DOI: 10.3969/j.issn.1007-5461.2023.03.014

移动焦平面正反面曝光制备 SU-8 微结构及 PDMS 浓度梯度产生器

陈启明1*, 傅仁轩1, 徐勇军1, 刘益标1, 周金运2, 宋显文1

(1广东工贸职业技术学院机电工程学院,广东 广州 510550;2广东工业大学,广东 广州 510006)

摘 要: 针对芯片实验室对浓度梯度产生器(CGG)的需求,为制作侧壁垂直的CGG,提出了一种移动焦平面正反面 曝光制备SU-8光刻胶微结构的方法。该方法根据焦深将SU-8厚度分成多层,每曝光一次焦面向下移动一层,当曝光 层数达到总层数一半时将样品翻转,同样采用移动焦面重复曝光的方式使SU-8内部形成光化学反应通道,得到充分 曝光。最终利用SU-8微结构制作出聚二甲基硅氧烷(PDMS)CGG。测试结果表明:SU-8微结构实际轮廓侧壁垂直, 没有出现 "T"形结构,沟道高度为49.4 μm; PDMS CGG侧壁垂直,沟道深度为49.3 μm,满足CGG侧壁垂直要求。 关键词:光电子学;浓度梯度产生器;焦面移动正反面曝光;SU-8;聚二甲基硅氧烷 中图分类号:TN305.7 文献标识码: A 文章编号:1007-5461(2023)03-00415-08

Fabrication of SU–8 microstructure and PDMS concentration gradient generator by moving focal plane front and back exposure

CHEN Qiming^{1*}, FU Renxuan¹, XU Yongjun¹, LIU Yibiao¹, ZHOU Jinyun², SONG Xianwen¹

(1 Institute of Electromechanical Engineering, Guangdong Polytechnic of Industry and Commerce, Guangzhou 510550, China;
 2 Guangdong University of Technology, Guangzhou 510006, China)

Abstract: According to the requirement for the concentration gradient generator (CGG) in the chip laboratory, a method of moving focal plane front and back exposure to fabricate SU-8 photoresist microstructure is developed for fabricating CGG with vertical sidewalls. In the method, the thickness of SU-8 photoresist is divided into multiple layers according to the focal depth, and the focal plane moves one layer down with each exposure. When the number of exposed layers reaches half of the total layers, the sample is turned over, and the same exposure way is repeated. At last, the photochemical reaction channel inside SU-8 is formed, and SU-8 is fully exposed. Finally, polydimethylsiloxane (PDMS) CGG is fabricated using the SU-8 microstructure. The results show that the sidewall of the SU-8 microstructure is

作者简介: 陈启明 (1990 -), 吉林四平人, 博士, 副教授, 主要从事无掩模数字光刻方面的研究。E-mail: chqmpku@gdgm.edu.cn 收稿日期: 2023-01-11; 修改日期: 2023-04-10

*通信作者。

基金项目: 广州市科技计划项目 (202102021302), 广东工贸高层次人才专项基金 (2021-gc-03, 2021-gc-04)

vertical, without "T" shaped structure, and the channel height of the SU-8 microstructure is 49.4 μ m. The sidewall of PDMS CGG is also vertical with the channel depth of 49.3 μ m, fully meeting the vertical requirements of CGG sidewalls.

Key words: optoelectronics; concentration gradient generator; focal-plane moving front and back exposure; SU-8; polydimethylsiloxane

0 引 言

过去几十年,芯片实验室技术在生物医学领域广泛应用于诊断、生物测定和药物发现[^{1-3]}等方面。浓度 梯度产生器 (CGG)¹⁴是一种微型混合器^[5:6],是微流体芯片的重要应用之一。聚二甲基硅氧烷 (PDMS) 是一种 常见的用于制造 CGG 的材料,其优点包括无毒、电气绝缘、化学惰性和光学透明度^[7]。制作 PDMS 微流体 芯片通常需要先制作 SU-8 阳模。SU-8 是一种基于环氧树脂的负性紫外线光致抗蚀剂,因其具有良好的机械 性能、耐溶剂性、化学稳定性和光学性能,已成为广泛应用于制造微机电系统结构和器件的光刻胶材 料^[8-10]。文献 [11-13] 报道了目前制造 SU-8 微结构的不同技术。SU-8 曝光光源通常为高功率汞的 I 线(365 nm)^[14-17],该光源存在光谱范围大、寿命短、功耗高和潜在污染等缺点。根据比尔-朗伯定律,当短波长(350 ~365 nm) 紫外光从厚胶顶部照射至底部时,曝光强度减弱,易导致光刻胶顶部曝光过度、而底部曝光不 足^[18],从而出现明显 "T" 形轮廓和非垂直侧壁^[19-21]情况。近年来,数字微镜器件 (DMD) 无掩模光刻与典型掩 模技术相比,削减了掩模生产成本并增加了光刻灵活性,且光刻精度更高。发光二极管 (LED) 光源具有单个 光谱、节能、寿命长、无污染等特点,被广泛用于 DMD 无掩模数字光刻。

结合DMD数字光刻及LED光源,本文提出一种正反面焦平面移动的低功率重复曝光方法,实现了SU-8 在整个深度上所需能量的充分聚合,同时有效防止了SU-8项部过曝光、底部欠曝光的情况。测试结果表明 SU-8浓度梯度产生器模具侧壁几乎垂直,没有任何"T"形轮廓;SU-8模具线宽显示与设计剖面吻合良好;通 过SU-8模具制作的PDMS浓度梯度产生器同样具有清晰的轮廓及沟道。

1 系统原理与图形设计

图1是基于DMD的无掩模光刻系统示意图。该系统核心部件包括光源、DMD芯片和投影系统,其中 投影系统包括精炼系统和微透镜阵列(MLA), MLA的功能是使曝光光源实现均匀光分布。传统无掩模曝光 系统光源波长为365 nm^[21],容易引起顶部过曝光、底部欠曝光。实验所用光源为405 nm发光波长的紫外 LED,光线经过一系列高度准直的聚光透镜,转换成高度准直的曝光光线,并通过反射镜投射到DMD芯片 (用作空间光调制器)上,被DMD反射后通过MLA并穿过物镜聚焦到光致抗蚀剂表面上。

该光刻系统的精炼系统位于MLA两侧,能够调制光路形成均匀光分布,通过MLA的光线可以形成亮点 阵列平面^[23]。最下方放置衬底的工作台可沿*x、y、z*轴移动。DMD芯片充当高速动态虚拟掩模,根据计算 机实时图像流生成相应光学图案。当相应DMD微镜偏转 +12°时,图像中微镜的对应点是亮的;而当相应的 微镜偏转 -12°时,对应点为暗的。投影点阵列在同轴方向上的距离为5 μm,扫描速率即平台移动速率。在 每次曝光过程中,平台沿着 x 轴和 y 轴从初始位置移动到结束位置,亮点形成一条线,而这些线最终形成晶片 尺度图案。此外,当光刻胶较厚时,可以通过调整平台在 z 轴上的高度来调整焦平面在光刻胶厚度方向的 位置。

416

图 2 是用 L-Edit 软件设计和绘制的三级"直角型"沟道浓度梯度产生器虚拟掩模示意图,其沟道宽度设计为 50 μm,顶部左右两个圆形区域(半径 100 μm)为液体注射区,底部圆形区域(半径 150 μm)为液体存储区。



图1 DMD无掩模光刻系统示意图 Fig. 1 Schematic of DMD maskless lithography system



图2 三级 "直角型" 沟道浓度梯度产生器虚拟掩模示意图 Fig. 2 Schematic of the three-level right-angle channel CGGs

2 曝光原理与制作流程

在 SU-8 光刻胶曝光过程中,如果 SU-8 厚度大于系统物镜焦深 (DOF),在曝光 SU-8 底层时,光刻胶没有 在焦面范围内,就会导致空间分辨率降低,实际曝光轮廓和设计轮廓存在误差,从而降低曝光质量。为确保 厚胶 SU-8 充分曝光,首先要考虑系统的 DOF。焦深定义为 L_{DOF} = λ/2(NA)²,其中λ是曝光光源波长, NA = 0.26 是系统中物镜的数值孔径,通过计算得到焦深为 3 μm。

正反面移动焦面重复曝光原理示意图如图3所示。首先把SU-8光刻胶旋涂到透明玻璃衬底上,SU-8厚 度定义为H,其被划分为n层,每一层对应的厚度为一个焦深(3µm),则n=H/3,N为总曝光次数,N=1代表 焦平面位于SU-8光刻胶顶部第一层,即曝光第一层,如图3(a)所示。随后焦平面逐层向下移动,使得SU-8 在纵向的每一层都在焦深范围内充分曝光,如图3(b)所示,每次曝光用到的虚拟掩模均是如图2所示的相同 虚拟掩模。为避免SU-8光刻胶顶部过曝光、底部欠曝光,每层需充分曝光但不能过度曝光,过度曝光会导 致图形线宽变宽^[24]。本实验选用光致抗蚀剂EPON SU-8 2050型树脂,经多次实验探索研究,发现其反应阈 值为150 mJ/cm²,因此每层曝光剂量即为150 mJ/cm²。总曝光次数N要满足等于SU-8的层数n,当N<n,上 层SU-8充分曝光,但下面的SU-8还没充分曝光,如图3(b)所示。根据SU-8的厚度,设计了正反面移动焦面 曝光方法,即首先从正面让焦平面由上至下移动曝光,如图3(b)所示。当N=n/2时,样品翻转,如图3(c)所 示,从反面开始让焦平面由上至下移动曝光,这样做的好处是防止到后期曝光次数增加后,一直从正面曝光, 虽然焦平面移动了,光从顶部投射进来,还是容易对顶层SU-8光刻胶造成过曝光影响。而把样品翻转曝光 可以有效避免这一情况发生。曝光定位系统可以保证翻转后的样品和原来的样品保持同一位置,这就保证 了图形位置的不变性。另外衬底的底座支架在四角上把衬底悬空固定,而光刻的图案位置位于衬底中心,因 此将样品翻转之后,图形位置悬空而不受影响。最后当将衬底翻转移动焦面的曝光次数N=n/2时,在SU-8 的厚度方向上就会产生光化学反应微通道^[25],如图3(d)所示,使SU-8在纵向上充分曝光而不至于欠曝光或过曝光。

通过设置离焦量参数,可控制焦面纵向位置,当离焦量参数设置为0时,平台z轴可以移动到焦平面,正 好位于图3(a)中的第一层(顶层)进行曝光。因系统焦深为3μm,该层暴露后,位于SU-8顶层的厚度为3μm 的光刻胶完成曝光。然后,将离焦量参数设置为3,这时焦平面从顶部向下移动3μm,对第二层曝光,以此类 推,直到曝光 n/2次,翻转样品采用同样的原理进行重复曝光。翻转曝光时,考虑到玻璃衬底的厚度,要在最 开始把离焦量参数设置成玻璃衬底的厚度,再依次向下移动3μm。对于每次曝光,DOF以外SU-8的曝光都 可忽略不计。因此,在每曝光一层之后,在SU-8内部就有厚度为3μm的SU-8发生光化学反应并且反应生 成的图形是实验前所设计的图形。多次曝光后,不同层中的化学反应形成交联的2D图案在SU-8纵向上自 动对齐和堆叠,并最终形成3D微结构。



图3 移动焦面正反面曝光示意图



如图4所示, 三维PDMS 微通道的制造过程包括旋涂-前烘、曝光、后烘、显影-坚模、PDMS 模塑和热 交联-揭膜。EPON SU-8 2050 型树脂旋涂厚度范围为25~150 µm, 旋涂光刻胶厚度对应PDMS 微通道深度。 实验使用透明玻璃板 (5.08 cm×5.08 cm) 作为衬底基板。为使 SU-8 可以更均匀地旋涂在基板上, 首先将玻 璃基板在 120 °C 下加热 10 min, 然后冷却 5 min。如图 4(a) 所示, 将 SU-8 光刻胶滴在基板上, 以 600 rpm 速度 旋转 10 s, 再以 2700 rpm 速度旋转 40 s, 接着在 65 °C 下前烘 1 min, 在 95 °C 下前烘 6 min, 在 65 °C 下前烘 1 min, 以改善 SU-8 的粘附力。最后, 将基板冷却 30 min, 得到大约 50 µm 厚的 SU-8 薄膜。

随后采用上述原理对SU-8薄膜进行曝光,简略示意图如图4(b)所示。在样品正反面合计曝光17次后对样品进行后烘,如图4(c)所示,在65°C下对基板进行1min烘烤,后加热至95°C持续15min。随后对样品进行显影,如图4(d)所示,样品放显影液中浸泡6min后,在150°C下烘烤30min来坚模,目的是使SU-8微结构图形进一步固化,增强其稳定性。

通过 SU-8 微结构来制作 PDMS 微流体通道过程中,首先,将 PDMS 固化剂和 PDMS 以 1:10 比例混合。 将混合物放置 5 min,在真空泵中脱气后将混合物液体倒在 SU-8 微结构上,如图 4(e)所示,把模具放在 70 °C 烘箱中烘烤 24 h,使 PDMS 达到充分注塑。最后如图 4(f)所示,当 PDMS 完全热交联之后,轻轻地从 SU-8 微 结构模具上将 PDMS 薄膜揭下来,使用 N, N-二甲基甲酰胺对薄膜进行 5 min 超声清洗后,将薄膜翻过来固定 在干净的基板上,浓度梯度产生器 PDMS 微通道就制作完成了。



图4 三维PDMS 微通道制作流程示意图。(a) 匀胶-前烘; (b) 曝光; (c) 后烘; (d) 显影-坚模; (e) PDMS 模塑; (f) 热交联后揭膜 Fig. 4 Schematic diagram of processing flows of three-dimensional PDMS microfluidic channel. (a) Spin-coating, soft-bake; (b) Exposure; (c) Post-bake; (d) Development, hard-bake; (e) PDMS molding; (f) Thermally crosslinking, uncovering membrane

3 结果和讨论

利用激光扫描共聚焦显微镜 (LSCM) (OLS4100, 奥林巴斯, 日本) 对 SU-8 微结构模具和 PDMS 微通道的 形态进行分析测量, 获得了结构的 2D 和 3D 图像。利用 LEXT (OLS4100) 软件对微通道的深度和线宽进行测量。在 2D 共聚焦图像上绘制了一条测量线, 以测量横截面的深度和宽度。另外, 使用台阶仪测量 SU-8 模具 高度及 PDMS 微通道深度。

通过共聚焦激光扫描显微镜对 SU-8 微结构形貌进行表征的结果如图 5 所示。图 5(a) 展示了整个 SU-8 微结构共聚焦 2D 激光图像。可以看出, SU-8 微结构与设计图形外形相同, 每个分支的拐角均清晰无损。图 5(a) 中相同颜色表示相同高度, 这意味着整个图案高度是一致的。此外, 每个拐角边缘是锋利的。图 5(a) 中的横线是其横截面轮廓的测量线。SU-8 微观结构的共聚焦 3D 激光图像如 5(b) 所示, 从结果可以看出, 整个结构立体感强, 是凸起的, 并且完好无损。SU-8 微结构的高度测量至关重要, 因为其高度直接对应 PDMS 微流控芯片的深度。SU-8 微结构横截面轮廓结果如图 5(c) 所示。从图 5(c) 可以看出微结构高度为 50 μm, 与旋涂厚度相同。结果还表明, SU-8 微观结构具有几乎垂直的侧壁, 没有任何 "T"形轮廓, SU-8 微结构的实际轮廓与设计轮廓显示出良好的一致性。这些结果表明, 正反面移动焦平面重复曝光方法是成功的。

图 6 是对 PDMS 微通道的形态表征图, 图 6(a) 显示了整个 PDMS 微通道的共聚焦 2D 激光图像,结果显示 微通道的整体结构及分支与 SU-8 微结构完美对应。除此之外, 图 6(a) 中相同的颜色表示相同的高度, 图形 整体呈现更亮的黄色代表图形整体的高度相同,并且要比旁边的高度低。同理, 图 6(a) 中的横线是其横截面 轮廓的测量线。图 6(b) 为 PDMS 微结构的共聚焦 3D 激光图像, 通过 3D 图像可以更加清晰地看出 PDMS CGG 的微通道是凹陷的,并且每个通道均畅通无阻。图 6(c) 为测量 PDMS 微通道的横截面轮廓, 可以看出, 每个通道深度为 50 μm, 与 SU-8 微结构高度完全匹配。另外, PDMS 微通道的侧壁也几乎是垂直的。 PDMS 微通道的结果反向证明了 SU-8 微结构具有良好的质量和稳定性。

为进一步测量 SU-8 微结构高度及 PDMS CGG 微通道深度,使用台阶仪分别对两者进行表征,结果如图 7 所示,图 7(a)为 SU-8 微结构中四条沟道高度图,测量位置同图 5(a)一致,可以看出,四条沟道高度均为

以看出SU-8微结构没有形成顶部过调

49.444 μm, 与设计高度相同, 并且沟道侧壁均垂直, 从轮廓线可以看出 SU-8 微结构没有形成顶部过曝光、 底部欠曝光的 "T"字状结构, 证明实验曝光方法是成功的。图 7(b) 为 PDMS CGG 中四条沟道深度图, 测量 位置同图 6(a) 一致, 可以看出, 四条沟道深度均为49.310 μm, 证明了 SU-8 微结构的坚固性, 表明成功制备了 三梯度 PDMS 浓度梯度产生器。



图 5 SU-8 CGG LSCM 图像。(a) 2D 图像; (b) 3D 图像; (c) 通过 LEXT 测量的截面轮廓





图 6 PDMS CGG 的 LSCM 图像。(a) 2D 图像; (b) 3D 图像; (c) 通过 LEXT 测量的截面轮廓 Fig. 6 LSCM images of the PDMS CGG. (a) 2D image; (b) 3D image; (c) Cross section profile by LEXT



图7 (a) SU-8 微结构台阶仪与 (b) PDMS CGG 台阶仪测试结果

Fig. 7 Measurement result of (a) SU-8 microstructure and (b) PDMS CGG by step profiler

4 结 论

基于 DMD 无掩模光刻技术,从理论上分析了曝光次数与光刻胶厚度及每次移动焦平面距离之间的关 系,每次曝光时使焦平面移动一个焦深距离,当曝光到一半厚度时,将样品翻转并继续通过小功率重复曝光 方法来制备 SU-8 微结构。通过焦平面移动正反面重复曝光方法,制备质量更高的 SU-8 浓度梯度产生器微 结构,进一步得到 SU-8 阳模,最终制备了 PDMS 浓度梯度产生器。测量分析结果表明, SU-8 微结构的实际 轮廓与设计轮廓吻合良好,没有任何"T"形轮廓。此外, PDMS 微通道结果也反向证明了 SU-8 微结构的稳定 性。本研究为 SU-8 微结构制备提供了另外一种可行方法,有望进一步扩展 DMD 数字光刻在微流体芯片领 域的应用。

参考文献:

- [1] Guo M T, Rotem A, Heyman J A, *et al.* Droplet microfluidics for high-throughput biological assays [J]. *Lab on a Chip*, 2012, 12(12): 2146-2155.
- Fang X E, Chen H, Xu L J, *et al.* A portable and integrated nucleic acid amplification microfluidic chip for identifying bacteria
 [J]. *Lab on a Chip*, 2012, 12(8): 1495-1499.
- [3] Dittrich P S, Manz A. Lab-on-a-chip: Microfluidics in drug discovery [J]. Nature Reviews Drug Discovery, 2006, 5(3): 210-218.
- [4] Gao S R, Tung W T, Wong D S H, et al. Direct optical micropatterning of poly(dimethylsiloxane) for microfluidic devices [J]. Journal of Micromechanics and Microengineering, 2018, 28(9): 095011.
- [5] Lin Y. Numerical characterization of simple three-dimensional chaotic micromixers [J]. *Chemical Engineering Journal*, 2015, 277: 303-311.
- [6] Chen X Y, Li T C, Hu Z L. A novel research on serpentine microchannels of passive micromixers [J]. Microsystem Technologies, 2017, 23(7): 2649-2656.
- [7] McDonald J C, Whitesides G M. Poly(dimethylsiloxane) as a material for fabricating microfluidic devices [J]. Accounts of Chemical Research, 2002, 35(7): 491-499.
- [8] del Campo A, Greiner C. SU-8: A photoresist for high-aspect-ratio and 3D submicron lithography [J]. Journal of Micromechanics and Microengineering, 2007, 17(6): R81-R95.
- [9] Becnel C, Desta Y, Kelly K. Ultra-deep x-ray lithography of densely packed SU-8 features: II. Process performance as a function of dose, feature height and post exposure bake temperature [J]. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2005, 15(6): 1249-1259.
- [10] Balslev S, Romanato F. Functionalized SU-8 patterned with x-ray lithography [J]. Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena, 2005, 23(6): 2910-2913.
- [11] Becker E W, Ehrfeld W, Hagmann P, *et al.* Fabrication of microstructures with high aspect ratios and great structural heights by synchrotron radiation lithography, galvanoforming, and plastic moulding (LIGA process) [J]. *Microelectronic Engineering*, 1986, 4(1): 35-56.
- [12] Lorenz H, Despont M, Fahrni N, et al. High-aspect-ratio, ultrathick, negative-tone near-UV photoresist and its applications for MEMS [J]. Sensors and Actuators A: Physical, 1998, 64(1): 33-39.
- [13] Shirtcliffe N J, Aqil S, Evans C, *et al.* The use of high aspect ratio photoresist (SU-8) for super-hydrophobic pattern prototyping
 [J]. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2004, 14(10): 1384-1389.

[14]	Wu J S, Guo X, Zhang A P, et al. Rapid 3D µ-printing of polymer optical whispering-gallery mode resonators [J]. Optics
	Express, 2015, 23(23): 29708-29714.
[15]	Yin M J, Yao M, Gao S R, et al. Rapid 3D patterning of poly(acrylic acid) ionic hydrogel for miniature pH sensors [J].
	Advanced Materials, 2016, 28(7): 1394-1399.
[16]	Yin M J, Huang B B, Gao S R, et al. Optical fiber LPG biosensor integrated microfluidic chip for ultrasensitive glucose
	detection [J]. Biomedical Optics Express, 2016, 7(5): 2067-2077.
[17]	Wang J, Yao M, Hu C Z, et al. Optofluidic tunable mode-locked fiber laser using a long-period grating integrated microfluidic
	chip [J]. Optics Letters, 2017, 42(6): 1117-1120.
[18]	Mack C A, Matsuzawa T, Sekiguchi A, et al. Resist metrology for lithography simulation, part I: exposure parameter
	measurements [C]. SPIE's 1996 International Symposium on Microlithography, 1996, 2725: 34-48.
[19]	Xu B J, Jin Q H, Zhao J L. Fabrication and application of multilayer SU-8 based micro dispensing array chip [J]. Journal of
	Functional Materials and Devices, 2006, 12(5): 377-382.
	许宝建,金庆辉,赵建龙.基于多层SU-8结构的微喷阵列芯片的制作与应用研究[J].功能材料与器件学报,2006,12(5):
	377-382.

- [20] Zhao L, Zhang B Z, Duan J P, et al. The design and manufacture of micro cantilever based on thick photoresist [J]. Science Technology and Engineering, 2015, 15(30): 128-131.
 赵 龙, 张斌珍, 段俊萍, 等. 基于紫外厚胶的微悬臂结构设计与加工 [J]. 科学技术与工程, 2015, 15(30): 128-131.
- [21] Zhou Z F, Huang Q A. Comprehensive simulations for ultraviolet lithography process of thick SU-8 photoresist [J]. *Micromachines*, 2018, 9(7): 341.
- [22] Liang Q J, Zhou J Y. Uniform light design of digital lithography illumination system based on 365 nm LED [J]. Chinese Journal of Quantum Electronics, 2018, 35(2): 225-229.
 梁庆九,周金运.基于365nm LED 的数字光刻照明系统匀光设计 [J]. 量子电子学报, 2018, 35(2): 225-229.
- [23] Ryoo H, Kang D W, Hahn J W. Analysis of the line pattern width and exposure efficiency in maskless lithography using a digital micromirror device [J]. *Microelectronic Engineering*, 2011, 88(10): 3145-3149.
- [24] Zhang Y, Luo J, Xiong Z, et al. User-defined microstructures array fabricated by DMD based multistep lithography with dose modulation [J]. Optics Express, 2019, 27(22): 31956-31966.
- [25] Chen Q M, Zhou J Y, Hu Y M, *et al.* Tradeoff control of multi-exposure lithography for SU-8 photochemical reaction channel formation [J]. *BioChip Journal*, 2020, 14(4): 369-380.