

# PDMS 薄膜与 CR39 光学树脂不可逆封接方法研究

张敏<sup>1</sup>, 李松晶<sup>2</sup>, 王续明<sup>1a</sup>, 李孝平<sup>1a</sup>

(1.华北科技学院 a.机电工程学院 b.河北省矿山设备安全监测重点实验室, 河北 廊坊 065201;  
2.哈尔滨工业大学 机电工程学院, 哈尔滨 150001)

**摘要:** **目的** 为了提高 PDMS 薄膜与 CR39 光学树脂表面间的不可逆封接性能, 拓展光学材料在微流控领域的应用空间。**方法** 研究了 PDMS 薄膜和 CR39 光学树脂两种待封接表面氧化改性和化学接枝等多种表面改性处理的原理及方法, 试验测试了不同改性处理后待封接材料红外光谱及其表面接触角  $\alpha$  的变化, 进而反映了材料表面润湿特性的变化, 搭建了微流控芯片封接强度测试试验平台, 测试了不同试验条件下封接后微流控光学芯片样本的封接强度。**结果** 表面氧化和化学接枝不同改性处理后, PDMS 薄膜和 CR39 光学树脂表面的接触角  $\alpha$  均明显减小。采用氧等离子+HEMA 化学接枝组合改性处理后, 两个待封接表面的接触角  $\alpha$  分别可以长期稳定在 50°和 60°左右, 保持良好的润湿特性。采用氧等离子清洗+APTES 化学接枝组合改性处理并完成封接后, 两个封接面间会形成致密的 Si—O—Si 聚合层, 芯片封接强度最高, 可达 975 kPa。**结论** 不同表面改性处理方法能够不同程度降低 PDMS 薄膜和 CR39 光学树脂待封接表面的接触角  $\alpha$ , 改善润湿特性, 氧等离子+APTES 化学接枝组合改性处理为上述两个待封接表面间的最优不可逆封接方法, 能够大大增加封接面间的封接强度, 有效提高微流控光学芯片的可靠性。

**关键词:** PDMS 薄膜; CR39 光学树脂; 不可逆封接; 接触角; 润湿特性

**中图分类号:** TH145 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2021)05-0102-08

**DOI:** 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2021.05.010

## Irreversible Bonding Research of PDMS Membrane with CR39 Optical Resin

ZHANG Min<sup>1</sup>, LI Song-jing<sup>2</sup>, WANG Xu-ming<sup>1a</sup>, LI Xiao-ping<sup>1a</sup>

(1.a.School of Mechatronics Engineering, b.Hebei Key Laboratory of Safety Monitoring of Mining Equipment, North China Institute of Science and Technology, Langfang 065201, China;  
2.School of Mechatronics Engineering, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China)

**ABSTRACT:** In order to improve the irreversible bonding characteristics of PDMS membrane with CR39 optical resin, and further expand the application space in microfluidic field of the optical material, the principle and process of various surface modification methods such as surface oxidation and chemical grafting are studied. The changes of IR spectra and surface contact

收稿日期: 2020-07-30; 修订日期: 2020-12-10

Received: 2020-07-30; Revised: 2020-12-10

基金项目: 河北省自然科学基金项目 (E2019508105); 中央高校基本科研业务费资助 (3142019003, 3142019055); 廊坊市科学技术研究与发展计划自筹经费资助项目 (2020011013)

**Fund:** Supported by the Natural Science Foundation of Hebei Province of China (E2019508105), the Fundamental Research Funds for the Central Universities (3142019003, 3142019055) and Project of Langfang Science and Technology Research and Development (2020011013)

作者简介: 张敏 (1981—), 女, 博士, 讲师, 主要研究方向为微流控材料及微流控技术。邮箱: zhangmin\_0124@163.com

**Biography:** ZHANG Min (1981—), Female, Doctor, Lecturer, Research focus: microfluidic materials and microfluidic technology. E-mail: zhangmin\_0124@163.com

引文格式: 张敏, 李松晶, 王续明, 等. PDMS 薄膜与 CR39 光学树脂不可逆封接方法研究[J]. 表面技术, 2021, 50(5): 102-109.

ZHANG Min, LI Song-jing, WANG Xu-ming, et al. Irreversible bonding research of PDMS membrane with CR39 optical resin[J]. Surface technology, 2021, 50(5): 102-109.

angle  $\alpha$ , which also present the change of the surface wetting property of PDMS membrane and CR39 optical resin, are tested by experiments. The experimental platform for bonding strength test is built, the bonding strength of the microfluidic optical chip samples under different test conditions is tested. The experimental results show that, after surface oxidation and chemical graft modification, the contact angles  $\alpha$  of PDMS membrane and CR39 optical resin decrease obviously. The contact angles  $\alpha$  of the two surfaces can be respectively stabilized at about  $50^\circ$  and  $60^\circ$  for a long time after the oxygen plasma & HEMA chemical graft combined modification. After the oxygen plasma & APTES combined modification, a dense Si—O—Si polymerization layer is formed between the bonded surfaces, and the chip bonding strength is the highest, up to 975 kPa. Therefore, it can be found that, different surface modification treatments can reduce the contact angle  $\alpha$  of the surfaces to be bonded and enhance the wettability to varying degrees, oxygen plasma & APTES chemical graft combined modification is adopted as the optimal irreversible bonding method, which can greatly increase the bonding strength between the two bonded surfaces and effectively improve the reliability of the microfluidic optical chips.

**KEY WORDS:** PDMS membrane; CR39 optical resin; irreversible bonding; contact angle; wettability

微流控技术是近年来随着微电子、微机械、生物、医学等多学科领域的发展而逐渐发展起来的一门交叉学科和技术,越来越多的应用于医疗诊断<sup>[1-4]</sup>和生物化学分析<sup>[5-8]</sup>等领域。高分子材料聚二甲基硅氧烷 (Polydimethylsiloxane, PDMS) 具有易成形、无污染且成本低等特点<sup>[9-10]</sup>, 广泛应用于各种微流控系统的制备。近年来, PDMS 又因其良好的光学透光性, 被逐渐应用于微流控光学系统的制作<sup>[11-13]</sup>。

烯丙基二甘醇碳酸酯 (Diallyl Glycol Carbonates, CR39) 具有透光率高、质轻、抗冲击等性能, 广泛应用于镜片及各类光学设备中。随着微流控光学技术的发展, CR39 光学树脂逐渐被用作微流控光学芯片制作的基底材料, 通过与具有微流道网络结构的 PDMS 薄膜之间的不可逆封接实现微流控光学芯片的制备<sup>[14]</sup>。有关 PDMS 微流控芯片的不可逆封接技术国内外学者开展了大量的研究, 这些基底材料主要为玻璃、PDMS 和 PMMA 等<sup>[15-17]</sup>。基于 PDMS 薄膜和 CR39 光学树脂的微流控光学芯片封接技术的报道较少, 且传统封接方法应用于 CR39 光学树脂基底表面时存在封接强度低, 甚至破坏其表面的光学特性等缺陷。

本文以 PDMS 薄膜和 CR39 光学树脂为待封接表面, 研究了二者之间实现不可逆封接的原理和方法, 测试了不同封接方法后待封接表面的红外光谱和接触角的变化, 及其表面润湿特性随时间变化的特性。搭建了封接强度试验测试平台, 测试了不同试验条件下不可逆封接后微流控光学芯片的封接强度, 给出了 PDMS 薄膜和 CR39 光学树脂两个待封接面间的最优不可逆封接方法、关键封接参数的选择及芯片的最大封接强度, 提高了以 CR39 为基底的微流控芯片的可靠性, 拓展了光学材料在微流控领域的应用空间, 也为微流控系统的不可逆封接提供了新的技术选择。

## 1 待封接表面不可逆封接原理

### 1.1 待封接表面氧化改性处理原理

表面氧化改性是 PDMS 材料表面改性最常用的

处理方法<sup>[18-20]</sup>, 该方法可以在待处理表面引入高浓度的活性基团, 提高材料表面活性, 目前主要通过氧等离子清洗或紫外-臭氧 (UV-O<sub>3</sub>) 辐照来实现。其中, 氧等离子清洗是利用氧等离子清洗机的射频电源, 在一定真空压力下发出辉光并产生大量高能无序的等离子体, 这些等离子体高速轰击待处理表面, 使其表面产生大量活性氧化基团。UV-O<sub>3</sub> 辐照主要是采用一定功率的能发射紫外光和臭氧的低压汞灯照射待处理表面, 使其表面形成大量的活性氧化基团。图 1 为 PDMS 薄膜和 CR39 光学树脂两种不同待封接表面氧化改性处理原理图。由图 1 可见, 经过氧化改性处理后, PDMS 薄膜表层的一CH<sub>3</sub> 基团消失, 被—OH 基团所取代, CR39 光学树脂表面则在氧化改性后形成大量的一COOH 基团。—OH 和—COOH 基团均具有较好的亲水性, 因而提高了待封接表面的润湿性能。

### 1.2 待封接表面化学接枝改性处理原理

化学接枝改性是采用某些特殊的化学试剂, 在特定的条件下使待封接表面嫁接出某些功能性基团以实现材料表面的改性<sup>[21-23]</sup>。

甲基丙烯酸羟乙酯 (HEMA) 是一种易溶于水、能够与多种物质互溶/复合的化学试剂, 具有良好的吸附性、成膜性、粘接性及生物相容性等特性。为了使待封接表面与 HEMA 溶液充分接触, 提高接枝效率, 在进行化学接枝前, 预先对待封接表面进行氧化处理, 使其具有一定的亲水性。图 2 为两种不同待封接表面 (PDMS 薄膜和 CR39 光学树脂) 采用氧等离子+HEMA 化学接枝组合改性的原理图。由图 2 可知, 改性后的 PDMS 薄膜表面和 CR39 光学树脂表面均通过 HEMA 化学接枝产生了大量亲水性良好的—CH<sub>2</sub>OH 基团, 形成一定的亲水膜层, 大大改善了待封接表面的润湿性。

3-氨基丙基三乙氧基硅烷 (APTES) 是一种硅烷连偶剂, 常用来合成有机硅中间体及高分子化合物, 易水解生成相应的硅醇缩合物, 分子中含有亲水性基

团—NH<sub>2</sub>。CR39 光学树脂表面经过氧等离子清洗后生成的—COOH 与 APTES 溶液中的—NH<sub>2</sub> 发生反应，表面接枝形成大量的 Si—NH<sub>2</sub> 基团，再次经过氧等离子清洗后，最终形成大量的 Si—OH 基团，如图 3 所示。

这些 Si—OH 基团能够与氧等离子清洗后 PDMS 薄膜表面形成的 Si—OH 反应，经过缩合脱水后形成稳定致密的 Si—OH 聚合层，大大提高封接面间的封接强度。

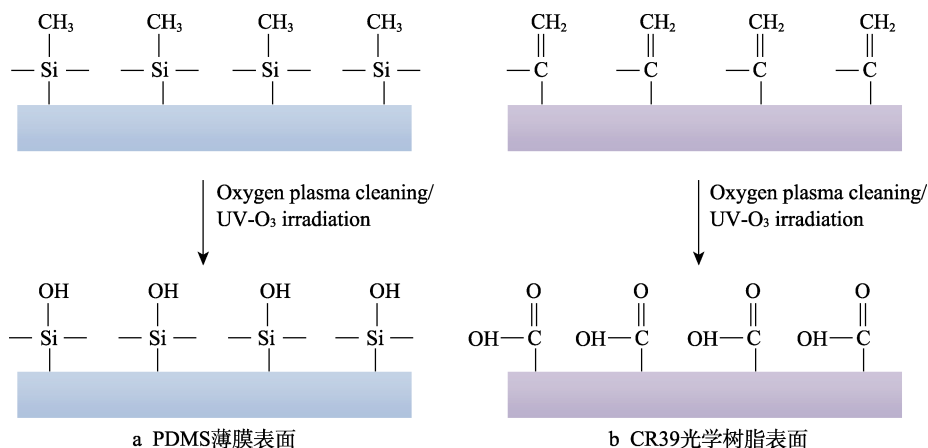


图 1 表面氧化改性处理原理图

Fig.1 Principle of surface oxidation modification: (a) PDMS surface; (b) CR39 optical resin surface

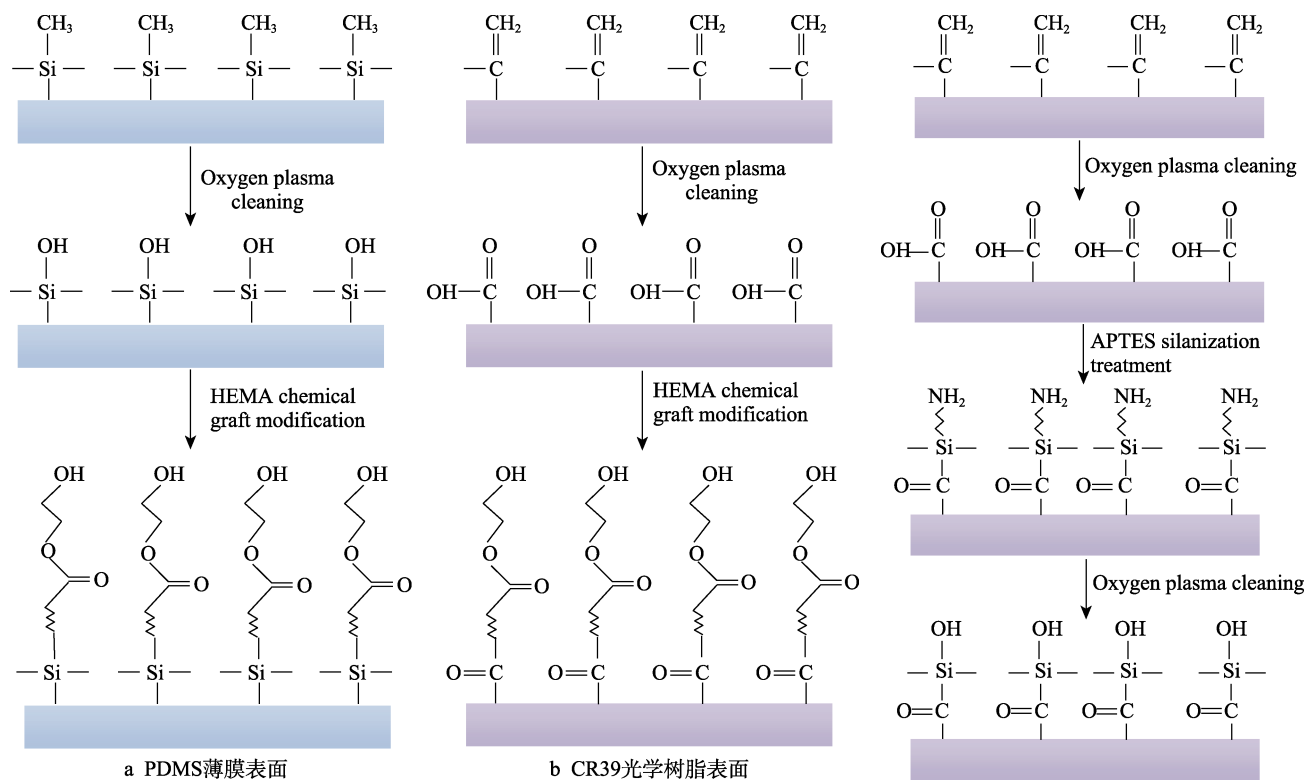


图 2 氧等离子+HEMA 化学接枝组合改性原理图

Fig.2 Principle of combined modification of oxygen plasma & HEMA chemical graft: (a) PDMS surface; (b) CR39 optical resin surface

图 3 CR39 光学树脂表面氧等离子+ APTES+氧等离子组合改性原理图

Fig.3 Principle of combined modification of oxygen plasma & APTES & oxygen plasma on CR39 optical resin surface

## 2 不可逆封接试验测试及分析

### 2.1 试验准备

试验采用 PDMS 硅胶组合 (美国 Dow Corning 公

司), 利用软刻蚀技术<sup>[24-25]</sup>制作 PDMS 薄膜, 液态 PDMS 与固化剂的混合比例为 10 : 1, 固化温度为 80 °C, 固化时间为 40 min, 固化后 PDMS 薄膜的厚度约为 2.5 mm。折射率为 1.504、厚度约为 2 mm 的

CR39 光学树脂平板(西安西光光学树脂有限公司)作为微流控光学芯片的封接基底。等离子清洗机(苏州中芯启恒科学仪器有限公司)和辐射主波长为 253.7、184.9 nm 的 15 W UV-O<sub>3</sub> 灯(华仪行北京科技有限公司)用于待封接表面氧化改性处理。纯度>95% 的 HEMA 试剂和纯度>99% 的 APTES 试剂(广州市新港化工有限公司),用于待封接表面的化学接枝改性处理。FTIR650 傅里叶红外光谱仪(天津港东科技股份有限公司)用于材料红外光谱分析。试验中所有用水均为去离子水。

2.2 不可逆封接试验测试

2.2.1 表面红外光谱测试

不同功能基团具有不同的红外特征谱峰<sup>[26-27]</sup>,图 4 为改性处理前和氧等离子+HEMA 化学接枝组合改性处理(400 mL/min, 80W, 15 s+15 min)后 5 min 内 PDMS 薄膜的红外光谱图。对比图中不同光谱可得,经过该组合改性后的 PDMS 薄膜出现了较强的一OH 基团的特征谱峰(3373 cm<sup>-1</sup>),同时出现了 C=O 基团和—CH<sub>2</sub>OH 基团的特征谱峰(1750、1190 cm<sup>-1</sup>)。因此,通过该组合改性后,PDMS 薄膜表面生成了相应的亲水性基团。

试验测试了 PDMS 薄膜和 CR39 光学树脂两种待封接表面经过不同改性处理后的红外光谱,并对主要特征谱峰分布进行了对比,如表 1 和表 2 所示,所有光谱测试均在完成改性处理后 5 min 内进行。由表 1

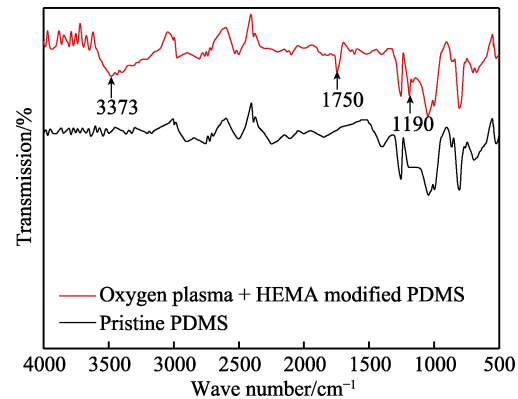


图 4 改性处理前和氧等离子+HEMA 组合改性后 PDMS 薄膜红外光谱图  
Fig.4 IR spectra of PDMS membrane before and after oxygen plasma & HEMA modification

可得,经过氧等离子清洗和 UV-O<sub>3</sub> 辐照后,PDMS 薄膜均出现了较强的一OH 基团的特征谱峰(3408、3452 cm<sup>-1</sup>)。由表 2 可得,经过氧等离子清洗和 UV-O<sub>3</sub> 辐照后,CR39 光学树脂表面也出现了较强的一OH 基团的特征谱峰(3328、3351 cm<sup>-1</sup>);经过氧等离子+HEMA 组合改性后,该表面出现了较强的一OH 基团和—CH<sub>2</sub>OH 基团的特征谱峰(3385、1168 cm<sup>-1</sup>);经过氧等离子+APTES+氧等离子组合改性后,出现了较强的一OH 基团和 Si—C 基团的特征谱峰(3463、862 cm<sup>-1</sup>)。因此,该试验结果也验证了两种待封接表面不同改性处理的原理。

表 1 不同条件下 PDMS 薄膜红外特征谱峰分布对比

Tab.1 The distribution comparison of IR characteristic spectra peaks of PDMS membrane under different conditions

Assignment	Key parameters	—OH	C=O	—CH <sub>2</sub> OH
Pristine PDMS	—	—	—	—
Oxygen plasma	80 W, 15 s	3408	—	—
UV-O <sub>3</sub>	5 min	3452	—	—
Oxygen plasma+HEMA	80 W, 15 s+15 min	3373	1750	1190

表 2 不同条件下 CR39 光学树脂红外特征谱峰分布对比

Tab.2 The distribution comparison of IR characteristic spectra peaks of CR39 optical resin under different conditions

Assignment	Key parameters	—OH	—CH <sub>2</sub> OH	Si—C
Pristine CR39	—	—	—	—
Oxygen plasma	80 W, 15 s	3328	—	—
UV-O <sub>3</sub>	5 min	3351	—	—
Oxygen plasma+HEMA	80 W, 15 s+15 min	3385	1168	—
Oxygen plasma+APTES+ Oxygen plasma	80 W, 15 s+15 min +80 W, 15 s	3463	—	862

2.2.2 表面接触角测试

固体材料表面的润湿特性是表征液体在该材料表面的铺展能力和倾向性,是材料表面固-液、固-气

界面相互作用的结果。接触角  $\alpha$  常用来表征材料表面的润湿特性,其范围在 0°~180°之间,如图 5 所示。接触角  $\alpha$  越小,表示材料的亲水性较强,润湿特性越

好,反之,则表明材料的疏水性较强,润湿性较差<sup>[28]</sup>。待封接材料表面的润湿性越好,封接后两个封接表面间的封接强度越高<sup>[29]</sup>。

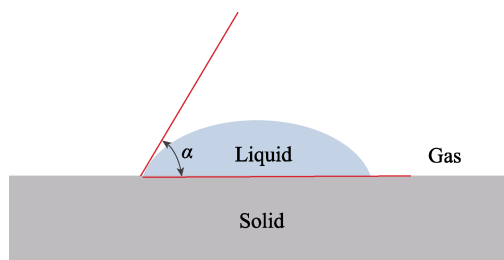


图 5 固体材料表面接触角示意图

Fig.5 Diagram of contact angle on the surface of solid material

PDMS 薄膜和 CR39 光学树脂在未经改性处理前,材料表面的疏水性均较强,PDMS 薄膜表面水接触角约为  $110^\circ$ ,CR39 光学树脂表面水接触角约为  $95^\circ$ 。通过表面改性处理可以改变两个待封接表面接触角  $\alpha$  的大小和润湿特性,从而提高芯片的封接强度。本文分别测试了不同改性处理后待封接样本表面

接触角的变化。试验中,等离子清洗机气流量设置为  $400 \text{ mL/min}$ ,UV- $\text{O}_3$  灯距离待封接面距离为  $2 \text{ cm}$ ,将 HEMA 试剂和 APTES 试剂与去离子水分别按照  $1:100$  和  $1:20$  的体积比配制化学接枝水溶液,并加热至  $80^\circ\text{C}$  待用。

具体试验步骤为:用去离子水分别清洗待封接样本表面的杂质,取出后放在高纯氮气流下吹干;将清洗后样本的待封接面向上分别放入设置好的氧等离子清洗机内,或放入 UV- $\text{O}_3$  辐照箱内,或浸入制备后的化学试剂中,完成不同条件下样本的表面改性处理;改性处理完毕后取出样本,分别在改性后的样本表面用移液管滴  $1 \text{ mL}$  的染色去离子水,并在不同时间点进行液滴表面形态拍摄和接触角测量。

图 6 为 PDMS 薄膜经过氧等离子清洗 ( $400 \text{ mL/min}$ ,  $80 \text{ W}$ ,  $15 \text{ s}$ ) 后,分别放置不同时间所拍摄的薄膜表面液滴形态的试验照片。由图 6 可见,经过氧等离子改性处理后,PDMS 待封接面的接触角和润湿特性均有较大改变,且随着时间的延长,接触角  $\alpha$  又逐渐增加,润湿特性又逐渐减弱。

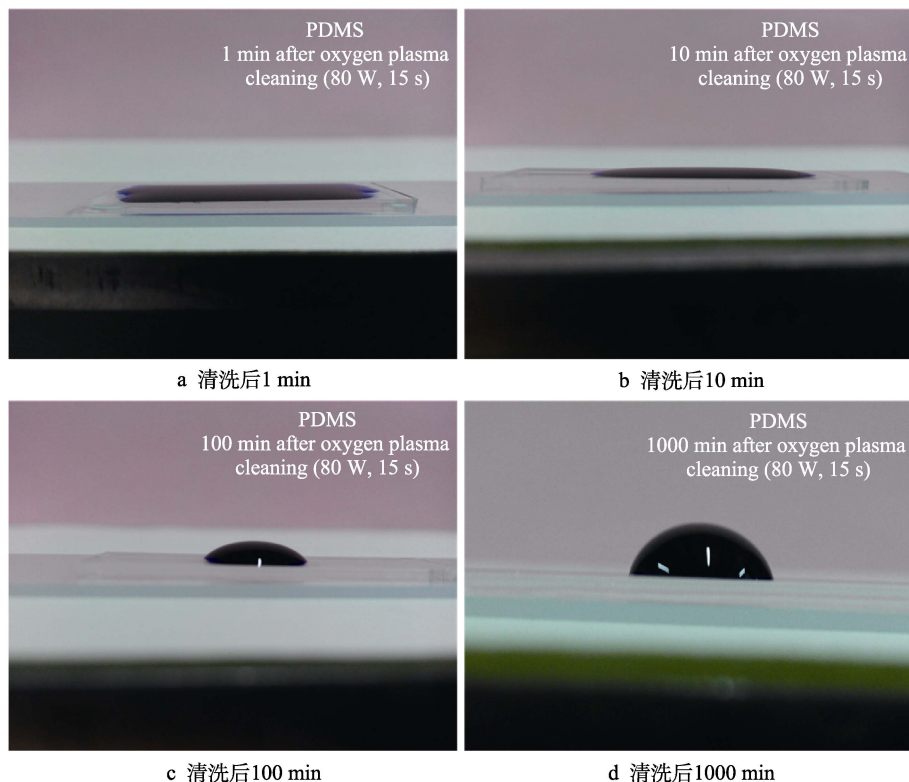


图 6 PDMS 薄膜氧等离子清洗后放置不同时间其表面接触角的变化

Fig.6 Changes of surface contact angle on PDMS membrane after oxygen plasma cleaning: (a) 1 min after cleaning; (b) 10 min after cleaning; (c) 100 min after cleaning; (d) 1000 min after cleaning

图 7 为不同改性处理后测得的 PDMS 薄膜样本表面接触角  $\alpha$  的变化。由图 7a 和图 7b 可知,氧等离子清洗和 UV- $\text{O}_3$  辐照均可以明显降低 PDMS 薄膜样本表面接触角,因为两种不同方式的氧化改性后,PDMS 薄膜表面均产生了大量亲水性的一OH 基团。

但随着时间的延长,接触角  $\alpha$  快速增加,这是因为材料内部分子的扩散作用,其内部低分子量的有机体逐渐向表面迁移,表面改性后形成的亲水性基团也逐渐向材料内部扩散,从而使表面的润湿性减弱。由图 7c 可知,采用氧等离子+HEMA 化学接枝组合改性处



理后, PDMS 表面接触角  $\alpha$  明显低于前两种方法, 且随着时间的推移,  $\alpha$  可以稳定在  $50^\circ$  左右, 使材料表面长期保持较好的润湿特性。

同时, 基于透光率测试仪 LS102 (深圳林上科技有限公司) 测试了 UV- $O_3$  辐照对 PDMS 薄膜透光性的影响。试验发现, 室温时, 未经改性处理的 PDMS 薄膜样本 ( $10\text{ mm} \times 5\text{ mm} \times 1\text{ mm}$ ) 在可见光区的透光率约为 92%, 经过 5、30、60 min 的 UV- $O_3$  辐照后, 该样本在可见光区的透光率分别约为 92%、89% 和

88%。因此, 长时间的 UV- $O_3$  辐照会降低 PDMS 薄膜的光学透光性, 该方法不适用于光学材料的表面改性处理。

图 8 为不同改性处理后测得的 CR39 光学树脂表面接触角  $\alpha$  的变化。由图 8 可知, 采用氧等离子+HEMA 组合改性与采用氧等离子+APTES+氧等离子组合改性均可以有效降低 CR39 表面的接触角  $\alpha$ , 但随着时间的延长, 前者能使接触角长期稳定在  $60^\circ$  左右, 使 CR39 树脂表面长期保持良好的润湿特性。

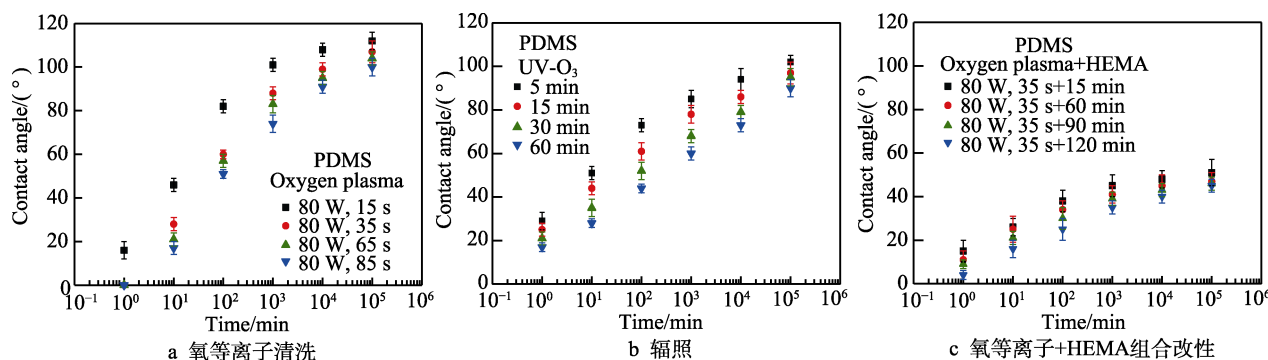


图 7 不同改性处理后 PDMS 表面接触角测试结果

Fig.7 Test results of contact angles on PDMS surface after different modifications: (a) oxygen plasma cleaning; (b) UV- $O_3$  radiation; (c) oxygen plasma & HEMA combined modification

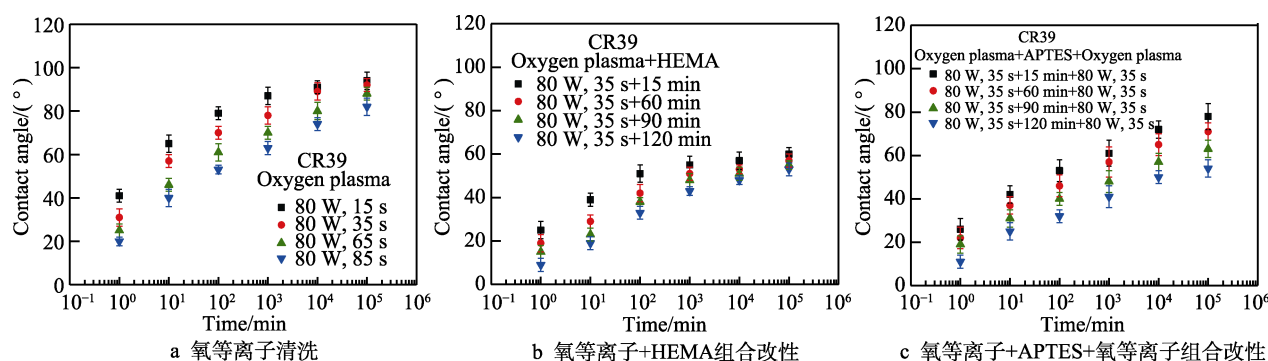


图 8 不同改性处理后 CR39 光学树脂表面接触角测试结果

Fig.8 Test results of contact angles on CR39 optical resin surface after different modifications: (a) oxygen plasma cleaning; (b) oxygen plasma & HEMA combined modification; (c) oxygen plasma & APTES & oxygen plasma combined modification

### 2.2.3 封接强度测试

试验测试了不同改性处理后 PDMS 薄膜与 CR39 光学树脂完成不可逆封接后的封接强度。同时测试了一种无需表面改性处理的不可逆封接方法——半固化法, 该方法的具体操作为: 将液态 PDMS 与固化剂混合后的预聚物放入  $80^\circ\text{C}$  的真空干燥箱内加热 15 min 后取出, 剥离下未完全聚合的 PDMS 薄膜并与 CR39 待封接表面迅速封接, 再次放入干燥箱内继续加热 1 h 至 PDMS 薄膜完全固化, 以此增加封接面间的封接强度。试验中, 利用软刻蚀技术制作了含有微流道结构的 PDMS 薄膜, 微流道截面为矩形, 呈蛇形分布, 流道宽度为  $200\text{ }\mu\text{m}$ , 深度为  $50\text{ }\mu\text{m}$ , 总长度为  $7.6\text{ cm}$ 。将制作后的 PDMS 薄膜与 CR39 树脂

通过不可逆封接后得到具有闭合微流道结构的光学芯片。

图 9a 为微流控芯片封接强度测试原理图。利用高压氮气将染色去离子水充入芯片的微流道内, 通过调节压力调节阀 (SMC 中国有限公司) 调节氮气的出口压力。随着氮气出口压力的增加, 微流道内液体压力也逐渐增加, 当液体压力大于芯片两个封接面间的封接强度时, 封接面即被撕开, 造成微流道结构破裂, 如图 9b 所示, 此时的氮气出口压力即可近似表征芯片的封接强度。

试验制作了不同封接条件下的微流控光学芯片样本, 如表 3 所示。样本 S1 采用半固化方式封接; 样本 S2 中两种待封接表面均采用氧等离子清洗改性

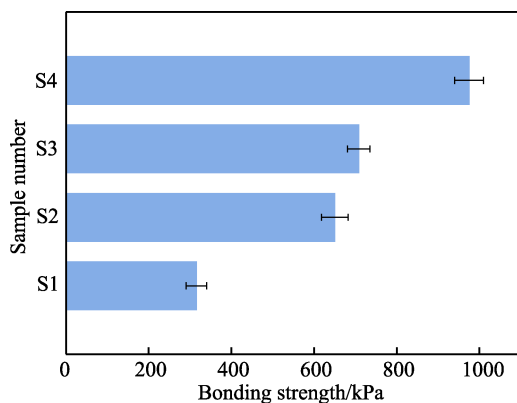
(80 W, 35 s) 后完成封接。样本 S3 中两种待封接表面均采用氧等离子+HEMA 组合改性 (80 W, 35 s+30 min) 后完成封接。样本 S4 中 PDMS 薄膜采用氧等离子清洗改性 (80 W, 35 s), CR39 光学树脂采用氧等离子+APTES+氧等离子组合改性 (80 W, 35 s+30 min+80 W, 35 s) 后完成封接。

针对表 3 中的芯片样本 S1—S4 分别进行了封接强度测试, 测试结果如图 10 所示。由图 10 可知, 样本 S1 的封接强度最低, 约为 315 kPa, 样本 S2 的封接强度约为 650 kPa, 样本 S3 的封接强度较高, 约为 708 kPa, 样本 S4 的封接强度最高, 约为 975 kPa。原因是: 样本 S3 经过相应的表面改性处理后, 两种待封接表面均产生了持久的润湿特性, 增加了封接强度; 样本 S4 经过相应的表面改性处理后, 两种待封接表面均形成大量的 Si—OH 基团, 封接后这些 Si—OH 基团之间经过缩合脱水形成稳定致密的 Si—OH 聚合层, 因此该样本的封接强度最高。

表 3 不同条件下封接的微流控光学芯片样本

Tab.3 Microfluidic optical chip samples under different bonding conditions

Sample number	PDMS membrane		CR39 optical resin	
	Irreversible bonding methods	Key parameters	Irreversible bonding methods	Key parameters
S1	Semi-solid	100 °C, 15 min	Oxygen plasma	80 W, 35 s
S2	Oxygen plasma	80 W, 35 s	Oxygen plasma	80 W, 35 s
S3	Oxygen plasma+HEMA	80 W, 35 s+30 min	Oxygen plasma+HEMA	80 W, 35 s+30 min
S4	Oxygen plasma	80 W, 35 s	Oxygen plasma+APTES+Oxygen plasma	80 W, 35 s+30 min+80 W, 35 s



S1: Semi-solidified way.

S2: Oxygen plasma cleaning (80 W, 35 s) is adopted by both PDMS membrane and CR39 optical resin.

S3: Oxygen plasma + HEMA combined modifications (80 W, 35 s+30 min) are adopted by both PDMS membrane and CR39 optical resin.

S4: Oxygen plasma cleaning (80 W, 35 s) is adopted by PDMS membrane, oxygen plasma + APTES + oxygen plasma combined modifications (80 W, 35 s+30 min+80 W, 35 s) are adopted by CR39 optical resin.

图 10 不同芯片样本封接强度测试结果。

Fig.10 Test results of bonding strength for different chip samples

根据上述试验结果及分析可得, PDMS 薄膜与 CR39 光学树脂间最优不可逆封接方法及关键参数选择如表 4 所示, 封接强度达 975 kPa。

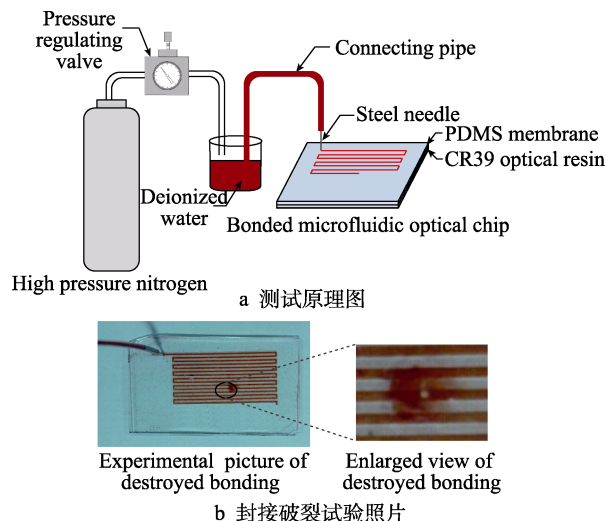


图 9 微流控芯片封接强度测试试验装置

Fig.9 Bonding strength test devices for microfluidic chips: (a) principle diagram of testing; (b) experimental picture of destroyed bonding

表 4 PDMS 薄膜与 CR39 光学树脂最优不可逆封接方法及关键参数选择

Tab.4 The optimal irreversible bonding method and key parameters between PDMS membrane and CR39 optical resin

	Surface to be bonded	PDMS membrane	CR39 optical resin
Bonding method		Oxygen plasma	Oxygen plasma+APTES+Oxygen plasma
Key parameters		80 W, 35 s	80 W, 35 s+80 °C, 30 min+80 W, 35 s
Bonding strength			975 kPa

### 3 结论

1) 通过表面氧化和化学接枝等多种表面改性方法均能够在 PDMS 薄膜和 CR39 光学树脂表面产生不同亲水性基团, 提高两个待封接表面的亲水性。

2) 经过不同表面改性处理后, 两个待封接表面的接触角  $\alpha$  均产生不同程度降低。其中, 氧等离子清洗+HEMA 化学接枝组合改性后, PDMS 薄膜与 CR39 光学树脂待封接表面的接触角  $\alpha$  分别可以长期稳定在 50°和 60°左右, 使其表面保持良好的润湿性。

3) 通过氧等离子+APTES 化学接枝组合改性及合理选择关键参数并完成芯片封接后, PDMS 薄膜与 CR39 光学树脂两个封接面间的封接强度最高, 可达 975 kPa。该方法为上述两个待封接表面间的最优不可逆封接方法, 有效提高了微流控光学芯片的可靠性。

#### 参考文献:

- [1] RAJ M K, BHATTACHARYA S, DASGUPTA S, et al. Collective dynamics of red blood cells on an in vitro microfluidic platform[J]. *Lab on a chip*, 2018, 18(24): 3939-3948.
- [2] 齐云, 李晖, 米佳, 等. 医用微流控芯片研究进展[J]. *微电子学*, 2019, 49(3): 366-372.  
QI Yun, LI Hui, MI Jia, et al. Research progress of medical microfluidic chip[J]. *Microelectronics*, 2019, 49(3): 366-372.
- [3] REBELO R, BARBOSA A I, CABALLERO D, et al. 3D biosensors in advanced medical diagnostics of high mortality diseases[J]. *Biosensors & bioelectronics*, 2019, 130(1): 20-39.
- [4] SOROUGH F, TANG Y, ZAIDI H M, et al. PKC inhibition as a novel medical countermeasure for radiation-induced vascular damage[J]. *Faseb journal*, 2018, 32(12): 6436-6444.
- [5] KOPP M R G, LINSSENMEIER M, HETTICH B, et al. Microfluidic shrinking droplet concentrator for analyte detection and phase separation of protein solutions[J]. *Analytical chemistry*, 2020, 92(8): 5803-5812.
- [6] 周新丽, 杜羽琨, 衣星越, 等. 微流控法低温保护剂添加及去除线型优化研究[J]. *中国生物医学工程学报*, 2019, 38(6): 719-725.  
ZHOU Li-xin, DU Yu-kun, YI Xing-yue, et al. Optimization of cryoprotectants addition and removal protocols using microfluidic chip[J]. *Chinese journal of biomedical engineering*, 2019, 38(6): 719-725.
- [7] WANG Bo, WEN Xi-miao, CAO Yan, et al. An implantable multifunctional neural microprobe for simultaneous multi-analyte sensing and chemical delivery[J]. *Lab on a chip*, 2020, 20(8): 1390-1397.
- [8] 董钰漫, 孟世昕, 瞿凤梅, 等. 基于微流控双水相液滴流酶促反应的尿素检测[J]. *应用化学*, 2020, 37(2): 211-217.  
DONG Yu-man, MENG Shi-xin, QU Feng-mei, et al. Microfluidic droplets flow for urea detection based on enzymatic reaction in aqueous two-phase system[J]. *Chinese journal of applied chemistry*, 2020, 37(2): 211-217.
- [9] MCDONLD J C, WHITESIDES G M. Poly (dimethylsiloxane) as a material for fabricating microfluidic devices [J]. *Accounts of chemical research*, 2002, 35(7): 491-499.
- [10] JANG K J, SUH K Y. A multi-layer microfluidic device for efficient culture and analysis of renal tubular cells[J]. *Lab on a chip*, 2010, 10(24): 36-42.
- [11] KONERMANN C, BUNGE F, VAN DEN DRIESCHE S, et al. Microfluidic sensor system for initial growth rate determination of small bacteria samples[J]. *IEEE sensors journal*, 2020, 20(13): 6849-6855.
- [12] HORRER A, HAAS J, FREUDENBERGER K, et al. Compact plasmonic optical biosensors based on nanostructured gradient index lenses integrated into microfluidic cells[J]. *Nanoscale*, 2017, 9(44): 17378-17386.
- [13] WAN Jing, XUE Feng-lan, LIU Cheng-jie, et al. Optofluidic variable optics attenuator controlled by electricity [J]. *Applied optics*, 2018, 57(28): 8114-8118.
- [14] ZHANG Min, LI Song-jing. Design and analysis of a microfluidic colour-changing glasses controlled by shape memory alloy (SMA) actuators[J]. *Microsystem technologies*, 2018, 24(1): 1097-1107.
- [15] HUANG Shan-shi, HE Qiao-hong, HU Xian-qiao, et al. Fabrication of micro pneumatic valves with double-layer elastic poly(dimethylsiloxane) membranes in rigid poly(methyl methacrylate) microfluidic chips[J]. *Journal of micro-mechanics and microengineering*, 2012, 22(8): 1-7.
- [16] HEMMILA S, CAUICH-RODRIGUEZ J V, KREUTZER J, et al. Rapid, simple, and cost-effective treatments to achieve long-term hydrophilic PDMS surfaces[J]. *Applied surface science*, 2012, 258(4): 9864-9875.
- [17] MAHMOODI S R, SUN P K, MAYER M, et al. Gas-assisted thermal bonding of thermoplastics for the fabrication of microfluidic devices[J]. *Microsystem technologies*, 2019, 25(10): 3923-3932.
- [18] NGUYEN L, HANG M M, WANG W X, et al. Simple and improved approaches to long-lasting, hydrophilic silicones derived from commercially available precursors[J]. *ACS applied materials and interfaces*, 2014, 6(24): 22876-22883.
- [19] GHALEH H, JALILI K, MAHER B M, et al. Biomimetic antifouling PDMS surface developed via well-defined polymer brushes for cardiovascular applications[J]. *European polymer journal*, 2018, 106(1): 305-317.
- [20] HASHIMOTO Y, MATSUZAWA S, YAMAMOTO T. Subsurface investigation of the surface modification of polydimethylsiloxane by 172 nm vacuum ultraviolet irradiation using ToF-SIMS and VUV spectrometry[J]. *Surface and interface analysis*, 2018, 50(7): 752-756.
- [21] KANGO S, KALIA S, CELLI A, et al. Surface modification of inorganic nanoparticles for development of organic-inorganic nanocomposites: A review[J]. *Progress in polymer science*, 2013, 38(8): 1232-1261.
- [22] RAZMJOOEE K, SABER-SAMANDARI S, KESHVARI H, et al. Improving anti thrombogenicity of nanofibrous polycaprolactone through surface modification[J]. *Journal of biomaterials applications*, 2019, 34(3): 408-418.

(下转第 167 页)