

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



**Semiconductor devices – Micro-electromechanical devices –
Part 15: Test method of bonding strength between PDMS and glass**

**Dispositifs à semiconducteurs – Dispositifs microélectromécaniques –
Partie 15: Méthode d'essai de la résistance de collage entre PDMS et verre**



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2015 IEC, Geneva, Switzerland

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from either IEC or IEC's member National Committee in the country of the requester. If you have any questions about IEC copyright or have an enquiry about obtaining additional rights to this publication, please contact the address below or your local IEC member National Committee for further information.

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'IEC ou du Comité national de l'IEC du pays du demandeur. Si vous avez des questions sur le copyright de l'IEC ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de l'IEC de votre pays de résidence.

IEC Central Office
3, rue de Varembe
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel.: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00
info@iec.ch
www.iec.ch

About the IEC

The International Electrotechnical Commission (IEC) is the leading global organization that prepares and publishes International Standards for all electrical, electronic and related technologies.

About IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC. Please make sure that you have the latest edition, a corrigenda or an amendment might have been published.

IEC Catalogue - webstore.iec.ch/catalogue

The stand-alone application for consulting the entire bibliographical information on IEC International Standards, Technical Specifications, Technical Reports and other documents. Available for PC, Mac OS, Android Tablets and iPad.

IEC publications search - www.iec.ch/searchpub

The advanced search enables to find IEC publications by a variety of criteria (reference number, text, technical committee,...). It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details all new publications released. Available online and also once a month by email.

Electropedia - www.electropedia.org

The world's leading online dictionary of electronic and electrical terms containing more than 30 000 terms and definitions in English and French, with equivalent terms in 15 additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) online.

IEC Glossary - std.iec.ch/glossary

More than 60 000 electrotechnical terminology entries in English and French extracted from the Terms and Definitions clause of IEC publications issued since 2002. Some entries have been collected from earlier publications of IEC TC 37, 77, 86 and CISPR.

IEC Customer Service Centre - webstore.iec.ch/csc

If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre: csc@iec.ch.

A propos de l'IEC

La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est la première organisation mondiale qui élabore et publie des Normes internationales pour tout ce qui a trait à l'électricité, à l'électronique et aux technologies apparentées.

A propos des publications IEC

Le contenu technique des publications IEC est constamment revu. Veuillez vous assurer que vous possédez l'édition la plus récente, un corrigendum ou amendement peut avoir été publié.

Catalogue IEC - webstore.iec.ch/catalogue

Application autonome pour consulter tous les renseignements bibliographiques sur les Normes internationales, Spécifications techniques, Rapports techniques et autres documents de l'IEC. Disponible pour PC, Mac OS, tablettes Android et iPad.

Recherche de publications IEC - www.iec.ch/searchpub

La recherche avancée permet de trouver des publications IEC en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études,...). Elle donne aussi des informations sur les projets et les publications remplacées ou retirées.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Restez informé sur les nouvelles publications IEC. Just Published détaille les nouvelles publications parues. Disponible en ligne et aussi une fois par mois par email.

Electropedia - www.electropedia.org

Le premier dictionnaire en ligne de termes électroniques et électriques. Il contient plus de 30 000 termes et définitions en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans 15 langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (IEV) en ligne.

Glossaire IEC - std.iec.ch/glossary

Plus de 60 000 entrées terminologiques électrotechniques, en anglais et en français, extraites des articles Termes et Définitions des publications IEC parues depuis 2002. Plus certaines entrées antérieures extraites des publications des CE 37, 77, 86 et CISPR de l'IEC.

Service Clients - webstore.iec.ch/csc

Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions contactez-nous: csc@iec.ch.

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



**Semiconductor devices – Micro-electromechanical devices –
Part 15: Test method of bonding strength between PDMS and glass**

**Dispositifs à semiconducteurs – Dispositifs microélectromécaniques –
Partie 15: Méthode d'essai de la résistance de collage entre PDMS et verre**

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 31.080.99

ISBN 978-2-8322-2291-1

Warning! Make sure that you obtained this publication from an authorized distributor. Attention! Veuillez vous assurer que vous avez obtenu cette publication via un distributeur agréé.
--

CONTENTS

FOREWORD.....	3
1 Scope.....	5
2 Normative references	5
3 Terms and definitions	5
4 Testing method.....	6
4.1 Visual test.....	6
4.1.1 General	6
4.1.2 Equipment	6
4.1.3 Procedure.....	6
4.1.4 Visual test results	6
4.2 Bonding strength test.....	6
4.2.1 General	6
4.2.2 Sample preparation	7
4.2.3 Procedure.....	7
4.2.4 Result of blister test.....	8
4.3 Contact angle measurement	8
4.3.1 General	8
4.3.2 Equipment	8
4.3.3 Procedure.....	8
4.3.4 Result of test	9
4.4 Hermeticity test.....	9
4.4.1 General	9
4.4.2 Equipment	9
4.4.3 Procedure.....	10
4.4.4 Result of test	10
Bibliography.....	11
Figure 1 – Blister mask	7
Figure 2 – PDMS blister	8
Figure 3 – Contact angle measurement of water drop on PDMS.....	9
Figure 4 – Test set-up for hermeticity.....	10
Table 1 – Result of visual test.....	6

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**SEMICONDUCTOR DEVICES –
MICRO-ELECTROMECHANICAL DEVICES –****Part 15: Test method of bonding
strength between PDMS and glass**

FOREWORD

- 1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as "IEC Publication(s)"). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
- 3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
- 4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
- 5) IEC itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
- 6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
- 7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
- 8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
- 9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 62047-15 has been prepared by subcommittee 47F: Micro-electromechanical systems, of IEC technical committee 47: Semiconductor devices.

The text of this standard is based on the following documents:

FDIS	Report on voting
47F/208/FDIS	47F/213/RVD

Full information on the voting for the approval of this standard can be found in the report on voting indicated in the above table.

This publication has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 2.

A list of all parts in the IEC 62047 series, published under the general title *Semiconductor devices – Micro-electromechanical devices*, can be found on the IEC website.

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC web site under "<http://webstore.iec.ch>" in the data related to the specific publication. At this date, the publication will be

- reconfirmed,
- withdrawn,
- replaced by a revised edition, or
- amended.

IMPORTANT – The 'colour inside' logo on the cover page of this publication indicates that it contains colours which are considered to be useful for the correct understanding of its contents. Users should therefore print this document using a colour printer.

SEMICONDUCTOR DEVICES – MICRO-ELECTROMECHANICAL DEVICES –

Part 15: Test method of bonding strength between PDMS and glass

1 Scope

This part of IEC 62047 describes test method for bonding strength between poly dimethyl siloxane (PDMS) and glass. Silicone-based rubber, PDMS, is used for building of chip-based microfluidic devices fabricated using lithography and replica moulding processes. The problem of bonding strength is mainly for high pressure applications as in the case of certain peristaltic pump designs where an off chip compressed air supply is used to drive the fluids in micro channels created by a twin layer, one formed by bondage between glass with replica moulded PDMS and another between PDMS and PDMS. Also, in case of systems having pneumatic microvalves, a relatively high level of bonding particularly between two replica moulded layers of PDMS becomes quite necessary. Usually there is a leakage and debonding phenomena between interface of bonded areas, which causes unstability and shortage of lifetime for MEMS devices. This standard specifies general procedures on bonding test of PDMS and glass chip.

2 Normative references

The following documents, in whole or in part, are normatively referenced in this document and are indispensable for its application. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

IEC 62047-9, *Semiconductor devices – Micro-electromechanical devices – Part 9: Wafer to wafer bonding strength measurement for MEMS*

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the following terms and definitions apply.

3.1

complete bonded area

bonded wafer without void areas

3.2

hydrophilic

physical property of a molecule that can bond with water (H₂O) through hydrogen bonding

Note 1 to entry: A definition of the term "molecule" can be found on this page:
<http://en.wikipedia.org/wiki/Molecule>.

Note 2 to entry: A definition of "hydrogen bond" can be found on this page:
http://en.wikipedia.org/wiki/Hydrogen_bonding.

3.3

hydrophobic

property that tend to be non-polar molecules which form aggregates of like molecules in water and analogous intramolecular interactions

3.4

PDMS

silicone-based rubber poly dimethyl siloxane having a chemical formula of $(\text{H}_3\text{C})_3\text{SiO}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_n\text{Si}(\text{CH}_3)_3$

4 Testing method

4.1 Visual test

4.1.1 General

The visual test should be performed to confirm whether substantial other bonding tests are required. Visual test is a simple qualitative test method.

Optical equipment shall be used to evaluate the bonding interface of glass to PDMS and PDMS to PDMS.

4.1.2 Equipment

One or a few equipments of optical microscope, scanning acoustic microscope, scanning electron microscope (SEM), transmission electron microscope (TEM) and infra-red (IR) or optical camera can be used.

4.1.3 Procedure

The procedure is as follows:

- a) to observe bonding conditions using the optical microscope;
- b) to measure voids areas and bubbles using images observed images by optical microscope and IR camera.

4.1.4 Visual test results

The test results can be classified into three classes after observation based on the Key in Table 1 for each.

Table 1 – Result of visual test

Type numbers or serial numbers of objective wafer	Good	Fair	Poor
1			
2			
3			
Key Good – complete bonded area larger than 95 % Fair – complete bonded area larger than 75 % Poor – complete bonded area larger than 50 %			

4.2 Bonding strength test

4.2.1 General

The bond strength is measured using the blister test wherein a blister of 3 mm diameter is made in PDMS using photolithography and replica moulding techniques. General requirements are given in IEC 62047-9.

4.2.2 Sample preparation

The masks for selective patterning are designed and printed by using a high-resolution printer (see Figure 1).

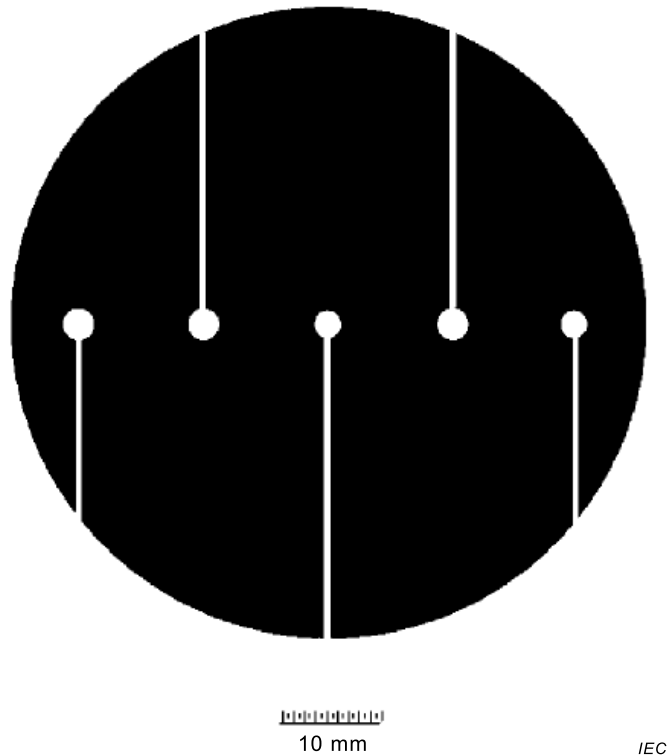


Figure 1 – Blister mask

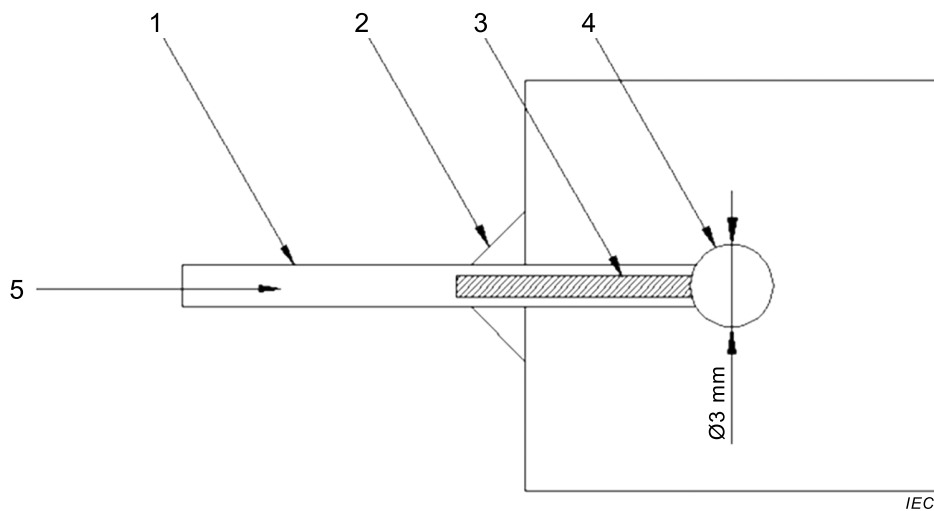
The fabrication of the blister is done in two layers. The negative photoresist is spun onto a cleaned glass wafer of 63,5 mm diameter.

The typical thickness of the resist is about 200 μm after spinning. The negative photoresist is next patterned using the mask as shown in Figure 1. This negative is used to cast the PDMS up to 2,5 mm thickness.

After curing the PDMS cast, pieces of size 12,7 mm $\times$ 12,7 mm are cut around the blister shapes. These are then bonded to pieces of plain PDMS, or cleaned glass slides of similar size by plasma treatment. For glass/PDMS bonding, the glass slides are thoroughly cleaned by boiling in piranha solution (5:1 ratio of concentrated and 30% solution) for 3 min to 4 min and then, repeatedly washed in DI water before plasma exposure.

4.2.3 Procedure

After fabricating the blister, an input port is attached to it using a steel pipe and a polyether ether ketone (PEEK) tubing, which is epoxied to one of the edges (see Figure 2). A regulated nitrogen or air supply is connected to the device.



Key

- | | |
|--|-----------|
| 1 PEEK tubing | 2 Epoxy |
| 3 Steel tube | 4 Blister |
| 5 Compressed nitrogen or air to expand the blister | |

Figure 2 – PDMS blister

4.2.4 Result of blister test

The pressure at which the blister starts to fail is noted down. The pressure is proportional to the bonding strength.

4.3 Contact angle measurement

4.3.1 General

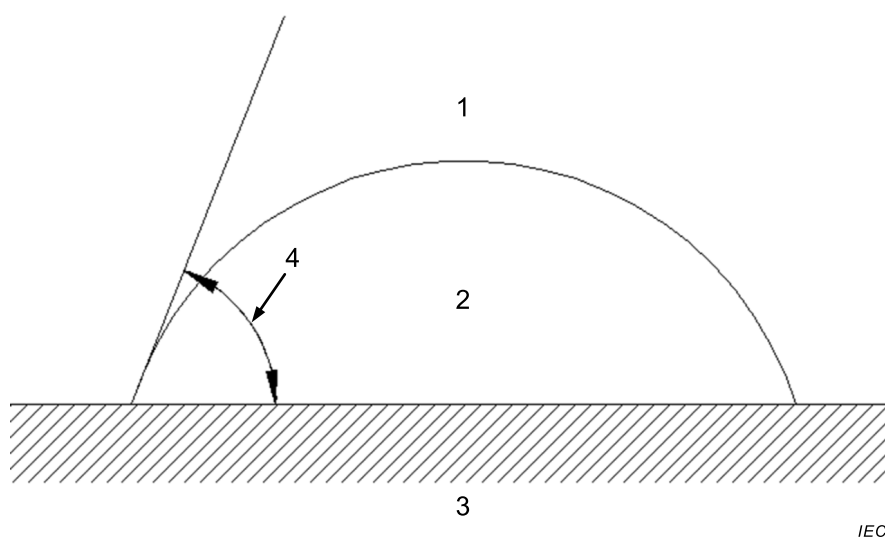
Contact angle measurement is the ideal method to characterize surface wettability and widely used technique of loss and recovery of hydrophobicity of silicone rubbers. So, this method can be used to accurately measure the hydrophilic characteristic of a surface for a polymer like PDMS, whose surface properties change speedily with post exposure time.

4.3.2 Equipment

A camera of the contact angle setup should be used. Simultaneously, a separate set of Glass-PDMS and PDMS-PDMS substrates exposed in the same run of the exposure tool are brought into conformal position with each other after a similar span of time, as required to transit the exposed wafer and put a water drop over it.

4.3.3 Procedure

For accuracy of measurement, the contact angle measurement system used in this part of IEC 62047 is positioned close to the plasma exposure tool. This enables to capture the image of a water droplet, dropped on the plasma treated sample within the first one minute of the plasma exposure. Figure 3 shows the contact angle (θ) between the surface and a water droplet.



IEC

Key

- | | |
|--------|------------|
| 1 Air | 2 Water |
| 3 PDMS | 4 θ |

Figure 3 – Contact angle measurement of water drop on PDMS**4.3.4 Result of test**

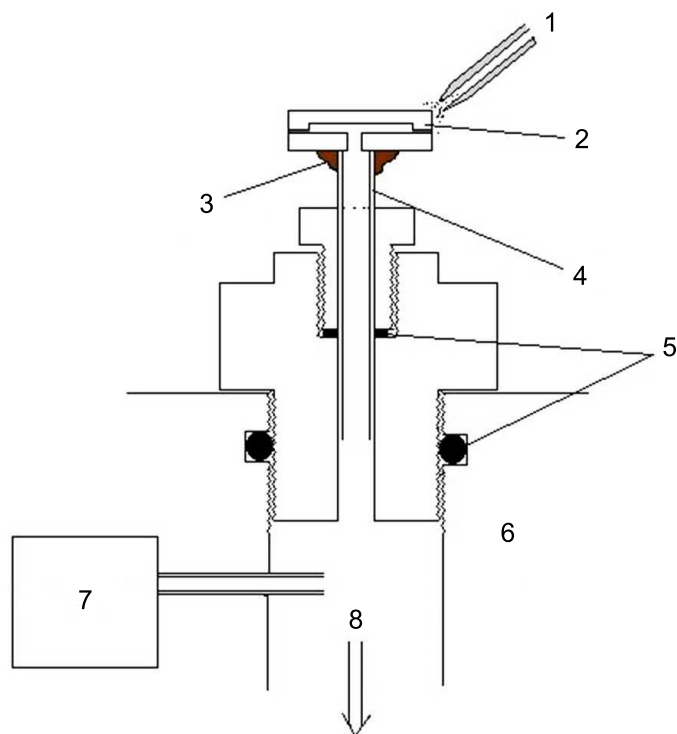
Write down the angle (θ) as shown in Figure 3.

4.4 Hermeticity test**4.4.1 General**

This is a kind of leakage test between PDMS and PDMS chip or PDMS and glass chip. This test can be applied in case of having a channel in structure.

4.4.2 Equipment

Prepare for the test set-up as shown in Figure 4.



IEC

Key

- | | |
|-----------------|-----------------|
| 1 Helium gas | 2 Bonded sample |
| 3 Sealing paste | 4 Glass tube |
| 5 O-Ring | 6 Leak detector |
| 7 Leak detector | 8 Pump out |

Figure 4 – Test set-up for hermeticity

4.4.3 Procedure

After pumping out chamber, apply helium gas to the interface of bonded area as shown in Figure 4. Check the leak from the leak detector in Figure 4. If there is no leak, keep pumping out chamber until detecting the leak.

4.4.4 Result of test

Write down the chamber pressure when there is a leak for the first time.

NOTE Even though PDMS is a permeable material, checking the leakage level of bonded area gives important criterion for the next step of fabrication process.

Bibliography

Shantanu Bhattacharya, Arindom Datta, Jordan M. Berg, and Shubhra Gangopadhyay, *Studies on Surface Wettability of Poly (Dimethyl) Siloxane (PDMS) and Glass Under Oxygen-Plasma Treatment and Correlation With Bond Strength*, JOURNAL OF MICROELECTROMECHANICAL SYSTEMS, VOL. 14, NO. 3, JUNE 2005

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	13
1 Domaine d'application	15
2 Références normatives	15
3 Termes et définitions	15
4 Méthode d'essai	16
4.1 Essai visuel	16
4.1.1 Généralités	16
4.1.2 Matériel	16
4.1.3 Mode opératoire	16
4.1.4 Résultats des essais visuels	16
4.2 Essai de la résistance de collage	17
4.2.1 Généralités	17
4.2.2 Préparation des échantillons.....	17
4.2.3 Mode opératoire	18
4.2.4 Résultat de l'essai de cloque	18
4.3 Mesure de l'angle de contact	18
4.3.1 Généralités	18
4.3.2 Matériel	18
4.3.3 Mode opératoire	18
4.3.4 Résultat de l'essai	19
4.4 Essai d'herméticité.....	19
4.4.1 Généralités	19
4.4.2 Matériel	19
4.4.3 Mode opératoire	20
4.4.4 Résultat de l'essai	20
Bibliographie.....	21
Figure 1 – Masque de cloque	17
Figure 2 – Cloque de PDMS.....	18
Figure 3 – Mesure de l'angle de contact d'une gouttelette d'eau sur du PDMS	19
Figure 4 – Montage d'essai d'herméticité	20
Tableau 1 – Résultat d'essai visuel	16

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**DISPOSITIFS À SEMICONDUCTEURS –
DISPOSITIFS MICROÉLECTROMECHANQUES –****Partie 15: Méthode d'essai de la résistance
de collage entre PDMS et verre**

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de l'IEC). L'IEC a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, l'IEC – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de l'IEC"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'IEC, participent également aux travaux. L'IEC collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de l'IEC concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de l'IEC intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de l'IEC se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de l'IEC. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que l'IEC s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; l'IEC ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de l'IEC s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de l'IEC dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de l'IEC et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) L'IEC elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de l'IEC. L'IEC n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à l'IEC, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de l'IEC, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de l'IEC ou de toute autre Publication de l'IEC, ou au crédit qui lui est accordé.
- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de l'IEC peuvent faire l'objet de droits de brevet. L'IEC ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale IEC 62047-15 a été établie par le sous-comité 47F: Systèmes microélectromécaniques, du comité d'études 47 de l'IEC: Dispositifs à semiconducteurs.

Le texte anglais de cette norme est issu des documents 47F/208/FDIS et 47F/213/RVD. Le rapport de vote 47F/213/RVD donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

La version française de cette norme n'a pas été soumise au vote.

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/IEC, Partie 2.

Une liste de toutes les parties de la série IEC 62047, publiées sous le titre général *Dispositifs à semiconducteurs – Dispositifs microélectromécaniques*, peut être consultée sur le site web de l'IEC.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de l'IEC sous "<http://webstore.iec.ch>" dans les données relatives à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

- reconduite,
- supprimée,
- remplacée par une édition révisée, ou
- amendée.

IMPORTANT – Le logo "*colour inside*" qui se trouve sur la page de couverture de cette publication indique qu'elle contient des couleurs qui sont considérées comme utiles à une bonne compréhension de son contenu. Les utilisateurs devraient, par conséquent, imprimer cette publication en utilisant une imprimante couleur.

DISPOSITIFS À SEMICONDUCTEURS – DISPOSITIFS MICROÉLECTROMECHANIQUES –

Partie 15: Méthode d'essai de la résistance de collage entre PDMS et verre

1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC 62047 décrit la méthode d'essai de la résistance de collage entre polydiméthylsiloxane (PDMS) et verre. Le caoutchouc de silicone, PDMS, est utilisé pour la réalisation de puces microfluidiques, fabriquées en utilisant des processus de lithographie et de moulage d'empreinte. Le problème de la résistance de collage se pose principalement pour les applications à haute pression, par exemple dans le cas de la conception de certaines pompes péristaltiques, lorsqu'une alimentation en air comprimé hors puce est utilisée pour entraîner les fluides dans des microcanaux créés par une double couche, l'une étant formée par collage entre verre et PDMS moulé d'empreinte et une autre entre PDMS et PDMS. D'autre part, dans le cas des systèmes comportant des microsoupapes pneumatiques, un niveau de collage relativement important entre deux couches moulées d'empreinte de PDMS devient relativement nécessaire. Il existe habituellement un phénomène de fuite et de décollement à l'interface des zones collées, produisant une instabilité et une diminution de la durée de vie des dispositifs MEMS. La présente norme définit les modes opératoires généraux de l'essai de collage de PDMS et puce de verre.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités en référence de manière normative, en intégralité ou en partie, dans le présent document et sont indispensables pour son application. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

IEC 62047-9, *Dispositifs à semiconducteurs – Dispositifs microélectromécaniques – Partie 9: Mesure de la résistance de collage de deux plaquettes pour les MEMS*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

zone collée complète

plaquette collée sans zone vide

3.2

hydrophile

propriété physique d'une molécule pouvant se lier à l'eau (H₂O) par liaison hydrogène

Note 1 à l'article: Une définition du terme "molécule" figure à la page suivante:
<http://fr.wikipedia.org/wiki/Mol%C3%A9cule>.

Note 2 à l'article: Une définition de "liaison hydrogène" figure à la page suivante
http://fr.wikipedia.org/wiki/Liaison_hydrog%C3%A8ne.

3.3

hydrophobe

propriété tendant à constituer des molécules non polaires qui forment des agrégats de molécules semblables dans l'eau et interactions intramoléculaires analogues

3.4

PDMS

polydiméthylsiloxane, caoutchouc de silicone dont la formule chimique est $(\text{H}_3\text{C})_3\text{SiO}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_n\text{Si}(\text{CH}_3)_3$

4 Méthode d'essai

4.1 Essai visuel

4.1.1 Généralités

Il convient d'effectuer un essai visuel pour confirmer si d'autres essais de collage substantiels sont nécessaires. L'essai visuel est une méthode d'essai qualitative simple.

Un appareillage optique doit être utilisé pour évaluer l'interface de collage verre sur PDMS et PDMS sur PDMS.

4.1.2 Matériel

On peut utiliser un ou plusieurs appareils parmi lesquels un microscope optique, un microscope acoustique à balayage, un microscope électronique à balayage (MEB), un microscope électronique à transmission (MET) ou un appareil de prise de vue infrarouge ou optique.

4.1.3 Mode opératoire

Le mode opératoire est le suivant:

- pour observer les conditions de collage, utiliser le microscope optique;
- mesurer les zones vides et les bulles en utilisant les images observées au microscope optique et un appareil de prise de vue infrarouge.

4.1.4 Résultats des essais visuels

Les résultats des essais peuvent être rangés en trois classes après avoir effectué une observation fondée sur la Légende du Tableau 1 pour chacun d'entre eux.

Tableau 1 – Résultat d'essai visuel

Numéros de type ou numéros de série de la plaquette visée	Bon	Correct	Médiocre
1			
2			
3			
Légende Bon: zone collée complète supérieure à 95 % Correct: zone collée complète supérieure à 75 % Médiocre: zone collée complète supérieure à 50 %			

4.2 Essai de la résistance de collage

4.2.1 Généralités

La résistance de collage est mesurée en utilisant l'essai de cloque, dans lequel une cloque de 3 mm de diamètre est réalisée dans le PDMS au moyen de techniques de photolithographie et de moulage d'empreinte. Les exigences générales sont données dans l'IEC 62047-9.

4.2.2 Préparation des échantillons

Les masques pour la formation sélective de motifs sont conçus et imprimés en utilisant une imprimante à haute résolution (voir la Figure 1).

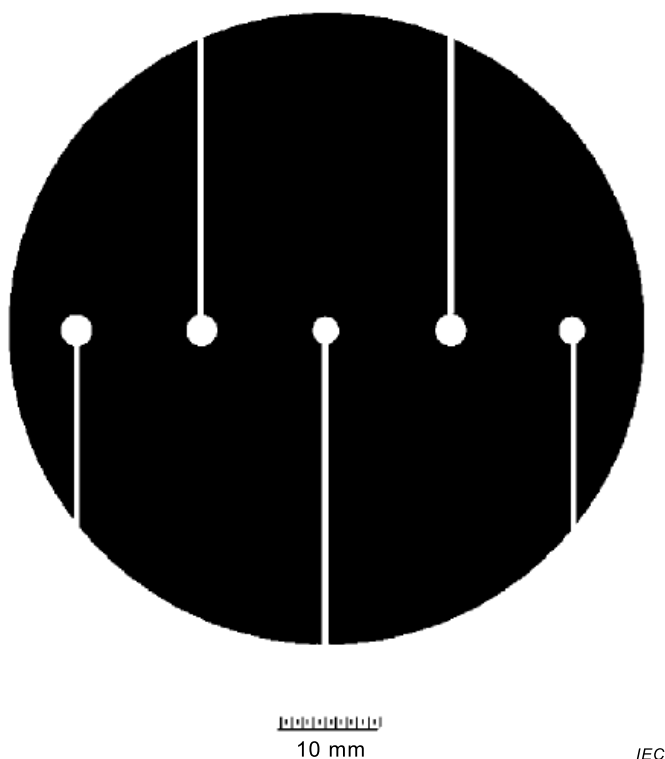


Figure 1 – Masque de cloque

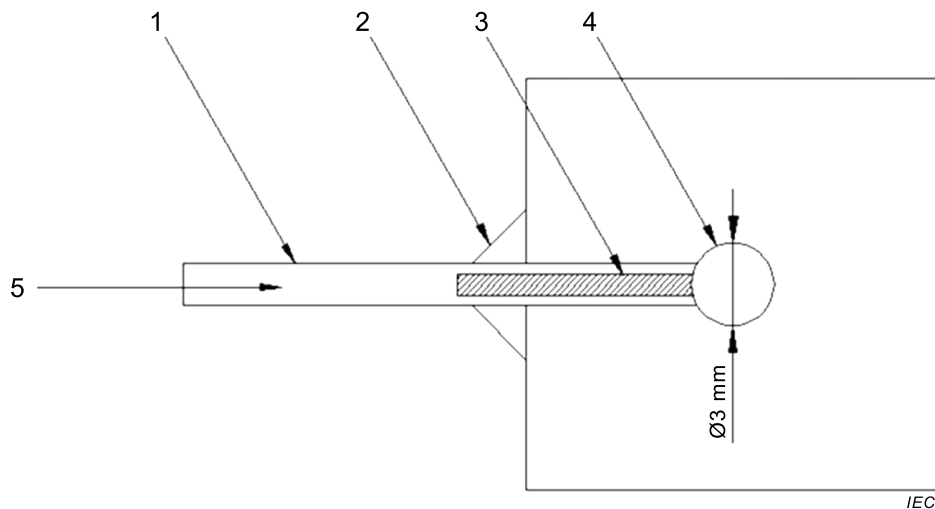
La fabrication de la cloque est réalisée dans deux couches. On fait tourner la résine photosensible négative sur une plaquette de verre nettoyée d'un diamètre de 63,5 mm.

L'épaisseur type de la résine photosensible est d'environ 200 µm après rotation. On forme ensuite un motif de résine photosensible négative en utilisant le masque représenté à la Figure 1. Cette résine négative est utilisée pour couler le PDMS sur une épaisseur allant jusqu'à 2,5 mm.

Après durcissement du coulage de PDMS, des pièces de dimension 12,7 mm × 12,7 mm sont découpées autour des formes de cloque. Celles-ci sont ensuite collées à des pièces de PDMS brut, ou des lamelles de verre nettoyées de dimensions similaires au moyen d'un traitement par plasma. En ce qui concerne le collage verre/PDMS, les lamelles de verre sont nettoyées en profondeur par ébullition dans une solution piranha (rapport de 5:1 de solution concentrée et à 30 %) pendant 3 min à 4 min, puis nettoyées à plusieurs reprises dans de l'eau déionisée avant exposition à un plasma.

4.2.3 Mode opératoire

Après fabrication de la cloque, un accès d'entrée y est fixé en utilisant un tuyau en acier et un tube en polyétheréthercétone (PEEK), muni d'époxy sur l'un des bords (voir la Figure 2). Une alimentation régulée en azote ou en air est raccordée au dispositif.



Légende

- | | | | |
|---|---|---|--------|
| 1 | Tube en PEEK | 2 | Époxy |
| 3 | Tube en acier | 4 | Cloque |
| 5 | Azote ou air comprimé destiné à gonfler la cloque | | |

Figure 2 – Cloque de PDMS

4.2.4 Résultat de l'essai de cloque

La pression à laquelle la cloque commence à présenter une défaillance est consignée. Cette pression est proportionnelle à la résistance de collage.

4.3 Mesure de l'angle de contact

4.3.1 Généralités

La mesure de l'angle de contact est la méthode idéale pour caractériser la mouillabilité de surface et c'est une technique largement utilisée de perte et de récupération d'hydrophobicité des caoutchoucs de silicone. Cette méthode peut donc être utilisée pour mesurer précisément les caractéristiques hydrophiles d'une surface d'un polymère tel que PDMS, dont les propriétés de surface varient rapidement avec le temps de post-exposition.

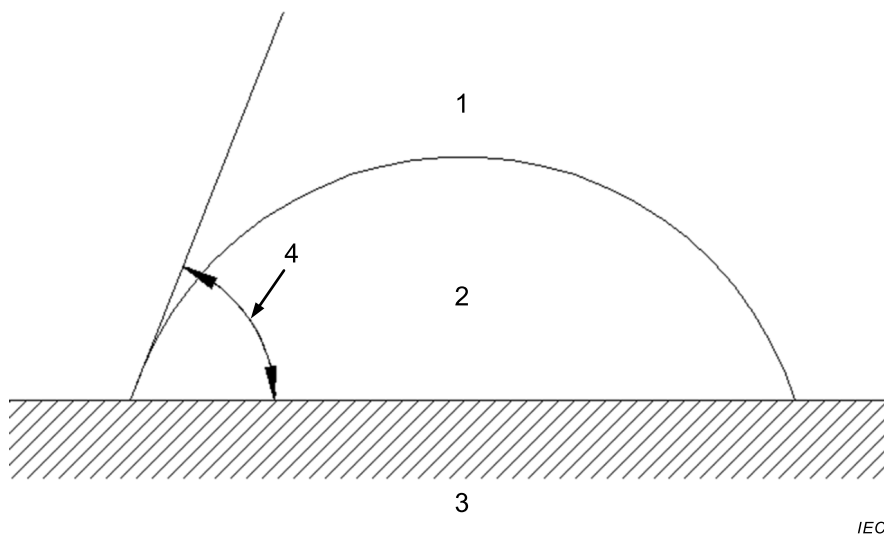
4.3.2 Matériel

Il convient d'utiliser un dispositif de prise de vue du montage de l'angle de contact. Des substrats séparés verre-PDMS et PDMS-PDMS exposés au cours du même passage de l'outil d'exposition sont amenés simultanément en position conforme entre eux après une durée similaire, comme exigé pour transférer la plaquette exposée et déposer une goutte d'eau sur celle-ci.

4.3.3 Mode opératoire

Pour que la mesure soit exacte, le système de mesure de l'angle de contact utilisé dans le présent document est positionné à proximité de l'outil d'exposition au plasma. Ceci permet de prendre l'image d'une gouttelette d'eau déposée sur l'échantillon traité au plasma dans la

première minute de l'exposition au plasma. La Figure 3 représente l'angle de contact (θ) entre la surface et une gouttelette d'eau.

**Légende**

1 Air

2 Eau

3 PDMS

4 θ

Figure 3 – Mesure de l'angle de contact d'une gouttelette d'eau sur du PDMS

4.3.4 Résultat de l'essai

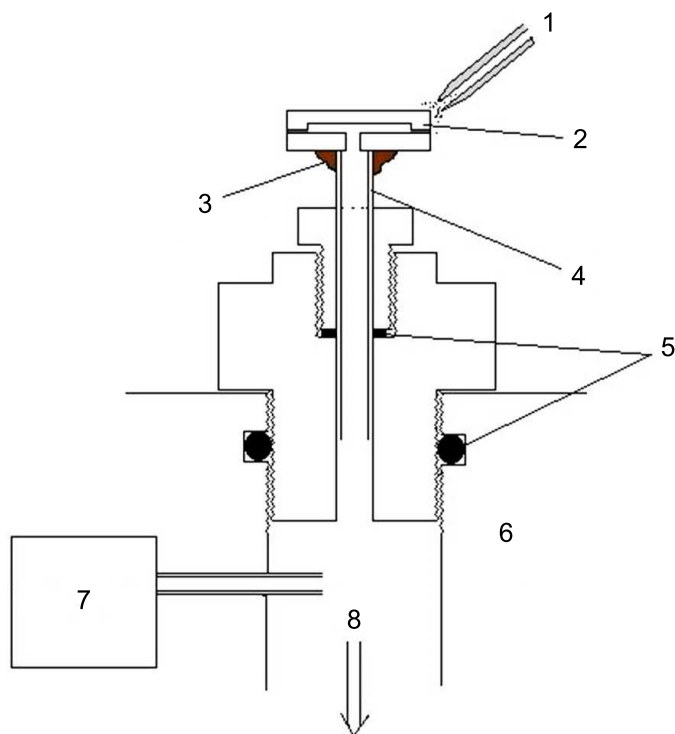
Consigner l'angle (θ) comme indiqué à la Figure 3.

4.4 Essai d'herméticité**4.4.1 Généralités**

Cet essai est un type d'essai de fuite entre PDMS et puce de PDMS ou entre PDMS et puce de verre. Cet essai peut être appliqué dans le cas où l'on a une structure en canal.

4.4.2 Matériel

Préparer le montage d'essai comme représenté à la Figure 4.



IEC

Légende

- | | | | |
|---|--------------------|---|--------------------|
| 1 | Hélium gazeux | 2 | Échantillon collé |
| 3 | Pâte d'étanchéité | 4 | Tube en verre |
| 5 | Joint torique | 6 | Détecteur de fuite |
| 7 | Détecteur de fuite | 8 | Aspiration |

Figure 4 – Montage d'essai d'herméticité

4.4.3 Mode opératoire

Après aspiration de la chambre, appliquer de l'hélium gazeux à l'interface de la zone collée comme représenté à la Figure 4. Contrôler les fuites du détecteur de fuite de la Figure 4. S'il n'y a pas de fuite, continuer à aspirer la chambre jusqu'à détection de la fuite.

4.4.4 Résultat de l'essai

Consigner la pression de la chambre à l'apparition de la première fuite.

NOTE Même si le PDMS est une matière perméable, le contrôle du niveau de fuite de la zone collée constitue un critère important pour l'étape suivante du processus de fabrication.

Bibliographie

Shantanu Bhattacharya, Arindom Datta, Jordan M. Berg, and Shubhra Gangopadhyay, *Studies on Surface Wettability of Poly (Dimethyl) Siloxane (PDMS) and Glass Under Oxygen-Plasma Treatment and Correlation With Bond Strength*, JOURNAL OF MICROELECTROMECHANICAL SYSTEMS, VOL. 14, NO. 3, JUNE 2005 (disponible en anglais seulement)

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

3, rue de Varembé
PO Box 131
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel: + 41 22 919 02 11
Fax: + 41 22 919 03 00
info@iec.ch
www.iec.ch