



Doctoral Thesis

Evaluation of viscoelastic materials for MEMS by creep compliance analysis

Author(s):

Schoeberle, Bernd Michael

Publication Date:

2008

Permanent Link:

<https://doi.org/10.3929/ethz-a-005660384> →

Rights / License:

[In Copyright - Non-Commercial Use Permitted](#) →

This page was generated automatically upon download from the [ETH Zurich Research Collection](#). For more information please consult the [Terms of use](#).

Diss. ETH No. 17512

Evaluation of Viscoelastic Materials for MEMS by Creep Compliance Analysis

Dissertation submitted to
ETH ZURICH

for the degree of
Doctor of Sciences

presented by

BERND MICHAEL SCHÖBERLE

Diplom Ingenieur, Albert Ludwigs Universität Freiburg

born 16.07.1976

citizen of Germany

accepted on the recommendation of

Prof. C. Hierold, examiner

Prof. P. Hauptmann, co-examiner

2008

Abstract

This thesis advances the current state-of-the-art in microscale material testing in two aspects. First, a new methodology is established to determine the long term creep compliance of non-linear viscoelastic thin films using fully clamped diaphragms under tensile stress. Second, the mechanical properties *creep compliance*, *fracture strength* and *intrinsic in-plane stress* of several photosensitive polymers are investigated and quantified with the introduced approach.

The measurement methodology employs the bulge test method, the resonant vibrometry test method and the uniaxial tensile test method. Theoretical models for non-linear viscoelastic behavior of membranes are established and experimentally verified. They include the influence of the specimens' geometry as well as the complex loading conditions. The intrinsic tensile in-plane stress and strain of the polymeric thin films are integrated. Simulations support the model assumption of plain-strain conditions in the chosen geometry of the diaphragms.

A statistically firm experimental analysis of time-dependent mechanical behavior of MEMS-relevant polymers is performed under consideration of material constraints and the measurement technique. The materials are chosen on the basis of a physical property evaluation which reviews their suitability to serve in mechanically active *microelectromechanical systems* (MEMS). Three different negative photoresist formulations are thoroughly characterized. Experimental results are presented for the highly cross-linked epoxy resin *SU-8₂₀₀₂*, the polyimide *PI2737* and for *GLM2060*, a composite version of SU-8, filled with silica nanoparticles.

Based on a series of creep experiments, the isothermal long-term creep behavior of the polymeric thin films in their non-linear viscoelastic regime is extrapolated according to the time-stress superposition principle. Master creep compliance curves, predicting the creep compliance up to $t > 10^{10}s$ are constructed. The shift factors of the individual creep compliance curves can be described by the Eyring theory of stress activated plastic flow for all experiments.

The fracture strengths are quantified and the von-Mises model is verified for the description of the latter under complex loading conditions for *SU-8*. Reference measurements of the fracture strength and the glassy modulus are taken on bone shaped SU-8 samples with an uniaxial tensile test setup. Furthermore, the time and temperature dependent characteristics of the intrinsic in-plane stress of *SU-8₂₀₀₂* membranes are investigated. Additionally, a fourth material is subject to experimental studies: *GCM3060*, a conductive SU-8 composite filled with silver microparticles. It is characterized in its mechanical short term behavior.

All experimentally obtained material properties are summarized in the following table.

Results : Compilation of the most important results of the tested materials. The products *SU-8*₂₀₀₂ (epoxy) and *PI2737* (polyimide) are unfilled negative photosensitive formulations. The composites *GLM2060* and *GCM3060* are based on the standard *SU-8* formulation as matrix with silica nanoparticles and silver microparticles, respectively.

Measurand / Parameter	SU-8₂₀₀₂	PI2737
Initial creep compliance D_0	0.251GPa ⁻¹	0.101GPa ⁻¹
Transient creep compliance D_e	0.310GPa ⁻¹	0.187GPa ⁻¹
Time constant τ	1.84·10 ¹⁰ s	1.10·10 ¹⁰ s
Coupling parameter m	0.208	0.34
Equivalent reference stress $\theta_{eq,ref}$	13.2MPa	13.8MPa
Fracture strength $\sigma_{f,eq}$	62.9MPa	100.1MPa
Initial in-plane strain ϵ_0	0.0038	0.2% .. 0.19%
Initial in-plane stress σ_0	~ 21.4MPa	23.3MPa .. 21.6MPa
Measurand / Parameter	GLM2060	GCM3060
Initial creep compliance D_0	0.199GPa ⁻¹	0.175GPa ⁻¹
Transient creep compliance D_e	0.234GPa ⁻¹	not applicable
Time constant τ	1.86·10 ¹⁰ s	not applicable
Coupling parameter m	0.16	not applicable
Equivalent reference stress $\theta_{eq,ref}$	21.5MPa	not applicable
Fracture strength $\sigma_{f,eq}$	80.1MPa	65.7MPa
Initial in-plane strain ϵ_0	0.54% .. 0.48%	~ 0.27%
Initial in-plane stress σ_0	33.8MPa .. 30.4MPa	~ 22.2MPa

Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit erweitert den aktuellen Stand der Technik im Wesentlichen um zwei Aspekte: Zunächst wird eine Methodik eingeführt, die es erlaubt, die Kriechdehnungen von nicht-linear viskoelastischen Dünnschichten systematisch zu erfassen und über einen langen Zeitraum zu extrapolieren. Die dazu verwendeten Prüflinge sind fest eingespannte, vorgespannte Membranen. Weiterhin werden die mechanischen Eigenschaften *Kriechdehnung*, *Bruchfestigkeit* und *Eigenspannung* mehrerer photosensitiver Polymere mit der neuen Methodik untersucht und quantifiziert.

Die Messungen werden mit der biaxialen Bulgetest Methode und der Resonanz Vibrometrie Methode durchgeführt. Als Referenzmethode wird der uniaxiale Zugtest benutzt. Die aufgestellten theoretischen Modelle beschreiben das nicht-linear viskoelastische Verhalten der dynamisch und statisch belasteten Membranen mit den messtechnisch zugänglichen Größen. Die fabrikationsbedingten, zeitabhängigen Vorspannungen polymerer Dünnschichten und die geometriebedingten, komplexen Beanspruchungen der Proben werden dabei berücksichtigt. Simulationen unterstützen die modellinhärente Annahme unendlich langer Membranen. Die Modelle werden experimentell bestätigt.

Drei verschiedene, für die Mikrosystemtechnik relevante Photolacke werden untersucht. Die Auswahl der getesteten Polymere beruht auf ihrer Eignung als Baumaterial für mechanisch aktive Teile von Mikro-Elektro-Mechanischen-Systemen (MEMS). Bei der Bewertung werden vor allem eine niedrige Kriechdehnung über lange Zeit, sowie hohe Bruchdehnungs- und Belastungsgrenzen berücksichtigt. Statistisch abgesicherte Resultate können für das hochvernetzte Epoxydharz *SU-8₂₀₀₂*, ein Polyimid mit dem Markennamen *PI2737*, und für *GLM2060*, einen Verbundwerkstoff aus einer SU-8 Matrix und Nanoglasspartikeln angegeben werden.

Die Evaluation des nicht-linear viskoelastischen Langzeitverhaltens basiert auf einer Serie von Kurzzeit-Kriechversuchen, die mit Hilfe des Zeit-Spannungs Superpositionsprinzips zu einer einzigen Kurve zusammengesetzt werden können. Diese gibt unter der Bedingung vernachlässigbar kleiner Einflüsse der Alterung - Auskunft über das Kriechverhalten in einem Zeitraum von mehreren Jahren. Die Verschiebungsfaktoren der einzelnen, experimentell bestimmten Kriechdehnungskurven können mit Eyrings Theorie des spannungsaktivierten Kriechens erklärt werden. Darüber hinaus werden die Bruchfestigkeiten quantifiziert. Durch Referenzexperimente wird gezeigt, dass sich die komplexen Belastungszustände von SU-8 mit der Gestaltänderungsenergiehypothese von Mises beschreiben lassen.

Die Untersuchungen liefern neue Erkenntnisse über das mechanische Langzeitverhalten der untersuchten Dünnschichten, ihre Beanspruchungsgrenzen bei mehraxialen Belastungen sowie die zeit- und temperaturabhängigkeit der Vorspannung von

SU-8₂₀₀₂. Zusätzlich werden erstmals Ergebnisse mechanischer Kurzzeitversuche von *GCM3060*, einem leitfähigen, auf SU-8 basierenden Verbundwerkstoff, vorgelegt. Die gewonnenen Materialparameter sind in der vorangegangenen Tabelle zusammen gefasst.