Műszaki tudományos közlemények 10. (2019) xx–yy.
https://doi.org/10.2478/mtk-2019-xxxx,
http://eda.eme.ro/handle/10598/xxxxx
Angol nyelven: https://doi.org/10.2478/mtk-2019-xxxx,

Mikrofluidikai cella tervezése és gyártása spektroszkópiai ellipszométerhez

Design and manufacture of a microfluidic cell to be used with a spectroscopic ellipsometer

BÍRÓ Tamás[1], RENKÓ József Bálint[2]

[1] *Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Anyagtudomány és Technológia Tanszék Budapest, Magyarország, biro.tamas@edu.bme.hu*
[2] *Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Anyagtudomány és Technológia Tanszék. Budapest, Magyarország, renko.jozsef@edu.bme.hu*

Abstract

In material testing and manufacturing processes creating thin layers is a widely used method for structure development or for surface treatment purposes. Despite their widespread use, the physical background of the layer development process is currently uncharted. Their examination requires the development of procedures and tools, which, in combination with the existing ones, can help to understand these processes. The development of microfluidic cells is a way to solve this problem. In this paper, a newly developed microfluidic cell is presented, which also offers a solution to several problems encountered when using previous designs.

Keywords: *microfluidic cell, design, manufacture, spectroscopic ellipsometry*

Összefoglalás

Anyagvizsgálatoknál vagy egyes gyártási eljárásokban igen gyakran alkalmazott módszer a vékonyrétegek létrehozása a szövetszerkezet előhívására, illetve felületkezelési célból. Az eljárás széleskörű használata ellenére a rétegépülés folyamatának fizikai háttere jelenleg sem teljesen feltérképezett. Vizsgálatához olyan eljárások és eszközök kidolgozására van szükség, amelyekkel a meglévőket kombinálva a rétegépülés jelensége folyamatában nyomon követhetővé válik. Erre a problémára a mikrofluidikai cellák fejlesztése jelenthet megoldást. Jelen cikkben egy új fejlesztésű mikrofluidikai cellát mutatunk be, amely több, a korábbi cellák használata során jelentkező problémára is megoldást kínál.

Kulcsszavak: *mikrofluidikai cella, tervezés, gyártás, spektroszkópiai ellipszometria*

1. Bevezetés

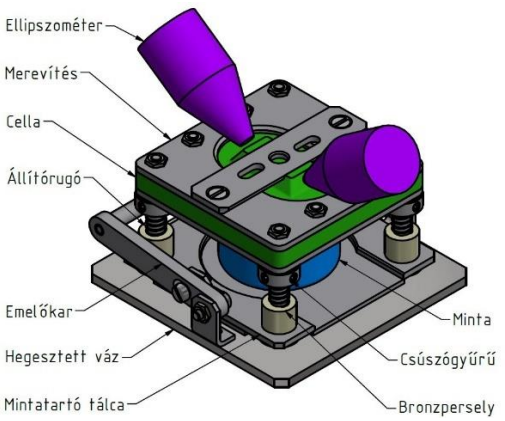
A metallográfiában széles körű felhasználásnak örvendenek a különböző maratási eljárások. Ezek egyik legelterjedtebb változata a színes maratás [1], ahol a marószer a polírozott minta felületével reakcióba lépve egy átlátszó filmréteget alakít ki. A fény a film felületéről visszaverődve interferál, ciklikus színváltozást okozva ezzel. A színváltozás sebességéből következtetni lehet a szemcsék orientációjára [2], [3]. A maratás folyamatában történő vizsgálatára ún. mikrofluidikai cellákat használnak, ahol a marószer egyenletes áramoltatása közben a minta felületén lejátszódó jelenségek optikai mikroszkóppal vagy spektroszkópiai ellipszométerrel is megfigyelhetők [3]. Ennek megvalósítását célzó koncepciók korábban is készültek, azonban megépítésükre gyártástechnológiai korlátok miatt nem kerülhetett sor [1]. Munkánk során egy olyan mikrofluidikai cella

tervezését és gyártását tűztük ki célul, amellyel lehetőség nyílik a minta gyors cseréjén túl a nanométeres pontosságú spektroszkópiai ellipszometria [4] alkalmazására is, miközben optikai mikroszkóppal lehet a minta pozícionálását elvégezni, amelyre a korábbi koncepciók esetén nem volt lehetőség.

2. Tervezés és gyártás

A munka a követelmények meghatározásával kezdődött. Egyrészt adottak voltak a vizsgálandó beágyazott minta méretei, valamint a vizsgálatokra használt, Woollam M-2000DI típusú spektroszkópiai ellipszométer geometriai viszonyai. A tervezés során komoly kihívást jelentettek a berendezés méreteiből adódó korlátok. A készülék magassága nem haladhatta meg a 45 mm-t, a fény útjának végig biztosítani kellett a 3 mm átmérőjű csatornát, ahol a közeghatárokon minden esetben a fény útjára merőleges felületeket kellett kialakítani. Végül törekedni kellett a lehető legkisebb belső üreg kialakítására, ugyanis azt a mérés előtt marószerrel fel kell tölteni. A hagyományos megmunkálást igénylő részek gyártása ugyanakkor bizonyos mérettartomány alatt nehézkessé válik.

2.1. Általános felépítés

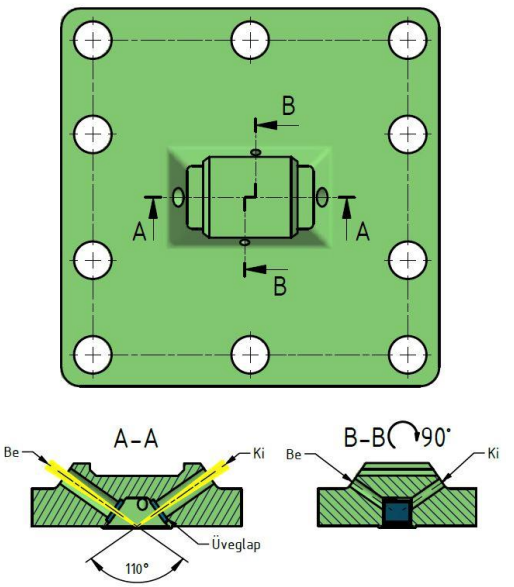


1. ábra. *A tervezett készülék sematikus képe*

A tervezett készülék felépítését az **1. ábra** mutatja. Szerkezetét tekintve három fő egységre, a polidimetil-sziloxán (PDMS) anyagú cellára, a hegesztett vázszerkezetre és a mintatartó tálcára bontható.

2.2. A cella kialakítása

A készülék legfontosabb része maga a cella, ahol a maratás folyamata és a vizsgálat zajlik (**2. ábra**). Ennek kémiailag inert, lehetőség szerint átlátszó, mérettartó anyagból kell készülnie, ezért a korábban már bevált, térhálós műanyagra, a PDMS-re esett a választás [1]. A cella formába öntéssel, majd térhálósítással készült, így a geometriának öntéshelyesnek kellett lenni, ami az alámetszett felületelemek mellőzését és megfelelő lekerekítések alkalmazását jelentette. A térhálósítás kemencében történik, így ez az alkalmazott öntőformák hőállóságát követelte meg 180 °C-ig. Az öntőformák kialakításuknak köszönhetően additív gyártással [5], vagy öttengelyes megmunkáló központban [6] is elkészülhetnek. Gazdasági megfontolások miatt az additív megmunkálással készített öntőformát választottuk.



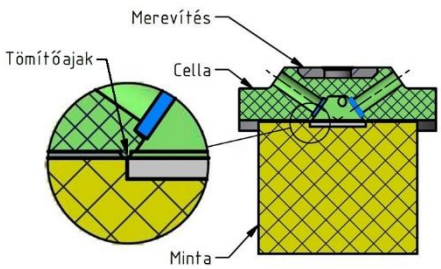
2. ábra. *A cella felépítése; A-A metszet: a fénynyaláb útja; B-B metszet: a marószer útja*

A cella kialakításánál több szempontot is érvényesíteni kellett. A korábbi modell hátrányai közé tartozott, hogy a maratási folyamat kezdeti szakasza nem volt megfigyelhető, ugyanis a minta fölötti üreg feltöltése viszonylag sok ideig tartott [1]. Ennek térfogatát 851 mm^3-ről 90 mm^3-re csökkentettük, így az új cellánál azonos áramlási viszonyok mellett a feltöltés mindössze néhány másodpercet vesz igénybe.

A vizsgálati fénynyaláb útjára merőleges felületek kialakításával a közeghatárokon fellépő fénytörés elkerülhető, illetve minimalizálható a gyártás pontosságától függően.

A spektroszkópiai ellipszometriában a minta felületéről visszavert fénynyaláb intenzitásmaximuma 55 °-os beesési szög mellett érhető el [7], [8]. A fénynyaláb a cellába a **2. ábra** A-A metszetén látható módon jut be. A belső üreg egy-egy ragasztott üveglappal van lezárva. A fény ezeken keresztül lép be, illetve hagyja el a kialakított üreget. A marószer be- és kivezetésére szolgáló csatornák erre merőlegesen, a **2. ábra** B-B metszete által jelölt síkban lettek kialakítva. A két csatorna síkban eltolva helyezkedik el egymáshoz képest, ami megakadályozza a marószer pangását.

A minta felülete és a cella közötti tömítést egy, a cellában kialakított, 0.3 mm magasságú tömítőajak biztosítja. A rugónyomás hatására így a minta síkja az ellipszométer optikai tengelyeinek metszéspontjába kerül (**3. ábra**).



3. ábra. *A minta és a cella közötti tömítőajak*

2.3. Keretszerkezet

A cella rugalmas deformációját, ezáltal a méréshez szükséges geometriai viszonyok megváltozását egy acél elemekből felépített, merev, hegesztett vázszerkezet akadályozza meg. Ennek az ellipszométer tárgyasztalán való pontos fekvését az alsó lapnak a hegesztés utáni síkba köszörülésével biztosítottuk, kompenzálva ezzel a hegesztés okozta deformációt.

A váz bronzperselyekkel biztosítja a mintatartó tálca cellával párhuzamos helyzetét, pontos futását. A minta cseréjét és pozícionálását a kialakított rugós mechanizmus segíti elő (**4. ábra**). A megfelelő tömítettség beállítása a rugóerő változtatásával lehetséges a mintatartó tálca alatt és fölött elhelyezkedő, egymással párhuzamosan kapcsolt rugópárok csúszógyűrűvel történő előfeszítésével.

4. ábra. *A mintatartó tálca és az emelőmechanizmus a vázszerkezetre építve*

A minta felületének pozícionálását a felső merevítésen kialakított betekintőfurat teszi lehetővé, akár optikai mikroszkóppal kombinálva is. A vizsgálat szempontjából releváns helyek a minta felületén megkereshetők, így az ellipszometria célzottan valósulhat meg a minta előkészített felületének bármely pontján.

További tervezési szempont volt, hogy a vázszerkezet a cella nélkül is önálló szerelési egységet alkosson, lehetővé téve így a fejlesztési folyamat részeként többféle cellakonstrukció behelyezését (**5. ábra**).

5. ábra. *Az összeszerelt készülék cella nélkül*

3. Eredmények

Munkánk eredményeként a mikrofluidikai cella prototípusa elkészült. A keretszerkezet összeszerelése után a készülék beállítása következett, ami a minta és a cella tömítettségét biztosító rugók megfelelő előfeszítését jelentette. A konstrukció mechanikailag kielégíti a tervezés során felmerülő igényeket, így a mintatartó tálca mozgatása, a minta cseréje és pozícionálása a készülék elmozdulása nélkül, könnyedén elvégezhető. A továbbiakban lehetőség nyílik az eszköz gyakorlatban történő alkalmazására, a színes maratás és az ellipszometriai vizsgálat kombinálásával.

4. Következtetések

A mikrofluidikai cellákkal kapcsolatos eddigi ismereteket felhasználva újragondoltuk a különböző maratási folyamatok vizsgálatához kialakított konstrukciót. E tapasztalatok függvényében egy új készüléket terveztünk, amely egyaránt képes optikai mikroszkóppal és spektroszkópiai ellipszométerrel is vizsgálatokat folytatni. A kialakított vázszerkezet könnyen szerelhető, így alkalmas lehet új, módosított cellák behelyezésére is. A konstrukció későbbi, ismételt továbbfejlesztésével egy olyan eszközhöz juthat a metallográfia, amely új fejezetet nyithat a maratási folyamatok in situ vizsgálatában.

Köszönetnyilvánítás

A publikáció az Emberi Erőforrások Minisztériuma NTP-SZKOLL-20-0067 kódszámú Nemzeti Tehetség Program pályázatának támogatásával valósult meg.

Szakirodalmi hivatkozások

[1] Renkó J., Bonyár A., Szabó P. J.: Mikrofluidikai cella fejlesztése folyadékfázisú vékonyréteg leválasztás nyomonkövetésére. Acta Materialia Transylvanica, 2020. 3. évf. 2. sz., pp. 94-98. https://doi.org/10.33924/amt-2020-02-08

[2] A. Bonyár, P. J. Szabó, “Correlation between the grain orientation dependence of color etching and chemical etching”, Microscopy and Microanalysis, 18(6), pp. 1389-1392. (2012) https://doi.org/10.1017/S1431927612013554

[3] Bonyár A., Renkó J., Kovács D., Szabó P.J.: Understanding the mechanism of Beraha-I type color etching: Determination of the orientation dependent etch rate, layer refractive index and a method for quantifying the angle between surface normal and the ⟨100⟩ , ⟨111⟩ directions for individual grains, Materials Characteri-zation, Vol. 156, 2019, 109844, https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.109844

[4] Tompkins H.G.: A User’s guide to Ellipsometry, Academic Press, Inc., Mesa, Arizona, 1993. pp. Xiii-xv

[5] Bonyár A., Sántha H., Ring B., Varga M., Kovács J. G., & Harsányi G. (2010). 3D Rapid Prototyping Technology (RPT) as a powerful tool in microfluidic development. In Procedia Engineering, Vol. 5, pp. 291–294, https://doi.org/10.1016/j.proeng.2010.09.105

[6] H. D. CHO, Y. T. JUN & M. Y. YANG (1993) Five-axis CNC milling for effective machining of sculptured surfaces, International Journal of Production Research, 31:11, 2559-2573, https://doi.org/10.1080/00207549308956883

[7] Tompkins H. G., Hilfiker J. N.: Spectroscopic ellipsometry:Practical application to thin film characterization, Momentum Press, LLC, New York, 2016. pp. 31-55.

[8] Fujiwara H.: Spectroscopic Ellipsometry: Principles and Applications, John Wiley & Sons Ltd, Chichester, 2007. pp. 81-120.