

## Методы «мягкой литографии» при прототипировании быстродействующих струйных систем управления и их элементов

А.С. Букатин (СПб АУ РАН), Д.А. Дудников (ИПУ РАН), Е.И. Малышев, И.Ж. Алферов (СПб АУ РАН),  
И.В. Кухтевич, А.А. Евстапов (ИАП РАН), М.В. Дубина (СПб АУ РАН)

Технологии и методы прототипирования микрофлюидных устройств находят широкое применение при решении многих задач управления в технике, медицине и проверке функциональной работоспособности новых микроаналитических систем управления. Рассмотрены особенности формирования микроструктур в фоторезисте SU-8 и создания реплик элементов струйных систем управления в полидиметилсилоксане методом «мягкой» литографии. Показано, что соотношение между шириной и высотой получаемых микроструктур определяется их формой, размерами, силой адгезии резиста к кремниевой подложке и эффективностью циркуляции проявителя вокруг микроструктур. Обсуждаемая технология использована при изготовлении микрофлюидных чипов струйных резервных разнородных систем управления, содержащих основной электронный канал и резервный канал на базе элементов струйной техники.

Ключевые слова: струйная система управления, микрофлюидный чип, мягкая литография, фотолитография.

### Введение

Среди существенных причин, влияющих на устойчивость работы электронных систем управления (ЭСУ), необходимо выделить внешние дестабилизирующие факторы (ВДФ), которые могут быть как природными (естественными), так и специально разработанными целенаправленными (искусственными). В ряде случаев к ЭСУ предъявляются очень высокие требования по надежности и функциональной работоспособности в условиях ВДФ. Это заставляет разработчиков искать способы повышения надежности таких систем, в частности, создавать резервные каналы, работа которых построена на физических принципах, отличных от ЭСУ. Одним из вариантов обеспечения надежности управления и безопасности при воздействии ВДФ является использование разнородной СУ, включающей наряду с основным электронным каналом резервный канал, реализованный на базе цифровых и аналоговых элементов струйной техники. Резервный канал должен обеспечивать устойчивость, заданные статические и динамические характеристики управляемости на всех режимах работы ЭСУ при действии ВДФ и при отказе элементов основного канала в результате собственных неисправностей.

Анализ существующих методов и способов обеспечения стойкости традиционных электронных каналов управления показал невозможность реализации принципа непрерывности управления и обеспечения их инвариантности к действию всего спектра указанных дестабилизирующих факторов и способам их применения. В связи с этим актуальной является задача создания технических средств, альтернативных электронике, использующих другой тип носителя информационных сигналов, способных сохранять работоспособность в условиях внешних (природных или искусственных) дестабилизирующих факторов.

Для решения указанной задачи предлагается использовать струйную технику, в которой в качестве энергоносителя используется сжатый газ, а функциональные элементы строятся на аэродинамических эффектах без подвижных частей. Струйные элементы и системы обладают рядом достоинств, обуславливающих целесообраз-

ность их использования в разнородных ЭСУ. К их числу относятся: нечувствительность к электромагнитному излучению, интенсивной радиации, ударным нагрузкам и вибрациям; работоспособность в широком диапазоне температур; высокая надежность, обусловленная отсутствием подвижных частей; низкая стоимость изготовления и эксплуатации; отсутствие электромагнитных помех для находящихся рядом элементов ЭСУ.

Ранее, на основе теоретических и экспериментальных исследований были созданы базовые струйные элементы, модули и преобразователи информации, реализованные в системе струйных элементов *ВОЛГА* и *СМСТ-2* для общепромышленного применения и в агрегатно-интегральной струйной технике (*АИСТ*) для построения устройств управления параметрами авиационных газотурбинных двигателей.

Струйные регуляторы успешно используются для управления параметрами газотурбинных двигателей Д-27, Д-36, Д-136, Д-436, Д-18 на самолетах ЯК-42, РУСЛАН, МРИЯ, Ту-334, Ту-204, Ил-86, Ил-96, Ан-3, Ан-70, Ан-148, вертолете Ми-26 и др. (наработка на отказ > 20 млн. летных часов). Среди них струйные регуляторы положением створок входного аппарата, температуры, отношения давлений в ступенях компрессора газотурбинных двигателей.

Однако сдерживающим фактором использования струйной техники для вычислительных операций в ЭСУ является ее весьма низкое быстродействие по сравнению с электронными элементами. Для применения струйной техники в развитых ЭСУ требуется существенно повысить ее быстродействие, минимизировать массогабаритные показатели и разработать быстродействующие средства сопряжения струйных и электронных каналов.

В результате проведенных исследований предложены пути радикального повышения быстродействия струйных элементов [1]: миниатюризация струйных элементов (в первую очередь за счет уменьшения ширины канала питания  $\leq 0,1$  мм); использование рабочих газов с меньшей плотностью, например, гелия или гелиево-водородной смеси, а также газов с большей скоростью распространения звуковых волн (гелий или

водород); совершенствование технологии изготовления и переход к струйным устройствам интегрального исполнения со степенью интеграции  $\geq 15 \dots 20$  элементов в  $\text{см}^3$ . Максимальное быстродействие можно получить, используя комплекс указанных методов.

Каналы уменьшенной ширины широко используются в микрофлюидных устройствах, построенных в рамках концепции «Лаборатория на чипе» (Lab-on-a-Chip) и предназначенных для проведения биологических исследований, детектирования биомолекул и изучения отдельных клеток. Для их изготовления используется множество материалов и методов, позволяющих сформировать в микроципах микроструктуры с высоким аспектным соотношением высоты к ширине [2]. К этим методам можно отнести фотолитографию и реактивное ионное травление кремния или стекла, лазерную абляцию, 3d печать, горячую штамповку и др.

Среди популярных материалов для прототипирования и отработки концепции новых микрофлюидных устройств выделим оптически прозрачный химически стойкий эластомер полидиметилсилоксан (ПДМС). Технология изготовления микрофлюидных устройств из ПДМС — «мягкая» литография — заключается в отливке реплики по мастер-форме с последующим ее соединением со стеклянной защитной пластиной [3]. Мастер-форма обычно представляет собой кремниевую пластинку, на поверхности которой сформированы микроструктуры методом глубокого реактивного ионного травления или оптической фотолитографии в УФ-чувствительных резистах. Наиболее распространенным резистом, применяющимся для изготовления мастер-форм, является негативный фоторезист SU-8 (MicroChem Inc., США) на основе эпоксидной смолы, в котором возможно формирование многослойных 3D микроструктур высотой 1...500 мкм и аспектным соотношением  $> 10$  (отношение толщины резиста к минимальному латеральному размеру структуры) [4, 5]. Для L-образных структур особой формы аспектное соотношение может достигать 26 [6].

Целью настоящей работы является изучение степени применимости технологии «мягкая литография» для изготовления высокоскоростных элементов струйной техники и ее сравнение с методами 3d печати и лазерной резки.

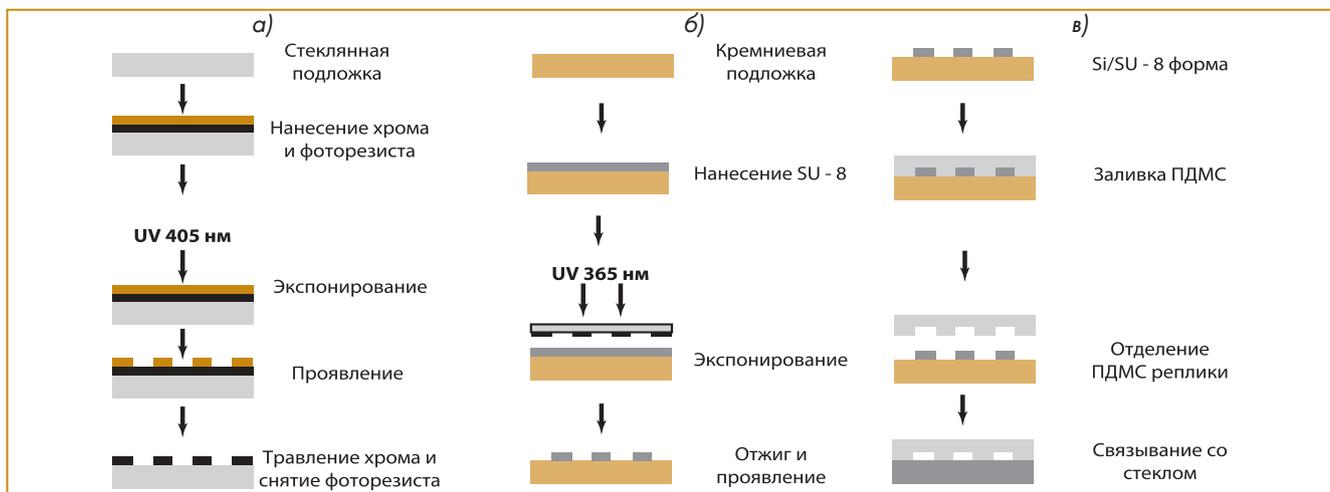
**Материалы и методы изготовления микроструктур в резисте SU-8 и ПДМС**

Процесс изготовления микрофлюидных чипов из ПДМС с применением резиста SU-8 («мягкая литография») состоит из трех этапов: изготовление фотошаблона (рисунок а), изготовление мастер-формы из фоторезиста, нанесенного на кремниевую пластину (б) и изготовление микрофлюидных чипов (в).

Изготовление фотошаблона осуществлялось на установке лазерной литографии DWL 66FS (Heidelberg Instruments Mikrotechnik GmbH, Германия) с характерным разрешением  $\sim 1 \mu\text{m}$ . Заготовки для фотошаблонов представляли собой стеклянные пластинки толщиной 1 мм с нанесенным слоем хрома толщиной  $\sim 100 \text{nm}$  и слоем фоторезиста AZ 1505 (Microchemicals GmbH, Германия) толщиной  $\sim 800 \text{nm}$ .

Для формирования микроструктур на поверхности кремниевой подложки использовались резисты SU-82025 и SU-82075 (MicroChem Corp., США), которые позволяют получить пленки толщиной 10...250  $\mu\text{m}$  на центрифуге Delta 6 RC (SUSS MicroTec, Германия). После нанесения резиста осуществлялось его удаление с края образца механическим способом и отжиг при температуре 95 °С в течение 7...60 мин в зависимости от толщины слоя. Для повышения силы адгезии SU-8 к кремниевой подложке последняя предварительно обрабатывалась в 50% растворе плавиковой кислоты (HF) в течение 40 с.

Экспонирование нанесенной на кремниевую подложку пленки резиста SU-8 осуществлялось методом контактной фотолитографии в режиме «мягкого контакта» на установке MJB4 (SUSS MicroTec, Германия) при воздействии i-линии излучения ртутной лампы (365 nm). При оптимальных условиях экспонирования и проявления размеры получаемых



Последовательность основных операций и этапы изготовления ПДМС микрофлюидных чипов методом «мягкой» литографии: а) изготовление фотошаблона, б) изготовление мастер-формы, в) изготовление ПДМС микрофлюидных чипов

микроструктур максимально близко соответствуют размерам элементов на фотошаблоне, а угол наклона стенок близок к 90° [7].

После экспонирования осуществлялся отжиг подложки при температуре 95 °С в течение 7...20 мин в зависимости от толщины слоя. Проявление резиста проводилось в проявителе SU-8 Developer (MicroChem, США) в течение 1...20 мин с последующей промывкой подложки в изопропиловом спирте. Придание механической прочности пленке фоторезиста SU-8, увеличение ее адгезии к подложке и удаление микротрещин на ее поверхности осуществлялось путем термического отжига при температуре 170 °С в течение 5 мин.

Для отливки ПДМС реплик струйных элементов по изготовленным мастер-формам использовался набор Sylgard 184 (Dow Corning, США), состоящий из основы и отвердителя в пропорции 10:1. После дегазации и заливки смеси в форму производилось ее отверждение при температуре 65 °С в течение 4 ч. По окончании процесса отверждения ПДМС реплики микрофлюидных чипов отделялись от формы, и в них проделывались отверстия с помощью пробойника. После этого осуществлялась обработка поверхности реплики и защитной стеклянной пластины в кислородной плазме на установке V15-G (PINK GmbH Thermosysteme) и последующее их соединение.

Исследования геометрических характеристик тестовых микроструктур и микрофлюидных чипов проводились на оптической инспекционной станции INM 100 (Leica Microsystems, Германия) и сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) Supra 25 (Carl Zeiss, Германия). Высота микроструктур определялась с помощью профилометра XP-1 (Ambios Technology Inc., США). Для визуализации созданных непроводящих полимерных микроструктур в СЭМ поверхность образцов покрывалась слоем хрома толщиной ~ 20 nm.

#### Исследование особенностей формирования микроструктур в SU-8 и ПДМС

Принцип действия элементов струйной системы управления основан на эффектах ламинарного течения газа, поэтому для его правильного функционирования требуется обеспечить заданную динамику течения газа в микроканалах устройства при числах Рейнольдса  $Re \sim 100...2000$ . Рабочий процесс большинства струйных элементов критически зависит от остроты кромок дефлектора, сопла питания, точности профиля рабочей камеры, приемных каналов. Сильное влияние оказывают высокая шероховатость стенок коммуникационных каналов и рабочей камеры, а также их не вертикальность. В конечном итоге все эти факторы приводят к возникновению различных паразитных аэродинамических эффектов в рабочем процессе струйного элемента и делают его неработоспособным.

В связи с этим было проведено исследование геометрических размеров получаемых микроструктур в фоторезисте SU-8 на кремнии путем изготовления специальных наборов тестовых микроструктур раз-

ных размеров и формы. В их состав входили прямые и изогнутые полоски длиной 200  $\mu\text{m}$  и шириной 2...50  $\mu\text{m}$ , столбики и углубления цилиндрической формы диаметром 2...200  $\mu\text{m}$ . При этом толщина слоя SU-8, а следовательно, и высота микроструктур варьировалась в диапазоне 25...250  $\mu\text{m}$ . Каждая микроструктура на образце была представлена в виде массива, содержащего >10 одинаковых элементов для получения статистически достоверных данных.

Исследование внешнего вида и геометрических размеров тестовых структур показало, что для получения микроструктур с высоким аспектным соотношением и вертикальными стенками требуется использование оптического фильтра, поглощающего излучение УФ-лампы установки контактной литографии с длиной волны <350 нм (360-PL, Omega Optical, США). Высота микроструктур составила 15...20 мкм.

Далее было проведено исследование зависимости аспектного соотношения получаемых микроструктур от их размеров и формы. Анализ результатов экспериментальных исследований показал, что аспектное соотношение микроструктур в резисте SU-8 существенно зависит от их формы и определяется двумя факторами: силой адгезии микроструктур к подложке и условиями циркуляции проявителя вблизи микроструктуры для эффективного растворения необлученного фоторезиста во время процесса проявления. Сила адгезии в свою очередь определяется удельной адгезией SU-8 к кремнию и площадью поверхности контакта микроструктуры с подложкой. Так, площадь контакта изогнутых полосок на единицу длины вдоль оси полоски на 43% больше чем прямых полосок. Из-за этого аспектное соотношение изогнутых полосок толщиной от 100  $\mu\text{m}$  в 1,3...2 раза выше. Предварительная обработка поверхности кремния в растворе плавиковой кислоты увеличивает удельную адгезию и тем самым позволяет сформировать микроструктуры с аспектным соотношением 12...25 (для полосок). Если сравнивать аспектное соотношение изогнутых полосок обработанной и необработанной поверхности кремния высотой 250  $\mu\text{m}$ , то для обработанной поверхности оно оказалось в 1,3 раза выше. При формировании полосок высотой 25  $\mu\text{m}$  обработка поверхности, а также увеличение удельной площади контакта не приводит к существенному увеличению аспектного соотношения микроструктур.

Аспектное соотношение получаемых в SU-8 углублений  $\leq 2,5$  и не зависит от его адгезии к подложке. Это объясняется тем, что для эффективного растворения фоторезиста требуется обеспечить циркуляцию проявителя вблизи микроструктуры.

Измерение геометрических размеров массива из 10 прямоугольных полосок из SU-8 показало, что от образца к образцу уменьшение ширины полосок по сравнению с шириной соответствующего «окна» на фотошаблоне может достигать до 14% (для полосок шириной 20  $\mu\text{m}$ ). Для одного образца отклонения в ширине полосок  $\leq 0,2 \mu\text{m}$  (< 1% для полосок шириной 20  $\mu\text{m}$ ).

Проведенные исследования по репликации микро-структур в ПДМС показали возможность многократного ( $\geq 30$  раз) использования одной мастер-формы для отливки ПДМС микрочипов. Изготовление одного или нескольких чипов по одной мастер-форме занимает  $\sim 5$  ч. Геометрические размеры микро-структур при этом от реплики к реплике изменяются  $\leq 3\%$ .

#### Сравнение технологии «мягкая литография» с методами 3d печати и лазерной резки

При изготовлении микроканалов методом 3d печати в соответствии с технологическими особенностями этого метода не могут быть получены острые кромки элементов рабочей камеры. Кроме того, при использовании этой технологии сложно получить вертикальные стенки микроканалов. Изготовление микроканалов методом лазерной резки также не позволяет получить малые радиусы закругления каналов, и, кроме того, стенки микроканалов имеют сильную шероховатость, что связано с неоднородностью нагрева и переосаждением материала в процессе лазерной резки. Технология «мягкой литографии» не имеет таких недостатков, позволяет формировать микро-структуры с вертикальными стенками, обладающими шероховатостью  $\sim 0,2$  мкм и аспектным соотношением  $>10$ . Таким образом, можно сделать вывод о более высокой точности изготовления микроканалов методом «мягкой литографии» по сравнению с другими технологиями. Полученные таким методом струйные элементы имеют практически идеальный и симметричный профиль рабочей камеры, полностью совпадающий с рабочим чертежом, что исключает различные возможности для возникновения нежелательных аэродинамических эффектов на кромках и стенках рабочей камеры и в каналах струйной системы управления. В результате путем устранения помех в рабочей камере и каналах увеличивается быстродействие как отдельных узлов, так и всей струйной системы управления.

#### Заключение

Полученные экспериментальные результаты показывают, что метод «мягкой литографии» может быть применен для изготовления струйных элементов систем резервирования. Точность и качество микроустройств зависит от качества мастер-формы. Применение мастер-форм на основе фоторезиста SU-8 позволяет формировать микро-структуры с высоким аспектным соотношением микро-структур (до 25) при условиях: а) обеспечения хорошей адгезии фоторезиста с кремниевой подложкой и увеличения площади контакта ми-

кροструктур и подложки; б) обеспечения эффективной циркуляции проявителя вокруг микро-структур. Улучшение адгезии фоторезиста к кремниевой подложке может быть достигнуто при предварительной обработке кремния 50% раствором плавиковой кислоты в течение 40 с, что приводит к увеличению аспектного соотношения микро-структур до 1,3 раза. При этом вариация размеров микро-структур с одинаковым дизайном в пределах одной мастер-формы  $\leq 0,2$  мкм.

Современные методы 3d печати и лазерной резки не способны обеспечить вертикальность стенок микроканалов, низкую шероховатость обрабатываемой поверхности и малый радиус закругления пересечений микроканалов. Таким образом, использование технологий «мягкой литографии» позволяет проводить миниатюризацию струйных элементов систем резервирования и тем самым повышать их быстродействие. Перспективным направлением развития этой технологии будет являться адаптация метода горячей штамповки микро-структур в твердых пластиках, например, полиметилметакрилата (ПММА) по ПДМС штампам, полученным методом «мягкой литографии» [8]. Такой подход позволит сохранить все преимущества метода «мягкой литографии» и избавиться от недостатков ПДМС как конструкционного материала (высокая эластичность и деформируемость, газопроницаемость). Кроме того, высокая производительность метода горячей штамповки в твердых пластиках позволяет организовать серийное промышленное производство струйных элементов систем резервирования.

#### Список литературы

1. Касимов А.М., Мамедли Э.М., Попов А.И., Чернявский Л.Т. Радиальное повышение быстродействия элементов базы резервных систем управления летательными аппаратами // Датчики и Системы. 2005. № 4. С. 29–33.
2. Abgrall P., Gue A.-M. Lab-on-chip technologies: making a microfluidic network and coupling it into a complete microsystem—a review // J. Micromech. Microeng. 17 (2007) p. 15–49.
3. Ertl P., Sticker D., Charwat V., Kasper C., Lepperdinger G. // Trends in Biotechnology, 2014. Vol. 32. N 5. P. 245–253.
4. Abgrall P., Conedera V., Camon H., Gue A.-M., Nguyen N.-T. // Electrophoresis. 2007. Vol. 28. P. 4539–4551.
5. Lee J.B., Choi K.-H., Yoo K. // Micromachines. 2015. Vol. 6. P. 1–18.
6. Chang H.-K., Kim Y.-K. // Sensors and Actuators. 2000. Vol. 84. P. 342–350.
7. Zhang J., Chan-Park M.B., Conner S.R. // LabChip. 2004. Vol. 4. P. 646–653.
8. Kim M., Moon B.-U., Hidrovo C.H. Enhancement of the thermo-mechanical properties of PDMS molds for the hot embossing of PMMA microfluidic devices // J. Micromech. Microeng. 23 (2013) 095024 (10pp).

**Букатин Антон Сергеевич** — канд. физ.-мат. наук научный сотрудник, **Мальшев Евгений Иванович** — аспирант, **Алферов Иван Жоресович** — младший научный сотрудник, **Дубина Михаил Владимирович** — д-р мед. наук заведующий лабораторией Нанобиотехнологий, первый проректор Санкт-Петербургского национального исследовательского Академического университета РАН, **Дудников Дмитрий Александрович** — канд. техн. наук, ведущий инженер лаборатории №2 ИПУ РАН, **Кухтевич Игорь Владимирович** — канд. техн. наук, научный сотрудник лаборатории Информационно-измерительных био и хемосенсорных микросистем, **Евстапов Анатолий Александрович** — д-р техн. наук, заместитель директора по научной работе Института аналитического приборостроения РАН. Контактный телефон (812) 363-07-29.