

文章编号 1004-924X(2010)02-0420-06

应用 X 射线光刻的微针阵列及掩模板补偿

陈少军¹, 李以贵¹, 杉山进²

- (1. 上海交通大学 微纳米科学技术研究院 薄膜与微细技术教育部重点实验室
微米/纳米加工技术国家级重点实验室, 上海 200240;
2. 日本立命馆大学 微系统研究中心, 日本 滋贺 525-8577)

摘要:提出了一种聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA)微针的微细加工工艺,该工艺基于 PCT 技术,结合 X 射线以及光刻掩模制作三维微结构。通过移动 LIGA 掩模板曝光来加工微立体 PMMA 结构,其加工形状取决于 X 光光刻掩模板吸收体的形状。实验显示,最终的结构形状并非完全与掩模板上吸收体的形状一致。如果不对 X 光光刻掩模板的吸收体形状进行补偿,即使被加工的微结构侧面变形,从而影响微针的性能。分析了微针阵列侧面变形的原因,认为这种变形是由于显影时间与曝光量之间的非线性关系导致结构形状与曝光量分布不完全一致造成的。利用 PCT 方法制作的 PMMA 微针其长度为 100~750 μm ,直径为 30~150 μm ,针尖的直径最小可达 100 nm。通过对 LIGA 掩模板上的吸收体图形进行适当的补偿,使吸收体图形从中空的双直角三角形变为中空的半椭圆图形,增强了带沟道的微注射针阵列的强度。

关键词:X 射线光刻;聚甲基丙烯酸甲酯;三维微结构;掩模;吸收体

中图分类号:TN305.7 **文献标识码:**A

Microneedle array and mask compensation based on X-ray lithography

CHEN Shao-jun¹, LI Yi-gui¹, SUGIYAMA Susumu²

- (1. Key Laboratory for Thin Film and Microfabrication Technology of the Ministry of Education, National Key Laboratory of Micro/Nano Fabrication Technology, Research Institute of Micro/Nano Science and Technology, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200240, China;
2. Research Center of Microsystems, Ritsumeikan University, Kusatsu, Shiga 525-8577, Japan)

Abstract: A new microfabrication technology based on PMMA (polymethylmethacrylate) microneedles was presented by using the PCT technology with X-ray and lithographic mask. By moving lithographic mask, three-dimensional PMMA microstructures could be made, and the fabricated shape was directly dependent on the absorber pattern on X-ray mask. From the experiment, the final microstructure was not the same as the absorber pattern on X-ray mask. Experiments show that if there is no compensation for mask design, the shapes of sloped side-wall on the exposed structures will be deformed, which affects the performance of microneedles. The main reason of the deformed shapes of sloped side-wall was analyzed in this paper, and results show that it comes from nonlinear relationship between develop-

收稿日期:2009-09-21; **修订日期:**2009-11-20.

基金项目:上海市浦江人才计划资助项目(No. 09PJ1406200);国家自然科学基金资助项目(No. 60777016);科技部国际合作资助项目(No. 2009DFB10330);航空重点实验室基金资助项目(No. 20080857002)

ping time and exposure energy. Based on the PCT method of fabricating PMMA microneedles, the length of the microneedle is 100–750 μm , and the diameter is 30–150 μm , which means that the minimum of the microneedle's diameter is 100 nm. Based on the compensation of the mask pattern, the strength of microneedle with the channels has been improved by changing the mask pattern from a hollow double right-triangular pattern to a hollow double semi-elliptic pattern.

Key words: X-ray lithography; PMMA; three-dimensional microstructure; mask; absorber

1 引言

微机电系统 (Microelectromechanical system, MEMS) 的性能优劣主要取决于该系统的材料和结构, 常规的微电子机械制造的基础是硅微加工技术, 其加工材料主要是硅, 这就在很大程度上限制了其他具有优良性质材料的使用。1986年, 德国卡尔斯鲁原子核研究中心研发了一种全新的微机械加工技术——LIGA 技术 (Lithographic, Galvanogormung, Abformung)^[1-3], 这种方法取材广泛, 如高分子材料、金属、陶瓷等都可以作为其加工对象, 从而拓宽了微机电系统的选材范围。

目前, 在三维微细加工领域可以加工出高深宽比结构的技术有 DIRE^[4-5], UV-LIGA^[6], 准分子激光技术^[7], 以及将同步辐射深度 X 射线刻蚀^[8]、电铸成型及塑铸等技术有机结合的 LIGA 技术。国际上十分重视 LIGA 技术的研究, 欧洲、美国及亚洲等均开展了大量的研究工作, 特别是欧洲对 LIGA 技术投入了相当大的力量, 同时也取得了很大的进展并保持领先地位。在亚洲, 日本立命馆大学已实现用于斜面自由曲面的微细三维加工 LIGA 技术^[9], 并且随着皮肤促渗性能研究的日益增多, 微针促渗系统在提高皮肤渗透性上的优势更加明显, 逐渐应用于透皮给药系统。微针阵列技术在精确药物注射、临床监测和生物监测等领域有着广泛的发展前景^[10-12]。本文研究了移动 X 射线光刻引起三维立体微结构变形的各种原因, 并提出了用于改善变形的微结构曲线掩模图形补偿法。

2 微针阵列加工原理

X 射线应用于 LIGA 技术获得了高深宽比三维微结构。日本立命馆大学同步辐射光从“AU-

RORA”阀门引出, 利用两块 200 μm 厚的铍窗进行真空隔离和滤波, 波长为 0.15~0.95 nm, 如图 1 所示。不通过样品台扫描获得的曝光面积为 30 mm×5 mm, 通过样品台扫描获得的曝光面积满足 76 mm、100 mm 基片曝光的要求。同时, 可以实现倾斜曝光和多次对准曝光。目前已经获得的同步光刻深度达到 1 mm; 最小线宽达到 100 nm, 高宽比大于 200; 同时通过移动曝光可以刻蚀出三维复杂微结构。扫描台移动速度为 2~20 mm/s, 扫描台速度均匀性 $\leq \pm 5\%$, 扫描台旋转角度为 0~90°。

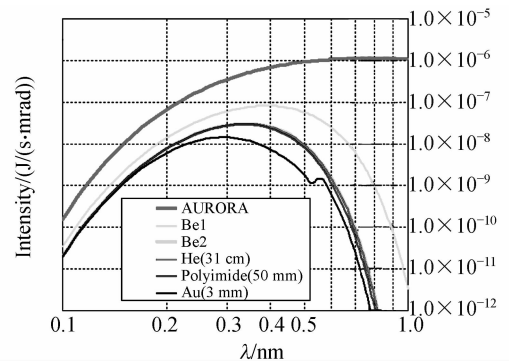
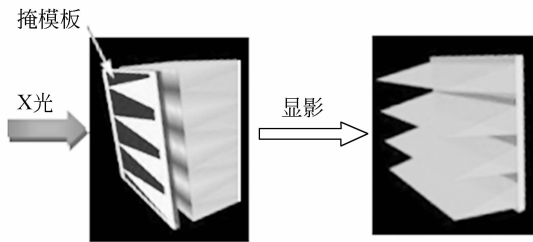


图 1 LIGA 光束线光谱分布

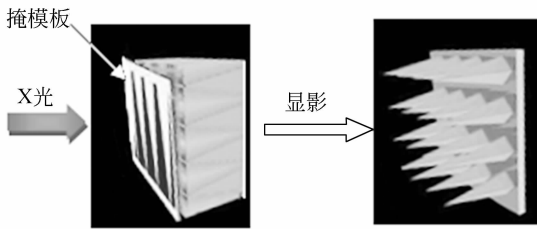
Fig. 1 Spectrogram of LIGA beam lines

为了制作微针阵列, 采用了 PCT 技术, 其原理图如图 2 所示。PCT 技术是一种加工三维结构的方法, 其截面与二维掩模板上的图形很相似。第一次曝光时, 将掩模板和 PMMA 基板对准, 如图 2(a) 所示, 曝光装置示意图如图 3 所示; 第二次曝光时, 将载有同一块掩模板的移动平台旋转 90°, 曝光条件与第一次完全相同, 经过显影就可得到微针阵列结构, 如图 1(b) 所示。两次曝光光源均为从图 1 中“AURORA”阀门引出。本实验显影时选择 GG 显影液, 显影时间为 2.5 h, 温度控制在 37 °C 左右。两次曝光过程中所使用的是

同一块掩模板,由 3.5 μm 的金层和 50 μm 的聚酰亚胺层构成。



(a) 第一次显影
(a) The first development



(b) 第二次显影
(b) The second development

图 2 基于 PCT 技术制作微针原理

Fig. 2 Principle of microneedles fabrication based on PCT technology

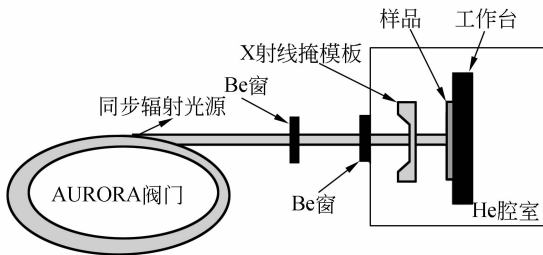
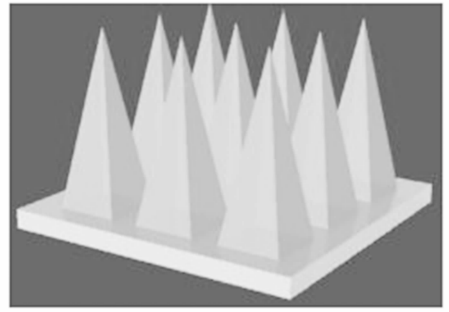


图 3 曝光装置示意图

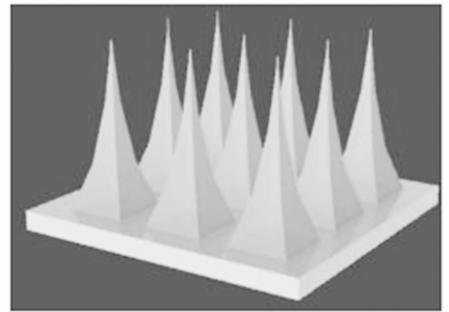
Fig. 3 Schematic photo of exposure equipment

3 问题的分析与解决

利用 PCT 技术制作微针的结构时发现,最后加工出来的微针结构与理论中的结构有误差,误差模型如图 4 所示。图 4(a)为理想的微针阵列结构模型;图 4(b)为实际的微针阵列结构模型。对比图 4(a)和 4(b)可知,实验过程的微针模型侧面受到影响产生了变形。



(a) 理想模型
(a) Ideal model



(b) 实际结构
(b) Actual structure

图 4 误差模型

Fig. 4 Error models

3.1 微结构侧面的变形原因分析

影响微针结构形状的原因有 3 点:

(1)工艺因素:在曝光过程中,曝光量的大小与刻蚀的深度存在非线性关系。如图 5 所示,在某一固定时刻,随着曝光量等幅值地增加,刻蚀的深度并非等幅值增加。显影时间与刻蚀的深度也存在非线性关系。因此,由于显影时间与曝光量

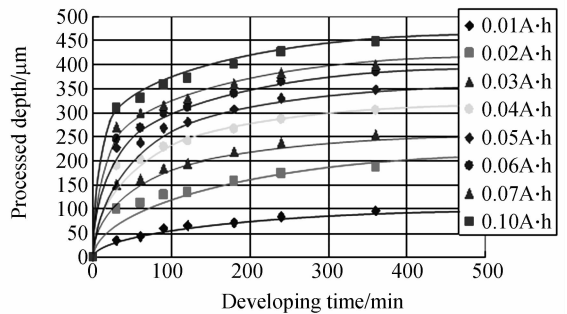


图 5 显影时间、曝光量与刻蚀深度的非线性关系
Fig. 5 Nonlinear relationship between etching time, exposure and depth

之间的非线性关系,导致微针结构形状与曝光量分布不完全一致,从而造成微针结构侧面变形。

(2)物理因素:曝光过程中,X射线在PMMA基板(即光刻胶)中存在菲涅耳衍射和衬底激发的二次电子散射,因此在理论上将对结构侧面形状造成影响。由于菲涅耳衍射现象的存在,随着光刻深度的增加,菲涅耳衍射现象更加明显,因此X光透过掩模板后使曝光区域变大,最终导致刻蚀面增大;并且光刻深度越大,影响也越大。X光照衬底产生的二次电子对于光刻精度的影响不大,图形精度能够达到亚微米量级,因此可以忽略二次电子散射对结构侧面的影响。

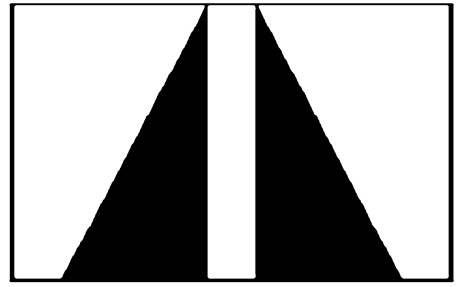
(3)机械因素:扫描台运动的非线性,这是由于工艺设备制造原因所引起的误差,在工艺制造过程中难以避免,但是这种误差在制造业中是允许的。

3.2 补偿掩模板的设计以及实验结果

通过模拟可以发现,X射线并没有严格按照掩模板上预先设计好的图形穿过掩模板。假设掩模板与PMMA基板之间的间距为 $25\ \mu\text{m}$,如图6(b)所示,X射线并没有完全按照图6(a)掩模板上的图形透过掩模板。图6(a)黑色部分为金吸收体材料,它用于阻挡X射线。图6(b)中的黑色虚线为理想的X射线穿过掩模板后的光斑强度,而实际上是实线,这就需要改进原先设计好的掩模板。

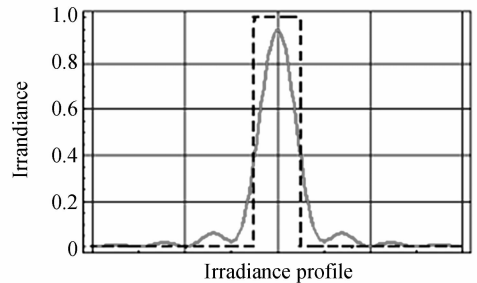
图7为制造微针阵列而设计的掩模板,其中包含了制造空心微针阵列的三角形掩模板图形和曲线补偿掩模板图形。图6(a)为制造空心微针阵列而设计的中间开叉三角形掩模板图形,图8是利用图6(a)所示掩模板制造的空心微针阵列。图9(a)为制造空心微针阵列而设计的曲线补偿掩模板图形,图9(b)是通过图9(a)掩模板图形制造的空心微针阵列。

利用PCT方法制作的PMMA微针,其允许可靠制作长度在 $100\sim 750\ \mu\text{m}$,微针的直径可在 $30\sim 150\ \mu\text{m}$ 内自由变化,而针尖的直径最小可达到 $100\ \text{nm}$,保证了良好的穿刺效果,以及最大限度地降低患者注射时的疼痛。此方法的优势在于利用X射线光刻工艺,通过改变掩模板的吸收体图形,可以方便地改变微针的直径和密度。实验证实,这组微针可有效地穿透人体皮肤,吸取并传递裂缝间的流体至微通道中。



(a) 中间开叉的三角形掩模板

(a) Triangle mask with opening in the middle



(b) X 射线分布图

(b) X-ray distribution

图6 透过掩模板的X射线分布图

Fig. 6 X-ray distribution through the mask

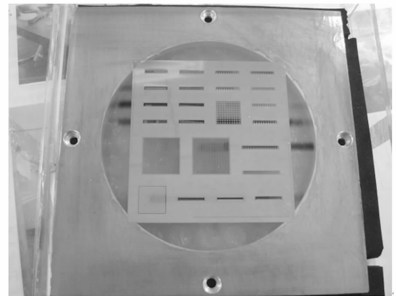


图7 实验掩模板

Fig. 7 Experimental mask

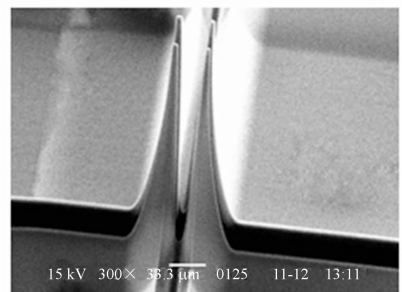
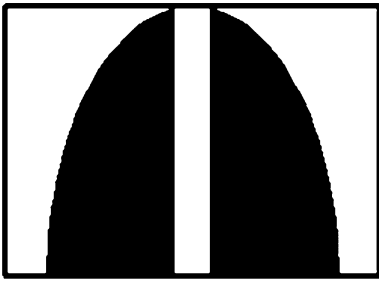


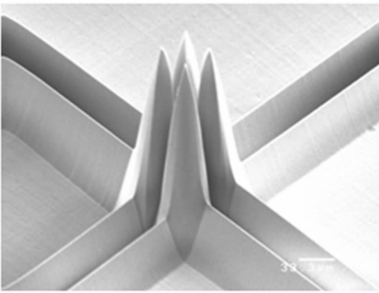
图8 利用图6(a)的掩模板制备的微针

Fig. 8 Microneedles fabricated by the mask in Fig. 6(a)



(a) 补偿掩模板图形

(a) Mask pattern after compensation



(b) 利用图(a)的掩模板制备的微针

(b) Microneedle fabricated by the mask in Fig. (a)

图 9 基于图(a)掩模板的制作的微针

Fig. 9 Microneedle fabricated by mask in Fig. (a)

4 结 论

采用 PCT 加工技术,建立了一种基于三维聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA)的微结构制作方法,其微针长度 $100\sim 750\ \mu\text{m}$,直径为 $30\sim 150\ \mu\text{m}$ 。通过模拟及实验发现在制造三维 PMMA 微结构时存在结构侧面变形,因此提出了补偿掩模板设计技术,即考虑到了 X 射线吸收能量分布与微结构的结构形状关系提出了修正掩模板图形的技术。X 射线光刻掩模板由中间开叉的三角形变为中间开叉的半椭圆图形,这样增强了带沟道的微注射针阵列的强度。并在此基础上加工实心的微针阵列只需将叉开的图形合并即可。该种微针的材质为 PMMA,具有足够的强度,可作为镍电镀工艺大批量生产的模具,再用镍模具加工生成与生物体兼容的 PLLA 微针阵列,从而可以降低成本,实现批量化生产。

参考文献:

- [1] BECKER E, EHRFELD W, HAGMANN P, *et al.*. Fabrication of microstructures with high aspect ratios by LIGA process [J]. *Microelectron. Eng.*, 1986; 35-56.
- [2] 梁静秋,姚劲松. LIGA 技术基础研究[J]. *光学精密工程*, 2000, 8 (1): 38-41.
LIANG J Q, YAO J S. The study LIGA technology [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2000, 8 (1): 38-41. (in Chinese)
- [3] BLEY P. The LIGA process for fabrication of 3D micro-scale structures [J]. *Interdisc. Sci. Rev.*, 1993, 18(4): 267-272.
- [4] FU L, MIAO J M, LI X X, *et al.*. Study of silicon for deep etching micro-gyroscope fabrication [J]. *Appl. Surface Sci.*, 2001, 177(1-2): 78-84.
- [5] CHABLOZ M, SAKAI Y, MATSUURA T, *et al.*. Improvement of sidewall roughness in deep silicon etching [J]. *Microsyst. Technol.*, 2000, 6(3): 86-89.
- [6] 明平美,朱荻,胡洋,等. UV-LIGA 技术制备微型柔性镍接触探针[J]. *光学精密工程*, 2006, 15(5): 735-740.
- [7] MING P M, ZHU D, HU Y, *et al.*. Fabrication of nickel soft contact microprobe based on UV-LIGA [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2006, 15(5): 735-740. (in Chinese)
- [8] GREGORY P B, MICHAEL T D. Excimer laser micromachining for rapid fabrication of diffractive optical elements [J]. *Applied Optics*, 1997, 36 (20): 4666-4674.
- [9] 董晓浩,凤良杰,康乐,等. 同步辐射 X 射线双晶单色器联动机构[J]. *光学精密工程*, 2007, 15(2): 224-229.
- [10] DONG X J, FENG L J, KANG L, *et al.*. A mechanical linkage of double crystal X-ray monochromator for synchrotron radiation [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2007, 15(2): 224-229. (in Chinese)
- [9] SUSUMU S, SOMMAWAN K, GAKU K. Plane-pattern to cross-section transfer (PCT) technique for deep x-ray lithography and applications [J]. *J. Micromec. Microeng.*, 2004, 10: 1394-1404.
- [10] 贾书海,李以贵,朱军,等. 一种新的低成本微电子

机械系统微针加工方法[J]. 西安交通大学学报, 2007,41(5):589-592.

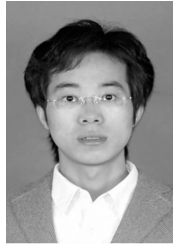
JIA SH H, LI Y G, ZHU J, *et al.*. A new low-cost fabrication method for micro mechanical system microneedles [J]. *Journal of Xi'an Jiaotong University*, 2007,41(5):589-592. (in Chinese)

- [11] 孙潇,贾书海,朱军,等. 新型 MEMS 微针设计及其力学性能[J]. 半导体学报, 2007,28(1):113-116.

SUN X, JIA SH H, ZHU J, *et al.*. Design and mechanical characteristics of novel MEMS microneedles [J]. *Chinese Journal of Semiconductors*, 2007,28(1):113-116. (in Chinese)

- [12] KIM K, PARK D S, LU H M. A tapered hollow metallic microneedle array using backside exposure of SU-8 [J]. *J. Micromech. Microeng.*, 2004,14(2):597-603.

作者简介:



陈少军(1985—),男,江苏泰州人,上海交通大学博士研究生,主要从事微机械加工,纳米加工技术(LIGA 工艺)以及微光学器件的研究。E-mail: chenshaojun@sjtu.edu.cn

杉山进(1946—),男,日本立命馆大学教授,上海交通大学微纳研究院客座教授,主要从事 MEMS 微器件的研究。E-mail: sugiyama@fc.ritsumei.ac.jp

导师简历:



李以贵(1965—),男,江西广昌人,博士,研究员,博士生导师,2001 年于日本东北大学获工学博士学位,2003 年~2007 年在日本立命馆大学任副教授,2007 年 4 月起在上海交通大学微纳科学技术研究院任研究员,主要从事聚合物微机电系统,微传感器与微驱动器,微能源采集技术,微光机电系统的研究。E-mail: ygli@sjtu.edu.cn

● 下期预告

自抗扰技术在卫星姿态模拟系统中的应用

廉 明,韩振宇,富宏亚

(哈尔滨工业大学 机电工程学院,黑龙江 哈尔滨 150001)

建立了高精度卫星姿态模拟系统用于光通信地面仿真试验。针对卫星轨迹特点,设计了一种改进的自抗扰控制算法。首先,介绍了自抗扰控制技术的特点和控制原理。接着,提出改进的伺服算法,为自抗扰算法引入了选择性积分项;针对系统 $\pm 10''$ 动态误差要求,设计了多阈值非线性函数;添加状态判断模块实时更改非线性函数参数。同时,给出了算法主要参数的整定原则。然后,基于控制器开放伺服功能,给出自抗扰控制的实现方法和计算流程。实验结果表明:跟踪斜坡信号的动态误差为 $\pm 6''$,系统具有良好的连续加减速能力;经对比,在跟踪卫星姿态轨迹时,自抗扰控制的抗干扰能力优于 PID 控制,跟随误差达到 $\pm 7''$,满足了自抗扰控制满足高精度姿态仿真要求,算法的稳定性和抗干扰能力较强。