

基于聚二甲基硅氧烷的微流控芯片封装技术研究

毛静¹ 张斌珍^{1,2*} 杨潞霞¹ 王春水¹ 南雪莉¹ 李惠琴¹

(中北大学仪器科学与动态测试教育部重点实验室¹, 电子测试技术重点实验室², 太原 030051)

摘要 提出一种优化的PDMS(聚二甲基硅氧烷)—PDMS键合技术,对PDMS基片与PDMS盖片使用不同的预聚物和固化剂配比进行键合。设置了按不同比例键合、氧气等离子体表面处理键合及涂覆液态PDMS键合这三种方法的对比实验,并将其应用于微流控芯片的封装测试。测试结果表明,不同比例键合后的芯片键合强度适宜,可重复利用,高效节能。键合参数:基片和盖片所用预聚体、固化剂质量比分别为10:1和15:1;盖片的固化温度75℃,固化时间40 min。

关键词 聚二甲基硅氧烷 微流控芯片 封装 不同比例 键合强度

中图分类号 TH706; **文献标志码** A

目前微流控分析芯片的功能越来越多样化,研究领域主要集中在免疫分析、单细胞分析、药物分析、蛋白质分析、临床诊断、爆炸物检测等方面^[1,2]。在医学临床检验领域,以微流控分析芯片为重要组成部分的流式细胞仪以其潜在的应用市场而备受关注。制作微流控分析芯片的高分子聚合物主要有三类:热塑型聚合物、固化型聚合物和溶剂挥发型聚合物。聚二甲基硅氧烷(PDMS)作为一种固化型的高分子有机硅化合物,在一般情况下具有惰性、无毒、不易燃的特性,光学透明度比较高,能高保真地复制微流控芯片,同时价格低廉,是一种制作微流控芯片的优异材料。

微流控芯片的制作分三个步骤:一是在硅基片上制作微沟道。二是利用软光刻技术浇铸铸模获得PDMS微沟道结构。三是将PDMS微结构和盖片键合在一起形成完整的微流控芯片。第三步键合作为制作微流控分析芯片的关键步骤,其键合工艺、键合强度成为微流控分析芯片中的研究热点之一。Hsih Yin Tan研究了PDMS与PMMA(聚甲基丙烯酸甲酯)的键合技巧^[3],Vijaya Sunkara研究了PDMS与热塑性材料的键合^[4]。Jin Ho Kim等研究了PDMS与ITO玻璃涂层之间的键合^[5]。PDMS还能与玻璃、塑胶、金属、硅片等键合^[6,7]。对于生物微流控分析芯片而言,由于PDMS有很好的生物相容性,盖

片也采用PDMS制作,因此应用于同种材料之间的键合方法就受到了一定的局限性。目前广泛采用的方法有表面处理和涂覆胶黏剂^[8-11]两大类,前者在处理过程中的参数难以控制,后者胶黏剂容易堵塞微流控芯片沟道,因此提出了一种新的键合方式——基片与盖片按不同比例制作键合,利用不同浓度的高聚物分子在其接触面会发生扩散从而交联的原理^[12],制作出15:1的PDMS盖片,紧贴于基片上形成键合。

本文设置了不同比例键合、氧气等离子体表面处理键合及涂覆液态PDMS键合这三种方法的对比实验,并应用于微流控芯片的封装测试,验证本文所提出的方法能满足一般芯片的分析需求。该方法不但降低了PDMS—PDMS芯片键合过程中对实验室洁净度的高要求,而且简化了实验设备,适于微流控芯片的批量生产。

1 PDMS—PDMS键合样片制作

1.1 不同方法键合的无结构PDMS样片

样片的制作过程如下:

(1)将脱气静置好的15:1混合物倾倒在PMMA模具上,75℃恒温维持40 min。未完全固化时,从模具揭下作为盖片,并迅速与已做好的完全固化的10:1基片贴合,贴合好的样片继续保持75℃放置12 h。

(2)两片10:1完全固化的PDMS样片放入氧气等离子体处理器的处理腔中,设置功率300 W,进氧量50 sccm,处理5 min后拿出,迅速将两片贴合在一起(10 min内),室温下放置12 h。

2014年7月3日收到 国家自然科学基金(61176115)资助
第一作者简介:毛静(1987—),女,山西临汾人,硕士研究生。研究方向:微纳技术与仪器和微流体。E-mail:13546349292@163.com。
*通信作者简介:张斌珍(1974—),男,山西岚县人,博士生导师。研究方向:微纳机电系统和恶劣环境下的动态测试技术。E-mail:zhangbinzhen@nuc.edu.cn。

(3)在两片 10:1 固化的 PDMS 基片上涂抹液态的 PDMS,放在 75 °C 的烘箱中恒温维持 12 h。具体流程如图 1 所示。图 1 中(a)、(d)制作了 10:1 的基片和 15:1 的盖片,把二者粘接在一起,夹持一段时间;(b)、(e)是将两片完全固化的 10:1 基片与盖片经氧气等离子体处理后粘接在一起;(c)、(f)在基片上涂覆液态 PDMS 薄层,轻轻盖上 10:1 的基片,进行加持固化。做好的样片利用图 2 所示的智能电子拉力试验机测试每种键合方法的键合强度。

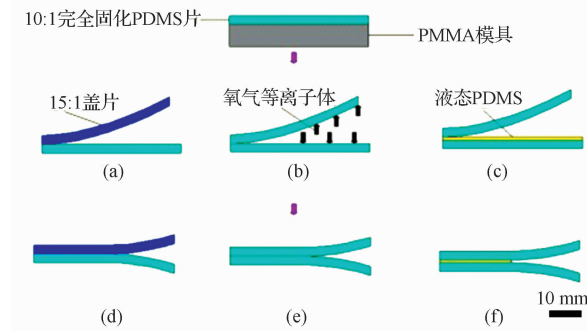


图 1 键合流程图

Fig. 1 Schematic diagrams of bonding

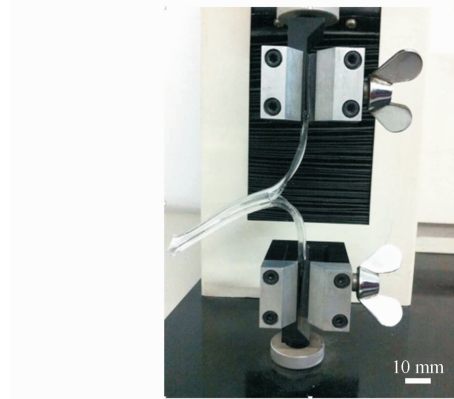


图 2 “T”型剥离装置剥离样片

Fig. 2 Stripping plate used by “T” type stripping system

1.2 微流控芯片的制作

用 SU-8 工艺制作芯片正模,它由左右两侧的鞘流通道和中间的样本流通道组成(图 3)。样本流通过鞘流在左右斜面的挤压下形成水平方向的聚焦,在通过一个 45° 结构后,对流体有一个缓慢抬升的力,实现样本流的垂直聚焦。制作好 SU-8 正模后,将配置好的 10:1 PDMS 溶液浇铸于结构上,经过两次倒模即得到微流芯片的 PDMS 正模。最后,采用三种不同方法进行结构基片与盖片的封装,在常温下放置 12 h 后,注入黑色液体测试芯片流通性。

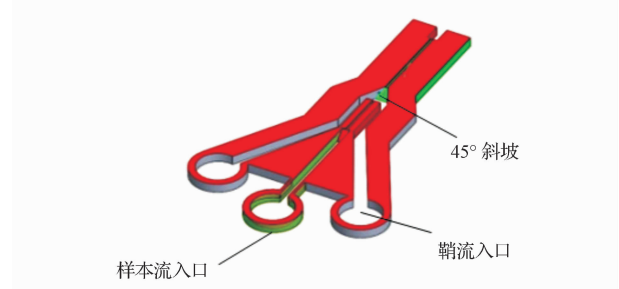


图 3 微流控芯片沟道结构

Fig. 3 Channel structure of the microfluidic chip

2 实验结果与分析

2.1 键合强度对比

通过反复对比实验,15:1 的 PDMS 在 75 °C 下固化 40 min 与完全固化的 10:1 基片键合强度最高,且 15:1 的 PDMS 固化成型后弹性很好,揭模时不易撕裂。表 1 是无结构 PDMS—PDMS 样片不同方法键合后的平均键合强度对比。

表 1 键合强度对比

Table 1 Contrast of bonding strength

方法	平均键合强度/kPa
不同比例	452
氧气等离子体表面处理	271
涂覆黏结剂	534

氧气等离子体处理过的 PDMS 基片和盖片键合后强度变化范围很大。处理较好的样片表面上会嫁接部分羟基,将两者粘贴在一起后,两个 Si—OH 键发生反应: $2\text{Si—OH} \rightarrow \text{Si—O—Si} + 2\text{H}_2\text{O}$ 。实验测得的平均键合强度为 271 kPa,其处理参数不易控制。涂覆黏结剂后的芯片平均键合强度达 534 kPa,但在涂覆过程中黏结剂很容易堵塞微流控分析芯片沟道,且这种方法的键合强度跟黏结剂的内聚力有关。

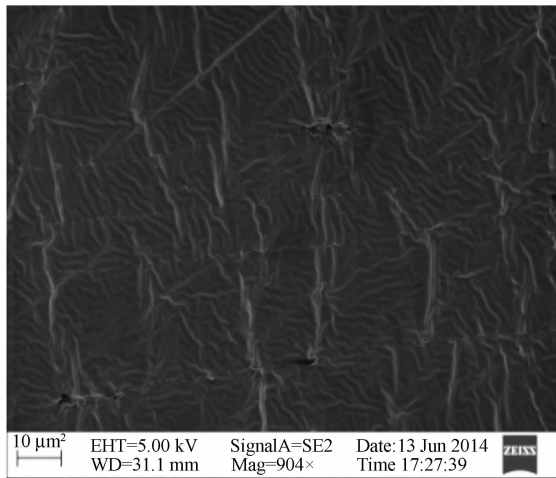
2.2 PDMS 键合表面分析

将三种方法制作出的键合样片剥离,在扫描电子显微镜(SEM)下观察其键合表面的形貌如图 4 所示。

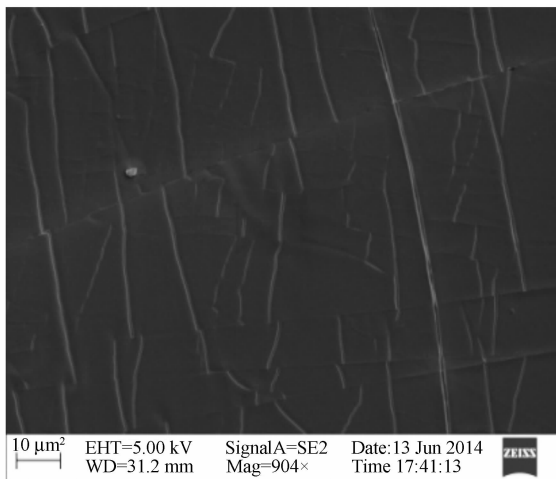
由图 4 可见,胶黏剂法键合的样片剥离后,表面粗糙,有撕裂的痕迹,说明样片的表面形成了不可逆键合。进一步使用激光共聚焦显微镜观测后发现其表面粗糙度[图 5(c)] R_a 达到 66.4 μm 。不同比例键合样片剥离后的表面有很多褶皱,表明该键合方法在两层 PDMS 之间确实形成了有效的粘合,氧气等离子体处理后键合的剥离表面未有明显褶皱,也没有撕裂痕迹,键合效果并不突出,如图 5(a)、图 5(b)所示,后两者的面粗糙度分别为 $R_a = 8.4 \mu\text{m}$, $R_a = 2.9 \mu\text{m}$ 。

2.3 微流控芯片流通性测试

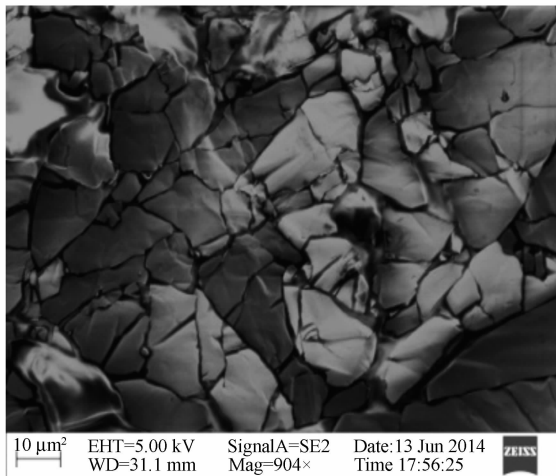
将三种不同方法应用于微流控芯片的封装测试



(a) 不同比例键合后剥离表面



(b) 氧气等离子体处理后键合后剥离表面

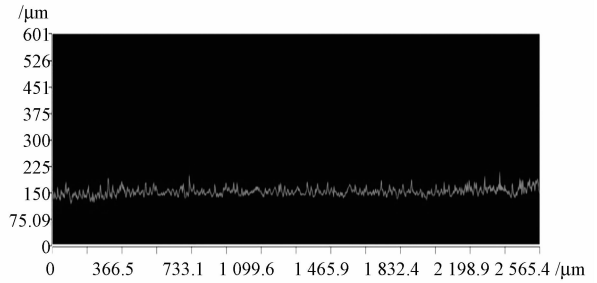


(c) 胶黏剂键合后剥离表面

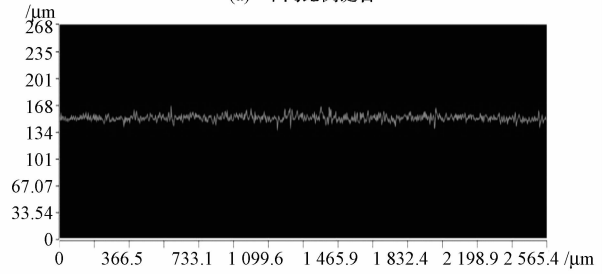
图4 样片剥离表面 SEM 图

Fig. 4 SEM diagrams of plate surface by stripping

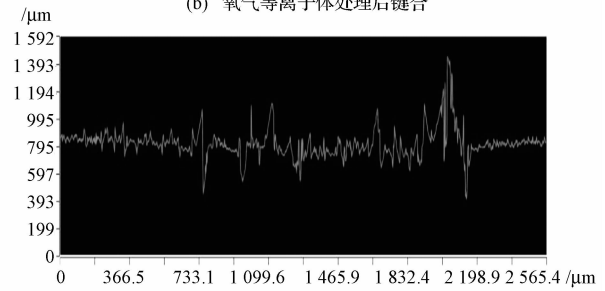
中,注入黑色液体观察:不同比例键合方法封装的芯片边缘整齐,无泄漏;氧气等离子体处理后键合的芯片粘合强度太低,不能正常充液;而胶黏剂键合法键



(a) 不同比例键合



(b) 氧气等离子体处理后键合



(c) 胶黏剂键合

图5 激光共聚焦显微镜下面粗糙度

Fig. 5 Surface roughness characterization used by laser confocal scanning microscope

合好的芯片沟道堵塞,不能注入液体。如图6所示。可见,不同比例键合方法从键合强度、键合效果上来



图6 微流芯片封装测试对比

Fig. 6 Contrast of microfluidic chip bonding test

看,是可以满足微流控芯片的分析需求的。

3 结论

本文提出了不同比例键合方法的参数:75 °C下 15:1 的 PDMS 盖片固化 40 min。相比于表面处理,该键合参数容易掌握,不需昂贵的设备。键合强度满足一般芯片测试要求,解决了对高温(100 °C以上)敏感的一些生物器件的键合难题,适用范围更广。

参 考 文 献

- 1 辛龙涛,陈 华,夏之宁. 微流控分析芯片制作中的低温键合技术. 微纳电子技术,2004; 41(11): 8—9
Xin L T, Chen H, Xia Z N. Low temperature bonding technology in fabrication of microfluidic chips. Micronanoelectronic Technology, 2004; 41(11): 8—9
- 2 Choonee K, Syms R R A, Ahmad M M, *et al.* Post processing of microstructures by PDMS spray deposition. Sensors and Actuators A: Physical, 2009; 155(2): 253—262
- 3 Tan Hsih Yin, Loke Weng Keong, Nguyen Nam-Trung. A reliable method for bonding polydimethylsiloxane (PDMS) to polymethylmethacrylate (PMMA) and its application in micropumps. Sensor and Actuators. B: Chemical, 2010; 151(1): 133—139
- 4 Sunkara V, Cho Yoon-Kyoung. Investigation on the mechanism of aminosilane-mediated bonding of thermoplastics and poly(dimethylsiloxane). ACS Appl Mater Interfaces, 2012; 4(12): 689—798
- 5 Kim Jin-Ho, Na K Wang-ho, Kang C J, *et al.* A disposable thermo-pneumatic-actuated microvalve stacked with PDMS layers and ITO-coated glass. Microelectronic Engineering, 2004; 73/74: 864—869
- 6 Lee Nea Yoon, Chung Bong Hyun . Novel poly(dimethylsiloxane) bonding strategy via room temperature “chemical gluing”. Langmuir, 2009; 25(6): 3861—3866
- 7 Li Xiang, Wu Nianqiang, Rojanasakul Yon, *et al.* Selective stamp bonding of PDMS microfluidic devices to polymer substrates for biological applications. Sensors and Actuators A: Physical, 2013; 193: 186—192
- 8 Go Jeung Sang, Shoji Shuichi. A disposable, dead volume-free and leak-free in-plane PDMS microvalve. Sensors and Actuators A: Physical, 2004; 114(2—3): 438—444
- 9 Samel B, Kamruzzaman M C, Stemme G. The fabrication of full-wafer adhesive bonding using a poly(dimethylsiloxane) catalyst. Journal of Micromechanics and Microengineering, 2007; 17(8): 1710—1714
- 10 Unger M A, Chou Hou-pu, Thorsen T, *et al.* Monolithic microfabricated valves and pumps by multilayer soft lithography. Science Magazine, 2000; 288(5463): 113—116
- 11 Eddings M A, Johnson M A, Gale B K. Determining the optimal PDMS - PDMS bonding technique for microfluidic devices. Journal of Micromechanics and Microengineering, 2008; 18(6): 1—4
- 12 刘 瑶. 聚合物微流控芯片模内键合温度控制与键合工艺研究. 长沙: 中南大学, 2010
Liu Y. Research of bonding temperature control and bonding process for polymer microfluidic chip. Changsha: Central South University, 2010

Research of Bonding Method of Microfluidic Chip Based on PDMS

MAO Jing¹, ZHANG Bin-zhen^{1,2*}, YANG Lu-xia¹, WANG Chun-shui¹, NAN Xue-li¹, LI Hui-qin¹

(Key Laboratory of Instrumentation Science & Dynamic Measurement¹, Science Technology on Electronic Test & Measurement Laboratory², North University of China, Taiyuan 030051, P. R. China)

[**Abstract**] A optimization of PDMS (polydimethylsiloxane)-PDMS bonding technology was proposed, PDMS substrate and cover plate has been bonded by adopting different ratio of prepolymers and curing agent. Three methods of contrast experiment has been set in this paper with different cross-linking ratios bonding, oxygen plasma treatment bonding and coating liquid PDMS bonding. Finally, they are applied to microfluidic chip encapsulation testing. The results show that, after natural bonding, chip has a appropriate strength, which are reusable, high-efficiency and energy saving. The bonding parameters are as follows: the mass ratio of prepolymers and curing agent used for PDMS substrate and cover sheet is 10:1 and 15:1 respectively. Curing temperature of cover plate is 75 °C and the curing time it cost is 40 min.

[**Key words**] polydimethylsiloxane microfluidic chip encapsulation different ratios bonding strength