

文章编号 1004-924X(2011)01-0097-06

低电压下静电力驱动的数字微流控芯片

刘翔^{1,2}, 皋华敏¹, 李铁¹, 周萍¹, 王跃林¹

- (1. 中国科学院上海微系统与信息技术研究所 传感技术联合国家重点实验室, 上海 200050;
2. 中国科学院研究生院, 北京 100049)

摘要:设计并制作了一种基于静电力驱动的数字微流控芯片,用于构建芯片实验室。介绍了静电力驱动原理和芯片制作工艺,搭建了驱动检测实验平台。该芯片采用硅作衬底,氧化硅作绝缘层,TiW/Au为驱动电极阵列,氮化硅作介质层,碳氟聚合物为疏水层。由于采用开放式的结构,只需单层共平面控制电极,简化了工艺流程,优化了器件结构,而驱动电极阵列嵌入在氧化硅中,改善了减小介质层厚度时介质层对金属的台阶覆盖性,减少了电极边沿突起引起的边界击穿。另外,采用较薄的高质量介质层和疏水性能好的疏水膜层,大大降低了液滴驱动电压。实验显示,在 20 V 驱动电压下,该工艺可实现液滴按程序设定方式在二维平面内流畅运动,最大运动速度达 96 mm/s。提出的芯片制作工艺简单,与 IC 工艺兼容,可应用于生化分析芯片实验室系统。

关键词:微流控芯片;液滴;静电驱动;低工作电压;开放式结构

中图分类号: TN303 **文献标识码:** A **doi:** 10.3788/OPE.20111901.0097

Digital microfluidic chip by electrostatic manipulation in low voltage

LIU Xiang^{1,2}, GAO Hua-min¹, LI Tie¹, ZHOU Ping¹, WANG Yue-lin¹

- (1. *State Key Laboratory of Transducer Technology, Shanghai Institute of Microsystem and Information Technology, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200050, China;*
2. *Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China*)

Abstract: A digital microfluidic chip by electrostatic manipulation was designed and fabricated for a micro total analysis system. The principle of the electrostatic manipulation was proposed and the fabrication processes and experimental platform were demonstrated. For the chip, the silicon was taken as a substrate, a silicon oxide film as the insulating layer, a TiW/Au film as the electrode array, a Si_3N_4 film as the dielectric layer, and the fluorocarbon polymer as the hydrophobic layer. With an open structure instead of complex sandwich structure, the chip just needed a coplanar controlling electrode with one layer, so the process was simplified greatly. As the electrode array was embedded in the SiO_2 , the electric leakage from poor step coverage and dielectric breakdown at the margin were prevented. Furthermore, with thin dielectric layer and fine hydrophobic layer, the manipulating voltage was reduced greatly. Experiments show that, by controlling the sequence of voltage to the electrode array, the droplet can be transported smoothly in the two-dimension planes with a programmable manner at a

收稿日期: 2010-03-09; **修订日期:** 2010-04-12.

基金项目: 国家 973 重点基础研究发展计划资助项目 (No. 2006CB300403); 国家 863 高技术研究发展计划资助项目 (No. 2007AA03Z308); 国家自然科学基金委创新团队资助项目 (No. 60721004)

low voltage of 20 V, and the maximum speed has reached 96 mm/s. The digital microfluidic chip can be used in a Lab-on-chip due to its simple structure and IC compatible fabrication processes.

Key words: microfluidic chip; droplet; electrostatic actuation; low working voltage; open structure

1 引言

微全分析系统 (Micro-Total-Analysis System, μ TAS) 或芯片实验室 (Lab-On-Chip, LOC), 是 20 世纪 90 年代初由 Manz^[1] 等人提出的, 其目的是将生化分析和检测仪器设备最大限度地集成到便携式设备或微小芯片上, 用以实现样品制备、生化反应、分离检测等基本操作, 它具有微型化、自动化、集成化与便携化的特点, 近年来发展迅速, 在生物检测、医疗诊断、食品卫生、环境监测等方面显现出良好的应用前景^[2-4]。

在这些系统中, 精确操控微流体是最关键的技术。一般而言, 微流体操控可分为连续流操控和离散流操控两种, 分别对应连续微流控芯片和数字微流控芯片。早期的研究重点主要集中在微通道内连续流系统的操控, 系统一般由复杂的驱动阀和泵构成, 常用驱动方法^[5-7]有压电、气动、电渗等, 但是由于连续流系统存在一定的局限性^[8-9], 样品消耗量较大, 微泵和微阀的结构与制造工艺复杂, 易造成交叉污染等, 近年来对离散化微液滴的操控日益成为国际上研究的重点^[4,10]。

数字微流控芯片相对连续微流控芯片而言, 需要液体样品体积更少, 没有可动部件, 不需要复杂的微泵微阀结构, 结构和工艺简单, 可进行复杂的控制, 且具有较高的灵活性, 因而越来越受到研究工作者的关注。常用的数字微流控芯片驱动方法^[11-14]有介质上的电润湿 (Electrowetting On Dielectric, EWOD), 介电泳, 声表面波, 静电力等, 但是基于这些驱动方法的数字微流控芯片当前还存在一些问题, 如基于 EWOD 的芯片一般采用三明治结构, 装配复杂, 不利于系统集成; 基于介电泳的芯片需要较为复杂的控制电路; 基于声表面波的芯片需要特殊的材料和结构, 液滴驱动速率较慢; 基于静电力的芯片驱动电压较高等。

本文基于静电力的驱动原理, 构建了微流控芯片平台。采用开放式结构, 只需单层共平面控制电极即可驱动液滴运动, 制造工艺简单, 和硅集成电路工艺兼容, 易于装配和实现系统集成; 通过

优化结构, 改善了介质层对金属的台阶覆盖性, 减少了电极边缘突起引起的边界击穿; 采用较薄的介质层和疏水性能好的疏水膜层, 大大降低了液滴驱动电压, 在较低电压下实现了液滴在二维平面内的连续流畅驱动。

2 器件结构和工作原理

器件结构如图 1(a) 所示, 由硅衬底层, 氧化硅绝缘层, TiWAu 电极阵列层, 氮化硅介质层和碳氟聚合物疏水层构成, 和常见的 EWOD 驱动芯片的下极板相似。与 EWOD 不同的是, 只需开放式的单层电极即可完成液滴驱动, 而不需要加盖板作参考电极组成三明治结构。该结构工艺简单, 不需要复杂的装配, 液滴添加和移除方便。

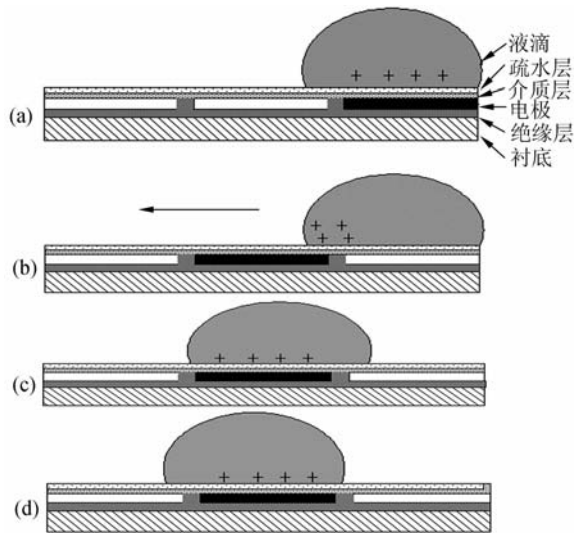


图 1 器件结构和静电驱动原理示意图 (黑色电极接地)
Fig. 1 Side view of digital microfluidic chip and principle of droplet transport (electrodes in black are grounded)

利用静电力原理, 通过改变电极上电压加载的时序, 液滴能按程序设定的方式运动。静电力驱动的原理示意图如图 1 所示, 图中黑色电极为接地参考电极, 白色电极为高电平电极。

以液滴带正电荷为例, 液滴运动过程如下:

(a) 初始状态, 带正电荷的液滴由于静电力的

作用位于接地电极上,见图 1(a);

(b)电极电压改变后,正电荷在静电力的作用下集中到液滴左侧,液滴受到向左静电力的作用,开始向左移动见图 1(b);

(c)当液滴移动到图 1(c)的位置时,液滴运动方向所受的静电力合力为零,但是由于惯性的作用,液滴将继续向前移动;

(d)在图 1(d)中,液滴过冲之后,由于静电力的作用将静止在接地电极上,从而完成相邻电极间的移动。

重复上述过程,就可以实现液滴的数字化驱动。液滴带正电荷时,向低电位电极移动;同理,液滴带负电荷时,向高电位电极移动。

3 工艺流程

器件制作的主要工艺流程如图 2 所示,具体工艺步骤如下:

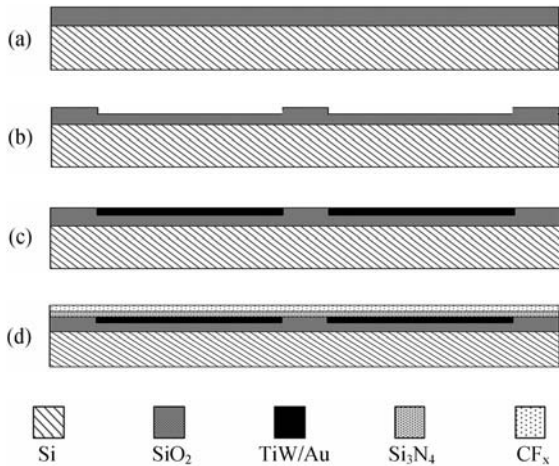


图 2 工艺流程图

Fig. 2 Fabrication processes of digital microfluidic chip

(a)采用直径 100 mm 的 10.16 cm(4 in)普通硅片为衬底材料,热氧化 $2 \mu\text{m}$ 作为绝缘层,见图 2(a);

(b)光刻出驱动电极阵列图形后,反应离子刻蚀(Reactive Ion Etching, RIE)300 nm 氧化硅,见图 2(b);

(c)沉积金属 TiW/Au 300 nm,然后剥离(lift-off)形成电极,见图 2(c)。由于金属嵌入在氧化硅层,避免了金属台阶,减少了降低介质层厚度时电极边缘处的电击穿;

(d)等离子体增强化学气相沉积(PECVD)

200 nm 高质量 Si_3N_4 作为介质层,电感耦合等离子体化学气相淀积(ICP-CVD)碳氟聚合物膜 100 nm 作为疏水层,见图 2(d)。

制作完成的典型器件,参见液滴运动视频截图(图 6)的上部分。

4 实验与讨论

芯片制作完成后,通过引线键合连接到测试印刷电路板(PCB)上,在图 3 所示的测试系统上进行测试。测试系统由控制系统、水平 CCD 摄像头和垂直 CCD 摄像头组成,其中控制系统由 PC 上位机、单片机控制电路、晶体管开关阵列和电源 4 部分组成。在上位机上根据需要的液滴运动路径,设置相应的单片机控制程序,通过控制单片机的输出信号来控制晶体管开关阵列的通断,从而控制加载在芯片电极上的电源电压的通断,完成对每个电极的加载电压的单独控制,实现对液滴的操控。



图 3 测试装置图

Fig. 3 Experimental platform

在当前系统中,单片机控制电路可以独立控制 12 路信号的频率和占空比,在此基础上实现液滴在二维平面 12 个电极上的运动。这里实现的运动比较简单,通过扩展接口来控制更多路的信号,以及设计合理的程序和芯片上的电极布线,能够实现更为复杂的运动。

测试时,微流控芯片安装在三维可动的测试平台上,微量进样器将 μL 级的液滴滴到芯片上,控制系统控制驱动电压加载的脉冲序列,实现液滴按需要的路径运动,水平和垂直方向的两个 CCD 摄像头记录液滴的运动过程。控制系统可控制加载在电极上的电压大小、时序切换频率以及占空比,从而可以研究液滴运动的特性。

对微流控芯片而言,降低其工作电压是一个重要目标,降低液滴的驱动电压可以从减小运动阻力和增大驱动力两方面来进行。

减小运动阻力方面,主要通过制作低表面自由能的疏水膜来实现,采用电感耦合等离子体化学气相沉积法(ICD-CVD)制作的碳氟聚合物修饰器件表面,测试结果显示,3 μL 液滴在测试芯片上的接触角为 114.6° ,表明 ICP-CVD 沉积的碳氟聚合物膜疏水性能和昂贵的 Teflon AF 相近,能满足器件的要求。

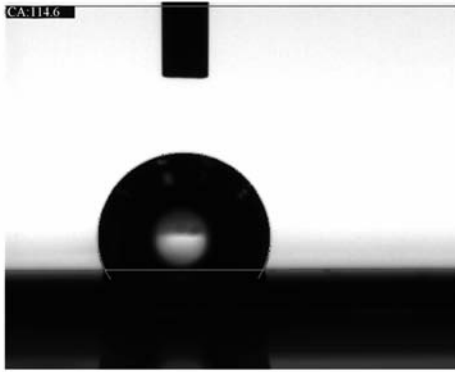


图 4 碳氟聚合物膜接触角测试图

Fig. 4 Contact angle measurement of fluorocarbon polymer

增大驱动力方面,由于液滴运动基于静电力驱动,液滴受到的静电力大小和介质层厚度密切相关。研究表明,在一定范围内,减小介质层厚度能够有效增大驱动力,从而降低驱动电压^[13,15]。通过测试不同介质层厚度的微流控芯片的驱动电压,本文研究了驱动电压与介质层厚度的关系,如图 5 所示,实验结果表明,介质层厚度在 200nm

~1.4 μm 时,介质层越薄,驱动电压越小。

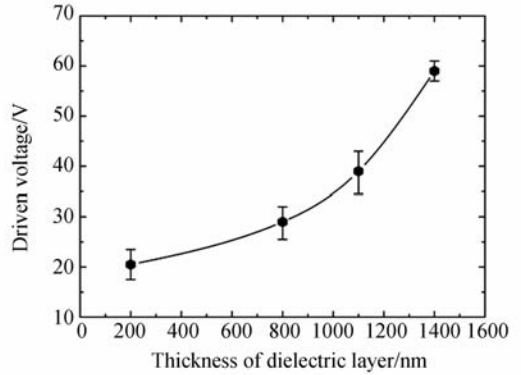


图 5 液滴驱动电压与介质层厚度的关系

Fig. 5 Driving voltage vs. thickness of dielectric layer

一般的工艺流程中,介质层直接覆盖在突起的金属电极上,这样不利于减小介质层厚度。一方面,必须考虑到金属台阶覆盖的问题,太薄的介质层边沿覆盖不好会漏电;另一方面,边界处的金属台阶容易导致电击穿,从而使器件失效。本文采用金属嵌入在下层绝缘层中的方法,如前面工艺流程(c)中所述,避免了金属台阶,解决了减薄介质层时电极边缘处容易击穿的问题。

实验结果表明,这些措施有效地降低了驱动电压。使用开放式的系统,在空气氛围下,驱动电压为 20 V 时,液滴即能完整流畅地运动。图 6 为液滴逆时针方向完整走一圈,垂直方向 CCD(上部分)和水平方向 CCD(下部分)采集的视频截图,液滴能完整流畅地按程序设定路径运动。相对 Lebrasseur^[13] 报道的驱动电压 50~60 V 和 Kawamoto^[14] 报道的 100 V 以上,本文大大降低了驱动电压。

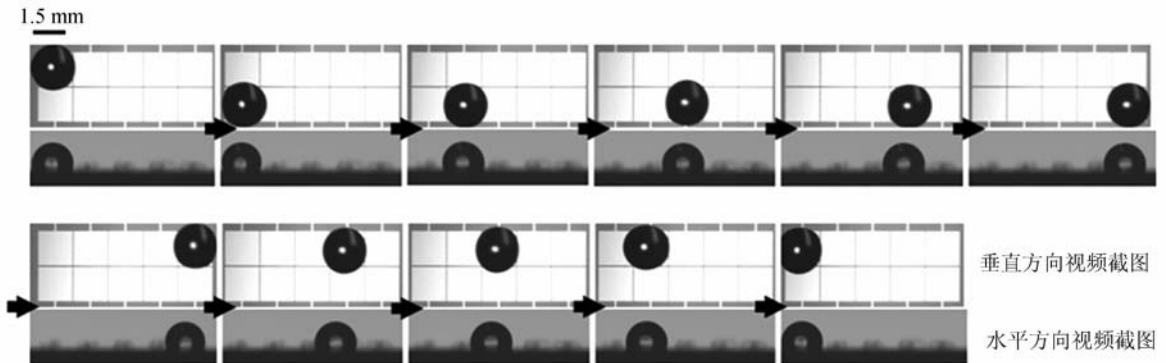


图 6 液滴运动视频截图(上部分为垂直 CCD 采集得到,下部分为水平 CCD 采集得到,每幅图时间相差 98 ms)

Fig. 6 Frame sequences of droplet transport(upper images for top view and lower images for side view)

通过改变电极上电压加载时序切换的频率,测试得出了液滴运动的最高速度。不同切换频率下液滴运动速度如图7所示,对电极大小为1 mm × 1 mm的器件,频率从2 Hz升高到96 Hz的过程中,液滴都能够完全跟随驱动电压切换的频率移动,在频率为96 Hz时,液滴达到最大运动速度96 mm/s。频率更高时,液滴运动跟不上电压变化,只能断续移动或者在两个电极间快速晃动。

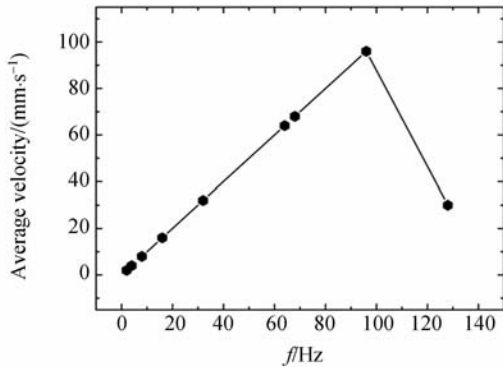


图7 不同频率下液滴运动速度

Fig. 7 Transport velocity of droplet at different switch frequencies of driving voltage

5 结 论

本文设计并制作了一种用于芯片实验室的数字微流控芯片。该芯片以静电力为驱动原理,以硅作衬底,氧化硅作绝缘层,TiW/Au为驱动电极阵列,高质量氮化硅作介质层,碳氟聚合物膜替代Teflon AF作为疏水层。通过优化器件结构,使驱动电极阵列嵌入在氧化硅中,从而改善了介质层对金属台阶的覆盖效果,减少了电极边缘突起引起的边界击穿。采用较薄的PECVD高质量氮化硅作介质层和疏水性能好的碳氟聚合物膜作疏水层,大大降低了液滴的驱动电压。实验结果表明,20 V电压即可驱动液滴按程序设定路径在二维平面内流畅运动,最大运动速度可达96 mm/s。采用开放式的结构,只需单层共平面控制电极,简化了工艺,降低了集成的难度,拓宽了应用范围。芯片制作工艺简单,装配容易,有望应用于便携式生化分析检测。

参考文献:

- [1] HARRISON D J, MANZ A, FAN Z H, *et al.*. Capillary electrophoresis and sample injection systems integrated on a planar glass chip [J]. *Analytical Chemistry*, 1992, 64(17):1926-1932.
- [2] WEST J, BECKER M, TOMBRINK S, *et al.*. Micro total analysis systems: latest achievements [J]. *Analytical Chemistry*, 2008, 80(12): 4403-4419.
- [3] 刘冲,梁勇,李经民,等. 微流控芯片操作机器人碰撞保护装置的设计[J]. *光学精密工程*, 2009, 17(1):138-144.
LIU C, LIANG Y, LI J M, *et al.*. Design of collision protection system of handling robot for microfluidic chip [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2009, 17(1):138-144. (in Chinese)
- [4] MARK D, HAEBERLE S, ROTH G, *et al.*. Microfluidic lab-on-a-chip platforms: requirements, characteristics and applications [J]. *Chemical Society Reviews*, 2010, 39:1153-1182.
- [5] 叶芳,黎毅力,张建辉. Y形流管无阀压电泵驱动器的动态研究[J]. *光学精密工程*, 2008, 16(12): 2358-2365.
YE F, LI Y L, ZHANG J H. Dynamic research on actuator for valveless piezoelectric pump with Y-shape tubes [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2008, 16(12):2358-2365. (in Chinese)
- [6] 廖锡昌,郑慧斐,袁敏,等. 发光二极管诱导荧光微芯片分析检测器的研制[J]. *光学精密工程*, 2009, 17(12):2906-2911.
LIAO X CH, ZHENG H F, YUAN M, *et al.*. High-power light-emitting-diode induced fluorescence detector for microfluidic chip analysis [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2009, 17(12):2906-2911. (in Chinese)
- [7] PIYASENA M E, NEWBY R, MILLER T J, *et al.*. Electroosmotically driven microfluidic actuators [J].

Sensors and Actuators B, 2009,141:263-269.

- [8] SCHWARTZ J H, VYKOUKAL J V, GASCOYNE P R C. Droplet-based chemistry on a programmable micro-chip [J]. *Lab on a Chip*, 2004, 4:11-17.
- [9] XIA H M, WAN S Y M, CHU C, *et al.*. Chaotic micromixers using two-layer crossing channels to exhibit fast mixing at low Reynolds numbers [J]. *Lab on a Chip*, 2005, 5:748-755.
- [10] LUO J K, FU Y Q, LI Y, *et al.*. Moving-part-free microfluidic systems for lab-on-a-chip [J]. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2009, 19:054001(14pp).
- [11] WHEELER A R. Putting electrowetting to work [J]. *Science*, 2008, 322(5901):539-540.
- [12] FAN S K, HUANG P W, WANG T T, *et al.*.

Cross-scale electric manipulations of cells and droplets by frequency-modulated dielectrophoresis and electrowetting [J]. *Lab on a Chip*, 2008, 8:1325-1331.

- [13] LEBRASSEUR E, AL-HAQ M I, CHOI W K, *et al.*. Two-dimensional electrostatic actuation of droplets using a single electrode panel and development of disposable plastic film card [J]. *Sensors and Actuators A*, 2007, 136:358-366.
- [14] KAWAMOTO H, HAYASHI S. Fundamental investigation on electrostatic travelling-wave transport of a liquid drop [J]. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 2006, 39:418-423.
- [15] MOON H, CHO S K, GARRELL L, *et al.*. Low voltage electrowetting-on-dielectric [J]. *Journal of Applied Physics*, 2002, 92:4080-4087.

作者简介:



刘翔(1983—),男,湖南长沙人,博士研究生,2004年于中国科学技术大学获得学士学位,主要从事微机电系统和微流控芯片的研究。E-mail: xliu@mail.sim.ac.cn



皋华敏(1983—),男,江苏苏州人,工程师,2006年于中国科学技术大学获得学士学位,2009年于中科院上海微系统研究所获得硕士学位,主要从事电路设计和微流控芯片的研究。E-mail: gaohm@ustc.edu

导师简介:



李铁(1970—),男,江西南昌人,研究员,博士生导师,1992年、1997年于中国科学技术大学分别获得学士、博士学位,主要从事微机电系统、纳米材料和敏感器件的研究。E-mail: tli@mail.sim.ac.cn



周萍(1963—),女,浙江诸暨人,正研级高级工程师,1985年、1988年于复旦大学分别获得学士、硕士学位,主要从事光通信、半导体材料和光电子器件及微机械方面的研究及开发。E-mail: pingzhou@mail.sim.ac.cn



王跃林(1959—),男,江西南昌人,研究员,博士生导师,1982年于浙江大学获得学士学位,1985年于哈尔滨工业大学获得硕士学位,1989年于清华大学获得博士学位,973项目“BNI融合的微纳传感器及其系统基础研究”首席科学家,主要从事微光机电系统的研究。E-mail: ylwang@mail.sim.ac.cn