

# Формирование микрокапилляров в плавленом кварце с помощью аксиконной фокусировки фемтосекундного лазерного излучения и последующего химического травления

Д.А.Яшунин, Ю.А.Мальков, А.Н.Степанов

*Продemonстрировано формирование микрокапилляров диаметром 50–80 мкм и длиной до 2.5 мм в плавленом кварце при аксиконной фокусировке фемтосекундного лазерного излучения и последующем химическом травлении в 8%-ном растворе плавиковой кислоты. Скорость травления составила ~6 мкм/мин. Показано, что микрокапилляры обладают волноводными свойствами для оптического излучения, что говорит об оптическом качестве стенок полученных структур.*

**Ключевые слова:** фемтосекундное лазерное излучение, аксиконная фокусировка, микроканалы, микромодификация вещества, химическое травление.

## 1. Введение

Одним из перспективных направлений развития современной биохимической и медицинской диагностики является разработка и создание устройств на основе систем микроканалов, изготовленных на единой подложке (lab on a chip) [1, 2]. Такие микрочипы позволяют готовить, транспортировать, разделять и исследовать малые (от нано- до пиколитров) объемы растворов, а также проводить реакции различных веществ. К преимуществам подобного рода устройств относятся высокая чувствительность и большая скорость анализа, малый расход реагентов и образцов, а также возможность автоматизации и стандартизации измерений. В целом ряде приложений наиболее предпочтительными материалами для изготовления подложки микрочипов являются прозрачные диэлектрики (оптические стекла) [3], поскольку они обладают гидрофильностью, оптической чистотой, химической инертностью и биологической нейтральностью; кроме того, например, плавленый кварц имеет оптическую прозрачность вплоть до УФ диапазона длин волн.

Относительно недавно в качестве инструмента для создания микроканалов в прозрачных диэлектриках было предложено использовать сфокусированное лазерное излучение с длительностью импульсов, лежащей в фемтосекундном диапазоне [4]. Важным преимуществом фемтосекундных лазерных импульсов является высокая интенсивность излучения, позволяющая реализовать нелинейные механизмы взаимодействия с материалом подложки, что приводит к уменьшению размеров создаваемых структур и сокращению области, подверженной термическому воздействию. Применение фемтосекундного лазерного излучения позволяет, в частности, создавать трехмерные структуры в прозрачных образцах [5].

Д.А.Яшунин, Ю.А.Мальков, А.Н.Степанов. Институт прикладной физики РАН, Россия, 603950 Н.Новгород, ул. Ульянова, 46; e-mail: yashuninda@yandex.ru, yurymalkov@mail.ru

Поступила в редакцию 12 ноября 2012 г., после доработки 12 февраля 2013 г.

К настоящему времени выполнен большой цикл работ, посвященных формированию микроканалов в плавленом кварце с помощью излучения фемтосекундными лазерными импульсами с последующим химическим травлением [6] или путем прямого лазерного воздействия за счет абляции материала [7]. В подавляющем большинстве работ использовалась фокусировка лазерного излучения микроскопическими объективами в глубину материала с одновременным перемещением образца. Однако даже для лазерных систем с килогерцевой частотой следования импульсов характерная скорость модификации материала образца обычно составляет ~10 мкм/с [8]. Трехмерные структуры микроканалов в плавленом кварце при воздействии фемтосекундных лазерных импульсов и последующем травлении образца в растворе плавиковой кислоты были получены в работе [9].

Альтернативой фокусировке лазерного излучения сферической оптикой является применение для фокусирования излучения аксиконных (конических) линз, что позволяет формировать в объеме образца протяженную (до нескольких сантиметров) область модифицированного материала с поперечным размером в несколько микрон. Так, в работе [10] была продемонстрирована возможность создания микроканалов в образце из плавленого кварца с помощью фокусировки дифракционным аксиконом фемтосекундных лазерных импульсов относительно малой энергии в режиме многократного воздействия на одно и то же место образца с его последующим травлением в плавиковой кислоте.

В настоящей работе исследовано формирование каналов модифицированного вещества в образцах из плавленого кварца при аксиконной фокусировке фемтосекундного лазерного излучения, когда энергия лазерного импульса достаточно велика (более 1 мДж). Показано, что в этом случае можно создавать однородные по длине микроканалы за один лазерный импульс, что позволяет существенно увеличивать скорость обработки образцов. Химическое травление образцов, подвергшихся воздействию лазерного излучения, приводило к созданию в плавленом кварце полых микрокапилляров, обладающих волноводными свойствами в оптическом диапазоне.

## 2. Методика проведения эксперимента и результаты

Схема эксперимента по микроструктурированию образцов из прозрачных оптических материалов с помощью фемтосекундного лазерного излучения приведена на рис. 1. Излучение фемтосекундного титан-сапфирового лазерного комплекса (длительность импульса  $\sim 60$  фс, длина волны 800 нм, энергия в импульсе до 10 мДж и частота следования импульсов 10 Гц) [11] фокусировалось кварцевой конической аксиконной линзой с углом при основании  $30^\circ$  в глубь образца из плавленого кварца толщиной 5 мм, выполненного в форме параллелепипеда. Диаметр пучка лазерного излучения по уровню  $1/e^2$  составлял  $\sim 15$  мкм. Образец закреплялся на трансляторе, обеспечивающем его прецизионное двухкоординатное перемещение в плоскости, перпендикулярной падающему пучку. Торец образца устанавливался на расстоянии 4.5 мм от кончика аксикона, так, чтобы максимальная интенсивность лазерного излучения вдоль оси аксикона находилась внутри материала мишени.

В эксперименте использовались два режима воздействия на образец: одиночным лазерным импульсом с энергией  $W = 0.2 - 7.0$  мДж и последовательностью лазерных импульсов ( $\sim 30$  импульсов с энергиями  $W = 5 - 7$  мДж, следующих с частотой 10 Гц), воздействующих на одно и то же место в образце. В обоих случаях образец после воздействия лазерного излучения передвигался для создания нового канала примерно на 200 мкм. Появление каналов в образце детектировалось с помощью оптического микроскопа. В режиме воздействия одиночным лазерным импульсом с энергией, превышающей пороговое значение ( $W_{th} \sim 1.2$  мДж), в образце в фокальной области аксикона формировался однородный по длине канал (рис. 2, а). При формировании канала в этой области визуально наблюдалась яркая светящаяся нить. Диаметр микроканала составлял несколько микрон, что сравнимо с характерным поперечным размером бесселева пучка, получающегося при фокусировке аксиконном [12]. Длина каналов определялась длиной образца из плавленого кварца и составляла 5 мм.

В режиме многократного воздействия каждый канал формировался серией импульсов с одинаковой энергией, которая в проведенных экспериментах составляла 5–7 мДж. В результате такого воздействия образовывались неоднородные каналы, состоящие из множества микроскопических неоднородностей (рис. 2, б). Диаметр неоднородных каналов составлял около 20 мкм, что заметно больше поперечного размера поля в фокусе аксикона и что, по всей видимости, связано с рассеянием падающего лазерного излучения на сформированной предшествующими лазерными импульсами структуре внутри образца.

После воздействия лазерного излучения образец полировался до толщины  $\sim 2.5$  мм. На рис. 3, а приведено харак-

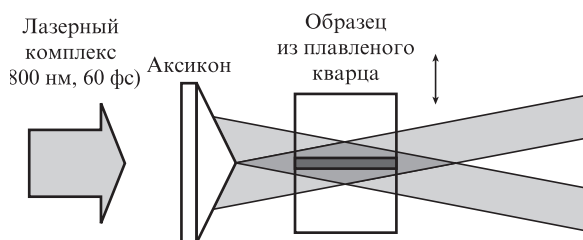


Рис. 1. Качественная схема эксперимента по созданию микроканала в плавленом кварце.

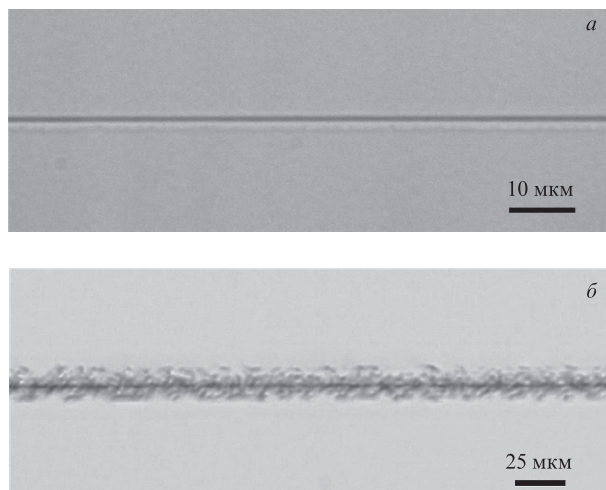


Рис. 2. Характерный вид каналов (сбоку) в плавленом кварце, сформированных одиночным лазерным импульсом (а) и при их многократном ( $\sim 30$  импульсов) воздействии (б).

терное оптическое изображение однородного канала (энергия в лазерном импульсе 4.4 мДж) с торца после полировки. Видна вытянутая структура, из чего следует, что в поперечном сечении канал имеет вид трещины. В случае неоднородных каналов, созданных последовательностью лазерных импульсов, после полировки на поверхности остались заметные углубления (рис. 3, б), что диагностировалось при сканировании на атомно-силовом микроскопе.

После полировки образец подвергался химическому травлению в 8%-ном водном растворе плавиковой кислоты HF в ультразвуковой ванне при температуре  $40^\circ\text{C}$ . Оказалось, что микроканалы протравливаются быстрее, чем окружающее их вещество, не подвергавшееся воздействию лазерного излучения. Влияние ультразвуковой ванны на процессы травления исследовалось в работе [8], в которой травление каналов, сформированных при фокусировке микроскопическим объективом последовательности лазерных импульсов с килогерцевой частотой следования и перемещении образца, проводилось в плавленом кварце. В [8] было показано, что использование ультразвуковой ванны позволяет более эффективно удалять продукты реакций и обновлять раствор кислоты в протравленных областях, улучшая аспектное отношение протравленных микрокапилляров.

В наших экспериментах была измерена зависимость длины микрокапилляра от времени травления (рис. 4). Из полученных данных следует, что скорость травления практически не зависит от длины микрокапилляра (вплоть до длины  $\sim 1.25$  мм, равной половине толщины образца после

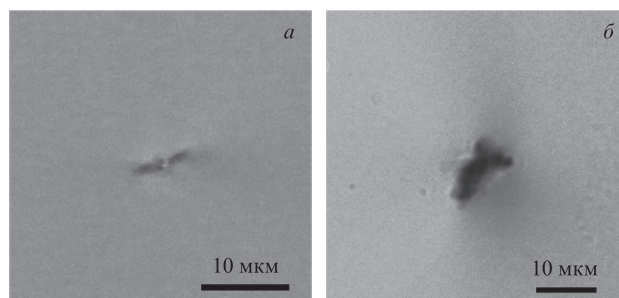


Рис. 3. Характерный вид каналов (с торца) после полировки образца. Каналы сформированы одиночным лазерным импульсом (а) и при многократном воздействии импульсов (б).

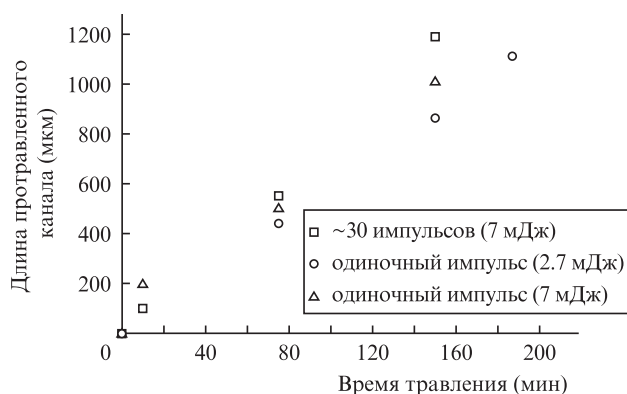


Рис.4. Зависимости длины микрокапилляра от времени травления образца в 8%-ном растворе HF.

полировки) и составляет  $\sim 6$  мкм/мин. Можно отметить, что в режиме микроструктурирования образца одиночными фемтосекундными лазерными импульсами скорость травления немного увеличивалась с ростом энергии лазерного импульса. Скорость травления зависела также и от режима воздействия лазерных импульсов и была наибольшей при многократном их воздействии на образец. Слабая зависимость скорости травления от длины микрокапилляров свидетельствует о том, что диффузия реагента (плавиковой кислоты) в условиях травления в ультразвуковой ванне при повышенной температуре не является фактором, ограничивающим травление.

В результате травления образца в течение 3 ч были получены ровные, сужающиеся к центру образца микрокапилляры, которые проходили через всю толщину образца после его полировки ( $\sim 2.5$  мм). Характерные поперечные размеры были больше у микрокапилляров, образовавшихся при травлении каналов путем многократного воздействия лазерного излучения на образец. Характерные диаметры микрокапилляров составляли 50 и 80 мкм (у границы образца) и 8 и 50 мкм (в его центральной части) при одноимпульсном и многоимпульсном воздействии лазерного излучения на образец соответственно (рис.5).

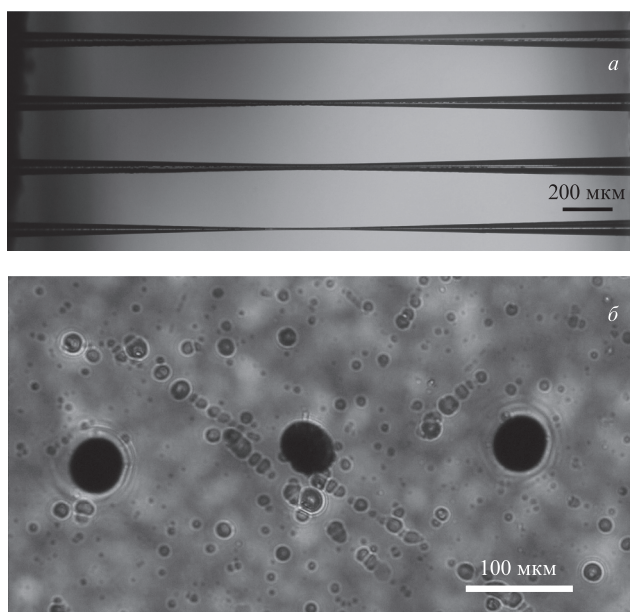


Рис.5. Оптические изображения каналов после травления образца – вид сбоку (а) и вид с торца (б).

Полученные микрокапилляры имели высокое аспектное отношение (отношение длины микрокапилляра к его диаметру у границы образца), достигающее 50:1. Аналогичное аспектное отношение имели микрокапилляры в плавленом кварце, сформированные в работах [3, 8] при фокусировке микроскопическим объективом лазерных импульсов с киллогерцевой частотой следования в условиях одновременного перемещения образца и его последующего травления. Высокая скорость травления каналов, по всей видимости, определяется модификацией свойств кварца в области канала, вызванной лазерным излучением, дополнительным фактором может быть облегченный перенос раствора кислоты вдоль трещинообразных структур каналов (см. рис.3,а).

С целью определения «оптического» качества стенок микрокапилляров были проведены эксперименты по исследованию их волноведущих свойств (рис.6). Излучение He-Ne-лазера фокусировалось линзой ( $F = 5.5$  см) на вход микрокапилляра. Диафрагма переменного диаметра, помещенная в пучок, использовалась для оптимизации прохождения лазерного пучка за счет изменения его размера в фокусе. Прошедшее излучение с выхода микрокапилляра переносилось объективом ( $F = 12$  мм) с увеличением  $20\times$  на цифровую CCD-камеру для фиксации пространственного распределения интенсивности и измерения коэффициента прохождения излучения. Оказалось, что полученные микрокапилляры обладают хорошими волноведущими свойствами в оптическом диапазоне: микрокапилляр с характерным диаметром 60 мкм (при основании) и 15 мкм (в центре) имел коэффициент прохождения около 60%. Характерное пространственное распределение интенсивности излучения, прошедшего через капилляр, приведено на рис.7. Как видно из рисунка, на выходе из микрокапилляра имеет место гладкое пространственное распределение. Высокий коэффициент прохождения оптического излучения через микрокапилляры свидетельствует о том, что их стенки являются оптически гладкими.

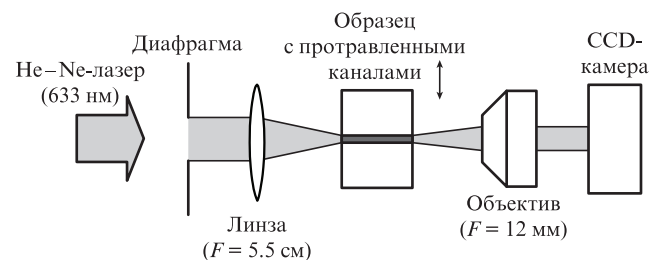


Рис.6. Схема для исследования эффективности прохождения излучения через микрокапилляр.

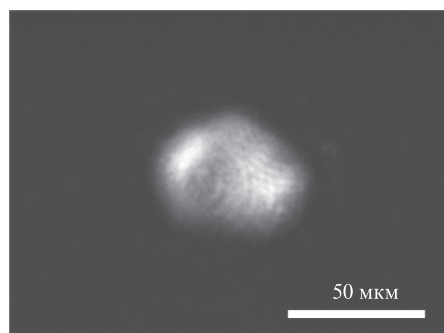


Рис.7. Характерный вид пространственного распределения излучения прошедшего через микрокапилляр.

### 3. Выводы

Продемонстрирована возможность формирования микроканалов в плавленом кварце с помощью аксиконной фокусировки фемтосекундного лазерного излучения при воздействии одиночным лазерным импульсом, а также последовательностью лазерных импульсов. При дальнейшем химическом травлении образцов с каналами в ультразвуковой ванне в растворе плавиковой кислоты были получены протяженные микрокапилляры, проходящие через всю толщину образца длиной вплоть до 2.5 мм, с высоким (30–50) аспектным отношением. Скорость травления составила ~6 мкм/мин. Исследование прохождения излучения гелий-неонового лазера показало, что микрокапилляры обладают хорошими волноведущими свойствами; это говорит об оптическом качестве стенок полученных структур. Сформированные микрокапилляры могут представлять интерес для разработки устройств микроанализа растворов в биологических и медицинских исследованиях.

Работа выполнена при поддержке программы Президиума РАН «Экстремальные световые поля и их приложения».

1. Reyes D.R., Iossifidis D., Auroux P.-A., Manz A. *Anal. Chem.*, **74**, 2637 (2002).
2. Whitesides G.M. *Nature*, **442**, 368 (2006).
3. Osellame R., Maselli V., Vazquez R.M., Ramponi R., Cerullo G. *Appl. Phys. Lett.*, **90**, 231118 (2007).
4. Davis K.M., Miura K., Sugimoto N., Hirao K. *Opt. Lett.*, **21**, 1729 (1996).
5. Marcinkevicius A., Juodkazis S., Watanabe M., Miwa M., Matsuo S., Misawa H., Nishii J. *Opt. Lett.*, **26**, 277 (2001).
6. Hnatovsky C., Taylor R.S., Simova E., Rajeev P.P., Rayner D.M., Bhardwaj V.R., Corkum P.B. *Appl. Phys. A*, **84**, 47 (2006).
7. Kim T.N., Campbell K., Groisman A., Kleinfeld D., Schaffer C.B. *Appl. Phys. Lett.*, **86**, 201106 (2005).
8. Maselli V., Osellame R., Cerullo G., Ramponi R., Laporta P. *Appl. Phys. Lett.*, **88**, 191107 (2006).
9. Vishnubhatla K.C., Bellini N., Ramponi R., Cerullo G., Osellame R. *Opt. Express*, **17**, 8685 (2009).
10. Amako J., Sawaki D., Fujii E. *J. Opt. Soc. Am. B*, **20**, 2562 (2003).
11. Бабин А.А., Киселев А.М., Сергеев А.М., Степанов А.Н. *Квантовая электроника*, **31**, 623 (2001).
12. Коробкин В.В., Полонский Л.Я., Попонин В.П., Пятницкий Л.Н. *Квантовая электроника*, **13**, 265 (1986).