couche sacrificielle.....	23
Figure 2-5 : Principe du conditionnement par transfert de films	25
Figure 2-6 : Transfert de dispositifs par le contrôle de la contrainte de cisaillement : a) en augmentant la température [Pan 2004], et b) en étirant le substrat [Forsberg 2011]	27
Figure 2-7 : Principe du conditionnement par transfert de films en utilisant une couche sacrificielle.	27
Figure 2-8 : Principe du conditionnement par transfert de film en utilisant en sacrifiant le substrat..	28
Figure 2-9 : Principe du conditionnement par transfert de film en utilisant une couche sacrificielle et des bras	29
Figure 2-10 : Zone de collage de mauvaise qualité.....	31
Figure 2-11 : Quantification de la planéité (TTV, bow) sur le substrat « classique ».....	32
Figure 2-12 : Influence de la pression du piston sur le scellement de substrats « classique »	32
Figure 2-13 : Influence des cordons ductiles sur le scellement de substrat « classique »	33
Figure 2-14 : Modèle décrivant la fermeture de l'interface de collage en fonction de la température [Stengl 1989]	35
Figure 2-15 : Modèle décrivant la fermeture de l'interface de collage [Tong 1999].....	36
Figure 2-16 : Principe du scellement anodique (a) et résultat après scellement (b).....	37
Figure 2-17 : Diagramme des phases Au-Si [Kuo 2011]	41
Figure 2-18 : Connectiques horizontales sur le substrat MEMS avec des pistes planaires (a) et enterrées (b).....	45
Figure 2-19 : Connectiques horizontales et enterrées dans le capot [Perruisseau 2008]	47
Figure 2-20 : Géométrie des flancs de gravure : a) inclinés, b) chanfreinés et c) verticaux.....	47
Figure 2-21 : Procédé de fabrication classique d'une connectique verticale par dépôt électrolytique [Wu 2004].....	49

Figure 2-22 : Procédé de fabrication constitué d'une gravure non débouchante puis un remplissage des vias et un amincissement	50
Figure 2-23 : Gravure débouchante et collage à un autre substrat contenant la couche d'amorce.....	51
Figure 2-24 : Gravure débouchante puis dépôt d'une couche d'amorce bouchant une extrémité du via	52
Figure 2-25 : Procédé de fabrication des connectiques verticales par micro-câblage [Fischer 2010] ..	53
Figure 2-26 : Procédé de fabrication des connectiques verticales avec des fils de nickel auto-assemblés [Fischer 2012]	54
Figure 2-27 : Connectiques verticales par immersion du substrat dans un métal [Yamamoto 2011] ..	55
Figure 2-28 : Connectiques verticales par aspiration de billes métalliques : a) après dépôt des billes, b) ascension du métal en fusion, c) via rempli [Gu 2010]	56
Figure 2-29 : Sources de gaz dans les MEMS : durant le scellement (a) et l'utilisation du dispositif (b)	57
Figure 2-30 : Procédé de fabrication de capots hermétiques avec une soudure In-Au entrepris au laboratoire.....	63
Figure 3-1 : Profil de gravure anisotrope du silicium par une solution KOH	66
Figure 3-2 : Passage des connectiques pour les capots simple et double vias.	71
Figure 3-3 : Géométrie de type « tôle ondulée » [Gervais 2012]	74
Figure 3-4 : Schéma de principe du dépôt électrolytique.....	75
Figure 3-5 : Vitesse de gravure de la couche d'alumine dans une solution commerciale d'«Alu Etch»	81
Figure 3-6 : Influence de la pression sur la vitesse de dépôt pour la croissance d'AlN à 550W pour différentes pressions partielles d'azote.	86
Figure 3-7 : Influence de la vitesse de dépôt sur la pression durant le dépôt d'AlN à 8 µbar et 33%...	87
Figure 3-8 : Evolution de la contrainte en fonction de la pression dans la littérature	88
Figure 3-9 : Influence de la contrainte interne en fonction de la pression totale du dépôt d'AlN	89
Figure 3-10 : Evolution de la contrainte interne de l'AlN en fonction de la pression totale du dépôt .	90
Figure 3-11 : Etude dans le temps de l'AlN par diffraction X	93
Figure 4-1 : Principe du blister test sur des capots transférés.....	103
Figure 4-2 : Transfert de capots en AlN avec un cordon en BCB : a) capot bien transféré, b) capot fissuré	104
Figure 4-3 : Procédé de fabrication d'une encapsulation en nickel isolé par de l'AlN	105

Figure 4-4 : Décollement des capots lors de la gravure de l'AIN par IBE	106
Figure 4-5 : Capots en Ni isolé par de l'AIN transférés sur le substrat MEMS	106
Figure 4-6 : Diagramme binaire des phases de l'or et de l'indium	107
Figure 4-7 : Empilement des couches métalliques des cordons Au-In-Au.....	109
Figure 4-8 : Formation d'îlots métalliques sur un empilement Au-In-Au	110
Figure 4-9 : Empilement des couches métalliques Au-Ti-In-Ti-Au // Au.....	111
Figure 4-10 : Empilement des couches métalliques Au-In // Au.....	111
Figure 4-11 : Composé intermétallique partiellement formé après le scellement de cordons (Au-In // Au)	112
Figure 4-12 : Empilement des couches métalliques Ti-In // Au-Ti.....	113
Figure 4-13 : Structuration des cordons de scellement : a) structuration de l'or, b) structuration de l'or et de l'indium, c) structuration de l'or et du substrat.....	113
Figure 4-14 : cordons Au // In après scellement présentant un bavement très limité	114
Figure 4-15 : cordons In // In après scellement avec présence de bavements localisés.....	114
Figure 4-16 : Encapsulation hermétique et métallique par transfert	115
Figure 4-17 : Diffusion de l'indium en excès dans les cordons vers les capots	116
Figure 4-18 : Transfert de capot en nickel (a) et en parylène (b) avec des cordons en parylène	118

1 Introduction

1.1 Intérêts du conditionnement et verrous technologiques

Dans tous les domaines, l'étape de conditionnement (« packaging ») représente l'étape finale de fabrication d'un produit. Pour les produits de consommation courante, cette étape consiste à réaliser un emballage destiné à la protection, la conservation et le transport du produit ou encore à le mettre en valeur tout en permettant, en plus, sa fonctionnalité.

En micro-électronique, l'encapsulation consiste à placer un micro-composant au sein d'un boîtier de protection pour le prémunir de l'environnement extérieur, assurer sa stabilité et la fiabilité de ses performances, tout en facilitant l'interface avec le monde macroscopique en vue de son utilisation. Les premiers dispositifs à requérir un conditionnement furent des circuits électroniques complexes, en vue de leur commercialisation. Cependant, la réalisation et la caractérisation de ces composants ne nécessitent pas forcément une encapsulation. Aussi, le conditionnement a longtemps été une problématique industrielle. La littérature académique dans le domaine est très peu fournie même si ce point apparaît clairement dans les thématiques affichées de certains laboratoires.

La nécessité de développer une encapsulation spécifique est devenue cruciale dans le développement récent des micro-systèmes (« MEMS : Micro-Electro-Mechanical Systems »). Ces composants sont, en effet, généralement, fragiles, mobiles, et déformables. Ils nécessitent souvent d'être utilisés sous un vide poussé (0,1 Pa) [Fan 2012a] ou sous environnement contrôlé pendant une période assez longue [Husaini 2010], tout en étant isolés des chocs et vibrations [Yoon 2011]. De plus, les domaines d'applications des MEMS étant très variés, le boîtier doit aussi souvent assurer une transparence optique [Gracia 2008], la biocompatibilité [Husaini 2010], ou la résistance aux environnements hostiles [Fan 2012a, Husaini 2010, Hsu 2007].

De nouvelles technologies émergentes de conditionnement pour le tout premier niveau (« zero level packaging ») ont vu le jour tel que l'encapsulation au niveau du substrat (« WLP : Wafer Level Packaging »). Cette technologie consiste à encapsuler les MEMS directement sur le substrat, juste avant l'étape de découpe à la scie. Cette étape est très agressive puisqu'elle utilise un jet d'eau sous

pression servant à limiter l'échauffement, mais risquant de provoquer le collage des copeaux sur le substrat ou l'outil de découpe et une usure prématurée de la lame. Compte tenu de la grande fragilité des MEMS, on peut très facilement convenir que l'encapsulation doit se dérouler juste avant la découpe pour éviter toute détérioration ou destruction.

L'encapsulation au niveau du substrat permet actuellement d'obtenir des boîtiers de dimensions extrêmement réduites, avec des cavités dont le volume est, en général, très inférieur au millimètre cube. La taille du composant encapsulé reste ainsi très proche de la taille de la puce nue. Cependant, les dimensions réduites des cavités posent des problèmes concernant l'herméticité. Ainsi l'encapsulation des systèmes résonnants reste encore un verrou technologique car il nécessite un niveau de vide (Tableau 1-1) afin de limiter l'amortissement des parties mobiles (« damping »).

Type de capteur	Pression de travail (10^5 Pa)
Accéléromètre	0,2 - 0,7
Capteur de pression absolue	$< 10^{-3}$
Capteur de champ magnétique résonant	$10^{-6} - 10^{-3}$
Capteur de vitesse angulaire	$10^{-6} - 10^{-3}$
Micro-bolomètre	$< 10^{-7}$

Tableau 1-1 : Domaines de pression nécessaire pour différents types de capteurs [Reinert 2006]

Afin de limiter le plus possible la pollution incontrôlée de la cavité de l'encapsulation, les matériaux à utiliser doivent constituer des sources de gaz limitées (perméation, dégazage, fuite). Les classes de matériaux répondant aux mieux à cette exigence sont les métaux, les céramiques, et les semi-conducteurs (Tableau 1-2). Les matériaux organiques possèdent généralement une faible herméticité. Quelques exceptions sont toutefois utilisées pour les encapsulations hermétiques telles que les résines époxy et le parylène [Husaini 2010].

Perméabilité ($m^2.s^{-1}.Pa^{-1}$)	Minimum	Maximum
Polymères	10^{-17}	10^{-11}
Verre & céramiques	10^{-19}	10^{-17}
Métaux & semi-conducteurs	10^{-22}	10^{-20}

Tableau 1-2 : Quelques exemples de perméabilité de matériaux [Gerlach 2001]

Comme nous l'avons précisé, la maîtrise du niveau de vide est d'autant plus difficile à respecter que le volume de la cavité est faible. C'est ainsi que bien que l'encapsulation soit scellée

sous vide, la pression maintenue dans la cavité pendant plus d'un an est supérieure à 10^{-1} Pa [Candler 2005]. Cette pression la plus faible est toutefois beaucoup trop élevée pour certaines applications. Pour compenser cette remontée en pression, une sorption de gaz peut alors être réalisée dans la cavité. On parle généralement de « getter ». Ce dispositif est constitué d'un matériau réactif absorbant les gaz dans la cavité.

Un des points recherchés dans les procédés d'encapsulation est l'aspect collectif. Ils sont orientés vers l'utilisation de couche sacrificielle, le transfert de film ou un substrat capot, ce qui permet de diminuer l'encombrement et le coût de manière significative. On peut ainsi s'affranchir de toutes les étapes de manipulation et d'encapsulation de capots individuels comme dans le cas de la technologie « pick & place ». En effet, ce conditionnement unitaire des dispositifs représente entre 50 à 90% du coût de revient du dispositif [Paineau 2005, Heeren 2007, Amit 2006, Poupon 2008].

D'autre part, le capot peut être réalisé directement sur le substrat MEMS par une succession d'étapes de dépôt et de gravure. On parle généralement de packaging par couche sacrificielle. Cette technique présente cependant de nombreuses contraintes telles que la sélectivité de la gravure, la libération du capot et des dispositifs et le contrôle du vide (dégazage de la couche sacrificielle). Dans d'autres cas, le capot est scellé au substrat par la structuration du joint aussi appelé « cordon ». Les procédés de fabrication les plus utilisés sont le conditionnement par « pick and place », substrat-substrat, et par transfert de film. Les cordons sont toutefois la principale cause des sources de gaz et de rupture mécanique. Divers types de scellements (anodique, verre frité, thermo-compression, eutectique, en phase liquide TLP) ont alors été développés pour limiter ces inconvénients. En 2008, le scellement utilisant le verre (anodique et verre frité) représentait 80% des encapsulations sous vide à cause de la maturité de cette technologie et de la rigidité du joint [Farrens 2008]. Cependant, lorsque l'isolation électrique n'est pas nécessaire, ce scellement peut être progressivement remplacé par les collages par thermo-compression, eutectique ou en phase liquide qui possèdent une meilleure maîtrise du niveau de vide. En effet dans ce cas, on peut réduire la largeur des cordons d'au moins 40% atteignant 100 μm de large. Ces joints métalliques permettent ainsi une meilleure densification de la puce et une diminution de son coût de fabrication [Hsu 2012, Antelius 2013, Patrice 2012, Fraux 2011].

Les MEMS encapsulés doivent pouvoir communiquer vers l'extérieur. La transmission des signaux du dispositif vers une autre puce s'effectue généralement par des connections électriques. Elles peuvent être verticales d'une part, en traversant le substrat MEMS ou le capot, ou d'autre part,

horizontales à la surface du substrat ou enterrées (Figure 1-1). Les connectiques verticales sont habituellement appelées vias, ou TSV (« Through Silicon Vias »), tandis que pour celles horizontales, on parle généralement de pistes. Les connectiques verticales présentent l'avantage d'avoir de meilleures performances électriques, un meilleur compactage des connectiques et un meilleur contrôle de l'atmosphère dans la cavité, malgré un coût de production plus élevé (augmentation de 50%) [Fraux 2011, Rouzaud 2011].

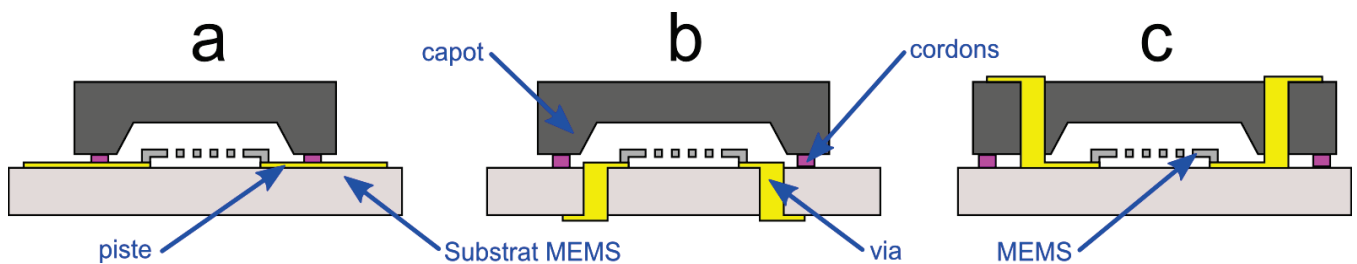


Figure 1-1 : Différents types de connectiques du MEMS encapsulé vers l'extérieur : a) pistes horizontales, b) vias à travers le substrat, c) vias à travers le capot

Une fois le MEMS encapsulé et les connexions effectuées, la puce est généralement protégée par un sur-moulage plastique. Le plastique est injecté sous une pression élevée atteignant les 100 bars et à une température avoisinant les 200°C [Gervais 2012, Rouzaud 2011]. Cette étape est généralement un verrou technologique pour les encapsulations en couche mince de type couche sacrificielle et par transfert car elles sont mécaniquement peu résistantes.

1.2 Quelques éléments en revue sur le conditionnement de MEMS

➤ En France

La France possède de nombreuses centrales académiques de technologie (FEMTO-ST, IEMN, LAAS, FMNT-INAC, Leti, LPN, ESIEE, IEF) qui travaillent sur les thématiques de la micro-fabrication. Parmi elles, seuls quelques laboratoires (LAAS, ESIEE, Leti) ont publié des travaux sur le scellement et l'encapsulation avant 2004. Le LAAS et l'ESIEE ont notamment développé le scellement direct et anodique [Benarama 1994, Bourouina 1997]. L'ESIEE a effectué des travaux avec la société TRONIC'S Microsystems pour réaliser l'encapsulation d'un résonateur sous vide par le scellement de substrat

[Gigan 2002]. Le Leti a quant à lui réussi à mettre en œuvre un procédé d'encapsulation au niveau du substrat dont le niveau de vide était conservé pendant plus de 6 mois à une pression inférieure à 0,1 Pa [Caplet 2003]. La mise en place du réseau national des grandes centrales de technologie française RENATECH (FEMTO-ST, IEMN, LAAS, FMNT-INAC, LPN, IEF) avec le Leti a favorisé la mutualisation des savoirs et l'amélioration de la qualité des équipements grâce au lancement du programme RTB (Recherche Technologique de Base) en 2003. Elles possèdent maintenant les équipements nécessaires pour réaliser un scellement. Mais le savoir-faire lié à ce type de procédé est très grand et il est difficile de transporter en totalité ces technologies d'un laboratoire à un autre.

Des équipes du LAAS travaillent actuellement sur le scellement Si-Si [Tahir 2011], le remplissage de vias par un polymère chargé [Altar 2012] et l'encapsulation en polymère [Tarrieu 2012].

Le conditionnement par polymère est aussi étudié au laboratoire du l'IMS avec un intérêt particulier à la fiabilité de l'encapsulation [Deshayes 2011]. Compte tenu de ces résultats, plusieurs matériaux thermoplastiques dédiés au packaging sont en cours de développement (projet MICROPLAST).

A l'IEMN, les polymères sont aussi utilisés pour des cordons de scellement avec un capot lui aussi constitué d'un polymère ou d'un substrat-capot en verre ou Si [Seok 2013, Seok 2010, Seok 2008a, Kim 2012b]. L'équipe dirigé par M. Rolland a notamment réussi le transfert de capot mince en BCB [Seok 2012b, Kim 2012a, Kim 2010, Seok 2006a] et a obtenu une encapsulation hermétique par le dépôt conforme d'une couche de nitrure à la surface du boîtier [Seok 2007]. Une légère modification de ces encapsulations a aussi permis de réaliser des filtres de bandes passantes [Seok 2012b]. L'intégration 3D de micro-dispositifs a par ailleurs permis une densification de la puce en élaborant par exemple une antenne sur la face inférieure du capot [Herth 2011].

Le CEA poursuit son étude sur l'encapsulation hermétique par les procédés de conditionnement substrat-substrat [Garnier 2011] d'une part et d'autre part par couche sacrificielle [Saint-Patrice 2012]. Des études sur l'encapsulation substrat-substrat sont aussi réalisées sur l'adhésion et la maîtrise du niveau de vide des scellements (anodique, thermo-compression et TLP) [Nicolas 2012, Garnier 2012, Tenchine 2011, Ferrandon 2010, Volpert 2009, Gueguen 2008, Taibi 2006, Caplet 2003], sur le passage des vias [Henry 2008] et les getters [Tenchine 2011, Saint-Patrice 2012]. Un procédé d'encapsulation substrat-substrat avec notamment le scellement Au-Sn et l'utilisation de vias dans le substrat a permis d'obtenir des rendements de fabrication de 95%, avec une herméticité

atteignant $10^{-12} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ et une résistance mécanique de 70 MPa [Garnier 2011, Ferrandon 2010]. Ce conditionnement présente toutefois un coût, un encombrement et un budget thermique élevés. Des réductions du coût (30%) et de l'encombrement (60%) peuvent être envisagées en élaborant l'encapsulation par les procédés de couches sacrificielles [Saint-Patrice 2012, Rouzaud 2011]. Le choix des matériaux et la géométrie des capots permettent maintenant de répondre aux problématiques de la résistance mécanique nécessaire pour le sur-moulage et de l'herméticité [Gervais 2012, Billard 2010, Rouzaud 2011, Saint-Patrice 2012].

Enfin la société ST Microelectronics a notamment effectué une étude sur la fiabilité des encapsulations et plus particulièrement, l'effet des sollicitations mécaniques sur les scellements métalliques et sur les interconnexions. A partir de mesures expérimentales (essais de chute, de flexion, de fatigue, nano-indentation), une modélisation a pu être effectuée [Le Coq 2010, Roucou 2010]. Elle a permis notamment de prédire la durée de vie des scellements [Le Coq 2010]. La surface de collage des joints a par ailleurs été diminuée d'un facteur 3 en remplaçant le scellement anodique par la thermo-compression Au-Au. On obtient ainsi une réduction de l'encombrement et du coût de fabrication. De plus, la surface des pads de micro-câblage est réduite de 20 à 30% [Fraux 2011].

➤ En Europe

En Europe, de nombreux centres de recherches sont concernés par cette problématique et notamment l'Angleterre, la Suède, la Belgique, la Suisse et l'Allemagne.

Au Royaume-Uni, l'encapsulation hermétique substrat-substrat utilisant un scellement anodique a pu être obtenue et répond même à la norme militaire MIL-STD 883D en termes d'herméticité et de résistance mécanique [Lorenz 2011, Marinis 2005]. Une encapsulation plus intégrée et montrant une compatibilité de fabrication élevée est obtenue en scellant un film d'aluminium anodisé avec de l'indium [Marinis 2011]. Enfin, les procédés de transfert ont récemment été utilisés en sacrifiant le substrat donneur pour notamment fabriquer des interrupteurs [Guerre 2010]. Des recherches menées par Gu & *al.* ont notamment mené à une solution innovante de remplissage de vias par des billes à base d'étain, d'argent et de cuivre [Gu 2010].

D'autres solutions innovantes pour remplir des vias ont aussi été reportées par le laboratoire KTH en Suède en utilisant du wire bonding ou des fibres de nickel magnétique auto-assemblées [Fischer 2010, Fischer 2012]. L'équipe de Stemme a aussi caractérisé les scellements adhésifs (BCB) [Nicklaus 2006, Oberhammer 2003] et eutectique (Si-Au) [Gradin 2009, Braun 2010] pour le transfert de

dispositifs par gravure du substrat donneur [Haasl 2003], par couche sacrificielle [Gradin 2009, Braun 2010] ou par contrainte de cisaillement [Forsberg 2011].

En général, l'encapsulation permettant de protéger le MEMS lors de l'étape de découpe est permanente, ce n'est toutefois pas toujours le cas. Ainsi, l'IMEC a développé une encapsulation temporaire en parylène pour que les dispositifs puissent résister à la découpe, puis celle-ci est ensuite éliminée [Wen 2011]. Des encapsulations plus classiques de type substrat-substrat ont aussi été développées avec un scellement Cu-Sn et le passage des connectiques dans le capot [Pham 2011, Pham 2010]. De nombreux scellements notamment le collage In-Au nécessitent le contrôle de la diffusion des espèces d'Or et d'Indium en empêchant la diffusion à température ambiante mais pas lors du scellement. Zhang & *al.* recommandent d'intercaler une couche de titane entre les films d'or et d'indium par exemple [Zhang 2008].

Le scellement Au-In a aussi été étudié en Suisse. Des cordons inférieurs à 5 µm d'épaisseur ont aussi été utilisés et ce, grâce à une structuration des cordons rugueux [Straessle 2012, Straessle 2011]. D'autres scellements (Au-Sn, Si-SiO₂) ont aussi été étudiés et utilisés pour l'encapsulation substrat-substrat [Kuhme 2011] ou le transfert de dispositifs. Ce transfert peut être effectué en sacrifiant le substrat [Guerre 2010] ou un film [Abelé 2007], ou encore la gravure de la couche sacrificielle par un laser traversant le substrat [Grund 2008]. Un procédé d'encapsulation sous vide à faible budget thermique a également été possible par l'utilisation des getters TiZr qui peuvent être activés à partir de 200°C [Benvenuti 1997].

En Allemagne, la fabrication d'encapsulation sous vide (1 à 30 mbar) et sans getter a cependant été élaborée par une couche sacrificielle en polymère fluoro-carboné [Reuter 2009] ou le scellement d'un substrat par des cordons de verre fritté [Knechtel 2005].

En dehors de l'Europe, les deux autres régions du monde les plus impliquées dans l'amélioration des procédés d'encapsulation sont l'Amérique du Nord et l'ouest Asiatique (Japon, Malaisie, Corée).

➤ En Amérique du Nord

Les Etats-Unis possèdent de nombreux laboratoires travaillant sur les thématiques du conditionnement dont les principaux sont ceux du Michigan (University of Michigan, Ann Arbor), Massachussets (Massachusetts Institute of Technology, Cambridge), New York (Rensselaer Polytechnic Institute, Troy) et Californie (Stanford University, Stanford).

Dans le Michigan, le packaging peut bien évidemment être mis en œuvre par le scellement de substrat avec une maîtrise moyennement contrôlée du niveau de vide (1.10^2 à 2.10^2 Pa) [Mitchell 2008, Spark 2003, Spark 2005, Spark 2006]. Si une herméticité de meilleure qualité est nécessaire, on peut y installer des getters à base d'aluminium (50 Pa), de chrome (10 Pa), ou les NanoGetter™ (0,1 Pa) [Spark 2006]. Les boîtiers peuvent ainsi être des films minces qui sont transférés par couche sacrifiée [Stark 2006, Kim2007], ou par le changement de phase d'un matériau [Welch 2008t].

Une autre technique développée en Californie permet de transférer des capots par couche sacrifiée et des agrafes [Millano 2001]. L'encapsulation hermétique de type substrat-substrat a pu être mise en œuvre avec le scellement Au-In (10^{-9} Pa.m³.s⁻¹) [Ferenc 2006] dans le but de remplacer le scellement à base de plomb [Huang 2006]. Candler & al. ont aussi réussi à maintenir 0,1 Pa dans la cavité pendant plus d'un an sans utiliser de getter [Candler 2005].

A New York, de nombreuses études ont concerné le scellement In notamment en contrôlant l'épaisseur d'oxyde [Kim 2007, Schoeller 2005, Liu 2005]. La gravure de cet oxyde permet notamment d'augmenter la rigidité mécanique du scellement d'un facteur 4 [Sakuma 2007]. D'autres équipes ont développé des procédés de fabrication par thermo-compression Cu-Cu à basse température (200°C) [Wang 2009, Wang 2007] ou un collage simultané du cuivre et du BCB pour de l'empilement 3D (« underfill ») [McMahon 2008].

Une étude poussée a été menée sur le scellement par thermo-compression dans le Massachusetts. Elle traite principalement du collage Au-Au [Stamoulis 2005, Tsau 2003] et Cu-Cu [Tadepalli 2007, Reif 2002, Lane 2000].

➤ En Asie

Un des principaux pays asiatiques menant des recherches sur le conditionnement de MEMS est le Japon. Le capot peut bien évidemment être un substrat [Tanaka 2010] ou un film libéré par couche sacrificielle [Shimooka 2008], mais aussi un film mince que l'on transfère grâce à un système d'agrafes et de couche sacrificielle [Onoe 2007, Onoe 2008]. Divers types de scellements hermétiques sont maîtrisés dont notamment le scellement par fusion [Wang 2011, Takagi 2002], par thermo-compression [Ishida 2012, Higurashi 2009, Shigetou 2009], ou par TLP [Yamamoto 2011, Tanaka 2010]. Pour améliorer la conservation du vide tout en assurant un faible budget thermique, des matériaux getters NEG (« Non Evaporable Getter ») sont activés par laser [Tanaka 2010]. Le passage des connectiques s'effectue alors par l'élaboration de vias. La gravure des flancs peut être inclinée

(gravure isotropique) [Tanaka 2010] ou verticale (rapports d'aspect > 10) obtenue soit par gravure DRIE [Motoyoshi 2009, Tominaga 2010], soit par anodisation dans le cas de l'aluminium [Tao 2004]. Le via est ensuite rempli grâce à un substrat amorçant le dépôt électrolytique. Aussi, si l'aplanissement des vias par polissage mécano-chimique impose des efforts mécaniques trop importants pour atteindre une vitesse de réalisation élevée, il peut être remplacé par un polissage électro-mécano-chimique sans contact [Tominaga 2010].

En Corée, le capot est souvent un substrat aminci [Choa 2009, Yuan 2008, Kwon 2009, Chung 2007, Kim 2006, Park 2005]. Les procédés de transfert par couche sacrificielle ont déjà été utilisés pour des dispositifs tels que les TFT. Son application devrait pouvoir s'élargir dans un futur proche au domaine de l'encapsulation [Lee 2011]. Pour le conditionnement, des scellements hermétiques et mécaniques résistants sont élaborés par collage anodique [Yuan 2008], fusion de bump d'indium [Chu 2004], thermo-compression [Kwon 2009, Park 2005] ou TLP [Choa 2009, Chung 2007, Kim 2006].

De nombreux scellements ont aussi été étudiés en Malaisie suivant divers critères dont notamment la résistance à la rupture, et l'herméticité tels que le collage par fusion (Si-Si ou SiO₂-SiO₂) [Tan 2011, Wei 2006], anodique [Wei 2006], la thermo-compression (Cu-Cu, Au-Au) [Lim 2010, Sharma 2009, Fan 2012a, Fan 2012b, Fan 2011, Zhang 2007, Chin 2006], TLP (In-Sn, Ag-In, Cu-Sn) [Yu 2009, Choi 2009, Choi 2008, Yan 2008, made 2008, Fan 2012a, Nai 2008]. Pour s'affranchir des problèmes d'oxydation de surface, une couche d'or peut être déposée [Choi 2008] ou de manière plus originale par un traitement à l'alkanethiol [Lim 2010]. L'adhésion du scellement peut être augmentée d'au moins 30% en insérant des nano-tubes de carbone dans les cordons [Nai 2008]. Cette technique est aussi utilisée pour rigidifier le conditionnement que ce soit pour un encapsulation substrat-substrat ou par couches sacrificielles [Husaini 2010, Hamzah 2010].

1.3 Présentation de l'articulation du manuscrit

Les récents développements décrits dans la section précédente ont permis une évolution notable dans les procédés d'encapsulation de microsystemes ces dernières années notamment en proposant une encapsulation par transfert de capots au niveau du substrat. Contrairement aux techniques de fabrication classiques, cette nouvelle approche présente l'avantage de ne nécessiter aucune étape technologique sur les dispositifs à encapsuler à l'exception de la soudure finale et de réduire les coûts de fabrication. Cependant, une encapsulation hermétique par transfert de film n'a pour le moment jamais été obtenue. Cette étude développée, en collaboration avec la société KFM

Technology et le laboratoire de recherche IEF (Institut d'Électronique Fondamentale), a ainsi pour objectif de lever ce verrou technologique. C'est aussi le sujet de la thèse que je vais présenter ici.

Le chapitre 2 fait l'objet d'une étude bibliographique des procédés de conditionnement de micro-dispositifs. Les techniques d'encapsulation, de soudure et de passage des connectiques décrites dans la littérature sont exposées. Enfin, de nouveaux concepts d'encapsulation hermétique que nous avons choisi de développer sont succinctement présentés.

Le chapitre 3 est dédié à l'élaboration des boîtiers. Il comprend l'étude des étapes principales au bon déroulement de notre procédé de fabrication telles que la couche à adhésion contrôlée, celle permettant le passage des connectiques et enfin celle jouant le rôle de support mécanique (capot).

Le chapitre 4 est consacré au transfert des boîtiers et à leur caractérisation. Les étapes d'élaboration des capots sont alors ajustées pour améliorer le rendement de transfert. Un nouveau scellement or-indium par thermo-compression a été développé dans notre équipe pour répondre aux exigences en termes d'herméticité et d'adhésion. Le collage parylène qui a aussi été étudié durant cette étude offre à un moindre coût une bonne solution aux applications moins exigeantes dans ces domaines (herméticité et adhésion).

Enfin dans une conclusion, je présenterai de manière très synthétique les principaux résultats obtenus et les perspectives entrevues de ce travail.

2 Technologies d'encapsulation

Les MEMS sont employés dans divers domaines (médical, militaire, spatial ...) et leur encapsulation doit donc répondre à de nombreuses exigences : bio-compatibilité, herméticité, résistance chimique De ce fait, un grand nombre de techniques d'encapsulation sont en cours de développement pour améliorer le conditionnement (miniaturisation, coût, compatibilité des procédés de fabrication ...) en fonction des couples possibles (dispositifs et exigences du domaine d'application). Nous décrirons ici les méthodes les plus utilisées dans la littérature sachant que les principaux développements ont souvent lieu dans le domaine industriel, ce qui rend difficile l'accès à ces différents procédés.

2.1 Les différentes techniques les plus fréquemment utilisées

2.1.1 Pick and Place

La technique de conditionnement, la plus répandue au niveau du substrat, est l'encapsulation puce par puce (« P&P : Pick and Place ») ou encapsulation à l'échelle de la puce (« CSP : Chip Scale Packaging ») (Figure 2-1)

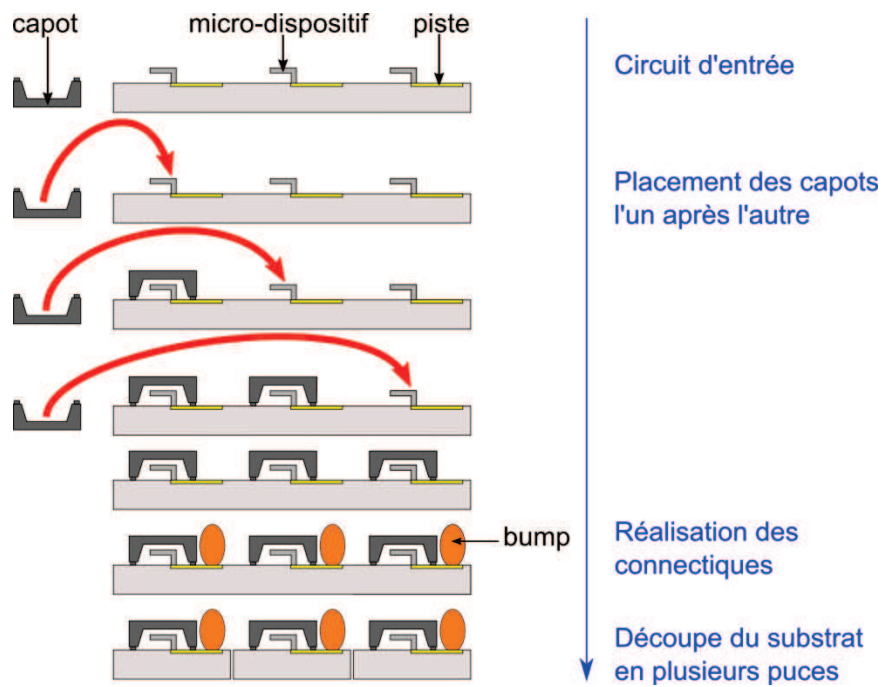


Figure 2-1 : Principe du procédé d'encapsulation puce par puce

Ce procédé consiste à reporter individuellement un capot protecteur sur chacun des dispositifs avant la découpe [Goetz 2002, Gessner 2002, Jourdain 2005]. Lorsque tous les microsystèmes sont encapsulés, le substrat est enfin découpé pour séparer les puces. En général, les capots sont soit en verre soit en silicium. Ici, seules les puces non-défaillantes sont encapsulées.

Malgré une recherche constante d'amélioration de cette solution technologique, cette dernière reste difficilement compatible avec les contraintes d'herméticité, de dimension et de coût de production [Chung 2007]. D'une part, les machines d'encapsulation puce par puce rendent difficile l'obtention d'une cavité sous vide (ou sous atmosphère contrôlée) et d'autre part, la micro-manipulation nécessite des capots relativement encombrants pour qu'ils puissent être saisis et reportés sans être détériorés. De plus, le positionnement des capots s'effectue un à un sur chaque dispositif, ce qui rend l'encapsulation de l'ensemble des dispositifs longue, délicate, et peu précise. Ces difficultés impliquent un coût final élevé des puces encapsulées. Cette contrainte économique a limité l'utilisation de cette technologie jusqu'à la fin des années 90.

A présent, il est préféré une technologie d'encapsulation collective consistant à reporter, en une seule étape, tous les capots sur l'ensemble du substrat. Les procédés les plus utilisés sont l'encapsulation substrat-substrat, par couche sacrificielle et par transfert de capots.

2.1.2 Substrat - substrat

L'encapsulation collective au niveau zéro substrat-substrat (« wafer-wafer ») a vu le jour au début des années 2000. Une fois les cavités micro-usinées sur le substrat-capot et les micro-dispositifs fabriqués, les cavités et les microstructures sont alors alignées puis scellées. Les puces encapsulées sont enfin séparées [Oberhammer 2003, Riley 2003, Lee 2003] (Figure 2-2).

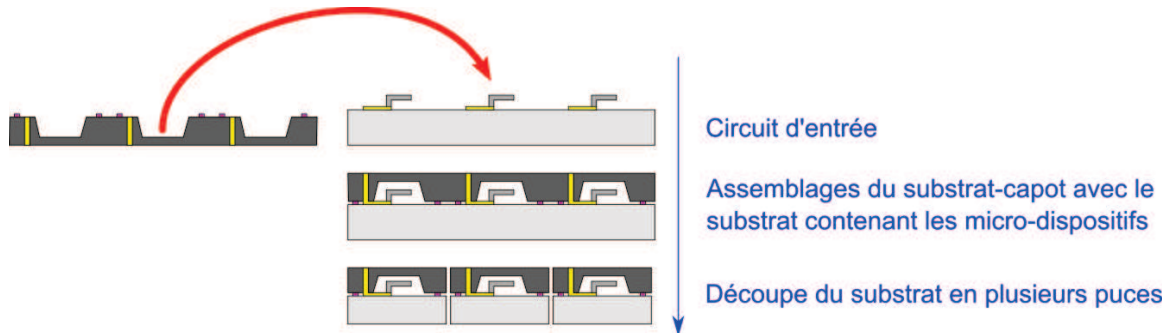


Figure 2-2 : Principe du procédé d'encapsulation substrat-substrat

Cette méthode permet de lever un certain nombre de verrous technologiques dans les domaines d'herméticité, de rendement et de coût [Xu 2010]. C'est ainsi la technique la plus répandue pour l'encapsulation au niveau du substrat [Oberhammer 2003] mais des études sont encore effectuées pour améliorer le remplissage de vias, l'herméticité, et la soudure de substrat [Tanaka 2010, Lietaer 2011, Kuhne 2011, Ko 2011, Yoon 2011, Fan 2012a, Fan 2012b, Huang 2006].

Cependant, cette technique ne permet pas de réaliser une encapsulation localisée, contrairement à l'encapsulation puce par puce. De plus, le passage des connectiques, qui se fait en général à travers le capot ou le substrat contenant le MEMS, est relativement encombrant, complexe et coûteux à mettre en œuvre (§2-3). Si l'herméticité n'est pas indispensable, un joint polymère peut être utilisé, permettant d'obtenir des coûts très avantageux [Y.Kim 2008, Seok 2012a]. La gravure localisée du substrat-capot après le scellement permet une localisation des capots. Le passage des connectiques peut alors se faire de manière horizontale en évitant ainsi le remplissage des vias. Une encapsulation hermétique avec joint polymère est alors rendue possible par le recouvrement de l'encapsulation par une couche isolante et hermétique. [Oberhammer 2004]. Si l'épaisseur du substrat doit être de l'ordre de la dizaine de micro-mètres, on effectue un amincissement du substrat-capot avant sa structuration [Kuo 2008, Pham 2011, Nicklaus 2006]. Cette technologie est cependant relativement fastidieuse (Figure 2-3).

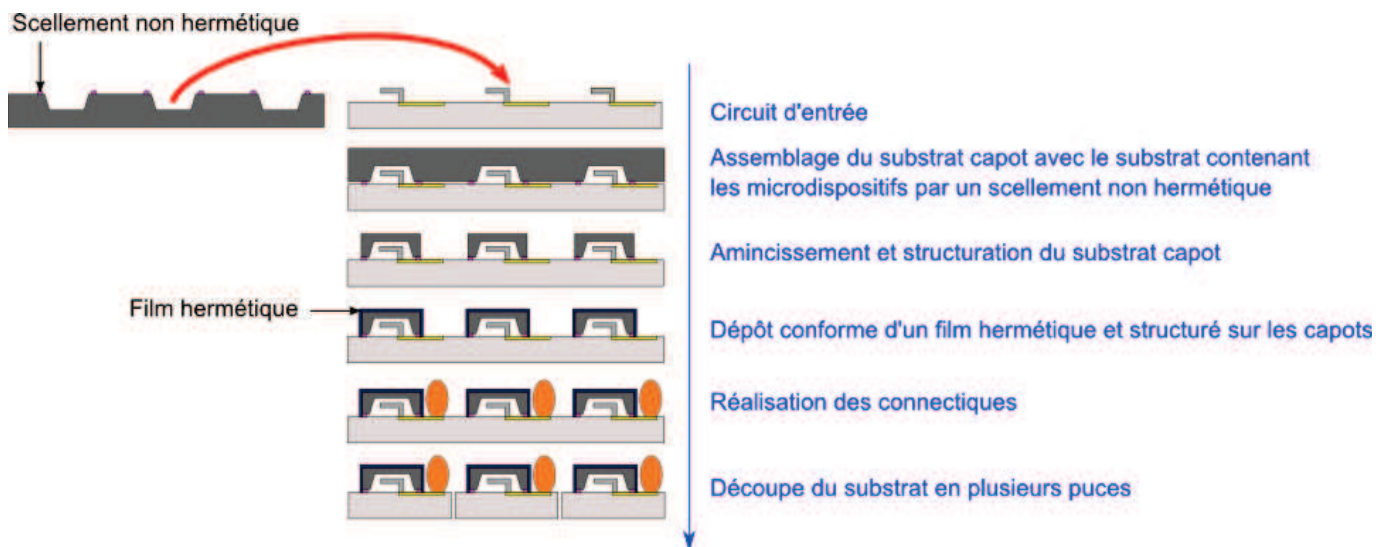


Figure 2-3 : Principe du procédé d'encapsulation hermétique substrat-substrat avec scellement non hermétique et capots amincis et localisés

2.1.3 Encapsulation par film mince

Dans la technologie précédente, le matériau du capot est très souvent du silicium. Ce matériau peut devenir aussi fonctionnel si on utilise maintenant un film mince pour le constituer. Il faut alors pouvoir le structurer et le désolidariser du substrat support (partiellement ou totalement en fonction de la technologie). De plus, le conditionnement par film mince (« WLTFP : Wafer Level Thin Film Packaging ») permet une diminution de l'encombrement et une diminution du coût de production d'au moins 30% [Rouzaud 2011, Saint Patrice 2012, Fraux 2011]. Ce paragraphe présente les deux technologies les plus utilisées : l'encapsulation par couche sacrificielle et par transfert de films.

2.1.3.1 Encapsulation par film mince avec une couche sacrificielle

Cette technologie d'encapsulation est très souvent présentée dans la littérature sans pour autant être utilisée dans l'industrie à cause de ses mauvais rendements de fabrication et mauvaise compatibilité avec les autres procédés de fabrication. Elle consiste à d'abord déposer une couche sacrificielle (couche qui a pour vocation d'être éliminée à la fin du procédé) sur les structures à encapsuler. Puis le film mince protecteur constituant le capot est déposé sur cette couche sacrificielle. En aménageant des accès à travers le capot, les micro-systèmes et le capot sont libérés en gravant la couche sacrificielle. La fabrication de micro-dispositifs encapsulés est achevée une fois



Figure 2-4)



Figure 2-4 : Principe du procédé d'encapsulation par couche sacrificielle

Ce procédé de fabrication présente ainsi l'avantage d'être collectif, localisé et compatible avec des boîtiers de quelques micro-mètres carrés. L'élaboration des capots se fait alors directement sur le substrat contenant les dispositifs. Cette technologie évite ainsi toute étape de scellement qui est souvent un point critique en termes de résistance mécanique et d'herméticité du boîtier.

La pression dans la cavité ($> 10^2$ Pa) est en général relativement élevée, à cause du dégazage des résidus restants de la couche sacrificielle habituellement organique (résine ou polymère fluorocarboné). Ce matériau est en effet généralement préféré pour des raisons de facilité de mise en œuvre et de compatibilité [Stark 2006, He 2006, Monajemi 2006, He 2007, Reuter 2009]. Il peut s'agir également de la silice, assurant ainsi une meilleure herméticité (1 Pa) au détriment d'un coût plus élevé et d'une compatibilité plus faible [Guckel 1991, Candler 2005].

Le principal verrou technologique de cette méthode reste toutefois la gravure de la couche sacrificielle [Hamzah 2008]. Cette étape ne doit pas altérer les micro-systèmes et la couche poreuse. Il faut donc s'assurer de la grande sélectivité entre la couche sacrificielle et les matériaux employés pour les micro-dispositifs encapsulés et la couche poreuse. Dans la plupart des cas, le capot est un isolant électrique, tel que le nitrure de silicium (Si_3N_4) ou la silice (moins bonne herméticité que Si_3N_4) [Obata 2008, Shimooka 2008, Kojima 2009, Reuter 2009] mais aussi certaines fois de l'alumine [He 2006], du parylène [Gonzalez 2008], du carbure de silicium [Zhang 2013] ou du diamant [Zhu 2006]. Des matériaux conducteurs peuvent aussi être plus marginalement utilisés comme le silicium [He

2007, Abele 2008, Hamzah 2010], le nickel [Stark 2006], le chrome [Lee 2010], ou l'or [Gallant 2005]. Les accès à travers cette couche peuvent se faire par des pores sur les faces horizontales ou verticales. Les accès par le dessus diminuent le temps de la gravure de la couche sacrificielle au détriment de la rigidité du capot. La dimension des pores varie de 10 nm à 100 µm suivant les techniques utilisées. Les plus petits accès sont obtenus par anodisation de l'aluminium [He 2006, Zekry 2011]. Cette technique nécessite toutefois d'utiliser des solutions très agressives telles que l'acide oxalique et d'appliquer des champs électriques pouvant détériorer les micro-systèmes. Il est aussi possible de structurer les pores à partir d'une étape de lithographie (électronique, UV). Mais, on utilise généralement des pores dont le diamètre est de l'ordre du micro-mètre à la dizaine de micro-mètres pour obtenir un temps de gravure de la couche sacrificielle puis bouchage des pores et résistance mécanique du capot perforé compatibles avec les exigences nécessaires de l'industrie [Abele 2008, Shimooka 2008, Obata 2008, Gervais 2012]. Malgré une optimisation de la géométrie du capot et des pores, le capot en films minces libérés possède toutefois une résistance mécanique défavorable (flambement, résistance aux chocs) à l'encapsulation de grande surface ($> 1 \text{ mm}^2$) [Kojima 2009, Shimooka 2008, Zaal 2010]. Si la gravure de la couche sacrificielle est effectuée en phase liquide, cela peut alors provoquer le collage (« stiction ») de parties libérées sur le substrat ou le capot. La gravure en phase vapeur est bien sûr recommandée pour éviter ce phénomène mais elle est plus longue et plus coûteuse.

Une fois la couche sacrificielle éliminée, il faut alors reboucher les accès de la couche poreuse afin de rendre le capot étanche et hermétique. Le matériau utilisé est, en général, du Si_3N_4 élaboré en CVD, pour des raisons de rapidité et facilité de mise en œuvre (dépôt conforme). Il assure également l'isolation électrique, la résistance mécanique, et l'herméticité [Obata 2008]. Cependant, cette technique souffre d'un mauvais contrôle de l'atmosphère de la cavité scellée (gaz utilisé pour le dépôt, pression résiduelle élevée). Un dépôt de quelques nanomètres est également observé à l'intérieur de la cavité [Tenchine 2012, He 2006]. Pour éviter ces phénomènes, le dépôt chimique en phase vapeur peut être remplacé par l'évaporation [Fang 2008] ou la pulvérisation de film [Hamzah 2008, Hamzah 2010, Monajemi 2006]. Une technique moins répandue consiste à transférer des bumps sur la couche poreuse pour rendre le capot hermétique [Stark 2006]. Après l'encapsulation du MEMS, un dépôt complémentaire d'un métal ou d'un polymère peut être effectué pour rigidifier le capot lui permettant de résister aux hautes pressions (100 bars) et d'améliorer l'herméticité [Stark 2006, Hamzah 2008, Husaini 2010].

2.1.3.2 *Transfert de films*

Durant cette thèse, notre étude a porté sur la réalisation d'une encapsulation hermétique par transfert de films. Présentons succinctement ce principe d'encapsulation et les principales étapes associées.

Cette méthode consiste à reporter des capots individualisés de manière collective par l'utilisation de deux substrats (Figure 2-5). Sur le substrat moule (ou substrat donneur), les boîtiers protecteurs sont élaborés. Ce substrat est ensuite aligné avec le substrat présentant les micro-dispositifs à encapsuler (ou substrat receveur). Après avoir mis en contact et scellé les capots sur le substrat receveur, le substrat moule est enfin retiré laissant les capots reportés au dessus des structures.

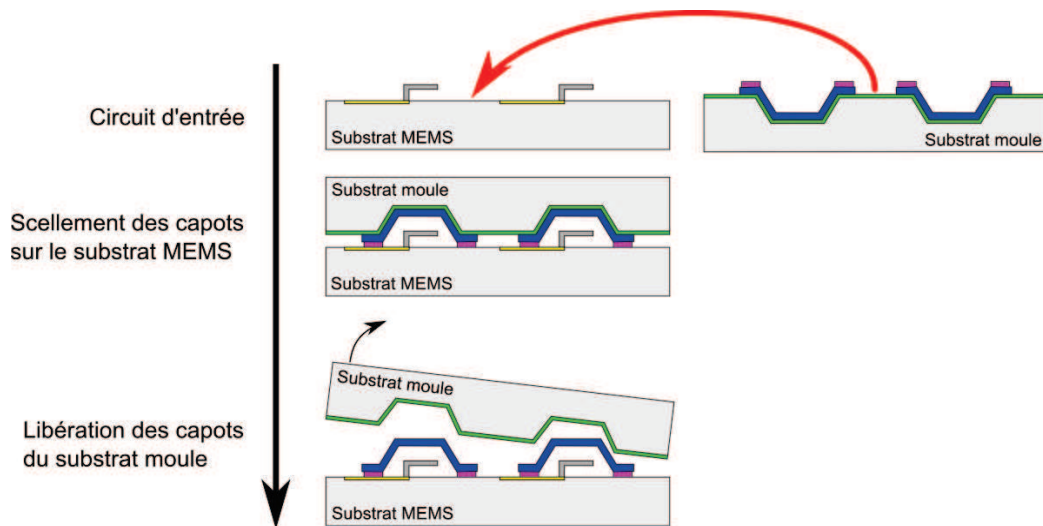


Figure 2-5 : Principe du conditionnement par transfert de films

Cette technologie rassemble globalement tous les avantages de celles reportées précédemment. La fabrication de capots est ainsi indépendante de celle des micro-structures à encapsuler, à l'exception de l'étape de collage. Il est alors possible de regrouper des technologies (MEMS silicium, polymère, CMOS, III-V...) élaborées par des procédés de fabrication incompatibles (budget thermique, contrainte thermo-mécanique, contamination, diffusion ...). De plus, un large choix de matériaux et épaisseurs sont alors disponibles pour les différentes applications visées (optique, électrique, mécanique ...). En outre, le boîtier peut épouser les formes désirées tout en assurant une encapsulation au plus près des micro-dispositifs et limiter l'épaisseur du capot. Ensuite, les micro-structures fonctionnelles peuvent être testées avant l'étape de conditionnement sur le substrat receveur afin de localiser les micro-dispositifs défectueux. Enfin, cette technique permet une

encapsulation localisée, facilitant notamment le passage des connectiques, et collective, ce qui assure un conditionnement à faible coût.

Malgré les verrous technologiques surmontés et les commodités de cette technologie, l'encapsulation par transfert de films reste encore à l'étude dans les laboratoires académiques et industriels. La principale difficulté que cette technologie doit surmonter est la libération des capots du substrat donneur.

Les matériaux utilisés pour le boîtier sont principalement le silicium [Cohn 1996, Chen 2002] et le verre [Panchawagh 2007, Liu 2010] notamment dédié pour les applications optiques. Le conditionnement métallique est également développé dans le cas du nickel [Pan 2004, Welch 2005, Brault 2010] ou le cobalt [Chu 2003]. L'encapsulation polymère peut aussi être mise en œuvre avec du BCB [Seok 2006, Kim 2010], SU-8 [Y.Kim 2007], PerMX [Kim 2012b] et parylène [Ziegler2006], dont le dépôt d'une couche hermétique après transfert assure le contrôle de l'atmosphère dans la cavité [Seok 2007].

L'étape de soudure s'effectue le plus souvent à basse température (< 400°C) pour assurer une compatibilité entre les différentes étapes technologiques. Plusieurs équipes remplacent le scellement étain-plomb (Sn-Pb) hermétique, conducteur et nuisible à l'homme par des soudures Au-Au [Milanovic 2001], Sn-Au ou In-Au [Welch 2005, Welch 2008]. D'autres utilisent un joint de scellement hermétique et isolant obtenu par la soudure anodique Si-SiO₂ [Chen 2002, Liu 2011]. Enfin, les cordons peuvent aussi être constitués d'un polymère adhésif tel que SU8, SP-341, AZ 4620, JSR [Pan 2004], PerMX [Kim 2012b], BCB [Seok 2007] ou parylène [Kim 2007].

Aussi, plusieurs procédés peuvent être utilisés pour la désolidarisation des capots et du substrat structuré : les contraintes mécaniques de cisaillement de multi-couches, les couches sacrificielles, les fractures mécaniques, le changement de phase d'un matériau ou encore les couches à adhérence contrôlée.

Transfert par le contrôle de la contrainte de cisaillement

Lors de l'étape de scellement, une élévation de la température peut entraîner une importante contrainte de cisaillement entre deux matériaux possédant des coefficients de dilatation thermique très différents. Cette contrainte peut aller jusqu'à la désolidarisation des deux substrats. L'équipe de Pan & al. (2004) a ainsi pu transférer des capots en nickel grâce à une rupture à l'interface entre le nickel et son oxyde [Pan 2004]. La contrainte nécessaire au décollement peut aussi être obtenue en étirant le substrat donneur souple, après la soudure [Forsberg 2011].

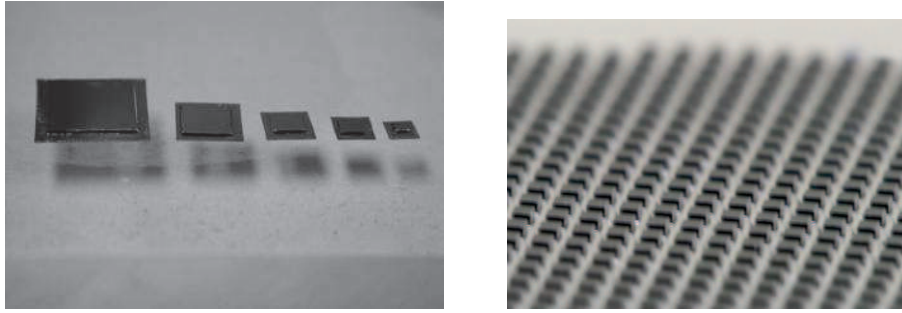


Figure 2-6 : Transfert de dispositifs par le contrôle de la contrainte de cisaillement : a) en augmentant la température [Pan 2004], et b) en étirant le substrat [Forsberg 2011]

Transfert par une couche sacrificielle

Les capots peuvent également être décollés en gravant une couche sacrificielle placée entre le substrat moule et le capot. Cette couche peut être de type céramique (verre de phosphosilicate : PSG ou silice) éliminée par de l'acide fluorhydrique (HF) dans le cas d'un boîtier en polymère [Y.Kim 2007]. Dans d'autres cas, on peut également utiliser une résine photosensible et les membranes en parylène sont alors libérées par une gravure chimique à l'acétone et l'isopropanol [Kim 2007] (Figure 2-7).

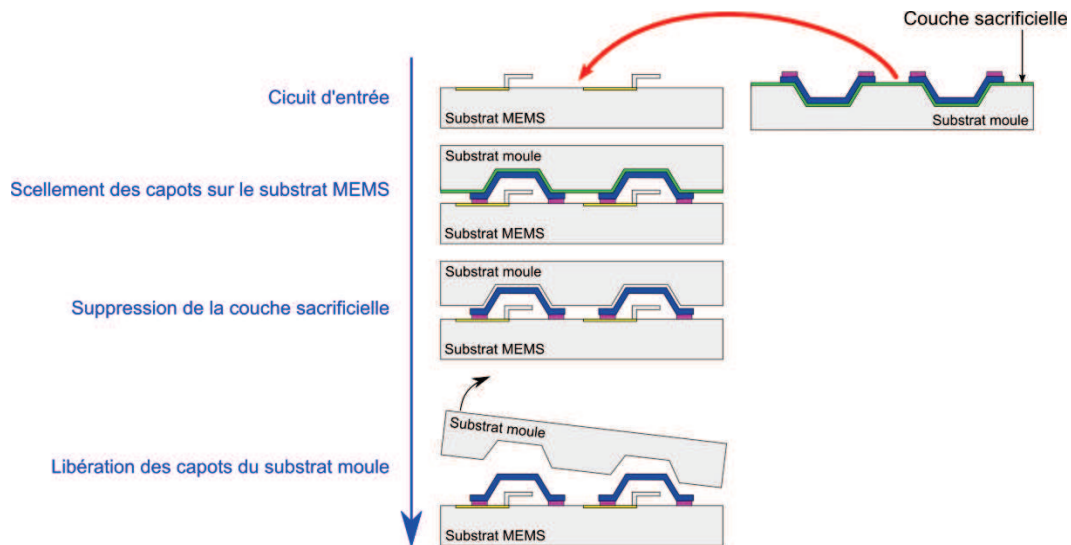


Figure 2-7 : Principe du conditionnement par transfert de films en utilisant une couche sacrificielle

Il serait peut-être osé de sacrifier le substrat moule. Cette solution plus contraignante a toutefois été étudiée (Figure 2-8). Le substrat peut être supprimé par gravure humide, par plasma, ou polissage jusqu'à une couche d'arrêt [Yang 2003, Seok 2006a, Seok 2007]. Cette couche qui peut être un semi-conducteur ou un métal (Al, Au, Ti) est ensuite éliminée [Yang 2003, Seok 2007].

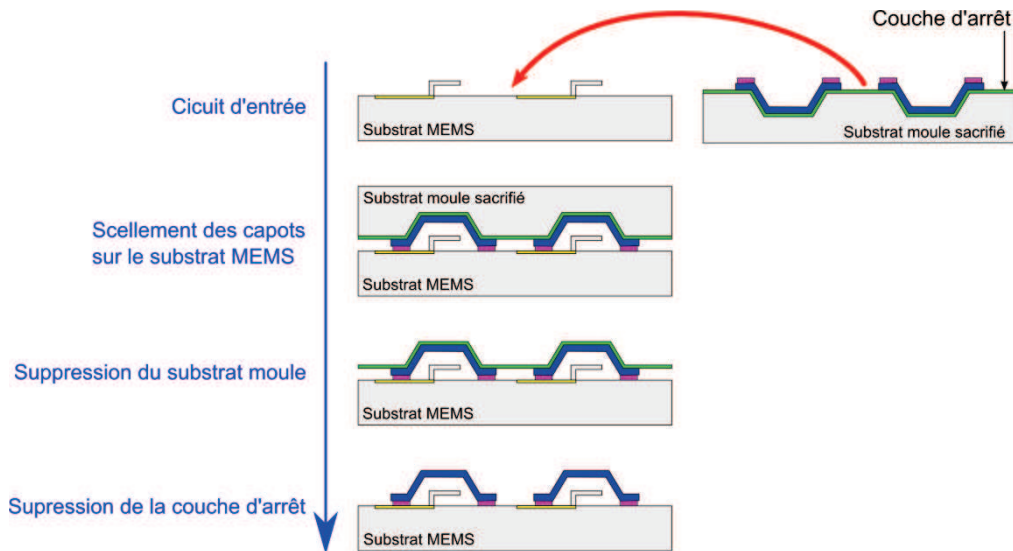


Figure 2-8 : Principe du conditionnement par transfert de film en utilisant en sacrifiant le substrat

Transfert par couche sacrificielle et fracture mécanique

Cette méthode permet de libérer les structures en utilisant plusieurs étapes technologiques combinées (Figure 2-9). Les capots sont d'abord élaborés sur la couche sacrificielle du substrat moule, et ils sont maintenus par des bras (ou agrafes). La couche sacrificielle est gravée. Le boîtier est ensuite aligné sur les dispositifs à encapsuler puis scellé. Enfin, les capots sont libérés du substrat donneur par fracture mécanique des bras [US patent 08/866954]. Dans la littérature, la couche sacrificielle est usuellement du PSG ou de la silice. Quant aux bras, ils sont généralement de la même nature que le capot par exemple en silicium [Chen 2002, Panchawagh 2007] ou de nature différente telle que des agrafes en or et des boîtiers en silicium [Milanovi 2001].

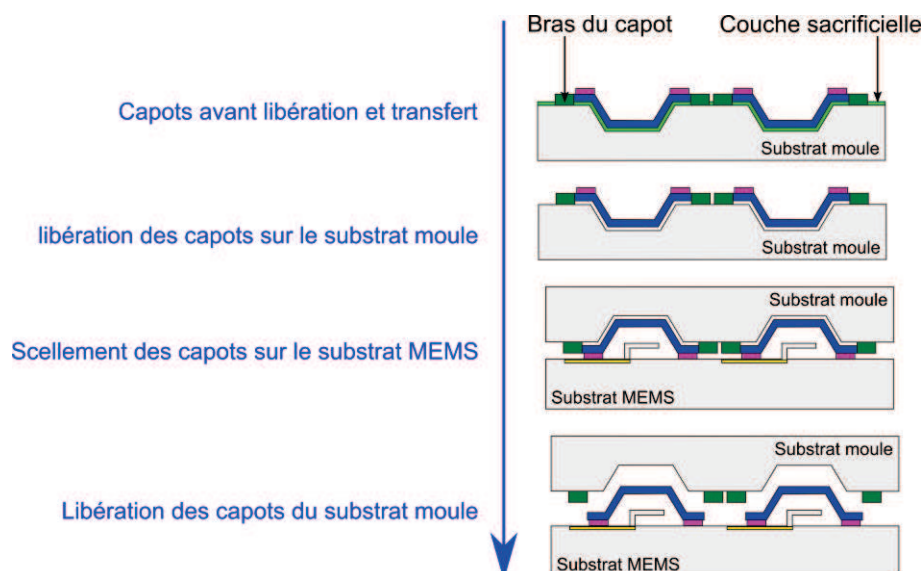


Figure 2-9 : Principe du conditionnement par transfert de film en utilisant une couche sacrificielle et des bras

Transfert par le changement de phase d'un matériau

Le changement de phase d'un matériau situé à l'interface permet de rompre l'adhésion entre le substrat donneur et le capot après la soudure. Il est possible d'utiliser un polymère (cire) dont le changement d'état a lieu à 150°C [Jourdain 2005] ou un alliage métallique (SnPb/Au/Ti) à 300°C [Welch 2005, Welch 2008]. Cependant cette technique est relativement peu employée compte tenu de la complexité, et de la présence de résidus sur le capot après libération.

Transfert par adhésion contrôlée

Parmi toutes les techniques de transfert de capots, nous nous sommes particulièrement intéressés à celle basée sur le contrôle de l'adhésion. L'adhérence entre la couche à adhésion contrôlée et le capot doit être inférieure à celle entre le capot et le substrat receveur. Cette différence d'énergie assure le transfert du capot du substrat donneur à faible énergie de surface vers le substrat receveur à plus forte énergie de surface. Si la force nécessaire à la séparation est trop importante, des ruptures cohésives peuvent apparaître et endommager l'encapsulation. L'adhérence doit cependant être suffisante pour réaliser la fabrication des boîtiers.

En général, une couche à faible adhésion est utilisée pour la réalisation de capots. Il peut s'agir d'un :

- polymère : la SU-8 (faible rendement), Octadécyltrichlorosilane (OST) [Kim 2012a, Kim 2010], PDMS [Zhang 2005], PVA [Karlsson 2010], parylène [Tan 2010], les couches fluorocarbonées de type Téflon [Kim 2007, Brault 2010] et le perfluorodécyltrichlorosilane (FDTS) [Murillo 2010],
- métal : or (Au) [Kim 2007, Fang 2006]
- oxyde métallique : oxyde de nickel (NiO) [Pan 2004].

L'optimisation du rendement de fabrication et une meilleure polyvalence avec d'autres procédés sont envisagées en ajustant l'adhésion. L'adhésion est augmentée par une élévation de la rugosité (polissage, ou gravure du substrat) [Kim 2007] due à un accroissement de la surface de contact. Une autre technique consiste à fonctionnaliser la surface de la couche de transfert par un plasma O₂ sur des polymères [Brault 2010, Zhang 2005, Tan 2010] ou par immersion de l'or dans une solution à base d'alkanethiol (CH₃(CH₂)₁₁SH) [Fang 2006].

Dans les deux cas, la nature du capot est des plus variées allant des métaux (Ni) [Pan 2004, Brault 2010], conducteur (Si) [Fang 2006], ou polymères (BCB, parylène, SU-8, PDMS) [Seok 2012b, Kim 2004, Kim 2007, Murillo 2010, Karlsson 2010].

Durant sa thèse, S. Brault avait initié le transfert de capots non hermétique par adhésion contrôlée. Nous avons développé un procédé de transfert de capots hermétique par cette technique.

2.2 Techniques de scellement

On a vu qu'il existe différentes techniques de conditionnement. A l'exception de l'encapsulation par couche sacrificielle, toutes les techniques nécessitent le positionnement et le maintien du capot sur l'élément à protéger. On recherche souvent le scellement à basse température (< 300°C) car elle permet de meilleures intégration et compatibilité des dispositifs avec les capots (contrainte thermique, précision de l'alignement, budget thermique...). La grande variété des techniques de collage entrevues dans la littérature peut être classifiée en deux types : les méthodes directes dites sans ajout de matière (§2.2.2) et celles nécessitant une couche intermédiaire (§2.2.3). La qualité du scellement est étudiée de manière quantitative et qualitative par diverses caractérisations :

- Visuelle : concentration de vide, homogénéité du cordon [Choi 2008, Sakuma 2007, Yu 2009, Liu 2006, Fan 2012b]
- Chimique : composition du joint [Choi 2008, Sakuma 2007, Yu 2009],

- Mécanique : pression d'arrachement du scellement [Choi 2009, Chu 2004, Sakuma 2007, Sasangka 2009, J.Kim 2007, Chu 2004, Fan 2012b],
- Electrique : conductivité électrique, paramètres S, [Choi 2009, Chu 2004, Seok 2012, Chang-Chien 2006, Fan 2012b],
- Thermique : conductivité thermique [Liu 2006],
- Herméticité : taux de fuite [Welch 2008, Fan 2012b, Fan 2012a, Tao 2004, Kim 2006].

Un intérêt particulier est porté aux caractérisations mécaniques et d'herméticité. Notre encapsulation doit bien évidemment répondre à la norme militaire américaine MIL-STD-883. De manière standard, l'encapsulation doit ainsi résister à une pression d'arrachement en tension supérieure à 6 MPa et posséder un taux de fuite inférieur à $5.10^{-9} \text{ Pa.cm}^3.s^{-1}$.

2.2.1 Conditions pour réaliser un scellement effectif

2.2.1.1 Etat de surface

Le scellement ne peut avoir lieu que si les deux surfaces de collage sont en contact. Bien que le substrat semble parfaitement plan à l'œil nu, il présente à l'échelle micro-métrique certains défauts. Cette condition n'est toutefois pas facile à obtenir sur l'ensemble du substrat compte tenu de l'imperfection de l'état de surface et de la présence de particules (Figure 2-10).

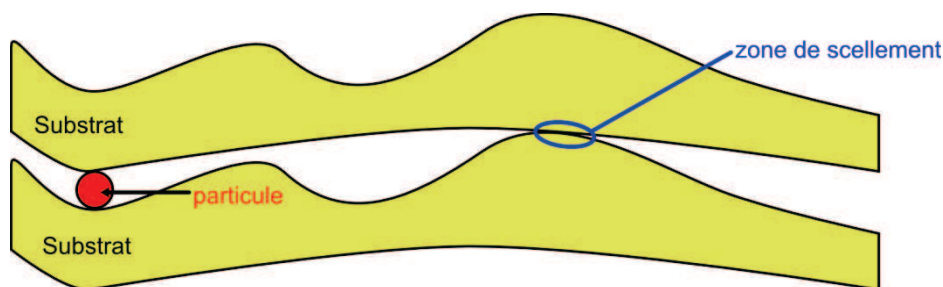


Figure 2-10 : Zone de collage de mauvaise qualité

De plus, les surfaces localement non scellées sont responsables des défauts de collage impactant sur la résistance mécanique (amorce de rupture) et l'herméticité (perméabilité, fuite). La qualité du scellement est ainsi grandement dépendante de l'état de surface. Il est communément défini par la planéité d'une part et d'autre part par la rugosité. La planéité se quantifie par la variation totale d'épaisseur (« TTV : Total Thickness Variation ») et la déviation globale par rapport à l'horizontale (« bow ») (Figure 2-11). La rugosité est généralement caractérisée par la rugosité quadratique (« RMS : Root Mean Square ») [Microchemicals 2012].

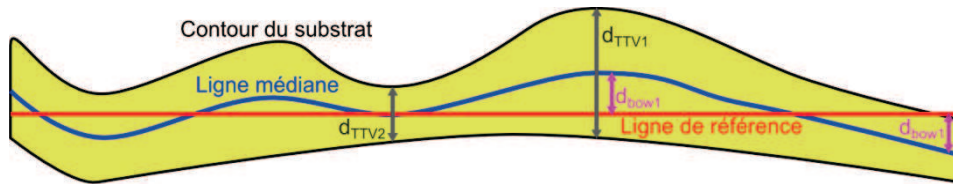


Figure 2-11 : Quantification de la planéité (TTV, bow) sur le substrat « classique »

Pour compenser ces défauts, on trouve bien évidemment, dans la littérature, différentes astuces pour aplanir les surfaces de collage. Gueguen & *al.* ont ainsi pu sceller des surfaces qui n'auraient pas pu être assemblées grâce à un polissage physico-chimique (« CMP : Chemical-Mechanical Polishing ») [Gueguen 2009]. Cette technique souffre toutefois de nombreuses incompatibilités avec les différents procédés de fabrication, compte tenu de la pression appliquée sur le substrat, du collage temporaire avec la face arrière du substrat et des solutions chimiques abrasives. Une autre solution consiste à effectuer un dépôt sur la face arrière du substrat. La contrainte de ce film sur le substrat a pour objectif de diminuer la courbure du substrat [Seok 2013]. La pression appliquée par le piston lors du scellement permet de temporairement aplanir le substrat. Cette dernière technique est la plus utilisée car elle est à la fois très efficace, facile à mettre en œuvre et non destructive pour de faibles pressions.

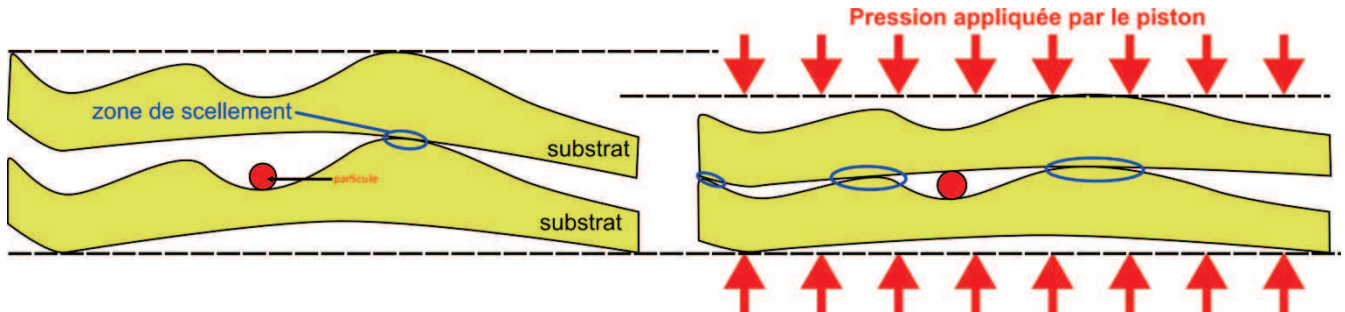


Figure 2-12 : Influence de la pression du piston sur le scellement de substrats « classique »

Une autre solution consiste à effectuer un collage localisé sur des cordons ductiles. Cette sur-épaisseur permet de compenser les défauts de scellement engendrés par la présence de particules [Lane 2000]. De plus, les cordons ductiles vont pouvoir s'écraser lors du collage et ainsi aplanir les surfaces de collages (Figure 2-13).

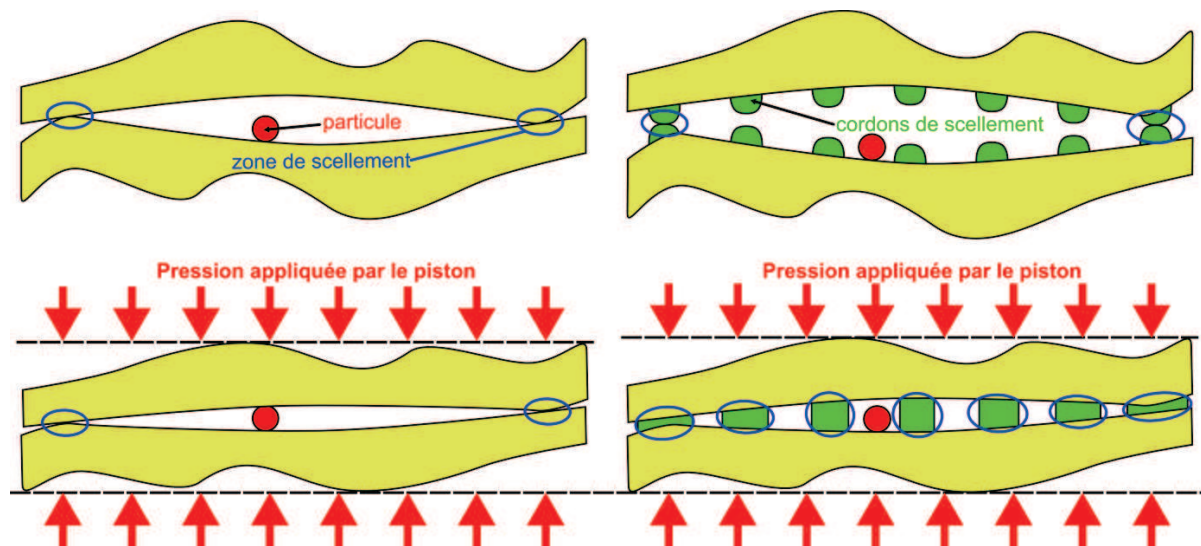


Figure 2-13 : Influence des cordons ductiles sur le scellement de substrat « classique »

Dans la plupart des cas, les cordons sont des films structurés parallélépipédiques possédant une faible rugosité pour assurer le scellement. Cependant l'élaboration de structures sub-microniques (nano-tube ou sphère) permet en plus d'assurer un ancrage mécanique, d'augmenter la surface de contact pour une même surface plane et d'ainsi améliorer la diffusion [Wang 2009, Ishida 2012]. On peut ainsi diminuer le budget thermique (température et temps de scellement) tout en conservant une résistance mécanique similaire à celle des cordons planaires.

2.2.1.2 *Nature de surface*

Une fois les deux surfaces de scellement en contact, il va falloir qu'elles interagissent pour être collées. Cette étape nécessite généralement une élévation de la température pour augmenter la vitesse de diffusion des espèces et obtenir un changement de phase. L'augmentation de la température est habituellement d'autant plus élevée que la surface est polluée notamment par la présence de résidus organiques, et la formation d'une couche d'oxyde.

Les résidus organiques dégradent le scellement en augmentant la rugosité des cordons et en diminuant la diffusion des espèces à travers eux. Ils doivent donc être éliminés juste avant l'étape de scellement par des solutions, des plasmas et/ou des rayonnements (Stamoulis 2005, Tsau 2003, Taklo 2004).

Quant à l'oxyde de surface, il se forme naturellement sur de nombreux matériaux, sous atmosphère non contrôlée. Bien que cette couche soit relativement fine (quelques nanomètres), elle est réputée pour être inerte, constituer une bonne barrière de diffusion, et ne fondre qu'à des températures très élevées (> 1000 °C). On recommande ainsi son absence pour que le scellement des

capots ait la meilleure compatibilité avec l'encapsulation des dispositifs. Une première solution consiste à effectuer le scellement juste après le dépôt. Le temps entre les deux étapes doit être le plus faible pour avoir la plus fine couche d'oxyde possible (la moins polluée) et ainsi pour réaliser le scellement. Si cette durée est trop importante, le substrat doit être stocké dans une enceinte inerte (Ar, N₂). On conseille d'entreposer le substrat dans une atmosphère d'acide formique chauffée à 200°C car elle devrait permettre de réduire l'épaisseur de la couche d'oxyde [Dragoi 2010, Fan 2012b]. Mais l'acide formique est délicat à manipuler. Dans ces différents cas, l'élaboration des cordons n'est pas compatible avec le scellement. Cette absence de structuration des joints de scellement est résolue en effectuant une gravure de l'oxyde après la structuration des cordons et juste avant le scellement [Fan 1999, Ang 2011, Sakuma 2007, Sasangka 2009 Schoeller 2005]. Même si l'épaisseur d'oxyde est relativement faible à la surface des cordons, elle est toutefois présente. La suppression complète de l'oxyde lors du dépôt peut être obtenue par l'utilisation d'une enceinte sous atmosphère contrôlée permettant de réaliser simultanément la gravure de l'oxyde, l'alignement des substrats et le scellement. Cette dernière solution est toutefois très contraignante et coûteuse [Kim 2003].

Le scellement de cordons non oxydés est généralement obtenu par l'utilisation de « flux ». Cette technique consiste à déposer sur les cordons une couche composée d'acteurs (acides), de tensio-actifs, d'extraits secs (résines), de solvants (alcools). Ce flux a pour objectif d'éliminer tout oxyde en bloquant sa formation (extrait sec) et en supprimant celui susceptible d'être formé (acteur). De plus, son pouvoir collant assure une meilleure mouillabilité (tensio-actif), le maintien des composants après la phase d'alignement puis pendant le collage, et un rôle caloporteur. Malgré son utilisation [Stark 2006], ce type de technique n'est pas adapté au packaging sous vide en raison de la difficulté à le supprimer et de son dégazage dans la cavité. De plus, son élimination complète après la soudure ne peut se faire que sur les zones accessibles et nécessite en général des solutions agressives (H₂SO₄, HCl ...). Enfin, la présence de résidus de flux au niveau de la soudure d'interconnexion est nuisible à cause de leur résistance électrique élevée ($> 10^{10} \Omega$) [Barnier 1988].

La présence de cordons non oxydés peut actuellement être obtenue après une passivation de la surface. Dans certains cas, le dépôt sous vide d'un métal noble, généralement l'or, consécutif à celui du cordon permet d'éviter toute formation d'oxyde [Lee 2000, Zhang 2008]. Il s'agit d'une technique très répandue, cette passivation est même employée pour des scellements qui n'ont pas pour vocation de se faire avec ce métal noble [Yu 2009]. Dans d'autres cas, on réalise une activation

de la surface de collage (« SAB : surface activated bonding ») en plongeant l'échantillon dans une succession de bains [Chavez 2001, Tan 2009, Lim 2010, Ang 2011] ou en le soumettant à un traitement plasma [Higurashi 2009, Shigetou 2009].

2.2.2 Méthode directe

2.2.2.1 Scellement par fusion silicium-silicium (Si-Si)

Le scellement direct ou par fusion du silicium est une technique principalement utilisée pour le collage substrat-substrat en Si. Il assure une adhésion et une herméticité élevée. En exerçant une température et une pression sur les deux substrats de silicium, des liaisons covalentes se créent à l'interface de contact. Selon la nature des surfaces de collage, les mécanismes mis en jeu diffèrent.

Sans traitement de surface, le silicium présente à sa surface une fine couche de silice native avec des groupements silanols (Si-OH) et de l'eau (H₂O). Lors de la mise en contact, des liaisons d'hydrogène se forment, créant ainsi une faible adhésion entre les deux surfaces séparées par la molécule d'eau (0,7 nm). Après un recuit à 200°C, les molécules d'eau se réorganisent et rapprochent les substrats (0,35 nm). Enfin, à température élevée (> 700°C), les liaisons covalentes siloxanes (Si-O-Si) se forment assurant un contact intime (0,16nm) (Figure 2-14).

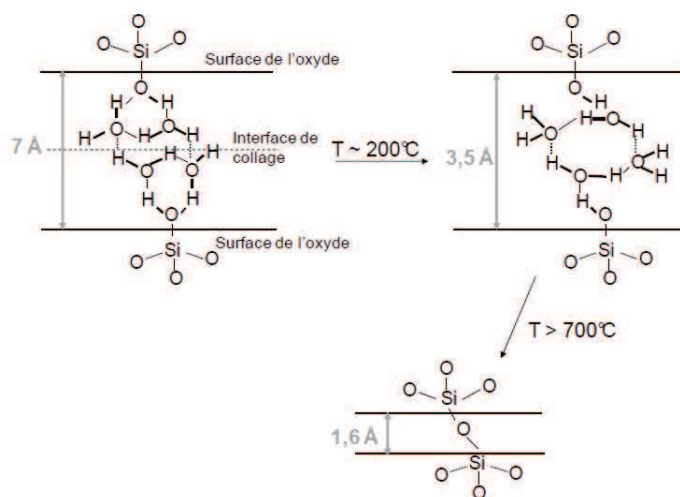


Figure 2-14 : Modèle décrivant la fermeture de l'interface de collage en fonction de la température

[Stengl 1989]

Expérimentalement, une température d'au moins 1 000°C est recommandée pour avoir un scellement homogène [Schmidt 1994]. Cette température est cependant incompatible avec la plupart

des dispositifs encapsulés. En effet, les coefficients de dilatation étant différents entre les matériaux, les contraintes thermiques sont alors élevées entraînant la détérioration voire la destruction des micro-structures. En outre, les films évoluent en s'oxydant ou en interdiffusant. Certains métaux sont même en fusion (Al, Ag) ou détériorés (Au, Cu), sans compter la dégradation totale des polymères. Le chauffage localisé, notamment par laser, élimine ce verrou technologique [Wiemer 2008]. Cependant cette solution reste très coûteuse et complexe à mettre en œuvre.

En retirant l'oxyde natif du substrat par rinçage dans l'acide fluorhydrique (HF) par exemple, les liaisons Si-Si se forment à l'interface pour créer une soudure directe entre 300 et 700°C (Figure 2-15).

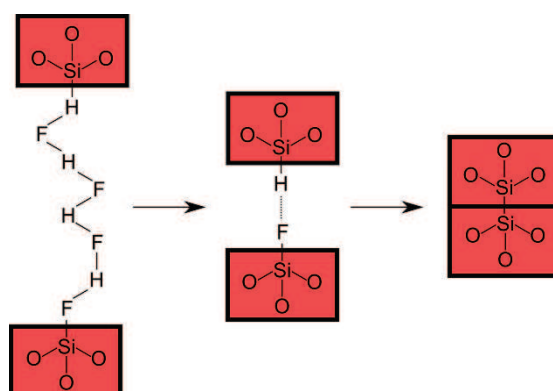


Figure 2-15 : Modèle décrivant la fermeture de l'interface de collage [Tong 1999]

Un abaissement de la température de scellement est encore possible par la fonctionnalisation de la surface de silicium par voie chimique (HNO₃ fumant, NH₄OH puis HCl) ou par un plasma (N₂, O₂, Ar, CF₄). [Bengtsson 2000, Takagi 2003, Doll 2006, Howlader 2010, Tan 2011, Wang 2010, Visser 2001, Wei 2006]. Ce collage peut s'effectuer entre 25 et 300°C, présentant une adhésion (≈ 20 MPa) et un taux de fuite ($\approx 10^{-10}$ Pa.m³.s⁻¹) comparables à ceux de la soudure par fusion [Visser 2001, Howlader 2010, Tan 2011].

Malgré les nombreuses études pour améliorer cette technique de scellement, cette dernière nécessite un contact très intime entre les zones collées, c'est-à-dire de faibles rugosités ($R_{RMS} < 0,5$ nm), bow (< 10 μm), et variations totales d'épaisseur (TTV < 2 μm) [Moriceau 2003, Rayssac 1999]. Ainsi Tong & *al.* ont montré qu'une particule de diamètre 1 μm pouvait engendrer un défaut de collage d'un diamètre de 5 mm [Tong 1999].

Pour les technologies compatibles avec ces exigences (température et état de surface), ce procédé présente l'avantage d'avoir un bon rendement de fabrication (proche de 100%), une adhésion élevée et un faible taux de fuite [Wiemer 2008, Wei 2006, Tan 2011, Howlader 2010]. De

plus comme le scellement est effectué par deux matériaux identiques (substrats en silicium), la contrainte exercée sur les structures est relativement faible [Hsu 2012].

2.2.2.2 Scellement anodique (verre-Si)

La soudure anodique ou électrostatique est employée pour sceller un substrat silicium avec un autre en verre contenant notamment de l'oxyde de sodium (Na_2O). Une fois les surfaces alignées et mises en contact, les échantillons sont chauffés à une température comprise entre 200 et 500°C pour augmenter la mobilité des ions (sodium : Na^+ et oxygène : O^{2-}) dans le verre. Leur direction de migration est alors forcée en appliquant une tension, entre l'anode (silicium) et la cathode (verre), variant entre 0,4 et 1,2kV [Wei 2006]. De ce fait, les ions O^{2-} diffusent vers le silicium pour favoriser des liaisons covalentes entre l'oxygène et le silicium formant à l'interface une couche de silice. L'énergie des liaisons alors mise en jeu rend le scellement irréversible. Pendant ce temps, les ions Na^+ se dirigent vers le pôle positif. Ces migrations provoquent un déficit en Na_2O dans le verre (Figure 2-16).

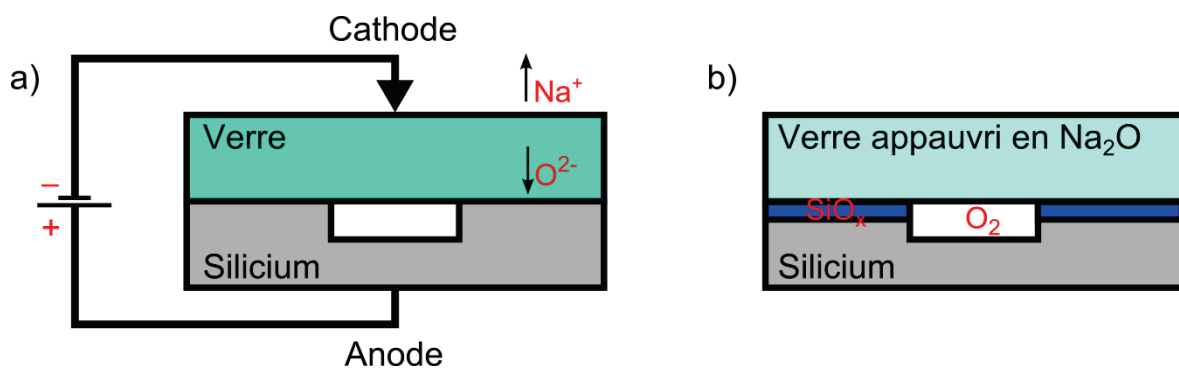


Figure 2-16 : Principe du scellement anodique (a) et résultat après scellement (b)

Le scellement anodique présente l'avantage d'obtenir des rendements de transferts généralement supérieurs à 90% et d'être compatible avec les procédés d'encapsulation (résistance à la rupture : 10 - 40 MPa, taux de fuite : $10^{-11} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$) [Wei 2006, Liu 2011]. Dans le cas de l'utilisation de verre (Corning 7740) possédant un coefficient de dilatation thermique ($3,25\cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) proche du silicium ($2,6 \text{ à } 3,3\cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), une faible contrainte mécanique peut également être obtenue. La transparence du verre est pratique pour les applications optiques et il facilite le contrôle des dispositifs encapsulés. Les exigences en termes d'état de surface (contaminant, rugosité, planéité) sont également moins contraignantes que celles entrevues dans la soudure directe. Le scellement anodique permet notamment le collage par-dessus des pistes. Cependant, la qualité du scellement (herméticité, solidité) reste très dépendante de l'état de surface [Mack 1997]. Le passage de

connexions à travers la soudure se fait alors au détriment de l'adhésion et du taux de fuite du scellement. Lors du scellement, l'oxygène est généré dans la cavité. Il est indésirable car il va d'une part augmenter la pression dans la cavité (0,1 à 0,5 bar) et d'autre part être instable (oxydant les films et condensation de la vapeur d'eau) [Spark 2003]. Ce verrou est résolu par l'évacuation des gaz résiduels à travers un trou qui est ensuite bouché par un dépôt sous vide ou l'utilisation de getters [Henmi 1994, Lee 2003].

Un autre inconvénient majeur est enfin la nécessité d'appliquer une tension élevée entre les substrats. Outre le besoin d'un montage complexe, ce scellement est incompatible avec des technologies comme le CMOS (Complementary Metal Oxide Semiconductor) et il est destructif pour certains microsystèmes [Lani 2007, Hsu 2012]. Une passivation des dispositifs permet d'empêcher la détérioration des dispositifs et d'obtenir un rendement de fabrication élevé. Cette technique entraîne toutefois un coût de fabrication très élevé inacceptable pour l'encapsulation de dispositifs tels que les MEMS RF nécessitant une complexité sur le design et les procédés de fabrication nécessaires pour leur élaboration [Chang-Chein 2006].

2.2.3 Méthode de scellement indirect

2.2.3.1 Soudure par thermo-compression (Al-Al, Au-Au, Cu-Cu)

Cette soudure est basée sur le principe de la déformation plastique à l'état solide de cordons de matériaux identiques. A l'échelle atomique, la mise en contact du même matériau en regard l'un de l'autre permet la formation de liaisons entre eux. L'élaboration d'un tel scellement nécessite d'appliquer sur le joint de certaines température et pression [Stamoulis 2005]. Les matériaux les plus utilisés sont : l'aluminium (Al-Al), l'or (Au-Au) et le cuivre (Cu-Cu) [Dragoi 2010, Fan 2012a, Fan 2012b]. Comme ces matériaux possèdent une conductivité électrique élevée, ils sont très souvent employés pour la réalisation de connexions entre deux puces.

Caractéristiques des matériaux	Al	Au	Cu
Module d'Young (GPa)	69	78	124
Résistivité électrique ($\mu\Omega.cm$)	2,7	2,2	1,7
Conductivité thermique ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	240	320	400
Coefficient de dilatation thermique ($10^{-6} K^{-1}$)	23,5	14	17
Point de fusion ($^{\circ}C$)	660	1064	1083
Coût de fabrication ($\$/LB$)	1	2600	4,5
Caractéristiques des scellements	Al-Al	Au-Au	Cu-Cu
Température de soudure ($^{\circ}C$)	450	80 – 350 [Chin 2006, Taklo 2005, Yamamoto 2012]	40 – 300 [Ang 2011, Fan 2011, Kim 2003]
Test en cisaillement (shear test) (MPa)		30 - 100 [Higurashi 2009, Chin 2006, Zhang 2007, Ishida 2012]	50 - 120 [Ang 2011, Shigetou 2006]
Herméticité ($Pa.m^3.s^{-1}$)		5.10^{-9} [Yamamoto 2012]	$1- 5 .10^{-10}$ [Fan 2011, Tan 2011]

Tableau 2-1 : Comparaison des propriétés de différents matériaux pour la soudure par thermo-compression (tableau modifié de [Fan 2011])

Malgré un coût de l'aluminium relativement bas, la thermo-compression Al-Al est généralement peu utilisée à cause de sa température de soudure et son coefficient de dilatation élevés, de la formation rapide de l'oxyde à température ambiante et de sa faible conductivité. L'or présente l'avantage de ne pas s'oxyder mais son coût est très élevé. Enfin, le scellement Cu-Cu devient une technologie très attractive du fait de sa température de soudure relativement basse, de meilleures résistance mécanique et conductivités thermique et électrique, mais la présence d'oxyde même en quantité très fine peut toutefois rendre le procédé totalement inopérant.

Ce type de collage permet d'effectuer des scellements conducteurs (interconnexions), hermétiques ($10^{-10} Pa.m^3.s^{-1}$), rigides (30-100 MPa) à basse température (40-200°C). Cependant les cordons ne peuvent être scellés que si la composition et l'état de surface des joints sont parfaitement maîtrisés. Il est toutefois possible de compenser de petits écarts de nature chimique et état de

surface en jouant sur les paramètres de scellement (température et pression). Malgré les nombreux travaux présentés dans la littérature, une pression très élevée doit être appliquée sur les cordons de scellement [Fan 2012, Ishida 2011, Higurashi 2009, Shigetou 2006, Taklo 2004 Chin 2006]. Elle est en général de 100 MPa [Mitchell 2008] pour aller jusqu'à plusieurs GPa [Ang 2011].

2.2.3.2 *Scellement par un verre fritté*

La soudure par verre fritté est basée sur la thermo-compression d'une couche constituée d'un matériau dont le point de fusion est relativement bas. Ce joint est en général déposé par centrifugation en utilisant une solution contenant un solvant organique et une poudre constituée d'une matrice de verre (en général, à base d'oxyde de plomb) et un composé céramique (« filler »). Les solvants sont ensuite éliminés par un recuit. Ensuite, en appliquant une certaine température et pression sur les cordons, le verre fond et le scellement est obtenu. La nature du verre fritté influence à la fois la température de soudure (< 400 °C) et le coefficient de dilatation thermique du joint (principalement sur le choix de la céramique).

Cette technique présente de nombreux avantages dont notamment une température plutôt basse (< 450°C), un scellement hermétique (< 10^{-10} Pa.m³.s⁻¹) et rigide (20 MPa) [Sparks 2005, Chen 2012, Knechtel 2004]. De plus, ce scellement est peu sensible à l'état de surface, il est même considéré comme planarisant. La nature du verre fritté permet d'ajuster la contrainte et plus particulièrement de diminuer celle de l'empilement. Enfin, la compatibilité avec des technologies très variées et son faible coût de production rendent cette technique très attractive. Son utilisation est ainsi relativement répandue dans l'industrie [Knechtel 2004, Chen 2012]. Toutefois, la présence du plomb utilisée dans les cordons pour abaisser la température de collage est proscrite dans de nombreuses régions du monde (Union Européenne, Japon ...). De plus, pour des applications nécessitant un niveau de vide relativement élevé, l'utilisation de getter est indispensable compte tenu du taux de fuite relativement modeste [Hsu 2012].

2.2.3.3 *Scellement eutectique*

Une technique couramment utilisée pour abaisser la température de scellement est la soudure eutectique. Elle est basée sur la formation d'une phase liquide homogène composée par au moins deux éléments et dont le point de fusion est inférieur à celui des éléments pris séparément. Parmi les nombreux scellements eutectiques présents dans la littérature, le plus répandu est l'eutectique or-silicium (Au-Si) car il est élaboré à une température modeste, et il est facilement mis

en œuvre. Aussi les températures de fusion de l'or (> 1000 °C) et du silicium (> 1400 °C) sont très supérieures à celle de l'eutectique Au-Si (363 °C avec une proportion atomique de Si de 18,6%) comme le montre le diagramme des phases (Figure 2-17).

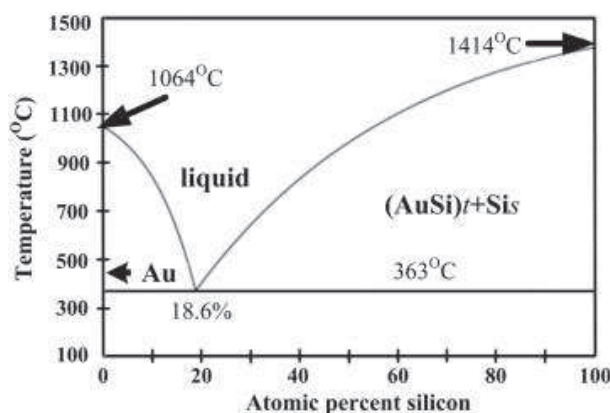


Figure 2-17 : Diagramme des phases Au-Si [Kuo 2011]

La réalisation de ce scellement nécessite de mettre en contact les deux surfaces de collage et d'appliquer sur elles une pression et un cycle de température. Quand la température et la composition à l'interface Au-Si atteignent celles de l'eutectique, la phase liquide se forme. Le refroidissement des cordons permet d'obtenir un scellement rigide. La formation d'un eutectique nécessite deux surfaces parfaitement propres car la présence d'oxyde de silicium à l'interface bloquerait le processus. De ce fait, une élévation de la température d'au moins 10°C est recommandée pour augmenter la vitesse de diffusion des espèces et traverser aussi les couches indésirables telles qu'une très fine couche d'oxyde [Dragoi 2010]. Le collage Au-Si s'effectue généralement entre 380 et 450°C [Mitchell 2005, Wolffenbutell 1994, Wolffenbutell 1997].

Le scellement Au-Si n'est pas exclusivement réalisable entre une couche d'or et un substrat de silicium. Il peut en effet être obtenu sur divers substrats et empilements si et seulement si la couche d'or est en contact avec du silicium. On privilégie en général une couche de silicium amorphe à celui cristallin car il possède un coefficient de diffusion plus élevé avec l'or. L'utilisation de multicouches d'or et de silicium permet d'augmenter le nombre d'interface Au-Si et ainsi d'obtenir plus rapidement une phase liquide sur toute l'épaisseur du cordon. De plus, l'écrasement des cordons en phase liquide permet également de compenser les défauts de planéité et d'assurer un contact homogène sur l'ensemble de la surface.

Cette soudure est un très bon candidat pour la soudure ultra-vide grâce à son faible dégazage et un faible taux de fuite (10^{-13} Pa.m³.s⁻¹) [Lani 2007, Dragoi 2010]. L'adhérence (20 MPa) et la température de soudure (< 400°C) sont, quant à elles, modestes [Mitchell 2005]. Ce scellement est

plus adapté à l'encapsulation des micro-systèmes que la soudure anodique et directe par l'absence de champ électrique et par une meilleure tolérance aux défauts d'état de surface. Cependant, cette technique souffre de l'utilisation de matériaux dont les coefficients de dilatation diffèrent ($CTE_{Au} : 14.10^{-6} K^{-1}$ et $CTE_{Si} = 2,44.10^{-6} K^{-1}$) entraînant une contrainte et des craquelures dans l'alliage lors de la soudure, et fragilisant le cordon dans le temps [Chang-Chien 2006]. De plus, il requiert une maîtrise particulière de la composition des matériaux (à la surface des cordons et le respect des proportions des matériaux nécessaires pour l'eutectique) [Hsu 2012]. Une variante de ce scellement est la soudure en phase liquide transitoire.

2.2.3.4 *Scellement par une phase liquide transitoire*

Le scellement par phase liquide transitoire (« TLP : Transient Liquid Phase ») consiste à mettre en jeu au moins deux métaux qui sont transformés en alliage métallique à une température inférieure à celle de la fusion de cet alliage. La soudure met généralement en jeu deux voire trois matériaux, l'un possédant une faible température de fusion (In : 157°C, Sn : 232°C, Pb : 327°C ...) et l'autre possédant une plus haute température de fusion (Ag : 962°C, Au : 1064°C, Cu : 1084°C ...). Suivant les métaux et leur proportion, la température de fusion du joint varie entre 100 et 400°C. Les alliages les plus courants sont : In-Sn (120°C), In-Au (165°C), In Ag (165°C), Sn-Pb (180°C), Sn-Au (280°C). Dans le cas de l'encapsulation sous vide par transfert de films, nous avons choisi de développer au laboratoire le scellement In-Au. Ce scellement présente l'une des plus basses températures de collage, une herméticité très élevée [Welch 2008] et il possède aussi l'avantage de mettre en œuvre un matériau noble (non oxydable).

Le scellement en phase liquide transitoire présente de nombreux avantages par rapport aux précédentes soudures. Il est un très bon candidat pour le scellement ultra-vide à basse température et s'adapte au mieux aux variations de topographie. En effet, il présente de faible dégazage et taux de fuite ($10^{-17} Pa.m^3.s^{-1}$) [Tenchine 2011, Dragoi 2010]. L'utilisation de métaux (In ou Sn) permet d'élaborer des soudures entre 150 et 300 °C. L'alliage ainsi formé est stable pour des températures supérieures à 400°C, ce qui est fort pratique pour l'intégration de dispositifs. Ensuite, la présence de la phase liquide permet de mieux compenser les erreurs de planités entre les surfaces des cordons par rapport aux techniques de collages précédemment décrites (à l'exception du celui par verre fritté et par adhésif). Cependant, cette technique souffre de l'utilisation de métaux (In, Sn) à faible résistance mécanique rendant le scellement peu robuste (20 MPa) [Lee 2000]. Ceci peut être compensé par l'insertion de nano-tubes de carbone ou du lanthane dans les cordons [Nai 2008, Shiue

2009]. De plus, les alliages métalliques à base d'In ou Sn présentent une plus faible conductivité électrique que l'or ou le cuivre [Liu 2006]. Ces alliages autorisent donc une densité de courant plus faible et nécessitent alors un élargissement des connectiques afin de limiter la résistance électrique.

2.2.3.5 *Collage par un polymère adhésif (BCB, parylène)*

Ce procédé consiste à déposer une couche de polymère sur la ou les surfaces à joindre, et à appliquer une pression tout en chauffant le substrat ou en l'exposant à des UV permettant la réticulation de la résine.

Les polymères adhésifs sont classés en trois familles. Les thermoplastiques (résines positives, parylène, PMMA, cires, PEEK) sont caractérisés par un faible point de fusion et une faible température de transition vitreuse qui leur donnent la capacité de pouvoir être refondus ou remodelés. Ensuite, les thermodurcissables (résines négatives, époxy) ne peuvent plus être refondus après leur polymérisation. Les élastomères (PDMS) sont capables de subir de grandes déformations avec l'application de faibles contraintes mécaniques et ont la faculté de revenir à leur forme initiale. Tous ces adhésifs peuvent être séparés en deux groupes selon la présence du caractère photosensible. Parmi eux, on privilégie généralement les polymères photosensibles déposés par l'étalement d'un liquide visqueux par centrifugation (« spin coating ») en raison de leur faible coût et de leur facilité de mise en œuvre.

De plus, la facilité d'effectuer un dépôt structuré, les polymères employés présentent généralement une température de polymérisation (< 250°C) plus basse que celles mises en jeu pour les scellements direct, anodique, eutectique ou thermo-compression. De plus, le caractère ductile permet de relaxer les contraintes des éléments collés.

En outre, la ductilité et le changement de phase lors du scellement rendent ce collage peu sensible à la rugosité, et la planéité. Ainsi, une bonne adhésion ne requiert pas forcément un traitement de surface avant la soudure. Ce collage s'applique donc sur tout type de surface (métallique, céramique, polymère). Comme les joints employés sont des isolants électriques, le passage des connectiques peut se faire à travers les cordons, facilitant grandement le procédé de fabrication. L'enrésinement par centrifugation sur une surface présentant un relief important et abrupt peut toutefois provoquer des défauts d'uniformité qui se répercutent sur l'adhésion. Lorsque cela est possible, il est recommandé de réaliser d'abord les cordons puis ensuite les structures. [Seok 2008a, Seok 2012a].

Cependant, la réserve importante que présente le scellement adhésif est sa mauvaise tenue sous vide (dégazage, taux de fuite). C'est pourquoi les polymères sont généralement qualifiés de joints quasi-hermétiques ou semi-hermétiques [Riley 2004, Gerlach 2001]. Ce type de scellement n'est donc pas adapté pour l'encapsulation hermétique de résonateurs. Nous n'avons pas recensé d'utilisation sous vide à l'exception de Murillo & *al.*. Il est toutefois le seul à vouloir réaliser une encapsulation hermétique avec un joint en SU-8. L'utilisation de son encapsulation hermétique a ainsi permis d'augmenter le facteur de qualité des résonateurs de 60 à 150 [Murillo 2010]. Toutefois, une meilleure herméticité est obtenue par l'ajout d'une couche hermétique sur l'ensemble du capot. Cette dernière n'est généralement pas un métal pour des questions de connectiques au détriment de l'herméticité. Ce film isolant est habituellement du nitrure (Si_3N_4) [Y.Kim 2008, Seok 2007, Seok 2012, Oberhammer 2003].

Les principales exigences demandées au scellement polymère sont bien évidemment l'adhésion, la température de collage, mais aussi son caractère inerte vis à vis des produits chimiques, la plage de température tolérée par le joint adhésif, les prises et désorptions d'eau et de gaz durant le scellement, puis l'étanchéité et l'herméticité. Le tableau suivant présente l'ordre de grandeur de la température de collage et de pression de rupture pour quelques adhésifs [Pan 2004, Y.Kim 2008, Noh 2004].

	BCB	SP-341	SU-8	AZ-4620	Epoxy	Polyimide	Parylène
Température de collage (°C)	250	90	90	90	150	160	230
Adhésion à la rupture (MPa)	> 30	12	20	10	> 14	8	9

Tableau 2-2 : Température de collage et pression d'arrachement de différents polymères

Les propriétés du BCB (BenzoCycloButène) et du parylène seront détaillées ultérieurement dans ce manuscrit lors de la réalisation d'un capot en parylène (§3-4-7) et des collages BCB (§4-1-1) et parylène (§4-3). Le BCB se distingue cependant des autres adhésifs par sa très forte adhérence et son caractère d'isolation électrique tandis que le parylène assure une très bonne herméticité aux gaz et il est fortement inerte face aux produits chimiques.

2.3 Passages des connectiques entre l'intérieur et l'extérieur de l'encapsulation

Les MEMS encapsulés doivent pouvoir communiquer entre l'intérieur et l'extérieur du boîtier. Ces échanges sont généralement transmis par des signaux électriques. Le passage de l'information peut se faire verticalement en traversant le substrat MEMS ou le capot, ou alors horizontalement sur la surface du substrat.

2.3.1 Connectiques horizontales

Pour les connectiques horizontales, les signaux électriques du MEMS encapsulé communiquent avec l'extérieur par l'intermédiaire de pistes métalliques horizontales déposées directement sur le substrat MEMS. Une isolation des pistes est bien évidemment nécessaire pour éviter toute perturbation des signaux (court-circuit, capacité parasite) interagissant avec le capot.

Cette technologie s'intègre très facilement dans un procédé hermétique par couche sacrificielle qui comprend une succession de dépôts, structurations et gravures. Au contraire, pour le conditionnement nécessitant une étape de scellement, deux cas de figures sont à distinguer. Dans le cas d'un scellement planarisant les surfaces de collage, la marche créée due à l'épaisseur des pistes peut être compensée par le cordon. C'est notamment le cas des joints en polymère et en verre fritté. Ces types de scellement sont relativement faciles à mettre en œuvre mais leur maîtrise du niveau de vide est toutefois relativement modeste voire mauvaise. Dans les autres cas (scellement anodique, thermo-compression, eutectique, TLP), une étape de planarisation des pistes avec les autres surfaces de collage est nécessaire. Cette planarisation est généralement faite en enterrant les pistes dans le substrat. Ce procédé est plus contraignant mais il permet d'obtenir des scellements hermétiques (Figure 2-18).

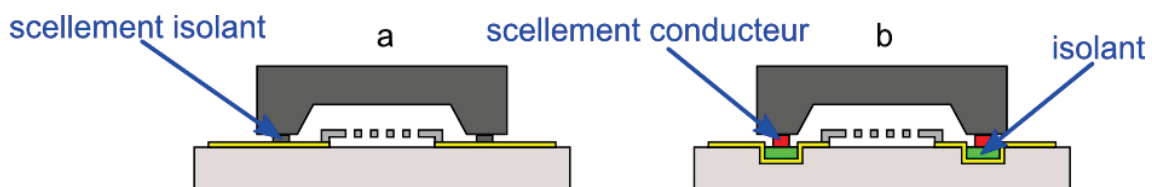


Figure 2-18 : Connectiques horizontales sur le substrat MEMS avec des pistes planaires (a) et enterrées (b)

Les procédés assurant le passage des connectiques horizontales présentent généralement l'avantage d'être bon marché, puis pour les encapsulations non hermétiques une facilité et rapidité de mise œuvre. Ils ont toutefois plusieurs inconvénients qui sont encore plus contraignants pour un conditionnement sous une atmosphère contrôlée. En effet, le passage des connectiques latérales nécessite une parfaite maîtrise du procédé de fabrication pour éviter tout espace libre au niveau des cordons et plus particulièrement à l'interface substrat-piste-cordon [Torunbalci 2011]. Comme nous l'avons évoqué dans le chapitre précédent, tout défaut (présence de fissures ou pores) affecte les propriétés mécaniques (amorce de rupture) et hermétiques (fuite de gaz) du scellement. Ces caractéristiques sont en général moins avantageuses que celles obtenues par des connectiques verticales [Lee 2009]. De plus, une fois les pistes réalisées, une étape supplémentaire de micro-câblage doit être effectuée pour assurer une communication entre les deux puces. Bien que ce procédé de fabrication soit bon marché, fiable et très mature, il consomme une surface plus grande (pistes et pads de micro-câblage) qu'une connexion verticale. Cette tendance est en opposition avec l'évolution actuelle qui va vers la densification des circuits électriques. Malgré ses nombreux défauts, cette technique est toujours utilisée. Elle continue à susciter un grand intérêt puisque des travaux sur le passage de pistes dans une encapsulation à atmosphère contrôlée et scellée continuent d'être publiés [Gannudi 2010, Xu 2010].

Une alternative consiste à enterrer les connectiques dans le capot [Perruisseau 2008] (Figure 2-19). Cette technologie présente l'avantage de limiter au maximum le nombre d'étapes technologiques sur le substrat contenant les micro-dispositifs mais possède tous les autres inconvénients de l'enterrement des pistes. De plus, les techniques de collage doivent être parfaitement maîtrisées pour simultanément sceller les cordons hermétiques et les connectiques électriques.

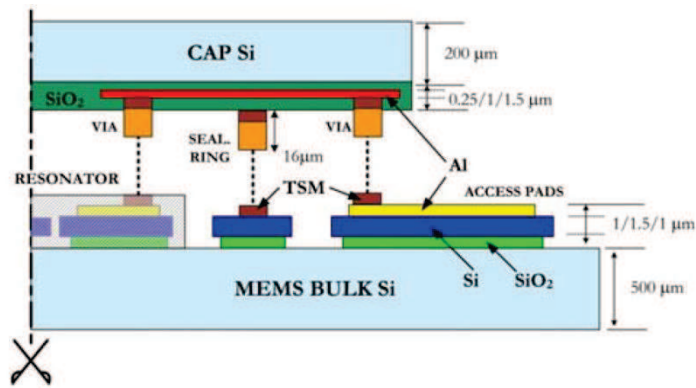


Figure 2-19 : Connectiques horizontales et enterrées dans le capot [Perruisseau 2008]

2.3.2 Connectiques verticales

L'élaboration de connectiques verticales dans le substrat MEMS et dans le capot se fait de la même façon. De ce fait, dans ce paragraphe, nous ne différencierons pas les deux. Si les procédés de fabrication des vias ne sont pas compatibles avec les étapes antérieures, le via est réalisé en premier. On parle dans la littérature de procédé de fabrication « via first », en opposition avec celui intitulé « via last ».

L'élaboration des connectiques verticales nécessite trois étapes :

- La gravure profonde des vias,
- L'isolation des vias,
- La métallisation en continue des parois du vias.

2.3.2.1 *Connectiques verticales les plus courantes*

La fabrication de vias commence généralement par la gravure profonde et débouchante du substrat MEMS ou du capot. Cette étape est relativement longue, coûteuse et contraignante. Elle fragilise notamment le substrat et peut provoquer un clivage de l'échantillon.

Les procédés de gravure permettent d'obtenir des flancs inclinés, chanfreinés ou verticaux (Figure 2-20). Ces catégories de flancs favorisent ou non l'intégration du conditionnement.

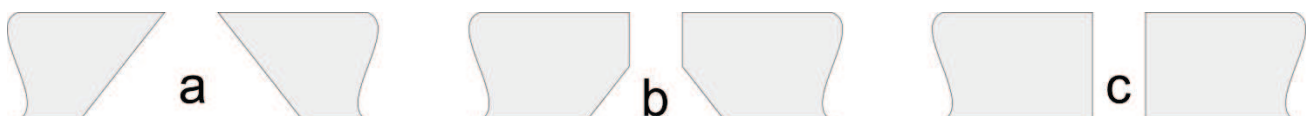


Figure 2-20 : Géométrie des flancs de gravure : a) inclinés, b) chanfreinés et c) verticaux

Les flancs inclinés sont obtenus par une gravure isotropie et sont habituellement élaborés en phase liquide (KOH, TMAH, EDP). Au contraire, la gravure anisotropie permet d'élaborer des flancs

verticaux. Le procédé le plus utilisé dans ce cas est la gravure réactive profonde en phase gazeuse (DRIE). D'autres techniques ont aussi été explorées telles que la gravure physique par laser [Lin 2007] ou chimique par anodisation de macro-pores de silicium [Tao 2005]. Elles sont toutefois moins compétitives en termes de coût de fabrication, rapport d'aspect et diamètre des vias (ratio entre hauteur et diamètre du via) que la gravure par DRIE [Wang 2007, Caswell 2012, Fischer 2012].

Comme nous le verrons par la suite, les étapes d'isolation et de métallisation sur les flancs inclinés sont relativement faciles à mettre en œuvre. Les procédés de fabrication permettant de réaliser ces vias sont ainsi bien maîtrisés. Certaines applications nécessitent toutefois une densification élevée des vias c'est-à-dire un via de faible diamètre et de fort rapport d'aspect. L'utilisation de vias à flancs verticaux est alors nécessaire. Vu que cette technologie est plus contraignante, différents procédés ont été et sont encore développés pour lever ces difficultés. Nous nous intéresserons ainsi plus particulièrement à ce cas là.

Une fois la gravure achevée, les vias sont isolées par le dépôt conforme d'un matériau électriquement isolant et jouant le rôle de barrière de diffusion. Les couches élaborées par oxydation thermique ou CVD répondent au mieux à ces exigences. Ces procédés sont toutefois effectués à très hautes températures et restent incompatibles avec certains dispositifs. Pour des composants autorisant seulement de faibles températures, on utilise généralement un dépôt par PECVD ou un diélectrique organique (BCB, époxy).

Le passage de l'information au niveau du via peut se faire soit par le dépôt d'une couche continue, mince et métallique sur les flancs, soit en remplissant le via d'un métal conducteur. Comme les procédés de dépôts métalliques ne sont généralement pas conformes (évaporation et pulvérisation), un dépôt continu ne peut être effectué que sur des flancs inclinés ou des flancs verticaux à faible rapport d'aspect [Tanaka 2010]. Ces procédés de métallisation sont ainsi faciles à mettre œuvre et bien maîtrisés pour de faibles densifications de vias. Une forte densification des vias ne peut être obtenue que par remplissage de vias. Ce dernier est aussi nécessaire pour les applications exigeant une encapsulation hermétique et de faible impédance, au détriment d'un coût de fabrication plus élevé. Nous allons présenter plus longuement les procédés employés. Le plus fréquemment utilisé est le suivant [Wu 2004, Nguyen 2002a].

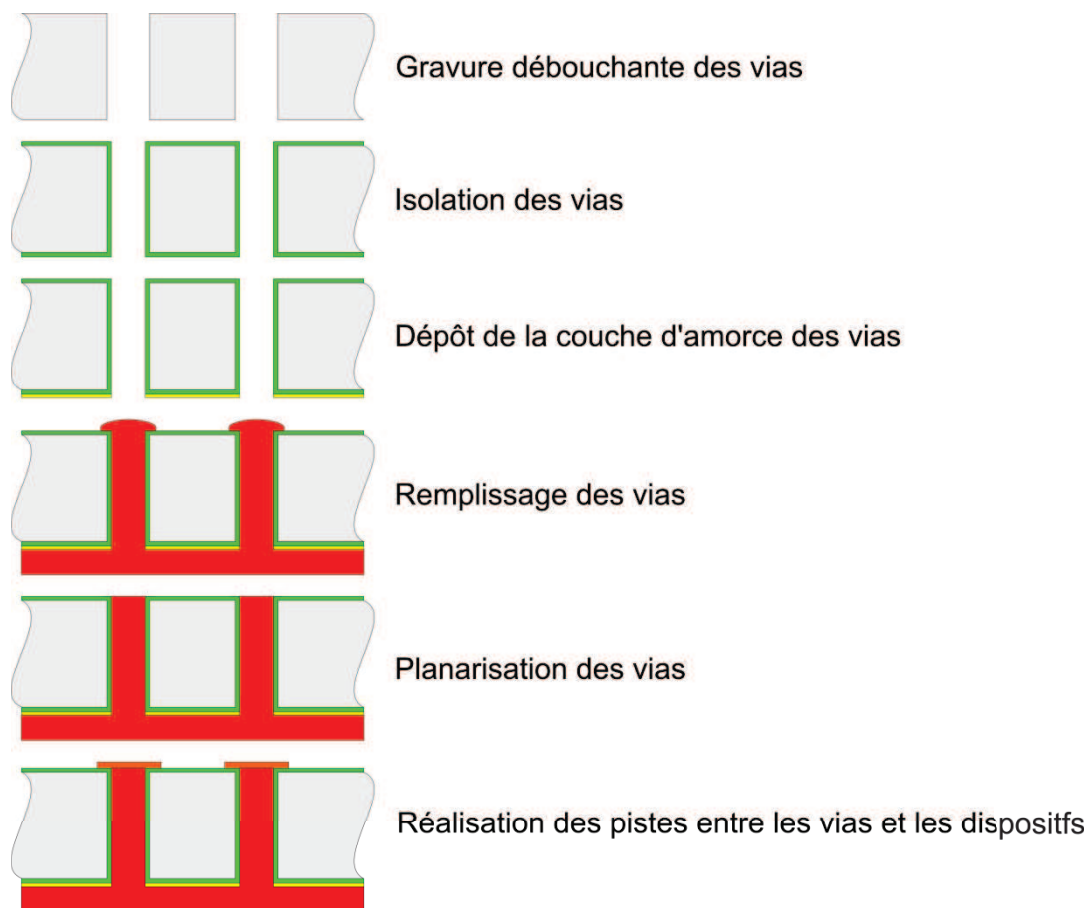


Figure 2-21 : Procédé de fabrication classique d'une connectique verticale par dépôt électrolytique

[Wu 2004]

Le remplissage du via se fait par dépôt électrolytique sur une couche conductrice dite d'amorce sur la face inférieure préalablement déposée. Cette couche d'amorce est bien évidemment constituée d'un matériau faiblement résistif (cuivre, or) et il est communément déposé par pulvérisation ou évaporation. Dans la littérature, il est recommandé d'élaborer un film de titane, chrome ou de tantale avant la couche d'amorce pour augmenter l'adhésion entre la couche isolante et celle d'amorce [Cai 2006]. Les métaux les plus utilisés pour le remplissage à proprement parler sont le cuivre, l'or, et le nickel [Wu 2004, Nicklaus 2004, Fosberg 2009]. Comme le débordement du via est inévitable, une étape de planarisation par polissage mécano-chimique doit être effectuée. Une couche conductrice est enfin déposée puis structurée pour connecter les vias et les dispositifs. Cette technique permet d'obtenir une densification élevée des vias grâce à un rapport d'aspect et un diamètre pouvant respectivement atteindre 10 et 5 μm [Nguyen 2002a].

2.3.2.2 *Autres procédés de remplissage de vias par dépôt électrolytique*

De nombreux procédés ont été développés pour élaborer des vias verticaux et remplis par croissance électrolytique. Ceux qui sont les plus couramment évoqués dans la littérature sont les suivants :

Gravure non débouchante, puis remplissage de vias et amincissement

Ce procédé de remplissage des vias commence par une gravure non débouchante des vias (Figure 2-22). Les vias sont isolés. Une couche d'amorce est ensuite déposée, puis les vias sont remplis. L'échantillon est finalement aminci de telle façon que les vias soient débouchants.

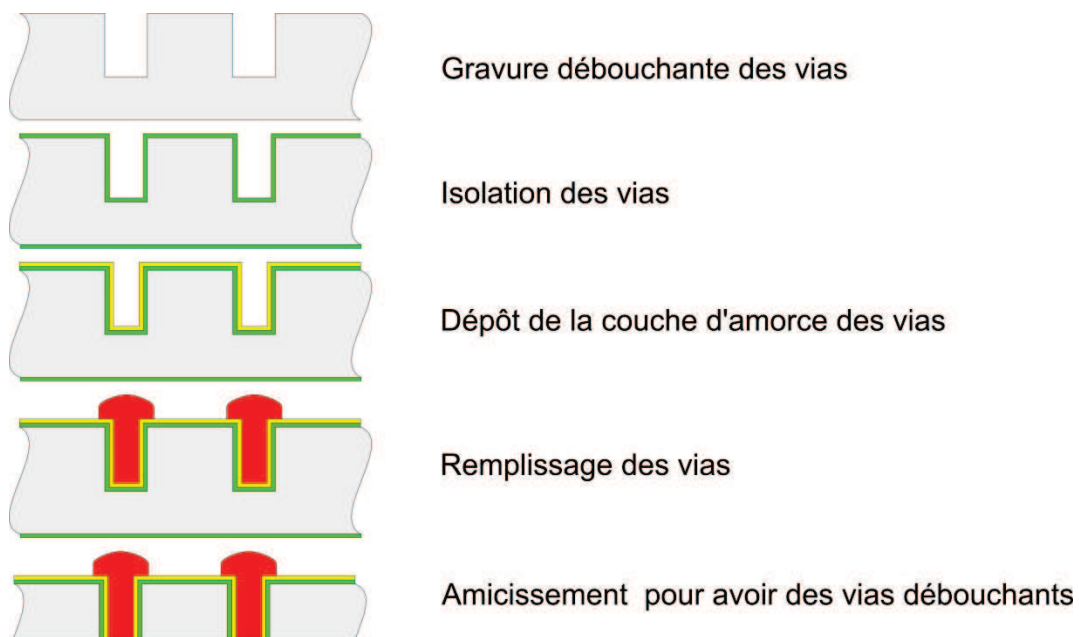


Figure 2-22 : Procédé de fabrication constitué d'une gravure non débouchante puis un remplissage des vias et un amincissement

Ce procédé nécessite toutefois un rapport d'aspect relativement modeste pour assurer l'élaboration d'une couche d'amorce continue. On comprend ainsi que pour obtenir une intégration élevée des vias, l'épaisseur de l'échantillon doit être faible. Cette contrainte sur l'épaisseur rend les étapes d'amincissement et de manutention très délicates pour éviter tout clivage de l'échantillon. Le diamètre, la hauteur et le rapport d'aspect peuvent respectivement atteindre 10 μm , 50 μm et 5 [Ko 2009, Nguyen 2002b, Caswell 2012].

Gravure débouchante et collage à un autre substrat contenant la couche d'amorce

Ce procédé de fabrication peut débuter par un amincissement de l'échantillon si une intégration verticale élevée est nécessaire. Ensuite, une gravure débouchante des vias est réalisée. L'échantillon est ensuite collé au substrat présentant la couche d'amorce pour le remplissage des vias [Lapisa 2010, Tominaga 2010, Nguyen 2002b, Kuhne 2011]. Il s'agit généralement d'un scellement adhésif électriquement isolant et planarisant. Les vias sont ensuite remplis et aplanis. Dans certains cas, il est nécessaire d'accéder à la face arrière des vias. Les cordons de scellement sont alors éliminés permettant la libération du substrat contenant les vias avec le substrat contenant la couche d'amorce [Kuhne 2011] (Figure 2-23).

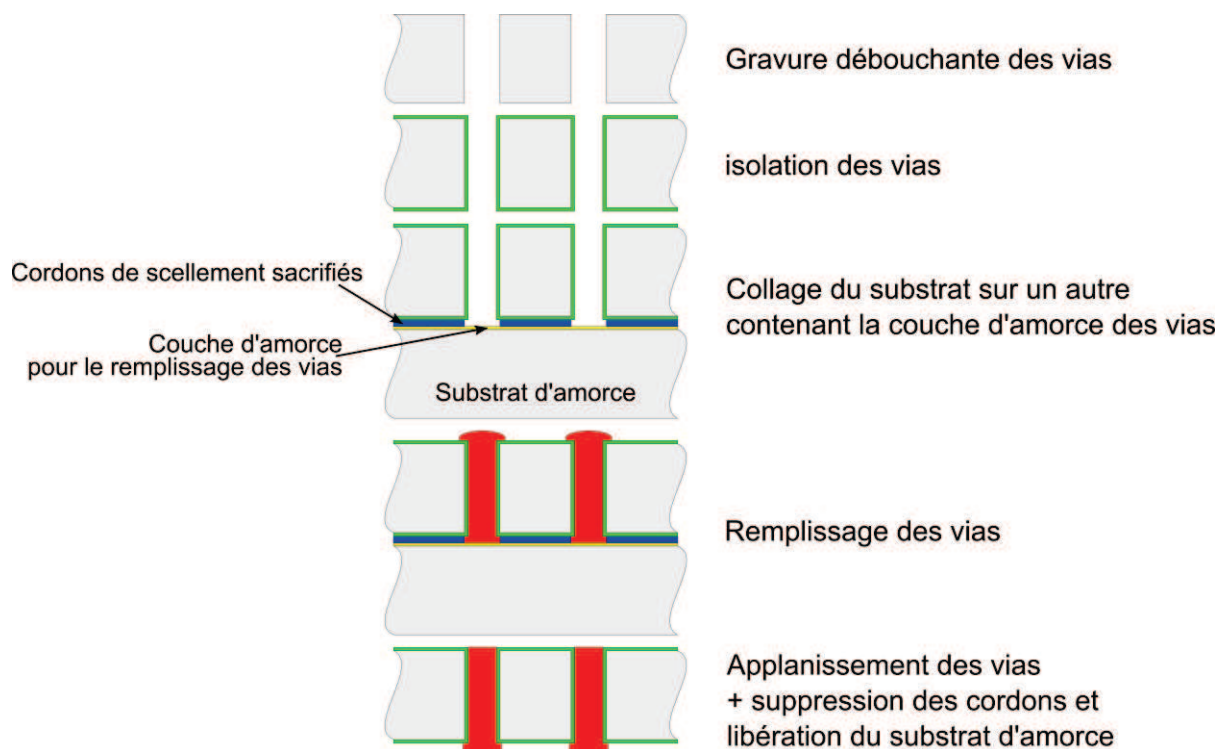


Figure 2-23 : Gravure débouchante et collage à un autre substrat contenant la couche d'amorce

Contrairement à la technique précédente, celle-ci ne présente pas de contrainte sur la hauteur du via. Elle permet ainsi un rapport d'aspect plus élevé que celui précédemment décrit. Mais, quand le collage de l'échantillon sur le substrat est permanent, aucune étape technologique ne peut être effectuée sur la face arrière de l'échantillon contenant les vias. L'étape de libération du substrat par la gravure des cordons de scellement est très contraignante longue, coûteuse et pouvant entraîner un phénomène de collage (« stiction »).

Gravure débouchante puis dépôt d'une couche d'amorce bouchant une extrémité du via

De façon identique au procédé de fabrication précédent, une étape d'amincissement peut d'abord être réalisée pour répondre aux exigences de l'intégration verticale. Une gravure de part et d'autre de l'échantillon est réalisée, puis les vias sont isolés. Une extrémité des vias est alors bouchée par le dépôt de la couche d'amorce du via. Ils sont enfin remplis par dépôt électrolytique (Figure 2-24).

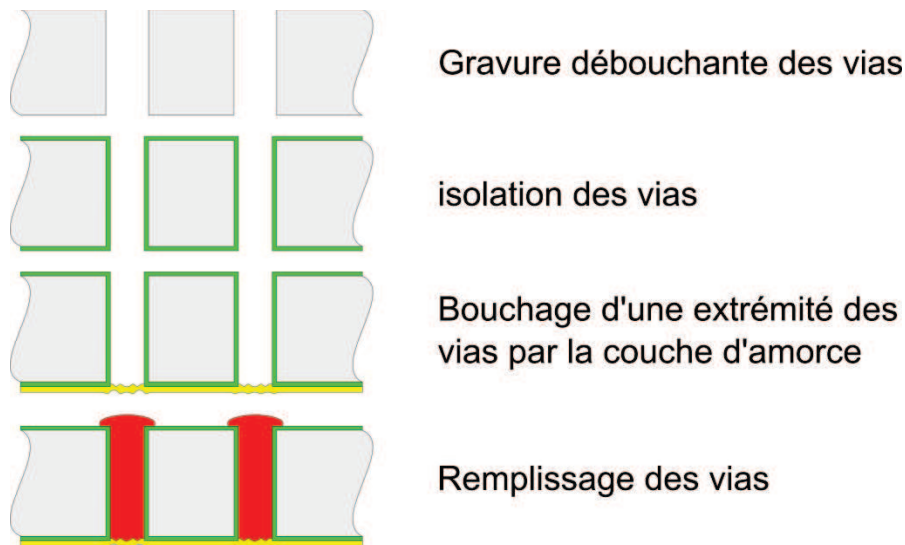


Figure 2-24 : Gravure débouchante puis dépôt d'une couche d'amorce bouchant une extrémité du via

Cette technique est la plus prometteuse parmi les deux précédemment citées car elle permet d'obtenir le rapport d'aspect le plus élevé (≤ 7) [Nguyen 2002b]. L'épaisseur de la couche d'amorce des vias permettant de les boucher doit toutefois être relativement élevée. En effet, il faut que l'épaisseur soit supérieure ou égale à la moitié de la largeur du via. Ce procédé est ainsi limité par cette étape très longue et coûteuse.

2.3.2.3 Présentation de quelques procédés originaux de remplissage de vias

Connectiques verticales par micro-câble

Bien que le remplissage de vias corresponde à une exigence d'intégration des interconnexions non résolue par le micro-câblage traditionnel, une nouvelle alternative consiste à combiner les avantages de ces deux techniques [Fischer 2010] (Figure 2-25). Une fois le via gravé, l'extrémité inférieure du micro-câble est scellée sur la partie inférieure du substrat. Ce câble est

ensuite étiré verticalement jusqu'au sommet du substrat puis sectionné. La cavité est ensuite remplie de résine puis polie pour avoir une surface plane et pour supprimer la résine là où elle n'est pas désirée. Enfin, la dernière étape est la réalisation d'une piste structurée, en contact avec le micro-câble.

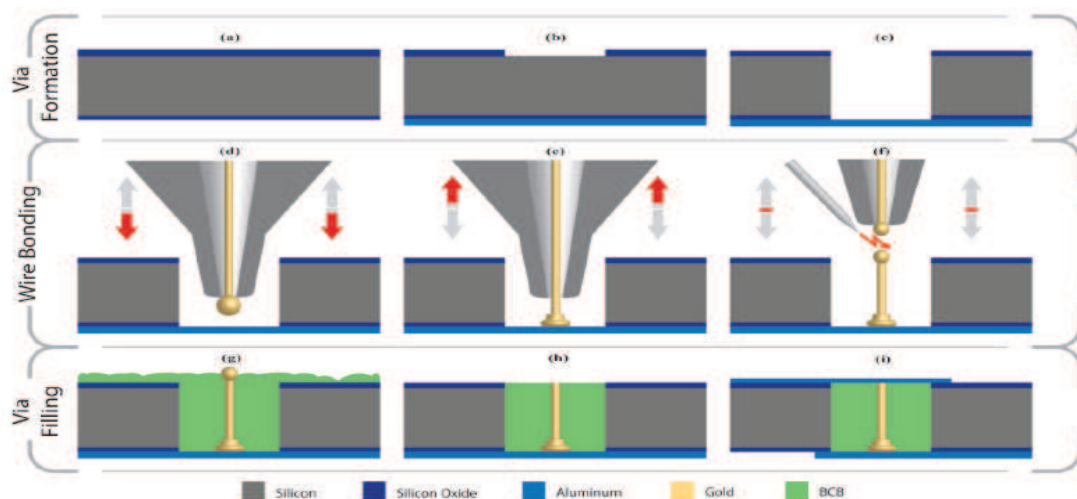


Figure 2-25 : Procédé de fabrication des connectiques verticales par micro-câblage [Fischer 2010]

Cette solution évite ainsi tout dépôt sur les flancs. De plus, la présence d'une épaisse couche diélectrique assure une bonne isolation électrique. Notons toutefois que le rapport d'aspect des vias est très faible à cause de ce diélectrique (1,5) et non du micro-câblage (12). Le diamètre du via atteint alors 100 μm . De plus, comme les câblages sont réalisés les uns après les autres, cette alternative n'est pas appropriée aux applications à haute densité de vias (temps et coût).

Connectiques verticales en silicium faiblement résistant

La société Silex Microsystem a développé une nouvelle technologie à base de piliers en silicium faiblement résistif. Sur un substrat faiblement résistif, des piliers en silicium sont micro-usinés par gravure ionique profonde. La profondeur de la gravure détermine la hauteur du via. L'attaque ne peut évidemment pas être débouchante pour des raisons de manutention du substrat avec les piliers. Ces piliers sont insérés dans les vias du substrat que l'on souhaite remplir. Un dépôt à haute température est ensuite effectué pour combler les faibles vides dans les vias, isoler électriquement les piliers et les fixer au substrat MEMS. Un polissage est effectué sur la face arrière pour avoir accès aux deux faces des piliers et empêcher tout court-circuit. Les pistes connectant les vias aux dispositifs sont enfin déposées et structurées sur le substrat.

Cette technologie permet d'obtenir de grands rapports d'aspect (≤ 10) avec des faibles diamètres ($50 \mu\text{m}$). Malgré l'utilisation de silicium faiblement résistif, la résistance électrique de ces vias reste toutefois très élevée comparée à l'utilisation de métaux, limitant ainsi son utilisation. De plus, cette technique nécessite un substrat spécifique et coûteux.

Connectiques verticales de fils en nickel magnétique auto-assemblés

Une autre technologie de remplissage des vias a récemment vu le jour en exploitant les propriétés électriques et magnétiques du nickel (Figure 2-26). Après avoir gravé et passivé les vias, des fils de nickel sont déposés aléatoirement sur le substrat. Sous l'effet d'un champ magnétique, ces fils sont orientés verticalement puis vont s'insérer dans les vias. Les vias sont ensuite bouchés et collés au silicium par l'ajout d'un diélectrique (BCB). Les surplus de résine et de nickel sont éliminés par polissage. Une fois les deux faces du nickel accessibles, les pistes sont enfin élaborées.

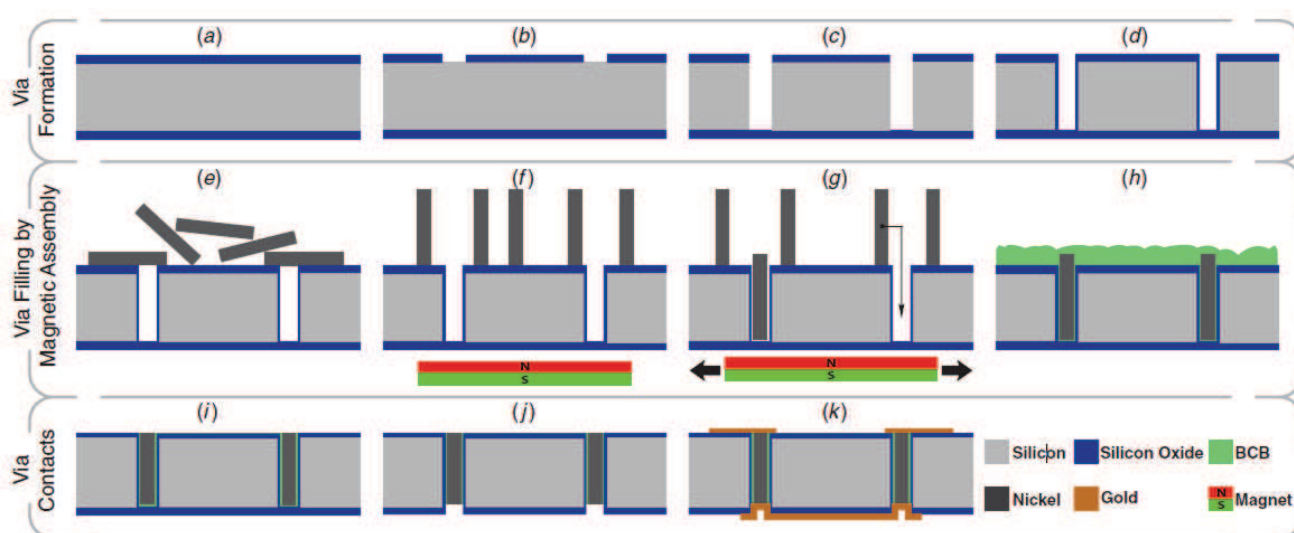


Figure 2-26 : Procédé de fabrication des connectiques verticales avec des fils de nickel auto-assemblés [Fischer 2012]

Cette nouvelle alternative permet de réaliser des vias à fort rapport d'aspect (≤ 24) avec de faibles diamètres ($\geq 10 \mu\text{m}$). De plus, cette technologie semble financièrement attractive car les étapes à coût de fabrication élevé (métallisation, amincissement du substrat...) sont supprimées. En outre, les vias sont remplis par du nickel faiblement résistif et isolé par du BCB et de la silice assurant des bonnes propriétés électriques (faibles résistance, capacité, inductance). Enfin, la robotisation atteint de très bon rendement de remplissage des vias ($\approx 100\%$) avec des vitesses d'environ 70 s pour une matrice de vias de 10 par 10. Toutefois, la présence d'un champ magnétique contrôlé peut rendre cette technique difficile à industrialiser.

Connectiques verticales par aspiration d'un métal mou

Une nouvelle technique consiste à aspirer dans le via un métal mou à basse température de fusion. Deux techniques sont notamment utilisées, l'immersion du substrat dans un bain métallique d'une part [Yamamoto 2011] (Figure 2-27) et l'insertion des billes dans le via d'autre part [Gu 2010] (Figure 2-28).

Dans la première technique, le substrat est gravé puis placé dans une enceinte sous vide (quelques Pascals) avec un bain métallique (SnAu) liquide et chaud (< 400°C). Ensuite, il est plongé directement dans la solution, la pression dans les vias est donc proche de celle dans l'enceinte. L'enceinte est remise à la pression atmosphérique. Les vias se remplissent alors de métal. Le substrat est enfin sorti du bain puis refroidi.

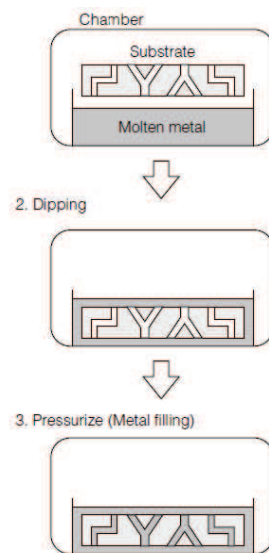


Figure 2-27 : Connectiques verticales par immersion du substrat dans un métal [Yamamoto 2011]

Cette technique présente l'avantage de réaliser simultanément tous les vias de faibles diamètres (10 à 70 μm) avec des rapports d'aspect élevés (≤ 40) et un faible coût de production. Toutefois, l'immersion du substrat dans la solution métallique rend peu compatible cette étape de fabrication avec des dispositifs déjà présents sur le substrat. En effet, la température élevée du bain qui est nécessaire pour assurer la fusion du métal n'est pas tolérée par toutes les technologies. De plus, cette solution métallique ne doit pas être en contact avec d'autres métaux (formation de dépôt et alliage) et risque de coller les parties libérées. Pour ces raisons, il s'agit d'une technologie peu utilisée.

Une autre solution consiste à aspirer des billes métalliques dans les vias et à les faire fondre pour les remplir. Les forces de capillarité étant plus importantes que celles de la gravité, le métal en

fusion monte. Il est alors possible d'assurer la présence du métal uniquement sur les surfaces désirées en maîtrisant la mouillabilité.

Cette technique présente l'avantage de réaliser simultanément tous les vias de faibles diamètres (10 à 70 μm) avec des rapports d'aspect élevés (≤ 40) et un faible coût de production. Toutefois, l'immersion du substrat dans la solution métallique rend peu compatible cette étape de fabrication avec des dispositifs déjà présents sur le substrat. En effet, la température élevée du bain qui est nécessaire pour assurer la fusion du métal n'est pas tolérée par toutes les technologies. De plus, cette solution métallique ne doit pas être en contact avec d'autres métaux (formation de dépôt et alliage) et risque de coller les parties libérées. Pour ces raisons, il s'agit d'une technologie peu utilisée.

Une autre solution consiste à aspirer des billes métalliques dans les vias et à les faire fondre pour les remplir. Les forces de capillarité étant plus importantes que celles de la gravité, le métal en fusion monte. Il est alors possible d'assurer la présence du métal uniquement sur les surfaces désirées en maîtrisant la mouillabilité.

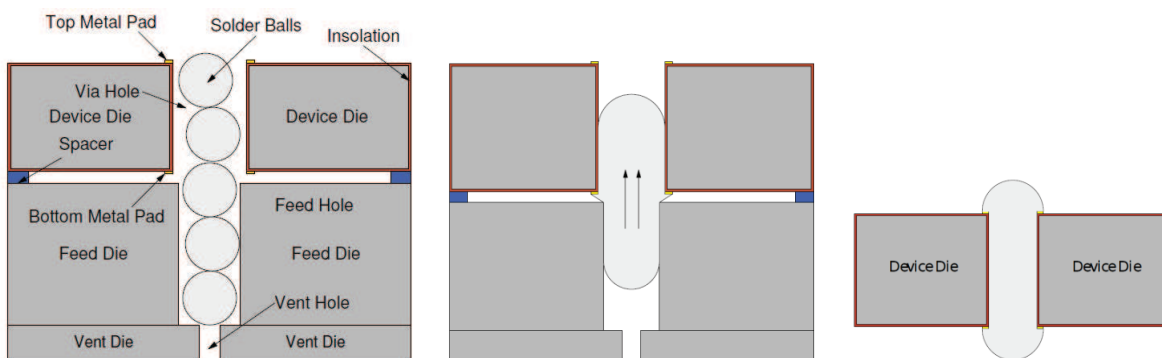


Figure 2-28 : Connectiques verticales par aspiration de billes métalliques : a) après dépôt des billes, b) ascension du métal en fusion, c) via rempli [Gu 2010]

Cette technique présente ainsi l'avantage de ne pas nécessiter de métal sur les flancs, d'être faiblement contrainte, facilement réalisable (absence de matériaux et techniques exotiques), et compatible avec la plupart des technologies. Bien que le remplissage d'un via soit très rapide, cette étape doit être répétée pour chaque via, ce qui n'est pas approprié pour les puces denses. De plus, compte tenu des diamètres des billes (150 μm) et des matériaux utilisés (Si, Au...), les vias doivent être larges ($> 150 \mu\text{m}$) et à faible rapport d'aspect.

2.4 Herméticité

2.4.1 Vide nécessaire pour les microsystèmes

Les objectifs de l'encapsulation hermétique sont de protéger le MEMS contre les agressions extérieures, et de garantir la stabilité et la fiabilité de leurs performances. Ces attaques physico-chimiques proviennent de molécules gazeuses, liquides ou solides. La résistance mécanique du capot empêche la collision entre les micro-dispositifs encapsulés et un projectile liquide ou solide. De plus, une cavité sous vide empêche tout phénomène d'oxydation, hydrolyse, présence et condensation de la vapeur d'eau, de gravure, d'amortissement de systèmes résonants (« damping »), de collage de parties libérées (« stiction ») ... nuisant au bon fonctionnement des microsystèmes capotés [Veyrié 2007, Tenchine 2011]. Cette maîtrise de la pression diffère suivant le type de capteur (cf. Tableau 1-1).

2.4.2 Diverses sources de gaz

L'obtention et la conservation d'un vide poussé reste encore un défi à l'heure actuelle à cause des diverses sources de gaz. Ces dernières proviennent du dégazage des surfaces durant le scellement (Figure 2-29a) puis lors de l'utilisation des MEMS, ainsi que de la perméabilité des parois et des fuites aux niveaux des cordons (Figure 2-29b).

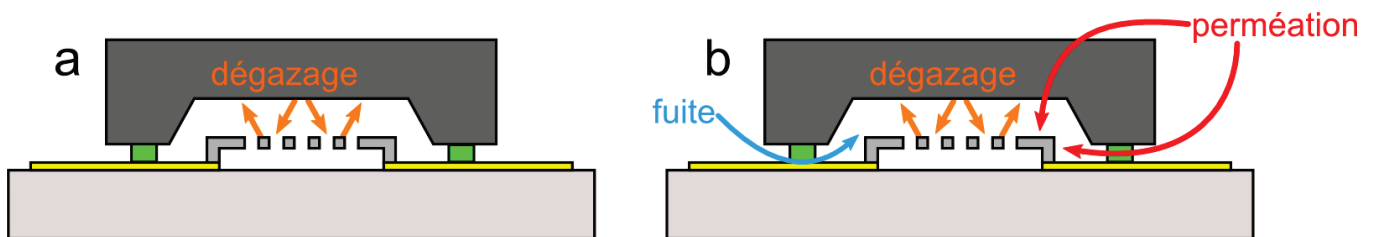


Figure 2-29 : Sources de gaz dans les MEMS : durant le scellement (a) et l'utilisation du dispositif (b)

En effet, le scellement du capot nécessite généralement une élévation de la température entraînant un dégazage des surfaces provoquant une augmentation de la pression. Le dégazage des surfaces a aussi lieu lors de l'utilisation du MEMS pour des raisons thermiques, vibro-métriques ... Les fuites sont le résultat de défauts de scellement (fissures, pores ...). Ensuite, comme les matériaux sont perméables aux espèces gazeuses, ces dernières peuvent être adsorbées sur la surface externe de la cavité puis diffusées à l'intérieur du matériau pour enfin être désorbées dans la cavité. La principale

espèce susceptible de pénétrer de cette façon dans la cavité est l'hydrogène qui demeure toutefois en faible concentration dans l'air.

2.4.3 Influence des sources de gaz

La perméabilité et le dégazage varient en fonction de la classe de matériau (polymère, céramique, métal...) (cf. Tableau 1-2). Les matériaux utilisés pour encapsuler les micro-dispositifs vont ainsi grandement influencer le contrôle de la pression de la cavité dans le temps. Pour une encapsulation sous atmosphère contrôlée ou sous vide, on recommande l'utilisation de métaux, semi-conducteurs et céramiques qui possèdent de très faibles perméabilité et dégazage. Cependant, pour une encapsulation élaborée à partir de ces matériaux, la pression résiduelle des MEMS encapsulés dépend principalement de la méthode de scellement mise en œuvre. Elle influe d'une part sur la pression initiale de la cavité juste après son encapsulation et d'autre part sur son évolution dans le temps.

En effet, le dégazage d'oxygène lors du scellement anodique entraîne généralement une pression élevée dans la cavité ($> 10^4$ Pa) [Sparks 2003]. Au contraire, l'absence de dégazage autorise de faibles pressions (10^2 Pa) notamment pour un cordon en verre fritté [Sparks 2006, Mottin 2001]. Rappelons que malgré un niveau de vide relativement modeste, le scellement à base de verre (anodique et fritté) représente 80% des encapsulations sous vide [Farrens 2008]. La pression peut même atteindre 1 Pa pour une soudure directe ou métallique [Itoh 2003, Wech 2008].

De plus, la nature du scellement impacte sur les fuites au niveau des cordons en bouchant les pores et en limitant les fissures notamment provoquées par un état de surface imparfait, des coefficients de dilatation différents et la faible tolérance aux déformations. Le scellement en phase liquide transitoire (Au-In) permet d'obtenir le plus faible taux de fuite (10^{-17} Pa.m³.s⁻¹) car le matériau à basse température de fusion (In) est en fusion lors du scellement et il diffuse très facilement dans l'or. Une fois cette étape obtenue, les quelques résidus d'indium pur restants peuvent encore combler les vides par leur facilité à diffuser et limiter la formation des fissures dans le scellement durant l'utilisation des micro-dispositifs du fait de son caractère ductile [Welch 2008]. A l'opposé, les scellements effectués par un traitement de surfaces du substrat ou de films métalliques s'adaptent peu aux variations de topographie ; leur taux de fuite est très supérieur ($\leq 10^{-14}$ Pa.m³.s⁻¹) [Itho 2003].

Un capot métallique avec un scellement en phase liquide transitoire est ainsi la meilleure alternative pour une encapsulation sous vide compte tenu des différentes sources de gaz. Pour une

meilleure maîtrise du niveau de vide, on recommande l'utilisation d'une micro-cavité au milieu du joint de scellement. Elle permet d'améliorer la conservation du niveau de vide d'un facteur 30 [Gan 2008]. Cette solution encombrante ne permet toutefois pas la suppression des sources gazeuses. Le niveau de vide requis par certains micro-composants n'est alors plus respecté. L'incorporation d'une « pompe » au sein de la cavité va permettre la sorption des particules dégazées lors du scellement puis compenser l'augmentation de la pression ultérieure (fuites, perméation, dégazage). Le pompage de la cavité est obtenu en utilisant des matériaux appelés « getters ». Ces derniers ont la capacité d'absorber les particules gazeuses à leur surface sans pour autant les diffuser dans le volume à température ambiante. Une saturation progressive de la surface du getter entraîne une diminution de la vitesse de piégeage. Une régénération de la surface du getter est alors nécessaire. Deux modes de régénération du getter sont possibles : les getters évaporables et ceux non évaporables (« NEG : Non Evaporable Getter »). Pour les premiers, le renouvellement du pompage est effectué par le dépôt d'une nouvelle couche déposée sur la surface saturée. Cette solution technologique est toutefois incompatible avec l'encapsulation de micro-composants. Les seconds (NEG) possèdent la capacité de régénérer la surface du getter par diffusion des espèces adsorbées dans le volume du matériau suite à un apport énergétique habituellement délivré grâce à un traitement thermique. Cette technologie n'est ainsi pas limitée par les contraintes géométriques du getter. Les matériaux utilisés pour les NEG doivent à la fois posséder une vitesse de diffusion élevée de l'oxygène à basse température et une limite de solubilité élevée de l'oxygène. On utilise ainsi les éléments de la colonne IV-B (titane, zirconium, hafnium) ou un alliage composé d'un élément de la colonne IV-B avec du vanadium, nickel, fer, aluminium ou cobalt [Prodromides 2002, Ferrario 1998]. Ces getters nécessitent toutefois d'être activés à des températures supérieures à 200°C [Benvenuti 1997] et ils sont potentiellement une source de pollution des MEMS [Gan 2008].

2.4.4 Techniques de caractérisation

Pour mesurer l'herméticité des boîtiers, on se réfère généralement, en micro-électronique, à la méthode 1014 de la norme militaire américaine MIL-STD-883 [Mil 1995]. Celle-ci ne recense toutefois pas toutes les techniques possibles et utilisées dans la littérature. Une présentation succincte et non exhaustive est énoncée, avec un intérêt particulier pour la mesure de la pression par déflexion du capot.

Pour détecter d'importantes fuites de scellement, on utilise généralement un liquide traceur qui circule à travers les larges fissures du capot par écoulement visqueux. Le boîtier est placé dans une enceinte contenant un liquide traceur sur-pressurisé. Le liquide pénètre dans la cavité si le capot possède des fuites importantes. La présence de ces fuites peut être observée en immergeant le boîtier dans un bain et en détectant la présence de bulles. Une autre méthode consiste à détecter les vapeurs du liquide traceur. La présence de grosses fuites peut aussi être observée en pesant des boîtiers avant et après exposition au fluide. Une technique destructive consiste à étudier la présence du liquide à l'intérieur de la cavité après avoir retiré le capot.

Ces tests sont toutefois inadaptés pour des encapsulations présentant de très faibles sources de gaz. Ces fines fuites peuvent être détectées en plaçant l'encapsulation dans une enceinte contenant un gaz traceur sur-pressurisé. On mesure ensuite la quantité de gaz ayant pénétrée à l'intérieur de la cavité ou le taux de fuite du gaz. A l'inverse, le gaz traceur peut être emprisonné dans la cavité lors du scellement ou injecté par un trou du substrat MEMS après scellement puis on étudie la quantité ou la pression de gaz restante dans la cavité ou le taux de fuite. Pour ces deux techniques, les gaz traceurs les plus utilisés sont généralement l'hélium, la vapeur d'eau, le protoxyde d'azote, le néon, l'hydrogène ou du krypton radioactif [Reinert 2006, Candler 2005, Nese 1995, Veyrié 2007, Greenhouse 2000, Jeong 2006, Choa 2009, Han 2012, Millar 2011, Tan 2011]. L'évolution de la pression en fonction du temps est ainsi souvent déterminée à partir du « taux de fuite » de l'hélium par la formule suivante [Millar 2011, Tan 2011] :

$$P(t) = P_0 + (P_1 - P_0) \left[1 - \exp\left(-\sqrt{\frac{M_{air}}{M_{gaz}}} * \frac{L}{P_1 V} t\right) \right] \quad \text{Équation 2-1}$$

$P(t)$: pression partielle interne (Pa)

P_0 : pression partielle initiale (Pa)

P_1 : pression partielle extérieure (Pa)

V : volume de la cavité (m³)

A : surface de l'encapsulation en contact avec l'atmosphère extérieure (m²)

E : épaisseur du scellement (m)

M_{air} : masse moléculaire de l'air (28,7 g.cm⁻³)

M_{gaz} : masse molaire du gaz traceur (exemple : M_{He} 4 g.cm⁻³)

L : taux de fuite (Pa.m³.s⁻¹)

t : temps écoulé après le scellement (s)

La présence et la quantification des fines fuites peuvent aussi être évaluées à partir de l'évolution des performances d'un capteur encapsulé et sensible à l'environnement dans la cavité (pression, humidité, température ...). Les capteurs les plus utilisés sont les résonateurs mécaniques et piézoélectriques dont la fréquence de résonance et le facteur de qualité sont très sensibles à la pression. Cette méthode de mesure est la plus performante mais elle est aussi la plus lourde et la plus coûteuse [Hsu 2012, Zhao 2011, Murillo 2010, Reuter 2009, Chae 2005, Frömel 2006, Candler 2005, Jourdain 2005, Jeong 2006]. D'autres composants peuvent par ailleurs être utilisés tels que les capteurs de température [Jourdain 2005] ou d'humidité [Chae 2005, Veyrié 2007]. La vapeur d'eau et les autres espèces oxydantes peuvent aussi être détectées en analysant l'oxydation d'un matériau réactif placé dans la cavité. Les oxydations du cuivre, du titane, du cadmium, du tungstène ou du lithium peuvent être détectées optiquement, électriquement, ou mécaniquement [Gueissaz 2005, Seigneur 2006, Marinis 2011, Huang 2010]. En outre, un refroidissement de la cavité permet de condenser la vapeur d'eau en gouttes d'eau (point de rosée) [Der Marderosian 2006].

Une dernière méthode consiste à mesurer la déflexion provoquée par le différentiel de pression entre celle dans la cavité et celle extérieure [Han 2012, Garnier 2011]. La pression interne est liée à la déflexion par la formule suivante :

$$\Delta P = C_1 \left(\frac{b}{a} \right) \frac{e \times w}{a^2} \sigma + C_2 \left(\nu, \frac{b}{a} \right) \frac{e \times w^3}{a^4} \frac{E}{1-\nu} + C_3 \frac{e^3 \times w}{a^4} \frac{E}{1-\nu^2} \quad \text{Équation 2-2}$$

ΔP : différentiel entre la pression dans la cavité et la pression extérieure (Pa)

e : épaisseur du capot (m)

w : déflexion du capot (m)

a : moitié de la largeur de la membrane (m)

σ : contrainte du capot (Pa)

E : module d'Young (Pa)

ν : coefficient de Poisson

$C_1 \left(\frac{b}{a} \right), C_2 \left(\nu, \frac{b}{a} \right), C_3$: coefficients sans dimension dépendant de la forme de la membrane (ronde, carrée ...) et du coefficient de Poisson [Lin 1990, Bonnote 1995, Timoshenko 1970]

Cette technique présente l'avantage d'évaluer à la fois de grosses et fines fuites. De plus, elle est non-destructive et très précise. En effet, après deux mois d'observation, il est possible de détecter un très faible taux de fuite (10^{-14} Pa.m³.s⁻¹) pour de faibles volumes de cavité (10^{-9} m³) soit

trois ordres de grandeur par rapport à la fuite d'hélium [Lani 2007]. Comme la fréquence de résonance du capot varie avec le différentiel de pression, il est aussi possible d'étudier son influence [Bosseboeuf 2005]. Le calcul de la pression nécessite toutefois de connaître la rigidité et la contrainte du capot. Une autre méthode existe pour connaître la pression dans la cavité sans pour autant connaître les propriétés mécaniques du capot. Elle consiste à faire varier la pression extérieure pour obtenir une déflexion nulle. Une fois cette condition remplie, la pression extérieure est égale à la pression intérieure.

2.5 Le procédé d'encapsulation développé au laboratoire

Comme nous l'avons exposé dans ce chapitre, de nombreuses études sont effectuées pour améliorer la fabrication du capot, le scellement et le passage des connectiques en considérant principalement la compatibilité et la facilité de mise en œuvre ainsi que le coût.

Nous avons développé des procédés d'encapsulation par transfert de films. Notre approche est basée sur l'utilisation d'une couche à adhésion contrôlée qui permet le report des capots possédant des connectiques intégrées. Cette solution permet une compatibilité optimale avec les dispositifs à encapsuler car aucune étape technologique n'est réalisée sur le substrat MEMS à l'exception de l'étape de scellement. L'influence de cette étape est toutefois limitée car nous effectuons une soudure en phase liquide transitoire (In-Au) à basse température ($\leq 200^{\circ}\text{C}$). Rappelons que ce type de scellement est très favorable à notre application d'encapsulation hermétique car elle est l'une des meilleures pour compenser des variations de topographie et pour conserver le niveau de vide dans la cavité.

Pour mettre en œuvre ce type d'encapsulation, les principales étapes sont les suivantes (Figure 2-30) :

- Attaque chimique du substrat en silicium pour donner la forme des capots : gravure KOH
- Dépôt d'une couche isolant électriquement le capot du substrat puis sacrifiée lors de la ré-utilisation du moule : silice (SiO_2) par oxydation thermique
- Dépôt de la couche à adhésion contrôlée : polymère fluoro-carboné (C_xF_y) à partir du procédé Bosch, ou carbone (C) par pulvérisation
- Dépôt de la couche conductrice d'amorce des vias : cuivre (Cu) par pulvérisation

- Dépôt de la couche jouant le rôle de capot (résistance mécanique, herméticité et résistivité élevées) : alumine (Al_2O_3) par évaporation, ou nitrure d'aluminium (AlN) par pulvérisation, ou nickel par croissance électrolytique isolé par de l'AlN par pulvérisation.
- Dépôt remplissant les vias : cuivre par croissance électrolytique
- Dépôt des cordons pour le scellement en phase liquide transitoire et à basse température : or-indium (Au-In) par évaporation
- Scellement des capots sur le substrat MEMS
- Libération des capots du substrat donneur

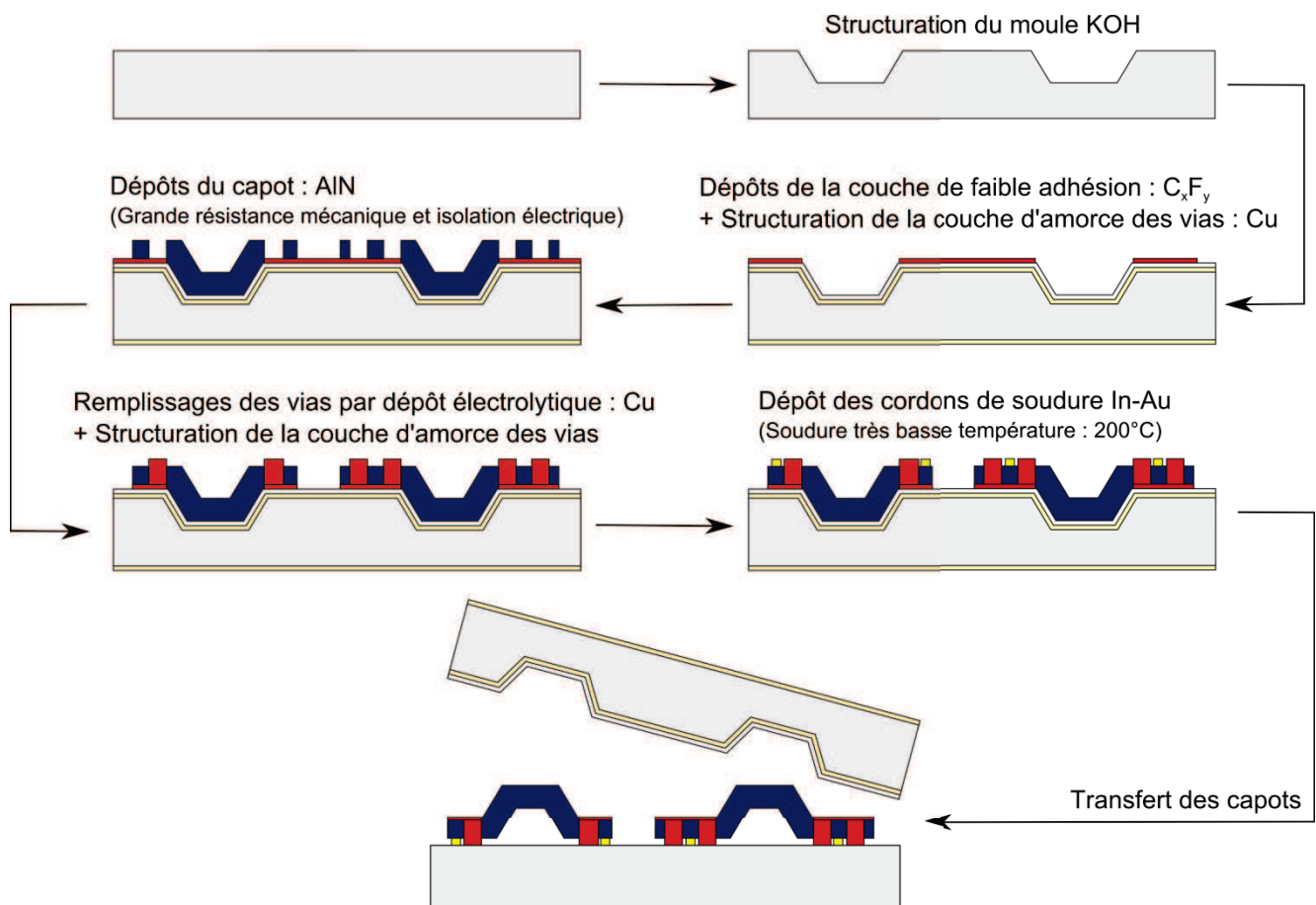


Figure 2-30 : Procédé de fabrication de capots hermétiques avec une soudure In-Au entrepris au laboratoire

Cette première proposition a aussi pu être explorée. Elle est complexe. Aussi, nous avons également étudié plusieurs alternatives. Une première consiste à remplacer les cordons Au-In par des joints adhésifs en parylène déposé par CVD. Les pistes peuvent être horizontales car le parylène est isolant et les cordons épais et élastiques tolèrent les variations d'épaisseur. Bien qu'il présente l'une des meilleures herméticités parmi les polymères, elle reste inférieure à celle des métaux. Une

seconde alternative consiste à effectuer une encapsulation avec un capot et des cordons en parylène. Les cordons et le capot sont élaborés simultanément lors de l'étape de structuration du parylène. La fabrication de ce conditionnement est ainsi très facile et bon marché car elle diminue le nombre d'étapes technologiques et elle supprime des étapes longues et coûteuses. De plus, le parylène est un matériau transparent dans le visible. Les conditionnements avec du parylène visent ainsi des applications peu exigeantes en terme d'herméticité, bas coût et nécessitant une transparence optique du capot.

3 Etude du procédé de fabrication des capots hermétiques

Nous présentons ici les différentes étapes développées au laboratoire pour élaborer un capot hermétique en utilisant une couche à adhésion contrôlée et précisons les différentes étapes par lesquelles nous avons dû passer pour développer des procédés spécifiques.

3.1 La structuration du moule (KOH)

La première étape du procédé de fabrication des capots est la gravure du substrat donneur pour réaliser les cavités. Afin de garantir une meilleure rigidité mécanique et permettre une bonne couverture des flancs par la couche métallique, nous avons choisi une géométrie à flancs inclinés. La profondeur de gravure fixe est la hauteur de la cavité des capots (dans notre cas $25\ \mu\text{m}$). Elle est réalisée en gravure humide à l'aide d'une solution d'hydroxyde de potassium (KOH) dont les paramètres d'influence sont :

- la nature du bain de gravure (concentrations en KOH, additifs, température et agitation)
- la nature du substrat à graver (directions cristallines et dopage)

Rappelons que les vitesses d'attaque des plans (100) et (110) sont plus importantes que celles du plan (111) aboutissant à la révélation des plans (111) (inclinés à $54,7^\circ$ par rapport à la surface de l'échantillon) (Figure 3-1).

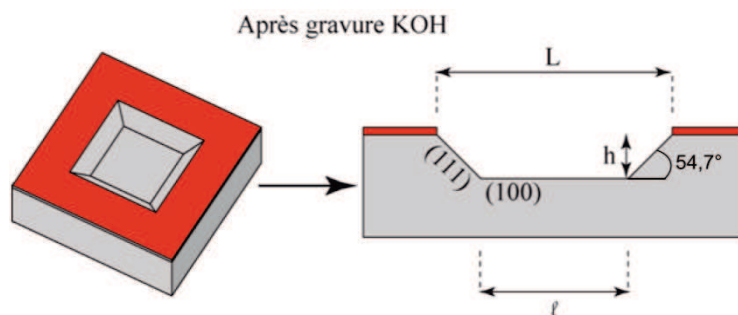


Figure 3-1 : Profil de gravure anisotrope du silicium par une solution KOH

Dans le but d'obtenir des vitesses de gravure élevées et une bonne qualité de surface, nous avons choisi de travailler avec une solution maintenue à 90°C et contenant 20% en masse de KOH [Seidel 1990]. Dans ces conditions et pour les substrats orientés selon la direction (100) de type n dopés au phosphore, conductivité comprise entre 1 et 20 $\Omega \cdot \text{cm}^{-1}$, la vitesse de gravure est de 1,6 $\mu\text{m} \cdot \text{h}^{-1}$.

La localisation de la gravure du silicium dans le bain KOH est réalisée à partir d'un masque en nitrure de silicium déposé par PECVD (« Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition ») compte tenu de sa très grande sélectivité ($\approx 15\,000$) [Brault 2010]. Cette couche de nitrure est structurée par une gravure sèche. Pour diminuer la rugosité, une désoxydation du silicium à l'intérieur des motifs doit être effectuée juste avant la gravure KOH à partir d'une solution diluée d'acide fluorhydrique.

Après la gravure KOH et la suppression du masque en nitrure par l'acide fluorhydrique, l'échantillon est enfin oxydé thermiquement sur une épaisseur de 100 nm afin d'isoler électriquement le substrat. Cette couche de silice sert aussi de couche sacrificielle pour réutiliser le substrat.

3.2 L'élaboration de la couche d'adhésion contrôlée

Dans le paragraphe précédent, nous avons vu que le substrat donneur était structuré pour donner le relief au capot. Il s'ensuit une étape clef pour la fabrication de l'encapsulation hermétique par transfert de films : la réalisation de la couche d'adhésion contrôlée. L'adhérence entre la couche à adhésion contrôlée et le capot doit être inférieure à celle entre le capot et le substrat receveur afin d'assurer le transfert du capot du substrat donneur à faible énergie de surface vers le substrat receveur à plus forte énergie de surface.

Nous avons été amenés à utiliser deux types de films : une couche fluoro-carbonée et un film de carbone. Les couches fluorocarbonées présentent une adhérence compatible avec la technologie de transfert de films, en ajustant ses propriétés par traitements thermique et chimique (plasma) [Brault 2010]. Rappelons toutefois que ce polymère se dégrade thermiquement pour des températures supérieures à 300°C, provoquant une défluoration [Maia 2010] et une hydrophobie instable [Zhuang 2005]. Pour des températures élevées, l'enjeu est de maîtriser, en plus des

différentes forces d'adhérence et la stabilité thermique, les propriétés thermo-mécaniques de l'empilement des différents matériaux. L'utilisation d'un film de carbone comme couche de faible adhésion apparaît comme une alternative intéressante du fait de sa stabilité thermique à haute température et de sa faible énergie de surface [Robertson 2002]. De plus, comme son coefficient de dilatation est compris entre celui du silicium et des métaux, le carbone devrait pouvoir jouer le rôle de film tampon entre le substrat et les films à transférer.

3.2.1 Couche fluorocarbonée

3.2.1.1 Généralités sur les couches fluorocarbonées

Les polymères fluorocarbonés sont composés d'atomes de fluor (F) et de carbone (C) dont la combinaison (C–CF, CF, CF₂, CF₃) varie selon la méthode de synthèse, les conditions de dépôt et les traitements.

Le fluoropolymère (C_xF_y) le plus utilisé est le PTFE (polytétrafluoroéthylène) couramment nommé Téflon. Son caractère chimiquement inerte, sa stabilité thermique, sa bio-compatibilité, son faible coefficient de friction et son hydrophobie prononcée proviennent des liaisons fortes C–F, et de l'agencement linéaire de groupements –(CF₂)–. Ces propriétés en font un matériau très utilisé dans le domaine médical [Lewis 2010] et comme couche anti-adhérente dans la vie quotidienne (ustensiles de cuisine, vêtements anti-pluie, carrosseries de véhicules ...) ainsi qu'en microélectronique [Ayona 1999, Schulz 2000, Choi 2003, Jaszewski 1999, Smith 1998, Beck 2002].

Cependant, aucune technique ne permet de synthétiser une couche mince de structure –(CF₂)–. Toutefois, la polymérisation par plasma offre une certaine modularité (Tableau 3-1) et une adhésion suffisamment élevée entre le substrat et le dépôt pour pouvoir être utilisée dans un empilement de couches minces [Agostino 1988, Gnanappa 2006, Haïdopoulos 2005].

	PTFE standard	Film C _x F _y déposé par plasma
Energie de surface (mN.m ⁻¹)	18-20	20 – 50
Angle de contact (EDI) (°)	115	70 – 170
Module d'Young (GPa)	0,3 – 0,8	1 – 135
Dureté (GPa)	0,05	0,3 – 13,5
Coefficient de friction	2,0 – 2,1	2,1 – 2,3
Constante diélectrique	2,0 – 2,1	2,1 – 2,8
Température de fusion (°C)	327	350

Tableau 3-1: Comparaison des caractéristiques du PTFE et d'un film C_xF_y synthétisé par plasma

[Haïdopoulos 2005]

L'adhésion de la couche C_xF_y peut être ajustée par différents types de traitements notamment par plasma qui s'y prêtent particulièrement bien en termes de contrôle, de coût, et de modification de surface. Le film peut être caractérisé par la mesure mécanique de l'adhésion mais aussi indirectement par la mouillabilité et la proportion de fluor en surface. En effet, le taux de fluor est directement relié à l'hydrophobicité. Dans la plupart des cas, lorsque l'adhésion augmente, la mouillabilité a tendance à augmenter tandis que la quantité de fluor diminue. De nombreux travaux relatent la défluoruration (décroissance du taux de fluor) en fonction de la nature du gaz dans le plasma. Celle-ci est plus importante dans le cas de l'hydrogène, puis de l'argon, de l'ammoniac jusqu'à l'oxygène (H₂ > Ar & NH₃ > N₂ > He >> O₂) [Cavalli 1999, Badey 1996, Chen 1996, Pringle 1996, Lappan 1999, Wilson 2001, Markkula 2002, Wang 2008, Schelcher 2012].

3.2.1.2 *Elaboration et traitement de couches fluorocarbonées dans notre procédé.*

Le film fluorocarboné est élaboré dans une enceinte de DRIE (« Deep Reactive Ion Etching ») classiquement utilisée pour la gravure profonde du silicium à l'IEF. Dans ce procédé de gravure (aussi appelé « procédé Bosch »), la verticalité des flancs est assurée par la formation d'une couche fluorée de passivation en utilisant une décharge de C₄F₄ [Keller 2007].

Notons que la vitesse de croissance est élevée (3,6 nm.s⁻¹) en accord avec celles observées dans la littérature [Gnanappa 2006]. Une caractérisation par angle de contact utilisant le modèle d'OWRK aboutit à une valeur de l'énergie de surface de la couche fluorée (eau déionisée et diiodométhane) de 11,3 mN.m⁻¹ juste après croissance [Brault 2010]. Cette valeur est conforme à

celles fréquemment rapportées dans la littérature [Gnanappa 2006, Keller 2007, Zhuang 2005]. L'hydrophobicité et l'indice optique sont indépendants du temps de dépôt. Pour des épaisseurs comprises entre 15 et 500 nm, ces valeurs sont de 116° et 1,35. D'après des mesures de spectrométrie de photoélectrons X (« XPS : X-ray Photoelectron Spectroscopy), la teneur en fluor dans le film est deux fois plus élevée que la teneur en carbone conformément à la stœchiométrie du gaz utilisé (C_4F_8) [Brault 2010]. A partir de la mesure du rayon de courbure (avant et après dépôt) et en utilisant la formule de Stoney, la contrainte mécanique du polymère après dépôt est estimée à 10 MPa ce qui est comparable, à nouveau, aux valeurs observées dans la littérature [Gnanappa 2006].

Juste après croissance, le polymère subit un traitement thermique qui lui assure une stabilité jusqu'à la dernière étape du procédé de fabrication. Ce traitement induit aussi des modifications sur l'épaisseur, l'indice optique, l'angle de contact, et la proportion de fluor dans le film. Il consiste en une rampe de température entre 25 et 250°C en 20' puis un plateau à 250°C pendant 10'. L'épaisseur de la couche diminue alors fortement avec l'augmentation de la température dès 100°C . Cependant cette évolution s'estompe à partir de quelques minutes à 250°C . A l'issue de ce traitement, l'épaisseur du film a diminué de 80% par rapport à l'épaisseur déposée et cela quelle que soit l'épaisseur initiale dans l'intervalle [100 ; 500] nm. Ce recuit va ainsi modifier en profondeur la couche fluorée en changeant notamment son indice de 1,35 à 1,22. En outre, la faible défluoration (2 \rightarrow 1,8) diminue légèrement l'hydrophobie de la couche ($116^\circ \rightarrow 109^\circ$) et l'énergie de surface ($11,3 \text{ mN.m}^{-1} \rightarrow 12,7 \text{ mN.m}^{-1}$). Ces caractérisations ont été couplées à une mesure d'adhésion par pull test qui détermine la pression d'arrachement en traction et montrent l'augmentation d'un facteur supérieur à trois de la pression d'arrachement par rapport à celle d'un film non traité [Brault 2010].

Pour ajuster l'adhérence, la couche subit ensuite un traitement par plasma oxygène dans un réacteur de type délaqueur (0,8 mbar, 12 s, 80 W). Ce traitement grave la couche à une vitesse de $0,8 \text{ nm.s}^{-1}$. De plus, la faible défluoration du plasma diminue légèrement la mouillabilité (99°) et augmente l'adhésion de quelques MPa [Brault 2010].

Cette succession d'étapes technologiques a été contrôlée par des mesures systématiques d'épaisseur et d'angle de contact (Tableau 3-2).

	Couche fluorée	Couche fluorée + recuit (250°C)	Couche fluorée + recuit (250°C) + plasma O ₂
Epaisseur (nm)	100	20	10
Angle de contact (°)	115	110	100

Tableau 3-2: Caractérisation de la couche C_xF_y déposée par plasma au cours des différentes étapes du traitement de stabilisation

C'est le traitement le plus complet que nous avons choisi de mettre en œuvre.

3.2.2 Couche de carbone

Dans le but de transférer des couches élaborées à haute température, nous avons également utilisé le carbone comme couche à adhésion contrôlée (« DLC : Diamond like carbon »), alternative intéressante du fait de leur stabilité à haute température et de leur faible énergie de surface [Robertson 2002]. Celles-ci sont notamment utilisées comme film anti-adhésif en nano-impression assistée par UV par exemple [Ramachandran 2006, Tao 2008]. L'énergie de surface de films carbonés (40 mN.m⁻¹) peut être ajustée par inclusion d'oxygène (≤ 52 mN.m⁻¹) ou de silicium (≥ 19 mN.m⁻¹) [Butter 1997]. La croissance et le traitement de ces films au sein de l'équipe ont fait l'objet d'une étude menée par G. Schelcher aboutissant à un procédé de report de couches [Schelcher 2012]. La synthèse de la couche carbonée est alors élaborée par pulvérisation à partir d'une cible de graphite. Comme les films de carbone déposés sont très contraints, une sous couche de titane est nécessaire pour éviter tout décollement du carbone sur le silicium. Toutefois, la faible vitesse de dépôt (très faible taux de pulvérisation) et la grande contrainte compressive nécessitent un ajustement fin des paramètres de dépôt. La couche de carbone est élaborée à partir de ces paramètres de dépôt (Ar 5 μ bar, 1 500 s, 200 W) pour répondre au mieux aux exigences en termes de vitesse de dépôt (0,07 nm.s⁻¹), contrainte interne du film (0,5 GPa) et énergie de surface (35 mN.m⁻¹). Ces deux dernières propriétés peuvent être ajustées par un traitement thermique adapté [Robertson 2002]. En effet, suite à un recuit à 250°C pendant 10', la contrainte et l'énergie de surface varient de 40 % passant respectivement à 0,3 GPa et 55 mN.m⁻¹ [Schelcher 2012]. Les mesures de pression d'arrachement aboutissent à des valeurs de 4 MPa. Ainsi, les deux natures de matériaux (C_xF_y et C) peuvent être utilisées et sont fonctionnelles. Nous avons cependant préféré utiliser la couche de C_xF_y pour la

majeure partie des capots élaborés à cause de la difficulté à maîtriser le procédé de croissance de la couche carbone.

3.3 La croissance du film pour l'amorçage des vias

Comme nous l'avons déjà annoncé, la technologie de transfert de films est une alternative attractive pour s'affranchir des étapes de fabrication contraignantes sur le substrat MEMS telles que le passage des connectiques (enterrées ou en face arrière). Durant cette étude, nous avons développé le scellement In-Au qui se déroule à basse température et qui permet de bien maîtriser l'atmosphère dans la cavité. Cependant, comme ce scellement est électriquement conducteur, il n'autorise pas les interconnexions à travers ces cordons métalliques. Il est alors possible de faire passer les connectiques à travers le capot. Ces vias, de rapport d'aspect inférieur à 1, sont remplis d'un métal très conducteur par croissance électrolytique à partir d'une couche d'amorçage. Dans le cas des capots avec un seul via par connectique, le dispositif encapsulé est connecté avec l'extérieur par un fil à partir du via. Les capots possédant deux vias par connectique ne nécessitent aucune étape supplémentaire comme le montre la figure suivante (Figure 3-2).

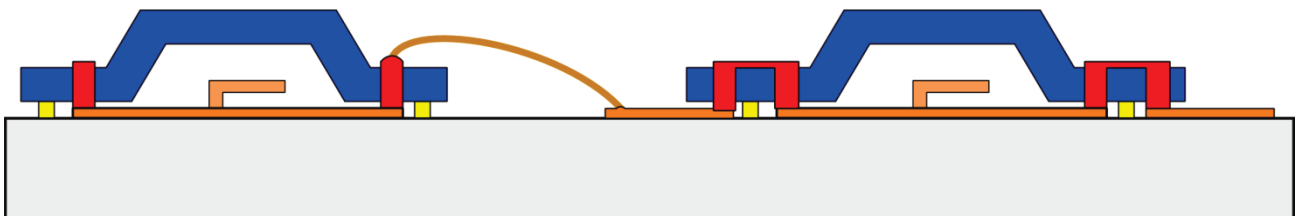


Figure 3-2 : Passage des connectiques pour les capots simple et double vias.

Cette couche sera également employée lors de la croissance électrolytique de film de nickel pour la fabrication de capot.

Pour la couche d'amorçage, le cuivre est privilégié aux autres métaux pour son faible coût et sa conductivité électrique élevée. Une sous couche de titane est déposée juste avant celle de cuivre pour améliorer l'adhésion [Russell 1995]. Ces couches de cuivre et de titane sont élaborées par la pulvérisation cathodique (Ti : 8 μbar , 250 s, 0,2 A, et Cu : 8 μbar , 400 s, 0,4 A). Les épaisseurs, vitesses de pulvérisation et contraintes sont alors respectivement pour le titane 10 nm, 0,05 $\text{nm}\cdot\text{s}^{-1}$, 200 MPa et pour le cuivre 230 nm, 0,8 $\text{nm}\cdot\text{s}^{-1}$, 350 MPa.

La structuration du film de cuivre est réalisée en localisant la gravure humide avec un masque en résine. Comme les zones à graver sont à proximité des flancs de gravure, une résine visqueuse (AZ 4562) est utilisée. Ce masque épais (10 μm) nécessite un traitement thermique avec une montée lente de la température pour limiter les contraintes mécaniques. La gravure localisée du cuivre est effectuée par une solution commerciale « Cr Etch » diluée pour diminuer la sous gravure. Le masque est ensuite supprimé.

3.4 L'élaboration des capots protecteurs

Le matériau constituant le boîtier doit répondre à de nombreuses exigences afin d'obtenir une encapsulation hermétique telles que l'herméticité, la résistance mécanique et la compatibilité entre les différentes étapes technologiques.

Pour l'élaboration du capot, le choix initial s'était porté sur le nickel car ses propriétés mécaniques sont attractives et que des dépôts épais sont facilement réalisables par croissance électrolytique. Cependant, sa nature métallique implique que les connectiques ne peuvent pas se faire sans une étape d'isolation ou un enfouissement des connectiques. La valeur ajoutée de la technologie de transfert de film est l'absence d'étape technologique sur le substrat MEMS. Dans le but de faciliter l'encapsulation, il est préférable d'élaborer un procédé de fabrication des capots hermétiques dans lequel les connectiques passent à travers le boîtier. De ce fait, deux procédés sont envisageables : un capot constitué d'un unique matériau électriquement isolant ou d'un matériau conducteur avec une isolation localisée. La première voie a été privilégiée compte tenu de sa facilité (nombre d'étapes réduit) et d'une meilleure isolation électrique. Cependant, aux vues des différentes difficultés rencontrées, nous avons également exploré la deuxième.

Pour des capots isolants et hermétiques, l'utilisation de polymères comme matériau fonctionnel n'est pas appropriée à notre cahier des charges, à l'exception du parylène C qui possède un faible taux de fuite. De plus, comme nous avons privilégié la couche à adhésion contrôlée à base de C_xF_y , les différentes couches doivent être élaborées à des températures inférieures à 250°C . Pour des raisons, mécanique, thermique et de facilité de mise en œuvre, nous avons préférentiellement étudié les matériaux céramiques comme l' Al_2O_3 et l' AlN .

3.4.1 Modélisation de la rigidité du capot suivant sa forme et sa nature

Hormis le fait que le matériau jouant le rôle de capot doit être hermétique, et préférentiellement isolant, ses propriétés mécaniques doivent assurer une épaisseur de capot relativement fine pour rester compatible avec les techniques de dépôt en couche mince et permettre une intégration maximale. Une modélisation par éléments finis est notamment effectuée pour définir l'épaisseur minimale que doit nécessiter le capot lors de son fonctionnement c'est-à-dire supporter un différentiel d'un bar (différence de pression entre celle dans la cavité et à l'extérieur).

Parmi les nombreux matériaux et techniques de dépôt disponibles en salle blanche, nous nous sommes tournés vers le nickel, l'alumine, le nitrure d'aluminium et le parylène. Les caractéristiques mécaniques de ces matériaux utilisés pour cette modélisation sont reportées dans le tableau suivant.

	Coefficient de Poisson	Module d'Young (GPa)	Contrainte à la rupture (MPa)
Nickel	0,31	200	400
Alumine	0,25	380	300
Nitrure d'aluminium	0,25	340	300
Parylène C	0,4	3	70

Tableau 3-3 : Grandeurs mécaniques associées à la modélisation des capots

Une première modélisation est d'abord obtenue en prenant un capot carré d'arête 1 mm et des flancs à 54,6° réalisé par gravure KOH. Pour ces matériaux, les épaisseurs des capots restent compatibles avec les appareils mis à ma disposition (Tableau 3-4).

Il est toutefois possible de diminuer l'épaisseur du capot en modifiant la géométrie du capot avec les mêmes résistances mécaniques et surfaces d'encapsulation. Le premier changement consiste à arrondir les flancs et à passer d'un capot carré ($a = 1 \text{ mm}$) à un capot circulaire ($D = a/\sqrt{\pi}$). L'épaisseur du capot peut ainsi être diminuée d'au moins 20% pour la même surface d'encapsulation (Tableau 3-4). Cette alternative présente toutefois une limite concernant l'exploitation de cette surface. En effet, les dispositifs à encapsuler sont généralement de forme rectiligne contrairement au capot qui est curviligne. Le gain en épaisseur va alors dépendre de l'optimisation de la surface. Il peut ainsi diminuer de 20 % ($D = a/\sqrt{\pi}$) ou au contraire augmenter de 20 % ($D = a\sqrt{2/\pi}$). Ainsi, lorsque

le procédé de fabrication des capots hermétiques avec gravure KOH sera parfaitement maîtrisé, nous prévoyons de l'améliorer en réalisant des capots circulaires.

	Épaisseur minimale du capot suivant le matériau (µm)			
	Ni	Al ₂ O ₃	AlN	Parylène C
Capot carré (a) à flancs droits	3,1	4,0	4,0	7
Capot circulaire ($a / \sqrt{\pi}$) à flancs elliptiques	2,4	3,1	3,1	9,5

Tableau 3-4: Épaisseur minimale selon le matériau et la géométrie du capot

Le second changement envisagé consiste à passer d'un capot plan à un capot structuré de profil « tôle ondulée » (Figure 3-3). Ce type de structuration du capot a ainsi grandement amélioré la résistance mécanique du capot (20 %) [Gervais 2012]. Cependant, nous n'avons pas pu la mettre en œuvre compte tenu de notre temps limité et de la complexité entrevue.

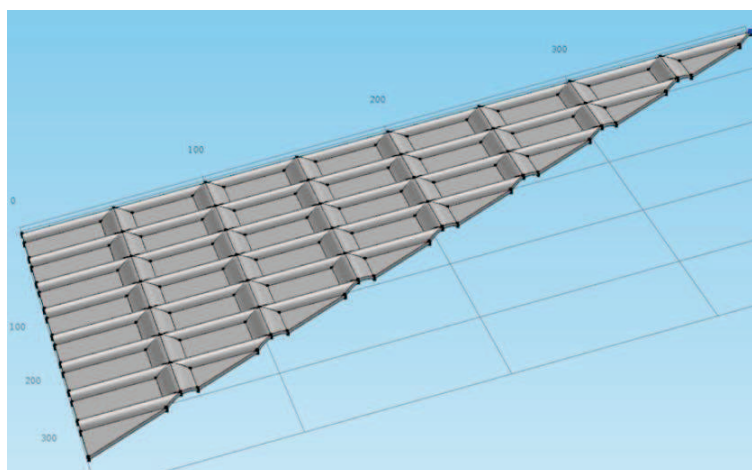


Figure 3-3 : Géométrie de type « tôle ondulée » [Gervais 2012]

3.4.2 Elaboration de capots en nickel

3.4.2.1 Pourquoi des capots en nickel ?

Le nickel est souvent préféré à d'autres matériaux pour ses propriétés mécaniques, notamment son module de Young élevé (200 GPa), permettant ainsi d'éviter les ruptures cohésives du film lors de la séparation des substrats. Ceci offre la possibilité d'obtenir des éléments suspendus et minces tels que des capots d'au moins 3 µm d'épaisseur. De plus, le coefficient de dilatation thermique élevé de ce métal ($\approx 13 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), par rapport à celui du silicium ($\approx 3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), peut faciliter

la séparation par voie thermomécanique. Enfin, la fabrication de film en nickel est facilement accessible par dépôt électrolytique localisé.

3.4.2.1.1 Description du dispositif expérimental pour la croissance électrolytique

Les capots sont réalisés par micro-moulage dont la première étape consiste à élaborer le moule épais en résine AZ4562. Comme sa surface est relativement hydrophobe (angle de contact de 90°), un plasma O₂ est effectué juste avant la croissance du nickel pour faciliter la pénétration de l'électrolyte dans les petits motifs (≤ 5 μm) et améliorer l'uniformité du dépôt. La Figure 3-4 illustre le principe de la croissance électrolytique qui s'en suit.

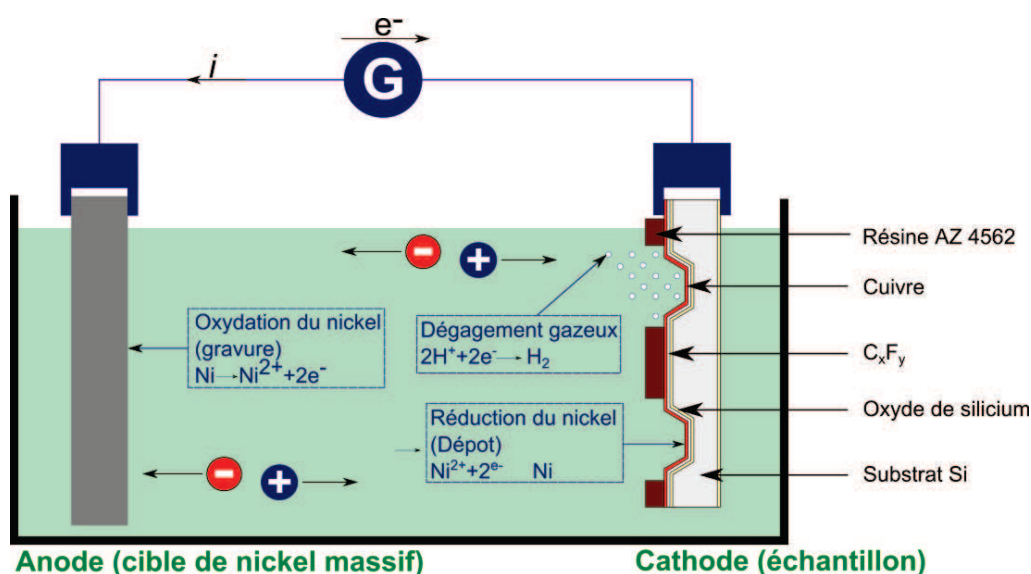


Figure 3-4 : Schéma de principe du dépôt électrolytique

Rappelons que les propriétés du film de nickel obtenues dépendent de la technologie de croissance mais aussi des paramètres de dépôt tels que la nature de l'électrolyte (concentration en acide fort, sel tampon, additif organique ...), du type de courant (pulsé, continu ...), de son intensité (densité de courant), de l'agitation et de la température du bain. Généralement, la croissance du nickel par dépôt électrolytique est réalisée à 55°C pour limiter les contraintes mécaniques. Pour faciliter sa mise en œuvre, le dépôt est élaboré à température ambiante avec une faible contrainte interne dans le film. Le dispositif de dépôt électrolytique est composé d'une solution sans agitation à base de NiSO₄, NiCl₂, H₃BO₃, C₇H₅NO₃S, d'une anode (plaque de nickel) et d'une cathode (échantillon) reliées à un générateur à courant continu [Brault 2010].

3.4.2.2 *Caractérisation des films de nickel*

Durant la croissance de nickel, deux processus sont en compétition : le dégagement d'hydrogène et la réduction du nickel. Une faible densité de courant assure des meilleures efficacités du courant (faible dégagement d'hydrogène) [Brault 2010, Schelcher 2012] et uniformité (uniformité à l'échelle du substrat : 20% et d'un capot : 5%). Si un meilleur contrôle de l'épaisseur est nécessaire, il est recommandé d'utiliser des motifs de piégeage de lignes de champs, des moules à épaisseurs variables [Quemper 2001], un courant pulsé [Lindblom 2006], ou encore un polissage (CMP) après la croissance. Dans notre cas, une densité de courant de 10 mA.cm^2 permet une homogénéité et une vitesse de croissance ($0,20 \text{ }\mu\text{m.min}^{-1}$) compatibles avec l'élaboration de capots épais. Le module d'Young obtenu est estimé à 200 GPa par des mesures de nano-indentation [Brault 2010]. Ce résultat est cohérent avec celui du nickel massif (214 GPa). Enfin, la faible contrainte compressive (- 50 MPa) est favorable à la bonne réalisation du procédé de fabrication évitant la formation de fissures ou décollements et limite la déflexion du capot [Schelcher 2012].

3.4.3 **Capots isolants**

Le procédé d'encapsulation par transfert de films avec des capots en nickel est maintenant bien contrôlé au sein de l'équipe [Brault 2010]. Cependant, ce boîtier et la soudure Au-In nécessaire à l'encapsulation hermétique ne permettent pas de faire passer des connectiques électriques transverses sans court-circuit. Ce verrou technologique peut être contourné en mettant en œuvre des capots constitués d'un unique matériau électriquement isolant.

La classe de matériau la plus à même de valider nos exigences dans les domaines thermique, mécanique, électrique, hermétique, est la catégorie des céramiques comprenant les oxydes, nitrures, ou carbures. Parmi elles, l'alumine (Al_2O_3) et le nitrure d'aluminium (AlN) se distinguent par des propriétés mécaniques intéressantes (modules d'Young, dureté).

Le parylène présente également une herméticité attractive rendant compatible son utilisation pour l'encapsulation hermétique de dispositifs. Sa faible résistance mécanique peut être compensée par des capots plus épais.

Ainsi nous avons mis en œuvre ces trois matériaux afin de pouvoir les utiliser comme capot. Nous commençons par décrire la méthode utilisée par les capots en céramiques puis pour le parylène en couche mince.

3.4.3.1 *Capots en céramiques*

Au laboratoire, les céramiques ont été élaborées soit par évaporation, soit par pulvérisation. Il s'agit de dépôts généralement épais (4 μm) qu'il faut bien prendre la peine de déposer à basse température tout en limitant la contrainte.

3.4.3.2 *Capots en alumine (Al_2O_3)*

3.4.3.2.1 Propriété de l'alumine

L'alumine présente des propriétés macroscopiques fonctionnelles intéressantes dont quelques-unes sont listées ci-après :

- mécanique : module d'Young (400 GPa) et dureté (≥ 25 GPa) élevés,
- électrique : résistivité électrique ($> 10^{16} \Omega \cdot \text{m}$) et constante diélectrique (9-10)
- thermique : isolation thermique ($30 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$) et point de fusion (> 2000 °C)
- chimique : stabilité contre la corrosion et barrière de diffusion
- optique : transmission optique élevée ($> 80\%$ à travers 1mm dans le visible)

L'alumine est ainsi utilisée dans de nombreux domaines. Sa grande résistance mécanique est alors sollicitée comme revêtement de protection notamment pour les outils de coupe [Schutze 2003]. De plus, son caractère isolant [Frach 2008] et sa transparence optique élevés [Cibert 2008, Proost 2002] sont exploités pour le revêtement de cellules photovoltaïques [Desrues 2009], ou d'écran OLED (Organic Light Emitence Devices) [Chwang 2003]. Enfin, sa résistance à la corrosion pour des températures élevées est notamment employée dans le domaine spatial [Stierle 2004].

Notons que l'alumine existe sous plusieurs métastables influençant les propriétés du film. La cristallinité la plus recherchée est le métastable α qui possède la meilleure stabilité thermique. L'alumine α est élaborée à partir de 700°C, voire plus communément à plus de 1 150°C [Musil 2010, Nordahl 1998, Eklund 2009]. Ces températures sont beaucoup trop élevées pour la plupart des applications visées. Contrairement à la stabilité thermique, les propriétés mécaniques (module d'Young, dureté et limite d'élasticité) semblent insensibles à la cristallinité [Barbour 2000]. Elles augmentent linéairement en fonction de la densité. Le module d'Young et la dureté peuvent ainsi varier respectivement de 150 à 500 GPa, et de 10 à 35 GPa pour une densité comprise entre 3,05 et 4,0 [Barbour 2000]. La technique de dépôt a enfin une grande importance à la fois sur la compatibilité du dépôt avec les étapes antérieures telles que la température, la contrainte, mais aussi sur les

propriétés intrinsèques du film dont notamment la dureté, le module d'Young. Quelques caractérisations effectuées dans la littérature sont reportées dans le tableau suivant.

Référence	Technique de dépôt	Température °C	Vitesse de dépôt $\mu\text{m/h}$	Module d'Young GPa	Dureté GPa
[Tripp 2006]	ALD	170	0,036	100-180	12 (BH) et 8 (UH)
[Proost 2002]	Evap	170 – 400		270	10 (BH)**
[Musil 2010]	Pulvé réactive	500	0,30	140	13 (VH)
[Schutze 2003]	Pulvé réactive	550	2,0	325 – 350	25 - 35
[Zywitzki 2002]	Evap + plasma	150 - 700	1,5 – 3,0		2,5 - 22
[Cibert 2008]	PECVD PLD	RT – 800°C	14 – 12 1,2 – 1	120 – 140 180 – 255	6,5 – 7,5 (BH) 12 – 29 (BH)

Tableau 3-5: Propriétés mécaniques de l'alumine selon les techniques et paramètres de dépôt utilisés

** à partir de la relation entre la densité et du module d'Young d'après [Barbour 2000].

Abbréviations : ALD : atomic layer deposition

PLD : pulsed laser deposition

Pulvé réactive : Pulvérisation d'une cible d'aluminium par un gaz de décharge réactif constitué en partie d'O₂

Evap : évaporation d'un creuset d'alumine

Type de dureté : Vickers (VH), Berkovich (BH), universelle (UH)

3.4.3.3 *Description du dispositif expérimental*

3.4.3.3.1 **Elaboration du film d'alumine**

Généralement, l'alumine peut être déposée par pulvérisation ou par évaporation. Dans le premier cas, l'alumine est obtenue soit par la pulvérisation d'une cible d'alumine, soit par pulvérisation réactive d'une cible d'aluminium avec un mélange gazeux d'argon et d'oxygène. La couche d'alumine peut également être déposée par évaporation grâce à un faisceau d'électrons. Dans notre cas, ce dépôt par évaporation est privilégié à la pulvérisation pour sa facilité de mise en œuvre et sa valeur de la vitesse de dépôt qui peut atteindre $1,8 \mu\text{m.h}^{-1}$ dans l'enceinte disponible à l'IEF. En effet, cette cinétique de croissance est compatible avec la réalisation de dépôt relativement épais (4 μm) nécessaire pour l'encapsulation.

Ainsi, pour caractériser et structurer l'alumine, des tests sont effectués sur des films dont les épaisseurs varient entre 0,3 et 1 μm et pour des vitesses de dépôt comprises entre 0,1 et 0,5 nm.s^{-1} .

3.4.3.4 *Caractérisation des films d'Al₂O₃*

La composition de la couche d'alumine est caractérisée par une Analyse Dispersive en Energie (« EDS ou EDX : Energy Dispersive X-ray Spectrometry »). Dans ce cas, l'échantillon est bombardé par un faisceau d'électrons provoquant l'émission des rayons X caractéristiques des éléments constituant l'échantillon. Un détecteur capte les photons émis en fonction de l'énergie afin de restituer le spectre d'émission de l'échantillon. A partir de cela, l'estimation des quantités des différents atomes présents dans le matériau analysé (profondeur d'analyse $\approx 1 \mu\text{m}$) est déterminée.

Dans notre cas, les proportions en oxygène et en aluminium sont respectivement de 34 % et 66 %, c'est-à-dire une composition proche d'AlO₂. Cette sur-stœchiométrie de l'oxygène peut être due à une oxydation stimulée par un mauvais vide résiduel durant la croissance, provenant vraisemblablement d'un mauvais dégazage des parois. Ainsi, l'eau résiduelle sur les parois interagit avec le dépôt d'Al₂O₃ [Schutze 2003]. Cette sur-stœchiométrie vient aussi de la technique de caractérisation. D'une part, comme les épaisseurs des films d'alumine utilisés pour la caractérisation sont inférieures à 0,5 μm , et qu'ils sont déposés sur une couche de silice, l'oxygène présent dans la silice est aussi détecté. D'autre part, les mesures EDX sont effectuées dans une enceinte sous vide partiel où l'oxygène est présent. Ces raisons n'expliquent toutefois pas l'origine de cet écart entre la composition du film déposé et la composition stœchiométrique d'Al₂O₃, des expériences complémentaires doivent être menées.

Des mesures électriques sur ces films d'alumine permettent d'estimer la résistivité électrique ($10^8 \Omega\cdot\text{cm}$). Bien que cette valeur soit en dessous de celles observées dans la littérature, variant entre 10^9 et $10^{16} \Omega\cdot\text{cm}$. [Kuo 2003, Voigt 2004, Frach 2008, Herman 2005], elle reste toutefois suffisamment élevée pour notre application.

L'indice optique des couches d'alumine est conforme à celui trouvé dans la littérature et varie entre 1,6 et 1,7 [Proost 2002, Haanappel 1995]. Il est indépendant de la vitesse de dépôt dans la gamme [0,1 ; 0,5] $\text{nm}\cdot\text{s}^{-1}$ et de l'épaisseur [0,3 ; 1] μm .

La contrainte mécanique des films d'alumine déposés est déterminée en mesurant le changement de courbure du substrat avant et après dépôt à partir de la formule de Stoney. Elle est estimée à environ 500 MPa quelles que soient l'épaisseur et les paramètres de dépôt (cinétique de croissance) dans l'enceinte disponible à l'IEF. Bien que ces valeurs soient légèrement inférieures à celles présentées par Proost & al. (obtenue par interpolation de la contrainte de l'alumine en fonction de la température de dépôt), elles restent trop élevées [Proost 2002]. En effet, un film épais

et contraint risque de fissurer et décoller l'empilement déposé sur la couche C_xF_y , puis une fois le capot libéré, le capot peut se déformer. Nous avons cherché à diminuer la contrainte [Proost 2002] mais la présence de cette couche à adhésion contrôlée rend incompatible un recuit à une température élevée (> 250 °C) comme cela est généralement préconisé.

3.4.3.4.1 Structuration de capots en alumine

Malgré le risque d'obtenir des contraintes mécaniques élevées, nous avons tout de même voulu réaliser ce type de boîtiers en alumine. La structuration des capots est alors possible par lift-off ou par gravure. Nous avons tout d'abord étudié le lift-off étant donné que l'alumine est un matériau mécaniquement et chimiquement très stable.

Comme l'épaisseur de la couche d'alumine visée est de plusieurs micromètres ($4 \mu\text{m}$), l'épaisseur de la résine doit atteindre $10 \mu\text{m}$. Nous avons donc utilisé la résine TiX Lift. Cette résine est relativement complexe (multiples recuits et insulations) et longue (6 h) à mettre en œuvre. Après de multiples essais, ce procédé n'a pas pu être mené à bien. La gravure de l'alumine a été alors explorée.

Cette dernière peut être réalisée de deux façons différentes, soit la gravure sèche (plasma) soit humide (solution liquide) en utilisant un masque.

En gravure sèche, l'alumine se grave physiquement par le bombardement énergétique et directionnel des ions ou chimiquement par la réaction entre le gaz de décharge réactif et le film gravé. La gravure purement physique (« IBE : Ion Beam Etching ») provoque un échauffement incompatible avec le substrat et la résine. La gravure sèche par une attaque chimique du substrat permet de s'affranchir de cette élévation de température. En nous inspirant de la littérature, nous avons tenté la gravure de l'alumine en utilisant un plasma contenant un gaz chloré (BCl_3 et Cl_2) avec un masque en résine [Kolari 2008, Yun 2007, Kim 2003]. Les résultats obtenus sont décevants malgré la recherche d'une optimisation des paramètres de gravure. En effet, la sélectivité ($< 0,01$) est très inférieure à celle reportée dans la littérature ($> 0,25$) [Yun 2007, Kim 2003] avec une faible vitesse de gravure ($\leq 80 \text{ nm}/\text{min}^{-1}$). Cette technique n'étant pas applicable pour la gravure profonde (épaisseur, sélectivité, vitesse, coût), nous nous sommes alors tournés vers la gravure humide.

Dans la littérature, l'alumine peut être structurée en utilisant principalement des solutions à base d'ammonium, de brome, ou de chrome [Williams 1996]. Dans notre cas, pour des raisons de sécurité, nous avons préféré l'utilisation d'une solution commerciale appelée « Alu Etch » (un mélange d'acide phosphorique, nitrique et acétique). Cette solution permet de graver l'aluminium

comme son nom l'indique, mais aussi de façon plus lente, l'alumine, lorsque l'on élève la température [microchem http://www.microchemicals.eu/technical_information/aluminium_etching.pdf]. C'est ce que montre aussi cette courbe établie au laboratoire et limitée à 80°C pour l'utilisation de la résine AZ4562 comme masque (Figure 3-5).

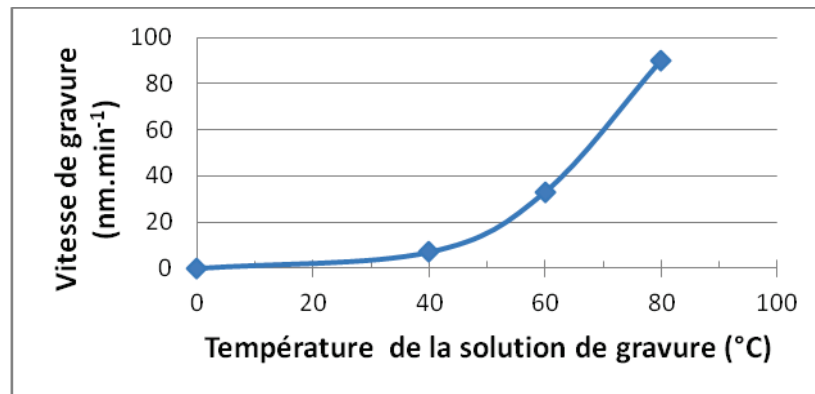


Figure 3-5 : Vitesse de gravure de la couche d'alumine dans une solution commerciale d'«Alu Etch»

Cependant, le cuivre qui est sous-jacent à l'alumine se grave extrêmement rapidement dans cette solution. Ainsi la structuration des capots en alumine est faite en deux temps : gravure humide à 80°C est employée pour structurer la majeure partie de la couche d'alumine, puis gravure sèche pour finaliser la structuration compte tenu de sa meilleure sélectivité avec le cuivre et la possibilité d'effectuer une détection de fin d'attaque.

Nous avons ensuite tenté d'élaborer des capots de 4 µm d'alumine. Lors de ce dépôt, nous nous sommes heurtés à deux problèmes imprévus : la perturbation du système de dépôt et la pollution de l'enceinte rendant incompatible l'élaboration de dépôt épais d'alumine. Nous avons donc choisi de nous tourner vers un autre matériau plus facile à déposer l'AlN.

3.4.4 Capots en nitrure d'aluminium (AlN)

3.4.4.1 Pourquoi un capot en AlN déposé par pulvérisation ?

Le dépôt d'alumine par évaporation n'est pas concluant compte tenu de l'impossibilité d'ajuster la contrainte interne du film et d'élaborer des films épais. L'évaporation aboutie généralement à des films moins contraints mais aussi peu adhérents. Aussi, nous avons persévéré dans le cas de l'AlN dans l'utilisation de la pulvérisation cathodique. Nous viserons ainsi une contrainte mécanique nulle comme cela a été reporté dans la littérature à plusieurs reprises [Tait

2001, Dubois 2001, Cherng 2008, Kusaka 2002, Zhong 2012, Lee 2003, Iborra 2004]. L'AlN présente de nombreux avantages par rapport à l'Al₂O₃.

Le coefficient de dilatation thermique de l'AlN ($2,9$ à $3,4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) [Krukowski 1999] est plus proche du silicium ($2,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) que l'alumine ($10 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) [Huntz 2006]. Ainsi, les contraintes engendrées par une élévation de température de l'AlN sur le silicium seront donc plus faibles. De plus, la conductivité thermique de l'AlN est en général dix fois plus grande que celle de l'alumine [Hussain 2010, Duquenne 2011, Werdecker 1984, Slack 1987, Cho 2002] et permet ainsi une meilleure dissipation de la chaleur ce qui est fort appréciable dans le cas d'empilements 3D.

L'AlN et l'alumine possèdent des propriétés similaires dans de nombreux domaines (résistances mécanique et thermique). En effet, bien qu'à l'échelle macroscopique le module d'Young de l'AlN ($E_{\text{AlN}} = 350 \text{ MPa}$) soit légèrement plus faible que celui de l'alumine ($E_{\text{Al}_2\text{O}_3} = 400 \text{ MPa}$), cette différence devient quasi nulle en film mince car le module d'Young de l'AlN en film mince peut atteindre une valeur identique au matériau massif [Shackelford 1998, Sah 2010]. Au contraire, sa dureté peut être deux fois plus grande pour les films minces (dureté Berkovich : 22 GPa) [Mortet 2004p, Yate 2009]. Comme l'alumine, l'AlN possède une grande stabilité en température ($< 2200^\circ\text{C}$) [Lee 2003] et à la corrosion [Hussain 2010, Sah 2010], une résistance élevée aux acides [Zuang 2005]; il est ainsi fréquemment utilisé comme couche de protection, anti-usure et revêtement anticorrosion [Hussain 2010, critt-mdts]. La résistance aux solutions basiques est toutefois plus faible pour l'AlN que pour l'alumine [Zuang 2005, Saravan 2004].

L'élaboration de film d'AlN pur est toutefois plus contraignante que l'alumine car l'aluminium a plus tendance à s'oxyder qu'à se nitrurer. D'une part, la molécule de di-azote ne se dissocie pas naturellement pour être adsorbée par l'aluminium métallique contrairement à celle d'oxygène. D'autre part, si on apporte l'énergie pour casser la molécule de di-azote de manière artificielle, l'énergie de la formation de la liaison $\text{Al} + \text{N} \Rightarrow \text{AlN}$ ($\Delta H^{\circ}_{\text{AlN}} = -0,3 \text{ MJ} \cdot \text{mol}^{-1}$) est moins favorable que $\text{Al} + \text{O} \Rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3$ ($\Delta H^{\circ}_{\text{Al}_2\text{O}_3} = -1,6 \text{ MJ} \cdot \text{mol}^{-1}$). Il faut ainsi minimiser la présence d'oxygène dans l'enceinte de dépôt car elle va polluer le film d'AlN et ainsi dégrader les propriétés thermiques, optiques, électriques et mécaniques d'un film d'AlN.

L'AlN est un matériau transparent dont sa transmission lumineuse dans le visible (90%) peut être très proche de l'alumine [Joo 1999, Cibert 2008, Mortet 2003, Yao 2007]. Au contraire, sa transmission optique peut, dans certains cas, être inférieure à 30 % [Valcheva 2009, Strassburg 2004].

Contrairement à l'alumine qui est un isolant, l'AlN est un semi-conducteur avec une très large bande interdite (6,2 eV). Il peut toutefois être classé dans le groupe des isolants [Lee 2004] et utilisé comme couche tampon dans les structures de type «MIS» (Métal Isolant Semi-conducteur) [Werdecker 1984, Ohba 1998]. Sa résistivité élevée atteint $10^{15} \Omega.m$ [Krupa 2009]. Enfin, l'AlN présente des propriétés de piézo-électricité (structure de würtzite) sous certaines conditions de dépôt. Cette propriété a fait l'objet de très nombreuses études à partir des années 2000 pour des innovations dans le domaine acoustique [Cheng 2003, Kusaka 2002, Mortet 2002, Dubois 2001, Cherng 2008, Okano 1992, Chiu 2007, Cho 2002]. Par rapport aux autres matériaux piézo-électriques, l'AlN possède le plus faible décalage en fréquence en fonction de la température, la meilleure adhésion, la vitesse acoustique la plus élevée ($6\ 000\ m.s^{-1}$) et une technologie compatible aux exigences des circuits intégrés [Cherng 2007, Cibert 2004]. En ce qui concerne notre application, le caractère piézo-électrique ne nous intéresse pas, voire nous serait défavorable. Le tableau suivant synthétise les principales caractéristiques de l'AlN (Tableau 3-7).

Domaines	Grandeurs	Valeurs	Unités	Références
Mécanique	Densité	3,28		
	Dureté (Berkovich)	7-37	GPa	[Mortet 2004p, Yate 2009]
	Module d'Young	100 - 420	GPa	[Shackelford 1998, Sah 2010, Yate 2009, Mortet 2003p, Yang 2009, Zong 2004]
	Contrainte à la rupture	0,3	GPa	[Zong 2004]
Optique et acoustique	Vélocité acoustique	6000	m.s ⁻¹	[Cibert 2004]
	Transmission lumineuse	70 - 95% 30%		[Joo 1999, Mortet 2003, Yao 2007] [Valcheva 2009, Strassburg 2004]
	Indice optique	1,6 – 2,4		[Hussain 2010]
Thermique	Coefficient de dilatation	Suivant \vec{c} : 2,9 Perpendiculaire à \vec{c} : 3,4	10 ⁻⁶ K ⁻¹	[Krukowski 1999]
	Conductivité thermique	10 – 285	W.m ⁻¹ .K ⁻¹	[Duquenne 2011, Werdecker 1984, Slack 1987, Cho 2002]
	Point de fusion	2800 – 3300	°C	[Hussain 2010, J.A.N.A.F. 1985, MacChesney 1970, Yu 2001]
Electrique	Résistivité électrique	10 ⁶ – 10 ¹⁵	Ω.m	[Krupa 2009, Gaskill 1994, Gregory 1996]
	Constante diélectrique	8,5 – 9,5		[Gaskill 1994, Stafiniak 2009]
	Bande interdite	6,5	eV	
	Constante piézo-électrique	D33 = 4,8 – 6,9 D31 = 2,305	pm.V ⁻¹	[Mortet 2004p, Tonisch 2006, Shin 2009]

Tableau 3-6 : Synthèse des différentes caractéristiques de l'AlN

3.4.4.2 Description du procédé de croissance de l'AlN

Les paramètres de dépôt utilisés lors de la fabrication des films sont reportés dans le Tableau 3-7. Ils sont choisis afin d'obtenir une vitesse de dépôt élevée et une contrainte mécanique quasi nulle tout en conservant bien évidemment une résistivité et une résistance mécanique élevées. La transparence optique et la conductivité thermique élevées sont surrogatoires.

La proportion d'azote dans le gaz de décharge est choisie pour faire croître rapidement un film résistif et non piézo-électrique [Chiu 2007, Gregory 1996]. La puissance de dépôt doit être la plus élevée possible pour répondre au mieux aux exigences en termes de vitesse de dépôt [Cheng 2003] et de résistance mécanique [Yate 2009, Yang 2009], tout en restant compatible avec l'appareil (< 600W soit < 13 W.cm⁻²). La basse température détériore le caractère piézo-électrique de l'AlN et augmente la résistivité du film [Kar 2005]. La pression du gaz de décharge est choisie pour élaborer un film non contraint dans le domaine de stabilité du plasma. Pour éviter la formation d'Al_xN_yO_z et d'Al₂O₃, la pression résiduelle doit être la plus faible possible. Celle-ci est toutefois plus élevée que celle reportée généralement dans la littérature dans le cas de la croissance de matériau piézo-électrique [Cherng 2007, Hussain 2010, Sah 2010].

	Valeurs	Unités
Courant de décharge	1,0 - 1,5	A
Puissance appliquée (en mode DC)	250 - 550	W
Pression résiduelle	3.10 ⁻⁶	mbar
Pression partielle de gaz (N ₂ +Ar)	4 - 25	μbar
Pression relative de N ₂ dans le gaz de décharge	33 ; 66 ; 100	%
Taille de la cible d'aluminium	3'	pouces
Distance cible-substrat	11	cm
Température du système de refroidissement du substrat	20	°C
Vitesse de rotation angulaire du substrat	0,2	tr.s ⁻¹

Tableau 3-7 : Paramètres de croissance de l'AlN

Remarque : Ce matériau n'a jusqu'à maintenant jamais été déposé au laboratoire.

3.4.4.3 Caractérisation des films d'AlN

3.4.4.3.1 Vitesse de dépôt

La vitesse de dépôt est une grandeur importante car elle influe d'une part grandement sur le coût de revient lorsque les films à déposer sont très épais et d'autre part sur la structure interne du film et la pollution en oxygène résiduel. Ainsi, plus la vitesse de croissance est élevée, moins la contamination est importante.

En l'absence de microbalance à quartz, la détermination de la vitesse ne peut se faire qu'a posteriori en mesurant l'épaisseur effective ramenée à la durée de dépôt. L'épaisseur d'AlN déposée sur les échantillons est déterminée par une mesure de marche en utilisant un profilomètre mécanique (DEKTAK 3030) ou optique (M3D). Une mesure par ellispométrie (Plasmos SD 2300) peut également nous renseigner sur l'indice optique du film obtenu.

Les différents dépôts ont été systématiquement caractérisés en utilisant ces trois techniques. L'épaisseur des films déposés est de l'ordre de $0,3 \mu\text{m}$ avec une variation d'homogénéité inférieure à 10% sur l'ensemble de l'échantillon. Dans un premier temps, nous avons déterminé l'influence de la pression partielle d'azote sur la vitesse de croissance pour une gamme de pression variant de 4 à 22 μbar (Figure 3-6).

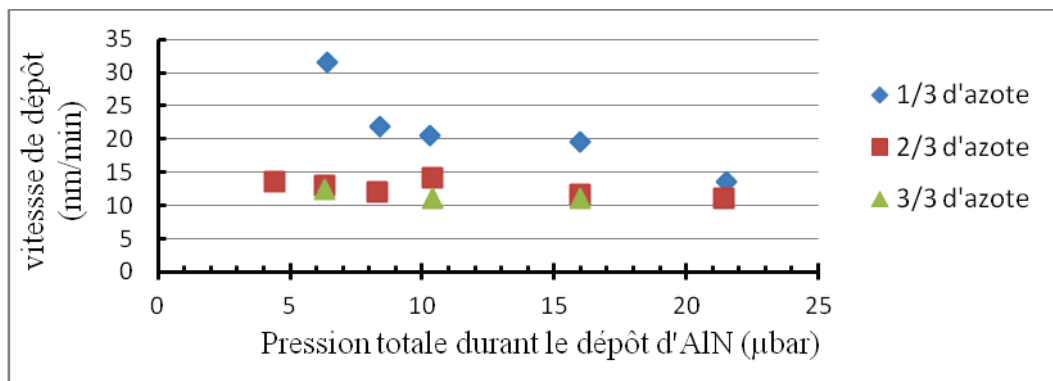


Figure 3-6 : Influence de la pression sur la vitesse de dépôt pour la croissance d'AlN à 550W pour différentes pressions partielles d'azote.

Dans cette gamme de pression, la vitesse de dépôt diminue avec la pression pour une pression partielle d'azote de 33%. En effet, l'augmentation de la pression entraîne un accroissement de la vitesse de nitruration de la cible. Le coefficient de pulvérisation diminue et il provoque alors une baisse de la vitesse de dépôt [Tang 2011]. Lorsque la cible est saturée en azote, la vitesse de dépôt est constante quelque soient la pression et la concentration. Cet effet est observé pour des gaz de

décharge contenant une concentration en azote supérieure ou égale à 66% sur l'ensemble de la plage de mesure et aussi pour une pression supérieure à 21 μbar avec 33% d'azote. Dans ces conditions, la vitesse de croissance reste globalement faible ($< 1 \mu\text{m/h}$).

L'effet de la puissance de la décharge est présenté Figure 3-7. Comme attendu, celle-ci évolue de façon linéaire avec la puissance lorsque celle-ci est supérieure à 200 W, conformément à la littérature [Hussain 2010, Dreer 1999, Cho 2002].

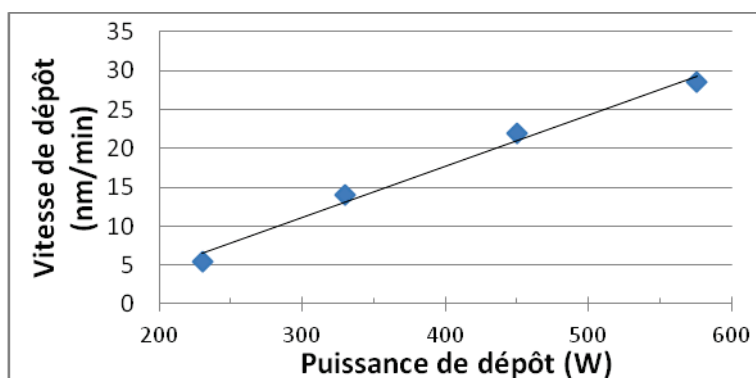


Figure 3-7 : Influence de la vitesse de dépôt sur la pression durant le dépôt d'AlN à 8 μbar et 33% N_2

Pour les puissances les plus élevées, la vitesse est supérieure à $1,5 \mu\text{m}\cdot\text{h}^{-1}$, ce qui rend envisageable la croissance de films épais. Ainsi, nous nous proposons d'effectuer la croissance d'AlN à faible pression ($\leq 7 \mu\text{bar}$), faible concentration en azote (33%) et forte puissance (550W).

3.4.4.3.2 Composition chimique

Comme nous l'avons explicité, l'aluminium a plus tendance à s'oxyder qu'à se nitrurer. Cela induit une détérioration des propriétés du film déposé. Cette pollution peut être réduite, d'une part, par une diminution de la pression résiduelle et, d'autre part, par une augmentation du ratio entre la pression du gaz de décharge et celle résiduelle. Compte tenu des remarques du paragraphe précédent, nous avons cherché à minimiser la concentration d'oxygène en diminuant la pression résiduelle. Elle atteint $3 \cdot 10^{-9}$ bar à cause du système de pompage notamment du à une absence de dégazage des parois de l'enceinte avant la croissance.

Dans le but de connaître la proportion des éléments présents dans la couche d'AlN et de vérifier sa stœchiométrie, la spectrométrie en énergie est alors utilisée sur les précédents films d'AlN à 550W, aux diverses pressions et proportions d'azote. Les proportions atomiques des différentes espèces Al, N, O et Ar sont respectivement 51, 42, 7, 0 % à deux pour cent près pour les échantillons. Dans la littérature, une proportion d'oxygène inférieure à 5% est possible pour des pressions résiduelles comprises entre 10^{-10} et 10^{-12} bar [Hussain 2010, Sah 2010].

Cette présence d'oxygène limite la formation d'AIN parfaitement stœchiométrique mais elle permet aussi d'éviter la formation d'AIN piézo-électrique. Cependant, ceci risque également d'entraîner des répercussions sur les propriétés du film (mécanique, optique ...) notamment en termes de stabilité [Sah 2010].

3.4.4.3.3 Contrainte mécanique

Influence de la pression sur la contrainte interne du film

Dans la littérature, le film d'AIN pulvérisé peut passer d'une contrainte en compression à une contrainte en tension au fur et à mesure que la pression du gaz de décharge augmente (Figure 3-8) [Tait 2001, Dubois 2001, Cherng 2008, Kusaka 2002, Zhong 2012, Lee 2003, Iborra 2004].

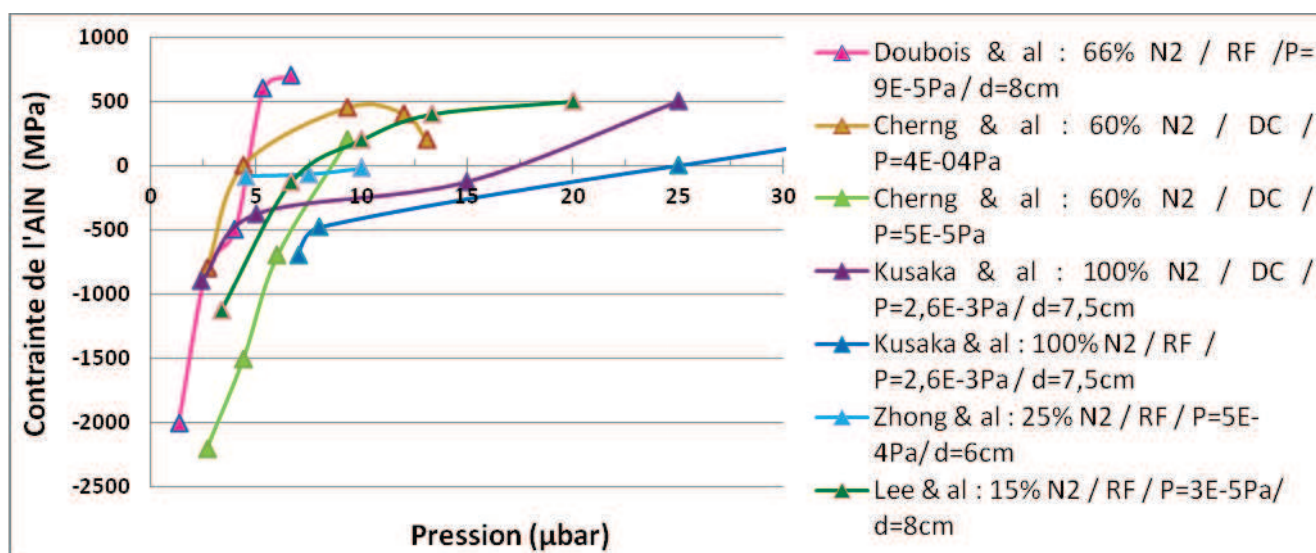


Figure 3-8 : Evolution de la contrainte en fonction de la pression dans la littérature

Cette évolution s'explique par la compétition entre deux phénomènes : le martelage atomique par le gaz de décharge (« atomic peening ») et la mobilité des atomes pulvérisés (ou thermalisation).

Le premier effet est dû à la réflexion des ions qui sont réfléchis sur la cible et qui densifient le dépôt d'AIN sur le substrat. Ce phénomène dépend de la masse des ions et de son taux de pulvérisation par rapport à la cible. Comme l'atome d'azote est plus léger que celui d'aluminium, son taux de réflexion est élevé. Ainsi, lorsque les ions d'azote bombardent la cible d'aluminium, ils sont en général neutralisés puis réfléchis vers le substrat et le dépôt d'AIN. Au contraire, l'atome d'argon étant plus lourd que l'aluminium, pratiquement aucun atome n'est réfléchi. Ainsi plus la

concentration en azote est élevée par rapport à l'argon, plus l'effet du martelage peut être important et engendrer une compression du film.

Au contraire la thermalisation des atomes pulvérisés de la cible entraîne une contrainte en tension du film. Elle dépend quant à elle de leur énergie et provoque un dépôt poreux. Une augmentation de la pression implique une diminution du libre parcours moyen des espèces. Ainsi le nombre des collisions entre les atomes pulvérisés et le gaz de décharge croît. L'énergie des atomes pulvérisés est alors diminuée, entraînant une réduction de la mobilité des adatoms. De plus, lors d'une collision, l'espèce est déviée de sa trajectoire initiale. De ce fait, elle n'est plus normale au substrat provoquant un effet d'ombrage, et favorisant un dépôt poreux.

Cette évolution n'est pas observée sur les dépôts d'AlN élaborés à 550 W (Figure 3-9). En effet, l'influence de la contrainte en fonction de la pression est décalée vers la gauche compte tenu de la géométrie de l'enceinte de dépôts (distance cible - substrat plus élevée : 11 cm et inclinaison de la cible : 30°). Notons que le délai entre la croissance et la mesure de la contrainte est dans tous les cas de l'ordre de la demi-journée. Cette variation inattendue n'a pas été expliquée à ce jour.

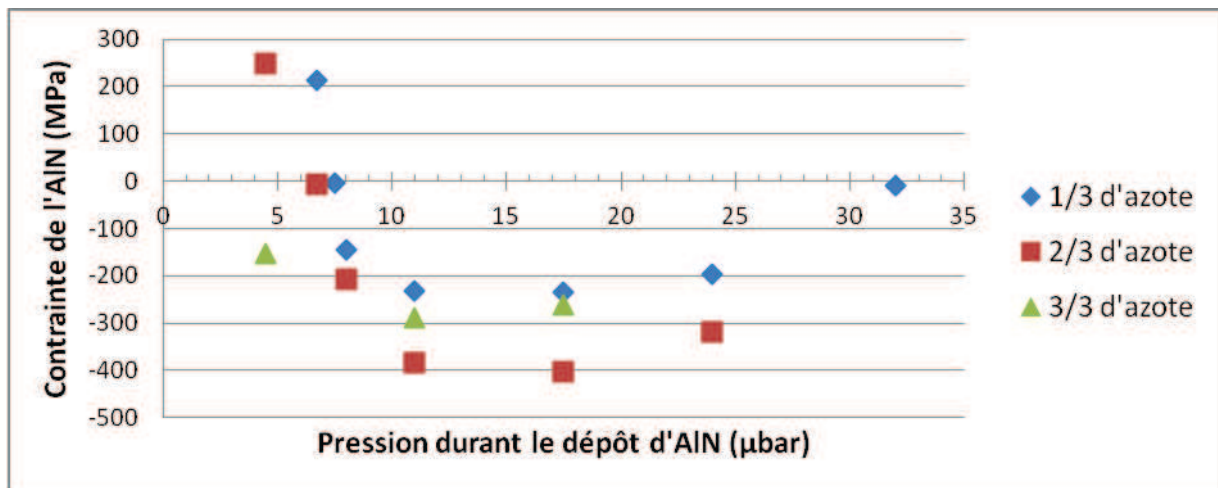


Figure 3-9 : Influence de la contrainte interne en fonction de la pression totale du dépôt d'AlN

Dans notre cas, l'évolution de la contrainte est différente de celle de la bibliographie. Ces films présentent l'avantage d'avoir de faibles contraintes (< 400 MPa) contrairement à la littérature où elles peuvent atteindre plusieurs giga-Pascal [Iborra 2004, Tait 2001]. Notons que la contrainte nulle est obtenue pour des films élaborés à 7,5 μbar avec 33 et 66% d'azote et à 32 μbar avec 33% d'azote. Pour répondre au mieux aux problématiques de vitesse de dépôt et de contrainte, les dépôts d'AlN doivent être élaborés à 7,5 μbar et 33% d'azote.

Evolution de la contrainte dans le temps

Compte tenu de la déficience d'atomes d'azote par rapport à l'aluminium, l'évolution de la contrainte dans le temps est étudiée pour un dépôt visant une contrainte nulle (7,5 et 32 μ bar) et une vitesse de dépôt élevée (33% d'azote) (Figure 3-10).

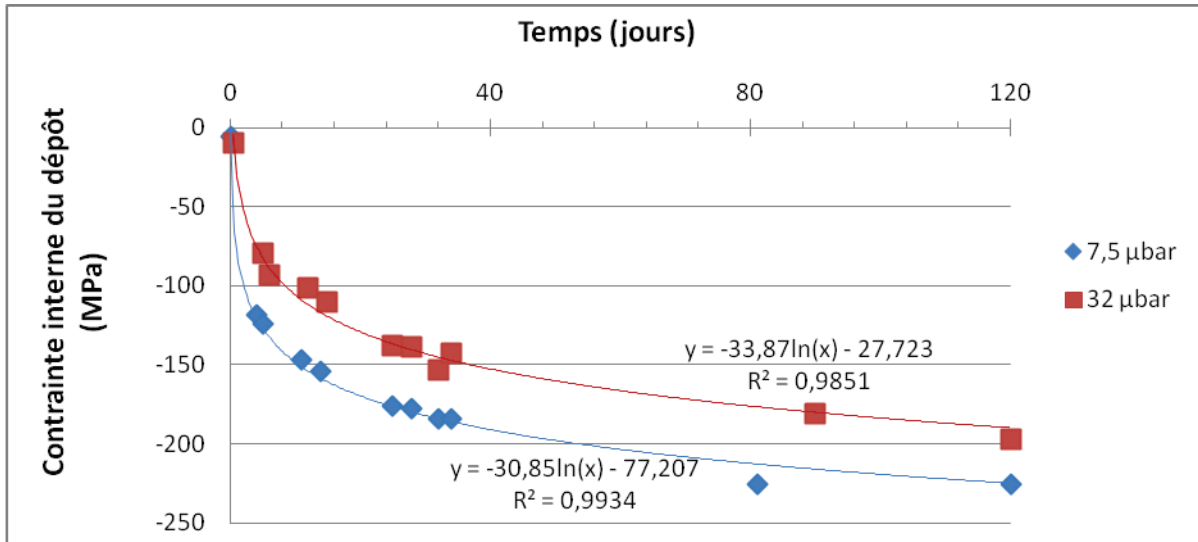


Figure 3-10 : Evolution de la contrainte interne de l'AIN en fonction de la pression totale du dépôt

La contrainte de l'AIN augmente en compression dans le temps pour se stabiliser. L'allure de la stabilisation est de type logarithmique tout comme la cinétique d'oxydation du matériau [Song 2010]. Ainsi, le film élaboré présente des couches d' $\text{Al}_x\text{N}_y\text{O}_z$ et/ou Al instables qui doivent davantage s'oxyder pour devenir stables provoquant ainsi des variations de contraintes dans le temps. Dans une étude similaire, les contraintes augmentent en compression de 10 et 25 MPa en un jour pour des concentrations respectives en azote dans les films de 50 et 47 %, puis elles se stabilisent [Sah 2010]. Comme la proportion d'oxygène est d'environ 42 % dans nos échantillons, la variation de la contrainte dans le temps est bien supérieure à celle de Sah & al.. En utilisant les courbes de tendance, il est possible de faire une estimation de la contrainte dans le temps. A titre d'information, au bout de 20 ans, la contrainte reste inférieure à -350 MPa. Cette valeur est toutefois relativement faible comparée à celles reportées dans la bibliographie qui varient entre la dizaine de méga-Pascals et la dizaine de giga-Pascals. [Sah 2010, Tait 2001, Dubois 2001, Cherng 2008, Kusaka 2002, Zhong 2012, Lee 2003, Iborra 2004].

3.4.4.3.4 Résistance mécanique

L'AIN a été choisi comme le matériau constituant le capot de par l'attractivité de ses propriétés mécaniques (module d'Young, contrainte à la rupture). Ces grandeurs capitales ont été

qualifiées à l'IEF par des mesures de micro-indentation. Une force est exercée à l'aide d'une pointe qui pénètre à la surface de l'échantillon. Cette charge, et la décharge qui s'ensuit, engendrent des déformations qui permettent notamment de déterminer le module d'Young et la dureté du matériau étudié.

Les mesures sont menées sur des films d'AlN de 4 μm d'épaisseur réalisées à une pression de 7,5 μbar avec 33% d'azote pour des puissances variant de 400 à 600 W. Le module d'Young et la dureté Berkovich sont respectivement (180 ± 15) GPa et (14 ± 1) GPa, indépendamment de la puissance de pulvérisation. Cette valeur de dureté est comparable à celle obtenue (15,5 GPa) par Dreer & al. pour des films d' $\text{Al}_x\text{N}_y\text{O}_z$ ayant un indice optique similaire aux nôtres (1,84) [Dreer 1999].

Cependant, ces caractéristiques mécaniques ne répondent pas à nos attentes. La dureté est supérieure à celle de l'AlN massif mais elle reste inférieure aux valeurs maximales rencontrées dans la littérature (de 7 à 37 GPa) [Mortet 2004p, Yate 2009]. Le module d'Young est, quant à lui, très inférieur à celui de l'AlN massif entre 300 et 350 GPa [Shackelford 2000]. Pour les films minces, il varie entre 100 et 420 GPa [Shackelford 1998, Sah 2010, Yate 2009, Mortet 2003p, Yang 2009]. Les films d'AlN élaborés à l'IEF sont ainsi dans la gamme inférieure de ceux présentés dans la bibliographie.

Ces propriétés mécaniques relativement décevantes s'expliquent par les paramètres de pulvérisation élaborés à partir d'une cible d'aluminium avec un gaz de décharge faiblement concentré en azote (33%), pollué par de l'oxygène, et l'utilisation d'une enceinte de co-pulvérisation.

Les propriétés mécaniques de l'aluminium (module d'Young : 70 GPa et dureté : 2 GPa) [Breuils 2009, Shen 2010] sont nettement moins attractives que celles de l'AlN. De plus, La pulvérisation d'une cible d'aluminium aboutit à des films qui peuvent être partiellement nitrurés. Ainsi, le film déposé est en général plus éloigné de la stœchiométrie qu'avec une cible d'AlN, ceci est d'autant plus important que la concentration en azote est faible. De plus, l'inclinaison de la cible favorise l'effet d'ombrage rendant le dépôt poreux.

Le module d'Young diminue pour des concentrations molaires d'AlN variant de 100 à 50%. Une fois le minimum atteint (50%), un abaissement de la concentration d'AlN entraîne une hausse du module d'Young pour obtenir de l' Al_2O_3 . Ainsi, le module d'Young varie de 350 GPa pour l'AlN, à 400 GPa pour de l' Al_2O_3 en passant à 122 GPa pour 80% d'AlN et un minimum de 100 GPa pour un film constitué de seulement 50% d'AlN en mol. Cette évolution s'explique par la substitution des atomes

d'azote en oxygène et par un changement de structure de l' $\text{Al}_x\text{N}_y\text{O}_z$ (pyramidale à octogonale) [Dreer 2004].

Nous avons tenté de déterminer la contrainte à la rupture de l'AlN par l'intermédiaire de mesures de micro-indentations sur des films libérés d'AlN (poutres et ponts), comme réalisé par Zong & al. [Zhong 2004]. Cependant, faute de temps, nous n'avons pas pu obtenir un film assez épais pour pouvoir être caractérisé par cette méthode.

Les propriétés mécaniques de notre film d'AlN sont relativement modestes par rapport à nos attentes initiales compte tenu de l'enceinte de dépôt mise à notre disposition et du choix des paramètres de dépôt favorisant la vitesse de dépôt et la contrainte.

3.4.4.3.5 Piézo-électricité et résistivité électrique

L'étude de la piézo-électricité de l'AlN se fait bien évidemment en mesurant les constantes piézo-électriques (d_{33} et d_{31}) [Tonisch 2006, Mortet 2004p, Shin 2009, Dubois 2001, Martin 2004]. Cependant, la piézo-électricité de l'AlN et son orientation cristalline (002) sont souvent reliées. Même s'il s'agit plutôt d'une tendance que d'une relation directe, l'étude de l'orientation cristalline est très répandue dans la littérature pour des raisons de commodité [Xu 2001, Mortet 2002, Chiu 2007, Zhong 2012, Kusaka 2002, Cherng 2008, Lin 2008]. Elle est effectuée par diffraction X (DRX ou « XRD : X-ray diffraction »). Une importante piézo-électricité est ainsi généralement obtenue lorsque l'orientation du film suivant le plan (002) est élevée ou que la largeur à mi-hauteur de ce même pic est faible [Tonisch 2006, Dubois 2001, Martin 2004].

Pour des raisons de facilité de mise en œuvre, l'absence du caractère piézo-électrique dans nos films est vérifiée par la mesure de l'orientation cristalline. Elle est réalisée sur des films d'AlN (33% d'azote / 7,5 μbar / 550 W) correspondant, rappelons-le, à la vitesse de croissance la plus élevée (Figure 3-11).

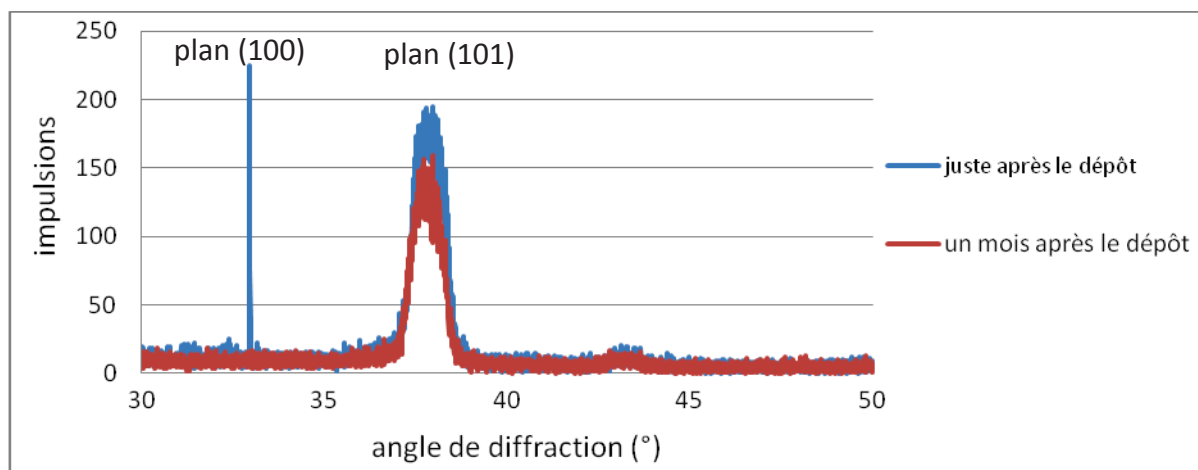


Figure 3-11 : Etude dans le temps de l'AlN par diffraction X

Juste après le dépôt, le film d'AlN est constitué de cristaux orientés suivant les plans (100) (33°) et (101) (38°). L'oxydation de la couche entraîne une réorganisation cristalline provoquant un changement de la contrainte. Une nouvelle mesure est effectuée un mois plus tard et elle confirme cette hypothèse. Les cristaux sont orientés seulement suivant le plan (101), l'orientation dans le plan (100) a disparu.

Le plan cristallin (002), dont sa présence est souvent liée aux propriétés piézo-électriques de l'AlN, est absent des deux graphes. Cette observation est particulièrement intéressante compte tenu de l'utilisation de l'AlN comme isolant dans notre dispositif. De plus, la qualité de l'isolation électrique est quantifiée par la résistivité du matériau et elle atteint $10^9 \Omega.m$, soit comparable à celle obtenue par Gregory & al. ($\approx 10^8 \Omega.m$) dans un film d'AlN élaboré avec un gaz de décharge contenant 33% d'azote [Gregory 1996]. Bien que cette valeur soit très inférieure à celle employée pour les MIS ($[10^{-11} ; 10^{15}] \Omega.m^{-1}$) [Krupa 2009, Gaskill 1994, Gregory 1996], la résistivité d'un film d'AlN devrait toutefois rester compatible avec notre application.

3.4.4.4 *Structuration du film*

De même que pour l'alumine, nous avons rapidement dû abandonner la structuration par lift-off pour privilégier la gravure. Dans le cas de l'AlN, la gravure est, en général, effectuée à partir de gaz réactifs (Cl_2 , BCl_3 , I_2 , ICl et SF_6) ou inertes (He, N, Ar, Xe) [Hay 1999, Khan 2002, Shul 1997]. Bien que la vitesse de gravure de l'AlN soit relativement élevée ($[0,1 ; 0,8] \mu m.min^{-1}$) selon les gaz utilisés et les puissances des générateurs de gravure ($[100 ; 1000] W$), cette technique n'est pas retenue car elle nécessite une mise au point fastidieuse au laboratoire.

Nous nous sommes limités à la gravure humide. L'AIN est inerte envers les acides tels que l'acide sulfurique, fluorhydrique, nitrique, phosphorique ... [Zhuang 2005] ou encore l'acide phosphorique qui grave l'AIN à une vitesse de $20 \text{ nm}\cdot\text{min}^{-1}$ seulement si la solution est portée à 120°C [Saravan 2004]. En général, l'AIN se grave en utilisant des bases comme notamment l'hydroxyde de sodium, le TMAH, l'hydroxyde de potassium ($> 2\ 000 \text{ nm}\cdot\text{min}^{-1}$) ou des solutions contenant du potassium. Ainsi des développeurs de résine tels que l'AZ 400K permettent d'obtenir des vitesses de gravure relativement élevées ($1\ 000$ et $10 \text{ nm}\cdot\text{min}^{-1}$ selon sa concentration) [Zhuang 2005]. Nous avons effectué plusieurs tests au laboratoire avec plusieurs types de développeurs (AZ 400K, 351). Ces essais de gravure de l'AIN avec ces développeurs sont très concluants puisque les vitesses de gravure atteignent $200 \text{ nm}\cdot\text{min}^{-1}$. Cette valeur est en adéquation avec celles obtenues par Zhuang & al. [Zhuang 2005].

Remarque :

Comme tout matériau, l'AIN peut être structuré en gravure physique par plasma (IBE). Dans le cas de couches minces, nous avons obtenu des vitesses de gravure de $10 \text{ nm}\cdot\text{min}^{-1}$ (Ar 3sccm, 300V). Mais la gravure de film épais de résistance mécanique élevée provoque un échauffement important incompatible avec la présence de la couche C_xF_y .

3.4.5 Caractérisation des films en parylène

Comme nous l'avions présenté plus en amont, des capots en parylène ont également été élaborés.

3.4.5.1 Pourquoi des capots en parylène ?

L'utilisation de polymère a été proscrite au tout début de ma thèse car cette classe de matériaux ne répond généralement pas à notre exigence dans le domaine de l'herméticité. En effet, la perméabilité des polymères est très inférieure aux autres matériaux (verre, céramiques, métaux et semi-conducteurs) (Tableau 1-2 : Quelques exemples de perméabilité de matériaux [Gerlach 2001] Tableau 1-2). Cependant le parylène C fait toutefois exceptions (Tableau 3-8).

Gaz	Perméabilité	Références
He	80 – 600	[Lu 2010, Tanioka 1994, Yeh 1990]
O ₂	3 – 50	[Lu 2010, Tanioka 1994, Yeh 1990, Comelec, Kumar 2010, Santucci 2009, Gorham 1966]
N ₂	0,3 – 50	[Lu 2010, Tanioka 1994, Yeh 1990, Comlec, Kumar 2010, Gorham 1966]
CO ₂	0,1 – 50	[Lu 2010, Tanioka 1994, Yeh 1990, Comelec, Kumar 2010]

Tableau 3-8 : Perméabilité du parylène C en $10^{-19} \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$ suivant différents gaz pour une épaisseur d'au moins 8 μm

Remarques :

La diffusion des gaz dans le parylène dépend de l'épaisseur du film. La perméabilité du parylène reste constante pour des épaisseurs supérieures à 8 μm tandis qu'elle augmente fortement pour de plus faibles épaisseurs. A titre indicatif, la perméabilité diminue d'un facteur 10^6 entre les couches d'une épaisseur de 1 μm et celles supérieures à 8 μm [Tanioka 1994].

Un recuit de la couche de parylène permet d'augmenter son taux de cristallinité et sa densité, ayant pour conséquence une diminution de diffusion des gaz à travers le film de parylène. A titre d'exemple, lorsqu'une couche de parylène subit un recuit à 200°C pendant 2h, le taux de cristallinité est multiplié par 2,5 et la diffusion des gaz à travers elle diminue d'environ 30% [Yeh 1990].

Connaissant l'herméticité du parylène, nous avons voulu vérifier que l'épaisseur du capot était compatible avec les techniques de fabrication et le niveau de vide exigé. L'évolution de l'épaisseur du boîtier en fonction de l'intervalle de temps après l'encapsulation est donnée pour différentes pressions tolérées dans la cavité par l'équation 3-1 à partir des formules 2-1 et 2-2. Pour cette modélisation, les sources de gaz provenant des cordons sont négligées par rapport à celles du capot. Nous avons aussi fait l'hypothèse que la pression du scellement et le dégazage étaient négligeables par rapport à l'élévation de la pression due à la perméabilité du parylène.

$$e = \sqrt{\frac{M_{He}}{M_{air}}} \times \frac{K \times \frac{P_0 - P_1}{P_0}}{h_c \times \ln\left(\frac{P_0 - P_{lim}}{P_0 - P_1}\right)} \times t$$

Équation 3-1

h_c : hauteur de la cavité (m)

e : épaisseur du capot (m)

P_{lim} : pression interne maximale tolérée (Pa)

P_0 : pression interne initiale ou juste après le scellement (1.10^{-1} Pa)

P_1 : pression extérieure (1.10^5 Pa)

M_{air} : masse moléculaire de l'air ($28,7 \text{ g.cm}^{-3}$)

M_{He} : masse molaire de l'hélium (4 g.cm^{-3})

K : perméabilité de l'hélium ($5.10^{-17} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$)

t : temps écoulé après le scellement (s)

Pour un capot en parylène possédant les mêmes caractéristiques géométriques que ceux en nickel (épaisseur $20 \mu\text{m}$, hauteur $25 \mu\text{m}$), la pression à l'intérieur de la cavité reste inférieure à $0,7.10^5 \text{ Pa}$, un an après l'étape d'encapsulation. Cette estimation est très encourageante puisqu'elle démontre que l'on peut obtenir le niveau de vide nécessaire pour les accéléromètres ($< 0,7 \cdot 10^5 \text{ Pa}$). Nous rappelons toutefois, qu'un doublement de la hauteur de la cavité a le même effet qu'un doublement de l'épaisseur. Si le niveau de vide n'est pas suffisant, il est préférable d'augmenter le volume de la cavité à l'épaisseur du capot pour des raisons de rapidité et facilité de fabrication du capot.

Le parylène possède, de plus, d'autres qualités fortes intéressantes dans différents domaines (optique, électrique, mécanique et chimique) du packaging.

En effet, le parylène possède une très bonne transparence optique ($\approx 80 \%$) pour des films minces (de plusieurs dizaines de micromètres), dans le visible et infra-rouge ($400 - 4000 \text{ nm}$) [Santucci 2009, SCS <http://www.scscookson.com/parylene/properties.cfm>]. De plus, sa très forte hydrophobicité ($\approx 90^\circ$) et sa faible énergie de surface (20 mN.m^{-1}) permettent d'avoir une couche anti-adhérente, ce qui est très appréciable pour le revêtement de surface transparente (miroir, lentille ...) [Selvarasah 2007, Santucci 2009, Vicca 2010, Bavier 2013]. Comme la plupart des polymères, le parylène fait partie de la classe des isolants ($\rho \approx 1.10^{16} \Omega.\text{cm}$) [Kumar 2010, Comelec, Lee 1970]. Il est ainsi employé comme di-électrique dans différents domaines dont notamment les

écrans AM-OLED, les capteurs capacitifs [Vicca 2010, Aoyagi 2007]. Sa résistivité est ainsi supérieure à celle de l'AIN ($<10^{15} \Omega \cdot \text{cm}$), comparable à celle de l'alumine ($10^{16} \Omega \cdot \text{cm}$) et inférieure à celle du BenzoCycloButène (BCB : $\rho \approx 10^{19} \Omega \cdot \text{cm}$). Une nouvelle propriété du parylène a été récemment découverte dans le domaine électrique par Kim & *al.*, l'élaboration de couches de parylène C piézo-électrique [Kim 2011, Patent Application US 2012/0091858 A1]. De plus, notons que ce matériau est un des polymères les plus résistants mécaniquement. Ainsi son module d'Young est d'environ 4 GPa et sa limite d'élasticité de 55 MPa [Comelec, Kumar 2010]. Il est notamment possible d'élaborer une encapsulation temporaire de capteurs inertiels pour résister aux débris de la découpe à la scie [Wen 2011]. Enfin, il est inerte aux solvants pour des températures inférieures à 300°C (point de fusion), mais il se grave par des solutions de ChlorNaphthelene (CN), ou le benzoyl benzoate à 150°C. De plus, sa résistance envers l'hydrolyse, sa bio-stabilité, sa toxicité et sa biocompatibilité répondent à la norme ISO 10993 concernant la bio-compatibilité d'un appareil médical et aussi aux tests les plus exigeants de la norme américaine USP dans le domaine médical. Il fait ainsi partie des quelques matériaux de la classe 6 de l'USP [Meng 2008, Wolgemuth 2012]. De ce fait, il est employé dans de nombreux dispositifs médicaux tels que les prothèses auditives, aiguilles hypodermiques, stimulateurs cardiaques, stents, capteurs de température ... [Carma 2004, Meng 2008, Wolgemuth 2012]. Enfin, il valide les critères de la norme IPC CC 830 sur la qualité et la fiabilité des assemblages électroniques et la norme 2002/95/EC relative à la limitation de certaines substances dangereuses dans les équipements électriques et électroniques. Toutes ces propriétés rendent le parylène très attractif pour le vaste domaine du packaging.

3.4.5.2 *Elaboration et caractérisation des films*

Les couches de parylène C sont élaborées suivant le procédé Gorham, par un dépôt en phase vapeur (CVD Chemical Vapor Deposition) avec un précurseur à base de paracyclophane. Ce précurseur est sublimé par chauffage à 175 °C. La pyrolyse de ces vapeurs à 690°C sépare la molécule en monomères de p-xylylène. Comme le substrat est à température ambiante, les monomères se condensent à sa surface pour former le film de parylène.

Des dépôts d'un dizaine de micromètres sont élaborés à l'ESIEE avec une vitesse de dépôt de l'ordre de $0,5 \mu\text{m} \cdot \text{h}^{-1}$. Les mesures d'épaisseur du parylène sont déterminées, de façon non destructive, par ellispométrie puis par mesure de marche du capot par profilométrie optique. L'indice optique obtenu est similaire à ceux rapportés dans la bibliographie (1,6 - 1,7) [Comelec, Kumar 2010]. De même, le caractère hydrophobe du parylène observé dans la littérature est conforme à celui

obtenu (angle de contact de 90°) [Vicca 2009, Tan 2010]. Ces mesures valident la conformité de cette étape technologique.

Comme la couche parylène est élaborée sur un substrat en Si à la température ambiante, le dépôt engendre une très faible contrainte thermique malgré la grande variation de leur coefficient de dilatation thermique (facteur 10 entre le silicium et le parylène) [Comelec, Kumar 2010]. Cette faible contrainte est renforcée par les propriétés mécaniques du matériau (module d'Young faible pour les polymères). Cette grandeur est alors quantifiée pour assurer une bonne compatibilité entre les étapes technologiques et aussi une faible déflexion du capot une fois libéré. La contrainte interne d'un film de parylène est déterminée comme précédemment, c'est-à-dire, par la mesure du rayon de courbure. La valeur obtenue est conforme à nos exigences (< 3 MPa), aux valeurs annoncées dans la littérature (0,4 – 25 MPa) [Zopfl 2009, Aoyagi 2008, Kim 2007].

La structuration de couches épaisses et conformes rend inappropriée la technique de lift-off. De plus, le parylène est un matériau inerte aux solutions chimiques. De ce fait, les motifs sont habituellement structurés par gravure par plasma O₂. L'ajout de gaz fluorés (CF₄, SF₆) ou d'argon permet d'augmenter la vitesse de gravure verticale et de diminuer celle latérale [Meng 2008]. Pour nos dispositifs, la gravure du parylène est effectuée par un mélange gazeux d'argon et d'oxygène ionisé (70 W). La vitesse de gravure ainsi obtenue est de 0,1 μm.min⁻¹. Le masque utilisé peut être un métal, un semi-conducteur ou un polymère [Meng 2008, Selvarasah 2007, Ciftlik 2011]. L'utilisation d'un polymère est privilégiée pour des raisons de facilité de mise en œuvre au détriment de la sélectivité. Ainsi, le masque en résine photosensible doit être relativement épais (1,5 fois supérieure à l'épaisseur du parylène).

D'autres caractérisations de nos films de parylène sont reportées ultérieurement. Elles valident le choix de ce matériau pour élaborer des capots hermétiques en termes d'adhésion. La pression d'arrachement entre le parylène et le substrat est quantifiée par des mesures de pull test (§4.3).

3.4.6 Conclusion

La technologie d'encapsulation par transfert de films est basée sur l'utilisation d'une couche à adhésion contrôlée qui doit posséder une adhésion suffisante avec la couche supérieure pour assurer le bon déroulement du procédé de fabrication des capots. Toutefois, cette adhésion doit être suffisamment faible pour permettre le transfert des capots. Ce compromis a ainsi été obtenu par le

dépôt d'une couche C_xF_y subissant des traitements. Sur cette couche à adhésion contrôlée, nous déposons ensuite un film de titane et de cuivre qui peut être employé comme une couche d'amorçage pour faire croître, par dépôt électrolytique, les vias en cuivre ou les capots en nickel. Le choix d'un capot en nickel a été fait en raison de ses propriétés mécaniques et hermétiques élevées. De plus, la croissance électrolytique du nickel est très attractive pour réaliser des films épais (plusieurs dizaines de micromètres) et faiblement contraints (≈ -50 MPa). Bien que ce procédé de fabrication soit compatible avec la technologie de transfert de capots hermétiques, cette encapsulation en nickel nécessite le passage des connectiques en face arrière ou enterrées pour éviter tout court-circuit par le capot ou le joint de soudure In-Au.

Comme la technologie de transfert de films a, en partie, pour objectif d'améliorer la compatibilité entre les différentes étapes de fabrication, la faisabilité des connectiques à travers le capot est alors recherchée. Cet objectif peut être résolu par la fabrication d'un capot constitué d'un matériau isolant. Outre ces caractéristiques électriques, le film jouant le rôle de capot doit répondre aux mêmes critères que celui du nickel dans des domaines très variés tels que l'herméticité et la résistance mécanique. De plus, la fabrication d'une telle couche doit assurer la compatibilité avec les étapes technologiques antérieures (basse température, vitesse de dépôt élevée, structuration sélective...) et postérieures (faible contrainte du film, stabilité du matériau ...). La classe des céramiques répond parfaitement à notre problématique. Parmi elles, l'alumine et le nitrure d'aluminium sont choisis comme les matériaux jouant le rôle de capot car ils répondent au mieux aux exigences et ils peuvent être fabriqués avec les équipements disponibles.

L'alumine est déposée par évaporation. Cependant les dépôts des films sont trop contraints (≈ 500 MPa) pour assurer une compatibilité avec les autres étapes technologiques. De plus, la perturbation du système de dépôt et la pollution de l'enceinte rendent impossible la fabrication de couches épaisses.

Nous avons alors mis en œuvre la pulvérisation cathodique non plus pour la croissance de l'alumine mais celle du nitrure d'aluminium car il possède une meilleure conductivité thermique et un coefficient de dilatation proche de celui du silicium au détriment de la résistivité toutefois plus faible. La pulvérisation réactive d'AlN permet de rapidement ($1,5 \mu\text{m}\cdot\text{h}^{-1}$) faire croître à température ambiante des films faiblement contraints (< 10 MPa). Cependant la présence d'oxygène dans les films d'AlN ($\approx 7\%$) détériore les propriétés des films. Les propriétés mécaniques sont alors dégradées dont notamment le module d'Young (180 GPa au lieu de 300 GPa) et la dureté (14 GPa au lieu de 20 GPa).

De plus, nous avons noté une évolution des propriétés de l'AIN avec le temps (contrainte et orientation cristalline). La variation de la contrainte reste tout à fait tolérable.

Une autre alternative très attractive est obtenue en utilisant le parylène. Ce matériau a des propriétés électriques, mécaniques et hermétiques très attractives ce qui explique qu'il soit très utilisé dans les domaines de la micro-électronique et du médical. La conservation du vide à l'intérieur de la cavité est plus modeste que dans les cas précédents mais il peut tout à fait convenir pour des applications peu exigeantes telles que les accéléromètres.

4 Scellement

Dans le chapitre 3, le procédé de fabrication des capots est présenté à partir de structurations (substrat et films) et dépôts (C_xF_y , Ti, Cu, AlN, Ni ...). Une fois le capot réalisé, le cordon de scellement est structuré. Le collage du joint entre le substrat receveur et le capot permet le transfert de dispositifs du substrat donneur au receveur. Une telle technologie est assurée par l'ingénierie de l'adhésion entre les couches. En effet, l'adhésion du joint de scellement sur le capot et le substrat est nettement supérieure à celle entre la couche à adhésion contrôlée et le capot.

Le transfert effectif des capots permet de valider les étapes antérieures aux scellements, c'est-à-dire, la gravure KOH, la couche d'adhésion contrôlée, la croissance de couche d'amorce des vias et la couche jouant le rôle de capot (Chapitre 3). Cette validation est tout d'abord effectuée par le scellement adhésif à partir de joints photo-sensibles en BenzoCycloButène (BCB) pour sa facilité, rapidité de mise en œuvre et la maturité de cette technologie dans notre équipe de recherche. Une fois le transfert validé, les scellements hermétiques en phase liquide transitoire (Au-In) et adhésifs (parylène C) ont été développés.

La caractérisation mécanique de l'encapsulation est effectuée par différents tests. La résistance de la découpe à la scie sur notre encapsulation valide le procédé de fabrication pour l'encapsulation de dispositifs. Nous avons également caractérisé la pression d'arrachement de la soudure (pull-test). Des mesures par blister test ont également été entreprises en surpressurant la cavité d'eau provoquant la rupture ou la fissure de notre encapsulation. La maîtrise du niveau de vide dans la cavité encapsulée est étudiée indirectement par la mesure de la déflexion du capot dans le temps.

4.1 Cordons adhésifs en BCB

4.1.1 Propriétés du BCB

Parmi les nombreux polymères adhésifs disponibles, nous avons utilisé le BCB du fait de ses propriétés physico-chimiques (mécanique, électrique, chimique et thermique) et de sa facilité de mise en œuvre.

En effet, le BCB est connu pour sa très bonne isolation électrique ($\rho_{\text{BCB}} = 1.10^{19} \Omega.\text{cm}$) et s'utilise souvent comme couche de passivation [Dow 2005, Niklaus 2006, Ha 2006]. De plus, il adhère relativement bien ($\approx 40 \text{ MPa}$) sur de multiples matériaux (métal, céramique ...) et est très sollicité dans de nombreux domaines dont notamment l'encapsulation avec un joint de collage [Seok 2012a, Kim 2010, Schelcher 2012, Brault 2010]. Il possède également un faible taux d'absorption d'eau et une bonne résistance aux solvants. En outre, la nature chimique du BCB évite la libération d'eau puis le piégeage d'eau et de gaz lors de l'étape de scellement dans la cavité [Oberhammer 2003, Jourdain 2005, Garel 2009]. Il est notamment l'un des polymères adhésifs dégazant le moins. Son taux de fuite est toutefois trop élevé ($1.10^{-7} \text{ Pa.m}^3.\text{s}^{-1}$) pour l'utiliser dans le conditionnement hermétique [Oberhammer 2003]. Compte tenu de toutes ces qualités, il est l'un des polymères adhésifs le plus couramment employé en microélectronique et dont quelques-unes de ces propriétés sont reportées dans le tableau suivant :

Grandeurs physiques	Valeurs	Unités
Température de transition vitreuse	> 350	°C
Coefficient de dilatation thermique	42.10^{-6}	°C ⁻¹
Conductivité thermique	0,29	W.m ⁻¹ .K ⁻¹
Résistivité électrique	1.10^{19}	Ω.cm
Constante diélectrique	2,5 - 2,65	
Tension de claquage	$5,3.10^6$	V.cm ⁻¹
Module d'élasticité	2,9	GPa
Coefficient de Poisson	0,29	
Elongation à la traction	8 %	
Résistance à la traction	87	MPa
Contrainte résiduelle	28	MPa
Absorption d'humidité	< 0,2	%

Tableau 4-1 : Quelques propriétés physiques du BCB [Dow 2005]

Le BCB est déposé par enrésinement dans une gamme d'épaisseur allant de 0,8 μm jusqu'à 40 μm [Niklaus 2006]. La structuration de ce polymère sous forme de cordons est obtenue, soit par gravure sèche si le polymère n'est pas photosensible, soit par photolithographie si le polymère est sensible aux rayons U.V.. Ce dernier cas est privilégié pour sa facilité et rapidité de mise en œuvre. Après avoir mis en contact les deux substrats, le collage devient effectif après une étape de polymérisation et réticulation du BCB. Elle peut avoir lieu après une exposition UV et un traitement thermique à basse température (150-300°C). Contrairement à la majorité des adhésifs, un joint en BCB n'a pas besoin d'être déposé sur les deux faces à coller. Ainsi la fabrication de capots évite toute étape technologique sur le substrat MEMS à l'exception du collage. De plus, ce polymère a la capacité

de très bien s'adapter aux topographies du substrat donneur (capot) et receveur (MEMS à encapsuler). L'épaisseur des cordons passe ainsi de 8 μm après enrésinement à 6 μm après collage (1 h, 250°C, 3500 N).

4.1.2 Application du BCB aux différents capots

Les cordons adhésifs assurent le transfert de dispositifs du substrat donneur au substrat receveur. Le transfert est d'abord effectué sur des capots en nickel car il est bien maîtrisé dans notre équipe, puis ensuite sur d'autres matériaux (AlN, et nickel isolé par de l'AlN).

4.1.2.1 Capot en Ni

S. Brault a développé durant sa thèse un procédé de fabrication de capots en nickel par transfert de films à partir d'une couche de fluorée [Brault 2010]. Le rendement de fabrication de ce type d'encapsulation est alors de 95%. L'adhérence des capots est ensuite caractérisée par des essais de gonflement et de rupture (« blister test »). Nous en rappelons très rapidement le principe : un liquide sous pression est exercé sur le capot en l'injectant à travers un orifice percé dans le substrat receveur (Figure 4-1).

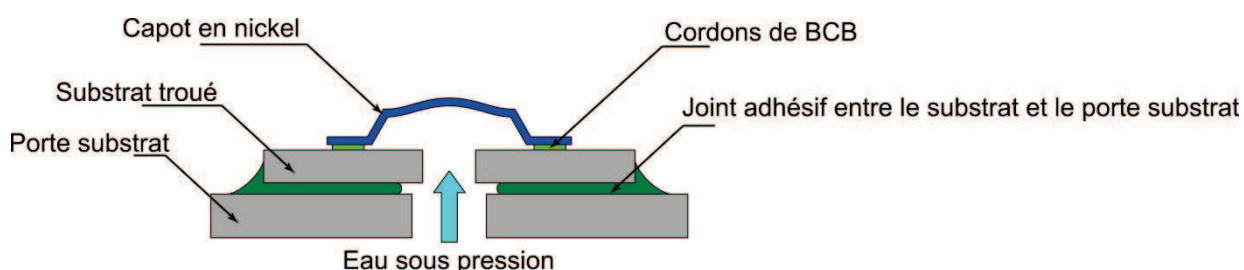


Figure 4-1 : Principe du blister test sur des capots transférés

Ces mesures avaient montrées que 50% des capots comportant un cordon de 200 μm de large résistaient à une pression supérieure à 30 bars [Brault 2010]. Nous avons effectué des essais de blister sur des capots fabriqués il y a trois ans et leur adhérence reste inchangée. Nous avons aussi reproduit ce type d'encapsulation avec des rendements toujours élevés (> 95%).

4.1.2.2 Capot en AlN

La maîtrise des procédés de fabrication du dépôt d'AlN et des capots en nickel par transfert de films nous laisse entrevoir l'obtention d'un procédé d'encapsulation en AlN. Le résultat ne répond malheureusement pas à nos attentes malgré de nombreux essais. En effet, bien que quelques capots

aient pu être transférés, la plupart se sont fissurés lors de l'étape de transfert (Figure 4-2). Cela peut provenir de la stabilité de la couche à adhésion contrôlée, des paramètres de dépôt de l'AlN ou du collage des capots sur le substrat MEMS. En effet, bien que la couche fluorée semble stable après un recuit à 250°C, il peut être altéré lors de la pulvérisation des atomes d'aluminium trop énergétiques lors du dépôt d'AlN d'une part, ou d'autre part lors du collage par un budget thermique trop important. Des tests ont toutefois montré que le transfert de capots d'AlN déposé à plus faible puissance de pulvérisation (550, 450, 350 W) n'a pas permis de résoudre ce problème. Nous avons ensuite diminué la température du scellement BCB pour effectuer cette étape à 200°C. Cette manipulation a elle aussi montré aucune différence significative sur le transfert des boîtiers. Pour finir, nous avons fait varier la nature de la couche (C_xF_y et C) pour discriminer la mauvaise stabilité en température du polymère. Cet essai n'a toutefois pas été concluant.

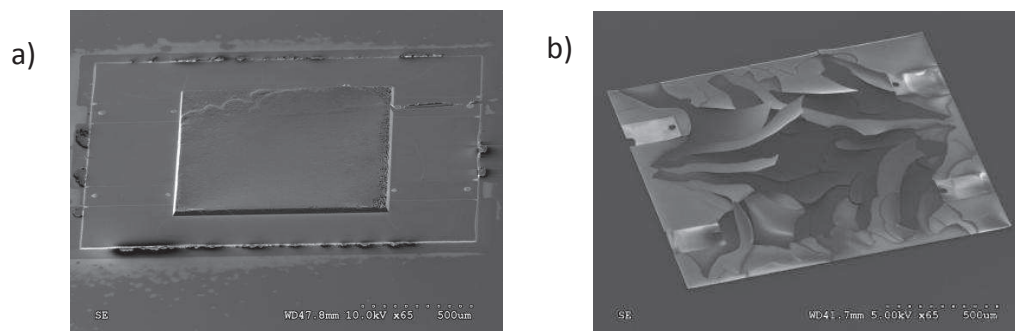


Figure 4-2 : Transfert de capots en AlN avec un cordon en BCB : a) capot bien transféré, b) capot fissuré

Après le scellement, les fissures sur le boîtier ne sont pas encore présentes. Nous avons observé l'échantillon à chaque étape sur la face arrière d'un substrat transparent. Ces craquelures de l'AlN n'apparaissent qu'au moment où les capots sont libérés du substrat moule. Au contraire, le transfert de plots d'AlN sur des plots de BCB de même dimension ne provoque aucune fissure sur l'AlN. Nous supposons alors que les capots en AlN ne sont mécaniquement pas assez résistants pour supporter la pression d'arrachement de l'AlN sur la couche à adhésion contrôlée. Aussi, il serait intéressant de pouvoir augmenter l'épaisseur d'AlN. Cette solution n'est toutefois pas compatible avec notre enceinte de dépôt pour des raisons de temps et coût. Nous avons alors développé d'autres procédés pour élaborer les capots hermétiques par transfert de films.

4.1.2.3 *Capot en Ni isolé par de l'AlN*

Comme la fabrication de capots en AlN par transfert de films est décevante, nous nous sommes tournés vers une autre alternative, une encapsulation constituée d'un matériau conducteur

(Ni) avec une isolation électrique des connectiques (AlN). L'élaboration de ce capot est faite en combinant les avantages du nickel et ceux de l'AlN. Le rendement de fabrication des capots en nickel dépasse 90% compte tenu de ses propriétés mécaniques favorables (résistance et contrainte). De plus, le dépôt électrolytique est compatible avec notre application (vitesse de dépôt, coût de fabrication) (§3.4.2). Les bonnes connaissances et maîtrises de l'AlN (contrainte, vitesse de dépôt ...) en pulvérisation permettent une rapide mise en œuvre d'un capot conducteur isolé localement au niveau des connectiques.

L'incorporation de couches d'AlN entre les films métalliques complexifie grandement le procédé de fabrication de capots en nickel isolé par de l'AlN, en ajoutant de nombreuses étapes (dépôts et structurations) (Figure 4-3).

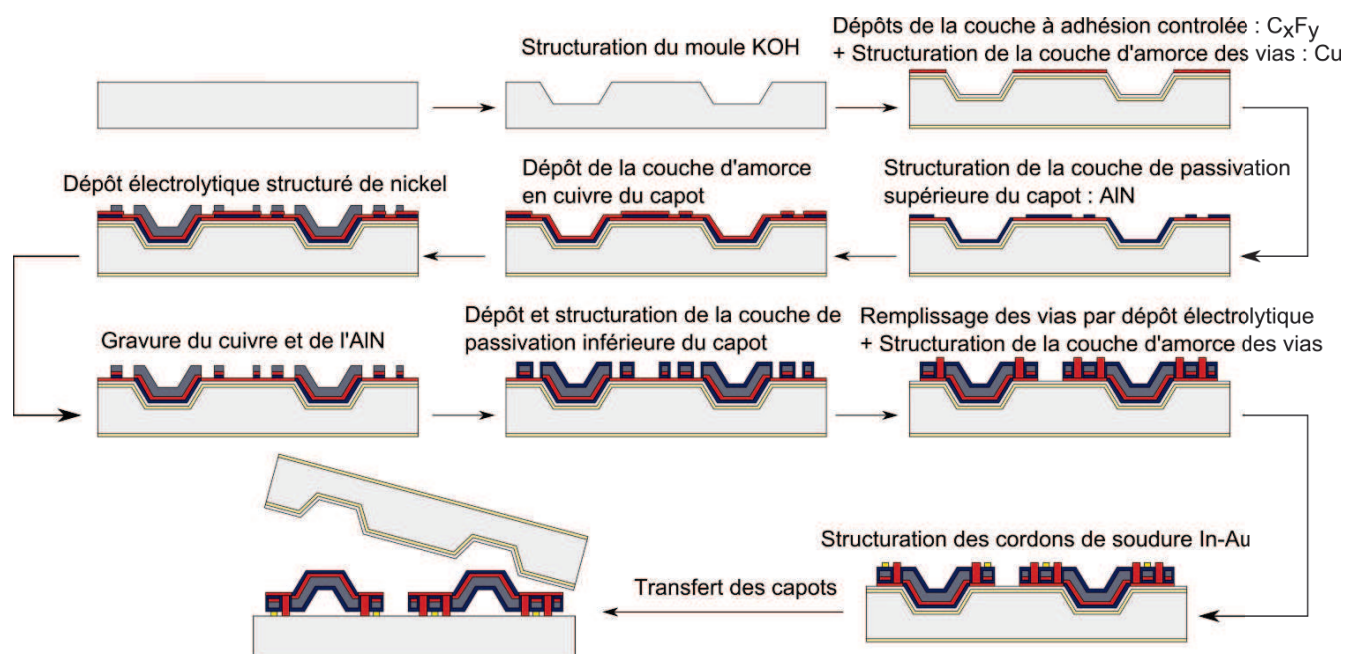


Figure 4-3 : Procédé de fabrication d'une encapsulation en nickel isolé par de l'AlN

Dans un tel procédé de fabrication, les paramètres d'élaboration des couches de nickel et de nitrure d'aluminium sont les mêmes que ceux présentés précédemment, à l'exception du temps de dépôt de l'AlN qui passe de 3h à 20 minutes.

Malgré une bonne connaissance des matériaux déposés (nickel et l'AlN) et maîtrise des techniques de fabrication (dépôt électrolytique, pulvérisation et transfert), les premiers essais ne sont pas très concluants. De nombreux décollements et arrachements interviennent entre les capots lors de la gravure par IBE de l'empilement Au-Ti-AlN-Cu et plus précisément au niveau de l'attaque de

l'AIN. En effet, comme l'AIN est un isolant électrique et un plus faible conducteur thermique que le cuivre par exemple, il dissipe peu les charges électriques et thermiques provoquant un échauffement indésirable. Cette détérioration de l'état de surface engendre un faible rendement de fabrication (20%) (Figure 4-4).

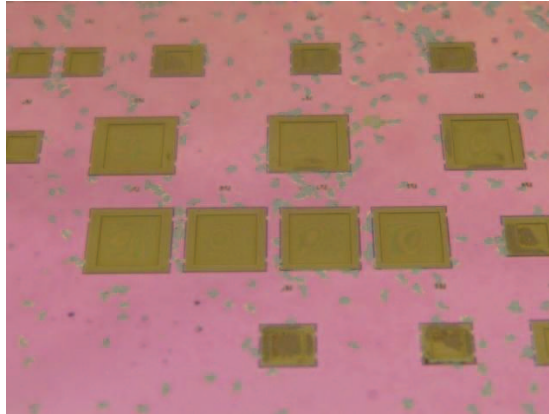


Figure 4-4 : Décollement des capots lors de la gravure de l'AIN par IBE

La suppression de ce décollement est obtenue en structurant la première couche d'AIN déposée entre les deux empilements de titane-cuivre et en diminuant la vitesse de gravure par IBE. Le rendement de fabrication (et aussi de transfert) atteint alors les 50%. Pour l'autre moitié des capots, seuls les cordons de BCB et la couche d'AIN sur les cordons sont transférés. L'AIN présente donc une mauvaise adhésion avec le nickel. La localisation de la couche d'AIN seulement au niveau des connectiques permet d'obtenir un rendement convenable (90%) (Figure 4-5).

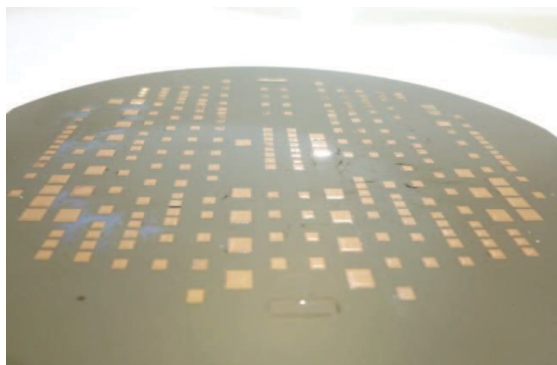


Figure 4-5 : Capots en Ni isolé par de l'AIN transférés sur le substrat MEMS

4.2 Cordons de scellement métallique In-Au

Le collage adhésif BCB n'étant pas hermétique, nous avons développé un nouveau scellement à base d'or-indium (Au-In) permettant de répondre à cette problématique. La géométrie des cordons (hauteur < 2 μm ; largeur < 200 μm) doit toutefois être réduite pour limiter l'encombrement et le coût de production. Par un souci d'économie de temps et de coût, les premiers tests de soudure sont effectués directement sur des substrats de silicium. Une fois le scellement maîtrisé, des essais sont réalisés sur des capots en nickel.

4.2.1 Cordons de soudure In-Au sur Si

Nous avons aussi choisi l'Au-In car cet alliage possède un des plus faible taux de fuites (10^{-17} Pa.m³.s⁻¹) et de très faibles taux de dégazage et perméation [Welch 2008]. De plus, le scellement de cordons par phase liquide transitoire tolère des variations d'état de surface compatible avec celles des capots que nous élaborons. Enfin, ce scellement forme un alliage métallique à très basse température ($\approx 156^\circ\text{C}$) qui nécessite une plus haute température de refonte ($> 400^\circ\text{C}$). Cette température de refonte varie en fonction de la proportion d'indium comme le montre le diagramme des phases (Figure 4-6).

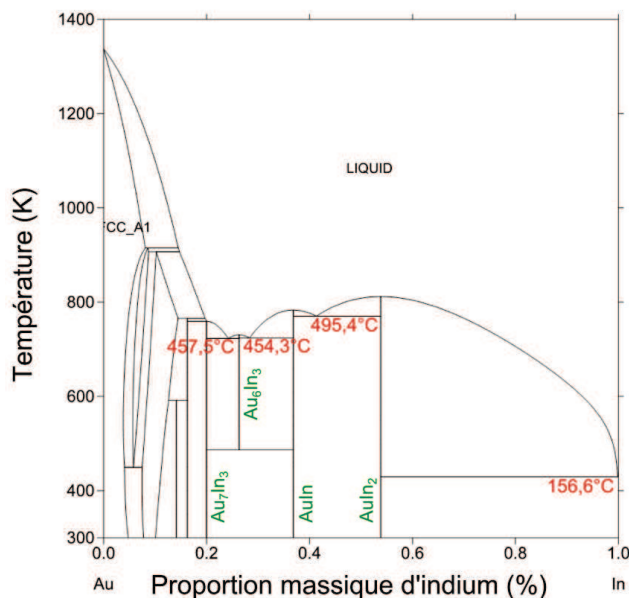


Figure 4-6 : Diagramme binaire des phases de l'or et de l'indium

On observe ainsi trois eutectoïdes à $457,5^\circ\text{C}$, $454,3^\circ\text{C}$, $495,4^\circ\text{C}$ correspondant respectivement aux proportions d'indium molaire de 24%, 27% et 42%. Bien que la température de refonte à $495,4^\circ\text{C}$

soit obtenue pour des proportions d'indium comprise entre 37 et 53%, on recherche dans la littérature des cordons dont la composition varie entre 45 et 53%. Pour cette concentration d'indium, seul le composé d'AuIn₂ se forme et reste stable. En dessous de 37%, les composés intermétalliques obtenus évoluent avec le temps du fait de la diffusion solide à température ambiante. Au-dessus de 54%, une couche d'indium non alliée avec l'or subsiste dans les cordons et affaiblit les résistances mécaniques et thermiques du joint [Shieu 1999, Simic 1977].

Comme les proportions de l'or et l'indium doivent être bien maîtrisées pour former un alliage AuIn₂ unique, les épaisseurs de ces films métalliques sont préalablement déterminées à partir de la formule suivante :

$$C_{tot}[In] = \frac{e_{In} \times \rho_{In}}{e_{In} \times \rho_{In} + e_{Au} \times \rho_{Au}}$$

Avec e_{In} : épaisseur d'indium
 ρ_{In} : masse volumique de l'indium (7,31 g/cm³)
 e_{Au} : épaisseur d'or
 ρ_{Au} : masse volumique de l'or (19,3 g/cm³)
 $C_{tot}[In]$: concentration molaire d'indium

Pour obtenir une proportion en indium massique entre 45 et 53%, le rapport entre l'épaisseur d'indium et celle d'or doit être compris entre 2,2 et 2,9. Notons qu'un simple rapport de 2 donne une composition d'indium de 43,1%.

Outre l'influence des concentrations d'indium et d'or, la qualité des soudures à base d'indium dépend aussi grandement de la présence d'oxyde d'indium. En effet, cette dernière détériore les propriétés du scellement en agissant sur l'adhésion, la mouillabilité, la contrainte thermique (CTE), la diffusion des espèces, la résistivité ... [Schoeller 2005, Kim 2008]. Ainsi de nombreuses techniques sont présentées dans la littérature.

4.2.1.1 *Cordons avec une couche d'or en surface pour éviter l'oxydation de l'indium*

La méthode, la plus répandue dans la littérature, consiste à déposer à la surface des cordons une fine couche d'un métal noble, en général de l'or. Le joint de scellement est généralement constitué de deux cordons dont l'un est constitué d'une couche d'indium intercalée entre deux autres d'or tandis que l'autre cordon possède simplement une couche d'or (Figure 4-7). Avant de faire croître la couche d'or, il est recommandé de déposer une sous-couche à base de titane, ou de chrome pour augmenter l'adhésion entre l'or et les couches antérieures ou le substrat. Pour des applications où la diffusion des cordons de scellement dans les couches inférieures est proscrite, une

barrière de diffusion de nickel, de molybdène, de platine ou de cobalt est notamment utilisée. L'épaisseur du cordon de scellement est généralement de l'ordre de la dizaine de micromètres et il peut atteindre 5 μm pour les plus minces [Welch 2008, Huang 2010, So 2000, Sohn 2007, Yao 2001, Choi 2008].

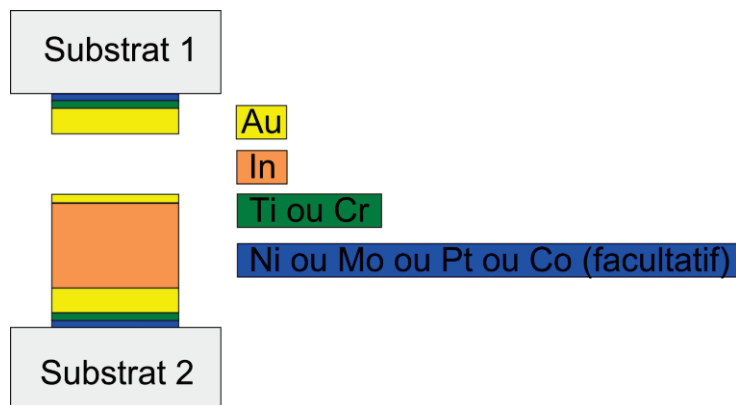


Figure 4-7 : Empilement des couches métalliques des cordons Au-In-Au

Une fois l'empilement déposé et structuré, le scellement s'effectue en appliquant sur les cordons une température d'environ 180°C et une pression inférieure à 10 MPa durant quelques minutes (< 10 minutes).

Nous avons réalisé cet empilement pour des cordons Au-In d'épaisseur 1,5 μm par l'évaporation des films métalliques (Au, In, Ti). Nos essais ont montré que la sous-couche de titane permettait une meilleure adhésion que le chrome sur un substrat en silicium contrairement au substrat en verre. Nous avons donc toujours utilisé le titane comme sous-couche pour promouvoir l'adhérence de l'or sur le silicium dans nos différents tests. La structuration des films métalliques en cordons est effectuée par lift-off. La croissance par évaporation permet d'obtenir des films purs et diffusant peu durant le dépôt (basse température et atomes déposés faiblement énergétiques). Les essais ne sont toutefois pas concluants compte tenu des épaisseurs et vitesses de diffusion. En effet, l'indium diffuse rapidement avec l'or pour former un composé intermétallique qui peut être stable à la température de scellement et ainsi ne plus réagir avec l'autre substrat. Cet alliage parasite a lieu durant le dépôt du stockage à température ambiante et aussi lors de la montée en température de l'enceinte de collage [Jellison 1979, Hasumi 1985, Volpert 2009, Zhang 2008].

De plus, la faible mouillabilité entre l'indium, l'or et les composés intermétalliques provoquent la formation d'îlots dégradant l'état de surface (Figure 4-8). Des marches d'environ un micromètre ont été générées sur cet échantillon et ce phénomène est également mentionné dans la

littérature [Han 2007]. Notons que celles-ci peuvent être supérieures à 5 μm pour des empilements (Cr-In-Sn) [Sasangka 2009].

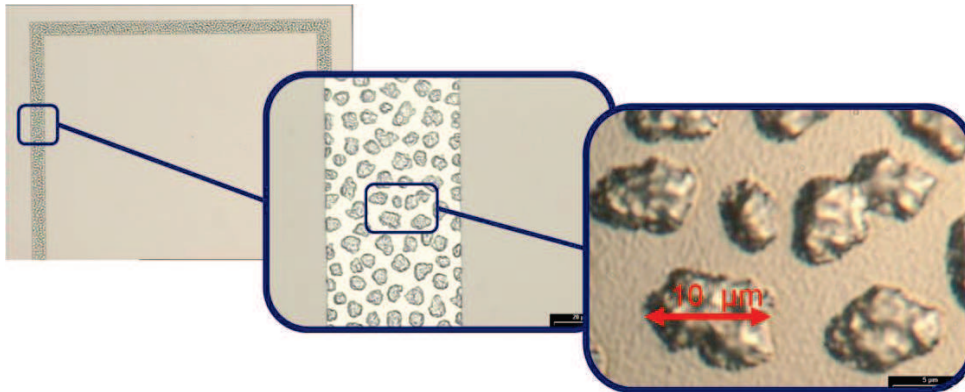


Figure 4-8 : Formation d'îlots métalliques sur un empilement Au-In-Au

Ainsi le scellement souhaité n'a pas pu être obtenu à cause du mauvais état de surface et parce que l'indium est totalement consommé par l'or empêchant toute diffusion avec l'autre cordon. Une augmentation de l'épaisseur devrait cependant permettre le scellement mais cette solution n'est pas compatible avec les moyens mis à notre disposition et le cahier des charges. Nous nous sommes alors tournés vers une solution permettant de diminuer la diffusion de l'or avec l'indium avant la mise en contact des cordons.

4.2.1.2 *Cordons avec une couche d'or en surface et des barrières en titane assurant la formation de l'alliage seulement lors du collage.*

Une variante de la solution précédente consiste à intercaler entre les couches d'or et d'indium, un film qui a pour rôle d'assurer la formation du composé intermétallique seulement lors du collage [Kuhne 2011, Zhang 2008] (Figure 4-9).

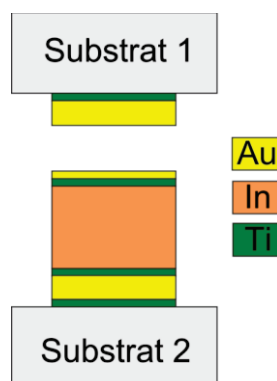


Figure 4-9 : Empilement des couches métalliques Au-Ti-In-Ti-Au // Au

Cette technique, très peu répandue dans la littérature, utilise généralement un film de titane. Ce film est habituellement employé comme sous couche de promotion d'adhérence et il est aussi connu pour laisser diffuser l'or et le cuivre. Cette couche de titane doit être à la fois suffisamment épaisse pour empêcher la diffusion de l'indium dans l'or avant l'étape de collage et suffisamment fine pour assurer la diffusion des métaux entre les deux cordons. Les études de Zang & *al.* ont montré que la diffusion peut être diminuée d'un facteur quatre pour des épaisseurs de titane inférieures à 10 nm. A partir de 20 nm, la diffusion n'a lieu que durant le scellement [Zhang 2008].

Nous avons tenté d'élaborer ce type de scellement. L'interdiffusion de l'or et l'indium a ainsi diminué en fonction de l'épaisseur de titane (≤ 20 nm) sans toutefois disparaître à température ambiante. Ceci a notamment été observé optiquement par la désertification des îlots et la présence de la couleur dorée en surface. L'adhérence de ces cordons n'est toutefois pas conforme à nos exigences. En effet, les substrats scellés par les cordons peuvent être séparés très facilement avec une pince sans pour autant endommager les substrats.

4.2.1.3 *Cordons sans couche de protection contre la formation d'oxyde d'indium*

Ces interdiffusions non désirées entre l'or et l'indium avant l'étape de scellement nous empêchent d'élaborer la soudure souhaitée. Nous nous sommes alors tournés vers des cordons ne présentant pas une couche d'or à la surface de l'indium (Figure 4-10).

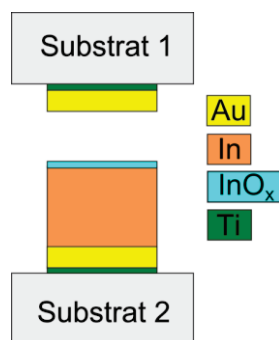


Figure 4-10 : Empilement des couches métalliques Au-In // Au

Parmi les nombreuses techniques utilisées dans la littérature, une alternative fréquemment évoquée consiste à supprimer l'oxyde natif juste avant le scellement notamment par des solutions chimiques (HCl, HNO₃). Les propriétés de la soudure sont ainsi grandement améliorées. L'adhérence a ainsi pu être augmentée d'un facteur quatre [Sakuma 2007]. Cependant, l'oxyde se reforme de façon

naturelle à la surface du métal. L'épaisseur de l'oxyde est cependant plus faible que celle initiale. De plus, les solutions chimiques de gravure sont relativement agressives.

Nous avons proposé une solution plus appropriée que la gravure de l'oxyde pour notre procédé d'encapsulation mais très originale. Elle consiste à casser l'oxyde naturel par thermocompression. Ceci est possible par la présence de la phase liquide de l'indium en fusion et par l'utilisation d'une pression élevée appliquée sur les cordons durant la soudure. Cette combinaison permet ainsi de fracturer l'oxyde solide et fragile, et donc d'assurer la formation d'un alliage métallique [Volpert 2009]. La pression appliquée sur les cordons (40MPa) est alors plus élevée que celle habituellement utilisée pour la soudure en phase liquide (< 10MPa), mais elle reste très inférieure à celles rencontrées pour la thermocompression (≈ 100 MPa). Dans la littérature, nous n'avons trouvé qu'une seule étude réalisée par Volpert & *al.* ayant effectué des essais par cette voie. Leurs échantillons possédaient toutefois des cordons très épais (≈ 50 μm).

Les premiers essais effectués furent encourageants car nous avons pu mettre en évidence la réelle diffusion de l'or et de l'indium (Figure 4-11). L'adhérence est supérieure aux précédents tests. En effet, il n'est pas possible de séparer les substrats scellés avec une pince sans les casser en plusieurs morceaux. Cette amélioration est toutefois à relativiser car les cordons ne résistent pas à la découpe à la scie. L'adhérence est ainsi inférieure à nos attentes à cause de la mauvaise qualité de l'état de surface. Lors du dépôt de l'indium sur la couche d'or, les îlots intermétalliques se forment et ils détériorent l'état de surface. La forte directivité du dépôt par évaporation ne permet pas de compenser cela.

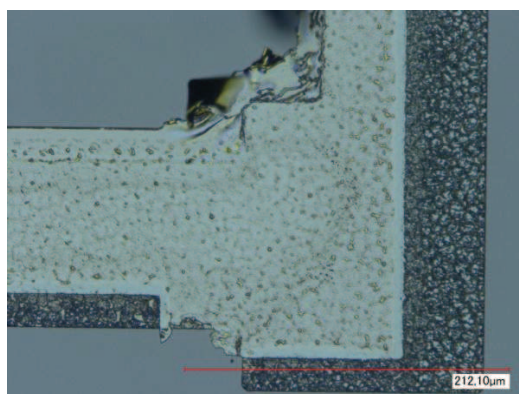


Figure 4-11 : Composé intermétallique partiellement formé après le scellement de cordons (Au-In // Au)

Une amélioration du précédent essai consiste donc à déposer l'or et l'indium sur deux cordons distincts (Figure 4-12).

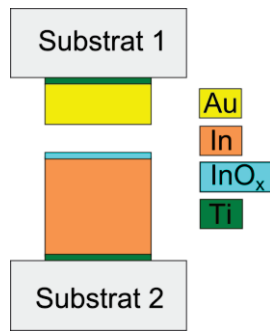


Figure 4-12 : Empilement des couches métalliques Ti-In // Au-Ti

La formation de l'alliage n'a alors plus lieu avant le scellement et la rugosité est alors limitée à la dizaine de nanomètres. Comme ces cordons résistent effectivement à la découpe à la scie, nous avons quantifié l'adhérence de notre scellement par pull test. La pression d'arrachement a été étudiée avec plusieurs structurations des cordons de scellement (Figure 4-13). Les dimensions des cordons sont identiques à celles des capots, soit une largeur maximale de 150 μm .

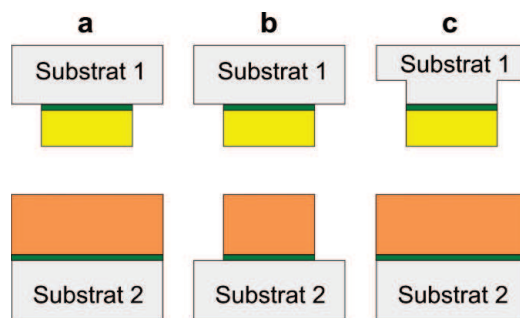


Figure 4-13 : Structuration des cordons de scellement : a) structuration de l'or, b) structuration de l'or et de l'indium, c) structuration de l'or et du substrat

Le premier test consiste à sceller un cordon d'or avec l'indium déposé uniformément sur le second substrat. Après l'étape de collage, le scellement a lieu à la fois sur les cordons d'or et en dehors. Les collages Au-In et Si-In ont ainsi pu être réalisés. Des mesures par pull test sont effectuées et nous laisse entrevoir une pression à la rupture de l'ordre de 10 MPa pour les scellements In-Ti et Au-In (a). Un deuxième échantillon a ensuite été fabriqué en structurant les cordons d'or et d'indium par lift-off (b). La pression d'arrachement moyenne du scellement Au-In est de 12 MPa. Dans le troisième test, les substrats sont localement gravés (100 μm) pour que le scellement n'ait lieu que sur les cordons. La résistance à l'arrachement moyennée sur les différents échantillons est de 16 MPa (c). Ces deux derniers résultats montrent que la présence d'oxyde détériore un peu l'adhésion du scellement. Les pressions d'arrachement de ces trois différents empilements répondent toutefois favorablement à la norme militaire américaine MIL-STD-883 (> 6 MPa).

Nous avons essayé de comparer nos résultats avec ceux présents dans la littérature. Nous n'avons toutefois trouvé qu'une seule étude sur le scellement Au-In par pull test [Straessle 2012]. La pression d'arrachement du collage Au-In sur silicium atteint 18 MPa pour des cordons circulaires de 3 mm de rayon et 200 μm de large. Cette valeur qui est supérieure à celle obtenue à l'IEF peut s'expliquer par l'augmentation d'un facteur 5 de la surface des cordons. En effet, entre l'étape de collage et celle mesurant l'adhérence, de nombreux efforts sont appliqués sur les cordons (découpe à la scie, manutention). Ils fragilisent ainsi le scellement en formant des amorces de rupture. La pression d'arrachement est ainsi un peu plus élevée pour de grandes surfaces de scellement.

Contrairement aux différentes études sur les alliages à base d'indium et d'or, nous n'observons aucun bavement significatif des cordons (Figure 4-14) [Straessle 2012].

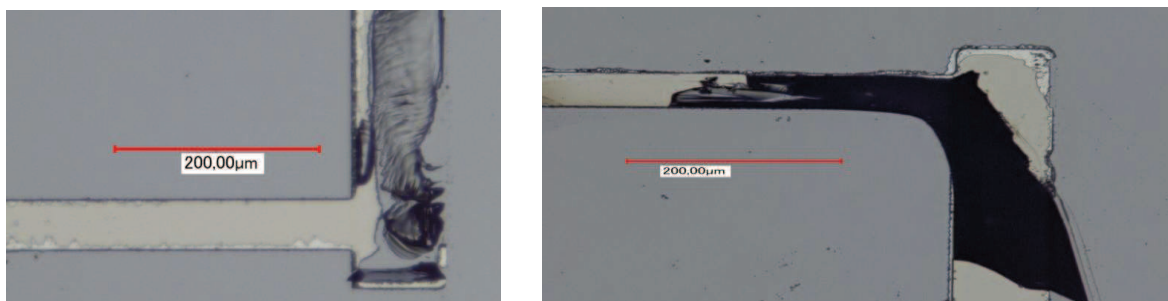


Figure 4-14 : cordons Au // In après scellement présentant un bavement très limité

Des essais de scellement indium-indium sont alors effectués pour savoir si l'absence de bavement provient de la réaction de l'or avec l'indium ou de la présence de l'oxyde d'indium en surface. Nous observons alors des bavements importants mais très localisés pour le scellement In-In (Figure 4-15). L'absence de bavement lors de la soudure Au-In provient ainsi de la nature des espèces utilisées.

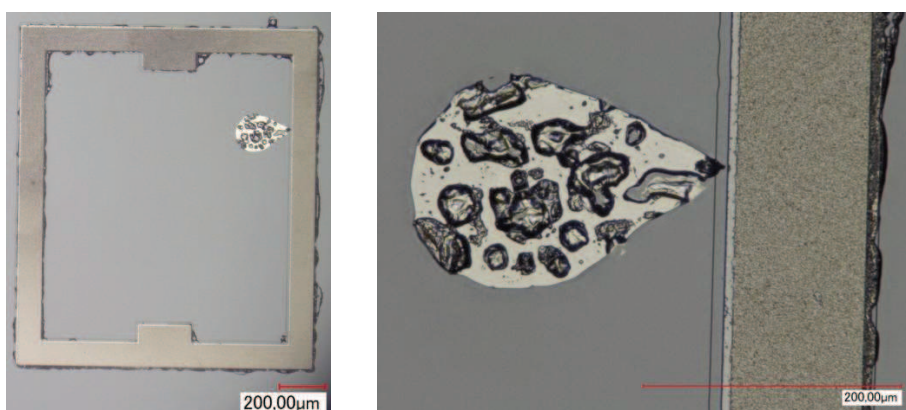


Figure 4-15 : cordons In // In après scellement avec présence de bavements localisés

Remarque :

Nous avons aussi mesuré la pression d'arrachement des cordons In // In qui est de 10 ± 2 MPa en adéquation avec Broennimann & al. [Broennimann 2006].

4.2.2 Cordons de soudure In-Au sur capot

Comme les résultats de la soudure indium-or sont conformes à nos attentes, nous avons ensuite effectué des essais sur les capots en nickel. Le procédé de fabrication des capots en nickel avec la soudure In/Au est le même que celui avec le BCB à l'exception des étapes de dépôt, de structuration et de scellement des cordons. Les couches de titane et d'or sont déposées sur les capots, puis les cordons sont structurés par gravure IBE.

Ce procédé de fabrication de boîtiers en nickel avec des cordons hermétiques atteint un rendement de transfert toujours élevé ($> 95\%$) et un rendement du procédé dans son intégralité d'environ 90% (Figure 2-27). Cette très légère baisse du rendement provient principalement lors de l'étape de gravure à l'IBE. La gravure par IBE engendre un échauffement impliquant notamment une augmentation de la contrainte sur notre empilement. Certains capots n'adhérant pas assez sur la couche à adhésion contrôlée se décollent. Quelques-uns sont désolidarisés du substrat tandis que d'autres restent sur le substrat mais changent de position. Ces derniers modifient la planéité du substrat. Ils détériorent ainsi le scellement des capots à leur proximité. Certains d'entre eux ne résistent donc plus à la découpe à la scie

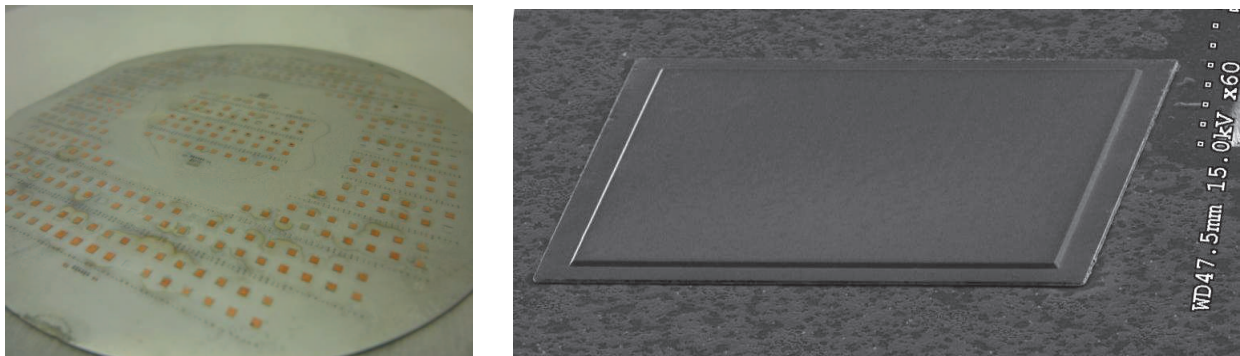


Figure 4-16 : Encapsulation hermétique et métallique par transfert

En transférant les capots sur un substrat localement débouchant, il est possible de caractériser la tenue mécanique des capots par blister test. La structuration de l'indium n'a pas été effectuée compte tenu de la complexification d'un tel procédé de fabrication. Ces essais de blister test sont alors effectués sur quelques capots et 50% d'entre eux résistent à une pression de 10 bars.

Cette résistance mécanique est toutefois inférieure à des cordons en BCB mais elle devrait être améliorée en structurant les cordons de scellement. En effet, la proportion en indium étant supérieure à celle recherchée (45 - 53%), le scellement devient instable. Les cordons sont constitués bien évidemment d' AuIn_2 mais aussi d'indium non allié. La présence d'indium pur dégrade alors la résistance mécanique du scellement [Shieu 1999]. De plus, l'indium diffuse à travers les cordons puis les capots, affaiblissant les propriétés mécaniques de l'ensemble [Schoeller 2005] (Figure 4-17).

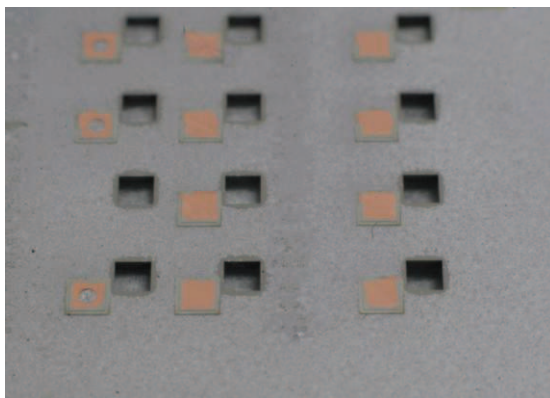


Figure 4-17 : Diffusion de l'indium en excès dans les cordons vers les capots

La conservation du vide dans la cavité a été caractérisée en mesurant l'évolution de la déflexion du capot dans le temps. La formule 2-2 permet de convertir la déflexion du capot en pression dans la cavité à partir des caractéristiques mécaniques, géométriques et des coefficients C_1 , C_2 , C_3 . Les valeurs de ces coefficients peuvent toutefois varier d'un facteur 3 dans la littérature [Bonnote 1995, Timoshenko 1970, lin 1990]. Ces coefficients vont être calculés à partir des mesures de la pression dans la cavité en fonction de la déflexion. Le vide dans la cavité est obtenu par une pompe primaire qui varie entre $0,1 \cdot 10^5$ Pa et $1 \cdot 10^5$ Pa d'après un manomètre installé dans le circuit de pompage sous vide. Les mesures sont effectuées sur de multiples capots et présentent une grande dispersion rendant malheureusement impossible l'obtention des valeurs des coefficients. La mesure de la pression dans les cavités encapsulées et scellées sous vide n'est ainsi pas quantifiable. Il est toutefois possible de déterminer l'ordre de grandeur du taux de fuite. Il est très faible (10^{-14} Pa.m³.s⁻¹) à cause de la faible variation de la déflexion du capot pour des cordons de 50 à 200 μm . Si on admet qu'il n'y a pas de dégazage, cette encapsulation garantit une pression dans la cavité inférieure à 0,2 bar pendant 2 ans et répond ainsi aux spécifications les plus exigeantes des accéléromètres.

4.3 Scellement adhésif hermétique en parylène

Comme nous l'avons présenté précédemment le parylène est connu pour être un polymère hermétique et inerte. Ces propriétés correspondent ainsi parfaitement aux exigences du capot. Au contraire, le parylène est reconnu pour être peu adhésif, le rendant a priori peu approprié pour le scellement adhésif. L'adhérence a toutefois pu être augmentée pour le rendre compatible avec le scellement adhésif, en jouant notamment sur la croissance du dépôt, la nature et l'état de surface puis les paramètres de collage.

Pour assurer une adhérence élevée, la couche sur laquelle on souhaite déposer le parylène ne doit pas contenir de résidus organiques. De ce fait, leur suppression par un nettoyage à l'acétone, isopropanol suivi par un séchage à l'azote permet d'atteindre une adhérence au cisaillement (« shear test ») de l'ordre de 6 MPa et en traction (« pull test ») d'environ 5,4 MPa. Un traitement de surface par immersion dans des solutions à base d'eau, d'alcool, et d' A-174 puis par un séchage à l'azote et un recuit (100°C) a permis d'augmenter l'adhérence au shear test (12,7 MPa) et au pull test (9,2 MPa) [Noh 2004].

Lors du dépôt, une vitesse de dépôt lente est recommandée pour améliorer l'adhérence entre le parylène et les couches antérieures car elle permet une meilleure relaxation des contraintes [Vicca 2009]. L'épaisseur des cordons influe sur la qualité du scellement en compensant les variations de topographie (substrat pas parfaitement plan, défaut des cordons et résidus indésirés). Pour Kim & *al.*, l'augmentation de l'épaisseur jusqu'à 6 μm s'accompagne d'une amélioration de la qualité de la soudure, au-delà de 6 μm l'épaisseur ne semble plus être influencer [Kim 2005]. Ce résultat est en contradiction avec ceux obtenus par Noh & *al.* qui n'observent pas d'influence de l'épaisseur sur l'intervalle [1 ; 5] μm [Noh 2004].

Le scellement parylène peut s'effectuer en collant, soit deux cordons de parylène entre eux, soit un cordon de parylène avec un autre matériau. Outre le fait que le premier cas soit plus contraignant, l'adhésion est généralement plus faible (< 4 MPa) [Kim 2005]. En effet, la résistance d'arrachement entre un cordon de parylène et un substrat de silicium peut être augmentée suite à un plasma O_2 (9 MPa) ou CF_4 (12 MPa), ou en insérant une fine couche de silice (10 MPa) ou de nitrure (23 MPa). Comme nous l'avons évoqué précédemment, une augmentation de l'adhérence se traduit souvent par une diminution de l'hydrophobie. Un plasma O_2 permet notamment de diminuer l'angle de contact ($100^\circ \rightarrow 15^\circ$) et d'augmenter l'énergie de surface ($20 \text{ mN.m}^{-1} \rightarrow 60 \text{ mN.m}^{-1}$) [Hwang2004].

Les principaux paramètres de scellement sont généralement la température, la pression et le temps de collage. Cependant pour le parylène, la pression et le temps de collage ont peu d'influence sur le scellement dès lors que le contact entre les cordons est obtenu ($> 0,02$ MPa) durant un intervalle de temps suffisant pour obtenir le scellement (> 10 minutes) [Noh 2004, Kim 2005]. Au contraire, la température influe grandement sur le joint. En effet, l'adhérence des cordons augmente de 0,5 à 3,8 MPa pour des températures variant de 80 à 230°C puis se stabilise après 230°C. De plus, pour un collage effectué à plus de 180°C, l'effet du vieillissement du scellement est relativement modeste ($< -7\%$) deux ans après le collage, tandis qu'il est beaucoup plus important ($> 19\%$) pour un scellement réalisé à moins de 180°C [Kim 2005]. Le collage parylène est toutefois effectué dans la littérature sur de larges gammes de températures (160°C à 280°C), de pressions (0,02 à 1,5 MPa) et de temps (10 à 120 minutes) [Noh 2004, Ciftlik 2011, Kim 2005].

Les cordons de parylène sont aussi élaborés à l'ESIEE et de la même façon que les capots en parylène à savoir une épaisseur d'au moins 10 μm et une vitesse de dépôt de 0,5 $\mu\text{m}\cdot\text{h}^{-1}$. Un plasma O_2 est effectué juste avant le scellement pour supprimer les résidus organiques et traiter la surface. Les paramètres de collages sont pris identiques à ceux du BCB (1 h, 250°C, 10 MPa). Dans ces conditions là, nous avons pu transférer des capots en nickel avec des cordons en parylène (Figure 4-18-a) puis des capots et cordons en parylène (Figure 4-18-b). Ces technologies assurent des rendements de transfert dépassant les 90% tout en n'étant pas impactées par la découpe à la scie.

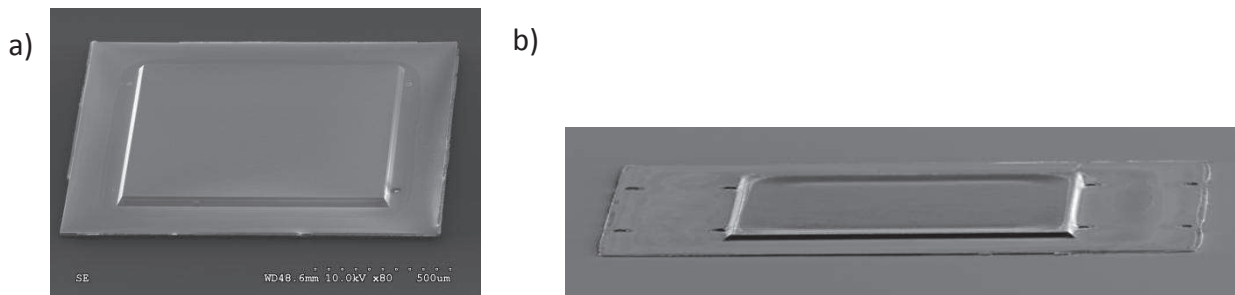


Figure 4-18 : Transfert de capot en nickel (a) et en parylène (b) avec des cordons en parylène

Comme le parylène est un matériau moins rigide que le nickel, il a tendance à plus se déformer lorsqu'on lui applique une effort. Ceci est notamment visible sur les capots en parylène (Figure 4-18) et prouve qu'une encapsulation hermétique est possible. Des mesures d'herméticité n'ont toutefois pas pu être effectuées faute de disponibilités (temps, équipement).

L'adhésion du parylène sur le silicium est enfin caractérisée par pull test. La pression d'arrachement des cordons est d'environ 7 MPa. Ce résultat est ainsi conforme à ceux trouvés dans la

littérature. Cette pression d'arrachement est compatible à la norme militaire américaine MIL-STD-883 (> 6 MPa) pour des encapsulations élaborées avec un scellement parylène.

4.4 Conclusion

Le transfert que nous nous proposons de mettre en œuvre ne peut avoir lieu que si l'adhésion des cordons de scellements avec le substrat receveur est supérieure à celle des cordons avec la couche à adhésion contrôlée. Les cordons doivent de plus être étanches, peu dégazer et limiter les ruptures mécaniques. De ce fait, nous avons caractérisé le scellement et optimisé les « étapes de réalisation des cordons pour obtenir une adhésion et une herméticité suffisantes. Le matériau constituant des cordons de scellement a donc été choisi en tenant compte de ces différents facteurs. Nous avons ainsi privilégié des cordons dont leur scellement est effectué à basse température (< 300°C). Pour répondre aux exigences du marché, nous avons développé deux scellements hermétiques (Au-In et parylène). Le scellement à phase liquide transitoire (Au-In) présente une herméticité et adhésion élevées, au détriment de nombreuses contraintes (coût de fabrication, état et nature de la surface de scellement). Le scellement adhésif en parylène présente quant à lui de faibles coûts de fabrication mais une adhésion et herméticité limitées.

Caractéristiques	Techniques de caractérisation	Type de scellement	
		Au-In	Parylène
Résistance mécanique du scellement	Pull test (MPa)	16	7
	Blister Test (bar)	10	Non réalisé
Estimation de la pression dans la cavité au bout de 3 ans (bar)	Déflexion du capot dans le temps	0,3	Non observé
Adaptabilité du scellement aux dispositifs encapsulés	Température de scellement (°C)	200	250
	Présence de matériaux spécifiques sur le substrat receveur	Oui	Non
	TTV toléré (µm)	≤ 5	≤ 10
	Possibilité de passage des connectiques dans le scellement sans son isolation	Non	Oui
	Coût	Elevé	Faible

Tableau 4-2 : Comparaison entre les scellements Au-In et parylène

Ces deux types de scellements nous ont permis de développer un procédé d'encapsulation hermétique par le transfert de capots en parylène ou nickel avec un rendement élevé (> 90%). L'étude des deux procédés associés n'a pu être obtenue que par la validation des étapes antérieures au scellement notamment l'élaboration du capot. Ces deux types de joint viennent s'adjoindre au premier matériau adhésif que nous avons développé à l'IEF, le BCB. Avec celui-ci, nous avons réussi à transférer un capot hermétique et isolant à base d'AlN et de nickel. Un tel capot avec un scellement Au-In permettrait d'obtenir une encapsulation très hermétique et un passage des connectiques dans le capot. Cet objectif n'a toutefois pas pu être réalisé faute de temps.

5 Conclusion et perspectives

L'encapsulation de micro-composants consiste à placer ces derniers au sein d'un boîtier de protection pour les prémunir de l'environnement extérieur, pour garantir la stabilité et la fiabilité de leurs performances et les interfacer avec le monde macroscopique en vue de leur utilisation. Des travaux ont été menés pour répondre à ces problématiques dans le cas des micro-systèmes (« MEMS : Micro-Electro-Mechanical Systems ») mais beaucoup d'entre eux sont développés dans le domaine industriel et les informations les concernant ne sont pas facilement accessibles.

Les micro-systèmes (« MEMS : Micro-Electro-Mechanical Systems ») nécessitent le développement d'encapsulation spécifique : Le conditionnement doit être généralement sous vide poussé ou sous environnement contrôlé tout au long de la durée de vie du micro-composant, afin qu'il soit isolé des chocs et vibrations et puisse fonctionner dans les meilleures conditions. De plus, les domaines d'applications des MEMS étant très variés, le boîtier doit aussi pouvoir assurer la transparence optique, la biocompatibilité ou la résistance aux environnements hostiles.

Ainsi, l'élaboration du conditionnement représente un coût majeur dans le coût global de fabrication d'un micro-dispositif mais le packaging est aussi la principale source de défaillance.

De plus, les exigences en termes de densification des puces électroniques étant de plus en plus élevées, l'encapsulation de micro-composants n'a de sens que si celle-ci est réalisée au plus proche des dispositifs.

Pour répondre au mieux à ces exigences, plusieurs travaux ont été entrepris dans le milieu académique et le milieu industriel. A l'IEF, différentes briques technologiques ont été développées antérieurement. Parmi elles, nous avons tout d'abord cité les travaux de Sébastien Lani (2005) concernant le développement de scellement BCB et l'étude des procédés d'encapsulation hermétique sur tranche. Puis, les travaux de Sébastien Brault (2010) ont permis une avancée conséquente en ce qui concerne le développement des procédés d'encapsulation au laboratoire et notamment par le développement du procédé de conditionnement par transfert de films. Enfin, l'étude de Guillaume Schelcher (2012) concerne les couches à adhésion contrôlée (notamment le carbone).

Pour élaborer une encapsulation hermétique par transfert de films avec le passage des connectiques dans le capot, quatre étapes clefs doivent être maîtrisées :

- La croissance de la couche à adhésion contrôlée permettant le transfert des matériaux du substrat donneur au substrat receveur
- Celle de la couche isolante et hermétique jouant le rôle de capot
- Le scellement hermétique
- Le passage des connectiques dans le capot

Durant les trois années de recherche sur ce sujet, je me suis principalement intéressé à développer les trois premiers points. En utilisant une couche carbonofluorée, il a été possible de transférer un très grand nombre de matériaux. Les rendements de transferts de capots en nitrure d'aluminium (AlN) n'ont toutefois pas été concluants.

Nous nous sommes alors tournés vers un capot métallique (Ni) isolé par une céramique (AlN). Un tel capot couplé à une soudure à phase liquide transitoire (Au-In) doit permettre de réaliser une encapsulation hermétique à basse température de scellement avec la possibilité de passer les connectiques dans le capot. Pour valider cette technologie, nous avons d'abord tenté de maîtriser le transfert de capots en Ni avec du BCB. Le rendement de fabrication obtenu est de l'ordre de 90 %. Ensuite, nous avons développé le scellement hermétique Au-In à basse température avec un capot en nickel. Les caractérisations de ce conditionnement ont été très encourageantes du point de vue de la fabrication (rendement $\approx 90\%$), de la résistance mécanique (par Blister test & Pull test) et de l'herméticité (taux de fuite de l'ordre $10^{14} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$, soit une conservation du vide de 0,3 bar pendant 3 ans). Ensuite nous avons validé le transfert des capots en nickel isolé par de l'AlN grâce à des joints de scellement en BCB (rendement de fabrication $\approx 90\%$). Enfin, nous avons voulu élaborer un capot en nickel et AlN avec un cordon de scellement Au-In avec le passage des connectiques dans le capot. Cependant, faute de temps, cela n'a pas pu être effectué. La réalisation de ce procédé permettrait de réaliser une encapsulation avec une résistance mécanique et une herméticité élevées en un minimum d'étapes technologiques sur le substrat receveur (présence des connectiques dans le capot). Ce procédé est toutefois long, complexe et coûteux.

Pour élaborer une encapsulation hermétique à moindre coût, il est possible de réaliser un capot en nickel avec un scellement en parylène (rendement de fabrication $\approx 90\%$). Comme le parylène est un matériau isolant et planarisant, le passage des connections peut alors être effectué à

travers les cordons, limitant ainsi le nombre d'étapes technologiques nécessaires pour isoler les connectiques dans le capot.

Nous avons enfin développé une encapsulation toute en parylène pour les applications nécessitant un faible coût de fabrication, et/ou une transparence optique, et/ou une biocompatibilité. Le procédé de conditionnement est ainsi simplifié au maximum, car les élaborations du capot et du joint de scellement sont effectuées simultanément.

Ainsi, durant ces travaux, nous avons pu développer diverses encapsulations hermétiques par transfert de films qui permettent de s'adapter aux exigences des dispositifs encapsulés. Il reste toutefois de nombreux travaux à poursuivre tant sur le plan des procédés de fabrication (réalisation de vias dans un capot AlN-Ni-AlN avec un scellement Au-In) que sur celui de la caractérisation (étude sur l'herméticité du parylène, sur le vieillissement et la fiabilité des conditionnements) pour mener cette étude à bien.

L'utilisation du parylène en tant que matériau « capot » mais aussi en tant que matériau « cordon » est un point qu'il nous paraît également très intéressant de développer très prochainement. Le capot pourrait alors être recouvert de matériau getter afin de sorber les impuretés indésirables contenues dans les cavités. L'utilisation du parylène nous semble en effet très attractive pour un grand nombre d'utilisations. Sa technologie est, de plus, relativement simple car la gravure même profonde peut être réalisée par plasma O₂. La fabrication des vias serait ainsi particulièrement facilitée.

La caractérisation de l'efficacité du packaging est également très urgente à développer. Elle nécessite cependant des échantillons spécifiques relativement complexes ainsi que le développement de plateformes spécifiques. Celles-ci devraient être bientôt accessibles dans l'équipe.

Références bibliographiques

- [Abelé 2007] N. Abelé, D. Grogg, C. Hibert, F. Casset, P. Ancey, Adrian M. Ionescu “0-level Vacuum Packaging RT Process for MEMS Resonators”; Computing Research Repository, 2008.
- [Agarwal 2010] R. Agarwal, W. Zhang, P. Limaye, R. Labie, B. Dimcic, A. Phommahaxay, P.Soussan, “Cu/Sn microbumps interconnect for 3D TSV chip stacking”, ECTC, p. 858-863, 2010, (DOI: 10.1109/ECTC.2010.5490698).
- [Agostino 1988] R. d’Agostino, F. Cramarossa, F. Fracassi, F. Illuzzi, G. Caporiccio, “Films, layers, tapes, plates and similar structures of metal or plastic materials coated with thin polyfluorocarbon films”, EPO Patent EP0230993, 1988.
- [Altar 2012] S.A. Attar, A. Boukabache, D. Esteve, J.Y. Fourniols, V. Conedera, P.Couderc, “Innovative 3D polymer packaging and multi-stacking of integrated circuits”, International Conference and Exhibition on Device Packaging, Scottsdale (USA), 2012.
- [Amit 2006] P. Amit, “MEMS packaging fluxless soldering”, thèse de l’université du Texas, 2006.
- [Ang 2011] X. F. Ang, J. Wei, Z. Chen, C. C. Wong, “Ambient copper-copper thermocompression bonding using self-assembled monolayers”, SIMTech technical reports, vol.12, n°3, 2011.
- [Antelius 2013] M. Antelius, “Wafer-scale vacuum and liquid packaging concepts for optical thin film gas sensor”, thèse, Stockholm, Suède 2013.
- [Aoyagi 2008] S. Aoyagi, K. Furukawa, D. Ono, K. Ymashita, T. Tanaka, K. Inoue, M. Okuyama, “Development of a capacitive ultrasonic sensor having parylène diaphragm and characterization of receiving performance of arrayed device”, Sensors and Actuators A-physical, vol.145, p.94-102, 2008 (DOI : 10.1016/j.sna.2007.10.060).
- [Ayona 1999] A.A. Ayóna, D.Z Chena, R. Khannaa, R. Braffa, H.H. Sawina, M.A. Schmidta, “A novel integrated MEMS process using fluorocarbon films deposited with a deep reactive ion etching (DRIE) tool”, in MRS Proceedings, vol. 605, pp. 141-147, 1999 (DOI : 10.1557/PROC-605-141).
- [Badey1996] J.P. Badey, C. Batier, T.M. Duc “A comparative study of the effects of ammonia and hydrogen plasma downstream treatment on the surface modification of polytetrafluoroethylene”, Polymer, vol.37, n°8, p.1377-1386, 1996 (DOI: 10.1016/0032-3861(96)81135-9).
- [Barbour 2000] J. C Barbour, J. A Knapp, D. M Follstaedt, T. M Mayer, K. G Minor, D. L Linam, “The mechanical properties of alumina films formed by plasma deposition and by ion irradiation of sapphire”, nuclear instruments & methods in physics research, vol.166, p.140-147, 2000 (DOI : 10.1016/S0168-583X(99)00648-5).
- [Barnier 1988] D.F. Barnier, “THE NATURE OF WHITE RESIDUE ON PRINTED CIRCUIT ASSEMBLIES”, Kester
- [Bavier 2013] J. Bavier; J. Cumings; D.R. Hines, “Transfer printing of patterned metal films using parylene C coated surfaces”, Journal of micromechanics and microengineering, vol.104, p.18-21, 2013 (DOI : 10.1016/j.mee.2012.10.020).
- [Beck 2002] M. Beck, M. Graczyk, I. Maximov, E.L. Sarwe, T. Ling, M. Keil, L. Montelius, “Improving stamps for 10 nm level wafer scale nanoimprint lithography”, Microelectronic Engineering, vol.61, n°2, p.441-448, 2002 (DOI : 10.1016/S0167-9317(02)00464-1).
- [Bengtsson 2000] S. Bengtsson, P. Amirfeiz, “Journal of electronic materials”, vol. 29, n°7, p. 909-915, 2000 (DOI: 10.1007/s11664-000-0180-7).
- [Benarama 1994] M. Benarama, A. Rocher, L. Laânab, A. Claverie, A. Laporte, G.Sarrabayrousse, L. Lescouzeres, A. Peyne-Lavigne, “Structure des interfaces obtenues par soudure directe de plaquette de silicium désorientées”; CRAC, vol.318, n°11, p.1459-1464, 1994.
- [Benvenuti 1997] C. Benvenuti, P. Chiggiato, F. Cicoira, Y. L’Aminot, “Nonevaporable getter films for ultrahigh vacuum applications”, Journal of Vacuum Science & Technology A, vol.16, n°1, p.148-154, 1998 (DOI : 10.1116/1.580963).

- [Billard 2010] C. Billard, C. Gillot, J.L. Pornin, E. Lagoute, M. Pellat, G. Parat, N Sillon,, "Low cost plastic packaging for RF MEMS". Annual resarch report : architcture & IC design embedded software, 2010.
- [Bonnote 1995] E. Bonnote, P. Delobelle, L. Bornier, B. Trolard and G. Tribillon "Mise en œuvre de deux méthodes interférométriques pour la caractérisation mécanique des films minces par l'essai de gonflement. Applications au cas du silicium monocristallin", Journal de physique III, vol.5, n°7, p.953-983, 1995 (DOI : 10.1051/jp3:1995169).
- [Bourouina 1997] T. Bourouina, A. Exertier, S. Spirkovitch, B. Chaumet, E. Pleska, "Preliminary results on a silicon gyrometer based on acoustic mode coupling in small cavities", IEEE. J. MEMS 6(4), p. 347-354, 1997
- [Bosseboeuf 2005] A. Bosseboeuf, J.P. Grandchamp, C. Breluzeau, S. Lani, J. Palomo, D.Bouville, "Vacuum measurement in wafer level encapsulations by interference microscopy, Microsyst Technologies-micro-and nanosystems-information storage and processing systems, vol.12, n°10, p.1063-1069, 2006 (DOI : 10.1007/s00542-006-0160-9).
- [Braun 2010] S. Braun "Wafer-level heterogeneous integration of MEMS actuators", Thèse KTH, Suède, 2010.
- [Brault 2010] S. Brault, "Etude du procédé de transfert de films. Applications : Encapsulation sur tranche et Elaboration de micro-dispositifs", thèse, Orsay 2012.
- [Butter 1997] R.S. Butter, D.R. Waterman, A.H. Lettington, R.T. Ramos, E.J. Fordham, "Production and wetting properties of fluorinated diamond-like carbon coatings", Thin Solid Films, vol.311, n°1, p.107-113, 1997 (DOI: 10.1016/S0040-6090(97)00337-4).
- [Broennimann 2006] Ch. Broennimann, F. Glaus, J. Gobrecht, S. Heising, M. Horisberger, R.P. Horisberger, H.C. Kästli, J. Lehmann, T. Rohe, S. Streuli, "Development of an Indium bump bond process for silicon pixel detectors at PSI", I: Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section A-accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment - NUCL INSTRUM METH PHYS RES A, vol.565, n°1, p.303-308, 2006, (DOI : 10.1016/j.nima.2006.05.011).
- [Cai 2006] J. Cai, G. Feng, Z. Yang, S. Wang, S. Jia, "Electroless plating ni-based barrier layers for 3D interconnection", In Electronic Materials and Packaging, 2006 (DOI : 10.1109/EMAP.2006.443062).
- [Chae 2005] J. Chae, B. Stark, K. Najafi, "A micromachined Pirani gauge with dual heat sinks", IEEE Trans. Advanced packaging, vol.2, n°4, p.615-625, 2005.
- [Chang-Chien 2006] P.P. Chang-Chien, K.J. Tornquist, M.Y. Nishimoto, C.B. Geiger, L.S.J. Lee, M.D. Truong, J.J. Uyeda, L.J. Lembo, M.E. Barsky, R. Lai, A.K. Oki, "Low-temperature, hermetic, high-yield wafer-level packaging technology", Northrop Grumman Technology Review Journal, p.57-78, 2006.
- [Candler 2005] R.N. Candler, W.-T. Park, M. Hopcroft, Bongsang Kim, T.W. Kenny, "Hydrogen diffusion and pressure control of encapsulated MEMS resonators," International Conference on Solid-State Sensors, Actuators pp. 920-923, 2005 (DOI : 10.1109/SENSOR.2005.149656)
- [Caplet 2003] S. Caplet, N. Sillon, M.T. Delaye, P. Berruyer, "Vacuum wafer-level packaging for MEMS applications", Proceedings SPIE 4979, Micromachining and Microfabrication Process technology vol.7, n°271, 2033 (doi :10.1117/12.478249).
- [Carma 2004] Carma (Centre d'Animation Régional en Matériau Avancés), ISITV, 2004.
- [Caswell 2012] G.Caswell, C Hillman "Prediction reliability of zero level through silicon vias (TSV)", IMPAS device packaging conference 2012.
- [Cavalli1999] F. Cavalli, "Métallisation de films de polymères fluorés par plasma basse-pression", these Paris, 1999.
- [Chavez 2001] K.L. Chavez, D.W. Hess, "A Novel Method of Etching Copper Oxide Using Acetic Acid", Journal of The Electrochemical Society, vol.148, n°11, 2001 (DOI: 10.1149/1.1409400).
- [Chen 2012] X. Chen, P. Yan, J. Tang, G. Xu, L. Luo "Development of wafer level glass frit bonding by using barrier trench technology and precision screen printing", Journal of Micromechanics and Microengineering, vol.100, p.6-11, 2012 (DOI : 10.1016/j.mee.2012.07.116).
- [Chen 2002] J.Y. Chen, L.S. Huang, C.H. Chu, C. Peizen, "A new transfered ultrathin silicon micropackaging", Journal of Micromechanics and microengineering, vol.12, n°4, p.406-409, 2002 (DOI :10.1088/0960-1317/12/4/310).

- [Chen1996] J.R.Chen, T. Wakida, "Studies on the surface free energy and surface structure of PTFE film treated with low temperature plasma", *Journal of Applied Polymer Science - J APPL POLYM SCI*, vol.63, n°13 p.1733-1738, 1996
- [Cheng 2003] Hao Cheng, Yong Sun, Peter Hing, "The influence of deposition conditions on structure and morphology of aluminum nitride films deposited by radio frequency reactive sputtering", *Thin Solid Films*, vol.434, n°1, p.112-120, 2003 (DOI : 10.1016/S0040-6090(03)00428-0).
- [Cherng 2008] J.S. Cherng, D.S. Chang, "Effects of outgassing on the reactive sputtering of piezoelectric AlN thin films", *Thin Solid Films*, vol.516, n°16, p.5292-5295, 2008 (DOI : 10.1016/j.tsf.2007.07.080).
- [Chin 2006] L. C. Chin, X. F. Ang, J. Wei, Z. Chen a, C. C. Wong, "Enhancing direct metal bonding with self-assembled monolayers", *Thin Solid Films*, vol. 504, n°1-2, p. 367-370, 2006 (DOI : 10.1016/j.tsf.2005.09.070).
- [Chiu 2007] K.H. Chiu, J.H. Chen, H.R. Chen, R.S. Huang, "Deposition and characterization of reactive magnetron sputtered aluminum nitride thin films for film bulk acoustic wave resonator", *Thin Solid Films*, vol.515, n°11, p.4819-4825, 2007 (DOI : 10.1016/j.tsf.2006.12.181).
- [Cho 2002] J.W. Cho, "Pulsed DC Reactive Magnetron Sputtering of Aluminum Nitride Thin Film"
- [Choa 2009] S.-H. Choa, "Reliability study of hermetic wafer level MEMS packaging with through-wafer interconnect", *Microsystem technologies-microand nanosystems-information storage and processing systems*, vol.15,n°5,p.677-686, 2009 (DOI: 10.1007/s00542-009-0788-3).
- [Choi 2009] W.K. Choi, C.S. Premachandran, O.S. Chiew, X. Ling, L. Ebin, A. Khairyanto, B. Ratmin, K.C.W. Sheng, P.P. Thaw, J.H. Lau, "Development of novel intermetallic joints using thin film indium based solder by low temperature bonding technology for 3D IC stacking", *ETC*, p.333-338, 2009 (DOI : 10.1109/ECTC.2009.5074036).
- [Choi 2008] W.K. Choi, D. Yu, C. Lee, L. Yan1, A. Yu, S.W. Yoon, J.H. Lau, M.G. Cho, Y.H. Jo, H.M. Lee, "Development of low temperature bonding using in-based solders", *ECTC*, p. 1294-1299, 2008 (DOI : 10.1109/ECTC.2008.4550142).
- [Choi 2003] K.M. Choi, J.A. Rogers, "A photocurable poly(dimethylsiloxane) chemistry designed for soft lithographic molding and printing in the nanometer regime", *Journal of the American Chemical Society*, vol.125, n°14,p.4060-4061, 2003 (DOI : 10.1021/ja029973k).
- [Chow 2002] E.M. Chow, V. Chandrasekaran, A. Partridge, T. Nishida, M. Sheplak, C.F. Quate, T.W. Kenny, "Process compatible polysilicon-based electrical through-wafer interconnects in silicon substrates", *Journal of MEMS*, vol.11, n°6, p.631-640, 2002 (DOI: 10.1109/JMEMS.2002.805206).
- [Chung 2007] S.M. Chung, Y.-H. Kim, "Fine Pitch and low temperature bonding using solder bumps and assessment of solder joint reliability", *Materials transactions*, vol.48, n°1, p.37-43, 2007 (DOI : 10.2320/matertrans.48.37)
- [Chu 2004] K.M. Chu, J.S. Lee, H. S. Cho, B.S.Rho, H.H. Park, D.Y. Jeon "Characteristics of indium bump for flip-chip bonding used in polymeric-waveguide-integrated optical interconnection systems", *Japanese journal of applied physics*, vol.43, n°8B, p.5922-5927, 2004 (DOI : 10.1143/JJAP.43.5922).
- [Chu2003] C.H. Chu, L.S. Huarig, J.Y. Chen, I.L. Lee, P. Chang, "A new integration of device-scale micropackaging with bi-directional tunable capacitors, *Proc. IEEE MEMS 03*, p.654-657, 2003 (DOI: 10.1109/MEMSYS.2003.1189834).
- [Chwang 2003] A.B. Chwang, M.A. Rothman, S.Y. Mao, R. Hewitt, MS.Weaver, J.A. Silvernail, K. Rajan, M. Hack, J.J. Brown, X. Chu, L. Moro, T. Krajewski, "Thin film encapsulated flexible organic electroluminescent displays", *Applied Physics Letters*, vol. 83, 2003 (DOI: 10.1063/1.1594284).
- [Cibert 2008] C. Cibert, H. Hidalgo, C. Champeaux, P. Tristant, C. Tixier, J. Desmaison, A. Catherinot, "Properties of aluminum oxide thin films deposited by pulsed laser deposition and plasma enhanced chemical vapor deposition", *Thin Solid Films*, vol.516, n°6, p.1290-1296, 2008 (DOI : 10.1016/j.tsf.2007.05.064).
- [Cibert 2004] C. Cibert, F. Tétard, P. Djemia, C. Champeaux, A. Catherinot, D. Tétard "Mechanical and physicochemical properties of AlN thin films obtained by pulsed laser deposition", *Superlattices and Microstructures*, vol.36, n°4, p.409-416, 2004 (DOI : 10.1016/j.spmi.2004.09.055).
- [Ciftlik 2011] A.T. Ciftlik, M.A.M. Gijs, "Low temperature Pyrex/silicon wafer bonding via a single intermediate parylene layer", *International Conference on Solid State Sensors and Actuators - TRANSDUCERS*, p. 366-369, 2011 (DOI : 10.1109/TRANSDUCERS.2011.5969475).

- [Cohn1996] M. Cohn, Y. Liang, R.T. Howe, A.P. Pisano, "Wafer to wafer transfer of microstructures for vacuum packaging", Proc. Solid State Sensor and Actuators Workshop, pp. 32-35, 1996.
- [Der Marderosian 2006] A. Der Marderosian, "Behavior of moisture in sealed electronics enclosure", Proceedings of IMAPS, p.1211-1218, 2006.
- [Deshayes 2011] Y. Deshayes, R. Baillot, O. Rehioui, L. Béchou, Y. Ousten, O. Gilard, 'Failure Mechanisms in Packaged Light-Emitting Diodes Under Gamma Radiations: Piezoelectric Model Based on Stark Effect', Journal: IEEE Transactions on Device and Materials Reliability - IEEE TRANS DEVICE MATER RELIA , vol.11, n°2, p. 303-311, 2011 (doi : 10.1109/TDMR.2010.2101600).
- [Desrues 2009] T. Desrues, "Développement de cellules photovoltaïques à hétérojonctions silicium et contacts en face arrière", these, Lyon, 2009.
- [Doll 2006] A. Doll, M. Rabold, F. Goldschmidtboing, P. Woias, "Versatile low temperature wafer bonding and bond strength measurement by a blister test method", Microsystems technology, vol. 12, n°5, p. 418-429, 2006 (DOI : 10.1007/s00542-005-0030-x).
- [Dow 05] "Processing procedures for cyclotene 4000 series photo BCB resins", Dow Chemical Datasheet, 2005.
- [Dragoi 2010] V. Dragoi, E. Cakmak, E. Pabo, "metal wafer bonding for MEMS devices", Romanian journal of information science and technology, vol. 13, n°1, p. 63-72, 2010.
- [Dreer 2004] S. Dreer, P. Wilhartitz, "Critical evaluation of the state of the art of the analysis of light elements in thin films demonstrated using the examples of SiOXNY and AlOXNY films (IUPAC Technical Report)", Pure and Applied Chemistry, vol.76, n°6, p.1161-1213, 2004 (DOI : 10.1351/pac200476061161).
- [Dreer 1999] Sabine Dreer, Robert Krismer, Peter Wilhartitz, Gernot Friedbacher, "Statistical evaluation of refractive index, growth rate, hardness and Young's modulus of aluminium oxynitride films", Thin Solid Films , vol.354, n°1, p.43-49, 1999 (DOI : 10.1016/S0040-6090(99)00564-7).
- [Dubois 2001] M.A. Dubois, P. Muralt, "Stress and piezoelectric properties of aluminum nitride thin films deposited onto metal electrodes by pulsed direct current reactive sputtering", Journal of Applied Physics, vol.89, n°11, p.6389-6395, 2001 (DOI : 10.1063/1.1359162).
- [Duquenne 2011] C. Duquenne, M.P. Besland, P.Y. Tessier, E. Gautron, Y. Scudeller, D. Averty "Thermal conductivity of aluminium nitride thin films prepared by reactive magnetron sputtering", Journal of Physics D-applied Physics - J PHYS-D-APPL PHYS , vol.45, n°1, 2012 (DOI : 10.1088/0022-3727/45/1/015301).
- [Eklund 2009] P. Eklund, M. Sridharan, G. Singh, J. Bottiger, Thermal stability and phase transformations of γ -/amorphous/Al₂O₃ thin films, Plasma Processes Polymers, vol.6, n°1, p.907-911, 2009 (DOI : 10.1002/ppap.200932301).
- [Fan 2012a] J. Fan, L. Peng, K.H. Li, C.S. Tan, "Wafer-level hermetic packaging of 3D microsystems with low-temperature Cu-to-Cu thermo-compression bonding and its reliability" Journal of micromechanics and microengineering, vol.22 n°10, 2012 (DOI : 10.1088/0960-1317/22/10/105004).
- [Fan 2012b] J. Fan, C.S. Tan, "Low Temperature Wafer-Level Metal Thermo-Compression Bonding Technology for 3D Integration", Materials Science : Metallurgy - Advances in Materials and Processes, 2012 (DOI : 10.5772/48216).
- [Fan 2011] J. Fan, D. F. Lim, L. Peng, K. H. Li and C. S. Tan, "Low temperature Cu to Cu bonding for wafer-level hermetic encapsulation of 3D Microsystems", Electrochemical and solid-state letters, vol. 14, n°11 p. 470-474, 2011 (DOI: 10.1149/2.025111esl).
- [Fan 1999] A. Fan, A. Rahman, R. Reif, "Copper Wafer Bonding" Electrochemical and Solid-State Letters, vol.2, n°10, p.534-536, 1999.
- [Fang 2008] J Fang, J Fu and F Ayazi "Metal-organic thin-film encapsulation for MEMS", Journal of micromechanics and microengineering, vol.18 n°10, 2008 (DOI : 10.1088/0960-1317/18/10/105002).
- [Fang 2006] J. Fang, K.F. Böhringer "Wafer-level packaging based on uniquely orienting self-assembly (the duo-SPASS processes)", Journal of MEMS, vol.15, n°3, 2006 (DOI:10.1109/JMEMS.2006.876790).
- [Farrens 2008] S. Farrens, "Metal Based Wafer Level Packaging". Global SMT & Packaging, 2008

- [Feng 2007] X. Feng, M.A. Meitl, A.M. Bowen, Y. Huang, R.G. Nuzzo, J.A. Rogers, "Competing fracture in kinetically controlled transfer printing", *Langmuir*, vol.23, n°25, p. 1255-12560, 2007 (DOI : 10.1021/la701555n).
- [Ferrario 1998] B. Ferrario, "Foundations of vacuum science and technology", chapitre Getters and getter pumps, pages 261_315. John Wiley & Sons, Inc., 1998.
- [Ferrandoni 2010] C. Ferrandoni, F. Grecoi, E. Lagoutte, P. Descours, G. Enyedy, M. Pellat, C. Gillot, P. Rey, D. Mercier, M. Cueff, X. Baillin, F. Perruchot, "Hermetic wafer-level packaging development for RF MEMS switch", Conference: Electronics System-Integration Technology Conference - ESTC, 2010 (doi : 10.1109/ESTC.2010.5642954).
- [Ferenc 2006] D. Ferenc, A. Chang, L. Johnson, D. Kranich, A. Laille, E. Lorenz, "A new method for vacuum sealing of flat-panel photosensors", *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section A-accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*, vol.567, no°1, p.205-208, 2006 (DOI : 10.1016/j.nima.2006.05.089).
- [Fischer 2012] A.C. Fischer, S.J. Bleiker, T. Haraldsson, N. Roxhed, G. Stemme, F. Niklaus, "Very high aspect ratio through-silicon vias (TSVs) fabricated using automated magnetic assembly of nickel wires", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol.22, no.10, 2012, (doi : 10.1088/0960-1317/22/10/105001).
- [Fischer 2010] A.C. Fischer, S.J. Bleiker, T. Haraldsson, N. Roxhed, G. Stemme, F. Niklaus, "Very high aspect ratio through-silicon vias (TSVs) fabricated using automated magnetic assembly of nickel wires", *Journal of micromechanics and microengineering*, vol.22, n°10, 2012 (DOI : 10.1088/0960-1317/22/10/105001).
- [Forsberg 2011] F. Forsberg; N. Roxhed; G. Stemme; F. Niklaus, "Heterogeneous Integration Technology for Combination of Different Wafer Sizes Using an Expandable Handle Substrate", *IEEE 24th International Conference on MEMS*, p.268 - 271, 2011 (DOI : 10.1109/MEMSYS.2011.5734413).
- [Frach 2008] P. Frach, H. Bartzsch, D. Glöß, M. Fahland, F. Händel, "Electrically insulating Al₂O₃ and SiO₂ films for sensor and photovoltaic applications deposited by reactive pulse magnetron sputtering, hollow cathode arc activated deposition and magnetron-PECVD", *Surface & coating technology*, vol.202, n°22, p.5680-5683, 2008 (DOI : 10.1016/j.surfcoat.2008.06.043).
- [Fraux 2011] R. Fraux, J. Baron, "STMicroelectronics' innovation in wafer-to-wafer bonding techniques shrinks MEMS die size and cost!", *SystemPlus Consulting*, issue 21, 2011
- [Gaskill 1994] D. K. Gaskill, L.B. Rowland, K. Doverspike, "Electrical transport properties of AlN, GaN and AlGaIn, in Properties of Group III Nitrides", *EMIS Datareviews Series*, n°11, p.101-116, 1994.
- [Gallant 2005] A. J. Gallant, D. Wood, "Surface micromachined membranes for wafer level packaging" *Journal of micromechanics and microengineering*, vol.15 n°7, p.47-52, 2010 (DOI: 10.1088/0960-1317/15/7/007).
- [Gannudi 2010] H. El Gannudi, P. Farinelli, I. Pieper, E. Chiuppesi, R. Sorrentino, "Design and manufacturing wideband buried RF feedthroughs for wafer-level RF MEMS package", *European microwave integrated circuits conference*, 2010.
- [Garnier 2011] A. Garnier, E. Lagoutte, X. Baillin, C. Gillot, N. Sillon, Gold-tin bonding for 200mm wafer level hermetic MEMS packaging, Conference: Electronic Components and Technology Conference - ECTC, p.1610-1615, 2011 (doi : 10.1109/ECTC.2011.5898726).
- [Gnanappa 2006] A.K. Gnanappa, O. Slattery, F. Peters, C. O'Murchu, C. O'Mathuna, J. Fahey, J.A. Taylor, T.N. Krupenkin, "Factors influencing adhesion of fluorocarbon (FC) thin film on silicon substrate", *Thin Solid Films*, vol.516, n°16, p.5673-5680, 2006 (DOI: 10.1016/j.tsf.2007.07.124).
- [Gueguen 2009] P. Gueguen, L. D. Cioccio, P. Gergaud, M. Rivoire, D. Scevola, M. Zussy, A. Marie Charvet, L. Bally, D. Lafond, L. Clavelier "Copper direct-bonding characterization and its interests for 3D integration", *ECS*, vol. 156, n°10, 2009 (DOI : 10.1149/1.3187271).
- [Gueissaz 2005] F. Gueissaz, "Ultra low leak detection method for MEMS devices", *Proc. MEMS 2005*, p.524-527, 2005
- [Gerlach 2001] A. Gerlach, W. Keller, J. Schulz, K. Schumacher, "Gas permeability of adhesives and their application for hermetic packaging of microcomponents", *Microsystem Technologies-micro- and Nanosystems-information Storage and Processing Systems - MICROSYST TECHNOL*, vol.7, n°1, p.17-22, 2001 (doi : 10.1007/s005420000056)

- [Guerre 2010] R Guerre, U Drechsler, D Bhattacharyya, P Rantakari, R Stutz, RV Wright, ZD Milosavljevic, T Vaha-Heikkila, PB Kirby, M Despont, "Wafer level transfer technologies for PZT-based RF MEMS switches", *Journal of MEMS*, vol.19, n°3, p.548-560, 2010 (DOI : 10.1109/JMEMS.2010.2047005).
- [Gervais 2012] A.C. Gervais, "comportement mécanique du packaging couche mince", Rapport de stage, CEA-Leti, 2012
- [Gessner 2002] : T.Gessner, M. Wiemer, J. Frömel, « MEMS packaging » Annual report, Chemnitz University of Technology, 2002.
- [Goetz 2002] M. Goetz, C. Jones « Chip scale packaging techniques for RF SAW devices », *Electronics Manufacturing Technology Symposium*, n°27, p.63-66, 2002.
- [Gonzalez2008] P. Gonzalez, G. claes, K. De Meyer, A. Wityrouw, "Design and characterization of thin SiGe membranes for MEMS packaging at wafer level", *Proc. SAFE 2008*, 2008.
- [Gorham 1966] W.F. Gorham, "A New, General Synthetic Method for the Preparation of Linear Poly-p-xylylenes", *Journal of Polymer Science Part A-1: Polymer Chemistry*, vol.4, n°12, p.3027-3039, 1966 (DOI : 10.1002/pol.1966.150041209).
- [Gigan 2002] O. Gigan, H. Chen, O. Robert, S. Renard, F. Marty, "Fabrication and characterization of resonant SOI micromechanical silicon sensors based on DRIE micromachining, freestanding release process, and silicon direct bonding", *Proc. SPIE*, vol.4936, p. 194-204, 2002
- [Gracia 2008] S. Garcia-Blanco; P. Topart; Y. Desroches; J.S. Caron; F. Williamson; C. Alain; H. Jerominek, "Low-temperature vacuum hermetic wafer-level package for uncooled microbolometer FPAs" *Proceedings SPIE*, vol. 6884, p. 68840-68848, 2008 (DOI : 10.1117/12.761324).
- [Gradin 2009] H. Gradin, S. Braun, G. Stemme, W.v.d. Wijngaart, "Localized removal of the Au-Si eutectic bonding layer for the selective release of microstructures", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol.19, n°10, 2009 (DOI : 10.1088/0960-1317/19/10/105014).
- [Greenhouse 2000] H. Greenhouse, R. Lowry, B. Romenesko, "Hermeticity of electronic packages", Elsevier science ltd, 2011.
- [Gregory 1996] O.J. Gregory, A.B. Slot, P.S. Amons, E.E. Crisman "High temperature strain gages based on reactively sputtered AlN x thin films", *Surface & Coatings Technology - SURF COAT TECH*, vol.88, n°1, p. 79-89, 1997 (DOI : 10.1016/S0257-8972(96)02889-7).
- [Guckel 1991] H. Guckel, "Surface micromachined pressure transducers", *Sensors Actuators, A. Physics*, vol 28, p. 132-146, 1991.
- [Grund 2008] T. Grund, R. Guerre, M. Despont, M. Kohl, "Transfer bonding technology for batch fabrication of SMA microactuators", *European physical journal-special topics*, vol.158, n°237-242, 2008 (DOI : 10.1140/epjst/e2008-00681-3).
- [Gu 2010] J. Gu, "a solder-pump though wafer interconnection technology for advanced packaging", these, Imperial college London, Angleterre, 2010.
- [Ha 2006] M.W. Ha, S.C. Lee, S.S. Kim, C.M. Yun, M.K. Han, "Ni/Au Schottky gate oxidation and BCB passivation for high-breakdownvoltage lGaN/GaN HEMT", *Superlattices and Microstructures*, vol.40, n°4-6, p.562-566, 2006 (DOI : 10.1016/j.spmi.2006.07.022).
- [Haanappel 1995] V.A.C. Haanappel, H.D. van Corbach, T.Fransen, P.J. Gellings, "Properties of alumina films prepared by low-pressure metal-organic chemical vapour deposition", *Surface & coatings technology*, vol.72, n°1, p.13-22, 1995 (DOI : 10.1016/0257-8972(94)02328-N).
- [Haas 2003] S. Haas, F. Niklaus, G. Stemme, "Arrays of monocrystalline silicon micromirrors fabricated using CMOS compatible transfer bonding", *IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems*, p.271-274, 2003 (DOI : 10.1109/MEMSYS.2003.1189738).
- [Haïdopoulos 2005] M. Haïdopoulos, "Etude expérimentale d'optimisation de procédés de modifications de surface de l'acier inoxydable 316 pour application aux dispositifs endovasculaires", thèse, Université Laval, Canada, 2005
- [Ham 2007] S.-J. Ham, B.-G. Jeong, J.-H. Lim, K.-D. Jung, K.-D. Baek, W.-B. Kim, C.-Y. Moon, "Characterization and reliability verification of wafer-level hermetic package with nano-liter cavity for RF-MEMS applications" *ECTC*, p. 1127-1134, 2007 (DOI: 10.1109/ECTC.2007.373937).

- [Hamzah 2010] Azrul Azlan Hamzah, Jumril Yunas, Dee Chang Fu, Burhanuddin Yeop Majlis "Electrochemically etched nanoporous silicon membrane for filtration of biological fluids » International Conference on Enabling Science and Nanotechnology, 2010 (DOI : 10.1109/ESCINANO.2010.5701014).
- [Hamzah 2008] A. A. Hamzah; J. Yunas; B. Y. Majlis; I. Ahmad, "Sputtered encapsulation as wafer level packaging for isolatable MEMS devices : a technique demonstrated on a capacitive accelerometer", *Sensor*, vol. 8, n°11, p. 7439-7452, 2008 (DOI: 10.3390/s8117438).
- [Hamzah 2007] A.A. Hamzah, Y. Husaini, B.Y. Majlis, I. Ahmad "Selection of high strength encapsulant for MEMS devices undergoing high-pressure packaging", *Microsystem Technologies-micro-and Nanosystems-information Storage and Processing Systems*, vol.14, n°6, p.761-766, 2008 (DOI : 10.1007/s00542-007-0461-7).
- [Hasumi 1985] Yuji Hasumi, Morinosato Wakamiya, "Lateral diffusion of In and formation of AuIn₂ in Au-In thin films", *Journal of Applied Physics - J APPL PHYS*, vol.58, p.3081-3086, 1985 (DOI : 10.1063/1.335808).
- [He 2007] R. He, C.J.C.J. Kim "On-wafer monolithic encapsulation by surface micromachining with porous polysilicon shell", *IEEE/ASME Journal of Microelectromechanical Systems*, vol.16, n°2, p.462-472, 2007 (DOI : 10.1109/JMEMS.2007.892797).
- [He 2006] R. He, C.-J. Kim, "A low Temperature Vacuum Package Utilizing Porous Alumina Thin Film Encapsulation", *IEEE international conference on MEMS*, p.126-129, 2009 (DOI: 10.1109/MEMSYS.2006.1627752).
- [Henmi 1994] H.Henmi, S.Shoji, Y.Shoji, K.Yoshimi, M. Esashi, "Vacuum packaging for microsensors by glasssilicon anodic bonding," *Sensors and Actuators A*, vol. 43, p.243, 1994 (DOI: 10.1016/0924-4247(94)80003-0).
- [Heeren 2007] H.V. Heeren, P. Salomon, "MEMS : Recent Developments, Future Directions", *Wolfson School of Mechanical and Manufacturing Engineering*, 2007. 55 p.
- [Herman 2005] C.F. Herrmann, F.W. Del Rio, S.M. George, V.M. Bright " Properties of atomic-layer-deposited Al₂O₃/ZnO dielectric films grown at low temperature for RF MEMS", *Proceeding SPIE 5715 Micromachining and Microfabrication Process Technology X*, vol.159, 2005 (DOI : 10.1117/12.589322).
- [Herth 2012] E. Herth, S. Seok, N Rolland, T Lasrit, "Wafer level packaging compatible with millimeter-wave antenna", *Sens. Actuator A-Phys.*, vol.173,n°1, p.238-243, 2012 (doi : 10.1016/j.sna.2011.09.040).
- [Higurashi 2009] E. Higurashi, D. Chino, T. Suga, R. Sawada, "Au-Au surface-activated bonding and its application to optical microsensors with 3-D structure" *IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics* vol. 15, n°5, p. 1500-1505, 2009 (DOI: 10.1109/JSTQE.2009.2020812).
- [Howlader 2010] M. M. R. Howlader, T. Suga, "Comparative annealing effect on bonded wafers in air and ultrahigh vacuum for microelectromechanical systems/microfluidics packaging" *Journal of micro/nanolithography, MEMS, and MOEMS*, vol.9, n°4, 2010 (DOI: 10.1117/1.3500747).
- [Han 2012] B. Han, "Measurements of true leak rates of MEMS packages", *Sensors*, vol.12, n°3, p.3082-3104, 2012 (DOI : 10.3390/s120303082).
- [Han 2007] Z. Han, "Report des Couches Actives du Transistor Bipolaire à Hétérojonction pour le Management de la Dissipation Thermique", *Master*, Lille, 2007.
- [Hay 1999] D.C. Hay, "Selective etching of compound semiconductors", thèse, Floride, 1999
- [Hsu 2012] W.T. Hsu, "Wafer level vacuum packaging for sensors", *IEEE Sensors*, 2012.
- [Hsu 2007] T.R. Hsu, "Introduction to reliability in MEMS packaging", *International Symposium for Testing & failure Analysis*, 2007.
- [Huang 2010] Q. Huang, G. Xu, Y. Yuan, X. Cheng, L. Luo, "Development of indium bumping technology through AZ9260 resist electroplating", *Journal of micromechanics and microengineering*, vol.20, n°5, 2010 (DOI: 10.1088/0960-1317/20/5/055035).
- [Huang 2006] A.T. Huang, C.K. Chou, C. Chen, "Hermetic Packaging Using Eutectic SnPb Solder and Cr/Ni/Cu Metallurgy Layer", *IEEE Transactions on Advanced Packaging - IEEE TRANS ADV PACKAG*, vol.29, n°4, p.760-765, 2006 (DOI : 10.1109/TADVP.2006.879427).
- [Humpston 2004] G. Humpston, D.M. Jacobson, "Principles of Soldering", *ASM international*, 2004

- [Huntz 2006] A.M. Huntz, L. Maréchal, B. Lesage, R. Molins "Thermal expansion coefficient of alumina films developed by oxidation of a FeCrAl alloy determined by a deflection technique" *Applied Surface Science*, vol.252, p. 7781-7787, 2006, (DOI : 10.1016/j.apsusc.2005.08.116).
- [Husaini 2010] Y. Husaini, A. A. Hamzah, M. N. F. A. Kassim, B. Y. Majlis, "Carbon fiber encapsulation for packaging biomedical lab-on-chip components", *World applied sciences journal*, vol 10, n°5, p. 489-493, 2010.
- [Hussain 2010] S.S. Hussain, "Elaboration, caractérisation structural et luminescence de depots d'AlN dopés Er obtenus par PVD magnetron RF", thèse, Nancy, 2010.
- [Hwang 2004] K.S. Hwang, J.H. Park, J.H. Lee, D.S. Yoon, T.S. Kim, I. Han, J.H. Noh, "Effect of Atmospheric-Plasma Treatments for Enhancing Adhesion of Au on Parylene-c-Coated Protein Chips", *Journal of the Korean Physical Society*, Vol.44, n°5, p.1168-1172, 2004.
- [Iborra 2004] E. Iborra, J. Olivares, M. Clement, L. Vergara, A. Sanz-Hervás, J. Sangrador, "Piezoelectric properties and residual stress of sputtered AlN thin films for MEMS applications", *Sensors and Actuators A-physical*, vol.115, n°2, p.501-507, 2004 (DOI : 10.1016/j.sna.2004.03.053).
- [Itoh 2003] T. Itoh, H. Okada, H. Takagi, R. Maeda, T. Suga, "Room temperature vacuum sealing using surface activated bonding method", *Transducers, solid state sensors and actuators*, vol.2, p.1828-1831, 2003 (DOI : 10.1109/SENSOR.2003.1217143).
- [Ishida 2010] H. Ishida, T. Ogashiwa, T. Yazaki, T. Ikoma, T. Nishimori, H. Kusamori, J. Mizuno, "Low-Temperature Wafer Bonding for MEMS Hermetic Packaging", *Transactions on The Japan Institute of Electronics Packaging*, vol. 3, n°1, 2010.
- [J.A.N.A.F. 1985] J.A.N.A.F., "Thermodynamical table", *J. Phys. Chem. Ref. data* 14 (Suppl.1), p.160, 1985.
- [Jaszewski 1999] R. W. Jaszewski, H. Schiff, B. Schnyder, A. Schneuwly, P. Groning, "The deposition of anti-adhesive ultra-thin teflon-like films and their interaction with polymers during hot embossing", *Applied Surface Science*, vol.143, n°1, p.301-308, 1999 (DOI: 10.1016/S0169-4332(99)00014-8).
- [Javey 2007] A. Javey, S.W. Nam, R. S. Friedman, H. Yan, and C.M. Lieber, "Layer-by-layer assembly of nanowires for three-dimensional, multifunctional electronics," *Nano Lett.*, vol.7, n°3, p. 773-777, 2007.
- [Jellison 1979] J.E. Jellison "Gold-Indium Intermetallic Compounds: Properties & Growth Rates", *Materials Control & Applications Branch*, Nasa report, 1979.
- [Jeong 2006] B.G. Jeong, S.J. Ham, J.H. Lim, K.D. Jung, M.C. Lee, J.S. Hwang, "Reliability assessment of hermetic wafer level package for RF MEMS device application", *Proc. IMAPS, San Diego, USA*, p.178-183, 2006.
- [Joo 1999] H.Y. Joo, H.J. Kim, S.J. Kim, S.Y. Kim, "Spectrophotometric analysis of aluminum nitride thin films", *Journal of Vacuum Science & Technology A - J VAC SCI TECHNOL A*, vol.17, n°3, 1999, (DOI : 10.1116/1.582035).
- [Jourdain 2005] A. Jourdain, P. De Moor, K. Baert, I. De Wolf, H.A.C Tilmans, "Mechanical and electrical characterization of BCB as a bond and seal material for cavities housing (RF-)MEMS devices", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol.15, n°7, p.89, 2005 (DOI : 10.1088/0960-1317/15/7/013).
- [Karlsson 2010] J.M. Karlsson, T. Haraldsson, C.F. Carlborg, G. Stemme and W. van der Wijngaart, "TRANSFER BONDING OF MICROSTRUCTURES AND FABRICATION OF FRAGILE PDMS MEMBRANES USING WATER DISSOLVABLE FILM", 14th International Conference on Miniaturized Systems for Chemistry and Life Sciences, 2010.
- [Kar 2005] J.P. Kar, G. Bose, "Aluminum Nitride (AlN) Film Based Acoustic Devices: Material Synthesis and Device Fabrication", *Acoustic Waves - From Microdevices to Helioseismology*, 2005.
- [Keller 2007] S. Keller, D. Haefliger, A. Boisen, "Optimized plasma-deposited fluorocarbon coating for dry release and passivation of thin SU-8 cantilevers", *Journal of Vacuum Science and Technology B*, vol.25, n°6, p.1903-1908, 2007 (DOI : 10.1116/1.2806960).
- [Khan 2002] F.A Khan, L Zhou, V Kumar, I Adesida, R Okojie, "High rate etching of AlN using BCl₃/Cl₂/Ar inductively coupled plasma", *Materials Science and Engineering B-advanced Functional Solid-state Materials*, vol.95, n°1, p.51-54, 2002 (DOI : 10.1016/S0921-5107(02)00160-5).
- [Kim 2012a] J.G. Kim, S. Seok, N. Rolland, P.A. Rolland "Polymer-based Zero-Level Packaging Technology for High Frequency RF Applications by Wafer Bonding/ Debonding Technique Using an Anti-Adhesion Layer", *international journal of precision engineering and manufacturing*, vol.13, n°10, p.1861-1867, 2012 (DOI : 10.1007/s12541-012-0244-7).

- [Kim 2012b] J. Kim, S. Seok, N. Rolland, P.A. Rolland, "Low-temperature, low-loss zero level packaging techniques for RF applications by using a photopatternable dry film", *Journal of micromechanics and microengineering*, vol.22, n°6, 2006 (DOI : 10.1088/0960-1317/22/6/065032).
- [Kim 2011] J.Y.H. Kim, A. Cheng, Y.C. Tai, "Parylene-C as a piezoelectric material", *IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems*, p.473-476, 2011 (DOI : 10.1109/MEMSYS.2011.5734464).
- [Kim 2010] J. Kim, S. Seok, N. Rolland, P.A. Rolland, "A novel wafer level bonding/debonding technique using an anti-adhesion layer for polymer-based zero-level packaging of RF device" *ECTC 2010*, (DOI : 10.1109/ECTC.2010.5490954).
- [Kim 2010] J. Kim, S. Seok, N. Rolland, P.A. Rolland, "A theoretical and experimental study of the BCB thin-film cap zero-level package based on FEM simulations" *J. Micromech. Microeng.*, vol.20, n°9, 2010, (doi : 10.1088/0960-1317/20/9/095010).
- [Kim 2008] J. Kim, H. Schoeller, J. Cho, "Effect of Oxidation on Indium Solderability", *Journal of Electronic Materials - J ELECTRON MATER*, vol.37, no.4, p.483-489, 2008 (DOI : 10.1007/s11664-007-0346-7).
- [Kim 2007] H. Kim, K. Najafi, "Characterization of Aligned Wafer-Level Transfer of Thin and Flexible Parylene Membranes", *Journal of MEMS*, vol.16, n°6, 2007 (DOI : 10.1109/JMEMS.2007.906759).
- [Y.Kim2008] Y.-K. Kim, E.-K. Kim, S.-W. Kim, B.-K. Ju "Low temperature epoxy bonding for wafer level MEMS packaging", *sensor and actuator A: physical*, vol. 143, n°2, 2008 (DOI: 10.1016/j.sna.2007.10.048).
- [J.Kim 2007] J. Kim, H. Schoeller, J. Cho, "Effect of oxidation on indium solderability", *Journal of electronic materials*, vol.37, n°4, 2008 (DOI : 10.1007/s11664-007-0346-7).
- [Kim 2006] S.A. Kim, Y.H. Seo, Y.H. Cho, G.H. Kim, J.U. Bu, "Fabrication and characterization of a low-temperature hermetic MEMS package bonded by a closed loop AuSn solder-line", *Sensors and Materials*, Vol.18, n°4, p.199-213, 2006.
- [Kim 2005] H. Kim, K. Najafi "Characterization of low-temperature wafer bonding using thin-film parylène", *Journal of MEMS*, vol.14, n°6, p.1347-1355, 2005 (DOI : 10.1109/JMEMS.2005.859102).
- [Kim 2003] D.W. Kim, C.H. Jeong, K.N. Kim, H.Y. Lee, H.S. Kim, Y.J. Sung, G.Y. Yeom "High rate sapphire (Al₂O₃) etching in inductively coupled plasmas using axial external magnetic field", *Thin Solid Films*, vol.435, n°1, p.242-246, 2003 (DOI : 10.1016/S0040-6090(03)00334-1).
- [Kim 2002] T. H. Kim, M. M. R. Howlader, T. Itoh, T. Suga, "Room temperature Cu-Cu direct bonding using surface activated bonding method", *Journal of Vacuum Science & Technology A*, vol. 21, n°2, 2003 (DOI: 10.1116/1.1537716).
- [Ko 2011] C.T. Ko, Y.H. Chen, "Low temperature bonding technology for 3D integration", *Microelectronics Reliability*, 2011 (DOI: 10.1016/j.microrel.2011.03.038).
- [Ko 2010] C.T. Ko, Z.C. Hsiao, H.C. Fu, K.N. Chen, W.C. Lo, Y.H. Chen "Wafer-to-wafer hybrid bonding technology for 3D IC", *ESTC*, vol.50, p.481-488, 2010 (DOI : 10.1016/j.microrel.2009.09.015).
- [Ko 1995] W.H. Ko, "Packaging of microfabricated devices and systems", *Materials Chemistry and Physics*, vol.42, n°3, p.169-175, 1995 (DOI : 10.1016/0254-0584(95)01573-6).
- [Kojima 2009] A. Kojima, Y. Shimooka, Y. Sugizaki, M. Endo, H. Yamazaki, E. Ogawa, Tamio Ikehashi, Tatsuya Ohguro, Susumu Obata, Takeshi Miyagi, Ikuo Mori, Yoshiaki Toyoshima, "Highly reliable and manufacturable in-line wafer-level hermetic packages for RF MEMS variable capacitor", *transducateur 2009* (DOI: 10.1109/SENSOR.2009.5285778).
- [Kolari 2008] K. Kolari, "High etch selectivity for plasma etching SiO₂ with AlN and Al₂O₃ masks", *Microelectronic engineering*, vol.85, n°5, p.985-987, 2008 (DOI : 10.1016/j.mee.2007.12.037).
- [Knechtel 2005] R. Knechtel, "Glass frit bonding: an universal technology for wafer level encapsulation and packaging", *Journal of microsystem technology*, vol.12, n°1-2, p.63-68, 2005 (DOI : 10.1007/s00542-005-0022-x).
- [Krukowski 1999] S. Krukowski, M. Leszczynski, S. Porowski, J.H. Edgar, S. Strite, I. Akasaki, H. Amano, C. Wetzel (Eds.), *Properties, Processing and Applications of Gallium Nitride and related Semiconductors*, n°23, vol.1-4, p.21-28, 1999.
- [Krupa 2009] K. Krupa, "Opto-numerical analysis of AlN piezoelectric thin film operating as an actuation layer in MEMS cantilevers" thèse, Besançon 2009.

- [Kuhne 2011] S. Kühne, C. Hierold, "Wafer-level packaging and direct interconnection technology based on hybrid bonding and through silicon vias", *Journal of micromechanics and microengineering*, vol.21 n°8, 2011 (DOI:10.1088/0960-1317/21/8/085032).
- [Kumar 2010] R. Kumar, "Parylene technology for electronics, Protection & reliability of electronics", *Speciality Coating Systems (SCS)*, IMPAS, 2013.
- [Kuo 2011] C. Y. Kuo, C. Gau, "Vapor-solid-solid growth of crystalline silicon nanowires using anodic aluminum oxide template", *Thin Solid Films*, vol.519, n°11, p.3603-3607, 2011 (DOI : 10.1016/j.tsf.2011.01.280).
- [Kuo 2003] D.-H. Kuo, K.-H. Tzeng, "Characterization and properties of r.f.-sputtered thin films of the alumina-titania system", *Thin Solid Films*, vol.460, n°1, p.327-334, 2004 (DOI : 10.1016/j.tsf.2004.02.026).
- [Kusaka 2002] K Kusaka, D Taniguchi, T Hanabusa, K Tominaga, "Effect of sputtering gas pressure and nitrogen concentration on crystal orientation and residual stress in sputtered AlN films", *Vacuum*, vol.66, n°3, p.441-446, 2002 (DOI: 10.1016/S0042-207X(02)00168-9).
- [Kwon 2009] S. Kwon, J. Kim, Y. Hong, B. Ju, I. Song "RF device package method using Au to Au direct bonding technology", *Microelectronics Reliability*, vol.49, n°1, p.99-102, 2009 (DOI : 10.1016/j.microrel.2008.10.007)
- [Lane 2000] M. Lane, R. H. Dauskardt, A. Vainchtein, H. Gao, "Plasticity contributions to interface adhesion in thin-film interconnect structures", *Journal of materials research*, n°12, p. 2758-2769, 2000. (DOI : 10.1557/JMR.2000.0395).
- [Lani 2007] S. Lani, " Etude de procédés d'encapsulation sur tranche sous vide ou quasihermétique pour les microsystèmes (opto)électromécaniques", these, Orsay 2007.
- [Lapisa 2009] M.A. Lapisa, F. Zimmer, F. Niklaus, A. Gehner, G. Stemme, "CMOS-integrable piston-type micromirror array for adaptive optics made of mono-crystalline silicon using 3-D integration," *Proceeding MEMS*, p.1007-1010, 2009 (DOI : 10.1109/MEMSYS.2009.4805556).
- [Lappan1999] U. Lappan, H.M. Buchhammer, K. Lunkwitz, "Surface modification of poly(tetrafluoroethylene) by plasma pretreatment and adsorption of polyelectrolytes", *Polymer*, vol.40, n°14, p.4087-4091, 1999 (DOI: 10.1016/S0032-3861(98)00647-8).
- [Le Coq 2010] Le Coq, "Prédiction de la fiabilité de composants électroniques de type WL-CSP soumis à des sollicitations mécaniques", these, Tours, 2010.
- [Lee 2011] D.K. Lee, K. Park, J.H. Ahn, N.E. Lee, Y.J. Kim, "A Numerical Study on the Mechanical Characteristics of Zinc Oxide-Based Transparent Thin Film Transistors", *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, vol.11, n°7, 5870-5875, 2011 (DOI :10.1166/jnn.2011.4470).
- [Lee 2010] B.-K. Lee, D.-H. Choi, et J.-B. Yoon "Use of nanoporous columnar thin film in the wafer-level packaging of MEMS devices", *Journal of micromechanics and microengineering*, vol.20 n°4, 2010 (DOI : 10.1088/0960-1317/20/4/045002).
- [Lee 2009] S.H. Lee, "Wafer level packaging for environment-resistant microinstruments", these MIT, Etas Unis, 2009.
- [Lee 2004] Y.J. Lee, S.W. Kang, "Growth of aluminum nitride thin films prepared by plasma-enhanced atomic layer deposition", *Thin Solid Films*, vol.446, n°2, p. 227-231, 2004 (DOI : 10.1016/j.tsf.2003.10.004).
- [Lee 2003] B. Lee, S. Seok, K Chun "A study on wafer level vacuum packaging for MEMS devices", *Journal of micromechanics and microengineering*, vol.13 n°5, p663, 2003 (DOI : 10.1088/0960-1317/13/5/318).
- [Lee 2000] C. Lee, W.-F. Huang, J.-S. Shie, "Wafer bonding by low-temperature soldering", *Sensors and actuator A.physical*, vol.85, n°1, p.330-334, 2000 (DOI : 10.1016/S0924-4247(00)00338-1).
- [Lee 1970] S.M. Lee, J.J. Licari, I. Litant, "Electrical reliability of parylene films for device passivation", *Metallurgical and Materials Transactions B-process Metallurgy and Materials Processing Science*, vol.1, n°3, p.701-711, 1970 (DOI : 10.1007/BF02811598).
- [Lewis 2010] F. Lewis, S. Turgeon, P. Chevallier, J.J. Pireaux, M. Tatoulian, D. Mantovani, "On the growth of fluorocarbon thin films deposited on plasma-etched 316L stainless steel", *Plasma Processes and Polymers*, vol.7, n°3-4, p.309-317, 2010 (DOI : 10.1002/ppap.200900107).

- [Lian 2009] J. Lian, S.J.W. Chun, M.S. Goorsky, J. Wang, "Mechanical behavior of Au-In intermetallics for low temperature solder diffusion bonding", *Journal of Materials Science - J MATER SCI*, vol.44, n°22, p.6155-6161, 2009 (DOI : 10.1007/s10853-009-3851-7).
- [Lietaer 2011] N. Lietaer, T. Bakke, A. Summanwar (SINTEF), P. Dalsjø, J. Gakkestad, F. Niklaus, "wafer level packaged MEMS switch with TSV" *International wafer level packaging conference*, n°8, 2011.
- [Lim 2010] D.F. Lim, X.F. Ang, J. Wei, C.M. Ng and C.S. Tan, "Void density reduction at the Cu-Cu bonding erface by means of prebonding surface passivation with self-assembled monolayer", *Electrochemical and solid-state letters*, vol. 13, n°12 p. 412-415, 2011 (DOI: 10.1149/1.3487926).
- [Lin 2008] Tien-Chai Lin, Hsyi-En Cheng, Shih-Hung Tang, Wu-Chien Liu, Antony H. C. Lee, "The characteristics and residual stress of aluminum nitride films grown by two-stage sputtering of mid-frequency power", *Materials Science and Engineering A-structural Materials Properties Microstructure and Processing*, vol.480, n°1, p.226-231, 2008 (DOI : 10.1016/j.msea.2007.07.018).
- [Lin 2007] C.W. Lin, H.-A. Yang, W.C. Wang, W. Fang "Implementation of three-dimensional SOI-MEMS wafer-level packaging using through-wafer interconnections", *Journal of micromechanics and microengineering*, vol.17, n°69, p.1200-1205, 2007 (DOI: 10.1088/0960-1317/17/6/014).
- [Lin 1990] P. Lin, S.D. Senturia, "the in-situ measurement of biaxial modulus and residual stress of multi-layer polymeric thin films", *MRS proceedings*, vol.188, 1990 (DOI : 10.1557/PROC-188-41).
- [Lindblom 2006] M. Lindblom, H. M. Hertz, A. Holmberg, "Pulse reverse plating for uniform nickel height in zone plates", *Journal of Vacuum Science & Technology B*, vol. 24, n°6, p.2848-2851, 2006 (DOI : 10.1116/1.2395953).
- [Liu 2011] J. Liu, J. Shang, J. Tang, Q.-A. Huang "Micromachining of pyrex 7740 glass by silicon molding and vaccum anodic bonding" *journal of MEMS*, vol. 20, n°4, p. 909-915, 2011 (DOI: 10.1109/JMEMS.2011.2160043).
- [Liu 2010] J.L.J. Liu, Q.-A.H. Qing-An Huang, J.S.J. Shang, J.S.J. Song, J.T.J. Tang, "Micromachining of pyrex 7740 glass and their applications to wafer-level hermetic packaging of MEMS devices", *proceedings of the IEEE international conference on MEMS, 2010* (DOI : 10.1109/MEMSYS.2010.5442456).
- [Liu 2005] X. Liu, R.W. Davis, L.C. Hughes, M.H. Rasmussen, R. Bhat, C.E. Zah, J. Stradling, "A study on the reliability of indium solder die bonding of high power semiconductor lasers", *Journal of Applied Physics*,. Vol.100, 2006; (DOI : 10.1063/1.2209194).
- [Locechel 2000] B. Locechel, "Thick-layer resists for surface micromachining", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol.10, n°2, p.108-115, 2000 (DOI : 10.1088/0960-1317/10/2/302).
- [Lorenz 2011] N. Lorenz, S. Millar, M. Desmulliez, D. P. Hand, "Hermetic glass frit packaging in air and vacuum with localized laser joining", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol.21, n°4, 2011 (DOI : 10.1088/0960-1317/21/4/045039).
- [Lu 2010] C. Lu, S. Ni, W. Chen, J. Liao, C. Zhang, "A molecular modeling study on small molecule gas transportation in poly (chloro-p-xylylene)", *Computational Materials Science*, vol.49, n°1, p.S65-S69, 2010 (DOI : 10.1016/j.commatsci.2010.01.044).
- [MacChesney 1970] MacChesney, J.B., Bridenbaugh, P.M., O'Connor, P.B. *Mater. Res. Bull*, vol.5, p. 783, 1970.
- [McMahon 2008] J.J. McMahon, E. Chan, S.H. Lee, R.J. Gutmann, J.-Q. Lu "Bonding Interfaces in Wafer-Level Metal-Adhesive Bonded 3D Integration", *Electronic Components and Technology Conference*, p.871-878, 2008 (DOI : 10.1109/ECTC.2008.4550079).
- [Mack 1997] S. Mack, H. Baumann, U. Gösele "Gas tightness of cavities sealed by silicon wafer bonding", *IEEE International conference on MEMS*, p.488-493, 1997 (DOI: 10.1109/MEMSYS.1997.581908).
- [Made 2008] R.I. Made; C.L. Gan; C. Lee; L.L. Yan; A. Yu; S.W. Yoon; J.H. Lau, "Study of Ag-In solder as low temperature wafer bonding intermediate layer", *Proceeding of SPIE*, vol.6884, p.68840H1-68840H9, 2008 (DOI : 10.1117/12.762046).
- [Maia 2010] M.E.H. Maia da Costa, I.J.R. Baumvol, C. Radke, L.G. Jacobsohn, R.R.M. Zamora, F.L. Freire, "Effects of thermal annealing on the structural, mechanical, and tribological properties of hard fluorinated carbon films deposited by plasma enhanced chemical vapor deposition", *Journal of Vacuum Science & Technology A*, vol.22, n°6, p.2321-2328, 2010 (DOI : 10.1116/1.1795833).

- [Marinis 2011] T.F. Marinis, J.W. Soucy, "Novel low temperature hermetic sealing of micropackages", ECTC, p.1552-1561, 2011 (DOI : 10.1109/ECTC.2011.5898717).
- [Markkula 2002] T.K. Markkula, J.A. Hunt, F.R. Pu, R.L. Williams, "Surface chemical derivatization of plasma-treated PET and PTFE", Surface and Interface Analysis, vol.34, n°1, p.583-587, 2002 (DOI : 10.1002/sia.1365).
- [Martin 2004] F. Martin, P. Murali, M.A. Dubois, A. Pezous, "Thickness dependence of the properties of highly c-axis textured AlN thin films", Journal of Vacuum Science & Technology A, vol.22, n°2, p.361-365, 2004 (DOI : 10.1116/1.1649343).
- [Meng 2008] E. Meng, P.Y. Li, Y.C. Tai, "A biocompatible Parylene thermal flow sensing array", Sensors and Actuators A-physical, vol.144, n°1, p.18-28, 2008 (DOI : 10.1016/j.sna.2007.12.010).
- [Milanovic 2001] V. Milanovic, M. Maharbiz, A. Singh, B. Warneke, N. Zhou, H. K. Chan, K.S.J. Pister, "Microrelays for batch transfer integration in RF systems", IEEE International Conference on MEMS, p.787-792, 2000 (DOI : 10.1109/MEMSYS.2000.838618).
- [Mil 1995] MIL-STD-883, Methode 1014, Test method standard for microcircuit, U.S department of Defense, 1995.
- [Millar 2011] S. Millar, M.P.Y. Desmulliez, S. McCracken, "Leak detection methods for glass capped and polymer sealed MEMS packaging", Microsystem Technologies, vol.17, n°4, p.677-684, 2011 (DOI : 10.1007/s00542-010-1200-z).
- [Mitchell 2005] J. Mitchell, G.R. Lahiji, K. Najafi, "Encapsulation of vacuum sensors in a wafer level package using a gold-silicon eutectic", Tech.Digest Transducers'05, Seoul, Korea, p 928-931, 2005
- [Monajemi 2006] P. Monajemi, P. J. Joseph, P. A. Kohl, F. Ayazi, "Wafer-level MEMS packaging via thermally released metal-organic", Journal of micromechanics and microengineering, vol.16 n°4, 2006 (DOI : 10.1088/0960-1317/16/4/010).
- [Moriceau 2003] H. Moriceau, O. Rayssac, B. Aspar, B. Ghyselen, "The bonding energy control: an original way to debondable substrates", Semiconductor Wafer Bonding VII: Science, Technology and Applications, vol. 19, p.49-56, 2003.
- [Mottin 2001] E. Mottin, J. Martin, J. Ouvrier-Buffet, M. Vilain, A. Bain, J. Yon, J. L. Tissotand J. P. Chatard, "Enhanced amorphous silicon technology for 320 x 240 microbolometer arrays with a pitch of 35 μm ," Proceedings SPIE, Infrared Technology and Applications XXVII, vol.4369, p.250-256, 2001 (doi :10.1117/12.445293).
- [Mortet 2004p] V. Mortet, M. Nesladek, K. Haenen, A. Morel, M. D'Olieslaeger, M. Vanecek, "Physical properties of polycrystalline aluminium nitride films deposited by magnetron sputtering", Diamond and Related Materials, vol.13, n°4, p.1120-1124, 2004 (DOI : 10.1016/j.diamond.2003.10.082)
- [Mortet 2003p] V. Mortet, O. Elmazria, M. Nesladek, J. D'Haen, G. Vanhoyland, M. Elhakiki, A. Tajani, E. Bustarret, E. Gheeraert, M. D'Olieslaeger, P. Alnot, "Study of aluminium nitride/freestanding diamond surface acoustic waves filters," Diamond and Related Materials, vol.12, n°3, p.723-727, 2003 (DOI : 10.1016/S0925-9635(02)00316-3).
- [Mortet 2002] V. Mortet, M. Nesladek, J. D'Haen, G. Vanhoyland, O. Elmazria, M.B. Assouar, P. Alnot, M. D'Olieslaeger, "Deposition of Aluminium Nitride Film by Magnetron Sputtering for Diamond-Based Surface Acoustic Wave Applications", Physica Status Solidi (a) , vol.193, n°3, p.482-488, 2002
- [Motoyoshi 2009] M. Motoyoshi, "Through-Silicon Via (TSV)", Proceedings of the IEEE, vol.97, n°1, 2009.
- [Murillo 2010] G. Murillo; Z.J. Davis; S. Keller; G. Abadal; J. Agusti; A. Cagliani; N. Noeth; A. Boisen; N. Barniol, "Novel SU-8 based vacuum wafer-level packaging for MEMS devices", Microelectronic engineering, vol.87, n°5-8, p.1173-1176, 2010 (DOI : 10.1016/j.mee.2009.12.048).
- [Musil 2010] J. Musil, J. Blažek, P. Zeman, Š. Prokšová, M. Šašek, R. Čerstvý, "Thermal stability of alumina thin films containing $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ phase prepared by reactive magnetron sputtering", Applied surface science, vol.257, n°3, p.1058-1062, 2010 (DOI : 10.1016/j.apsusc.2010.07.107).
- [Nai 2008] S.M.L. Nai, J. Wei, M. Gupta, "Interfacial intermetallic growth and shear strength of lead-free composite solder joints", Journal of alloy and compounds, vol.473, n°1, p.100-106, 2009 (DOI : 10.1016/j.jallcom.2008.05.070).
- [Nai 2003] S.M.L. Nai, J. Wei, P.C. Lim, C.K. Wong "Silicon-to-silicon wafer bonding with gold as intermediate layer", (DOI : 10.1109/EPTC.2003.1271501).

- [Nese 1996] M. Nese, R.W. Bernstein, I.-R. Johansen, R. Spooren, "New method for testing hermeticity of silicon sensor structures", *Sensors and actuators A: physical*, vol.53, n°1, p.349-352, 1996 (DOI : 10.1016/0924-4247(96)80159-2).
- [Nguyen 2002b] N.T. Nguyen, E. Boellaard, N.P. Pham, V.G. Kutchoukov, G. Craciun, P.M. Sarro, "Through-wafer copper electroplating for three-dimensional interconnects": *JMM*, vol.12, no.4, p.395-399, 2002 (DOI : 10.1088/0960-1317/12/4/308).
- [Nicolas 2012] S. Nicolas, S. Caplet, F. Greco, M. Audoin, X. Baillin, S. Fanget, "3D MEMS high vacuum wafer level packaging", p 370-376, 2012 (DOI : 10.1109/ECTC.2012.6248857).
- [Niklaus 2006] F. Niklaus, G. Stemme, J. Q. Lu, R. J. Gutmann, "Adhesive wafer bonding", *Journal of Applied Physics*, vol.99, 2006 (DOI : 10.1063/1.2168512).
- [Niklaus 2004] F. Niklaus, J. Pejnefors, M. Dainese, M. Haggblad, P.-E. Hellström, U. J. Wallgren, G. Stemme, "Characterization of transfer-bonded silicon bolometer arrays," *Proceeding of SPIE*, vol.5406, p.521-530, 2004 (DOI : 10.1117/12.565894).
- [Noh 2004] H. Noh, K.S. Moon, A. Cannon, P.J. Hesketh, C.P. Wong, "Wafer bonding using microwave heating of parylene intermediate layers", *Journal of Micromechanics and Microengineering - J MICROMECHANIC MICROENGINEER*, vol.14, n°4, p.625-631, 2004 (DOI : 10.1088/0960-1317/14/4/025).
- [Noh 2003] H.-S. Noh, K.-S. Moon, A. Cannon, P.J. Hesketh, C.P. Wong "Wafer bonding using microwave heating of parylene intermediate layers" *Journal of micromechanics and microengineering*, vol.14, n°4, p.625-631, 2004 (DOI: 10.1088/0960-1317/14/4/025).
- [Nordahl 1998] C. Scott Nordahl, Gary L. Messing, "Thermal analysis of phase transformation kinetics in α -Al₂O₃ seeded boehmite and γ -Al₂O₃", *Thermochimica acta*, vol.318, n°1, p.187-199, 1998 (DOI: 10.1016/S0040-6031(98)00343-8).
- [Obata 2008] S. Obata, M. Inoue, T. Miyagi, I. Mori, Y. Sugizaki, Y. Shimooka, A. Kojima, M. Endo, H. Shibata, "In-line wafer level hermetic packages for MEMS variable capacitor" *ECTC*, p. 159-163, 2008 (DOI: 10.1109/ECTC.2008.4549963).
- [Oberhammer 2003] J. Oberhammer, F. Nicklaus, G. Stemme, "Selective wafer level adhesive bonding with benzocyclobutene for fabrication of cavities", *Sensors and Actuators*, vol. 1005, p. 297-304, 2003.
- [Oberhammer 2004] J. Oberhammer, F. Nicklaus, G. Stemme, "Sealing of adhesive bonded devices on wafer level", *Sensors and Actuators A-physical*, vol.110, n°1, p.407-412, 2004 (DOI : 10.1016/j.sna.2003.06.003).
- [Ohba 1998] Y. Ohba, H. Yoshida "Fabrication and Characterization of AlGaIn/GaN Double-Heterolaser Structures on Sapphire Substrates Using Single Crystalline AlN Buffer Layers", *Japanese Journal of Applied Physics*, vol.37, n°2, p.L905-L906, 1998 (DOI : 10.1143/JJAP.37.L905).
- [Okano 1992] H. Okano, Y. Takahashi, T. Tanaka, K. Shibata, S. Nakano, *Jpn. J. Appl. Phys*, vol.1, n°31, p. 3446, 1992.
- [Onoe 2009] H. Onoe; A. Nakai; E. Iwase; K. Matsumoto; I. Shimoyama "Temperature-controlled transfer and self-wiring for multi-color light-emitting diode arrays", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol.19, n°7, 2009 (DOI : 10.1088/0960-1317/19/7/075015).
- [Onoe 2008] H. Onoe, S. Takeuchi "Microfabricated mobile microplates for handling single adherent cells" *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol.18, n°9, 2009 (DOI : 10.1088/0960-1317/18/9/095003).
- [Onoe 2007] H. Onoe; A. Nakai; E. Iwase; K. Matsumoto; I. Shimoyama, "Three-dimensional integration of heterogeneous silicon micro-structures by liftoff and stamping transfer", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol.17, n°9, 2007 (DOI : 10.1088/0960-1317/17/9/010).
- [Padture 2002] N.P. Padture, M. Gell and E.H. Jordan, "Thermal Barrier Coatings for Gas-Turbine Engine Applications," *Science*, vol.296, p.280-284 2002 (DOI: 10.1126/science.1068609).
- [Paineau 2012] S. Paineau, P. Andreucci et C. Schaffnit, "Microsystèmes : application et mise en œuvre", *Techniques de l'ingénieur*, dossier E 3 090, 2005
- [Pan 2004] C.T. Pan, "Selective low temperature microcap packaging technique through flip chip and wafer level alignment", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol.14, n°4, p.522-529, 2004 (DOI : 10.1088/0960-1317/14/4/012).

- [Panchawagh2007] H.V. Panchawagh, F.F. Faheem, C.F. Herrmann, D.B. Serrell, D.S. Finch, R.L. Mahajan, "A flip chip encapsulation method for packaging of MEMS actuators using surface micromachined polysilicon caps for BioMEMS applications", *Sensors and Actuators A-Physical*, vol.134, n°1, p.11-19, 2007 (DOI : 10.1016/j.sna.2006.05.013)
- [Park 2005] G.S. Park, Y.K. Kim, K.K. Paek, J.S. Kim, J.H. Lee, B.K. Ju, "Low-Temperature Silicon Wafer-Scale Thermocompression bonding using electroplated gold layers in hermetic packaging", *ECS electrochemical society and institute of electronics engineers*, vol. 8, n°12, p. 330-332.
- [Saint-Patrice 2012] D. Saint-Patrice, "Thin film packaging for MEMS", SEMI Networking day, Italie, 2012
- [Perruisseau 2010] J. Perruisseau-Carrier, M. Mazza, A. Jourdain, A. K. Skrivervik, A.M. Ionescu, H.A. C. Tilmans "Electrical modeling and design of a wafer-level package for MEM resonators", *Transactions on advanced packaging*, vol.33, n°2, p.534-542, 2010 (DOI : 10.1109/TADVP.2010.2043101).
- [Perruisseau 2008] J. Perruisseau-Carrier, M. Mazza, A. Jourdain, A.K. Skrivervik, A.M. Ionescu, H.A.C. Tilmans "Electrical modeling and design of a wafer-level package for MEM resonators", *Transactions on advanced packaging*, vol.33, n°2, p. 534-542, 2010 (DOI : 10.1109/TADVP.2010.2043101).
- [Pham 2011] N.P. Pham, V. Cherman, B. Vandeveld, P. Limaye, N. Tutunjyan, R. Jansen, N.V. Hoovels, D.S. Tezcan, P. Soussan, E. Beyne, H.A. C. Tilmans "Zero-level packaging for (RF)MEMS implementing TSVs and metal bonding" *Electronic Components and Technology Conference*, p.1588-1595, 2011 (DOI : 10.1109/ECTC.2011.5898723).
- [Pham 2010] N.P. Pham, P. Limaye, P. Czarnecki, V.P. Olalla, V. Cherman, D.S. Tezcan, H.A.C. Tilmans "Metal-bonded, hermetic 0-level package for MEMS" *12th Electronics Packaging Technology Conference*, 2010, (DOI : 10.1109/EPTC.2010.5702595).
- [Poupon 2008] G. Poupon, "Remplacement du plomb dans les alliages de soudure en microélectronique", 2007.
- [Pringle1996] S.D. Pringle, V.S. Joss, C. Jones, "Ammonia plasma treatment of PTFE under known plasma conditions", *Surface and interface analysis*, vol 24, n°12, p.821-829, 1996.
- [Prodromides 2002] A. Prodromides. "Non-Evaporable Getter Thin Film Coatings for Vacuum Applications" these, école polytechnique fédérale de Lausanne, Suisse, 2002.
- [Proost 2002] J. Proost, F. Spaepen, "Evolution of the growth stress, stiffness, and microstructure of alumina thin films during vapor deposition", *Journal of Applied Physics - J APPL PHYS*, vol.91, p.204-216, 2002, (DOI : 10.1063/1.1425076).
- [Quemper 2001] J.M. Quemper, "Croissance électrolytique sélective de métaux : application à la fabrication de micro-objets tri-dimensionnels", *Manuscrit de thèse, Université Paris Sud, France*, 2001.
- [Ramachandran 2006] S. Ramachandran, L. Tao, T.H. Lee, S. Sant, L.J. Overzet, M. Goeckner, M.J. Lee, G.S. Lee, W. Hu, "Deposition and patterning of diamondlike carbon as antiwear nanoimprint templates", *Journal of Vacuum Science & Technology B*, vol.24, n°6, p.2993-2997, 2006 (DOI: 10.1116/1.2363409).
- [Ramesham 2009] R. Ramesham, R.C. Kullberg, "Review of vacuum packaging and maintenance of MEMS and the use of getters therein", *Journal of micro-nanolithography MEMS and MEOMS*, vol.8, n°3, 2009 (DOI : 10.1117/1.3158064).
- [Rayssac 1999] O. Rayssac, I.Michel, "Etude du collage par adhésion moléculaire hydrophile: application au contrôle de l'énergie de collage", *thèse INPG, France*, 1999.
- [Reif 2002] Rafael Reif, Chuan Seng Tan, Andy Fan, Kuan-Neng Chen, Shamik Das, Nisha Checka, "3-D Interconnects Using Cu Wafer Bonding : Technology and Applications", *Advanced Metallization Conference*, San Diego, 2002.
- [Reinert 2006] W. Reinert, "Critical Leak Rate Screen on Wafer Level for the Vacuum Lifetime Prediction in Nano Liter MEMS Packages", *KGD Packaging and test Workshop*, 2006.
- [Reuter 2009] D. Reuter, M. Nowack, M. Rennau, A. Bertz, M. Wiemer, F. Kriebel, T. Gessner, "Hermetic thin encapsulation of mechanical transducers for smart label applications", *Transducers*, p.208-211, 2009 (DOI: 10.1109/SENSOR.2009.5285526).
- [Riley 2004] G.A. Riley, "Hermeticity: much to do about nothing", *Flipchips tutorial 41*, May 2004, www.flipchips.com/tutorial41.html.

- [Riley 2003] G.A. Riley, "Wafer level hermetic cavity chip scale packages for RF applications", Flipchips tutorial 31, 2003, www.flipchips.com/tutorial31.html
- [Robertson 2002] J. Robertson, "Diamond-like amorphous carbon", *Materials Science and Engineering*, vol.37, n°4, p.129-281, 2002 (DOI : 10.1016/S0927-796X(02)00005-0).
- [Roucou 2010] R Roucou "Analyse expérimentale et numérique des défaillances mécaniques locales induites dans les interconnexions par les tests paramétriques et les assemblages : Optimisation des procédés et des architectures des plots de", thèse, Saint-Etienne, 2010.
- [Rouzaud 2011] A. Rouzaud, Ph. Robert, J.P. Polizzi, N. Sillon, "MEMS Integration approaches Combining Micro and Nano Technologies", *Microtech Conference & Exposition*, Boston 2011.
- [Russell1995] S. W. Russell, S. A. Rafalski, R. L. Spreitzer, J. Li, M. Moinpour, F. Moghadam, T. L. Alford, "Enhanced adhesion of copper to dielectrics via titanium and chromium additions and sacrificial reactions", *Thin Solid Films*, Vol.262, n°1, p.154-167, 1995 (DOI: 10.1016/0040-6090(94)05812-1).
- [Sah 2010] R.E. Sah, L. Kirste, M. Baeumler, P. Hiesinger, V. Cimalla, V. Lebedev, H. Baumann, H.-E. Zschau, "Residual stress stability in fiber textured stoichiometric AlN film grown using rf magnetron sputtering", *Journal of Vacuum Science & Technology A - J VAC SCI TECHNOL A*, vol.28, n°3, 2010, (DOI : 10.1116/1.3360299).
- [Sakuma 2007] K. Sakuma, P. S. Andry, B. Dang, J. Maria, C. K. Tsang, C. Patel, S. L. Wright, B. Webb, E. Sprogis, S. K. Kang, R. Polastre, R. Horton, "3D Chip Stacking Technology with Low-Volume Lead-Free Interconnections", *ECTC*, p.627-632, 2007, (DOI : 10.1109/ECTC.2007.373862).
- [Savaranan 2004] S. Saravanan, E. Bereschot, G. Krijnen, M. Elwenspoek, "Surface Micromachining Process for the Integration of AlN Piezoelectric Microstructures", *Annual Workshop on Semiconductor Advances for Future Electronics*, 2004.
- [Sasangka 2009] W.A. Sasangka, C.L. Gan, C.V. Thompson, W.K. Choi, J. Wei "Effect of bonding and aging temperatures on bond strengths of Cu with 75Sn25In solders", *Electronics Packaging Technology Conference*, p.336-341, 2009 (DOI : 10.1109/EPTC.2009.5416527).
- [Schutze 2003] A. Schutze, D.T. Quinto, "Pulsed plasma-assisted PVD sputter-deposited alumina thin films", *Surface & Coatings Technology*, vol.162, n°2, p. 174-182, 2003 (DOI: 10.1016/S0257-8972(02)00705-3).
- [Seidel 1990] Seidel, "Anisotropic etching of crystalline silicon in alkaline solutions", *Journal of Electrochemical Society*, Vol.137, n°11, pp. 3612-3632, 1990 (DOI : 10.1149/1.2086277).
- [Scheck 2001] D. Scheck, "CYCLOTENE (BCB) resins for wafer bumping and wafer level packaging," in *WLP Seminar*, Hsinchu, Taiwan, Sep. 14, 2001.
- [Schelcher 2012] G. Schelcher, "Le transfert de films : vers une intégration hétérogène des micro et nanosystèmes", thèse, Orsay 2012.
- [Schmidth 1994] M.A Schmidt, *Silicon wafer bonding for micromechanical devices*, *Proceeding of the IEEE Solid-State Sensor and Actuator Workshop*, p. 127-131, 1994.
- [Schoeller 2008] H. Schoeller, J. Cho, "Oxidation and reduction behavior of pure indium", *Journal of materials research*, vol.24, n°2, p.386-393, 2009 (DOI: 10.1557/jmr.2009.0040).
- [Schoeller 2005] H.E. Schoeller, "Thermodynamics and kinetics of oxidation and temperature dependent mechanical characterization of pure indium solder", these, New York 2005.
- [Schulz 2000] H. Schulz; F. Osenberg; J. Engemann; H.C. Scheer, "Mask fabrication by nanoimprint lithography using antisticking layers", in *Proc. SPIE*, vol. 3996, pp. 244-249, 2000 (DOI : 10.1117/12.377114).
- [Seigneur 2006] F. Seigneur, T. Maeder, J. Jacot, "Laser soldered packaging hermeticity measurement using metallic conductor resistance", *Proc. IMAPS 2006*, Krakow, Poland, 2006.
- [Selvarasah 2007] S. Selvarasah, S.H. Chao, C.L. Chen, D. Mao, J. Hopwood, S. Ryley, S. Sridhar, A. Khademhosseini, A. Busnaina, M. R. Dokmeci "A HIGH ASPECT RATIO, FLEXIBLE, TRANSPARENT AND LOW-COST PARYLENE-C SHADOW MASK TECHNOLOGY FOR MICROPATTERNING APPLICATIONS", *International Conference on Solid State Sensors and Actuators - TRANSDUCERS*, 2007 (DOI : 10.1109/SENSOR.2007.4300185).
- [Seok 2013] S. Seok, J.G. Kim, "A study on effect of wafer bow in wafer-level BCB cap transfer packaging", *Microsyst. Technol.*, 2013 (doi : 10.1007/s00542-013-1780-5)

- [Seok 2012a] S. Seok, M. Fryziel, N. Rolland, P.A. Rolland "Enhancement of bonding strength of packaging based on BCB bonding for RF devices", *Microsystem technologies*, vol.12, p.2035-2039, 2012 (DOI : 10.1007/s00542-012-1530-0).
- [Seok 2012b] S. Seok, J.G. Kim, N. Rolland, P.A. Rolland, "A study on millimetre-wave tunable bandpass filter based on polymer cap deflection", *Micromachines*, vol.3,n°1, p.28-35, 2012 (doi : 10.3390/mi3010028).
- [Seok 2008a] S. Seok, N. Rolland, P.-A. Rolland "A novel packaging method using wafer-level BCB polymer bonding and glass wet-etching for RF applications", *Sensors and actuator A.physical*, vol.147, n°2, p.677-682, 2008 (DOI : 10.1016/j.sna.2008.06.008).
- [Seok 2008b] S. Seok, N. Rolland, P.A. Rolland, "A study of a millimeter-wave quarter-wave patch antenna on a benzocyclobutene polymer", *J. Micromech. Microeng.*, vol.18, n°7, 2008 (doi: 10.1088/0960-1317/18/7/075015).
- [Seok 2007] S. Seok, N. Rolland, P.A. Rolland "Mechanical and electrical characterization of benzocyclobutene membrane packaging" *Proceeding of ECTC 2007* (DOI : 10.1109/ECTC.2007.374021).
- [Seok 2006a] S. Seok, N. Rolland, P.A. Rolland, "Packaging methodology for RF devices using a BCB membrane transfer technique" *Journal of micromechanics and microengineering*, vol.16, n°11, p. 2384-2388, 2006 (DOI : 10.1088/0960-1317/16/11/019).
- [Seok 2006b] S. Seok, N. Rolland, P.A. Rolland, "Zero-level packaging using BCB adhesive bonding and glass wet-etching for W-band applications, *Electron. Lett.*, vol.42, n°13, p.755-757, 2006 (doi : 10.1049/el:20061103)
- [Shackelford 1998] J.F. Shackelford, W. Alexander, *CRC Materials Science and Engineering Handbook*, 3rd Edition, p.508, 1999.
- [Santucci 2009] V. Santucci, "Elaboration et caractérisation de couches minces polymères par CVD et photo-CVD pour des applications optiques originales" thèse, Toulouse, 2009.
- [Sharma 2009] G. Sharma, V.S. Rao, A. Kumar, N. Su, L.Y. Ying, K.C. Houe, S. Lim, V.N. Sekhar, R. Rajoo, V. Kripesh, J.H. Lau, "Embedded wafer level packages with laterally placed and vertically stacked thin dies", *Electronic Components and Technology Conference*, p.1537-1543, 2009 (DOI : 10.1109/ECTC.2009.5074217).
- [Shieu 1999] F. S. Shieu, C. F. Chen, J. G. Sheen, Z. C. Chang, "Intermetallic phase formation and shear strength of a Au-In microjoint", *Thin Solid Films* , vol.346, n°1, p.125-129, 1999, (DOI : 10.1016/S0040-6090(98)01737-4).
- [Shigetou 2009] A. Shigetou, T. Suga "Modified diffusion bonding of chemical mechanical polishing Cu at 150°C at ambient pressure", *Applied physics express*, vol.2, n°5, 2009 (DOI : 0.1143/APEX.2.056501).
- [Shigetou 2006] A. Shigetou, T. Itoh, T. Suga, "Bumpless interconnect of Cu electrodes in millions-pins level", *ECTC* , 2006 (DOI: 10.1109/ECTC.2006.1645808).
- [Shimooka 2008] Y. Shimooka, M. Inoue, M. Endo, S. Obata, A. Kojima, T. Miyagi, Y. Sugizaki, I. Mori, H. Shibata "Robust hermetic wafer level thin-film encapsulation technology for stacked MEMS / IC package" *ECTC*, p824-828, 2008 (DOI: 10.1109/ECTC.2008.4550071).
- [Shin 2009] H. Shin, J.T. Song "Piezoelectric Coefficient Measurement of AlN Thin Films at the Nanometer Scale using Piezoresponse Force Microscopy", *Journal of The Korean Physical Society*, vol.56, n°2, 2010 (DOI : 10.3938/jkps.56.580).
- [Shul 1997] R.J. Shul, C.G. Willison, M.M. Bridges, J. Han, J.W. Lee, S.J. Pearton, C.R. Abernathy, J.D. MacKenzie, S.M. Donovan, L. Zhang, L.F. Lester, "Selective inductively coupled plasma etching of group-III nitrides in Cl₂- and BCl₃-based plasmas", *Journal of Vacuum Science & Technology A*, vol.16, n°3, p.1621-1626, 1998 (DOI : 10.1116/1.581130).
- [Simic 1976] V. Simic, Z. MARINKOVIC, "Thin film interdiffusion of Au and In at room temperature", *Thin Solid Films*, vol.41, n°1, p.57-61, 1977 (DOI : 10.1016/0040-6090(77)90009-8).
- [Smith 1998] B.K. Smith, J.J. Sniogowski, G. LaVigne, C. Brown, "Thin Teflon-like films for eliminating adhesion in released polysilicon microstructures", *Sensors and Actuators A*, vol.70, n°1, p.159-163, 1998 (DOI: 10.1016/S0924-4247(98)00127-7).
- [Slack 1987] G.A. Slack, R.A. Tanzilli, R.O. Pohl, J.W. Vandersande The intrinsic thermal conductivity of AlN *Journal of Physics and Chemistry of Solids - J PHYS CHEM SOLIDS* , vol. 48, no. 7, pp. 641-647, 1987 (DOI : 10.1016/0022-3697(87)90153-3).

- [So 2000] William W. So, Chin C. Lee, "Fluxless process of fabricating In-Au joints on copper substrates", IEEE Transactions on Components and Packaging Technologies - IEEE TRANS COMPON PACKAGING T, vol.23, n°2, p.377-382, 2000, (DOI : 10.1109/6144.846777).
- [Sohn 2007] Y.C. Sohn, Q. Wang, S.J. Ham, B.G. Jeong, K.D. Jung, M.S. Choi, W.B. Kim, C.Y. Moon "Wafer-level low temperature bonding with Au-In system », Electronic Components and Technology Conference - ECTC, p.633-637, 2007, (DOI : 10.1109/ECTC.2007.373863).
- [Sparks 2006] D. Sparks, J. Trevino, S. Massoud-Ansari, N. Naja, "An all-glass chip-scale MEMS package with variable cavity pressure", Journal of micromechanics and microengineering, vol.16, n°11, p.2488-2492, 2006 (DOI :10.1088/0960-1317/16/11/033).
- [Sparks 2005] D. Sparks, S. Massoud-Ansari, N. Najafi, "Long-term evaluation of hermetically glass frit sealed silicon to Pyrex wafers with feedthroughs", Journal of micromechanics and microengineering, p. 1560-1564, 2005 (DOI : 0.1088/0960-1317/15/8/02).
- [Sparks 2003] D. Sparks, S. Massoud-Ansari, N. Najafi, "Chip-level vacuum packaging of micromachines using nanogetters", IEEE Transactions on Advanced Packaging, vol. 26, n°3, 2003.
- [Stafiniak 2009] A. Stafiniak, D. Muszyńska, A.Szyska, B. Paszkiewicz, K. Ptasiński, S. Patela, R. Paszkiewicz, M. Tłaczała, "Properties of AlN_x thin films prepared by DC reactive magnetron sputtering", Optica Applicata, vol. 39, n°4, 2009.
- [Stamoulis 2005] K. Stamoulis, "Mechanics aspects of wafer thermocompression bonding", these MIT, Etats unis, 2005.
- [Stark 2001] B.H. Stark and K. Najafi, "An Ultra-Thin Hermetic Package Utilizing Electroplated Gold", solid-state sensors and actuators, p.194-197, 2001.
- [Stengl 1989] R. Stengl, T. Tan, U. Gösele, "A model for the silicon wafer bonding process", Japanese Journal of Applied Physics, vol. 28, n°10, p. 1735-1741, 1989.
- [Stierle 2004] A. Stierle, F. Renner, R. Streitel, H. Dosch, W. Drube, and B. C. Cowie "X-ray diffraction study of the ultrathin Al₂O₃ layer on NiAl(110)", Science, vol.303, 1652 (2004).
- [Strassburg 2004] M. Strassburg, J. Senawiratne, N. Dietz, U. Haboeck, A. Hoffmann, V. Noveski, R. Dalmau, R. Schlessler, Z. Sitar "The growth and optical properties of large, high-quality AlN single crystals", Journal of Applied Physics - J APPL PHYS, vol.96, p.5870-5876, 2004 (DOI : 10.1063/1.1801159).
- [Straessle 2012] R. Straessle, M. Pellaton, Y. Petremand, D. Briand, C. Affolderbach, G. Mileti, N. F. de Rooij, "Low-temperature indium hermetic sealing of alkali vapor-cells for chip-scale atomic clocks", IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems - MEMS, p. 361-364, 2012, (DOI : 10.1109/MEMSYS.2012.6170209).
- [Straessle 2011] R. Straessle, Y. Petremand, D. Briand, N. F. de Rooij, "Evaluation of Thin Film Indium Bonding at Wafer Level", Proc. Eurosensors XXV, vol.25, p.1493-1496, 2011 (doi:10.1016/j.proeng.2011.12.369).
- [Tadepalli 2007] R. Tadepalli, C. V. Thompson "characterization and requirements for Cu-Cu bonds for three dimensional integrated circuits" these MIT, Etats Unis, 2007.
- [Taibi 2012] M. Taibi, "Intégration 3D haute densité : comportement et fiabilité électrique d'interconnexions métalliques réalisées par collage direct" these CEA, France 2012.
- [Tait 2001] R.N. Tait, A. Mirfazli, Low temperature aluminum nitride deposition on aluminum by rf reactive sputtering, Journal of Vacuum Science & Technology A, vol.19, n°4, p.1586-1590, 2001 (DOI : 10.1116/1.1351804).
- [Tahir 2011], H. Tahir, "Conception et realization de structures IGBTs bidirectionnelles en courant et en tension", these, Toulouse, 2011.
- [Takagi 2003] H. Takagi, R. Maeda, T. Suga "Wafer-scale spontaneous bonding of silicon wafers by argon-beam surface activation at room temperature", Sensors and Actuators A-physical, vol. 105, n°1, p. 98-102, 2003 (DOI: 10.1016/S0924-4247(03)00087-6).
- [Takahashi 2006] K. Takahashi, M. Sekiguchi, "Through silicon via and 3-d wafer/chip stacking technology", Symposium on VLSI Circuits, p.89-92, 2006.

- [Taklo 2004] M. M. V. Taklo, P. Storås, K. Schjøberg-Henriksen, H. K. Hasting, H. Jakobsen, "Strong, high-yield and low-temperature thermocompression silicon wafer-level bonding with gold", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 14, n°7, p. 884-890, 2004 (DOI : 10.1088/0960-1317/14/7/007).
- [Tao 2008] L. Tao, S. Ramachandran, C.T. Nelson, M. Lin, L.J. Overzet, M. Goeckner, G. Lee, C.G. Willson, W. Wu, W. Hu, "Durable diamond-like carbon templates for UV nanoimprint lithography", *Nanotechnology*, vol.19, n°10, p.105302, 2008 (DOI: 10.1088/0957-4484/19/10/105302).
- [Tan 2011] C. S. Tan, J. Fan, D. F. Lim, G. Y. Chong, K. H. Li, "Low temperature wafer-level bonding for hermetic packaging of 3D microsystems", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol.21, n°7, 2011(DOI : 10.1088/0960-1317/21/7/075006).
- [Tan 2010] C.P. Tan, H.G. Craighead, "Surface Engineering and Patterning Using Parylene for Biological Applications", *Materials*, vol.3, n°3, p.1803-1832, 2010 (DOI: 10.3390/ma3031803).
- [Tan 2009] C.S. Tan, D.F. Lim, S.G. Singh, S.K. Goulet, M. Bergkvist, "Cu-Cu diffusion bonding enhancement at low temperature by surface passivation using self-assembled monolayer of alkanethiol", *Applied Physics Letters*, vol.95, 2009 (DOI : 10.1063/1.3263154).
- [Tanaka 2010] S. Tanaka, Y. Honjaya, M. Esashi, "AuSn solder vacuum packaging using melted solder floodgates and laser-activated non-evaporable getters for SiC diaphragm anticorrosive vacuum sensors", *IEEE International Conference on MEMS*, p. 492-495, 2010 (DOI: 10.1109/MEMSYS.2010.5442459).
- [Tang 2011] C.J. Tang, C.C. Jaing, K.H. Lee, C.C. Lee, "Optical properties and residual stress in aluminum nitride films prepared by alternating-current dual reactive magnetron sputtering", *Applied Optics*, vol.50, 2011 (DOI : 10.1364/AO.50.001945).
- [Tanioka 1994] A. Tanioka, N. Fukushima, K. Hasegawa, K. Miyasaka, N. Takahashi, "Permeation of Gases Across the Poly (chloro-p-xylylene) Membrane", *Journal of Applied Polymer Science*, vol.54, n°2, p.219-229, 1994 (DOI : 10.1002/app.1994.070540208).
- [Tao 2005] Y. Tao, M. Esashi, "Macroporous silicon-based deep anisotropic etching", *Journal of micromechanics and microengineering*, vol.15, n°4, p.764-770, 2005 (DOI : 10.1088/0960-1317/15/4/013).
- [Tarrieu 2012] J. Tarrieu, "Etude et durabilité de solutions de packaging polymère d'un composant diamante pour l'électronique de puissance haute température", thèse, Toulouse 2012.
- [Tezcan 2009] D.S. Tezcan, F. Duva, H.Philipsen, O. Luhn, P. Soussan, B. Swinnen "Scalable through silicon via with polymer deep trench isolation for 3d wafer level packaging" *ECTC*, p.1159-1164, 2009 (DOI: 10.1109/ECTC.2009.5074158).
- [Tenchine 2011] L. Tenchine, "Effet getter de multi-couches métalliques pour des MEMS", these, 2011.
- [Timoshenko 1970] S.P. Timoshenko, S. WoinowskyKrieger, "Theory of plates and shells" McGraw-Hill, 1970.
- [Tong 1999] Q.-Y. Tong, U. Gösele. *Semiconductor wafer bonding : science and technology*, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1999 (ISBN 978-0-471-57481-1).
- [Tonisch 2006] K. Tonisch, V. Cimalla, Ch. Foerster, H. Romanus, O. Ambacher, D. Dontsov, "Piezoelectric properties of polycrystalline AlN thin films for MEMS application", *Sensors and Actuators A-physical - SENSOR ACTUATOR A-PHYS*, vol.132, n°2, p. 658-663, 2006, (DOI : 10.1016/j.sna.2006.03.001).
- [Tominaga 2010] S. Tominaga, D. Abe, T. Enomoto, S. Kondo, H. Kitada, T. Ohba, "Hybrid Electrochemical Mechanical Planarization Process for Cu Dual-Damascene Through-Silicon Via Using Noncontact Electrode Pad", *Japanese Journal of Applied Physics*, vol.49, n°5, 2010(DOI : 10.1143/JJAP.49.05FG01).
- [Torunbalci 2011] M. M. TORUNBALCI, "Wafer level vacuum packaging of MEMS sensors and resonators", these, METU, Etats Unis, 2011.
- [Tripp 2006] M.K. Tripp, C. Stampfer, D.C. Miller, T. Helbling, C.F. Herrmann, C. Hierold, K. Gall, S.M. George, V.M. Bright, "The mechanical properties of atomic layer deposited alumina for use in micro- and nano-electromechanical systems", *Sensors and Actuators A-physical*, vol.130, p.419-429, 2006 (DOI: 10.1016/j.sna.2006.01.029).
- [Tsau 2003] C.H. Tsau, S.M. Spearing, M.A. Schmidt, "Fabrication of wafer-level thermocompression bonds", *IEEE Journal of Microelectromechanical Systems*, vol.11, n°6, p.641-647, 2003 (DOI : 10.1109/JMEMS.2002.805214).
- [Veyrié 2007] D. Veyrié, "Approche alternative de l'évaluation de l'herméticité des micro cavités - application au packaging des MEMS", Thèse, Brodeaux, 2007

- [Valcheva 2009] E. Valcheva, D. Todorova, V. Donchev, D. Manova, S. Mändl, "Optical properties of AlNSiO₂ nanocomposite layers", *JOURNAL OF OPTOELECTRONICS AND ADVANCED MATERIALS*, Vol.11, N°9, p.1296 – 1298, 2009.
- [Vianco 1994] P.T. Vianco, P.F. Hlava, A.C. Kilgo, "Intermetallic compound layer formation between copper and hot-dipped 100In, 50In-50Sn, 100Sn, and 63Sn-37Pb coatings" *Journal of electronic materials*, vol.23, n°7, p.583-594, 1994 (DOI : 10.1007/BF02653343).
- [Vicca 2009] P. Vicca, S. Steudel, J. Genoe, P. Heremans, "Adhesion Promoting Polymer Interlayers for Ag Layers Deposited in OLED Processing", *Journal of Adhesion Science and Technology - J ADHES SCI TECHNOL*, vol.24, n°6, p.1145-1151, 2009 (DOI : 10.1163/016942409X12619870771466).
- [Visser 2001] M. M. Visser, S. Weichel, R. de Reus, A. B. Hanneborg, "Strength and leak testing of plasma activated bonded interfaces", *Sensors and Actuators A-physical*, vol. 97, p. 434-440, 2002 (DOI:10.1016/S0924-4247(02)00047-X).
- [Voigt 2004] M. Voigt, M. Sokolowski "Electrical properties of thin rf sputtered aluminum oxide films", *Materials Science and Engineering B-advanced Functional Solid-state Materials*, vol.109, n°1, p. 99-103, 2004 (DOI : 10.1016/j.mseb.2003.10.056).
- [Volpert 2009] Marion Volpert, Christophe Kopp, Julien Routin, Adrien Gasse, Stéphane Bernabe, Cyrille Rossat, Myriam Tournair, Régis Hamelin, Vincent Lecocq, "A Fluxless Bonding Process using AuSn or Indium for a Miniaturized Hermetic Package "; *Electronic Components and Technology Conference - ECTC*, p.224-231, 2009, (DOI : 10.1109/ECTC.2009.5074021).
- [Wang 2011] C. Wang, T. Suga, "Room-Temperature Direct Bonding Using Fluorine Containing Plasma Activation", *ECS*, vol. 158, n°5, p.525-529, 2011.
- [Wang 2009] P.I. Wang, T. Karabacak, J. Yu, H.F. Li, G.G. Pethuraja, S.H. Lee, M.Z. Liu, J.Q. Lu, T.M. Lu "Low Temperature Copper-Nanorod Bonding for 3D Integration", *Materials Research Society*, vol.970, 2007
- [Wang 2008] C. Wang, J.R. Chen, R. Li, "Studies on surface modification of poly(tetrafluoroethylene) film by remote and direct Ar plasma", *Applied Surface Science*, vol.254, n°9, p.2882-2888, 2008 (DOI : 10.1016/j.apsusc.2007.10.029).
- [Wang 2007] X. Wang, W. Zeng, E. Eisenbraun "Sub 0.25 μm silicon via etching for 3D interconnects", *JOURNAL OF MICROMECHANICS AND MICROENGINEERING*, vol.17, p.804-811, 2007, (DOI : 10.1088/0960-1317/17/4/018).
- [Wei 2006] J. Wei, "wafer bonding techniques for microsystem packaging", *Journal of Physics: Conference Series*, vol. 34, no. 1, pp. 943-948, 2006 (DOI: 10.1088/1742-6596/34/1/156).
- [Welch 2008] W.C. Welch III, K. Najafi, "old-indium Transient Liquid Phase (TLP) wafer bonding for MEMS vacuum packaging", *IEEE International Conference on MEMS*, p.806-809, 2008 (DOI : 10.1109/MEMSYS.2008.4443779).
- [Wech 2008t] W.C. Welch III, "Vacuum and ermetic packaging of MEMS using solder", thèse, MIT, Etats Unis, 2008.
- [Welch 2005] W.C. Welch III, Junseok Chae, K. Najafi, "Transfer of metal MEMS packages using a wafer level solder transfer technique", *IEEE transactions on advanced packaging*, vol.28, n°4, p.643-649, 2005 (DOI : 10.1109/TADV.2005.859356).
- [Wen 2012] L. Wen, K. Wouters, F. Ceysens, A. Witvrouw, R. Puers "A Parylene Temporary Packaging Technique for MEMS Wafer Handling" *Sensors & Actuators: A. Physical*, vol.186, p.289-297, 2012.
- [Wen 2011] L. Wen, K. Wouters, F. Ceysens, A. Witvrouw, R. Puers, "A Parylene Temporary Packaging Technique for MEMS Wafer Handling", *Proc. Eurosensors XXV*, vol. 25, p.1501-1504, 2011 (DOI : 10.1016/j.proeng.2011.12.371).
- [Werdecker 1984] W. Werdecker, F. Aldinger, "Aluminum Nitride–An Alternative Ceramic Substrate for High Power Applications in Microcircuits", *IEEE Transactions on Components, Hybrids, and Manufacturing Technology*, vol.7, p.399-404, 1984.
- [Wiemer 2008] M. Wiemer, J. Fromel, C. Jia, M. Haubold, T. Gessner, "Waferbond technologies and quality assessment", *ECTC*, p. 319-324, 2008 (DOI: 10.1109/ECTC.2008.4549989).
- [Williams 1996] K.R. Williams, R.S. Muller, " Etch rates for micromachining processing", *Journal of microelectromechanical systems*, vol.5, n°4, 1996.

- [Wilson2001] D.J. Wilson, R.L. Williams, R.C. Pond, "Plasma modification of PTFE surfaces Part I: Surfaces immediately following plasma treatment", *Surf. Interface Anal.*, vol.31,n°5, p.385-396, 2001 (DOI : 10.1002/sia.1065).
- [Wolffenbutell 1997] R.F. Wolffenbutell, "Low-temperature intermediate Au-Si wafer bonding; eutectic or silicide bond", *Sensors and actuators a. physical*, vol.62, n°1 p680-686, 1997, (DOI : 10.1016/S0924-4247(97)01550-1).
- [Wolffenbutell 1994] R.F. Wolffenbutell, K.D. Wise, "Low-temperature silicon wafer-to-wafer bonding using gold at eutectic temperature", *Sensors and Actuators A* 43, p.223-229, 1994
- [Wolgemuth 2012] L. Wolgemuth, *Speciality Coating Systems (SCS)*, Europe 2012.
- [Wu 2004] J.H. Wu, J. Scholvin, J.A. del Alamo "A through-wafer interconnect in silicon for RFICs", *Transactions on electron devices*, vol.51, n°11,p.1765-1771, 2004 (DOI : 10.1109/TED.2004.837378).
- [Wu 1999] J.Wu, R.T. Pike, "Novel bi-layer conformal coating for reliability without hermeticity MEMS encapsulation", *IEEE Transactions on Electronics Packaging Manufacturing* vol 22, p. 195-201, 1999.
- [Xu 2010] D. Xu, E. Jing, B. Xiong, Y. Wang, "Wafer-level vacuum packaging of micromachined thermoelectric IR sensors", *IEEE transaction on advanced packaging*, vol. 33 n°4, 2010 (DOI: 10.1109/SENSOR.2009.5285574).
- [Xu 2001] Xiao-Hong Xu, Hai-Shun Wu, Cong-Jie Zhang, Zhi-Hao Jin, " Morphological properties of AlN piezoelectric thin films deposited by DC reactive magnetron sputtering", *Thin Solid Films* , vol.388, n°1, p.62-67, 2001 (DOI : 10.1016/S0040-6090(00)01914-3).
- [Yan 2008] L.-L. Yan, C.-K. Lee, D.Q. Yu, A.B. Yu, W.K. Choi, J.H. Lau, S.U. Yoon, "A Hermetic Seal Using Composite Thin-Film In/Sn Solder as an Intermediate Layer and Its Interdiffusion Reaction with Cu", *Journal of Electronic Materials*, vol.38, n°1, p.200-207, 2009 (DOI : 10.1007/s11664-008-0561-x).
- [Yang 2009] P.F. Yang, S.R. Jian, S. Wu, Y.S. Lai, C.T. Wang, R.S. Chen, "Structural and mechanical characteristics of (1 0 3) AlN thin films prepared by radio frequency magnetron sputtering", *Applied Surface Science*, vol.255, n°11, p.5984-5988, 2009 (DOI : 10.1016/j.apsusc.2009.01.051).
- [Yang 2003] E.-H. Yang and D. V.Wiberg, "A wafer-scale membrane transfer process for the fabrication of optical quality, large continuous membranes," *Journal of MEMS.*, vol. 12, no. 6, pp. 804-815, 2003.
- [Yamamoto 2011] S. Yamamoto, H. Wakioka, O. Nukaga, T. Suzuki, T. Suemasu, "True Three-Dimensional Interconnections", *Fujikura technical review*, n°40, 2011.
- [Yao 2007] Z. Q. Yao, Y. S. Zou, Y. Yang, W. J. Zhang, S. T. Lee, Y. Z. Zhang, Z. Z. Ye, "Applied Physics Letters, vol.91, n°22, p.1912-221912, 2007 (DOI : 10.1063/1.2819616 Yao AlN transmission optique).
- [Yao 2001] D.J. YAO, G. CHEN, C.J. KIM, "Lpw temperature eutectic bonding for in-plane type micro thermoelectric cooler", *Proceedings of ASME International Mechanical Engineering Congress and Exposition*, 2001.
- [Yate 2009] L. Yate, J.C. Caicedo, A. Hurtado Macias, F.J. Espinoza-Beltrán, G. Zambrano, J. Muñoz-Saldaña, P. Prieto, "Composition and mechanical properties of AlC, AlN and AlCN thin films obtained by r.f. magnetron sputtering", *Surface & Coatings Technology*, vol.203, n°13, p.1904-1907, 2009 (DOI : 10.1016/j.surfcoat.2009.01.023).
- [Yeh 1990] Y.S. Yeh, W.J. James, H. Yasuda, "Polymerization of para-xylylene derivatives. VI. morphology of parylene N and parylene C films investigated by gas transport characteristics", *Journal of Polymer Science Part B-polymer Physics*, vol.28, n°4, p.545-568, 1990 (DOI : 10.1002/polb.1990.090280409).
- [Yeom 2003] J. Yeom, Y. Wu, M. A. Shannon,. "Critical aspect ratio dependence in deep reactive ion etching of silicon", *Solid-State Sensors and Actuators, Transducers*, vol.2, p.1631-1634, 2003 (DOI : 10.1109/SENSOR.2003.1217094).
- [Yerushalmi 2007] R. Yerushalmi, Z. A. Jacobson, J. C. Ho, Z. Fan, and A. Javey, "Large scale, highly ordered assembly of nanowire parallel arrays by differential roll printing," *Appl. Phys. Lett.*, vol.91, p.203104, 2007.
- [Yoon 2011] S. W. Yoon, S. Lee , N. C. Perkins, K. Najafi, "Analysis and wafer-level design of a high-order silicon vibration isolator for resonating MEMS devices, vol. 21, n°1, 2011 (DOI : 10.1088/0960-1317/21/1/015017).
- [Yuan 2008] J. Yuan, W.K. Jeung, C.H. Lim, S.W. Park, Y.D. Kweon, S. Yi, "A low-cost through via interconnection for ISM WLP", *Symposium on Design, Test, Integration and Packaging of - MEMS/MOEMS*, 2008 (DOI : 10.1109/DTIP.2008.4752964).

- [Yu 2009] D.Q. Yu, C. Lee, L.L. Yan, M.L. Thew, J.H. Lau, "Characterization and reliability study of low temperature hermetic wafer level bonding using In/Sn interlayer and Cu/Ni/Au metallization", *Journal of Alloys and Compounds*, vol.485, n°1, p.444-450, 2009 (DOI : 10.1016/j.jallcom.2009.05.136).
- [Yu 2001] G. Yu. "Properties of Advanced Semiconductor Materials GaN, AlN, InN, BN, SiC, SiGe", John Wiley & Sons, Inc., New York, p.31-47, 2001.
- [Yun 2008] S.J. Yun, A. Efremov, M. Kim, D.W. Kim, J.W. Lim, Y.H. Kim, C.H. Chung, D.J. Park, K.H. Kwon, "Etching characteristics of Al₂O₃ thin films in inductively coupled BCl₃/Ar plasma", *Vacuum*, vol.82, n°11, p.1198-1202, 2008 (DOI : 10.1016/j.vacuum.2007.12.018).
- [Zaal 2010] J.J.M. Zaal, W.D. Van-Driel, G.Q. Zhang, "Challenges in the Assembly and Handling of Thin Film Capped MEMS Devices", *Sensors*, vol.10, n°4, p.3989-4001, 2010 (DOI : 10.3390/s100403989).
- [Zhao 2011] Q.C. Zhao, Z.C. Yang, Z.Y. Guo, H.T. Ding, M. Li, G.Z. Yan, "Wafer-level vacuum packaging with lateral interconnections and vertical feedthroughs for microelectromechanical system gyroscopes", *J. Micro/Nanolith. MEMS MOEMS*, vol.10, n°1, 2011
- [Zekry 2011] J. Zekry, D. S. Tezcan, J.-P. Celis, R. Puers, C. Van Hoof, H. A. C. Tilmans "Wafer-level thin film vacuum packages for MEMS using nanoporous anodic alumina membranes", *International Conference on Solid State Sensors and Actuators - TRANSDUCERS*, p.974-977, 2011 (DOI : 10.1109/TRANSDUCERS.2011.5969507).
- [Ziegler 2006] D. Ziegler, T. Suzuki, S. Takeuchi, "Fabrication of Flexible Neural Probes With Built-In Microfluidic Channels by Thermal Bonding of Parylene", *IEEE/ASME Journal of Microelectromechanical Systems*, vol.15, n°6, p.1477-1482, 2006 (DOI: 10.1109/JMEMS.2006.879681).
- [Zhang 2013] Q. Zhang, P.V. Cicek, F. Nabki, M. El-Gamal, "Thin-film encapsulation technology for above-IC MEMS wafer-level packaging", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol.23, 2013
- [Zhang 2008] W. Zhang, A. Matin, E. Beyne, W. Ruythooren, "Optimizing Au and In micro-bumping for 3D chip stacking", *ECTC*, p.1984-1989, 2008 (DOI : 10.1109/ECTC.2008.4550255).
- [Zhang 2007] G.G. Zhang, X.F. Ang, Z. Chen, C.C. Wong, J. Wei, "Critical temperatures in thermocompression gold stud bonding", *Journal of Applied Physics*, vol.102, 2007 (DOI : 10.1063/1.2783974).
- [Zhang 2005] W.-Y. Zhang, J.P. Labukas, S. Tatic-Lucic, L. Larson, T. Bannuru, R.P. Vinci, G.S. Ferguson, "Novel room-temperature first-level packaging process for microscale devices", *Sensors and actuators, A. Physical*, vol.123, n°4, p.646-654, 2005 (DOI : 10.1016/j.sna.2005.03.008).
- [Zhu 2006] X. Zhu, D.M. Aslam, J.P. Sullivan, "The application of polycrystalline diamond in a thin film packaging process for MEMS resonators", *Diamond and Related Materials*, vol.15, n°11, p.2068-2072, 2006 (DOI : 10.1016/j.diamond.2006.08.027)
- [Zhuang 2005] Yan Xin Zhuang, Aric Menon, "Wettability and thermal stability of fluorocarbon films deposited by deep reactive ion etching", *Journal of Vacuum Science Technology A Vacuum Surfaces and Films*, vol.23, n°3, p.434-439, 2005 (DOI : 10.1116/1.1875232).
- [Zhong 2012] H. Zhong, Z. Xiao, X. Jiao, J. Yang, H. Wang, R. Zhang, Y. Shi, "Residual stress of AlN films RF sputter deposited on Si(111) substrate", *Mater Sci: Mater Electron*, 2012 (DOI 10.1007/s10854-012-0760-3).
- [Zhong 2004] D.G. Zong, C.W. Ong, M. Aravind, M.P. Tsang, C.L. Choy, D. Lu, D. Ma "Tensile strength of aluminium nitride films", *Philosophical Magazine*, vol.84, n°31, p.3353-3373, 2004 (DOI : 10.1080/14786430412331283604).
- [Zywitzki 2002] O. Zywitzki, K. Goedicke, H. Morgner, "Structure and properties of Al₂O₃ layers deposited by plasma activated electron beam evaporation", *Surface & Coatings Technology - SURF COAT TECH*, vol.151, n°1, p.14-20, 2002 (DOI : 10.1016/S0257-8972(01)01632-2).