



USINAGEM DE CIRCUITOS MICROFLUÍDICOS COM LASER DE PULSOS ULTRACURTOS

Wagner de Rossi, wderossi@ipen.br¹
Leandro Matioli Machado, lemmac@ipen.br¹
Ricardo Elgul Samad, resamad@ipen.br¹
Anderson Zanardi de Freitas, azanardi@ipen.br¹
Denilson de Camargo Mirim, dmirim@usp.br²
Nilson Dias Vieira Júnior, nilsondv@ipen.br¹

¹ Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares IPEN-CNEN/SP, Av. Prof. Lineu Prestes 2.242, CEP 05508-000 São Paulo, SP.

² Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia de São Paulo, Campus Itapetininga, Av. João Olímpio de Oliveira, 156, CEP 18202-000, Itapetininga, SP.

Resumo: Pulsos laser ultracurtos, de poucas dezenas de femtossegundos, foram utilizados para o desenvolvimento de técnicas de microusinagem em dielétricos transparentes. Esta tecnologia foi empregada para a produção de circuitos microfluídicos completos, com controle independente de fluxo de diversos reagentes, e adequados a diversas aplicações práticas. Circuitos complexos foram usinados em vidro óptico BK7, por pulsos laser ultracurtos, produzindo circuitos microfluídicos completos com estruturas micrométricas pré-projetadas para utilização em aplicações específicas com controles independentes de fluxos. Características do sistema e algumas aplicações também são apresentadas.

Palavras-chave: microusinagem, usinagem a laser, laser de femtossegundos, microfluídica

1. INTRODUÇÃO

Circuitos microfluídicos são estruturas diminutas compostas de canais, câmaras, conexões, aquecedores, microválvulas, microbombas e muitos outros componentes, nas quais reagentes são misturados de forma controlada a fim de promover uma determinada reação. São utilizados principalmente em processos químicos e bioquímicos, onde quantidades mínimas de material (nanolitros a microlitros) são desejáveis para economia de tempo, espaço e principalmente de insumos caros ou perigosos. Além disso, as propriedades peculiares da microfluídica fornecem condições de reações diferenciadas, com interações somente por difusão e grandes gradientes de temperatura e massa, que não são possíveis em sistemas convencionais. Devido à relação volume/superfície ser muito menor que em estruturas macroscópicas, as forças que agem nas superfícies, como a tensão residual, apresentam uma importância muito maior quando comparada às forças que agem no volume, como gravidade, por exemplo (Abrahan, 2008). Forças inerciais relativas à viscosidade também diminuem de importância, e o número de Reynolds geralmente é menor que 100, representando fluxos laminares para canais de dimensões micrométricas. Fluxos laminares de líquidos similares podem coexistir em um único canal, permitindo controle espacial do soluto dentro do fluxo, impedindo uma rápida mistura e eficiente transferência de massa para a reação.

A microfluídica tem sido aplicada em inúmeros setores tão distintos quanto biologia, química, medicina, microeletrônica entre outros, cobrindo uma infinidade de aplicações como impressão por jato de tinta, separação eletroforética, imunoenaios, interações biomoleculares, liberação controlada de remédios, etc. Os mais diversos tipos de materiais têm sido utilizados como plataforma para fabricação destes microssistemas, indo de vidros e polímeros a materiais descartáveis como papel e filmes de transparência.

Circuitos microfluídicos completos também podem incorporar elementos ativos e passivos, como sensores, excitação por laser, aquecedores, misturadores e outros. Estes conjuntos formam os chamados MEMS (*microelectromechanical systems*) e a maioria das técnicas utilizadas para a sua fabricação são aquelas derivadas da indústria da microeletrônica. Assim, para a obtenção de um sistema micrométrico complexo, geralmente são necessárias quatro etapas de processos diferentes em sequências, sendo estas: deposição de filmes finos, litografia, ataque químico (*etching*) e junção de substratos (Ziaie et al, 2008). Nestes processos, filmes finos específicos são depositados sobre um substrato e posteriormente modificados fisicamente por um processo de projeção de imagem e subsequente ataque químico, onde uma estrutura com desenho específico pré-determinado é obtida. Após a obtenção de uma lâmina com a microestrutura “escavada” em sua superfície, esta pode ainda ser sobreposta a outras estruturas ou elementos para

formar sistemas complexos, inclusive em três dimensões. Esta tecnologia já é antiga e encontra-se bastante adiantada, podendo inclusive ser utilizada para obtenção de estruturas 3D no interior de certos materiais e também obter elementos com alta razão de aspecto.

Embora bastante difundida, esta técnica envolve equipamentos caros e um processo multi-passos bastante trabalhoso, que se torna inadequado quando da produção de protótipos ou de pequenos lotes de peças. Como alternativa, a usinagem com laser de pulsos ultracurtos surge com diversas vantagens: pode ser utilizada sobre praticamente qualquer tipo de substrato, utiliza tecnologia simples e consolidada de usinagem assistida por computador (CNC), pode obter grande razão de aspecto, ao mesmo tempo em que é feita a usinagem também pode modificar física e quimicamente as paredes usinadas, e ainda pode gerar estruturas sub-micrométricas.

2. MICROUSINAGEM COM LASER DE FS

Com o intuito de desenvolver esta tecnologia de microusinagem com laser de pulsos ultracurtos, o grupo de Lasers do IPEN, montou uma estação de trabalho (Vidal, 2010) versátil e completa, capaz de usinar estruturas com dimensões da ordem de poucos micrometros. Esta estação utiliza um feixe de um laser de Ti:Safira de femtossegundos, amplificado pelo método de amplificação por varredura de frequência (Femtopower Compact Pro CE-Phase HP/HR da marca Femtolasers) que gera continuamente pulsos de 25 fs (FWHM) centrados em 785 nm com 40 nm de largura de banda (FWHM), taxa de repetição máxima de 4 kHz e energia máxima por pulso de 800 μ J. O feixe é focalizado sobre a peça de trabalho por uma lente de comprimento focal curto (de 10 ou 38 mm), possibilitando a obtenção de uma região afetada com dimensão de até 3 μ m. Este sistema conta com um estágio de deslocamento de três eixos, com precisão de 300 nm, controlado por computador através de programação CNC integrada a software LabView. Esta integração, além de permitir a movimentação segundo desenho pré-determinado, ainda possibilita a utilização de diversos sistemas de controle, como de energia do feixe laser, taxa de repetição, abertura e fechamento de um obturador, utilização de gás de assistência ou proteção, etc.

A alta intensidade obtida no ponto focal permite a imediata ablação de qualquer tipo de material, inclusive de materiais transparentes ao comprimento de onda da radiação laser utilizada. Esta intensidade, que pode ultrapassar 10^{14} W/cm², causa fenômenos não lineares de absorção, através dos quais, mesmo materiais com grande diferença de energia entre a banda de condução e a banda de valência (muito maior que a energia do fóton utilizado) absorvem a radiação laser e são ablacionados.

A curta largura temporal destes pulsos permite também que o processo de ablação ocorra sem praticamente nenhum efeito térmico colateral. Assim, a região afetada, ou seja, a “cratera” ablacionada terá dimensão e forma muito próximas daquela do ponto laser focalizado. Ao absorver a energia do pulso laser, os elétrons da banda de valência de um dielétrico são excitados à banda de condução e posteriormente ejetados para fora do material. Este processo cria na superfície uma alta concentração de íons positivos, que também são ejetados por repulsão Coulombiana. Este tipo de processo não é possível com pulsos laser cuja largura temporal é maior que alguns picossegundos, pois este é o tempo de relaxação elétron-fônon, e neste caso, grande parte da energia dos elétrons seria transferida para a rede aquecendo e fundindo uma região muito maior que aquela do ponto focal.

2.1. Limiar de ablação

Ao incidir sobre a superfície de um determinado material, um pulso laser ultracurto focalizado pode ou não causar ablação. Isto só vai acontecer se a densidade de energia (fluência) utilizada estiver acima de um valor limiar que é característico para cada tipo de material processado. Acima deste valor de limiar, o volume ejetado aumenta com a fluência de uma maneira exponencial. Para um feixe laser com perfil espacial Gaussiano, a relação entre a fluência F_0 utilizada e o diâmetro D do dano provocado pelo pulso laser é dada por:

$$D^2 = w_0^2 \ln \left(\frac{F_0}{F_{th}} \right) \quad (1)$$

onde w_0 é o raio do feixe no ponto focal e F_{th} é a fluência de limiar para a qual começa a haver dano na superfície. Esta relação se mantém até que a densidade de energia atinja um ponto onde o excesso de elétrons livres gerados na banda de condução é tão grande que boa parte deles retorna ao estado fundamental transferindo energia em forma de calor para a rede. Neste ponto, portanto, ocorre fusão e processos térmicos passam a ser os maiores responsáveis pela ejeção de material. Isto leva a um aumento abrupto na eficiência de ejeção, mas por outro lado, causa um aumento não controlado da região ablacionada. Assim, além de diminuir a precisão no processo de usinagem, o uso destas altas fluências, também leva à ocorrência de zona afetada pelo calor, material ressolidificado e rebarbas.

Para manter a precisão do processo de usinagem e para evitar efeitos térmicos, é preciso, portanto conhecer com precisão o valor de fluência acima do qual estes processos térmicos começam a ocorrer. Isto é feito através da construção de um gráfico de fluência F pelo diâmetro ao quadrado D^2 do dano provocado. Assim, em princípio, para

uma usinagem de precisão bastaria manter a fluência em um nível abaixo daquele onde os processos térmicos começam a ocorrer. Na realidade, o processo é mais complicado, e este valor limite de fluência diminui em função da sobreposição, em um único ponto espacial, do número N de pulsos. Isto acontece porque uma região pré-irradiada por um pulso laser, tem sua estrutura eletrônica modificada, principalmente pela criação de defeitos como os centros de cor. Estes defeitos introduzem níveis de energia entre a banda de valência e a banda de condução, facilitando a ejeção de elétrons e diminuindo o valor de limiar de ablação. Neste processo, ocorre um acúmulo de defeitos com aumento do número N de pulsos sobrepostos até que se atinja uma saturação. Assim, o valor de limiar de ablação diminui com N até atingir um valor mínimo que se mantém independente da quantidade de pulsos a partir deste ponto.

Juntamente com a diminuição de F_{th} , a região de fluência para a qual efeitos térmicos ocorrem também tem seu valor diminuído. Assim, para uma usinagem de precisão de cavidades, onde uma sobreposição grande de pulsos é necessária, é preciso escolher os parâmetros de processo de maneira a evitar efeitos térmicos e também conhecer a relação entre o diâmetro da “cratera ablacionada”, a fluência utilizada e o número de pulsos sobrepostos. Para isto, normalmente utilizam-se marcações individuais sobre a superfície do material de interesse com variação de F e de N (Liu, 1982). Este processo, contudo, é muito trabalhoso e demorado. Como alternativa, desenvolvemos um método (chamado *D-Scan*) muito mais rápido e simples para este tipo de medida (Samad et al, 2006; Samad et al, 2008), onde o feixe laser focalizado varre a superfície com movimentos simultâneos tanto na direção longitudinal quanto na direção transversal. Este movimento gera ranhuras como as mostradas na Figura 1, com lóbulos antes e depois do ponto focal. Demonstra-se (Machado et al, 2012) que a medida da largura $2\rho_{max}$ do ponto mais largo do lóbulo correspondente ao foco no interior do material está relacionada a F_{th} pela simples equação:

$$F_{th} = \frac{E_0}{e\pi\rho_{max}^2} \approx 0.117 \frac{E_0}{\rho_{max}^2} \quad (2)$$

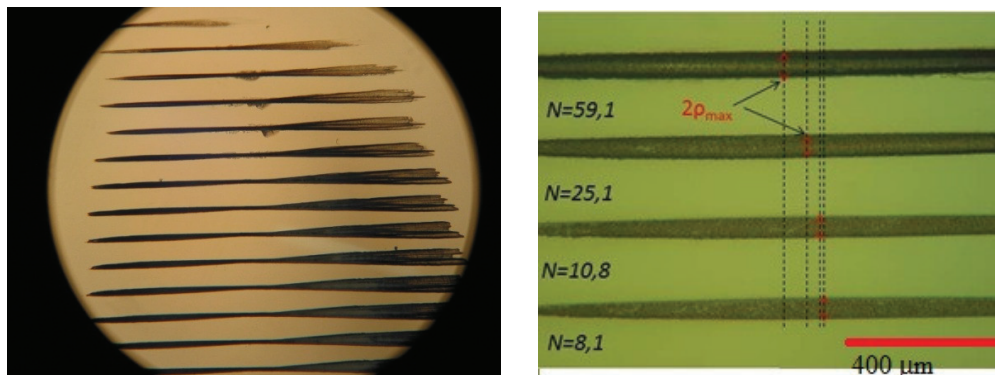


Figura 1. (a) Traços gerados pelo método D-Scan em Safira para diversas condições de energia e velocidades. (b) Traços de D-scan realizados em BK7 com pulsos de 152 fs e energia de 207 μ J para diferentes sobreposições N , onde são mostradas as posições de medição de ρ_{max} .

2.2. Ablação Suave

Como o volume ablacionado depende não só da densidade de energia utilizada, mas também do número N de pulsos sobrepostos, então, este fato deve ser levado em consideração quando da usinagem de cavidades que necessitam uma sobreposição muito grande de pulsos. A profundidade atingida por cada pulso laser pode ser tão pequena quanto algumas centenas de nanômetros, e ao mesmo tempo em que confere uma grande precisão na profundidade projetada, também leva à necessidade de uma sobreposição grande de pulsos. Assim, o material é retirado camada por camada até que se atinja a profundidade desejada. Para haver precisão dimensional e evitar efeitos térmicos, desenvolvemos uma metodologia (Machado et al, 2011) na qual os parâmetros de processo são modificados para cada camada removida. Assim, o volume ablacionado em cada camada, é calculado em função do número N de pulsos necessários para se atingir a profundidade relativa a esta camada. Estes valores são previamente determinados pelo método *D-Scan* e são utilizados para controle da velocidade e da taxa de repetição do laser para cada camada usinada. A Figura 2 mostra imagens de canais usinados com este método e o fundo da região ablacionada.

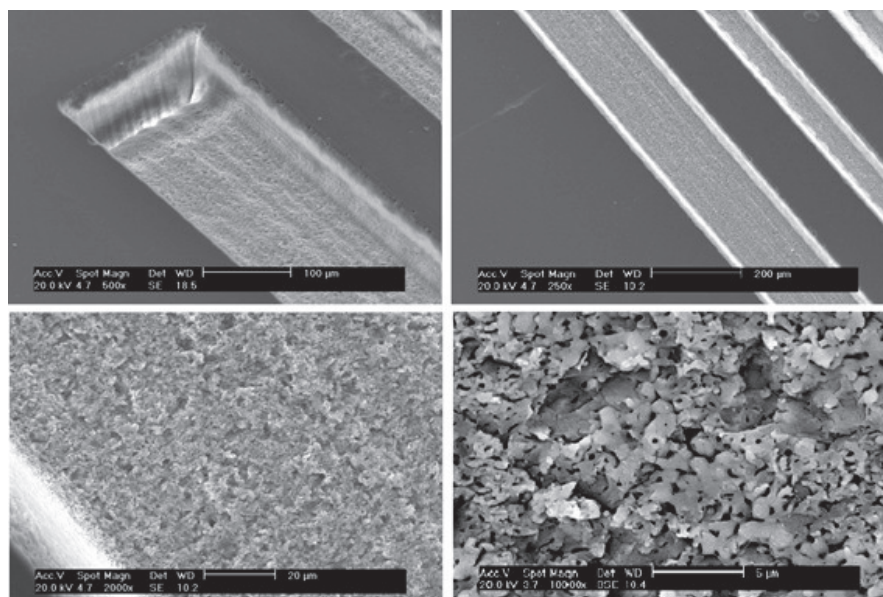


Figura 2. Microscopia eletrônica de varredura dos canais usinados com o método de “ablação suave”. As duas acima são vistas de topo dos canais e as duas de baixo mostram o acabamento do fundo destes canais.

3. CIRCUITO MICROFLUIDICO COMPLETO

O domínio da técnica de usinagem com pulsos ultracurtos está sendo utilizada pelo grupo de lasers do IPEN para a produção de sistemas microfluidicos completos. Para isto, além da produção de um circuito de microcanais e reservatórios, ainda estão sendo desenvolvidos métodos para fechamento da superfície usinada, de acoplamento com reservatório de reagentes, micro válvulas, além de sistemas de controle e sensoriamento.

Alguns sistemas foram usinados sobre a superfície de placas de vidro óptico tipo BK7 com 3 mm de espessura. Para fechamento desta superfície, uma lâmina do polímero flexível dimetilpolisiloxano (PDMS) com espessura de aproximadamente 200 µm é pressionada sobre ela através de outra placa de BK7 com espessura de 1 mm e uma lâmina de acrílico. Um esquema deste conjunto é mostrado na Figura 3.

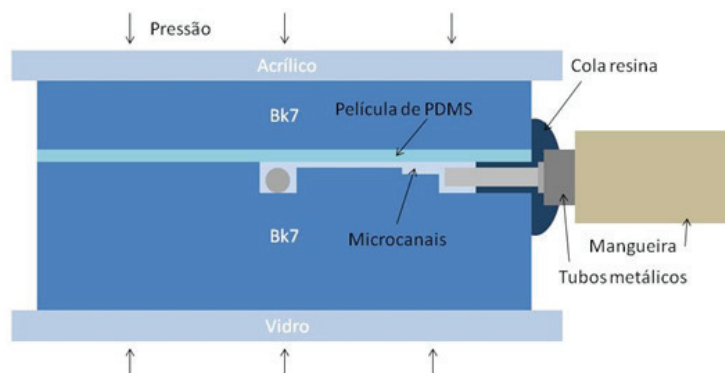


Figura 3. Esquema de montagem de um circuito microfluidico.

Os reagentes líquidos são injetados no sistema através de mangueiras flexíveis com 1 mm de diâmetro interno. Estas mangueiras são acopladas aos microcanais, que possuem seção de $100 \times 100 \mu\text{m}^2$, através de conectores feitos de tubos de aço inox. Estes conectores são feitos com tubos de três diâmetros diferentes, cortados também com o laser de fs, e inseridos uns dentro dos outros formando uma espécie de funil com diâmetro interno variando de 0,3 mm até 0,8 mm. A introdução destes conectores é feita através de cavidades usinadas na lateral da placa de vidro com dimensões muito próximas às dos tubos e com altura controlada para permitir o fechamento e o acoplamento das alturas dos conectores e dos microcanais. A Figura 4 mostra fotos de um destes conectores.

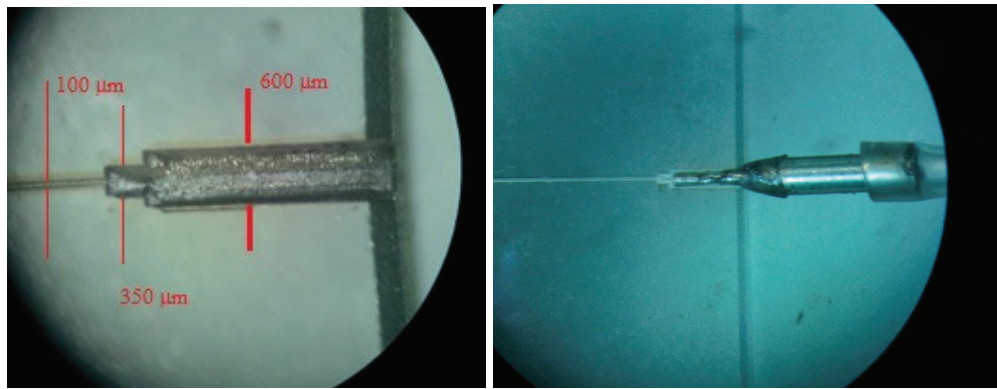


Figura 4. (a) cavidade usinada na lateral da placa de vidro BK7 para inserção de conector. (b) conector inserido na cavidade usinada.

O conjunto completo ainda é montado sobre uma plataforma de alumínio conforme mostrado na Figura 5.

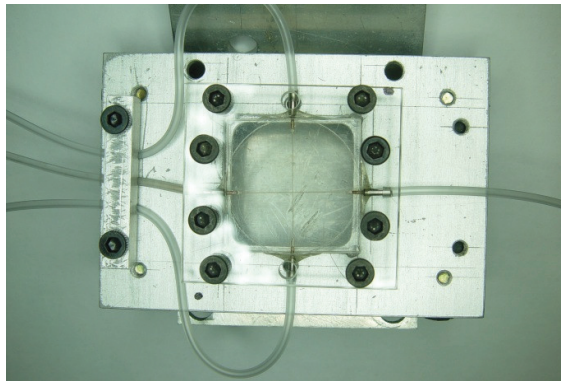


Figura 5. conjunto microfluídico montado sobre plataforma de alumínio.

O sistema da Figura 5 é bastante simples, contendo apenas um circuito em cruz, com três entradas e uma saída, todos com seção de $100 \times 100 \mu\text{m}^2$. As mangueiras estão conectadas a seringas que por sua vez são pressionadas por micrometros acoplados a motores de passo através de um sistema de polias e correias dentadas. Este sistema de acionamento é mostrado na Figura 6.

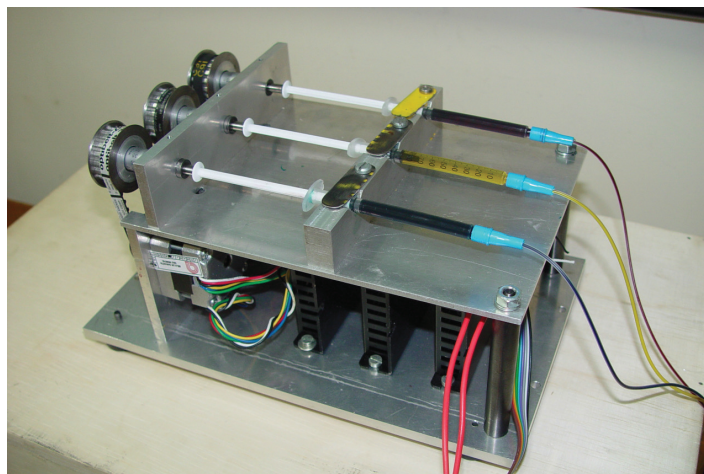


Figura 6. Mecanismo de acionamento das seringas que introduz os líquidos no circuito microfluídico.

O movimento dos motores de passo, e conseqüente injeção de líquido no circuito, são controlados por um programa dedicado que comanda o fluxo e a seqüencia desejada de movimentos. A Figura 7 mostra imagem ampliada da região

de encontro dos quatro microcanais. Nesta região é possível ver água colorida por corante vermelho, amarelo e azul se juntando em um único canal de saída sem que haja mistura durante todo o trajeto do canal, que é de aproximadamente 12 mm. Isto mostra a ausência de turbulência, característica de um circuito microfluídico, e também o controle preciso de fluxo, já que as quantidades injetadas no canal de saída podem ser muito pequenas. O “canal” de fluxo amarelo, colocado no centro do canal de saída, à esquerda na Figura 7, pode ter uma dimensão inferior a 20 µm. O controle de volume com o sistema atual atinge precisão da ordem de 50 µl.

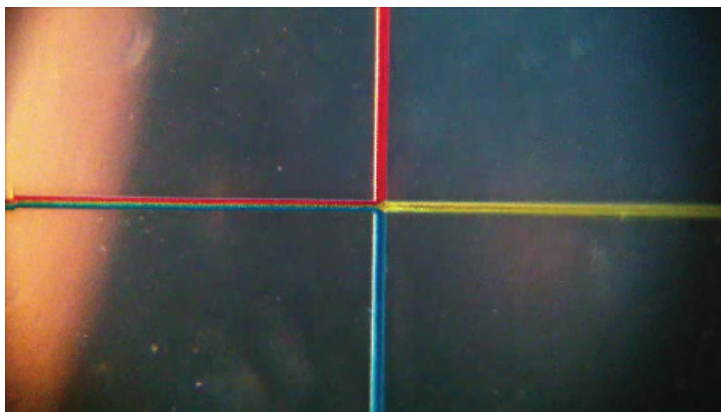


Figura 7. Junção de quatro canais microfluídicos de $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ cada um. Água com corante vermelho, azul e amarelo é injetada no canal de saída à esquerda. O fluxo laminar evita mistura ao longo de todo o canal.

4. APLICAÇÕES PRÁTICAS

Em prosseguimento a estes desenvolvimentos, dois tipos de circuitos microfluídicos estão sendo produzidos para aplicações práticas de interesse do IPEN. Um deles será utilizado para a otimização na produção de nanopartículas e o outro na síntese do radiofármaco [^{18}F]-FDG (flúor desoxiglicose).

A produção de nanopartículas com o uso de lasers de fs já foi demonstrada pelo grupo de lasers do IPEN (Matos et al, 2011). Este estudo foi realizado em soluções de nanopartículas com volume de 1 ml, e vários minutos de irradiação por solução, limitando o estudo do efeito da variação das características de irradiação sobre as nanopartículas formadas devido ao grande volume de solução necessário, e principalmente, ao grande tempo total de irradiação. A fim de otimizar este processo, já se encontra em desenvolvimento um circuito microfluídico para o controle das características de nanopartículas de prata por pulsos ultracurtos utilizando um algoritmo genético. Neste circuito, poucos microlitros de solução de nanopartículas de prata são injetados em uma microcâmara, onde estas são irradiadas por pulsos ultracurtos; devido ao pequeno volume de solução, a irradiação modifica as nanopartículas em segundos. Em seguida, a solução irradiada é movimentada para uma segunda microcâmara, na qual é medido o espectro de absorção das nanopartículas, o que fornece informações sobre sua forma, dimensões e dispersão. As características temporais dos pulsos são modificadas, e uma nova solução de nanopartículas é irradiada, e os resultados são comparados aos obtidos anteriormente. A repetição deste processo várias vezes com pulsos com configurações temporais diferentes, permite a seleção, por um algoritmo genético, do perfil temporal que produz a modificação desejada nas nanopartículas.

O flúor desoxiglicose [^{18}F]-FDG é um radiofármaco utilizado para diagnóstico de tumores e já produzido pelo IPEN em sistemas convencionais, mas que precisa ser melhorado, pois apresenta uma eficiência muito baixa de produção. Atualmente esta síntese apresenta uma eficiência de 30% em um processo de cerca de 50 minutos; com a utilização de circuitos microfluídicos estima-se uma elevação da eficiência para cerca de 60 a 70% com tempo de processo de 25 minutos.

O processo completo é complexo, envolvendo 16 etapas de reações. Um primeiro passo para a realização desta síntese através de microfluídica já está sendo dado com o projeto e construção de um circuito microfluídico para a obtenção das duas primeiras etapas deste processo. Elas envolvem a obtenção de um composto contendo isótopos de ^{18}F que são produzidos através de irradiação de água no reator de pesquisas do IPEN. Esta água irradiada, contendo este radioisótopo, passa por uma resina que retém o ^{18}F ; por esta resina passa então outro composto (Kriptofix 222 + K_2CO_3 em 50% MeCN) que incorpora este isótopo em sua estrutura.

5. CONCLUSÕES

Foi desenvolvido um método de usinagem de dielétricos de alta precisão através do uso de pulsos laser ultracurtos. Com esta tecnologia foram produzidos circuitos microfluídicos completos com controle de fluxos também de alta

precisão. Dois circuitos microfluídicos para aplicações práticas estão sendo construídos para a otimização da produção de nanopartículas de prata e para parte da síntese do radiofármaco [18F]-FDG.

6. AGRADECIMENTOS

Trabalho desenvolvido com recursos FAPESP (projetos 2008/00284-0 e 200907912-0) e CNPq (projetos 20094732394-2 e 20093101119).

7. REFERÊNCIAS

- Abraham D. S., "Microfluidics", .Optical Biosensors: Today and Tomorrow (2 nd Edition) Frances S. Ligler and Chris Rowe Taitt (Editors), 2008 Elsevier B.V. Chapter 17, pp.659 – 681.
- Liu, J. M., (1982), "Simple technique for measurements of pulsed Gaussian-beam spot sizes," Opt. Lett. 7, pp. 196-198.
- Machado L M, Samad R E, de Freitas A Z, Vieira Jr N D, de Rossi, W., (2011), "Microchannels Direct Machining using the Femtosecond Smooth Ablation Method". Phys. Procedia 3712, pp. 67-75.
- Machado, L. M.; Samad, R. E.; de Rossi, W.; and Vieira Jr, N. D., (2012), "D-Scan measurement of ablation threshold incubation effects for ultrashort laser pulses," Opt. Expr. 20, pp. 4114-4123.
- Matos, R. A.; Cordeiro, T. D.; Samad, S., R. E.; Vieira Jr., N. D., and Courrol, L. C., (2011), "Green synthesis of stable silver nanoparticles using Euphorbia milii latex," Colloid. Surface. A 389, pp. 134-137 .
- Samad R. E. and Vieira, N. D., (2006),"Geometrical method for determining the surface damage threshold for femtosecond laser pulses," Las. Phys. 16, pp. 336-339.
- Samad, R. E.; Baldochi, S. L.; and Vieira Jr, N. D., (2008), "Diagonal scan measurement of Cr:LiSAF 20 ps ablation threshold," Appl.Opt. 47, pp. 920-924.
- Vidal, J. T., "Desenvolvimento de um sistema opto-mecânico para micro usinagem com laser de femtosegundo" Tese de Mestrado do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares. 2010.
- Ziaie, A. B.; Baldi, A.; Lei, M.; Gu, Y.; Siegel, R. A., (2004), "Hard and soft micromachining for BioMEMS: review of techniques and examples of applications in microfluidics and drug delivery". Advanced Drug Delivery Reviews 56, pp. 145–172

8. DIREITOS AUTORAIS

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído no seu trabalho.



ABCM
ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE
ENGENHARIA E CIÊNCIAS MECÂNICAS

COMPROMETIDA COM A PROMOÇÃO DO DESENVOLVIMENTO
DA ENGENHARIA E DAS CIÊNCIAS MECÂNICAS

7º CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA DE FABRICAÇÃO
7th BRAZILIAN CONGRESS ON MANUFACTURING ENGINEERING
15 a 19 de abril de 2013 – Penedo, Itatiaia – RJ - Brasil
April 15th to 19th, 2013 – Penedo, Itatiaia – RJ – Brazil

MACHINING OF MICROFLUIDIC DEVICES BY ULTRASHORT LASER PULSES

Wagner de Rossi, wderossi@ipen.br¹
Leandro Matioli Machado, lemmac@ipen.br¹
Ricardo Elgul Samad, resamad@ipen.br¹
Anderson Zanardi de Freitas, azanardi@ipen.br¹
Denilson de Camargo Mirim, dmirim@usp.br²
Nilson Dias Vieira Júnior, nilsondv@ipen.br¹

¹ Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares IPEN-CNEN/SP, Av. Prof. Lineu Prestes 2.242, CEP 05508-000 São Paulo, SP.

² Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia de São Paulo, Campus Itapetininga, Av. João Olímpio de Oliveira, 156, CEP 18202-000, Itapetininga, SP

***Abstract.** Ultrashort laser pulses, with few tens of femtoseconds, were used to develop a new technique for machining transparent dielectrics. This technology was used to produce complete microfluidic circuits with independent flow control for many reagents, and suitable to several practical applications. Complete devices were machined on BK7 optical glass by ultrashort laser pulses, showing micrometric structures, previously designed to specific applications. A system for reagents injection electronically controlled with precision of nanoliters was also developed. System characteristics and some applications are also presented.*

***Keywords:** micromachining, laser machining, femtosecond laser, microfluidics.*

The authors are the only responsible for the printed material included in this paper.