



**HAL**  
open science

## DF-1000 series : une gamme de film sec photosensible pour les MEMS, BioMEMS...

Rémi Courson

► **To cite this version:**

Rémi Courson. DF-1000 series : une gamme de film sec photosensible pour les MEMS, BioMEMS...  
Rapport LAAS n° 15197. 2015. hal-01875348

**HAL Id: hal-01875348**

**<https://laas.hal.science/hal-01875348>**

Submitted on 17 Sep 2018

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

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

# DF-1000 series : une gamme de film sec photosensible pour les MEMS, BioMEMS...

Mai 2015

Auteur : Rémi Courson

**Objectif :** Ce rapport a pour but de présenter la gamme de films secs photosensibles DF-1000 series et ainsi démontrer leur potentialité quant à la fabrication de MEMS/BioMEMS.

## 1 Introduction

La résine photosensible SU-8 a prouvé via de nombreux travaux son potentiel dans la fabrication de MEMS/BioMEMS. Cependant, comme l'illustre le Tableau 1, ce matériau est très onéreux et chronophage du point de vue de sa mise en œuvre. Dans le cadre du PIA nanobiotechnologies « Digidiag » un des objectifs consistait à réaliser une étude de marché afin d'identifier puis qualifier un produit capable de remplacer l'utilisation de la SU-8 dans la fabrication de dispositifs microfluidiques tridimensionnels. Ce dernier devait répondre au cahier des charges suivant :

- Matériau bas coût
- Capable de haut rapport de forme
- Bonne stabilité chimique
- Pas ou peu fluorescent
- Biocompatible

Cette étude de marché a permis d'isoler la gamme de film sec photosensible DF-1000 series (Engineered Materials Systems, Inc.). En effet, comme montré dans le Tableau 1, pour une couche de 50 $\mu$ m, le coût est divisé d'un facteur dix et la mise en œuvre est trois fois plus rapide.

	SU-8 (3050) (50 $\mu$ m)	DF-1050 (50 $\mu$ m)
<b>Tarif d'une couche (pour un wafer 4")</b>	16 €	1.6 €
<b>Durée de process pour la structuration d'une couche</b>	1h40	30 min

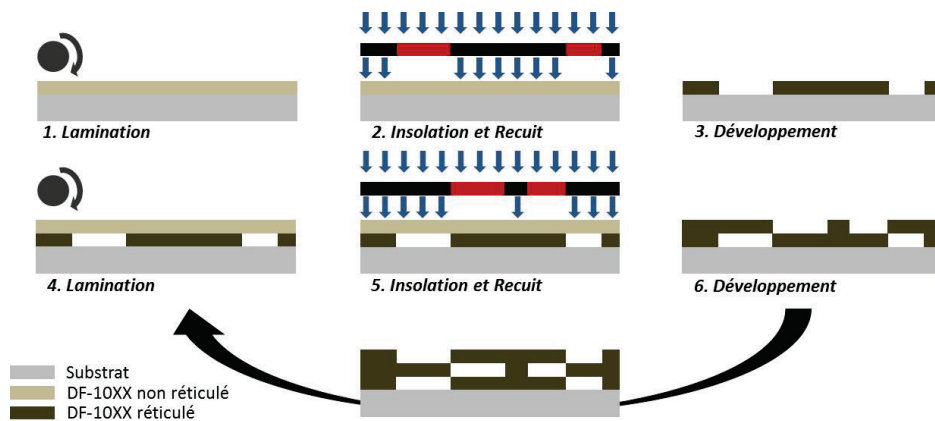
**Tableau 1 : Comparaison du coût et du temps de mise en œuvre de deux matériaux photosensibles.**

A noter qu'il existe d'autres fournisseurs de films secs (TOK, DuPont, DJ DevCorp) mais le coût de ces produits est moins attractif que celui du DF-1000 series.

La suite de ce rapport est consacrée à la présentation des différentes caractérisations menées sur cette gamme de film sec photosensibles.

## 2 Mise en forme et résolution du DF-1000 series

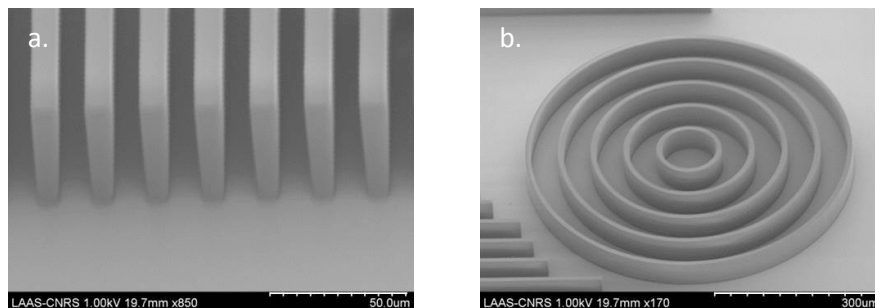
Le DF-1000 series est commercialisé sous forme de rouleau avec une gamme d'épaisseurs disponibles de 5 à 50  $\mu$ m (les deux derniers chiffres du 1000, de DF-1000, indiquant l'épaisseur du film). La structuration de ce matériau à la surface d'un substrat utilise la combinaison de deux techniques : la lamination et la lithographie. La première va permettre de déposer de manière simple, rapide et uniforme une couche sur un substrat tandis que la deuxième va permettre de structurer la couche déposée (étape 1 à 3 de la Figure 1). Par la suite, il est possible de fabriquer des dispositifs 2D, par lamination et structuration d'un deuxième film sec sur le premier (étape 4 à 6), et également 3D (répétition des étapes 4 à 6).



**Figure 1 : Schématisation du procédé de fabrication 2D et 3D par la superposition de DF-1000 series et l'utilisation des techniques de lamination et de lithographie.**

Le film est déposé sur un substrat à l'aide d'un lamineur dont nous contrôlons la température, la pression et la vitesse des rouleaux. Néanmoins, la lamination n'est pas la seule technique disponible pour déposer le film sur un substrat. Il est tout à fait possible d'envisager d'utiliser la nano impression ou encore le wafer bonder. En somme, un équipement dont la température et la force exercée sur le substrat pression peuvent être contrôlées.

Dans un premier temps, la résolution du film sec a été étudiée. La Figure 2 illustre les résultats optimisés quant à ce test de résolution.



**Figure 2 : Images MEB de a. une ouverture (obtenue avec une dose de 290 mJ/cm<sup>2</sup> et un PEB de 7 min à 100°C) et b. d'une ligne de DF-1050 (obtenue avec une dose de 310 mJ/cm<sup>2</sup> et un PEB de 8 min à 100°C).**

La Figure 2a montre des ouvertures de 10 µm dans un film d'épaisseur 50 µm, tandis que la Figure 2b montre des lignes de 7 µm de largeur toujours sur une couche de 50 µm d'épaisseur. Autrement dit, ce film sec photosensible admet un rapport d'aspect de 5:1 pour des structures ouvertes et de 7:1 pour des lignes.

Ce matériau offre la possibilité de structurer des monocouches, mais également de réaliser des structures 2D et 3D. Les Figure 3a et 3b montrent des dispositifs microfluidiques bi et tridimensionnels<sup>1</sup>. De plus, l'état des travaux actuels ne montre aucune altération de la résolution dans une structure multicouche.

<sup>1</sup> Pour des renseignements complémentaires sur la microstructuration 3D, contactez Anne-Marie GUÉ.

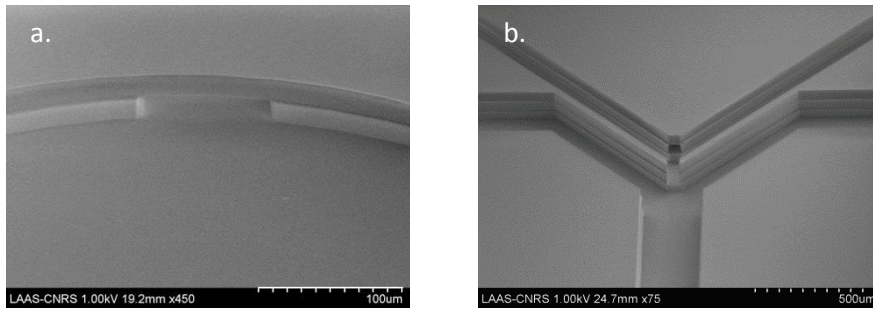


Figure 3 : a. Microcanal 2D fabriqué avec deux couches de DF-1050. b. Réseau de microcanaux 3D réalisé par un empilement de quatre couches de DF-1050 (image MEB avant lamination du dernier niveau de film).

### 3 Caractérisation menées sur ce le DF-1000 series

Les caractérisations que nous avons menées sur ce film sec ont été orientées vis-à-vis de sa future utilisation dans des puces microfluidiques. Nous avons donc caractérisé son absorbance et auto fluorescence, sa contrainte mécanique et sa résistance chimique.

#### 3.1 Propriétés optiques

Dans le domaine microfluidique, la détection par microscopie de fluorescence est très utilisée comme moyen d'observation dans les microcanaux. Il est donc nécessaire que le matériau soit transparent à la longueur d'onde d'excitation et que son auto-fluorescence soit faible voire nulle.

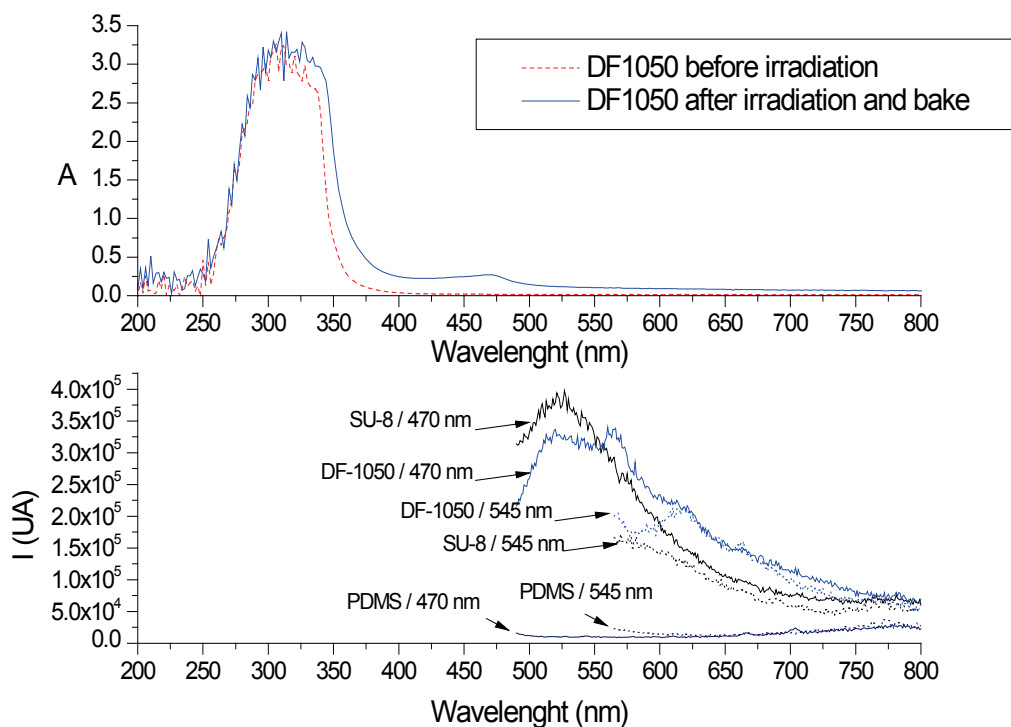


Figure 4 : a. Spectres d'absorption du DF-1050 et b. Spectres de fluorescence du DF-1050, de la SU-8 et du PDMS. L'excitation a été réalisée à 470 et 545 nm et la détection enregistrée à partir de 475 et 550 nm respectivement jusque 800 nm.

Nous avons donc quantifié l'absorbance dans le domaine du visible (utilisation d'un spectrophotomètre Hewlett Packard HP8452A à barrettes de diodes) ainsi que l'auto-fluorescence (utilisation d'un Quantamaster 1 de la société Photon Technology International) à deux longueurs d'onde d'excitation, 470 et 545 nm, du matériau DF-1050. Les résultats sont regroupés dans la Figure 4.

La plupart des colorants absorbent et réémettent au-dessus de 490 nm dans une région où le film DF-1050 absorbe (Figure 4a). Cependant, cette absorption du film est faible et peut être considérée comme négligeable vis-à-vis de l'intensité de fluorescence couramment obtenue avec ces colorants.

D'après la Figure 4b, l'intensité de fluorescence de la SU-8 et du DF-1050 sont semblables pour les deux longueurs d'ondes d'excitation mais, cependant, supérieure à celle des PDMS qui n'est pas fluorescent selon cette expérimentation (limite de détection de l'appareil) et Piruska et al. [1]. Cependant, l'auto fluorescence de la SU-8 n'interfère pas dans la détection par fluorescence [2].

Ces expériences montrent que le DF-1000 series a une faible auto-fluorescence et est donc compatible avec la plupart des applications microfluidiques utilisant la détection par fluorescence.

### 3.2 Contraintes du DF-1000 series

La fabrication de dispositif microfluidiques bi ou tridimensionnels implique un empilement de couche. La contrainte résiduelle est donc un facteur à prendre en compte et donc à caractériser. Par exemple, un niveau élevé de stress peut générer des fissures dans la couche ou peut rendre l'étape d'alignement très difficile en raison de la flexion du wafer. Cependant, dans le cas de la SU-8 ou la contrainte résiduelle n'est pas négligeable, la fabrication de puces 3D a déjà été démontrée et largement utilisé. Nous avons donc mesuré et comparé, à l'aide d'un profilomètre mécanique (KLA-Tencor P-16+), les contraintes résiduelles d'un film de DF-1005 et d'une couche de SU-8 de 5 $\mu$ m d'épaisseur, les deux, déposées sur un wafer de silicium.

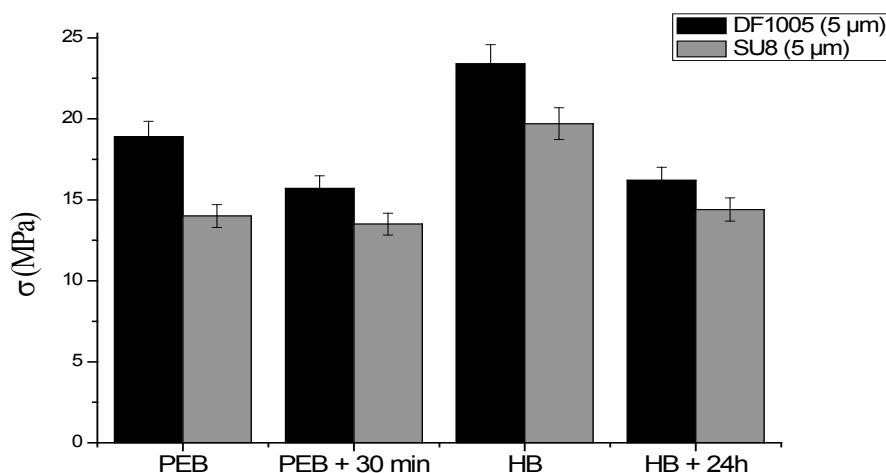


Figure 5 : Comparaison des contraintes résiduelles d'une couche de SU-8 de 5 $\mu$ m et d'un film de DF-1005 après chaque étape de recuit.

Pour le DF-1005, le PEB (Post Exposure Bake) et le HB (Hard-Bake) ont été réalisés sur plaque chauffante à 100°C pendant 5 min et à 155°C pendant 7 min respectivement. En ce qui concerne la SU-8, le PEB a été fait sur une plaque chauffante à 95°C pendant 3 min et le HB à 125°C pendant 2 min. Les résultats sont donnés dans la Figure 5.

Directement après le PEB le stress du DF-1005 est plus important que celui de la SU-8. Cependant, après 30 min, nous voyons qu'une relaxation s'est opérée diminuant de 16 % les contraintes résiduelles du DF-1005. Cette évolution n'est pas visible dans le cas de la SU-8 où le stress de la couche est constant. Finalement, les contraintes des deux matériaux atteignent le même ordre de grandeur.

Dans les deux cas, le HB a provoqué une forte augmentation des contraintes résiduelles des deux matériaux. Cette évolution est principalement due à l'augmentation du taux de réticulation. Néanmoins on constate une relaxation, visible et stable après 24h pour les deux matériaux autour de 15 MPa, dans le même ordre de grandeur qu'après l'étape de PEB.

Cette étude montre que les contraintes résiduelles sont du même ordre de grandeur entre les deux matériaux et qu'il est donc tout à fait possible de réaliser des dispositifs nécessitant un empilement multiple de couches avec le DF-1000 series.

### 3.3 Stabilité chimique du DF-1000 series

Différents liquides sont utilisés dans les puces microfluidiques dont certains solvants agressifs comme l'acétone ou le diméthylsulfoxyde (DMSO). Il était donc primordial de vérifier la résistance du DF-1000 series à ces solvants. Une couche de DF-1050 réticulée et recuite (Hard-Bake) a donc été immergée pendant 30 jours dans quatre solvants (éthanol, isopropanol, acétone et DMSO). L'épaisseur a été caractérisée à l'aide d'un profilomètre mécanique. Les résultats sur la variation d'épaisseur sont présentés en Figure 6.

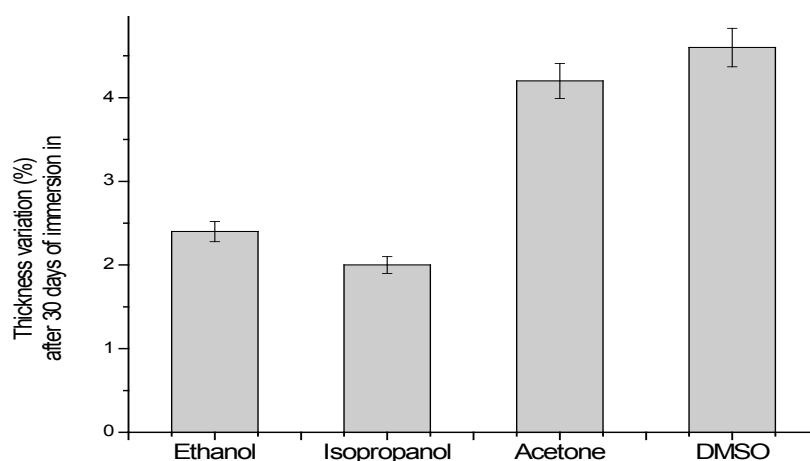


Figure 6 : Résistance du DF-1050 à différents solvants.

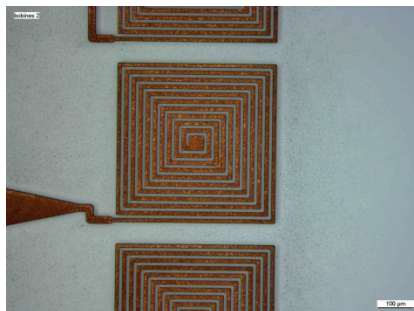
Après 30 jours d'immersion, la variation d'épaisseur maximale, observée avec le DMSO, est de l'ordre de 5%. De plus, aucune fissure sur la surface du matériau n'a été observée au microscope optique. Le matériau est donc chimiquement stable.

### **3.4 Biocompatibilité du DF-1000 series**

Une étude qualitative préliminaire a été réalisée au laboratoire (salle C211). Les résultats positifs obtenus nous ont amené à faire appel à une société, Namsa<sup>®</sup>, afin de réaliser une étude quantitative selon la norme ISO 10993-5. Les résultats ont montré que le DF-1050 testé n'a eu aucun effet cytotoxique sur les cellules, L-929, de souris utilisées. Cette étude prouve donc que le DF-1000 series est compatible avec des applications biologiques.

### **3.5 Compatibilité entre le DF-1000 series et les dépôts métalliques par PVD**

Des éléments fonctionnels, tels que des micro bobines, peuvent être incorporés dans les dispositifs microfluidiques. La compatibilité entre le DF-1000 series et les techniques de dépôt PVD a donc été naturellement étudiée. Une couche mince de Ti/Cu a été évaporée (bâti Edwards Poly) sur un film de DF-1050, insolé mais non développé. L'étape suivante consistait à définir les bobines par masquage d'une résine positive puis de faire croître la couche de cuivre par dépôt électrolytique. Pour finir, la résine positive est dissoute dans l'acétone et la « seed layer » de Ti/Cu est gravée afin de libérer les microbobines, illustrées dans la Figure 7 suivante.



**Figure 7 : Image de microscopie optique de microbobines en cuivre réalisées sur une couche de DF-1050.**

Cet exemple montre donc que le DF-1000 series est compatible avec la technique d'évaporation par effet joule.

L'investigation sur l'usage d'autres techniques n'a pas encore été menée car de la résine non insolée et non développée était encore présente sur le substrat rendant incompatible l'utilisation notamment du canon à électrons. Cependant, des tests devraient être menés.

## **4 Compléments d'informations**

Afin de compléter les caractérisations que nous avons menées sur ce matériau, le Tableau 2 présente d'autres caractéristiques de ce film sec photosensible : ces données sont fournies par la société commercialisant le DF-1000 series.



<b><i>Solvant résiduel (avant insolation et recuit)</i></b>	<i>&lt; 1.2 %</i>
<b><i>Température d'utilisation après insolation et recuit</i></b>	<i>-60 à 200°C</i>
<b><i>Température de transition vitreuse (DMA, Tan Delta)</i></b>	<i>145°C</i>
<b><i>Coefficient de dilation thermique (TMA)</i></b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Alpha 1 (&lt;T<sub>g</sub>)</i></li> <li>• <i>Alpha 2 (&gt;T<sub>g</sub>)</i></li> </ul>	<i>60µm/m°C</i> <i>160µm/m°C</i>
<b><i>Module d'Young (DMA)</i></b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>@ 25°C</i></li> <li>• <i>@ 100°C</i></li> <li>• <i>@ 150°C</i></li> </ul>	<i>4.5 GPa</i> <i>3.5 GPa</i> <i>2.5 GPa</i>

**Tableau 2 : Caractéristiques complémentaires données par le fournisseur de la gamme de film sec photosensible DF-1000 series.**

## **5 Conclusion**

Au travers du projet PIA nanobiotechnologies « Digidiag », un matériau, le DF-1000 series a été étudié. Nous avons montré que ce film sec photosensible répondait en tout point au cahier des charges fixés. En effet, ce matériau est bas coût ; capable de haut rapport de forme (7:1 pour des “lignes” et 5:1 pour des “ouvertures”) ; il est chimiquement stable ; sa faible auto-fluorescence le rend compatible avec la plupart des expérimentations utilisant la détection par fluorescence ; et enfin le DF-1000 series est biocompatible et convient donc à des applications biologiques.

Autrement dit, le DF-1000 series est tout à fait concurrentiel de la SU-8 car sa mise en forme est plus rapide et qu’il est moins onéreux.

## **Références**

- [1] A. Piruska, I. Nikcevic, S.H. Lee, C. Ahn, W.R. Heineman, P.A. Limbach and C.J. Seliskar, Lab Chip, 2005, 5, 1348–1354.
- [2] S. Cargou, H. Kabbara, M. Mader, P. Joseph, A. Boukabache and A. M. Gué, European Conference on Microfluidics µFLU12-135, 2012, 7p.

Pour en savoir plus : R. Courson, S. Cargou, V. Conedera, M. Fouet, M.C. Blatche, C.L. Serpentine and A.M. Gue, RSC Advances, 2014, 4, 54847-54853.