

电沉积技术制作高聚物微流控芯片模具

罗 怡*, 褚德南, 姜志峰, 刘 冲, 王立鼎

(大连理工大学精密与特种加工教育部重点实验室, 辽宁 大连 116023)

摘要: 利用电沉积技术制作微流控芯片金属模具, 方法是: 使用新型超厚光刻胶 SU-8 胶作近紫外光刻, 并在光刻后的图案上电沉积金属 Ni, 之后去胶, 最终获得金属模具。该法减小了电沉积工作量。采用反向电流预处理基底, 并适当增加电铸液的添加剂以及脱模后真空退火, 即可明显提高电沉积微结构与基底的结合力。用此金属模具成功热压了 PMMA, 制成了微流控芯片。

关键词: 电沉积; 光刻; 结合力

中图分类号: TQ153.1

文献标识码: A

微流控芯片技术是从上世纪 90 年代初发展起来的。Harrison 等应用湿法刻蚀加工技术将传统的毛细管移植到玻璃基底芯片上^[1], 与常规的毛细管电泳相比, 具有散热性能好、分离速率快、分离效果好等优点。制作微流控芯片的材料主要有 Si、玻璃以及高聚物, 由于高聚物微流控制作成本低, 易于成形制作, 逐步成为此类芯片的主选材料^[2]。此种芯片的沟道制作通常需要使用模具热压成形 (PMMA) 或浇注成形 (PDMS), 在芯片的制作过程中高性能的模具起到了至关重要的作用。金属模具具有使用寿命长 (通常是硅模具的 10 ~ 20 倍), 沟道表面质量好等优点, 是此类芯片模具的首选。

本文采用厚光刻胶 SU-8 胶的近紫外光刻在金属基底上制作微小结构的电沉积型模, 然后利用剥离技术脱胶模, 从而得到金属镍的微流控芯片模具。同时探讨电沉积工艺流程和参数对模具质量, 尤其是结合力的影响。

2 电沉积方法制作微流控芯片金属模具

2.1 微流控芯片模具制作工艺

图 1 列出以 UV-LIGA 工艺制作微流控芯片模具的两种方案。该微流控芯片的结构如图 2 所示,

图形的光刻掩膜尺寸见表 1。据图 2, 方案 a 的优点在于电沉积图形与基板一体, 结合力好, 但由于 SU-8 胶近紫外光刻时侧壁与基底难免有一定的倾斜角度 ($3^\circ \sim 5^\circ$), 这对于模具的制作将产生不利于热压或浇注后拔模的斜度, 而且该法不仅需要电铸沟道, 同时还要电铸出基板, 电铸的工作量大。此外, 由于模具的工作面是依靠电铸后分型获得, 表面质量较难控制。方案 b 的优缺点恰与 a 相反, 电铸后的结构可以产生正的拔模斜度; 仅仅需要电沉积沟道, 电沉积的工作量较少; 模具的工作面由前期的机加工完成, 因此表面质量控制的方法简单可靠; 缺点在于由于沟道与基板不是一体结构, 两者之间的结合力不如 a 的好, 需要特殊处理。综合考虑, 权衡利弊, 最终选择了方案 b。

2.2 电沉积型模制作

SU-8 光刻胶是一种负性的近紫外光刻胶。它的主要成分是环氧树脂 SU-8, 所用的溶剂是环戊酮以及少量的光引发剂。其工作原理是光刻后, 曝光部位的光引发剂产生强酸, 使得 SU-8 产生交链反应, 而未曝光的部分则不发生反应, 后者可以溶解于显影剂而前者不能, 从而产生图形^[3]。

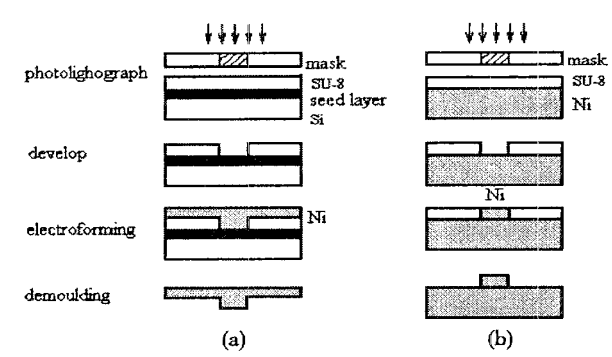


图 1 电沉积方法制作芯片金属模具的方案

Fig 1 Schematic of electrodeposit technique to fabricate metal mould for the microfluidic chip

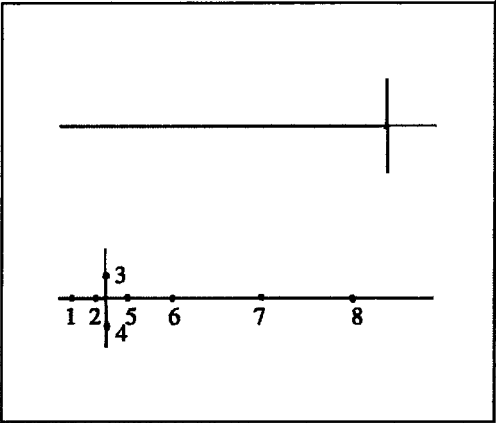


图 2 微流控芯片结构图及其测点分布

Fig 2 The structure of microfluidic chip and its distribution of the measure points

表 1 微流控芯片光刻掩膜图形宽度

Tab 1 Width of micro channel on photo mask

Na	1	2	3	4	5	6	7	8
Width/ μm	90.7	90.7	90.7	91.2	90.7	90.7	90.7	91.2

本文使用的光刻胶是 SU-8 2050 (Microchem 公司). 在清洗好的金属镍表面以 1 300 r/min 的速率旋涂 SU-8 2050,涂层厚度为 90 μm ;置于对流烘箱中在 90 $^{\circ}\text{C}$ 下前烘 70 min,使 SU-8胶与基底材料镍的结合力好且 SU-8胶层的内应力较小,前烘后作近紫外曝光光刻,曝光的剂量取决于光刻胶的厚度以及基底材料的光学性质,本文取为 450 mJ/ cm^2 ,光刻机为 BGJ-3 (北京微电子中心). SU-8胶在曝光后需要中烘,中烘的目的是为了使曝光产生的强酸在热的作用下加速 SU-8胶交链反应的发

生. 由于中烘过程不仅会因光刻胶与金属基底的热膨胀系数不同而导致的热应力,而且还有交链反应产生的胶层内部应力,因此这个过程是 SU-8胶光刻的重要环节. 为了减小中烘过程产生的应力,在对流烘箱中分两步进行,即 65 $^{\circ}\text{C}$ 烘 15 min后升至 95 $^{\circ}\text{C}$ 再烘 30 min,取得了良好的结果. 光刻胶表面没有细小裂纹,边缘光滑. 中烘后待 SU-8胶冷却至常温再于显影剂中显影 7 min,同时施以搅拌及超声波,得到清晰的图形结构,作为电沉积的型模.

2 3 电沉积镍工艺条件

SU-8胶型模具有良好的抗酸抗热的能力,因此可以直接应用于电沉积. 以氨基磺酸镍为主体的电铸液电沉积金属镍,较之以氯化镍为主盐的电铸液,其最大优点在于所得到的电沉积层应力低,电沉积速率快. 虽然价格较高,但考虑到应力对电沉积层与基底材料结合力的重大影响,仍以前者为宜. 电铸液是由商品化的氨基磺酸镍电铸液 (瑞期化工)添加少量添加剂构成,电沉积设备为 DZY-3 双槽双路精密电铸机. 氨基磺酸镍电铸液主要成分及相关工艺参数如表 2所列. 将电沉积 Ni后的模具放在 Remover PG溶液中加热至 80 ,经 1 h后剥离 SU-8胶模,即得最终的成品金属模具,如图 3 所示 (为了便于与热压机连接,该模具上预先机械加工 6个螺钉孔). 表 3列出利用 ET4000M型表面轮廓仪 (日本 KOSA KA 公司)测量的该模具沟道几

表 2 氨基磺酸镍电铸液组成及电沉积镍的工艺参数

Tab 2 Component of sulphamate solution and parameters of electrodeposit

Item	Parameter
Nickel sulphamate	600 g/L
Nickel chloride	10 g/L
Anodic additive	5 g/L
Wetting agent	0.05 ~ 0.1 g/L
pH buffer	45 g/L
Temperature	55
Cycling speed of solution	45 mL / min
Agitation speed of cathode	75 mm / s
Current density	2.2 A / dm^2

表 3 金属模具微通道尺寸

Tab 3 Dimension of micro channel on metal mould

Na	1	2	3	4	5	6	7	8	Average
SU-8 width/ μm	89.6	89.6	89.6	91.4	91.4	91.4	91.4	93.1	90.9
Ni width/ μm	81.0	81.0	81.0	79.3	79.3	81.0	81.0	82.8	80.8

何参数.与表 1 相比,电沉积后微结构尺寸偏差为 1.8%,可满足微流控芯片微通道尺寸偏差 5% 之内的要求.再利用此模具热压 PMMA 基板制作微流控芯片的微通道,使用 Z512B 钻床(杭州西湖钻床厂)在有微通道的基板上钻出储液池,与另一无微通道的 PMMA 基板热键合,得到的微流控芯片,见图 4.

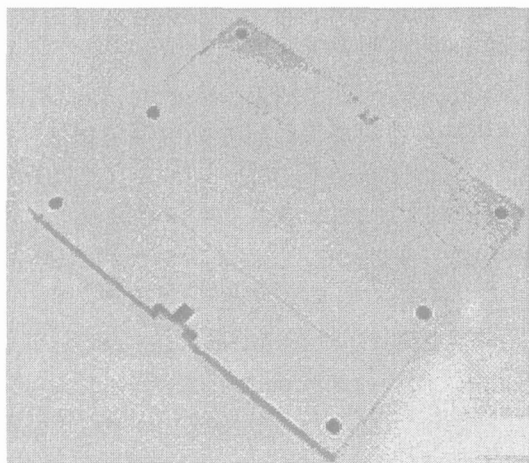


图 3 微流控芯片的金属 Ni 模具

Fig 3 Ni hot embossing mould for microfluidic chip

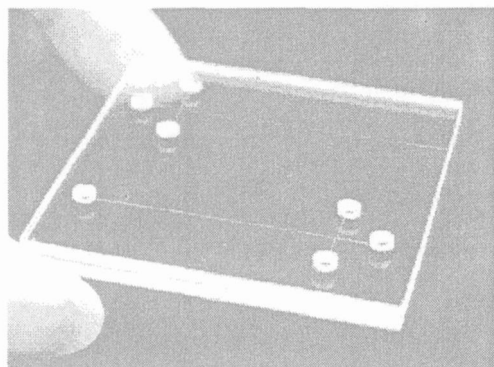


图 4 PMMA 微流控芯片

Fig 4 PMMA microfluidic chip

3 分析与结论

本文采用方法 b(图 1)电沉积金属 Ni 制作高聚物微流控芯片的金属热压模具,提高了生产效率和模具成功率.但由于电沉积的微结构与 Ni 基底不为一体,两者之间按正常工艺制作结合力较差,作为模具使用时,该微结构常常从 Ni 基底上剥落,为了提高电沉积微结构与基底的结合力,采用如下 3 种措施:

1) 利用反向电流的方法以改善基底在电沉积临界期的表面性能,经实验优化后的反向电流值为 $5\text{A}/\text{dm}^2$,施加时间为 5min;

2) 调节电铸液配比,适当增加润湿剂和阳极活化剂用量(见表 2)以改善基底在电沉积时与电铸液的亲和性,减少缺陷,提高结合力;

3) 为减小由于电沉积产生的应力,脱 SU-8 胶模后,再经真空退火,退火温度为 400°C ,退火时间为 120min,并以 $2^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率降低至室温.

实验证明,采取以上 3 种措施处理后的模具寿命大为提高,模具寿命从处理前的 10 片之内(拔模时微结构从金属基底上脱落)提高到目前热压 150 多片 PMMA,性能依旧完好.

参考文献 (References):

- [1] Harrison D J, Fluri K, Seiler K, et al. Micro machining a miniaturized capillary electrophoresis-based chemical analysis system on a chip [J]. Science, 1993, 261: 895 ~ 897.
- [2] Fang Zhaolun (方肇伦). Microfluidic Chip [M]. Beijing: Science Press, 2003.
- [3] Microchem. Nano SU-8 2000 Negative Tone Photoresists Formulations[Z]. 25 ~ 75.

Using Electrodeposition to Fabricate Mould for Polymer Microfluidic Chip

LUO Yi^{*}, CHU De-nan, LOU Zhi-feng, LI Chong, WANG Li-ding

(Key Lab for Precision and Non-traditional Machining Technology of Ministry of Education,
Dalian University of Technology, Dalian 116032, China)

Abstract: Many researches have been focused on polymer microfluidic chip in recent years and the mould plays an important role in its fabrication process. Using electrodeposition method to fabricate a metal mould for polymer microfluidic chip has been presented in this paper. An ultra-thick photoresist SU-8 was coated on a pre-treated metal plate, after photolithography, nickel was electrodeposited in the patterned SU-8, then was removed the SU-8 to obtain a final metal mould. This method reduces workload of electrodeposit largely. Applying counter current before deposit, adding additive to solution and vacuum anneal after demould have been used to improve the binding force between Ni substrate and electrodeposit structure.

Key words: Electrodeposit, Photolithograph, Binding force