

УДК 539.1.044

## ИЗГОТОВЛЕНИЕ LIGA-ШАБЛОНОВ ДЛЯ СОЗДАНИЯ МИКРОФЛЮИДНЫХ АНАЛИТИЧЕСКИХ СИСТЕМ

© 2008 г. Б. Г. Гольденберг<sup>1</sup>, Т. Н. Горячкова<sup>2</sup>, В. С. Елисеев<sup>1</sup>, Н. А. Колчанов<sup>2</sup>,  
В. И. Кондратьев<sup>1</sup>, Г. Н. Кулипанов<sup>1</sup>, В. М. Попик<sup>1</sup>, С. Е. Пельтек<sup>2</sup>,  
Е. В. Петрова<sup>1</sup>, В. Ф. Пиндюрин<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, Новосибирск, Россия

<sup>2</sup>Институт цитологии и генетики СО РАН, Новосибирск, Россия

Поступила в редакцию 26.10.2007 г.

Представлены предварительные результаты по созданию и тестированию образцов LIGA-шаблонов для глубокой рентгеновской литографии в спектральном диапазоне 3.5–13.5 кэВ. Метод изготовления шаблонов основан на прямом нанесении рисунка шаблона с минимальными размерами элементов  $\geq 10$  мкм непосредственно рентгеновским микропучком СИ. При таком способе исключается необходимость промежуточного шаблона, что значительно упрощает процесс изготовления, снижает трудоемкость и стоимость создаваемых LIGA-шаблонов.

### ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время в мировой науке происходит технологическая революция, направленная на переход к малым и сверхмалым размерам устройств для изучения функции биологических макромолекул, геномов, клеток, клеточных структур, а также для клинической диагностики и биохимических исследований. В основе этого направления лежит использование микро/нанофлюидных систем (МНФС).

Микро/нанофлюидные биоаналитические системы – интегрированные устройства, включающие современные высокотехнологичные и “наукоемкие” элементы электроники, микромеханики, нанотехнологий, оптики и гидравлики, генной и клеточной инженерии, биоинформатики. Важность разработок в области микро/нанофлюидной технологии подчеркивается серией тематических публикаций, например [1].

Базовым элементом микро/нанофлюидной системы является стеклянная или полимерная пластина с многоуровневой системой каналов, микрореакторов, клапанов и насосов, оперирующая с микро- и нанообъемами жидкостей. Важным преимуществом МНФС является возможность работать с индивидуальными клетками на разных стадиях их развития, а также с бесклеточными системами. МНФС позволяет реализовать на микроуровне важнейшие транспортные методы современной аналитической химии, проточно-инжекционный анализ, использовать преимущества ламинарных потоков, оптимизировать соотношение объема к поверхности в микрореакторах, обеспечить высокоэффективный капиллярный электрофорез. Радикальная миниатюризация размеров экспериментальных устройств, достигаемая с использованием мик-

ро/нанофлюидных технологий, открывает переход к качественно новым, низким по стоимости высокопроизводительным методам решения широкого круга фундаментальных и прикладных задач молекулярной и клеточной биологии, биотехнологии и биомедицины. Работа МНФС с микро- и нанообъемами жидкостей позволяет радикально (на порядки) снизить количество анализируемых биологических объектов, соответственно снижается расход дорогостоящих реактивов и стоимость анализов. В настоящей работе рассматривается способ изготовления полимерных МНФС с размерами каналов порядка  $40 \times 40$  мкм.

Глубокая рентгеновская литография в резистивных слоях толщиной от десятков микрометров до миллиметра и более является первым этапом LIGA-технологии, нацеленной на массовое изготовление широкого круга микроизделий. Для облучения рентгеновским пучком таких толстых слоев резистов с обеспечением достаточной однородности поглощенной дозы по глубине требуется относительно “жесткое” излучение с энергией фотонов  $\geq 10$  кэВ. Это предъявляет специфические требования к рентгеновским LIGA-шаблонам (маскам), через которые осуществляется экспонирование толстых слоев резистов. Для обеспечения достаточного контраста топологические рисунки таких шаблонов должны формироваться из относительно толстого рентгенопоглощающего материала (обычно 10–30 мкм золота или другого элемента с высоким атомным номером). В то же время “рентгенопрозрачные” подложки таких шаблонов могут быть сделаны относительно толстыми, чтобы обеспечить их необходимую прочность.

В традиционном методе создания LIGA-шаблона, как правило, с помощью электронной лито-

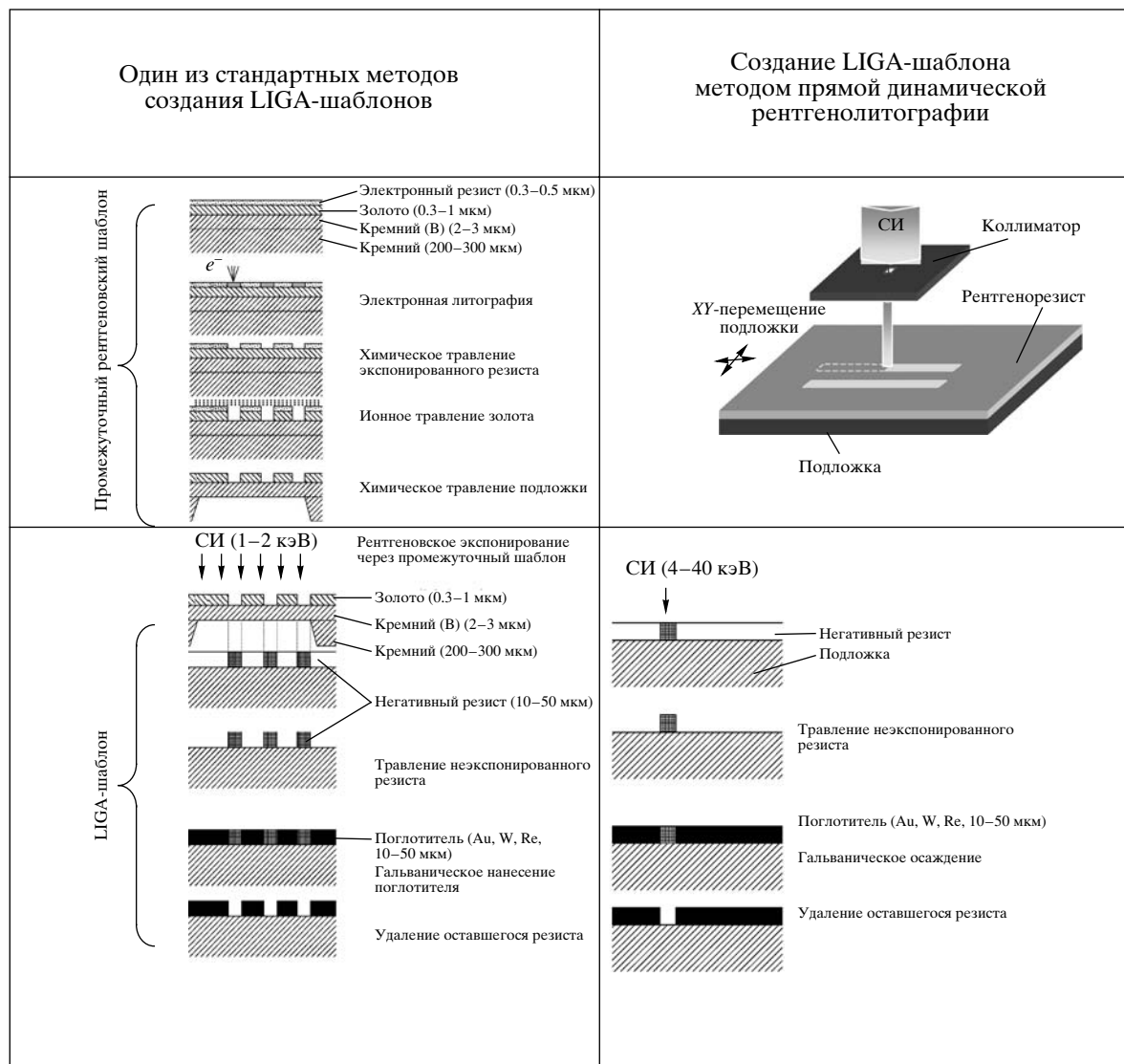


Рис. 1. Основные этапы технологических циклов изготовления рентгеношаблонов.

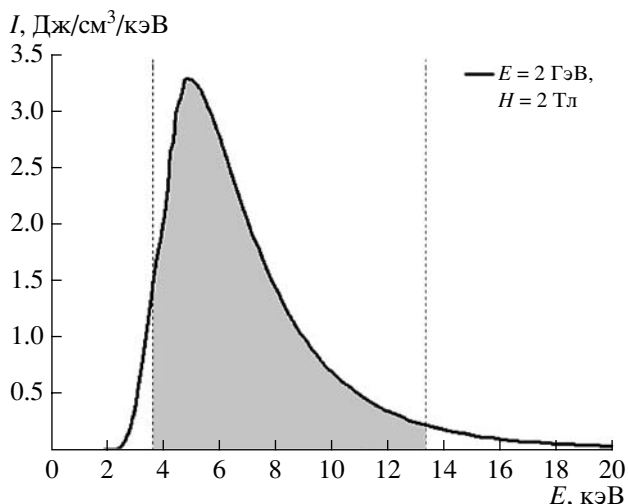
графии создается промежуточная рентгеновская маска с тонким рентгенопоглощающим рисунком (слой тяжелого элемента толщиной  $\sim 1$  мкм) на тонкой рентгенопрозрачной подложке (кремний, алмаз) толщиной порядка нескольких микрометров [2–4]. При экспонировании через такую маску в относительно “мягком” рентгеновском диапазоне спектра (1–2 кэВ) формируется рисунок в достаточно толстом слое резиста (10–30 мкм), служащий основой LIGA-шаблона. Такой процесс является многоступенчатым и трудоемким, а изготовленные LIGA-шаблоны получаются дорогими, что сильно сдерживает широкое внедрение LIGA-технологии для массового изготовления различных микроизделий и микроустройств в самых разных областях применения.

В Институте ядерной физики СО РАН (Новосибирск) обрабатывается технология прямого из-

готовления LIGA-шаблонов (без промежуточной маски) для последующего создания глубоких (до 1 мм) микроструктур с минимальными поперечными размерами элементов ( $\geq 10$  мкм) [5]. Как правило, такие микроструктуры с высоким аспектным отношением невозможно создать другими методами.

#### ПРИНЦИПЫ СОЗДАНИЯ LIGA-ШАБЛОНОВ И ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ МАТЕРИАЛЫ

На рис. 1 схематически представлены для сравнения технологические этапы изготовления LIGA-масок классическим способом и предлагаемым авторами методом прямой рентгенолитографии. Для исключения из процесса создания LIGA-шаблонов промежуточной маски использовано прямое формирование топологического рисунка шаблона ме-

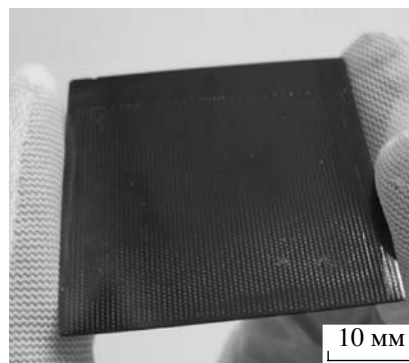


**Рис. 2.** Спектр излучения, поглощаемого в резисте SU-8 при выбранном режиме.

тодом управляемого глубокого экспонирования под микропучком рентгеновского синхротронного излучения (СИ) толстых (десятки микрометров) резистивных слоев, нанесенных на относительно толстую рентгенопрозрачную подложку. После удаления необлученного резиста и гальванического нанесения рентгенопоглощающего слоя можно получить LIGA-шаблон.

Базовая установка для экспериментов – станция “LIGA” накопителя ВЭПП-3 ИЯФ СО РАН [6]. Спектральный диапазон синхротронного излучения (СИ) на станции “LIGA” определяется параметрами источника излучения – накопителя ВЭПП-3 ( $E = 2$  ГэВ,  $H_{изл} = 20$  кГс) и установленными в канале вывода СИ для вакуумной безопасности бериллиевыми фольгами с общей толщиной 500 мкм. Дополнительно для защиты резистивных слоев от повреждения между технологическими процессами экспонируемые образцы закрывались алюминиевой фольгой толщиной 10 мкм. В этих условиях для полимерных резистов типа полиметилметакрилата (ПММА) или SU-8 спектр поглощенного излучения находится в диапазоне 3.5–13.5 кэВ (рис. 2). При этом неоднородность распределения поглощенной дозы в резисте по глубине в слое толщиной до 100 мкм не превышает 30%.

В качестве резиста использовался коммерчески доступный негативный резист SU-8, позволяющий за один цикл наносить слои толщиной от одного до двухсот и более микрометров, обладающие хорошей механической, химической и температурной стойкостью [5, 7]. В качестве материала подложек для изготовления LIGA-шаблонов был выбран стеклоуглерод марки СУ-900 производства НИИ Графит, Москва [5].



**Рис. 3.** Стеклоуглеродная пластина с тестовым рисунком из резиста SU-8.

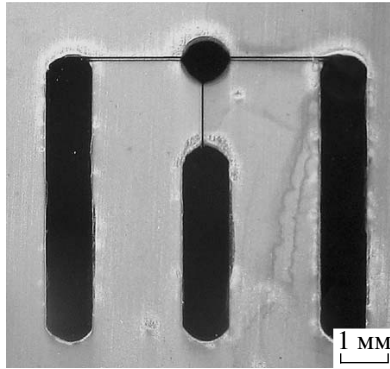
### РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В выполненном цикле тестовых экспериментов использовались шлифованные пластины стеклоуглерода толщиной 500–700 мкм. Перед нанесением резиста подложки подвергались обработке в серной кислоте с последующей сушкой при температуре 200°C [5]. Дополнительное нанесение проводящих слоев для гальванопластики не проводилось. На рис. 3 показана стеклоуглеродная подложка с тестовой сеточной микроструктурой, сформированной из резиста SU-8.

Образцы с нанесенным резистом толщиной 20–40 мкм облучались посредством поперечного их перемещения относительно сколлимированного рентгеновского микропучка СИ с размерами 40 × 40 мкм [5]. Перемещение образцов обеспечивалось двухкоординатным сканером и выполнялось со скоростью 50 мкм/с с точностью 1 мкм. В процессе многопроходного рисования сформированный иглоподобный пучок рентгеновского излучения создавал скрытое изображение требуемой микроструктуры шаблона непосредственно в толстом слое резиста. Типичные поглощенные в единицу объема дозы при экспонировании образцов составляли 40–60 Дж/см<sup>3</sup>.

На вскрытые от резиста после травления участки стеклоуглеродной подложки гальванически наносилось рентгенопоглощающее покрытие золота толщиной 14 мкм. Контраст такого шаблона для экспонирования ПММА в указанном выше спектральном диапазоне по оценкам равен 35.

Таким образом, были получены образцы рентгеношаблонов с заданной топологией. Структура рисунка представляет собой реакционные камеры, соединенные каналами шириной 40 мкм (рис. 4). С использованием созданных шаблонов на станции LIGA было изготовлено больше трех десятков образцов МФАС для биологических исследований. МФАС с каналами глубиной 30–40 мкм, шириной 40 мкм, выполненными в пластинах ПММА (рис. 5). Изготовленные образцы МФАС были разработа-



**Рис. 4.** Микрофотография рентгеношаблона МФАС, покрытого слоем золота.

ны для биологических экспериментов с микропотоками жидкостей и индивидуальными клетками *E. coli* в ИЦиГ СО РАН [8]. Каких-либо изменений качества шаблонов после многократного использования на пучке СИ отмечено не было.

Представленный метод позволяет получать LIGA-шаблоны, обладающие хорошим рентгеновским контрастом, механически прочные, устойчивые к радиационным воздействиям. Однако необходимо отметить ряд ограничений. Для формирования микропучком СИ в резисте сложных рисунков большой площади требуется значительное время. Кроме того, флуоресценция, вызываемая “жесткими” фотонами с энергией более 10 кэВ, и достаточно большой пробег вторичных электронов способны вызвать нежелательную засветку необлучаемых областей, что ограничивает минимально возможный размер элементов на уровне 5 мкм. Тем не менее, для многих практических задач необходимо изготовление микроструктур с размерами в десятки микрометров при глубине в десятки и сотни микрометров. В таких случаях предложенный метод создания LIGA-шаблонов может оказаться оптимальным.

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Продемонстрирована возможность реализации с использованием метода прямой рентгеновской литографии полного технологического цикла изготовления LIGA-шаблонов на стеклоуглерод-



**Рис. 5.** Образцы полимерных МФАС, созданных с применением готового шаблона.

ных подложек. Изготовлены тестовые образцы LIGA-шаблонов с золотым покрытием для глубокой рентгенолитографии.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант № 03-02-16718-а).

Авторы благодарны персоналу ускорительного комплекса ВЭПП-3/4 Института ядерной физики СО РАН за предоставление возможности и обеспечение работ с пучками синхротронного излучения из накопителя ВЭПП-3.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Whitesides G.M. // Nature. 2006. V. 442. № 27. P. 368.
2. Artamonova L.D., Gentslev A.N., Deis G.A. et al. // Rev. Sci. Instr. 1992. V. 63. № 1. P. 764.
3. Артамонова Л.Д., Гаврюшкина Н.И., Гашицкий В.Н. и др. // Отчет Сиб. межд. центра за 1991–1992 гг. / Под ред. Мезенцева Н.А. Новосибирск: ИЯФ СО РАН. С. 232.
4. Дейс Г.А., Михалев Е.В., Прокопенко В.С. и др. // Отчет Сиб. межд. центра за 1991–1992 гг. / Под ред. Мезенцева Н.А. Новосибирск: ИЯФ СО РАН. С. 229.
5. Петрова Е.В., Гольденберг Б.Г., Кондратьев В.И. и др. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2007. № 6. С. 14.
6. Генцелев А.Н., Гольденберг Б.Г., Кондратьев В.И. и др. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2002. № 9. С. 30.
7. <http://aveclafaux.freeservers.com/SU-8.html>
8. Колчанов Н.А., Пельтек С.Е., Тикунова Н.В. и др. // Наука и нанотехнологии. Матер. науч. сессии Президиума СО РАН. 22 декабря 2006. Новосибирск: СО РАН, 2007.

### Manufacture of LIGA-Masks for Microfluidic Analytical Systems

**B. G. Goldenberg, T. N. Goryachkovskaya, V. S. Eliseev, N. A. Kolchanov, V. I. Kondratyev, G. N. Kulipanov, V. M. Popik, S. E. Peltek, E. V. Petrova, V. F. Pindyurin**

Preliminary results on manufacture and testing of LIGA-mask samples for deep X-ray lithography within the 4–40 keV spectral range are presented. The method of masks manufacture is based on direct creation of pattern topology (with minimal element dimension  $\geq 10 \mu$ ) with X-ray microbeam. Such a method does not require an intermediate mask, which essentially simplifies the process of manufacture as well as reduces laboriousness and cost of X-ray LIGA-masks.