

Roman SZAFRAN

e-mail: roman.szafran@pwr.wroc.pl

Zakład Inżynierii Chemicznej, Wydział Chemiczny, Politechnika Wrocławska, Wrocław

## Fabrykacja mikroaparatury metodą bezpośredniego grawerowania laserowego DLP

### Wstęp

Mikroaparaty (mikromieszalniki, mikroseparatory, mikroreaktory, mikro wymienniki ciepła itp.) są podstawowymi elementami systemów LOC (*Lab On a Chip*) – miniaturowych odpowiedników instalacji procesowych. Przejście ze skali makro do skali mikro i nano w projektowaniu procesów i aparatów nie jest jednak stricte zagadnieniem z dziedziny powiększania skali, z racji odmiennych metod wytwarzania mikroaparatury oraz sposobów realizacji procesów jednostkowych w mikrosystemach.

Projektowanie procesowe i aparaturowe na początku 21. wieku osiągnęło poziom pozwalający sprawnie i efektywnie rozwiązywać problemy związane z symulacjami, projektowaniem, kontrolą, diagnostyką, planowaniem i optymalizacją wielkoskalowych ciągłych i okresowych instalacji przemysłowych. Z racji przesunięcia się środka ciężkości w dziedzinie nowych technologii ze skali metrów do skali milimetrów a nawet nanometrów, koniecznością staje się rozszerzenie metod i algorytmów na nowe obszary aplikacji – instalacje procesowe na chipie.

Mikrochipy złożone są z sieci kanałów o średnicach od kilku do kilkuset mikronów (zwykle  $10\div 300\ \mu\text{m}$ ). Mogą być wytwarzane z szerokiej gamy materiałów, m.in. krzemu, szkła, kwarcu, metali oraz różnego rodzaju tworzyw sztucznych poliestrowych PET, PMMA, PC, oraz PDMS z wykorzystaniem różnorodnych technik: fotolitografii (SU-8), anizotropowego wytrawiania (DRIE), miękkiej litografii, wytłaczania na gorąco, grawerowania proszkowego, formownia wtryskowego oraz grawerowania laserowego lub mechanicznego. Spośród wymienionych, najczęściej wykorzystywane są dwie pierwsze metody wywodzące się z technologii produkcji systemów mikroelektromechanicznych (MEMS) oraz litografia miękka.

DRIE (proces *Bosch*) wykorzystuje prostopadły do powierzchni strumień plazmy (jonów) do wytrawiania cienkich warstw materiału w obrębie niezamaskowanych jego partii. Proces depozycji substancji inercyjnych – cząsteczek metali szlachetnych (maskowania) i wytrawiania powtarzany jest wielokrotnie, aż do uzyskania kanałów o wymaganej głębokości (zwykle  $10\div 800\ \mu\text{m}$ ). Fotolitografia jest metodą wykorzystującą polimerowe materiały czułe na promieniowanie UV. Podłoże pokrywane jest cienką, równomierną warstwą polimeru epoksydowego tzw. SU-8 i naświetlane promieniami UV poprzez maskę lub bezpośrednio wiązką lasera UV. Następnie prowadzi się proces wywołania. W miejscach odsłoniętych przez polimer materiał podłoża jest wytrawiany na żądaną głębokość.

Powyższe metody wykorzystywane są do bezpośredniego przygotowywania mikrostruktury (wafle krzemowe, tafle szklane) lub pośrednio – matryc replikacji, z których następnie uzyskiwane są odwrotne kopie metodą odlewania w polimerze, najczęściej polidimetylosiloksanie (PDMS) – litografia miękka.

PDMS jest szeroko wykorzystywany przy fabrykacji mikrochipów z uwagi na niskie koszty materiału, biokompatybilność i odporność chemiczną, przepuszczalność światła oraz niską autofluorescencję. W porównaniu do kruchych wafli krzemowych i tafli szkła ma zdecydowanie korzystniejsze właściwości mechaniczne. Cały proces składa się z wielu etapów, w skład których wchodzi takie czynności jak: nakładanie rezystu, suszenie, naświetlanie i wywołanie, wytrawianie i usuwanie rozpuszczonych warstw oraz końcowa obróbka i czyszczenie chipa. Czasami stosuje się też dodatkowe fotomaski, dzięki którym uzyskuje się lepszej jakości struktury. Metody litograficzne prowadzą do powstawania struktur wysokiej rozdzielczości i jakości, są jednak bardzo

pracochłonne i wymagają zastosowania drogiego, specjalistycznego sprzętu. Czas fabrykacji mikrosystemu waha się od kilkudziesięciu godzin do kilku dni, a czas potrzebny na zaprojektowanie i wykonanie prototypowej struktury sięga nawet kilku tygodni.

### Metoda bezpośredniego grawerowania laserowego mikrostruktur (DLP)

Alternatywę dla metod litograficznych stanowią metody bezpośrednie, wykorzystujące źródła promieniowania laserowego dużej mocy: CO<sub>2</sub> (długość fali 10,6  $\mu\text{m}$  – bliska podczerwień) oraz Nd-YAG (kolejne składowe harmoniczne fali: 1064, 532, 326 i 266 nm – od bliskiej podczerwieni po ultrafiolet).

W wyniku bezpośredniego oddziaływania plamki lasera z powierzchnią materiału następuje, w zależności od typu materiału oraz parametrów wiązki laserowej, (długość fali, czas trwania impulsu, częstotliwość repetycji itp.) spalanie, topienie, sublimacja, depolimeryzacja (PMMA), ablacja (w szczególności desorpcja), spienianie, zmiana koloru, wyżarzanie (metale).

Klasyczna metoda grawerowania bezpośredniego wiązką lasera CO<sub>2</sub> stosowana jest już od kilku lat. Niestety ma ona poważne wady: niska jakość otrzymanej struktury – wysoka chropowatość powierzchni grawerowanej, silnie zależna od wykorzystanego materiału oraz minimalna średnica plamki na poziomie 100  $\mu\text{m}$ , co znacznie ogranicza obszar zastosowania.

Ulepszoną metodę TC&T (*Laser Through-Cutting and Pattern Transfer*) bezpośredniego grawerowania laserem CO<sub>2</sub> opracowali Liu i Gong [2009]. Wykorzystuje ona materiały kompozytowe PMMA/PDMS, jest dwuetapowa i pozbawiona wad pierwotnej metody. Dzięki zastosowaniu modułu HPDFO możliwe było uzyskanie kanału o minimalnej średnicy równej 30  $\mu\text{m}$ , o gładkich powierzchniach dna i głębokościach od 17 do 3600  $\mu\text{m}$  przy jednokrotnym przebiegu głowicy. Ściany kanału były chropowate i zanieczyszczone pyłem pochodzącym z rozpadu termicznego materiału, jednak efekt ten silnie zależał od parametrów wiązki. Drugim etapem procesu TC&T jest proste przeniesienie struktury PDMS na nowe podłoże. Całkowity czas potrzebny na fabrykację mikrochipu szacowany jest na około 30 min.

Metoda bezpośredniego wytwarzania mikroaparatury procesowych i całych systemów procesowych na chipie umożliwia uproszczenie, automatyzację i standaryzację układów. Dzięki redukcji etapów wytwarzania struktury do trzech głównych:

- projektowania w środowisku CAD,
- bepośredniego grawerowania laserowego w podłożu,
- łączenia poszczególnych elementów w funkcjonalny układ, możliwe jest skrócenie czasu fabrykacji prototypów, wprowadzania zmian, badań i optymalizacji nowych rozwiązań konstrukcyjnych.

Celem badań była praktyczna aplikacja metody DPL będąca modyfikacją metody zaproponowanej przez Liu i Gonga [2009], do wytwarzania złożonych struktur geometrycznych mikrokanalów oraz wyznaczenie optymalnych parametrów pracy układu grawerującego, tak aby uzyskane struktury cechowały się wysoką dokładnością, gładkimi ścianami i brakiem zanieczyszczeń powierzchniowych.

### Materiały i metody badań

Jako podstawowy materiał do badań, w którym grawerowane były mikrokanaly, wykorzystano przygotowane w laboratorium materiały kompozytowe PDMS/folia poliestrowa (nośnik pierwotny). W ramach przednich badań laboratoryjnych określono, iż jest to najlepszy

układ umożliwiający uzyskanie gładkich, jednorodnych warstw PDMS o kontrolowanej grubości, umożliwiający swobodne przenoszenie PDMS z warstwy nośnika pierwotnego na podłoża z PMMA lub szkła, będące materiałem konstrukcyjnym chipa. Na powierzchnię krążków folii poliesterowej (folia do drukarek laserowych) o średnicy 100 mm nanoszono cienkie warstwy PDMS Poli(dimetylosiloksan) *Sylgrad 184* (Dow Corning, *Silicone Elastomer Kit*) metodą powlekania obrotowego. Przed powlekanem przygotowywano PDMS poprzez zmieszanie składnika A (monomer) i B (katalizator polimeryzacji) w proporcjach wagowych 10:1, po czym z mieszaniny usuwano pod próżnią pęcherzyki powietrza. Tak przygotowaną i odpowietrzoną mieszaninę nanoszono na krążki folii w powlekańcu obrotowym (*Laurell Technologies WS-650-23 NPP*) w ciągu 3 minut, przy prędkości obrotowej 700 obr./min. Folie następnie umieszczano w suszarce szafkowej w temp. 60°C na 2h w celu polimeryzacji PDMS.

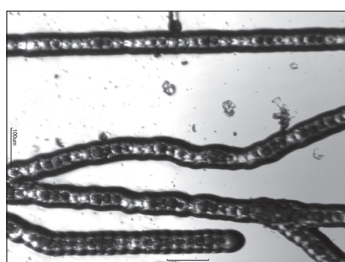
Do laserowego grawerowania mikrokanalów wykorzystano stację grawerującą CO<sub>2</sub> *Universal Laser Systems*, model *VLS 2.30* o maksymalnej mocy 30 W i maksymalnej prędkości przesuwu głowicy 0,254 m/s, wyposażoną w moduł optyczny HPDFO (średnica plamki 30 μm) oraz stół do cięcia, pracującą w trybie wektorowym. Zastosowanie modułu HPDFO umożliwiło uzyskanie kanałów o minimalnej średnicy 30 μm. Układ mikrokanalów projektowano z wykorzystaniem oprogramowania CAD *Autodesk AutoCAD*, a następnie eksportowano do środowiska pracy stacji grawerującej. Moc, intensywność nadmuchu, prędkość przesuwu głowicy oraz częstotliwość impulsu lasera były tak dobierane by zapewnić optymalną jakość uzyskanych struktur przy jednoczesnym przecięciu warstwy PDMS do powierzchni folii poliesterowej, jednak bez przecięcia nośnika. Dzięki temu możliwe było przenoszenie warstw PDMS na nowe podłoża wykorzystywane przy konstrukcji chipa przy pełnym zachowaniu geometrii wygrawerowanej struktury. Badania przeprowadzono w następujących zakresach parametrów pracy stacji grawerującej: moc 0,1÷1% mocy znamionowej (wyższe wartości powodowały przecięcie podłoża), prędkość przesuwu głowicy 0,1÷2% zakresu, częstotliwość impulsu 1000 PPI. Jakość uzyskanych struktur oceniano z wykorzystaniem mikroskopu stereoskopowego *Motic K-400L*, wyposażony w kamerę *Moticam 2300*.

### Wyniki badań doświadczalnych

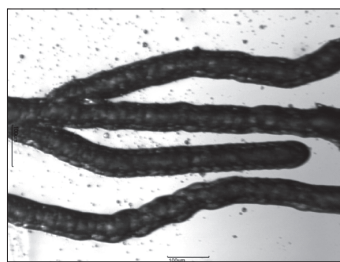
Na rys. 1–3 przedstawiono przykładowe struktury kanałów uzyskane przy różnych ustawieniach parametrów pracy stacji grawerującej. Generalnie, wraz ze wzrostem prędkości przesuwu głowicy lasera spadała dokładność odwzorowania grawerowanej struktury, przy prędkościach powyżej 2% zdarzały się miejsca w których fragmenty kanałów nie tworzyły ciągłej struktury. Podobna sytuacja występowała, gdy dobrano zbyt niską moc wiązki lasera i zbyt dużą prędkość przesuwu głowicy, co pokazano na rys. 1.



Rys. 1. Struktura mikrokanalów – kanały niejednorodne o nieznacznej głębokości. (Materiał: PDMS o grubości 100 μm; parametry pracy stacji grawerującej – moc: 0,2%, prędkość: 1,3%)



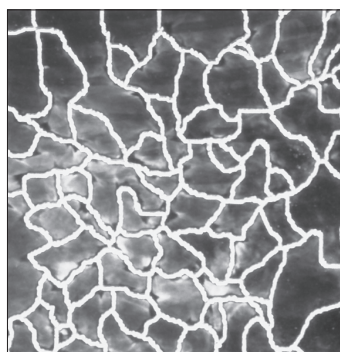
Rys. 2. Struktura mikrokanalów – kanały jednorodne o głębokości mniejszej niż grubość warstwy PDMS (Materiał: PDMS o grubości 100 μm; parametry pracy stacji grawerującej – moc: 0,1%, prędkość: 0,5%)



Rys. 3. Struktura mikrokanalów – kanały jednorodne o pełnej głębokości warstwy PDMS (Materiał: PDMS o grubości 100 μm; parametry pracy stacji grawerującej – moc: 0,1%, prędkość: 0,4%)

Wzrost mocy wiązki laserowej powodował wzrost stopnia zabrudzenia powierzchni PDMS pyłami pochodzącymi z degradacji termicznej jego struktury. Przy najniższej możliwej do ustawienia mocy wiązki laserowej 0,1% i niskiej prędkości przesuwu głowicy uzyskiwano kanały ciągłe, jednak ich głębokość była mniejsza niż grubość warstwy PDMS (Rys. 2). Optymalną jakość struktury, przy najmniejszym jej zabrudzeniu i pełnym przecięciu warstwy PDMS, uzyskano dla ustawień 0,1% mocy, 0,4% prędkości przesuwu głowicy oraz 1000 PPI (Rys. 3).

W ramach badań sprawdzono również wpływ intensywności i kierunku nadmuchu powietrza na grawerowaną strukturę. Najlepsze rezultaty uzyskano przy minimalnym przepływie powietrza dla bocznego (równoległego do powierzchni grawerowanej) nadmuchu powietrza. Intensywność i kierunek nadmuchu powietrza miały istotny wpływ na stopień zabrudzenia powierzchni PDMS, przy czym, co ciekawe: im większy strumień nadmuchu stosowano, tym obserwowano silniejszy stopień zabrudzenia powierzchni (Rys. 4).



Rys. 4. Struktura mikrokanalów – jasnoszare zabrudzenie powierzchni PDMS wokół wygrawerowanych kanałów pyłami z termicznej degradacji polimeru

Usunięcie zabrudzeń powierzchniowych możliwe było po trzykrotnym przemyciu struktury w izopropanolu w myjce ultradźwiękowej, każdorazowo przez okres 1 minuty.

### Wnioski

W pracy przedstawiono wyniki badań nad aplikacją metody bezpośredniego grawerowania laserowego do procesu grawerowania mikrostruktur układów LOC.

Metoda ta umożliwia automatyzację i standaryzację etapów projektowania i wytwarzania prototypowych mikroaparatur, skracając czas ich projektowania i wytwarzania do kilkudziesięciu minut.

Dla optymalnych parametrów pracy stacji grawerującej: moc 0,1%, szybkość przesuwu głowicy 0,4%, częstotliwość impulsów 1000 PPI oraz bocznego nadmuchu powietrza otrzymano prawidłowo odwzorowane, zaprojektowane struktury, których przydatność do budowy układów *lab on a chip* zostanie potwierdzona w pracy [Szafran, 2013].

### LITERATURA

- Liu H.B., Gong H.Q., 2009. Templateless prototyping of polydimethylsiloxane microfluidic structures using a pulsed CO<sub>2</sub> laser. *J. Micromech. Microeng.*, **19**, nr 3, 1-8. DOI: 10.1088/0960-1317/19/3/037002
- Szafran R., 2013. Metodyka projektowania mikroaparatur *lab-on-a-chip* do badań przepływów w naczyniach włosowatych guzów nowotworowych. *Inż. Ap. Chem.*, 52, nr 5, 477-478

**Badania były finansowane w ramach grantu badawczego Narodowego Centrum Nauki nr NN501042140.**