

Desenvolvimento de processos de microfabricação com resiste espesso SU-8 e de selagem de dispositivo.

Jefferson Muniz Rocha (CTI) jefferson.rocha@cti.gov.br

Resumo

Estratégias e técnicas implementadas em processos de microfabricação são continuamente desenvolvidas com foco em melhoria contínua e maior entendimento das características inerentes aos procedimentos e aos materiais utilizados. Neste contexto, é necessária a avaliação das possibilidades de variações em parâmetros de processo para obter resultados mais satisfatórios de acordo com as características esperadas para o dispositivo microfabricado. Neste artigo, foram otimizados processos fotolitográficos com resiste espesso SU-8 em substrato piezoelétrico e de selagem com contato direto entre camadas do fotorresiste para obtenção de estrutura em espiral dupla com regiões para entrada e saída de fluido. Caracterizações visuais, por microscopia óptica e por perfilometria foram realizadas e demonstraram melhora significativa nos processos, com obtenção de um dispositivo selado com canais desobstruídos e que possibilita a continuação do desenvolvimento de processos para aplicações em microfluídica.

Palavras-chave: Microfabricação, Microfluídica, SU-8, Selagem.

1. Introdução

O desenvolvimento de novas técnicas de microfabricação e otimização de parâmetros envolvidos em técnicas já consolidadas tem alta relevância na busca por de melhores resoluções e definições de estruturas de acordo com as necessidades do dispositivo final (COLTRO et al., 2007). Canais microfabricados para manipulação de fluidos e partículas podem ser utilizados implementação de análises químicas e biológicas em dispositivos miniaturizados, portáteis e de baixo custo (REN; ZHOU; WU, 2013), podem ainda ser integrados em sensores e atuadores (MARRE; JENSEN, 2010).

Diferentes materiais poliméricos podem ser utilizados para fabricação de canais em dispositivos microfluídicos: de polímeros elastoméricos como PDMS a fotorresistes como o SU-8, que tem sido amplamente utilizado nesta aplicação por possuir, por exemplo, alta resistência química e possibilitar deposição de camadas espessas com alta razão de aspecto (LORENZ et al., 1997, 1998; MARTINEZ-DUARTE; MADOU, 2016). A solução deste resiste é composta por uma resina epóxi, um composto fotoativo sensibilizador e um solvente orgânico (OLZIERSKY et al., 2010) sendo assim, o entendimento das características das etapas envolvidas e dos processos químicos e físicos decorrentes da presença destes compostos são necessários para o melhoramento do processo de microfabricação de acordo com as características desejadas para o dispositivo final.

A etapa de selagem para dispositivos microfluídicos é uma etapa necessária para o controle do volume de solventes, amostras e reagentes, além de ser importante para a prevenção de extravasamento de líquido para regiões não desejadas dos dispositivos microfabricados (TEMIZ et al., 2015). Diferentes estratégias têm sido apresentadas para selagem de dispositivos

microfluídicos fabricado com SU-8: utilização de uma camada intermediária para promover a ligação entre as camadas de SU-8 (BILENBERG et al., 2004; PAN et al., 2002) ou ainda com selagem direta entre camadas de SU-8 (BILENBERG et al., 2004; GHODSSI et al., 2002; HELBO; KRISTENSEN; MENON, 2003). Neste trabalho foram avaliadas algumas estratégias modificadas a fim de obter um dispositivo microfluídico selado a partir de contato direto entre camadas de SU-8.

2. Materiais e métodos

2.1. Materiais

Todos os procedimentos foram realizados em ambientes de sala limpa classes 10 e 100 em temperatura $20,0 \pm 1,0^\circ \text{C}$ com humidade controlada na faixa de 40-60%. As lâminas de quartzo utilizadas foram de 3 polegadas (angle 42, deg 45') da SAWIER, as soluções de fotorresiste SU-8 100, SU-8 5 e de SU-8 *Developer* foram obtidas com a Microchem. Água deionizada (resistividade $18.0 \Omega \cdot \text{cm}$, pH ~ 6.0), álcool isopropílico P.A. (Êxodo Científica), acetona P.A. (NEOM), solução sulfocrômica e nitrogênio (P Pesquisa 99,998%) foram utilizados em etapas intermediárias dos processos.

2.2. Tratamento de superfície

Os substratos de quartzo e vidro passaram por procedimentos de limpeza com solução sulfocrômica, água deionizada, álcool isopropílico, jateamentos de nitrogênio e elevação de temperatura para desidratação em estufa a vácuo (Qulalivac) a 120°C por 1 hora. Anteriormente à etapa de adição de resiste, as lâminas passaram por etapa adicional de tratamento de superfície com plasma de oxigênio (PLASMA TECHNOLOGY) por 3 minutos (Potência – 100W, Pressão – 200mTorr, fluxo de gás – 20SCCM).

2.3. Projeto, desenho e escrita de máscara fotolitográfica

O projeto da máscara fotolitográfica utilizada para transferência de padrões foi feito em CAD (do inglês, *Computer Aided Design*) com auxílio de um software específico para geração de espiras. Uma estrutura em espiral dupla contendo canais e espaçamento entre canais de 100 μm foi fabricada em um substrato de borossilicato de 4x4 polegadas recoberto com cromo e resiste AZ 1518 (Clariant Corporation), utilizando-se um gerador de padrões de alta resolução por escrita direta a laser (DWL 66FS da Heidelberg).

2.4. Processo fotolitográfico

Após fabricação da máscara e tratamento de superfície da lâmina, o fluxo básico do processo fotolitográfico inicia-se com a deposição de fotorresiste com *spin coater* (Cee 200CBX Brewer) com parâmetros específicos como velocidade de rotação e rampa de elevação de velocidade. Tem-se, então, uma etapa de elevação de temperatura em chapa de aquecimento (Cole Palmer) com parâmetros pré-determinados chamada de *pre-bake*. Após atingir novamente temperatura ambiente, a lâmina é destinada à etapa de exposição à radiação ultravioleta com comprimento de onda específico para transferência de padrões da máscara fotolitográfica com copiadora de máscaras (Tamarack modelo I55). Após exposição, uma nova etapa de elevação de temperatura em chapa de aquecimento é necessária, esta é chamada de *post-exposure bake*. A lâmina é

destinada, então, para etapa de revelação com solução reveladora específica para o resiste utilizado por tempo pré-determinado. Esta é lavada com álcool isopropílico, passa por processo de secagem com nitrogênio, por inspeção final e, dependendo da utilização do dispositivo microfabricado, passa por uma etapa final de aquecimento chamada de *hard bake*.

2.5. Processo de selagem

Diferentes procedimentos foram planejados e executados visando contato direto entre camadas de resiste SU-8 dispostos em lâminas diferentes: 100µm de SU-8 50 em lamina de quartzo e 5µm de SU-8 5 em lâmina de vidro (“tampa”). Após finalização dos procedimentos, o dispositivo selado era caracterizado visualmente buscando analisar a presença de bolhas e regiões não-seladas; era, então, cortado afim de avaliar sua secção transversal e a região de contato entre as camadas de resiste presentes anteriormente nas lâminas de quartzo e vidro, além da manutenção da abertura dos canais na estrutura após selagem.

2.6. Caracterizações

As caracterizações da máscara e das lâminas em momentos prévios, intermediários e posteriores ao processo fotolitográfico foram feitas por inspeção visual e por microscopia óptica (LD200 da NIKON com *software NIS Elements*). As caracterizações de espessura, avaliações de perfil de canal ou ainda de medidas de larguras ou espaçamentos entre canais foram feitas por perfilometria (DEKTAK KT) com varredura padrão e ponteira de 12,5 µm e ângulo de 45°. Sendo assim, para caracterizar as estruturas obtidas em resiste espesso após processo de fotolitografia, foram feitas medidas em diferentes pontos da estrutura: canais nas regiões de entrada, canais ao longo da espira e espaçamento entre canais. Para obtenção de imagens da secção transversal de dispositivos selados utilizou-se microscópio USB e os softwares *Open Source* de obtenção e tratamento de imagens *Micro-Manager 1.4.22* e *ImageJ*.

3. Resultados

3.1. Fabricação de máscara e otimização de processo fotolitográfico

Os valores medidos para máscara fotolitográfica com software que acompanha o microscópio utilizado demonstraram consistência com as medidas presentes no desenho em CAD. Estes valores foram utilizados como base de comparação para os valores medidos após processo fotolitográfico.

Para o desenvolvimento e otimização do processo anteriormente ao início do processo de selagem, a cada lâmina processada foram feitas inspeções visuais, medidas de espessura, de largura e espaçamento entre canais na espira. Utilizando-se os resultados obtidos, juntamente com conhecimentos detalhados do processo de fabricação e das características físico-químicas do resiste utilizado, variações de parâmetros de processo eram feitas para que os valores se aproximassem das medidas obtidas para a máscara utilizada e para uma espessura requerida de 100µm. As variações dos resultados ao longo do processo de otimização estão resumidas na *Figuras 01*, que apresenta ainda uma grupo de colunas referentes aos valores esperados (coluna *Objetivo* na *Figura 01*) após finalização do processo.

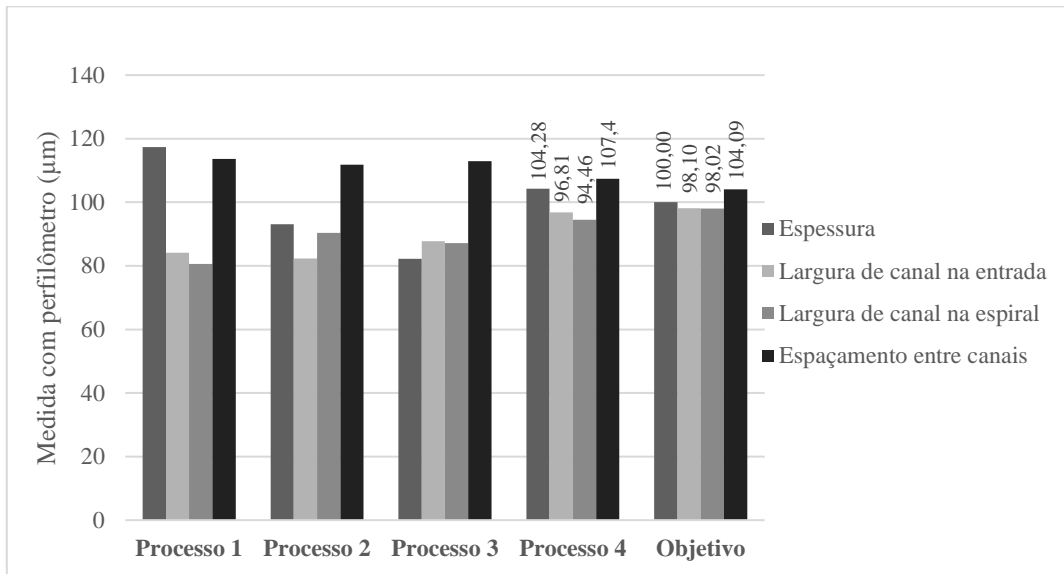


Figura 01: Variação das medidas com DEKTAK ao longo dos processos fotolitográficos para os diferentes processos avaliados, bem como os valores objetivados com base em medidas para máscara fotolitográfica

Dentre os processos avaliados, o Processo 4 apresentou melhores resultados de acordo com os valores esperados e estes estão apresentados na Figura 01. A Tabela 01 apresenta os parâmetros para este processo.

Etapa	1	2
Plasma de oxigênio	2 min (100W, 200mTor e fluxo de gás de 20 SCCM)	
Spin coating	600 rpm / 20 s	1100 rpm / 50 s
Repouso		10 minutos
Pre bake	65 °C / 10 min	95 °C / 25 min
Repouso		10 minutos
Exposição		280 mJ/cm ²
Post-exposure bake	65 °C / 1 min	95 °C / 10 min
Repouso		10 minutos
Revelação		10

Tabela 01 – Parâmetros de processo para 100 μm de SU-8 50

3.2. Processo de selagem de dispositivo

Inicialmente foram planejados e avaliados quatro processos de selagem com: **A)** Lâminas processadas completa e separadamente, inclusive com etapas de revelação e contato entre resistes feito sob elevação de temperatura; **B)** Contato entre as lâminas anteriormente à etapa de exposição para a “tampa” contendo 5 μm de espessura de resiste SU-8 5 com a lâmina de quartzo contendo as estruturas em SU-8 50 já com processo completo, com exceção da etapa de *Hard Bake* (HELBO; KRISTENSEN; MENON, 2003); **C)** Contato entre as lâminas na etapa de *Post-exposure bake* para a “tampa”; **D)** Etapa de revelação das duas lâminas sendo feitas juntas (GHODSSI et al., 2002).

Após caracterizações por inspeção visual e obtenção e imagens com microscópio USB em seções transversais, conclui-se que o Processo B apresentou melhores resultados. Sendo assim, este foi estudado separadamente com variações específicas em parâmetros de processo (não apresentadas neste trabalho) e a Figura 02 apresenta um fluxograma contendo todas as etapas e parâmetros utilizados para o processo final.

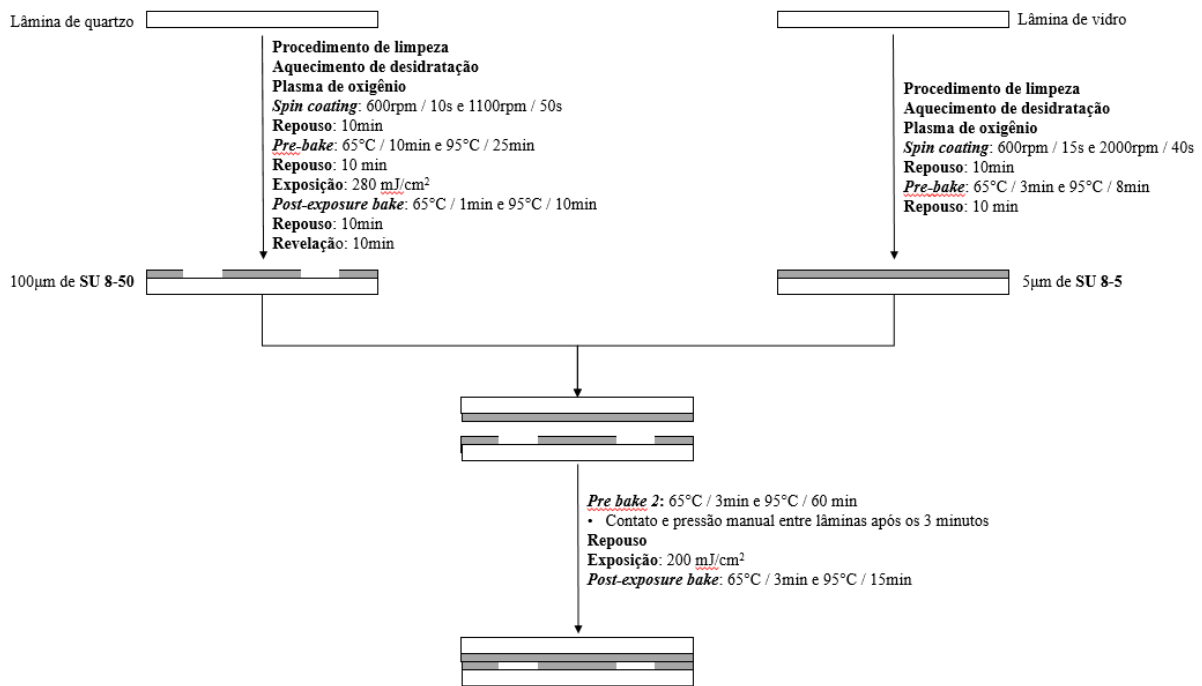


Figura 02: Fluxograma com etapas do processo de selagem final incluindo parâmetros de processo.

A Figuras 03 apresenta imagens obtidas com microscópio digital USB para a lâmina de quartzo após processo fotolitográfico e anteriormente ao processo de selagem e para o dispositivo selado.

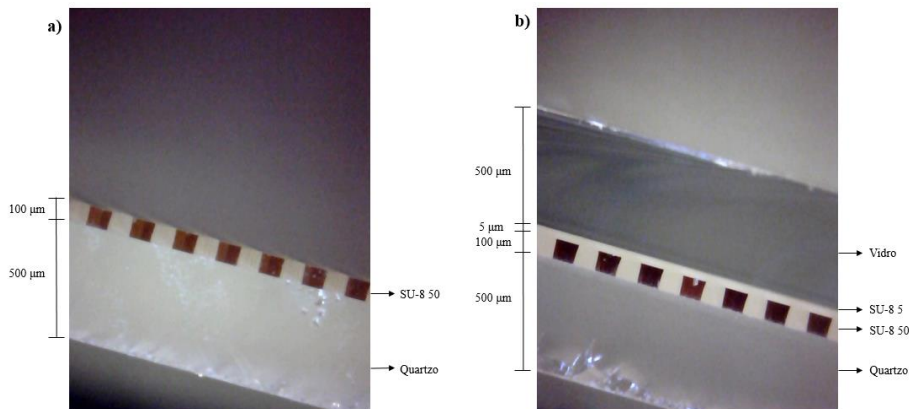


Figura 04: Imagem obtida com microscópio digital USB de secção transversal com valores aproximados para espessura de resiste

Um problema comum que ocorre após etapas de selagem de dispositivos microfluídico em SU-8 é o entupimento de canais (HELBO; KRISTENSEN; MENON, 2003). Neste caso, os canais apresentaram-se desobstruídos após processo fotolitográfico em lâmina de quartzo e assim permaneceram após selagem do dispositivo, o que é imprescindível para aplicação neste tipo de dispositivo.

4. Conclusão

Utilizando-se de uma máscara projetada, fabricada por escrita direta a laser e devidamente caracterizada, o processo fotolitográfico com resiste espesso SU-8 foi melhorado com foco em espessura, larguras de canais e espaçamento entre estes, além de inspeções visuais constantemente feitas durante as etapas dos processos. Foram aplicadas diferentes estratégias para selagem deste dispositivo utilizando-se contato direto entre camadas de 100 e 5 μm de espessura de SU-8, presentes respectivamente em substratos de quartzo e vidro. A melhor estratégia foi o contato entre as lâminas anteriormente à etapa de exposição para a “tampa” com a lâmina de quartzo contendo as estruturas com espessura de 100 μm com processo finalizado. Não se observou entupimento dos canais, o que permite continuação do desenvolvimento dos processos para aplicação em dispositivos microfluídicos.

Referências

- BILENBERG, B. et al. PMMA to SU-8 bonding for polymer based lab-on-a-chip systems with integrated optics. **Journal of Micromechanics and Microengineering**, v. 14, n. 6, p. 814–818, 2004.
- COLTRO, W. K. T. et al. Microsistemas de análises químicas. Introdução, tecnologias de fabricação, instrumentação e aplicações. **Química Nova**, v. 30, n. 8, p. 1986–2000, 2007.
- GHODSSI, R. et al. Microfluidic systems with on-line UV detection fabricated in photodefinable epoxy. **Journal of Micromechanics and Microengineering**, v. 11, n. 3, p. 263–269, 2002.
- HELBO, B.; KRISTENSEN, A.; MENON, A. A micro-cavity fluidic dye laser. **Journal of Micromechanics and Microengineering**, v. 13, n. 2, p. 307–311, 2003.
- LORENZ, H. et al. SU-8: A low-cost negative resist for MEMS. **Journal of Micromechanics and Microengineering**, v. 7, n. 3, p. 121–124, 1997.
- LORENZ, H. et al. High-aspect-ratio, ultrathick, negative-tone near-UV photoresist and its applications for MEMS. **Sensors and Actuators, A: Physical**, v. 64, n. 1, p. 33–39, 1998.
- MARRE, S.; JENSEN, K. F. Synthesis of micro and nanostructures in microfluidic systems. **Chemical Society Reviews**, v. 39, n. 3, p. 1183–1202, 2010.
- MARTINEZ-DUARTE, R.; MADOU, M. J. SU-8 photolithography and its impact on microfluidics. **Microfluidics and Nanofluidics Handbook: Fabrication, Implementation, and Applications**, n. August 2016, p. 231–268, 2016.
- PAN, C. T. et al. A low-temperature wafer bonding technique using patternable materials. **Journal of Micromechanics and Microengineering**, v. 12, n. 5, p. 611–615, 2002.
- REN, K.; ZHOU, J.; WU, H. Materials for microfluidic chip fabrication. **Accounts of Chemical Research**, v. 46, n. 11, p. 2396–2406, 2013.
- TEMIZ, Y. et al. Lab-on-a-chip devices: How to close and plug the lab? **Microelectronic Engineering**, v. 132, p. 156–175, 2015.