

doi: 10.3969/j.issn.1001-3849.2020.07.005

# 高度梯度微纳结构的自动化电镀制备方法

宋青员, 何荣祥, 陈朝会, 张正涛\*

(江汉大学交叉学科研究院, 湖北 武汉 430056)

**摘要:** 纳米生物学需要制备多种微纳米结构, 为解决高度梯度微纳结构制备的问题, 采用可控垂直拉升电镀的方法, 在导电基底ITO玻璃表面制备微纳米通道。以带有微纳米结构的导电基底材料作为掩模板, 通过调节电镀过程中基底垂直拉升的速度, 以控制电镀掩模板表面的电镀时间, 来制备具有高度梯度的微纳米结构。根据这一方法不断优化实验装置, 设计开发出高度梯度微纳米结构制备自动化平台。该平台集成了常规电镀方法和不同高度梯度结构电镀方法中的各种功能模块, 系统集成度高, 实验条件控制精确稳定, 使得高度梯度微纳结构的制备简单化、高效化。

**关键词:** 电镀; 高度梯度; 自动化平台

**中图分类号:** TG174.441

**文献标识码:** A

## Automated Electroplating for Gradient Height Micro-nano Structures Fabricating

SONG Qingyuan, HE Rongxiang, CHEN Chaohui, ZHANG Zhengtao\*

(Institute for Interdisciplinary Research, Jianghan University, Wuhan 430056, China)

**Abstract:** Micro-nano structures are generally used in nano-biomedicine. In order to fabricate gradient height micro-nano structures on conductive ITO glass substrates, controllable vertical pull-up electroplating was utilized. ITO glass with micro-nano structures was used as a mask, and the gradient height micro-nano structures were fabricated by controlling the vertical pull-up velocity of ITO glass. Therefore, the electroplating time increases gradient in the process of vertical pull-up. An automatic experimental equipment for fabricating gradient height micro-nano structures is fabricated after optimizing the experimental process. Multiple functional components are integrated in this platform, including the conventional electroplating and gradient height electroplating. The system was highly integrated and the experimental conditions can be stable and precise controlled. Therefore, the preparation of height-gradient micro-nano structures can be simple and efficient realized.

**Keywords:** electroplating; gradient height; automation platform

微纳加工对发展先进制造技术和生产各种微纳器件有着十分重大的意义。随着对微纳结构各

收稿日期: 2019-11-26

修回日期: 2020-01-16

通信作者: 张正涛, zhangzhengtao1986@126.com

基金项目: 国家自然科学基金(81402466); 江汉大学中青年拔尖人才培养计划

种物理性能的深入了解,越来越多的器件和实验手段需要制备各种特异性的微纳结构,如三维微纳米结构、高度梯度微纳米结构等。精确高效地生产所需要的特异性微纳米结构,是当前微纳加工和先进制造技术的重大课题之一,也为微纳结构应用与更深入的下一步研究提供了重要基础<sup>[1-3]</sup>。

当前,微纳加工的方法有很多种,比如注塑的方法<sup>[4]</sup>,利用聚焦离子束蚀刻方法<sup>[5]</sup>,以及常用的LIGA技术<sup>[6]</sup>等。Koller<sup>[7]</sup>提出了在ITO表面旋涂SU-8光刻胶后用负离子刻蚀的方法。Bahadorimehr<sup>[8]</sup>和 Mario<sup>[9]</sup>等人提出了一种湿刻蚀方法。这些微纳加工的方法一般是在二维衬底上紫外曝光制备微纳米柱。如需制备高度梯度微纳米结构,需要将旋涂有光刻胶的衬底倾斜放置,利用三维软光刻技术曝光。该状态下光刻胶的厚度不同,曝光后制备的微纳结构高度呈现梯度变化。但该方法相对复杂不可控,实验条件不稳定。本文提出一种利用电镀制备高度梯度微纳结构的方法并提出制备工艺自动化实验平台,能更加简单高效制备高度梯度或其他微纳米结构,可广泛应用于微结构制备、微器件制造等研究。

## 1 电镀制备微纳结构方法

### 1.1 实验试剂

光刻胶 AZ9260 及显影液 AZ300MIF 购自美国 Microchem 公司;匀胶铬板购自长沙韶光铬板有限公司;氧化铟锡(ITO)导电玻璃购自华南湘城科技有限公司;丙二醇甲醚醋酸酯(PGMEA);镍电镀液;丙酮。

### 1.2 微纳米结构掩模板的制作

用 L-edit 软件绘制需要制作的微纳结构图形文件,转档后输入激光直写仪( $\mu$ pg501, Heidebeger)的对应软件中。将匀胶铬板放入激光直写仪中曝光后,用显影液 AZ300MIF 显影并用去铬液(酸化硝酸铈铵)处理铬板,去除多余的光刻胶。用去离子水洗涤并用氮气吹干后得到掩模板如图 1。将 ITO 玻璃表面超声清洗后放置在匀胶机托盘中,均匀涂覆 AZ9260 光刻胶与 PGMEA 的混合液(1:1 混合,稀释光刻胶),匀胶机甩胶速度为 750 r/min, 15 s 后加

速至 1500 r/min, ITO 表面得到涂覆均匀的光刻胶,厚 10  $\mu$ m,加热台加热两分钟后使光刻胶固化。在光刻机下,将掩模板盖在光刻胶上面进行紫外曝光,用 AZ300MIF 显影液显影,可得到对应的微纳米通道。



图 1 掩模板结构

Fig.1 Structure of the Mask

### 1.3 电镀制备高度梯度微纳米结构

在 ITO 表面光刻显影后,部分区域光刻胶被显影液洗掉,露出基底为 ITO 的微通道,此时,可以利用电镀的方法在 ITO 通道上面沉积金属离子。用丙酮洗掉 ITO 玻璃上的一小片光刻胶并连接恒定电流源负极,恒流源的正极连接金属镍板,将带有微结构的 ITO 玻璃与镍板平行放置于镍电镀液中,且电镀液完全淹没 ITO 玻璃表面的微纳结构,电镀液放置在水浴锅中保持电镀液恒温 60  $^{\circ}$ C,调节恒流源的电流输出为 25 mA,开始电镀。此时,将 ITO 玻璃均匀向上提升,由于 ITO 玻璃上的微通道在电镀液中电镀时间不一样,靠近液面上部的微结构因为先被提升出液面而电镀时间短,下部微通道电镀时间长,所以上半部分的微通道上面沉积的金属离子比下半部分薄,随着电镀过程中均匀的提升,最后在微通道中形成呈现高度梯度的微结构。

### 1.4 高度梯度微纳结构工艺自动化制备平台

图 2 为本课题组设计的自动化梯度微纳结构制备平台。该平台主要集成以下四个功能模块:

- A、用于高度梯度微结构电镀的匀速升降机构;
- B、用于控制电镀液温度变化的恒温水浴控制模块;

C、用于提供恒定电流输出和调节电镀液中电流密度的恒定电流输出电源;

D、用于固定电镀材料和被电镀样品的铂电极夹。

匀速升降机构由一个步进电机401带动一副精密的滚珠丝杠副403转动,滚珠丝杠副上的丝杠螺母与两端的圆柱导轨501连接,只能轴向移动,所以固定在丝杠螺母上的连接杆可以上下平移,两个铂电极夹平行固定在与丝杠螺母连接的连接杆601上,电镀材料801与被电镀样品901被电极夹701固定住,这样,电镀材料与被电镀样品一起被匀速提升。因为被电镀样品上下部分接触电镀液的时间差异,被电镀样品的表面会形成具有不同高度的电镀层。水浴控制模块主要是控制水浴锅中电镀液的温度,一般根据电镀材料不同选定一个最佳电镀温度。恒定电流输出模块用于给电镀材料提供一个恒定的电流值。被电镀样品与电镀材料固定在铂电极的电极夹上,一对电极夹平行固定于与丝杠螺母连接的连接杆上,这样,电镀材料与被电镀样品可以保持平行,由于一对电极夹之间的距离是可以调节的,所以被电镀样品与电镀材料之间的距离平行可调。

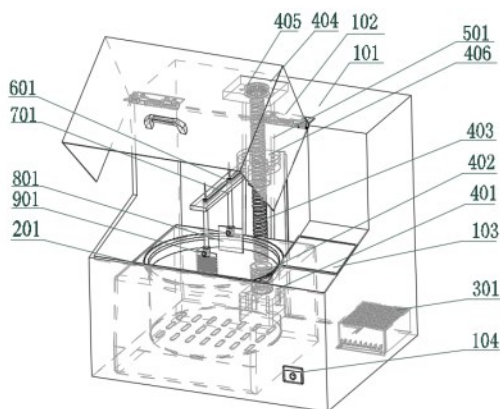


图2 自动化制备平台

101-外壳;102-保护盖;103-触摸操作屏;104-电源开关;  
201-水浴锅;301-电路控制模块;401-步进电机;402-联轴器;  
403-滚珠丝杠副;404-轴承座;405-深沟球轴承;501-圆柱导轨;  
601-电极固定板;701-电极夹;801-电镀材料;901-被电镀样品。

Fig.2 Automation platform

图3为电极安装和调节模块,电极固定板601上面开有一个距离调节槽602,使得铂电极杆701上的橡胶卡圈703能够轴向固定并在槽内移动,电镀材料801与被电镀样品901上的导电部分被铂电极夹704通过紧固螺栓706夹紧,这样就可以调节电镀材料与被电镀样品之间的距离,达到最佳的电镀效果。

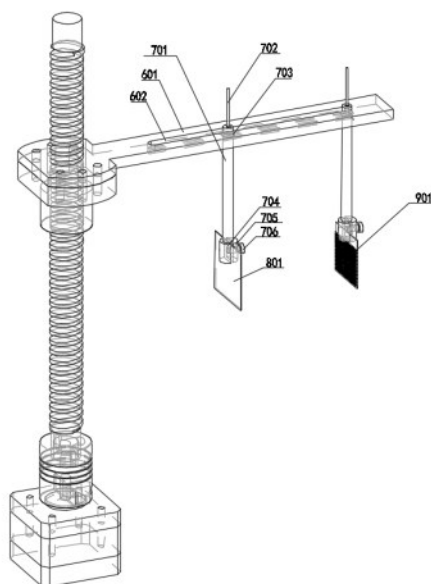


图3 电极调节模块

601-电极固定板;602-距离调节槽;701-铂电极杆;702-电极接线柱;703-橡胶卡圈;704-电极夹;705-铂电极;706-紧固螺栓;801-电镀金属材料;901-被电镀样品。

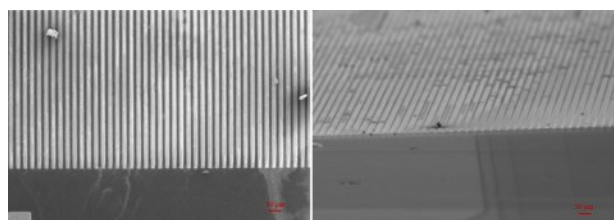
Fig.3 Electrode regulating module

## 2 实验结果与讨论

通过以上实验,成功地用电镀沉积的方法制备了厚度呈现梯度变化的微米柱。实验中制备了多种尺寸的微米柱,宽度最小为100 nm,最大为20  $\mu\text{m}$ ,图4(a)所示为宽度为15  $\mu\text{m}$ 的微通道电镀后得到的微柱结构扫描电镜图,图4(b)为该结构在扫描电镜下旋转45°的图像,可以看出不同时间电镀的微结构在厚度与高度上面不一样,电镀时间越长高度相对更高,形成梯度。

同时,该装置可以通过控制电镀时间来制备出不同种类的梯度结构,例如,以恒定的速度连续性的提升被电镀样品,可获得图5所示梯度结构,以

恒定速度间断性的提升被电镀样品,可制备图6所示梯度结构。



(a)正视图 (b)旋转45°视图

图4 电镀结构的SEM图

Fig.4 SEM image of the electroplating structure

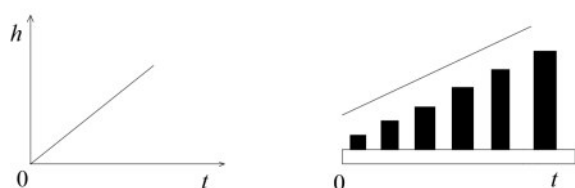


图5 连续梯度结构示意图

Fig.5 Continuous gradient structure

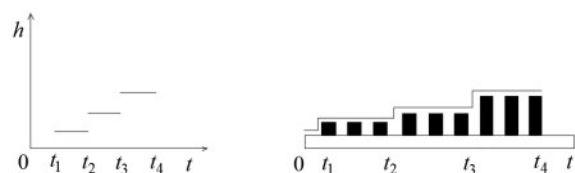


图6 间断梯度结构示意图

Fig.6 discontinuous gradient structure

### 3 结论

本文提出了一种高度梯度微纳米结构的制备方法,与自动化平台,能够在带有微结构的掩模板上,利用电镀的方法制备具有不同高度的微米柱的模具,然后利用图形转移的方法,这些微米柱可以在很多高分子材料上进行复制,使得微结构可以在不同高分子材料上面得到应用,同时可以广泛应用于再生医学及生物医学工程领域。此外,开发的自动化电镀平台不但能很方便的进行普通电镀,同时可以进行特殊梯度结构的电镀,用来制备微纳米结

构。该自动化平台能在线调节电镀时间、电流强度、正负极间距、电镀液温度等影响电镀结果的所有因素,从而使电镀效果达到理想化。该平台集成度高,结构相对简单,操作方便,成本低,适合规模化生产。

### 参考文献

- [1] Shoji S, Ishizuka M, Sato H, et al. Electrochemical Nanotechnologies[M]. New York:Springer New York, 2010.
- [2] Qian T, Wang Y. Micro/nano-fabrication technologies for cell biology [J]. Medical & Biological Engineering, 2010, 48(10):1023-1032.
- [3] He W Q, Xiao J R, Zhang Z T, et al. One-step electroplating 3D template with gradient height to enhance micromixing in microfluidic chips [J]. Microfluidics and Nanofluidics, 2015, 19(4):829-836.
- [4] Becker H, Gartner C. Polymer microfabrication technologies for microfluidic systems[J]. Analytical and Bioanalytical Chemistry, 2008, 390(1):89-111.
- [5] Seniutinas G, Gervinskas G, Balcytis A, et al. Nanoscale precision in ion milling for optical and terahertz antennas [C]// San Francisco, International Society for Optics and Photonics, 2015.
- [6] Goldenberg B G, Goryachkovskaya T N, Eliseev V S, et al. Fabrication of LIGA masks for micro fluidic analytical systems [J]. Journal of Surface Investigation-X-ray Synchrotron and Neutron Techniques, 2008, 2 (4) : 637-640.
- [7] Koller D M, Galler N, Dittlbacher H, et al. Direct fabrication of micro/nano fluidic channels by electron beam lithography[J]. Microelectronic Engineering, 2009, 86(4-6):1314-1316.
- [8] Bahadorimehr A R, Yunus J, Majlis B Y. Low cost fabrication of microfluidic microchannels for Lab-On-a-Chip applications [C]// Piscataway, International Conference on Electronic Devices, Systems and Applications (ICED-SA 2010), 2010.
- [9] Mario C A, Ayuso D F P, Miguel G G, et al. Critical points in the fabrication of microfluidic devices on glass substrates [J]. Sensors and Actuators. B: Chemical, 2008, 130(1):436-448