공압 디스펜싱 시스템을 이용한 나노리터 액적에 포함된 미세 입자의 분주 및 측정

Micro-particles in a Nanoliter Droplet Dispensed by a Pneumatic Dispensing System and Its Measurement

이상민 ¹, 김준원 ^{1,⊠} Sangmin Lee¹ and Joonwon Kim^{1,⊠}

1 포항공과대학교 기계공학과 (Department of Mechanical Engineering, Pohang University of Science and Technology) ☑ Corresponding author: joonwon@postech.ac.kr, Tel: 054-279-2185

Manuscript received: 2012.3.9 / Accepted: 2012.5.13

This paper presents results for dispensing and measuring micro-particles using a pneumatic dispensing system. Particle-suspended liquid droplets were dispensed and analyzed quantitatively at various particle concentrations and applied pressures. By using a developed experimental setup, the number of particles and the particle volume ratio in sequentially dispensed droplets were measured. Hydrophilic and hydrophobic surfaces were tested to find a suitable surface for counting the number of particle. It was confirmed that the dispensed particles concentrated into the center of the droplet on the smooth CD surface after evaporation of liquid. As the applied positive pressure increased, the number of particles per droplet increased consistently and the volume fraction of particles remained constant.

Key Words: Printing Technology (프린팅 기술), Micro-particle (미세 입자), Pneumatic Dispenser (공압 디스펜서), Hydrophilic/hydrophobic Surface (친수성/소수성 표면), Particle Volume Fraction (입자 부피율)

1. 서론

프린팅 기술(printing technology)은 미세 입자들 (i.e., micro- or nano-particle)을 포함하는 다양한 기능성 재료들(functional materials)을 원하는 위치에만 선택적으로 미세 패턴(micro-pattern)을 형성 할 수있기 때문에, 최근 전자 및 바이오 분야에서 많은 관심을 모으고 있다. 1-3 프린팅 기술은 기능성 재료를 포함하고 있는 미세 액적(micro-droplet)을 정밀하게 조작하여, 직접 구조물을 형성하는 직접 인쇄 방식(direct-write method)으로써, 기존의 미세 패턴 형성 방법인 리소그래피(lithography) 및 미세접촉인쇄(micro-contact printing) 방식에 비해 재료의

사용량을 줄일 수 있다는 장점을 가진다. ⁴ 또한, 비접촉식(non-contact) 방식으로 다양한 기판(e.g., flexible substrate)에 적용 가능하며, 기존 방식들에 비해 3 차원 구조물을 쉽게 형성할 수 있다.³

인쇄 전자(printed electronics) 분야에서는 컬러 필터 및 전기 회로(e.g., printed circuit board)를 포함 한 다양한 전자 부품들을 제작하는데 프린팅 기술 을 응용하고 있으며,^{5,6} 바이오 분야, 특히 조직 공 학(tissue engineering) 분야에서는 scaffold 를 포함한 3 차원 세포 구조물을 제작하는 도구로 활용하기 위한 연구가 활발히 진행되고 있다.^{7,8}

대표적으로 열-버블(thermal-bubble) 방식과 압전 (piezoelectric) 방식의 잉크젯 프린팅 시스템들이

많이 활용되고 있으며,⁹⁻¹¹ 이외에도 음파(acoustic wave),¹² 레이저(laser),¹³ 전기유체역학(electrohydrodynamic, EHD)¹⁴을 이용하는 다양한 방식의 프린팅 시스템들이 개발되어 활용되고 있다.

본 연구에서는 공압(pneumatic) 방식의 디스펜 싱 시스템(dispensing system)을 세포 및 기능성 입자의 미세 패터닝 도구로 활용하기 위하여, 미세 입자를 포함한 용액(micro-particle suspension)을 분주하고(dispense), 이를 정량적으로 분석하였다. 연속적으로 분주된 미세 액적 속에 포함된 입자의수를 다양한 입자 농도 및 압력 조건에 대해서 확인하였으며, 입자의 수뿐만 아니라 분주된 액적속에서의 입자의 부피율(particle volume fraction)을 계산하여, 농도 및 압력 조건에 따른 입자 부피율의 변화를 확인하였다.

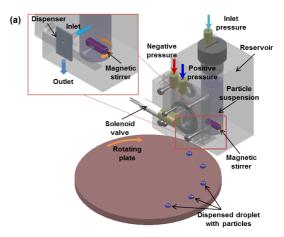
2. 실험 및 측정

2.1 공압 디스펜싱 시스템

미세 입자를 포함한 액적을 분주 및 분석 하기 위하여, Fig. 1(a)와 같이 실험 장치를 구성하였다. 입자 용액은 저장소(reservoir)에서 일정한 압력 (inlet pressure)을 받으며 디스펜서로 공급된다. 공급된 입자 용액은 정해진 디스펜서의 작동 조건에 따라 분주된다. 연속적으로 분주된 액적 속에 포함된 미세 입자의 수를 확인하기 위하여, 디스펜서의 출구(outlet) 밑에 회전판(rotating plate)을 놓아액적들을 모을 수 있게 하였다. 또한, 용액 저장소바닥에 자석 교반기(magnetic stirrer)를 두어, 저장되어 있는 입자들이 균일한 분산(dispersion)을 유지하도록 하였다.

디스펜서는 polydimethylsiloxane(PDMS)로 제작된 멤브레인(membrane)을 중간에 두고 상층과 하층이 접합된 구조로 설계하였다(Fig. 1(b)). 멤브레인에 압력을 전달하기 위한 홀(hole)을 포함한 상층은 유리 기판(glass substrate)을 기계 가공하여제작하였다. 용액 챔버(liquid chamber), 입구(inlet) 그리고 아래 방향의 출구를 포함하는 하층은 실리콘 기판(silicon substrate)에 미세 기계 가공(micromachining) 기술을 적용하여 제작하였다. ¹⁵ 멤브레인의 두께는 약 70 μm 이며, 이번 실험에 사용된 디스펜서의 설계 변수는 Table 1 에 정리하였다.

초기 상태에서 멤브레인은 음압(negative pressure)에 의하여 위 방향으로 변형하며, 용액 챔 버 내부에 용액을 가득 채우게 된다(Fig. 2(a)). 이 후 양압(positive pressure)이 가해지면 멤브레인은 아래 방향으로 변형하게 되고, 입구를 막음(Fig. 2(b))과 동시에 용액을 출구 방향으로 밀어내게 된다(Fig. 2(c)). 용액 챔버 중앙에 입구 부분을 돌출된 구조(bump structure)로 설계함으로써, 디스펜싱과정에서 발생하는 용액의 역류(backflow)를 최소화 할 수 있었다.



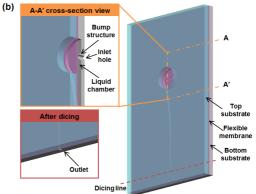


Fig. 1 Schematic views of (a) the pneumatic dispensing system and (b) the dispenser design

Table 1 Summary of design parameters

Design parameters		Size (µm)
Chamber	Diameter	2000
	Height	100
Bump	Diameter	400
	Height	80
Inlet	Diameter	200
Outlet	Width	100
	Height	100

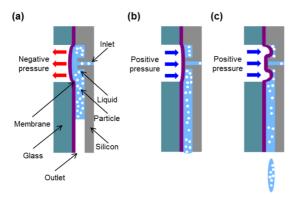


Fig. 2 Schematic views of dispensing mechanism: (a) initial state (suction), (b) intermediate state (backflow stop), (c) final state (dispensing)

2.2 미세 입자 용액 및 분주 표면 최적화

미세 입자를 포함한 용액은 지름 10 μm 인 폴리스티렌(polystyrene, PS) 입자(uniform polymer microsphere 2000 series, Duke Scientific)를 이용하여준비하였다. 미세 입자의 농도는 탈이온수(deionized water)에 희석하여, 세 가지 농도(0.2%, 0.1%, 0.05% (v/v))로 준비하였으며, 각 용액 속에는 1 mL 당 4,000,000, 2,000,000, 1,000,000 개의 입자가분포하였다.

분주된 액적 속에 포함된 입자의 수를 확인하

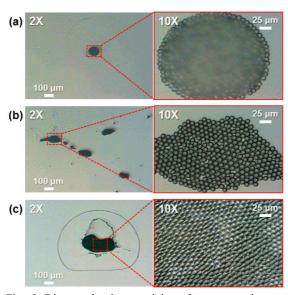


Fig. 3 Dispensed micro-particles after evaporation on various surfaces: (a) hydrophilic (glass), (b) hydrophobic (Teflon®), and (c) CD surface

기 위하여, 분주 용액의 증발 후 남은 입자들을 확인하였다. 증발 후 남은 입자의 수를 확인하기에 용이한 표면을 선택하기 위하여, 친수성 (hydrophilic) 및 소수성(hydrophobic) 표면 위에서, 증발 후 남은 입자들의 패턴을 확인하였다. 친수성 표면으로는 슬라이드 글래스(slid glass)를, 소수

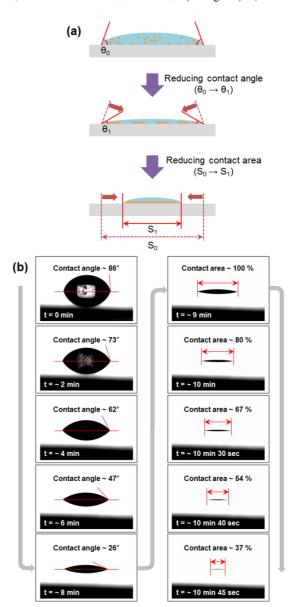


Fig. 4 Evaporation of a liquid droplet with particles on the CD surface: (a) schematic views of evaporation process, (b) side view of a liquid droplet with particles

성 표면으로는 슬라이드 글래스에 1.0% 농도의 Teflon[®] AF-1600(DuPont)을 스핀코팅 하여 준비하였다. 각 표면 위에 0.1% 농도의 입자 용액 1 μL 를 올려놓은 후, 증발 후 남은 입자들을 확인하였다.

Fig. 3 은 각 표면 위에서 용액의 증발 후 남은 입자들의 이미지들이다. 소수성 표면의 경우 초기 접촉각(contact angle)을 유지하면서 접촉면적(contact area)을 줄여나가는 방식으로 증발하며(구의 형태 를 유지), 친수성 표면의 경우 초기 접촉면적을 유 지하면서 접촉각을 줄여나가는 방식으로 증발하게 된다.16 실험 결과, 소수성 표면에서 증발 후 남은 입자들은 여러 층(multi-layer)을 이루는 것을 확인 할 수 있었다(Fig. 3(a)). 반면, 친수성 표면의 경우 남은 입자들이 단층(monolayer)을 형성하였다. 하지 만 초기 넓은 접촉면적으로, 넓게 퍼진 입자들이 한곳으로 모이지 않고 부분적으로 입자군(particle cluster)들을 형성하였다(Fig. 3(b)). 연속적으로 분주 되는 액적들 속에 포함된 입자를 확인하기 위해서, 분주 시 초기 접촉 면적이 넓지 않으면서, 증발 후 분주 위치에 입자들이 단층으로 모일 수 있는 표면이 측정에 유리할 것이다.

본 실험에서는 플라스틱으로 만들어진 콤팩트 디스크(compact disk, CD) 표면을 사용하였다. 미세 입자 용액들의 CD 표면에서의 접촉각은 68 ~ 83° 으로 Droplet Shape Analyzer(KRÜSS, DSA 100)를 이 용하여 측정하였다. 같은 방법으로 CD 표면에서 증발 후 남은 입자를 확인한 결과, Fig. 3(c)와 같이 단층을 이루며 한 곳으로 모이는 것을 확인할 수 있었다. Fig. 4(a)는 CD 표면 위에서 입자 용액의 증발 과정을 나타내는 개념도이며, Fig. 4(b)는 0.1% 입자 용액의 증발과정에서 접촉각 및 접촉면적의 변화를 관찰한 이미지들이다. 초기 증발 과정에서 는 일정한 접촉면적을 유지하면서 접촉각이 줄어 들며(reducing contact angle), 이 과정에서 액적 속의 입자들이 표면에 단층을 이루게 된다. 이후 증발 과정의 마지막 부분에서, 접촉면적이 줄어들면서 (reducing contact area) 입자들이 한 곳으로 모이는 것을 확인 하였다. Fig. 5 는 실제 CD 표면에 분주 한 액적의 증발 과정에서 입자들이 한 곳으로 모 이는 현상을 현미경으로 관찰한 이미지이다.

2.3 분주된 입자의 수 및 입자의 부피율 측정

분주된 액적에 포함된 입자의 수를 체계적으로 분석하기 위하여, 연속적으로 분주된 액적들을 수 집 후 포함된 입자의 수를 확인하였다. 수십 개의

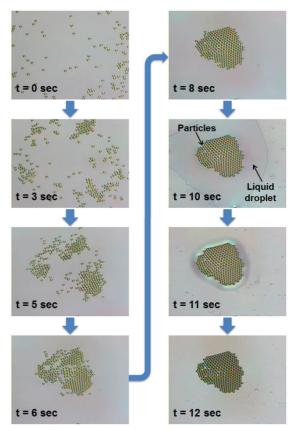


Fig. 5 Sequential images of the dispensed droplet with particles during the last stage of evaporation on the CD surface

액적을 회전판(CD 표면)에 분주한 후 용액이 증발하고 남은 입자들의 이미지를 획득하였다. 획득한이미지에서 입자들이 이루는 전체 면적(S)에서 입자들 사이의 공백(S_v)을 제외한 면적을 단일 입자의 단면적(S_p)으로 나누어 분주된 입자의 수(n)를 계산하였다(식 1).

$$n = \frac{S - S_{v}}{S_{p}} \tag{1}$$

분주된 입자의 수는 액적의 부피에 비례하며, 분주된 입자의 부피율은 입자 용액의 농도에 비례 하게 된다. 초기에 적용한 입자 농도에 따라 분주 된 입자들이 일정한 부피율을 유지되고 있음을 확 인할 필요가 있다. 따라서 입자의 수를 측정하는 것뿐만 아니라 분주된 용액 속의 입자의 부피율을 계산하였다.

본 연구에서 분주된 입자의 부피율을 계산하기 위해서 입자 용액의 분주량(dispensed volume)를 측정하였다. 분주된 액적의 부피를 측정하기 위해서, 수백개의 액적을 실리콘 오일이 담겨있는 용기에 분주하여 전체 무게 변화를 측정하였다. 그 후, 용액의 밀도와 분주한 액적의 수로 나누어 액적의 부피를 계산하였다. 같은 방법으로 분주 횟수를 달리하며 같은 조건에서 10 회 이상 반복 측정하였다. 측정 과정에서 용액의 증발에 의한 오차를줄이기 위해서 실리콘 오일이 담긴 용기에 분주하였다. 실험에 사용한 용액에 포함된 입자의 밀도(density)는 1.05 g/cm³ 이지만, 희석된 입자 용액(0.05~0.2%)에서 용액 전체 밀도는 물(탈이온수)과 같다고 가정하였다.

앞서 계산된 입자의 수(n)에 단일 입자의 부피 (v_p) 를 곱하여 분주된 전체 입자의 부피 (V_p) 를 계산하였으며, 이를 측정한 분주량(입자를 포함한 액적의 부피, V_{total})으로 나누어 입자의 부피율 (φ_p) 을 계산하였다(식 2).

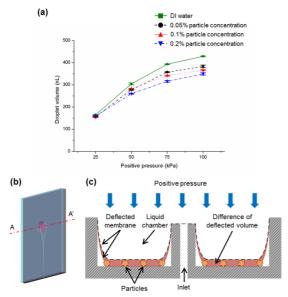


Fig. 6 (a) Droplet volume vs. various positive pressure; dispensing liquid dis DI water with particle suspension of 0% (green), 0.05% (black), 0.1% (red), and 0.2% (blue) concentration. (b) Schematic view of dispenser design and (c) cross section view of the liquid chamber

$$\varphi_p = \frac{V_p}{V_{total}} = \frac{n \times v_p}{V_{total}}$$
 (2)

3. 실험 결과

먼저 다양한 입자 농도 및 압력 조건에 따른 분주된 액적의 부피를 측정하였다. 분주된 액적의 부피는 멤브레인을 눌러주는 양압의 크기에 따라 증가하게 된다. 따라서 양압의 크기를 25 kPa 에서 100 kPa 까지 증가시켰으며, 이외의 작동 조건은 음압(-2 kPa), 양압을 가해준 시간(duration time) 10 ms, 음압을 가해준 시간(delay time) 200 ms 으로 고 정하였다. 또한 용액 저장소에서 용액을 디스펜서 로 전달하기 위한 압력(inlet pressure)은 1.0 kPa 으 로 일정하게 유지하였다. 액적의 평균 부피 및 표

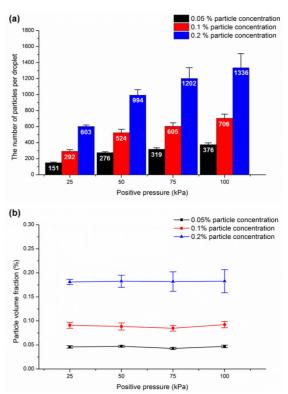


Fig. 7 (a) The mean number of dispensed particles per droplet and (b) the particle volume fraction vs. positive pressure for various particle concentrations (0.05% (black), 0.1% (red), and 0.2% (blue), volume ratio)

준편차(standard deviation)는 Fig. 6(a)에 나타내었다. 전체 입자 농도 및 압력 범위에서 분주된 액적의부피는 153 nL 에서 383 nL 까지 양압의 크기에 따라 증가하였으며, 변동계수(coefficient of variation, CV)는 1.9% 이내로 계산되었다. 동일한 작동 조건에서 입자를 포함한 용액의 경우 입자를 포함하지 않은 용액(탈이온수)의 경우에 비해 액적의부피가 다소 작게 측정 되었다. 이는 용액 속에포함된 입자들이 디스펜서의 용액 챔버의 바닥에쌓여서 멤브레인의 변형을 방해하는 것으로 보여진다(Fig. 6(c)).

동일한 실험 조건에서, 분주된 입자의 수와 입자의 부피율을 계산하였다. 입자 농도 및 양압 조건에 따른 분주된 입자의 수의 평균값 및 표준편차는 Fig. 7(a)에 나타내었다. 양압의 크기에 따라, 그리고 입자 농도에 따라 분주된 입자의 수는 일정하게 증가하는 것을 확인 할 수 있었다. 또한, 분주된 액적 속에서 차지하는 입자의 부피율을 계산한 결과(Fig. 7(b)), 같은 입자 농도에서 일정한부피율을 유지하는 것을 확인 할 수 있었다. 따라서 양압의 크기에 따라 액적의 부피가 증가하며, 그 속에 포함된 입자의 부피율을 일정하게 유지하며 입자의 수가 증가하는 것을 확인하였다.

4. 결론

본 연구에서 공압 방식의 디스펜싱 시스템을 이용하여 미세 액적에 포함된 입자들을 분주하였고, 이를 정량적으로 분석 하였다. 연속적으로 분주된 액적 속에 포함된 미세 입자의 수를 측정하기 위해 CD 표면을 사용하였으며, CD 표면 위에서 분주된 입자들은 증발 후 단층을 이루며 한곳으로모이는 것을 확인 하였다.

분주된 액적 속에 포함된 입자의 수 및 입자의 부피율을 측정한 결과, 가해준 양압의 크기 및 입 자의 농도에 따라 분주된 입자의 수가 일정하게 증가하는 것을 확인 하였다. 또한 양압의 크기에 따라 액적의 크기가 증가하더라도 액적 속의 입자 의 부피율은 일정하게 유지하는 것을 확인 하였다.

앞으로 세포 및 기능성 입자들의 미세 패턴을 형성하는 응용 연구에 본 디스펜싱 시스템을 활용 하여 그 성능 및 시스템의 적합성을 확인하는 연 구를 지속적으로 수행할 계획이다. 예를 들어, 조 직 공학에서 많이 사용되는 3 차원 세포 구조물을 형성하는 도구로써 활용하기 위하여, 본 시스템이 분주 과정에서 세포에 미치는 영향(cell viability and proliferation)에 대해서 분석하고, 나아가 alginate 와 같은 hydrogel(세포가 포함 된) 용액을 이용하여 직접 구조물을 만드는 응용 연구를 수행해 나갈 계획이다. 뿐만 아니라 인쇄 전자 분야에 이용되는 전도성 잉크를 이용한 미세 전극 패터닝 등다양한 기능성 재료들을 적용한 응용 및 본 시스템의 성능을 분석하는 연구를 수행할 계획이다. 이를 통해 확보된 본 시스템의 성능 및 적합성에 기반하여, 바이오 및 인쇄 전자 분야 등의 응용분야에서 제조 도구로 활용될 수 있을 것으로 기대된다.

후 기

본 연구는 지식경제부 '산업원천기술개발사업' 의 일환인 "진단 검사용 바이오 로봇 기술" 과제 (10024733)의 지원으로 수행되었습니다.

참고문헌

- Gans, B. J., Duineveld, P. C., and Schubert, U. S., "Inkjet printing of polymers: State of the art and future developments," Adv. Mater., Vol. 16, No. 3, pp. 203-213, 2004.
- Calvert, P., "Printing cells," Science, Vol. 318, pp. 208-209, 2007.
- Ringeisen, B. R., Othon, C. M., Barron, J. A., Young, D., and Spargo, B. J., "Jet-based methods to printing living cells," Biotechnology Journal, Vol. 1, No. 9, pp. 930-948, 2006.
- Seo, S., Park, S.-J., and Joung, J., "Micro patterning of nano metal ink for printed circuit board using inkjet printing technology," Journal of KSPE, Vol. 24, No. 5, pp. 89-96, 2007.
- Sirringhaus, H., Kawase, T., Friend, R. H., Shimoda, T., Inbasekaran, M., Wu, W., and Woo, E. P., "Highresolution inkjet printing of all-polymer transistor circuits," Science, Vol. 290, No. 5499, pp. 2123-2126, 2000.
- Street, R. A., Wong, W. S., Ready, S. E., Chabinyc, M. L., Arias, A. C., Limb, S., Salleo, A., and Lujan, R., "Jet printing flexible displays," Materials Today, Vol. 9, No. 4, pp. 32-37, 2006.
- 7. Mironov, V., Boland, T., Trusk, T., Forgacs, G., and

- Markwald, R. R., "Organ printing: computer-aided jet-based 3D tissue engineering," TRENDS in Biotechnology, Vol. 21, No. 4, pp. 157-161, 2003.
- Kim, J. Y., Yoon, J. J., Park, E. K., Kim, D. S., Kim, S.-Y., and Cho, D.-W., "Cell adhesion and proliferation evaluation of SFF-based biodegradable scaffolds fabricated using a multi-head deposition system," Biofabrication, Vol. 1, No. 1, Paper No. 015002, 2009.
- 9. Xu, T., Jin, J., Gregory, C., Hickman, J. J., and Boland, T., "Inkjet printing of viable mammalian cells," Biomaterials, Vol. 26, No. 1, pp. 93-99, 2005.
- Reis, N., Ainsley, C., and Derby, B., "Ink-jet delivery of particle suspensions by piezoelectric droplet ejectors," Journal of Applied Physics, Vol. 97, No. 9, Paper No. 094903, 2005.
- Nakamura, M., Kobayashi, A., Takagi, F., Watanabe, A., Hiruma, Y., Ohuchi, K., Iwasaki, Y., Horie, M., Morita, I., and Takatani, S., "Biocompatible inkjet printing technology for designed seeding of individual living cells," Tissue Engineering, Vol. 11, No. 11-12, pp. 1658-1666, 2005.
- 12. Demirci, U. and Montesano, G., "Single cell epitaxy by acoustic picolitre droplets," Lab Chip, Vol. 7, No. 9, pp. 1139-1145, 2007.
- Ringeisen, B. R., Kim, H., Barron, J. A., Krizman, D. B., Chrisey, D. B., Jackman, S., Auyeung, R. Y. C., and Spargo, B. J., "Laser printing of pluripotent embryonal carcinoma cells," Tissue Engineering, Vol. 10, No. 3-4, pp. 483-491, 2004.
- 14. Park, J.-U., Hardy, M., Kang, S. J., Barton, K., Adair, K., Mukhopadhyay, D. K., Lee, C. Y., Strano, M. S., Alleyne, A. G., Georgiadis, J. G., Ferreira, P. M., and Rogers, J. A., "High-resolution electrohydrodynamic jet printing," Nature Materials, Vol. 6, No. 10, pp. 782-789, 2007.
- Lee, S. and Kim, J., "Development and characterization of a cartridge-type pneumatic dispenser with an integrated backflow stopper," J. Micromech. Microeng., Vol. 20, No. 1, Paper No. 015011, 2010.
- 16. Ulmeanu, M., Zamfirescu, M., and Medianu, R., "Self-assembly of colloidal particles on different surfaces," Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects, Vol. 338, No. 1-3, pp. 87-92, 2009.