

# MICRO-CONTACT PRINTING



*Illustration ILSO / Brochure « A la découverte du Nanomonde »*

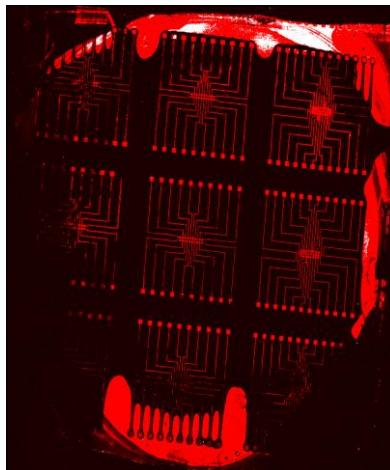
## Introduction à la lithographie douce par impression nanométrique

## De l'échelle nano à l'impression nano

Les premières structures de taille nanométrique ont été réalisées au début des années 1990. Basé sur la lithographie par faisceau d'électrons, le coût de ces structures n'a jamais cessé d'augmenter malgré la généralisation de ces systèmes. Seuls les laboratoires les mieux dotés financièrement ont pu acquérir les équipements nécessaires à la fabrication de ces dispositifs nanométriques. Une méthode alternative d'assemblage a par conséquent été développée : l'impression nanométrique (ou "nanoimprint"). Le nanoimprint a été envisagé la première fois pour réduire la dépendance envers ces équipements lourds sans renoncer à la résolution nanométrique. En utilisant un moule existant en silicium (principal ou "master"), un moulage est réalisé à partir de composés polymères. En fonction du polymère choisi, ce moulage peut servir de moule secondaire pour fabriquer d'autres répliques de moules, ou comme timbre pour le transfert de motifs.

## Le nanoimprint et les applications biologiques

En plus de la réplique de structures, le nanoimprint peut être employé pour le dépôt de composés chimiques ou biologiques. Cette méthode de nanoimprint s'appelle l'impression par micro contact (ou "microcontact printing"  $\mu$ CP) et elle est basée sur les principes du tampon et de l'encreur. Quant au nanoimprint "traditionnel", un des objectifs du  $\mu$ CP est de réduire les coûts et de permettre la réalisation de nouveaux dispositifs (cf. "lab-on-a-chip"). Un timbre polymère est d'abord fabriqué par nanoimprint, puis ses motifs sont "enrés" de molécules phosphorescentes : ces molécules peuvent ensuite être reportées sur une plaque en verre suivant la géométrie prévue. Le résultat est alors observé avec un scanner biologique et donne le type d'image ci-dessous.



*Image de motifs phosphorescents reportés par microcontact printing.*

## Objectifs des travaux pratiques

- Fabriquer votre propre moule principal
- Réaliser la réticulation du polyméthylsiloxane (PDMS) et obtenir un timbre en silicone
- Reporter des molécules phosphorescentes (Cy5) par microcontact printing sur lame de verre
- Observer le résultat au scanner biologique

# Protocole

## Fabrication du masque principal

La fabrication du moule principal inclut le transfert de motifs par illumination UV à travers un masque de photolithographie sur une couche de résine photosensible. La résine photosensible est elle-même employée comme masque pendant la gravure de la plaquette de silicium.

### Photolithographie

Sur une plaquette de silicium 2 pouces :

|                          |  |
|--------------------------|--|
| <input type="checkbox"/> | Enduction et centrifugation de la résine photosensible Shipley s1813 (épaisseur 1,3 $\mu$ m)   |
| <input type="checkbox"/> | Recuit de la plaquette enduite pendant 60s à 100°C   |
| <input type="checkbox"/> | Exposition UV : 4s en mode contact sur une machine d'alignement de masques MA750   |
| <input type="checkbox"/> | Développement de la résine dans un mélange eau désionisée/révéléateur (1:1) pendant 35s à 20°C, rinçage à l'eau désionisée et séchage par centrifugation |
| <input type="checkbox"/> | Observation au microscope optique  |
| <input type="checkbox"/> | Recuit Post développement pendant 4min à 120°C   |

### Gravure ionique réactive

|                          |  |
|--------------------------|--|
| <input type="checkbox"/> | Gravure du silicium  |
| <input type="checkbox"/> | Conditions : Gaz SF6 : débit 30sccm, pression 0.09mBar, puissance 100W, durée 4min                       |
| <input type="checkbox"/> | Retrait de la résine photosensible à l'acétone, rinçage à l'eau désionisée et séchage par centrifugation |
| <input type="checkbox"/> | Vérifier la profondeur de gravure au profilomètre Tencor   |

## Passivation du moule principal – silanisation

Une passivation de surface du moule principal est requise pour faciliter le retrait du timbre silicone réticulé et protéger le moule afin de permettre sa réutilisation ultérieure. Ce traitement consiste à déposer une monocouche auto-assemblée de silanes. Pour permettre la couverture uniforme du silicium, un traitement du silicium par plasma oxygène doit être pratiqué avant le dépôt de silane. Après silanisation, on peut vérifier l'effet de la passivation par modification de l'angle de contact de l'eau. Sur le silane, l'eau ne crée pas de film liquide uniforme mais plutôt de petites gouttelettes.

|                          |  |
|--------------------------|--|
| <input type="checkbox"/> | Traitement par plasma O <sub>2</sub> à 150W pendant 5min, débit O <sub>2</sub> 10sccm  |
| <input type="checkbox"/> | Dans un bécher, verser 20ml d'hexane et 200µl d'octodécyltrichlorosilane (OTS), remplacer l'atmosphère locale par de l'azote N <sub>2</sub> (sous un capot réalisé à l'aide d'une feuille d'aluminium) en utilisant le pistolet d'azote pendant 15s                    |
| <input type="checkbox"/> | Plonger le moule principal dans ce bécher pendant 5min   |
| <input type="checkbox"/> | Penser à refermer le flacon d'OTS sous flux d'azote N <sub>2</sub> en utilisant le pistolet  |
| <input type="checkbox"/> | Retirer le moule principal, faire attention à éviter l'évaporation du film liquide et rincer au trichloroéthylène au-dessus du bac de récupération, puis immerger dans un bécher contenant du trichloroéthylène et sécher ensuite directement à l'azote N <sub>2</sub> |
| <input type="checkbox"/> | Contrôler la passivation avec le test de l'angle de contact de l'eau (surface hydrophobe prévue)   |

## Création du timbre

Le timbre est créé par thermo-réticulation du PDMS Dow Corning SYLGARD 184. L'oligomère et son agent de réticulation sont mélangés dans un tube à essais puis dégazés. En raison de la barrière d'activation, il est nécessaire d'attendre 24h pour la réticulation à la température ambiante. Il n'y a donc aucun risque de polymérisation dans le tube. Le timbre est ainsi créé lorsque le mélange est versé dans le moule et chauffé à 100°C pendant 3 heures. Une "jupe" d'aluminium est utilisée pour permettre une limitation propre des dimensions du timbre. Le PDMS n'adhère pas à l'aluminium, qui n'exige donc aucun traitement de surface préalable.

|                          |  |
|--------------------------|--|
| <input type="checkbox"/> | Nettoyer le tube à essais à l'isopropanol et le sécher   |
| <input type="checkbox"/> | Verser (à l'aide d'une pipette) l'oligomère et l'agent de réticulation (10:1 en poids, 5,5g de masse totale) dans le tube à essais |
| <input type="checkbox"/> | Mélanger vigoureusement le mélange avec la baguette Téflon jusqu'à obtenir un produit monophasé                                    |

|                          |   |
|--------------------------|---|
| <input type="checkbox"/> | Dégazer le mélange pendant 15min jusqu'à ce qu'aucune bulle ne subsiste<br>Des cycles de pompage/ventilation peuvent accélérer la procédure   |
| <input type="checkbox"/> | Verser lentement le mélange polymère sur le moule en évitant la formation et le piégeage de bulles d'air  |
| <input type="checkbox"/> | Dégazer encore pour éliminer les bulles piégées pendant le coulage sur le moule, jusqu'à ce que toutes les bulles disparaissent   |
| <input type="checkbox"/> | Chauffer à 100°C pendant 3h   |
| <input type="checkbox"/> | Retrait du moule : avec un scalpel, couper le PDMS qui peut remplir l'espace entre la plaquette de silicium et la jupe d'aluminium pour créer une entrée d'air. Faire quelques petites flexions avec des brucelles pour commencer le dégagement. Faire attention au risque de fracture du silicium si les flexions sont trop fortes |

## Tamponnage

**Le timbre est encré avec la solution phosphorescente. Le transfert de motifs sur une plaque en verre est réalisé à l'aide du timbre sans appliquer de force supplémentaire, simplement en laissant agir les forces d'attraction entre le verre et le PDMS. Des forces excessives pourraient créer un phénomène comparable à l'essorage d'une éponge et induire un dépôt excédentaire de molécules.**

|                          |   |
|--------------------------|---|
| <input type="checkbox"/> | Encre le timbre avec une goutte de solution Cy5 en utilisant la pipette 200µl de manière à couvrir le timbre au maximum   |
| <input type="checkbox"/> | Attendre 30s  |
| <input type="checkbox"/> | Récupérer la gouttelette restante avec la pipette. Sécher le timbre au pistolet d'azote N <sub>2</sub>  |
| <input type="checkbox"/> | Tenir le timbre par un côté, mettre ce timbre en contact avec la lame de verre sur un bord et établir un contact complet progressif. Ne pas chercher à appuyer, les forces de surface sont assez importantes pour que le contact soit établi correctement |
| <input type="checkbox"/> | Attendre 15s et retirer le timbre   |
| <input type="checkbox"/> | Observation au scanner biologique   |

# Synoptique du procédé

