

行政院國家科學委員會專題研究計畫成果報告

「微冷卻器之整合研究(3/3)—子計劃二：微冷卻器之製程技術研究」

The Research on the Processing Technology of Micro Coolers

計劃編號：NSC-90-2218-E-032-015

(第三年)執行期間：90年08月01日至91年07月31日

主持人：楊龍杰 研究助理：林韋至、黃鈺霖、戴霆檉

執行機構：淡江大學機械工程學系

E-mail: Ljyang@mail.tku.edu.tw

一、中文摘要

本整合計劃第二子計劃的第三年工作，在於開發第二年末提議的新型實驗室微晶片載台製作技術，由原先純粹的體型微細加工與晶片鍵合技術，改成在具有微感測器陣列的晶片上，加上以低溫面型加工技術製作微流道。詳細的工作內涵包括：新型實驗室微晶片、明膠與聚對二甲苯微流道低溫製程與壓力計陣列晶片等。本計畫成果將提供智慧型微型冷卻器製程之所需技術開發。

關鍵字：實驗室微晶片、低溫製程、明膠、聚對二甲苯、壓力計陣列晶片。

Abstract

This paper describes a fabrication concept of combining the mature silicon bulk micromachining and new-developed low-temperature surface micromachining technologies to make the microfluidic system chip with both the sensing elements and the flowing channels. This concept of micro-sensor array lowers the entry-barrier of the-state-of-art silicon surface micromachining, and provides a common experiment platform for implementing various applicable microfluidic systems.

Keywords: lab-on-a-chip, low temperature process, gelatin, parylene, pressure sensor array

二、微實驗室晶片系統架構

根據文獻[1~7]，提供了以明膠(gelatin)當微結構犧牲層(sacrificial layer)，聚對二甲苯(parylene)為結構層的製作概念(如圖 1 所示)：

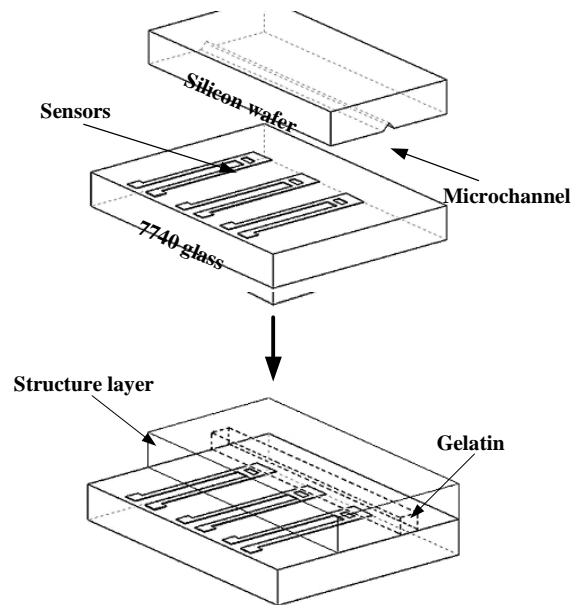


圖 1 以明膠犧牲層配合高分子結構材料直接製作微流道的方式，取代需要晶片鍵合(wafer bonding)之矽質體型加工法。體型微細加工法仍可以用於微實驗室晶片之感測器陣列的製作。

有關圖 1 的製程，本計畫使用添加感光性物質(如重鉻酸鉀)的明膠，成為類似負光阻(negative resist)的可塗佈膏材，透過曝光顯影的方式定義出犧牲層微結構，最後再將聚對二甲苯或環氧樹脂(epoxy)等結構層材料，直接覆蓋於明膠犧牲層上，並預留洞口，作為

蛋白酵素(protease enzyme)溶除明膠犧牲層的進出口，待蛋白酶將明膠完全溶除後，即可取得以聚對二甲苯或環氧樹脂為結構材質的元件。由於此法製作完全可在室溫下進行，無須考慮體型加工因為晶片鍵合而帶來的許多問題，也可避免傳統面型加工耗時及複雜的製程，或動輒必須使用如 LPCVD 的製作成本考量，因此非常適合應用於感測器微細加工的后段製程。

三、明膠材質的基本特性與實驗

由於明膠的熔點與凝固點都接近或略高於室溫，再加上實驗場所無塵室的環境溫度只有 20，明顯低於明膠的凝固點，因此常常可以發現許多滴在矽晶片上的明膠溶液，在不及旋敷均勻之前便已經凝固，並且在晶片上出現明顯的輻射式花紋及氣泡孔洞。故有必要在實驗進行前，量測明膠的熔點與凝固點。本計畫經由本校化學系的協助，利用微差掃描熱卡計(廠牌 Perkin Elmer、型號 Pyris 1 DSC)，在其控溫的過程中，紀錄明膠吸放熱時所產生的熱流變化與時間及溫度的函數關係，進而取得明膠的熔點[8]，如圖 2 所示。

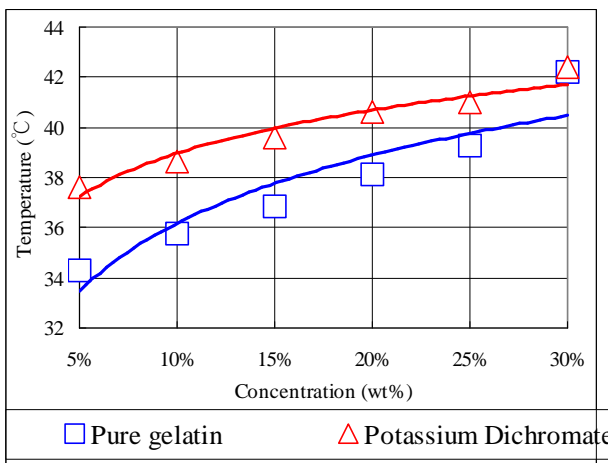


圖 2 純明膠與重鉻酸鉀明膠熔點分佈圖。

旋塗後明膠薄膜的厚度對往後光蝕微影之曝光劑量、曝光時間、顯影時間等，都有密切的影響。而影響塗佈薄膜厚度的因素有

明膠溶液的濃度與旋塗轉速等。圖 3 為明膠薄膜厚度與濃度、塗佈轉速之關係，圖 3 顯示明膠薄膜的厚度，以指數衰減(exponential decay)的形式，隨濃度增加、或隨塗佈轉速增快而減少。

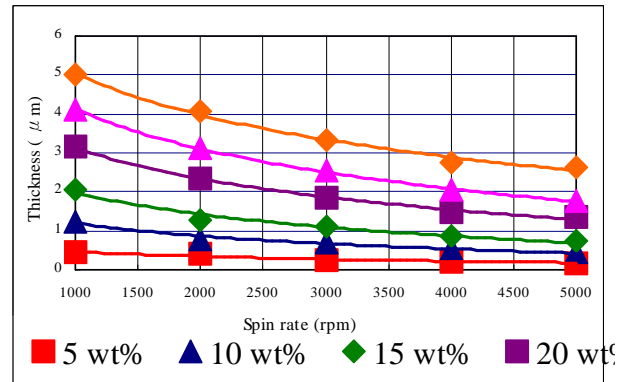


圖 3 明膠薄膜厚度與濃度、塗佈轉速之關係。

如果將明膠微結構泡入水中幾分鐘後，可以發現明膠微結構有明顯的吸水腫脹 (swelling) 的現象發生，而且造成微結構尺寸有很大的變化。圖 4 代表不同線寬的明膠微結構，在長期監測下之吸收大氣環境中水氣的厚度腫脹改變情形。

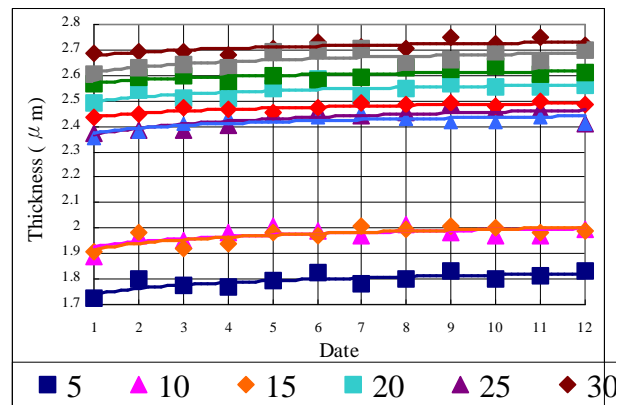


圖 4 濃度 20 wt% 的明膠微結構隨日期之厚度變化(5~50μm 代表不同之圖形線寬。)

四、Parylene 結構層與明膠犧牲層的搭配製程

圖 5 係以聚對二甲苯為結構層，明膠當犧牲層而製作的微流道，流道長度為 2cm 兩端進出口為 1mm² 的方形洞口，並已事先利用離子蝕刻機，將其上結構層去除，以做為蛋白酶溶除明膠犧牲層的進出口。微流道寬

度為 15 微米，長 1cm。若以蛋白酶(protease)將明膠犧牲層完全溶除，耗時長達 22 小時。這是由於微流道，屬於半開放式的溶除，只有小小的進出口，所以不管是灌進去的新丙酮或是溶除後的明膠，都必須藉由擴散的方式緩緩吸進排出，故浸泡的時間必須相對大幅加長。

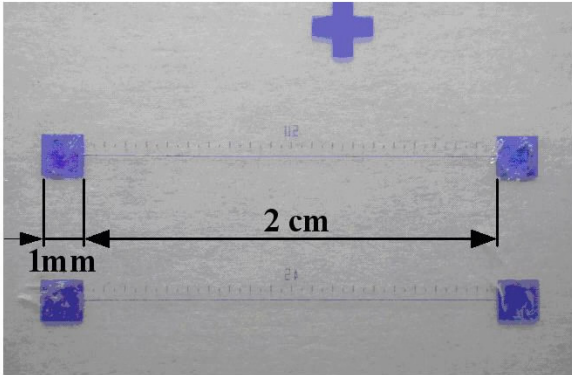


圖 5 由聚對二甲苯結構層與明膠犧牲層製作之微流道。

五、明膠結構層與光阻犧牲層的微流道製作

圖 6 是丙酮掏空明膠微結構內光阻犧牲層的照片。圖 6 顯示：在 90 分鐘時，已幾乎將 25 微米寬、1 公分長的犧牲層光阻完全溶除。這是明膠與光阻在低溫面型微細加工互補性搭配的另一例子。

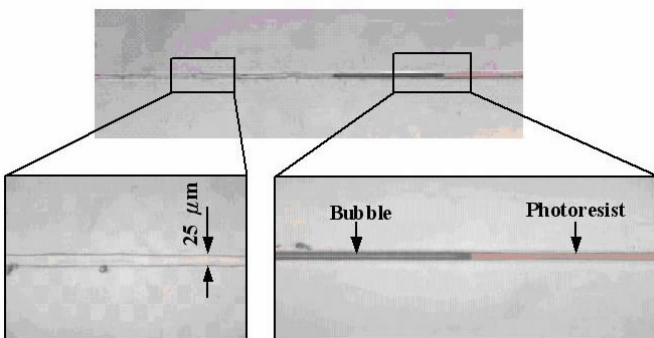


圖 6 丙酮溶除明膠結構層內光阻犧牲層的情形

六、壓阻式壓力感測陣列晶片的製作

文獻[9]與[10]在研究微流體的基本特性時，都採取製作現地量測的微感測陣列方式，以便直接獲取微流體的第一手狀態資訊，避免量測上的誤差。不過以往微流體

晶片，大多都是採用矽質面型微細加工的方式製作(尤其偏好使用 LPCVD 多晶矽當作感測子、氮化矽當作微流道結構層，配合磷矽酸玻璃(PSG)作為犧牲層。)本計畫倡議在已進行體型微細加工的(泛用型)壓力陣列晶片上，實施前述之低溫面型加工製程，堆疊所需之微流體結構框架。圖 7 便是壓阻式 3×3 壓力感測陣列晶片的半成品，雖然壓力感測面積不小(1.6mm 見方)，但是可以利用微細的歧管連接到主要探討的微流道本體，而不會妨礙到實地靜壓力的量測。圖 8 為整個量測溫度與壓力分布的微流體晶片載台製程。

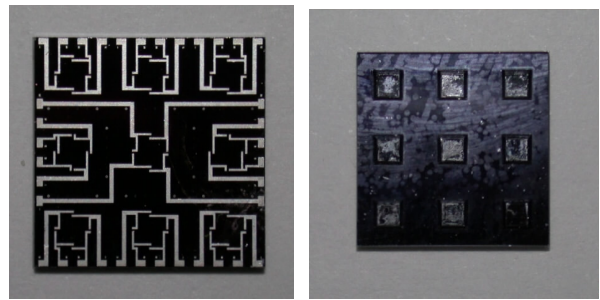


圖 7 壓阻式(泛用型)3×3 壓力感測陣列晶片的實品：左圖是正面，右圖是背面，全尺寸為 1.2cm 見方，每一壓力量測薄膜面積為 1.6mm 見方。

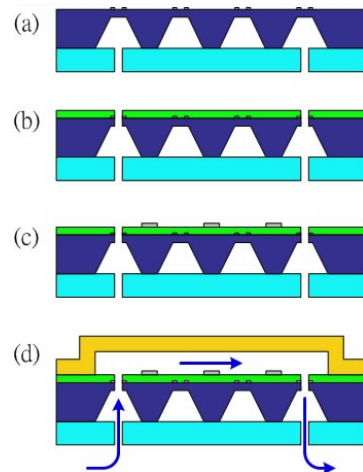


圖 8 量測溫度與壓力分布的微流體晶片載台製程：(a)微壓力陣列晶片的體型微細加工；(b) 室溫塗佈 Parylene 作為電性隔絕並腐蝕成形部分洞口；(c) 蒸鍍白金薄膜製作 RTD 溫度感測陣列；(d) 低溫面型加工製作微流道/微腔體。

七、白金溫度感測電極在液體中失效的問題

圖 9 為進行微流道灌入液體量測溫度，或進行電驅動時所使用之儀器項目一覽，包括 PMMA 工作平台、針筒泵 (syringe pump)，含 50CC 針筒、IMC 數據擷取系統，具 16 組量測點之資料擷取功能、PC 個人電腦、直流電源供應器 (DC Power supply)、HP 多功能電表等。

白金薄膜溫度感測器陣列之阻值起初是利用擷取器 (擷取器 IMC. SPARTAN-L；具 16 組數位輸出，以 12 組作溫度感測輸出，另以外加 thermocouples 作為標準參考溫度)，但擷取器原理採用定電流源 (0.625 mA) 輸入，串聯每 4 顆電阻為一單位，再讀取每節點陣列感測器之兩端電壓值，作為感測器的訊號輸出。當將 4 顆感測器串聯時，其總電阻高達原先單一電阻之四倍 (就單一電阻 2.5K Ω 而言，四顆串聯總值為 10K Ω)，而擷取器為提供穩定之定電流輸入，必須提高端電壓的輸入。而過大電壓則往往造成第一顆 Pt 感測器的燒毀 (每顆感測器端電壓約高達 2.2V)，如圖 10 白金溫度感測薄膜扭曲情況。原因在於薄膜電極遇水會有電極水電解破壞、局部 pH 值造成(黏著層)鉻電極遭腐蝕脫層等問題發生[11]。

為避免上述過大電壓對感測器造成損壞，計畫中除了一方面改採 HP 多功用電表，對感測器只施加端電壓 0.2V，而直接量取阻值之外，並採用量到即放開(off)之方式，以避免感測器因長時間通電狀況下而產生自我加熱(self-heating)的雜訊，並且減少電解水的可能的作用時間。



圖 9 微流道晶片測試之儀器設備

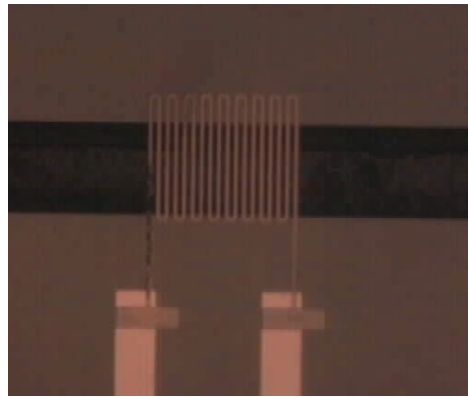


圖 10 白金溫度感測薄膜損毀情況；該晶片係將矽質流道與玻璃以 AB 膠黏合後進行實測。

雖然有上述預防電極變質的措施，許多 Pt 溫度感測子仍在長時間溫度校正之後，紛紛告失效，顯然將感測 Pt 電極暴露於液體中，極容易因遇水的因素而破壞，在本計畫中暫無法解決。若能夠塗佈一層微米以內的電性隔絕材質，例如 parylene 或 gelatin，則有機會在不嚴重影響溫度訊息量測的同時，仍穩當保護住感測電極材料。

八、結論與展望

本計畫前半部分集中於明膠與聚對二甲苯材料與相關低溫面型加工製程的開發，製作微流道封閉式微結構。後半部分則開始整合靈敏度 0.2mV/V/psi 的(體型加工)壓阻式壓力陣列晶片，以及靈敏度 0.125 %($\Delta R/R$)/ $^{\circ}\text{C}$ 的 Pt 溫度感測子陣列，成為可進行微流道溫度與壓力分布現地量測的微流體晶片載台。

本計畫的理念，可以有效地擴大體型微細加工微感測器製作技術之應用範圍；亦即將已成熟的體型加工半成品晶片，當作微流體晶片的起始載台。本計畫最後的整合測試 (截至 91 年 12 月止) 仍進行中，並將延展到未來具有微流體驅動功能的智慧型微冷卻器相關技術開發計畫之內。

九、感謝詞

感謝國科會北區微機電系統研究中心、國家毫微米實驗室、與交通大學半導體中心

與台灣矽微電子公司，提供半導體製程機台的服務或代工。

十、參考文獻

- [1] E. Ermantraut et al., "Perforated support foils with pre-defined hole size, shape and arrangement", *Ultramicroscopy*, 74, pp.75-81, 1998.
- [2] J.C. Angus et al., "Controlled electroplating through Gelatin films", *J. Electrochem. Soc.*, 133(6), pp.1152-1160, 1986.
- [3] W. A. Little, "Microminiature refrigeration", *Rev. Sci. Instrum.* 55(5), pp.661-680, 1984
- [4] Hsein-Kun Lu, et al., In vitro tests of porcine dermal collagen membranes biocompatibility and enzymatic degradation rate, *Chin Dent J*, Vol. 17, No1, 1998, pp.15~22
- [5] 林峰垵，豬皮膠原蛋白膜之生物毒性與酶分解速率之研究，碩士論文，台北醫學院牙醫學系，指導教授，民國87年6月
- [6] Ken Walsh, et al., Photoresist as a sacrificial layer by dissolution in acetone, *Proceeding of IEEE MEMS-2001*, 2001, pp.114~117
- [7] L.-J. Yang, et al., Photo-patternable gelatin as protection layers in surface micromachining, *Proceeding of IEEE MEMS-2002*, 2002, pp.471~4
- [8] 張聖傑，熱分析的簡介與 DSC 的原理及應用，*塑膠資訊*, No.6, July 1996, pp.11~22
- [9] J.Q. Liu, et al., "Micro-machined channel / pressure sensor system for micro flow studies", *Transducers'93*, pp.995-997, 1993.
- [10] L. Jiang, et al., "Fabrication and characterization of a microsystem for a micro-scale heat transfer study", *J. Micromech.. Microeng.*, 9(4), pp.422-428, 1999.
- [11] 邱志鵬，「微機電技術應用於熱絲式呼吸流量感測器系統之研發」，碩士論文，台灣大學電機工程研究所，指導教授郭德盛、林啟萬博士，民國八十九年六月。