

文章编号 :1003-8213(2004)03-0070-06

一种 PDMS 薄膜型微阀的制备与性能分析

崔海航,李战华,靳 刚

(中科院力学所 LNM 实验室,北京 100080)

摘要:通过厚胶光刻工艺在硅片上制备 SU-8 胶模板,利用该模板制备了高分子聚合物 PDMS(Polydimethylsiloxane,聚二甲基硅氧烷)微流道和薄膜结构。通过对不同结构的两层 PDMS 的不可逆粘接得到一种简单的阀结构,在外加气源压力作用下薄膜产生变形实现对微流道的控制。实验测量了微阀的控制气源压力与被控制液体流量之间的关系,说明膜阀的开闭性能良好。根据弹性薄膜的变形理论,对影响微阀性能的参数进行了分析,并提出了几种可行的用于薄膜微阀控制的方法。

关键词:微流控;微阀;PDMS

中图分类号:TP211.3 文献标识码:A

1 引言

在微尺度流动控制系统中,微阀是关键器件之一^[1-2]。它的可靠性、集成度以及加工成本对整个微流控系统具有很大影响。目前基于硅微加工技术可以实现各种结构的微阀。例如典型的悬臂梁结构和压电结构的微型阀等,但是由于硅微加工技术工艺复杂,成本较高,因而在一定程度上限制了它们的应用。通过改变与工作液体不亲润的微流道的截面,从而使表面张力发生改变,也可以形成结构简单的单向阀,但它同时也失去了控制的灵活性。

PDMS 是一种无色透明的弹性高分子聚合物,具有良好的生物兼容性,同时具有对紫

外光的良好通透性能,因此被广泛地应用在各种微流控分析系统中。G. Whitesides 和 S. Quake 研究组分别在传统的光刻基础上结合 PDMS 材料具有低表面能的特点发展出了软光刻技术,制备出了多种不同结构的微阀、微泵、微混合器等微器件单元^[3-4]。

本文应用 SU-8 胶的厚胶光刻工艺在硅片上制备模板,通过控制旋涂工艺中的转速,得到所需厚度的薄膜,对两层含有不同结构的 PDMS 层进行不可逆粘接得到微阀结构。在微流量测量平台上精确测量了控制压力与被控液体流量。最后通过薄膜变形分析,研究了在微阀设计中可以利用的不同参数,为进一步开发更加灵活的微尺度流动控制系统提供了依据。

收稿日期:2004-02-13;修订日期:2004-03-29

基金资助:国家自然科学基金资助项目(10272107);中科院创新方向性资助项目(KJ CX2-SW-L2);973 资助项目(G1999033106)

作者简介:崔海航(1975-),男,陕西咸阳人,在读博士,目前研究方向是微尺度流体力学及其应用;李战华(1949-),女,北京人,研究员,博士,目前研究方向是微尺度流体力学及流动控制。

2 微阀的制备

2.1 微阀原理

G. Whitesides 和 S. Quake 研究组在软光刻工艺基础上提出了利用两层流道之间的弹性薄膜变形实现阀功能的原理(图1)^[2-4],利用作用面积变化可以实现在同样的气体控制压力下使不同宽度的流道分别处于导通或截止的状态,并且制备了相关的结构。从图中可以看出得到所需厚度的薄膜是整个制备过程的关键。

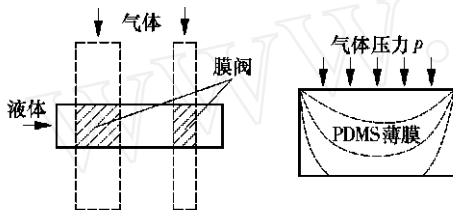


图1 微阀的结构原理示意图

2.2 SU-8 胶模板的制备

首先根据要求绘制所需的图形,制备相应图形的掩模板,然后在硅片上涂布所需厚度的 SU-8 光刻胶。这种光刻胶是一种以环氧树脂为基础的负性光刻胶,利用紫外光照射可以使基团之间互联固化,洗去多余的光刻胶,形成与图形对应的结构。SU-8 光刻胶突出的特点是适合制备高深宽比的具有陡直壁面的结构。

2.3 PDMS 结构的制备

软光刻技术主要特点是高分子聚合物的选择与使用。由于 PDMS 表面没有任何亲水基团,其表面能很低,表现为疏水性,与水的接触角为 94° 。PDMS 与 SU-8 胶模板结合使用,原则上解决了大量制作拷贝的可能,使成本大大降低,在保证复制图形一致的前提下,复制精度最小可达 30 nm。同时弹性材料可以消除表面热应力,适合在较粗糙的表面形成良好的密封^[5-7]。

制备具有微尺度的 PDMS 薄膜是实现阀功能的关键,制备的方法主要有两种:一种通过控制匀胶机的转速,利用离心力与表面张力的平衡,实现对薄膜厚度的控制。优点是制备周期短,但是很难得到大面积、厚度均匀的薄膜;另一种方法是通过添加挥发性的溶剂稀释高分子聚合物,在容器中通过溶剂挥发得到所需厚度的薄膜,控制溶剂的浓度和体积,形成不同厚度的薄膜,可以得到大面积的、厚度均匀的薄膜,但是制备周期较长。

具体的制作工艺如下:首先,将 PDMS 两种组份的前驱物(Sylgard 184, Dow Corning)溶液按比例(10:1)进行混合,充分搅拌后在一定的真空度下排除气泡,然后倾倒在含有 SU-8 胶结构的硅片表面;其次,控制匀胶机转速 500 r/min,得到约 0.5 mm 厚的上层 PDMS,将涂有 PDMS 的硅片置于烘箱中保持在 100°C 约 30 min,在酒精中小心揭下固化后的 PDMS;重复上述过程,将匀胶机的转速提高到 3 500 r/min,维持约 60 s,放入烘箱中在 100°C 约 30 min,得到 $20\ \mu\text{m}$ 厚的下层 PDMS 薄膜;最后,将上层的 PDMS 与硅片上的下层 PDMS 同时放入溅射仪,在溅射腔中通入纯氧,保持 $4\ \text{Pa} \sim 10\ \text{Pa}$ 的真空度,调整氧气流量,使电流保持在 15 mA 进行氧离子表面处理约 30 s,取出后迅速对准粘接,放入烘箱加热约 1 h^[2,6-7]。粘结强度与 PDMS 表面的洁净程度和干燥程度有密切关系,也与实验室环境的湿度有关,保持洁净与干燥是得到良好的可逆粘结的关键。

2.4 流道接口的制作与封装

将上述粘结好的两层 PDMS 从硅片上剥离,在 PDMS 流道的入口处打直径为 2 mm 的孔,PDMS 与仔细清洗的盖玻片用上述的粘结方法粘接;然后,在厚玻璃上相应位置处,钻直径约 3 mm 的孔,同样与 PDMS 的另外一面粘接;最后,在厚玻璃的孔中接上塑料管用环氧树脂粘结剂进行密封,形成完整

的微阀单元(图 2)。

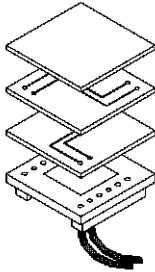


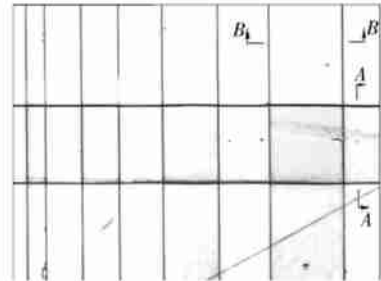
图 2 微阀流道接口的制作与封装

在光学显微镜下得到微流道照片(图 3), 图中分别给出了粘结后两层流道的俯视图(图 3a), 其中 A-A 截面显示了上层气流通道(图 3b), 截面 B-B 显示下层液体通道(图 3c)。从中可以看出用 SU-8 胶制作模板得到光滑内表面的 PDMS 流道, 下层约 20 μm 的 PDMS 薄膜厚度均匀, 密封效果良好, 除去流道的高度约 10 μm 厚, 这样就可以形成两层流道之间约 10 μm 的弹性薄膜, 通过外加气源的压力使这层薄膜变形, 就可以阻断下层流道中流体的流动, 产生阀的功能。

3 微阀特性的测量

通过控制上层流道的气体压力可以使薄膜变形, 从而使下层液体的流量发生变化。气体控制压力与液体流量的关系是在 LNM 实验室微流动试验台上进行的, 试验的装置如图 4 所示。

从高压氮气瓶出来的高压气体经过三通



a 交叉流道的俯视图



b 上层流道的截面图



c 下层流道的截面图

图 3 PDMS 交叉流道的制备结果

分为两路, 分别经过减压、过滤, 与调压装置相连。通过三通再与温度及压力传感器相连, 随后这两路压力源分别为气体控制流道和液体流道提供压力。通过改变驱动压力得

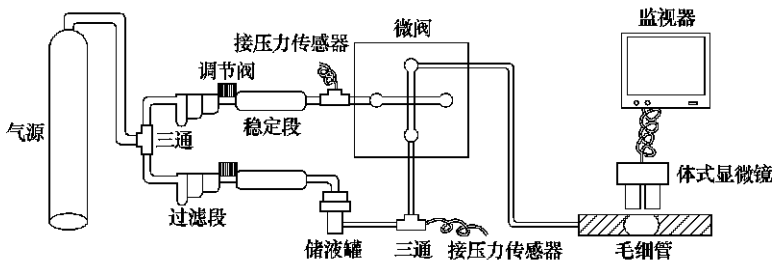
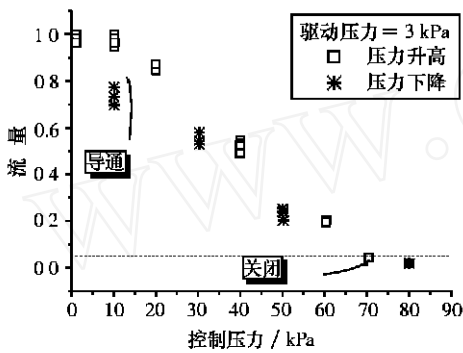
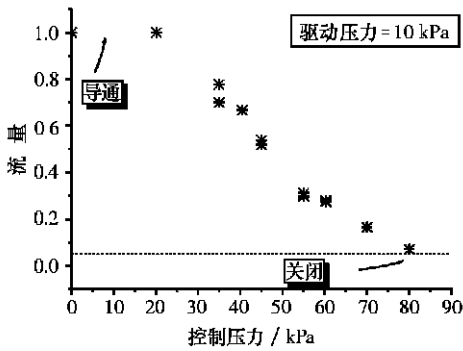


图 4 微流量的测量装置

到不同工况下气体的控制压力与液体流量的关系。其中液体微流量的具体测量方法参考文献[8-9]。需要注意的是实验装置中控制气体的微流道出口端是不封闭的,与大气相连,意味着作用在薄膜上的压力大约为压力传感器读数的一半。实验中分别测量了当驱动液体压力为 3 kPa 和 10 kPa 两种情况下控制压力与液体流量的关系,用液体最大流量进行无量纲后结果如图 5 所示。



a 驱动压力为 3 kPa 时阀特性的实验结果



b 驱动压力为 10 kPa 时阀特性的实验结果

图 5 气体控制压力与液体流量的关系

从图 5 中可以看出,气体控制压力很小时,液体流量最大。随着气体的控制压力升高,液体的流量减少,在 80 kPa 附近,液体的流量基本为零,可以认为实现了一个阀的截止功能。通过对不同驱动液体压力的比较,可以看出,在液体驱动压力较高的情况下,残余的液体流量较多,密封不是很完整。但是

只要驱动液体的压力与气体控制压力相差很大时,阀的截止性能良好。另外,气体控制压力从上升转入下降的过程可以看出,由于弹性恢复的不完全,液体流量并未完全恢复到初始的状态,而是有一个滞后,不过滞后的量很少,仍可以认为阀处于导通状态。

4 微阀薄膜变形的分析

根据圆形弹性薄膜变形理论,得到微阀薄膜变形的公式^[10]:

$$z = -\frac{1}{4} l \frac{24(1-\nu^2)P}{E} J^{1/3} \frac{r^2}{t^{1/3} R^{2/3}} \quad (1)$$

其中, p 为压力, E 为弹性模量, ν 为泊松比, r 为半径, t 为厚度, R 为薄膜的半径,在 $r = R$ 处薄膜产生最大的变形:

$$z = -\frac{1}{4} l \frac{24(1-\nu^2)P}{E} J^{1/3} \frac{R^{4/3}}{t^{1/3}} \quad (2)$$

对应于图 5a 的情况,采用一种简化的模型(图 6),计算薄膜变形与液体流道通流面积的关系,其中主要计算参数为: p 为 40×10^2 Pa, E 为 7.5×10^2 Pa, ν 为 0.5, t 为 $10 \mu\text{m}$, R 为 $50 \mu\text{m}$,在 $r = R$ 处薄膜产生最大的变形 $z = -98.09 \mu\text{m}$,进而计算出密封面积(图 6 中阴影部分)的面积约为整个流道面积的 95%。由于流道实际的几何尺寸测量存在很大的不确定性,因此这种简化的计算是可以用于粗略设计的。

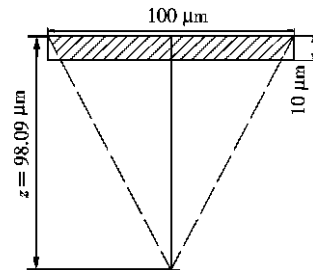


图 6 薄膜变形与密封面积简化计算模型

另外,由公式(2)可知 $z \propto R^{4/3}$,在相同条件下改变几何参数较改变其余的量会产生

更有效的薄膜变形。因此设计时应首先考虑几何参数的选取。和材料有关的参数包括弹性模量 E 和泊松比 ν , 不同前驱物的配比可以得到不同的弹性模量(表 1)^[11], 可以看出最大和最小的弹性模量相差大约两倍, 当压力和流道尺寸不变时, 改变配比为改变薄膜变形提供一种选择。PDMS 的泊松比约为 0.5, 在目前的实验条件下变化不大。

表 1 PDMS 材料的配比与弹性模量的关系^[11]

	弹性模量/ Pa
PDMS 1 5	8.68×10^2
PDMS 1 7.5	8.26×10^2
PDMS 1 10	7.50×10^2
PDMS 1 12.5	5.49×10^2
PDMS 1 15	3.60×10^2

5 微阀控制参数的讨论

由公式(1)可知影响薄膜变形的因素除材料的性能弹性模量 E 和泊松比 ν 外, 还有施加的压力 p 、薄膜的厚度 t 、密封的流道截面尺寸等, 下面结合具体的加工工艺和实验方法提出一些阀的控制方式。

5.1 压力的影响

首先压力源的产生可以通过不同的方式实现, 通过管路引入外加的压力源是一种简便可靠的方法。这种方法可以选择施加正压或负压, 而且配合计算机控制的电磁阀可以实现很高的频率响应, 不足之处在于外加设备体积较大, 不利于系统的小型化, 适合于实验阶段使用。通过微型半导体加热片实现对低沸点的流体或特殊的固体材料加热, 释放出气体作为压力源, 目前这种方法已在 MEMS 系统中实现, 有利于系统的微型化与集成化, 不足之处是响应的频率较慢, 不足以提供足够高的压力。在 PDMS 材料中加入磁性纳米粒子形成磁薄膜, 通过外加磁场使薄膜变形是全新的思

路, 控制方法灵活。制备微型化可寻址的外加磁场是需要解决的主要问题。

在外加气体压力恒定的情况下, 需要解决的另外一个问题是如何使不同位置具有所需要的压力。封闭控制气体流道的出口端, 可以方便地实现整个流道具有相同的压强; 反之, 不封闭气体流道的出口处, 利用流体存在沿程阻力损失的性质, 设计从气源入口至需要控制点之间的流道长度, 也可以实现压力相同, 从而使薄膜变形相同, 实现流道的同时截止与导通状态。

5.2 薄膜面积的影响

通过改变薄膜的实际面积可以实现流量的控制。在本文中, 相同的压力 80 kPa 对于宽度约 100 μm 的流道可以实现流动截止。而同样压力下对于宽度较小的流道, 流量减少的效果不明显, 可以认为是导通状态。利用这个原理, 将气体通道改为变截面的流道, 在不需要控制液体流量处减小宽度, 从而减小对控制气体的影响。变截面流道与改变压力的方式相结合可以产生丰富的控制方法。

5.3 薄膜厚度的影响

上述两种方法得到的是单一厚度的薄膜, 在一些复杂的应用中, 厚度变化的薄膜也是一种可能的选择。利用多次旋涂、对准曝光产生的三维 SU-8 模板可以制备厚度变化的薄膜, 这种方法的工艺比较复杂。

6 结论

利用高分子聚合物 PDMS 薄膜变形实现对微尺度流道的控制是一种设计简单、性能可靠的思路, 可以在单位面积上得到高密度的阀阵列。同时, 这种材料与生物分子的兼容性好, 具有良好紫外通透性能。结合 SU-8 厚胶光刻技术和软光刻技术, 实现对百微米流道的控制, 测量了不同的液体驱动压力下, 气体的控制压力与液体流量的关系。

根据薄膜的变形理论,分析了影响变形的因素,总结了目前已有的多种控制手段与压力驱动方式,通过改变控制流道的距离、薄膜厚度及不同方法的组合,可以灵活地实现平面流道的控制,是 MEMS 系统中流动控制的一

种有效的方法。

7 致谢

感谢中科院高能物理所彭良强老师的支持。

参考文献:

- [1] Jo Whelan. Microscale valves drive progress in microfluidic[J]. Drug Discovery Today ,2001 ,6(22) : 1134 - 1135.
- [2] M A Unger , H P Choi , Todd Thorsen ,et al. Monolithic microfabricated valves and pumps by multilayer soft lithography [J]. Science , 2000 , 288 :113 - 116.
- [3] Whitesides G M , Stroock A D. Flexible methods for microfluidics [J]. Phys Today , 2001 , 54 : 42 - 48.
- [4] Quake S R , Scherer A. From micro- to nanofabrication with soft materials [J]. Science , 2000 ,290 :1536 - 1540.
- [5] 刘伟庭, 菜强, 郭希山,等. 用软光刻技术实现微细结构[J]. 传感技术学报, 2002, (2) :136 - 139.
- [6] 叶美英, 方群, 殷学锋,等. 聚二甲基硅氧烷基质微流控芯片封接技术的研究[J]. 高等学校化学学报, 2002, (12) : 2243 - 2246.
- [7] 孟斐, 陈恒武, 方群,等. 聚二甲基硅氧烷微流控芯片的紫外光照射表面处理研究[J]. 高等学校化学学报, 2002, (7) :1264 - 1268.
- [8] 李战华, 周兴贝, 朱善农. 非极性小分子有机液体在微管道中的流量特性[J]. 力学学报, 2002, 34(3) : 432 - 437.
- [9] Li Zhanhua , Cui Haihang. Proceeding of experiments about liquid flow through microtubes [J]. International Journal of Nonlinear Sciences and Numerical Simulation , 2002 , (3) : 577 - 580.
- [10] Landau , Lifshitz. Theory of Elasticity [M]. New York : Pergamon Press , 1986.
- [11] Deniz Armani , Liu Chang , Narayan Aluru. Re-configurable fluid circuits by PDMS elastomer micromachining [A]. Proc 12th IEEE Int Conf on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS '99) [C]. Orlando (USA) : IEEE ,1999.

Preparation and Performance Analysis of a PDMS-membrane Microvalve

CUI Hai-hang ,LI Zhan-hua ,J IN Gang

(Institute of Mechanics , LNM , CAS , Beijing 100080 , China)

Abstract :The SU-8 mold is acquired using the thick resist photolithography , through which PDMS (Polydimethylsiloxane) films and the microchannel are fabricated. A final microvalve is gained through the irreversible adhesion of two layer PDMS microchannels. The applied pressure of gas is used to distort the film to control the flow in microchannel. The relationship of control pressure of gas vs. the flow rate of liquid is measured through the experiment and the result shows this constructor work well. According to the theory of film distortion , different factors influencing on the performance of microvalve are analyzed and several feasible methods are presented , which will be beneficial to improve the control of the microvalve.

Key words :microfluidic ; microvalve ; PDMS