

doi: 10.11918/j.issn.0367-6234.2015.03.018

能量控制模式下聚合物超声波微压印成形

罗 怡¹, 马玉辉², 闫 旭¹, 祁 娜², 王晓东¹

(1. 辽宁省微纳米技术及系统重点实验室(大连理工大学), 116024 辽宁 大连;

2. 精密与特种加工教育部重点实验室(大连理工大学), 116024 辽宁 大连)

摘 要: 针对聚合物微结构超声波压印成形中工艺窗口窄、可控性较差的问题, 提出采用能量控制模式控制超声波能量, 以聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA)基片为被成形材料, 通过设计对比实验, 研究能量控制模式与时间控制模式对基片成形的影响。实验结果表明, 在能量控制模式下, 当热辅助温度 65 °C, 超声压力 400 N, 超声振幅 11.4 μm, 超声能量为 700~1 000 J 时, 均能获得 92% 以上的深度复制率。通过测量热影响区聚合物在超声波作用下的温升曲线知, 在相似工艺参数下, 能量控制模式下聚合物的温度峰值低, 处于成形区的时间长, 因此该控制模式下工艺窗口宽、可控性好。

关键词: 聚合物微结构成形; 超声波压印; 能量控制模式; 时间控制模式

中图分类号: TH706; TB559

文献标志码: A

文章编号: 0367-6234(2015)03-0103-04

Replication of polymer microstructure in energy control mode using ultrasonic embossing

LUO Yi¹, MA Yuhui², YAN Xu¹, QI Na², WANG Xiaodong¹

(1. Key Laboratory for Micro/Nano Technology and System of Liaoning Province(Dalian University of Technology), 116024 Dalian, Liaoning, China; 2. Key Laboratory for Precision and Non-traditional Machining Technology of Ministry of Education(Dalian University of Technology), 116024 Dalian, Liaoning, China)

Abstract: Ultrasonic embossing is a new replication technique for polymer microstructures, and it is difficult to control the embossing process, and the process window is very narrow. Aiming at solving this kind of problem, energy control mode for ultrasonic embossing is proposed in this paper. PMMA was selected as the substrate, and embossing experiments based on energy control mode and time control mode were carried out. The results show that, in the energy control mode, under the condition of heat-assisted temperature 65 °C, ultrasonic pressure 400 N, ultrasonic amplitude 11.4 μm and ultrasonic energy range from 700 J to 1 000 J, the depth replication rate was better than 92%. The temperature test experiments for heat affected zone show that, using the similar embossing parameters, the peak temperature in energy control mode is low and the temperature over the glass transition point is long. And this is the main reason for energy control mode has wider processing window which makes the process more controllable.

Keywords: replication of polymer microstructure; ultrasonic embossing; energy control mode; time control mode

超声波压印成形技术作为制作热塑性聚合物微结构的一种新的成形方法, 具有高效、节能、低成本等优点^[1]。目前已有的超声波压印成形技术,

根据热源种类, 可分为室温下的超声波压印^[2-3]、热辅助超声波压印^[4]、超声波热辅助压印^[5]等类别, 可成形聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA)^[6]、聚碳酸酯(PC)^[5,7]、聚氯乙烯(PVC)^[8]、聚丙烯(PP)^[9-10]等。目前该技术仍处于实验室研究阶段, 尚无商品化的超声波压印设备和工艺规范出现, 究其原因, 主要是超声波产热特点造成, 由于成形时聚合物处于黏弹态或黏流态, 此时产热速

收稿日期: 2014-03-20.

基金项目: 国家自然科学基金(50975037); 国家高技术研究发展计划资助(2012AA040406).

作者简介: 罗 怡(1973—), 女, 教授, 博士生导师;
王晓东(1967—), 男, 教授, 博士生导师.

通信作者: 罗 怡, luoy@dlut.edu.cn.

率剧烈,因此造成已有方法可控性相对较差,工艺窗口窄^[1]等问题,进而对微结构的成形质量和成形一致性产生影响。

作为一种新的微结构成形方法,文献[12]首次报道了超声波在微结构成形中的应用,文献[13]利用超声振动产生的能量,在超声波频率 20 kHz、振幅 20 μm 的条件下,制作出凹凸微结构阵列,尺寸为 70 μm × 70 μm ,间距为 30 μm 。文献[14]通过有限元模拟分析和统计分析相结合的方法对超声波压印工艺参数优化,利用图形化的超声波工具头,在 PMMA 基片上获得 95.4% 的复制。文献[1]研究了超声波热压可以应用的相关领域,论证了该技术可在微系统技术领域开辟新的发展方向 and 制造技术。然而,迄今为止,还未见有相关文献对超声波压印工艺的窗口及可控性进行研究。已有报道均采用时间模式控制超声波,由于聚合物成形的本质是聚合物在超声波作用下获得机械能,产生温升,因此提出基于能量模式的超声波控制方法,通过与时间模式下的超声波压印成形技术比对,获得其对微结构复制工艺窗口和可控性的影响。

1 聚合物微结构超声波压印实验

1.1 聚合物微结构超声压印装置

采用的超声波发生装置为美国 Branson 公司的 2000xf 型塑料超声波焊机,其工作频率为 30 kHz,功率为 1 500 W,超声波振幅范围为 6~60 μm ,振幅的增幅步长为 0.6 μm 。为了提高过程可控性,会将聚合物预热到一定温度,例如,对于 PMMA 而言,其最高长期可使用温度为 70 $^{\circ}\text{C}$,预热温度会低于该温度,使得聚合物仍旧处于玻璃态,由于初始温度到成形温度差距减小,因此成形超声波振幅可以大幅减小,增加了在聚合物达到黏弹态后的可控性。热辅助装置主要包括热板和温度传感器等。热板选用的材质为导热性良好的铸铜,加热功率为 300 W。热板的产热方式为电热管产热。温度传感器选用 PT100 电阻,温度灵敏性为 $\pm 1^{\circ}$ 。热辅助超声波成形系统见图 1。

1.2 压印模具和基片

实验中应用到的硅模具上的图形为栅极结构,图 2 为硅模具微结构图和实物图。硅片厚度 2 mm,硅片尺寸 20 mm × 20 mm,图形部分尺寸 11 mm × 11 mm。矩形微结构尺寸 11 mm × 80 μm ,间隔 120 μm 。硅片上的微结构采用晶向为 $\langle 100 \rangle$ 的硅片湿法腐蚀得到,其侧壁与底面夹角 54.7 $^{\circ}$,深度 20 μm 。

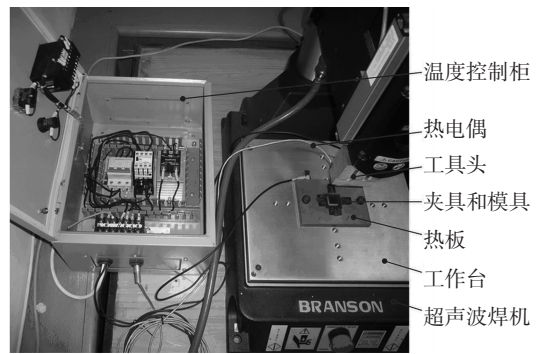
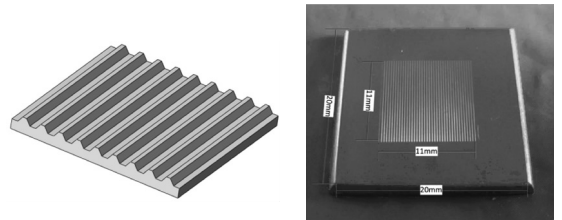


图 1 聚合物热辅助超声波成形系统



(a) 模具微结构

(b) 模具实物

图 2 超声波压印硅模具

聚合物基片采用热塑性材料 PMMA (韩国,阿托菲纳),厚度为 2 mm,这种材料的玻璃点转化温度 (T_g) 为 105 $^{\circ}\text{C}$ 。

1.3 超声波压印实验

超声波压印工艺参数主要包括热辅助温度、超声振幅、超声压力、超声时间、保压压力和保压时间等。本文主要研究能量控制模式下,超声阶段实验窗口的宽窄问题以及可控性问题,故设计了在能量控制模式和时间控制模式下的对比实验,对 PMMA 基片的成形效果进行讨论。其中,能量模式下的参数和时间模式下的参数都是通过超声波焊机上的参数设置窗口进行设置的。

通过前期实验参数的摸索,得出在热辅助温度 65 $^{\circ}\text{C}$,超声压力 400 N,超声振幅 11.4 μm 时,基片成形效果较好。故设计的能量控制模式压印实验基于此参数,调整不同超声波能量进行超声波压印实验以比对实验工艺窗口的宽窄,并设计了时间控制模式下的超声波压印实验与其进行对比。

1.4 复制精度评价方法

压印后的 PMMA 基片,通过表面轮廓仪 (ET4000M,小坂) 测出其上微结构的深度,测试位置见图 3,台阶仪的探针沿水平方向移动。测量出各点的复制深度,在测试线上均匀选取 6 个位置 (A、B、C、D、E、F),取 6 点平均深度复制精度作为实验的评价指标。复制率的计算公式为

$$\delta_h = \frac{h_0}{h} \times 100\%.$$

式中 h 为微沟道理想深度, h_0 为实际测得深度。

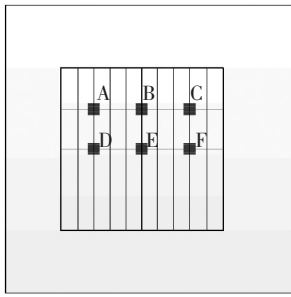


图3 聚合物基片上测点分布

2 结果及讨论

2.1 不同压印模式对压印深度的影响

能量模式下,不同超声振幅的基片微结构复制结果,如表1、2所示。

表1 能量模式下,超声振幅 11.4 μm 时的实验参数及深度复制率

能量/J	时间/s	深度复制率/%
650	13.93	77.5
700	14.92	92.8
750	15.40	94.6
800	11.72	94.6
850	16.46	94.9
900	16.83	94.8
950	17.08	94.6
1 000	17.72	94.5

表2 能量模式下,超声振幅 10.2 μm 时的实验参数及深度复制率

能量/J	时间/s	深度复制率/%
650	17.86	45.6
700	18.99	73.5
750	22.20	93.5
800	21.01	94.5
850	21.58	94.6
900	25.09	94.8
950	23.32	94.6
1 000	23.78	95.0

由表1可知,在超声振幅 11.4 μm ,热辅助温度 65 $^{\circ}\text{C}$,超声压力 400 N 的条件下,能量 700~1 000 J 时成形效果较好,深度复制率达到 92% 以上。由表2可知,在超声振幅 10.2 μm ,热辅助温度 65 $^{\circ}\text{C}$,超声压力 400 N 的条件下,能量 750~1 000 J 时,深度复制率达到 93% 以上。由此可知,在能量控制模式下,超声波压印成形的工艺窗口较宽。对超声波振幅的依赖关系也不明显,即使超声振幅相差 1.2 μm ,只要能量选择适当,仍可获得较好复制效果。

参照能量控制模式的实验参数,当采用时间控制模式时,超声波时间从 12~20 s 变化,其他参数与能量控制模式相同,热辅助温度 65 $^{\circ}\text{C}$,超声压力 400 N,超声振幅 11.4 μm ,实验结果见表3。

表3 时间模式下,超声振幅 11.4 μm 时的实验参数及深度复制率

时间/s	能量/J	深度复制率/%
12	567.9	72.7
13	841.1	94.5
14	875.3	94.6
15	944.9	94.2
16	947.5	94.7
17	1 051.0	94.4
18	1 305.0	94.1
19	1 398.0	94.3
20	1 204.0	94.9

由表3知,在时间控制模式下,当超声波时间达到 13 s,实际施加的超声波能量为 841.1 J 之后,微结构的深度复制率就达到了 94.5%。但是,当超声波时间达到 16 s 之后,虽然微结构的复制率达到 94.7%,但是基片的整体变形大,因此时间控制模式下,可用的超声波工艺窗口为 13~16 s。

2.2 不同超声波控制模式下聚合物的温度特性

超声波压印成形时,成形区的温度变化曲线,可揭示更多压印成形过程细节,故分别设计了时间控制模式和能量控制模式下的两组测温实验。对超声波压印过程监控时,采用热电偶实时检测聚合物成形区域温度的方法。温度测试点位于被复制图形的中心点,为避免能量过大,引起过热,从而导致热电偶测温不准确和热电偶的截断,本文以较低能量为例,选取了 650 J 和 850 J。

能量控制模式下的测温实验参数:超声振幅 10.2 μm ,超声压力 400 N,热辅助温度 65 $^{\circ}\text{C}$,能量分别为 650 J 和 850 J,温度测试曲线见图4,能量增大,温度曲线的峰值增高。650 J 和 850 J 时的温度峰值分别为 128 $^{\circ}\text{C}$ 和 133 $^{\circ}\text{C}$,增加 200 J 的能量,温度峰值增幅约 5 $^{\circ}\text{C}$;另一方面,基片成形区在 T_g 温度以上的时间,650 J 能量时为 18 s,850 J 能量时为 22 s。

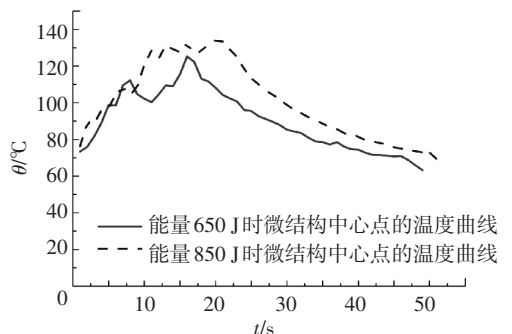


图4 能量模式下的超声波成形温度变化曲线

参照图4数据可知,能量为 650 J 时,微结构中心点的超声时间约为 16 s;能量为 850 J 时,微结构中心点的超声时间约为 19 s。因此时间控制模式下的测温实验参数为:超声振幅 10.2 μm ,超声压力 400 N,热辅助温度 65 $^{\circ}\text{C}$,超声时间分别为 16 s 和 19 s,温度测试曲线见图5。

时间模式下,时间越长,温度曲线的峰值越高,超声时间为 16 s 和 19 s 时的温度峰值分别为 151 °C 和 188 °C,温差为 37 °C;基片成形区在 T_g 温度以上的时间增加了 2 s.

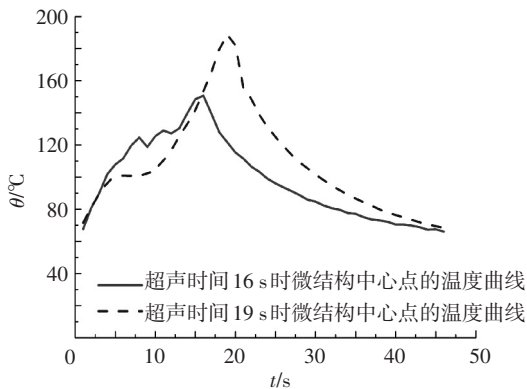


图 5 时间模式下超声波成形温度变化曲线

时间控制模式下,同样的超声振幅,超声波作用下的温度均匀上升,达到的峰值温度较高,不易控制,容易引起过热,影响微结构的质量;能量控制模式下,温度起先上升较快,中间有一段上升缓慢甚至略有下降的过程,之后又缓慢上升,因此整个过程的温度峰值较时间模式低很多,以 850 J 为例,峰值温度低了 55 °C 之多.另一方面,聚合物成形区在 T_g 温度以上的时间,也就是聚合物微结构的可成形区域,同样以 850 J 为例,能量控制模式比时间控制模式多了 4 s,因此最终使得能量控制模式下,成形质量对工艺参数(主要是超声能量)的敏感性小,工艺过程的可控性更好.

3 结 论

1) 针对聚合物微结构超声波压印成形中工艺窗口窄、可控性较差的问题,基于复制工艺参数和成形热影响区温度曲线的对比,研究了能量控制模式与时间控制模式下的超声波成形的不同.在超声振幅 11.4 μm ,超声压力 400 N,热辅助温度 65 °C 时,能量在 700~1 000 J 的范围内均可获得较好的图形复制率.

2) 由热影响区的温度曲线对比可知,时间控制模式下超声波导致的温升是均匀上升,因此温度峰值高,聚合物可成形区域时间短.能量控制模式下,初始阶段的温升较快,之后进入缓慢温升区,因此温度峰值低,聚合物可成形区域时间长,以 850 J 测温曲线为例,峰值温度降低了 55 °C,而聚合物在可成形区的时间增加了 4 s.能量控制模式下,聚合物微结构的成形效果好,工艺窗口宽.

参考文献

[1] SCHOMBURG W K, BURLAGE K, GERHARDY C.

Ultrasonic hot embossing [J]. *Micromachines*, 2011, 2(2): 157-166.

- [2] LIU S J, HUANG Y C, YANG S Y, et al. Rapid fabrication of surface-relief plastic diffusers by ultrasonic embossing [J]. *Optics & Laser Technology*, 2010, 42(5): 794-798.
- [3] LIU S J, HUANG Y C. Manufacture of dual-side surface-relief diffusers with various cross angles using ultrasonic embossing technique [J]. *Optics Express*, 2009, 17(20): 18083-18092.
- [4] LIN C H, WANG C Y, CHEN R. Assisted-heating for ultrasonic nanoimprint lithography [C]//*Proceedings of the 9th IEEE Conference on Nanotechnology*. Geona: IEEE, 2009: 126-129.
- [5] MEKARU H, GOTO H, TAKAHASHI M. Development of ultrasonic micro hot embossing technology [J]. *Microelectronic Engineering*, 2007, 84(5): 1282-1287.
- [6] QI Na, LUO Yi, YAN Xu, et al. Using silicon molds for ultrasonic embossing on polymethyl methacrylate (PMMA) substrates [J]. *Microsystem Technologies*, 2013, 19(4): 609-616.
- [7] MEKARU H, NOGUCHI T, GOTO H, et al. Effect of applying ultrasonic vibration in thermal nanoimprint lithography [J]. *Microsystem Technologies*, 2008, 14(9/10/11): 1325-1333.
- [8] BURLAGE K, GERHARDY C, SCHOMBURG W K. Ultrasonic hot embossing and welding of micro structures [J]. *Mechanisms and Machine Science*, 2012, 2: 113-123.
- [9] ZENG Kun, WU Xiaoyu, LIANG Xiong, et al. Process and properties of micro-ultrasonic powder molding with polypropylene [J]. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2014, 70(1/2/3/4): 515-522.
- [10] KHUNTONTONG P, BLASER T, SCHOMBURG W K. Fabrication of molded interconnection devices by ultrasonic hot embossing on thin polymer films [J]. *IEEE Transactions on Electronics Packaging Manufacturing*, 2009, 32(3): 152-156.
- [11] 闫旭. 聚合物微结构的热辅助超声波压印工艺研究 [D]. 大连: 大连理工大学, 2013.
- [12] MEKARU H, NOGUCHI T, GOTO H, et al. Nanoimprint lithography combined with ultrasonic vibration on polycarbonate [J]. *Japanese Journal of Applied Physics*, 2007, 46 (9B): 6355-6362.
- [13] YU H W, LEE C H, JUNG P G, et al. Polymer micro-replication using ultrasonic vibration energy [J]. *Journal of Micro/Nanolithography, MEMS, and MOEMS*, 2009, 8(2): 021113.
- [14] SEO Y S, PARK K. Direct patterning of micro-features on a polymer substrate using ultrasonic vibration [J]. *Microsystem Technologies*, 2012, 18 (12): 2053 - 2061.

(编辑 张 红)