



MİKROSKOP İLE TÜMLEŞTİRİLMİŞ TEK EKSENLİ ÇEKME CİHAZI İLE PDMS'NİN VİSKOELASTİK KARAKTERİZASYONU

Sedat Doğru, Ayşe Su Giz, Bekir Aksoy, Y. Berk Arpacioğulları, Ateeq Ur Rehman ,
Halil Bayraktar, B. Erdem Alaca
Koç Üniversitesi, Sarıyer, İstanbul

ABSTRACT

Polydimethylsiloxane (PDMS) is frequently used in drug delivery systems, microfluidic devices, biomedical systems and biosensors due to its tunable mechanical and surface properties. In recent studies, the traction forces in sub-nanoNewton were measured by interpreting the deformation of PDMS micropillars which are precisely patterned at the submicron scale. Although PDMS is a well-known viscoelastic material, researchers did not take viscoelastic properties into account while reporting Poisson's ratio. The reported Poisson's ratio for PDMS varies between 0.45 and 0.50 and is considered time-independent despite of its viscoelasticity. Defining Poisson's ratio as a constant without referring to any strain definition provides an incomplete and incorrect picture. In this study, a detailed study of Poisson's ratio of PDMS will be carried out by integrating a uniaxial tensile stretcher with an optical microscope to capture images of a certain area in the field of view during stretching. We took viscoelastic properties of PDMS and strain definition into account to make a complete and proper definition of Poisson's ratio.

ÖZET

Polidimetilsiloksan (PDMS) ayarlanabilir mekanik ve yüzey özellikleri sayesinde biyomedikal, ilaç taşıyıcı sistemler, mikroakışkan çalışmalar ve biyolojik algılayıcılarda sıklıkla kullanılmaktadır. Günümüzde PDMS kullanılarak kontrollü bir şekilde mikron-altı (submicron) boyutta yapılar inşa edilmekte ve bu yapılar kullanılarak nanoNewton-altı kuvvetler ölçülebilmektedir. PDMS yapılarıdaki deformasyonları doğru bir şekilde kuvvet değerlerine çevirmek için PDMS'ye en uygun bünye (constitutive) modelin oluşturulması gerekmektedir. Doğrusal olmayan mekanik özelliklere sahip PDMS'nin detaylı bir karakterizasyonu yapılmış olmasına rağmen Poisson oranı rapor edilirken PDMS'nin viskoelastik özelliği hesaba katılmamıştır. PDMS için literatürde belirtilen Poisson oranı 0.45 ile 0.5 arasında değişmektedir. Poisson oranının kullanılan gerinim tanımından bağımsız ve statik şartlarda raporlanması eksik ve hatalı bir ifadedir. PDMS için detaylı bir Poisson oranı incelemesi içeren bu çalışmada tek eksenli bir çekme düzeneği optik mikroskop ile tümleştirilerek çekme esnasında test numunesinin belirli bölgelerinden mikroskop görüntüleri alınmıştır. Poisson oranını doğru ve eksiksiz olarak tanımlamak için PDMS'nin viskoelastik özelliği ve kullanılacak gerinim tanımları hesaba katılmıştır.

GİRİŞ

PDMS düşük yüzey gerilimine ve ayarlanabilir (tunable) elastikliğe sahip bir elastomer çeşididir. Yumuşak litografi (soft lithography) ile kolayca şekillenebilmesi mikrovalf, mikroalgılayıcı ve biyolojik arayüz malzemesi olarak sıklıkla tercih edilmesine yol açmıştır [1,2]. Dışarıdan gelen darbeleri iyi derecede sönümleyebildiği için mikro-elektromekanik sistemlerde (MEMS) yalıtım tabakası olarak da kullanılmaktadır. Kimyasal reaksiyona girmeyen PDMS, biyolojik çalışmalara uygun bir ortam oluşturur [3]. PDMS'nin yüksek esnekliği sayesinde biyomedikal sistemlerde cam, silisyum ve sert polimer gibi alttaş malzemelere göre daha avantajlı olduğu görülmüştür [4]. Biyo MEMS çalışmalarında PDMS mikrodirekler (micropillar) oluşturularak hücre içi mekanik kuvvetler ölçülmüştür. Hücre mekaniği çalışmalarında hücrelere mekanik kuvvet uygulamak için alt katman olarak da sıklıkla tercih edilmektedir [5]. Yapılan bu tür ölçümlerin doğruluğu, PDMS için kullanılacak bünye (constitutive) modelin uygunluğuna bağlıdır. Modelin doğru bir şekilde oluşturulması, malzemedeki deformasyon ölçümlerinin hassas bir şekilde eşlenik tepki kuvvetlerine çevrilmesinde büyük önem taşımaktadır. Bu sebeple PDMS malzemelerin mekanik özelliklerini araştırmak ve karakterize etmek gereksinimi ortaya çıkmıştır. Mikro algılayıcılar ve biyomedikal gibi özgün çalışma alanlarında kullanılan PDMS'nin mekanik özellikleri detaylı bir şekilde incelenmiştir [6,7]. Bu çalışmalarda elastisite modülü hesaplaması ön plana çıkmıştır. PDMS membran kalınlığına bağlı olarak elastisite modülü değerleri farklılık gösterir. Bunun sebebi üretim sırasında meydana gelen polimer zincirlerin dizilişleridir. Diğer bir çalışmada ise PDMS'nin sentezlenme sıcaklığının mekanik özelliklere etkisini raporlamıştır [8,9]. Bu çalışmalara göre elastisite modülü, sentezleme sıcaklığıyla doğru ve numune kalınlığı ile ters orantılı olarak değişmektedir.

PDMS, bilinen bir viskoelastik malzeme olmasına rağmen birçok araştırmacı tarafından formülasyon kolaylığı açısından lineer elastik malzeme kategorisinde değerlendirilmektedir [10]. Bu varsayım hesaplamalarda ve dinamik tepkilerin yorumlanmasında hatalara yol açmaktadır. PDMS'nin viskoelastik malzeme olarak ele alındığı çalışmalarda elastisite modülünün uygulanan gerinim hızına (strain rate) ve geçen zamana (elapsed time) bağlı olduğu belirtilmiştir [11,12]. Lin [10], çalışmasında PDMS mikrodirekler üreterek hücre mekanik kuvvetleri ölçmeyi hedeflemiştir. Bu çalışmasında PDMS'nin karakteristik özelliklerinin yükleme hızına ve zamana bağlı olarak ifade edilmesi gerektiğini ve bu özellikler sabit kabul edildiğinde ise ortaya hatalı sonuçlar çıkacağını belirtmiştir. Çalışmanın devamında elastisite modülünün yükleme frekansına bağlı sonuçları elde edilmiştir.

Elastisite modülü için yürütülen çalışmalar literatürde geniş bir yer kaplamasına rağmen Poisson oranına ilişkin çalışmalar sınırlı sayıdadır. Elastisite modülü gibi Poisson oranı da mekanik karakterizasyonda tespit edilmesi gereken bir malzeme özelliğidir. Poisson oranı genellikle enine (lateral) olan yüzdelik daralmanın aksel gerinime oranı olarak tanımlanmakta ve malzeme sabiti olarak kabul edilmektedir. Elastisite modülü için detaylı olarak yapılan çalışmalar Poisson oranı için yapılmamıştır. Bu yüzden literatürde kesin bir Poisson oranı değerine rastlanılmamaktadır [13]. Belirtilen değerler 0.45-0.50 arasında değişmektedir [14-17]. Bununla birlikte, düşük gerinim değerleri için bazı kaynaklar PDMS'nin Poisson oranının 0.499 olarak alınmasını tavsiye etmektedirler [18]. Poisson oranının sabit kabul edilmesi ve oran hesaplanırken kullanılan gerinim tanımının belirtilmemesi eksikliklere yol açmaktadır. Lineer viskoelastik malzemeler için Poisson oranı genellikle gerinim (stress) ve termal genişlemeye (thermal expansion) bağlıdır [19]. Çok nadir ve aşırı kısıtlayıcı koşullarda Poisson oranları sabit bir değere yaklaşmaktadır. Poisson oranını sabit, zaman ve gerilmeden bağımsız olarak tanımlamak formüllerde hataya yol açmaktadır.

Bu alıřmada kullanılan ekme sistemi ile lokal mekanik karakterizasyon yapılabileceđi nceki alıřmalarda gsterilmiřtir [20].

Bu alıřmada, literatrde PDMS'nin Poisson oranı ile ilgili mevcut karıřıklık ele alınmaktadır. PDMS'nin Poisson oranının sabit kabul edilmesi, ekme oranına ve zamana bađlı yksek znrlkte ve hassasiyette raporlanmamıř olması ve ayrıca raporlanan deđerlerin hangi gerinim tanımı ile alakalı olduđunun belirsiz kalması, PDMS ince filmlerinin kullanıldıđı alıřmalarda model ile ilgili problemler yaratmaktadır. Poisson oranını dođru ve eksiksiz olarak tanımlamak iin PDMS'nin viskoelastik zelliđi ve kullanılan gerinim tanımları hesaba katılmıřtır. alıřmamızın devamında burada anlattıđımız sistem ile Poisson oranı ykleme esnasında ve hangi gerinim tanımı kullanıldıđı belirtilerek hesaplanacaktır.

DENEYSEL DZENEK

Numune Hazırlıđı

Deneylerde dikdrtgen PDMS test numunesi ekme cihazına takılarak gerilmiřtir. İlgili deformasyon, mikroskopla tmleřtirilmiř bir kamera sistemi ile kaydedilmiř ve temassız řekilde paracık takibi kullanılarak gerinim ve Poisson oranları hesaplanmıřtır.

PDMS test numunesini hazırlamak iin Down Corning tedariki firmadan alınan Sylgard 184 ncl polimer ve krleřtirici solsyon 1:10 oranında karıřtırılmıřtır. Daha sonra bu karıřıma 4 $\mu\text{L/g}$ konsantrasyonunda 0.5 μm apında polistiren mikrokreler ayarlanabilir mikropipet yardımıyla eklenmiřtir. Karıřıma eklenen mikrokreler, gerinim lmnde takip edilecek paracıkları oluřtururlar. Karıřım, silisyum pul zerine fotolitografi ile řekillendirilmiř SU-8 malzemesinden yapılmıř kalıplara dklerek 135 μm kalınlıđında numuneler elde edilmiřtir. Kalıplar 23mm x 54 mm boyutlarında olup, numunenin ekme aletine tutturulabilmesi iin křelerde 6 mm aplı delikler aacak stunlar bulunmaktadır. Kalıplar iindeki solsyon, 24 saat oda sıcaklıđında bekletilerek krleřtirilmiř, krleřen numuneler kalıplardan ıkartılarak mekanik testlere hazır hale getirilmiřtir.

ekme Cihazı

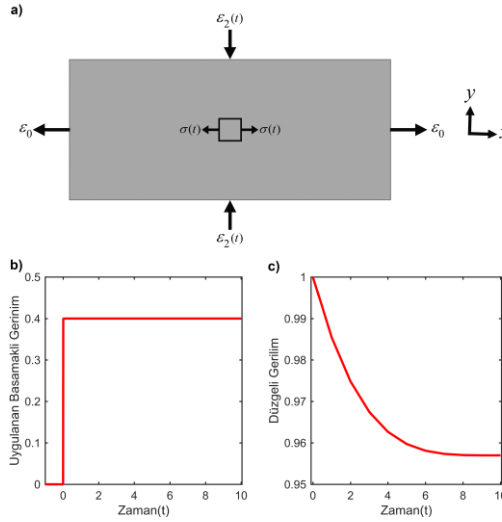
Mekanik testlerde mikro lekte gerilim hesabı yapmak iin zelleřtirilmiř ekme cihazı bir mikroskop ile tmleřtirilerek kullanılmıřtır. ekme cihazı alminyum sigma profillerden oluřan bir ereveye takılı olan bir yk hcresi (Interface SMT1-5N) ve izgisel hareketli step motordan (IMS MDrive23™ Serisi) oluřmaktadır. ekme hareketi numune merkezini koruyabilmek amacı ile iki taraftan verilmektedir. İki ynl hareket kasa sistemi ile sađlanmıřtır. Bylece mikroskopun aynı noktaya odaklanması ve dolayısıyla test boyunca grř sahasında aynı mikro kreciklerin yer alması sađlanmıřtır. Sırasıyla ekme testleri ve gerilme gevřemesi testleri yapılmıřtır. Kullanılan deney dzeneđi ekipmanları řekil 1'de gsterildiđi gibidir ve testler sabit sıcaklıkta tutulan laboratuvarında gerekleřtirilmiřtir.



řekil 1. Tek eksenli ekme cihazı

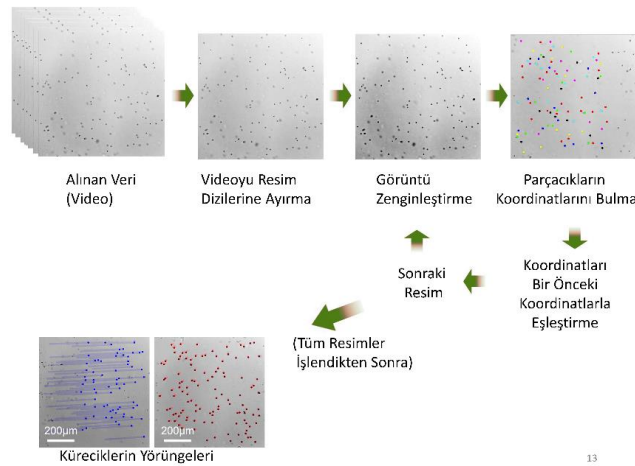
FORMÜLASYON

Şekil 2’de numuneye uygulanacak basamaklı gerinim, hesaplanacak enine anlık gerinimler ve gerilme gevşemesi gösterilmiştir. Şekil 2 b ve c’de gevşeme gerilmesi testi için girdi ve çıktı örnekleri temsil edilmiştir. Bu örneğe göre numuneye %40 basamaklı bir gerinim uygulanmış (Şekil 2b) ve bunun sonucunda numunede zamana bađlı gerilme gevşemesi normalize edilerek gösterilmiştir (Şekil 2c).



Şekil 2. a) Numune üzerinde oluşan gerinimlerin ve gerilme gevşemesinin şematik gösterimi. b) Gerilme gevşemesi testi için uygulanacak basamaklı gerinim. c) Test sırasında gevşeyen gerilmenin normalize edilerek temsili.

Elde edilen görüntüler MATLAB yardımıyla Şekil 3’deki gibi işlenerek küreciklerin yörüngeleri bulunmuştur. Görüntü işleme yöntemi, deneyde çekilen videoların resim dizilerine ayrılmasıyla başlar. Her bir resim dizisinde görüntü zenginleştirme işlemi yapılmış ve daha sonra bu resimlerde bulunan parçacıkların (benekli desenler, numunedeki mikroküreler) koordinatları birleştirilerek mikrokürelerin yörüngeleri elde edilmiştir.



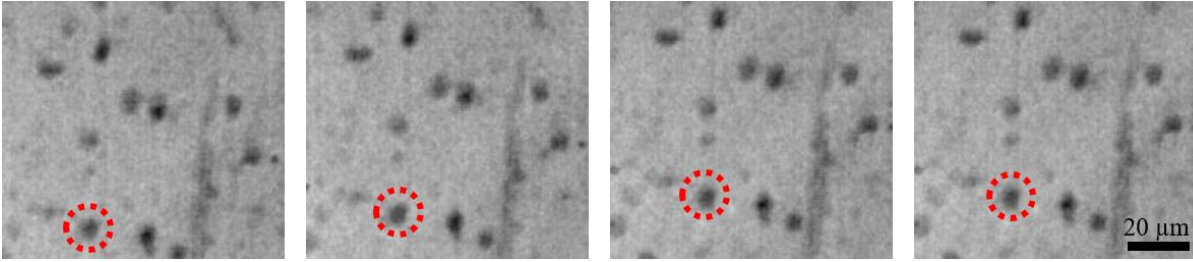
Şekil 3. Görüntü işleme metodu ile küreciklerin yörüngelerin bulunması

Deney verilerinden parçacıkların her görüntü (frame) için pozisyon bilgisi elde edilmiş ve Delaunay üçgenlemesiyle birbirlerine bağlandıktan sonra her üçgendeki noktaların koordinatları için aşağıdaki formüller uygulanarak iki boyuttaki gerinim bileşenleri elde edilmiştir. Daha sonra elde edilen gerinim bilgilerinden Hencky gerinim tanımı kullanılarak Poisson oranı bulunmuştur. Hencky gerinimi kullanılarak bulunan Poisson oranı

$$\nu^H = \frac{\varepsilon_{yy}}{\varepsilon_{xx}}$$

şeklinde ifade edilebilir.

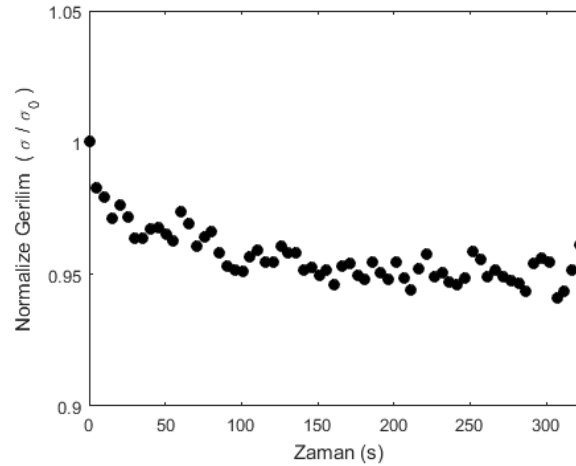
DENEY SONUÇLARI



Şekil 4. Çekme işlemi sırasında takip edilen partiküllerin farklı zamanlardaki görüntüleri

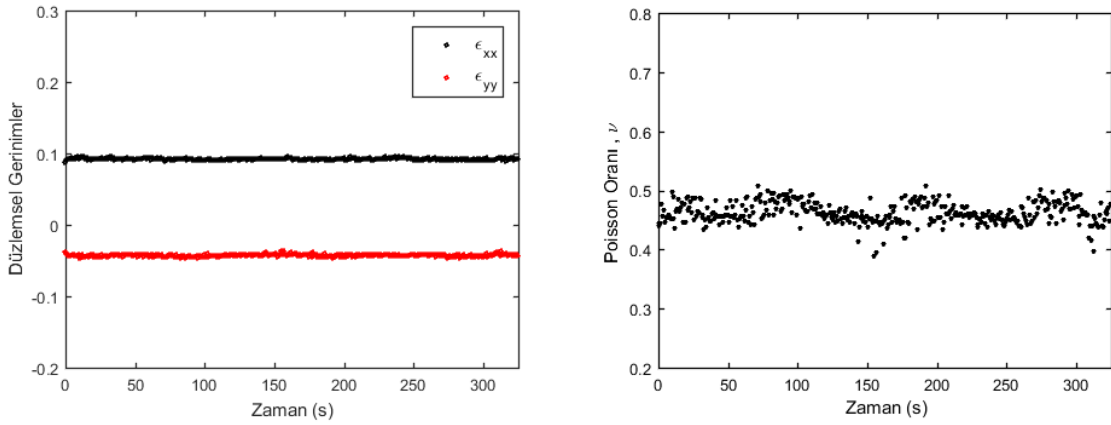
Çekme işlemi sırasında kaydedilen mikroskop görüntüleri Şekil 4'te gösterilmiştir. Partiküllerin hareketini vurgulamak için bir partikül kırmızı kesik çizgi ile çevrelenmiştir. Farklı zamanlardaki görüntülerde partiküllerin pozisyon değiştirdiği mikroskop kayıtlarında açıkça görülmektedir. Çekme işlemi süresince partiküllerin mikroskop görüntüleme alanında kalması gerinim ve Poisson oranı hesabı için önemlidir. Çekme işlemi sırasında aldığımız görüntülerden de görüldüğü gibi partiküller çekme işlemi süresince görüntüleme alanında kalmışlardır.

Sabit deformasyon altında tutulan numuneden ölçülen gerilim değerinin zamana bağlı değişimi Şekil 5'te gösterilmiştir. %20'lik deformasyon uygulanan numune step motorun hareketi durdurularak sabit gerinim altında tutulmuştur. Ölçülen gerilim değerleri step motor durdurulduğu andaki gerilim değeri ile normalize edilmiştir. Görüldüğü gibi sabit gerinim altında ölçülen gerilim değerleri zamanla azalmıştır. Gerilim gevşemesi 6 dakika sonunda başlangıç gerilim değerinin yaklaşık %95'ine ulaşmıştır.



Şekil 5. Sabit gerinim altında tutulan PDMS'nin zamana bađlı gerilim grafiđi

Numuneye basamaklı gerinim verilmiř ve sonrasında 6 dakika boyunca partiküllerin hareketi mikroskop kamerası ile kaydedilmiřtir. Partiküllerin yer deđiřtirme verileri kullanılarak düzlemsel gerinimler lokal olarak hesaplanmıřtır. Lokal gerinim bileřenlerinin zamana bađlı deđiřimi Şekil 6(a)' da gösterilmiřtir. Eksenel gerinim %10'a yakın bir deđere ulařmıř ve sabit gerinim altında, beklendiđi gibi deđiřmemiřtir. Enine gerinim ise negatif yönde yaklařık %5'lik bir deđere ulařmıř ve sabit eksenel gerinim altında kayda deđer bir deđiřim göstermemiřtir. Hesaplanan lokal gerinim deđerleri kullanarak, sabit gerinim altında Poisson oranının zamana bađlı deđiřimi incelenmiřtir (Şekil 6(b)). Poisson oranı 0.45-0.5 deđerleri arasında deđiřiklik göstermiřtir; ancak dađılımdan da görülebileceđi gibi zamana bađlı düzenli artış veya azalış gözlenmemiřtir.



Şekil 6. Sabit gerinim altında tutulan PDMS'nin zamana bađlı (a) lokal düzlemsel gerinimler ve (b) Poisson oranı grafiđi

SONUÇ

Bu alıřmada viskoelastik zellik gsteren ince polimer filmlerin mekanik zelliklerinin lokal lmne ynelik bir teknik geliřtirilmiřtir. Bu teknik kapsamında polimerlerin viskoelastik zelliđi gz ardı edilmeden, zamana bađlı mekanik zelliklerinin lokal olarak saptanabileceđi PDMS polimerinin mekanik zellikleri saptanarak gsterilmiřtir. alıřmanın ileriki safhalarında ekme oranı ve gerinim tanımının farklı polimerlerin Poisson oranına etkisi incelenecektir. Geliřtirilen teknik mikroskop ile uyumlu olduđu iin hcre mekaniđi alıřmalarında kullanılabilir. Hcre mekaniđi alıřmalarında kullanılan polimerin mekanik zelliklerini dođru tanımlamak kritik neme sahiptir. Geliřtirilen teknik bu aıdan nemli bir avantaj sađlamaktadır.

TEŐEKKR

Bu alıřma Trkiye Bilimsel ve Teknolojik Arařtırma Kurumu (TBİTAK) tarafından 116F397 sayılı proje kapsamında desteklenmiřtir.

KAYNAKLAR

1. Occhetta, P., et al. "Fabrication of 3D cell-laden hydrogel microstructures through photo-mold patterning." *Biofabrication* 5.3 (2013): 035002.
2. Schneider, F., et al. "Adaptive fluidic PDMS-lens with integrated piezoelectric actuator." *Micro Electro Mechanical Systems, 2008. MEMS 2008. IEEE 21st International Conference on. IEEE, 2008.*
3. Jo, B-H., et al. "Three-dimensional micro-channel fabrication in polydimethylsiloxane (PDMS) elastomer." *Journal of microelectromechanical systems* 9.1 (2000): 76-81.
4. Johnston, I. D., et al. "Mechanical characterization of bulk Sylgard 184 for microfluidics and microengineering." *Journal of Micromechanics and Microengineering* 24.3 (2014): 035017.
5. Aydin, O., et al. "Time-resolved local strain tracking microscopy for cell mechanics." *Review of Scientific Instruments* 87.2 (2016): 023905.
6. Ltters, J. C., et al. "The mechanical properties of the rubber elastic polymer polydimethylsiloxane for sensor applications." *Journal of Micromechanics and Microengineering* 7.3 (1997): 145.
7. Mata, Alvaro, Aaron J. Fleischman, and Shuvo Roy. "Characterization of polydimethylsiloxane (PDMS) properties for biomedical micro/nanosystems." *Biomedical microdevices* 7.4 (2005): 281-293.
8. Liu, Miao, et al. "Thickness-dependent mechanical properties of polydimethylsiloxane membranes." *Journal of micromechanics and microengineering* 19.3 (2009): 035028.
9. Liu, Miao, Jianren Sun, and Quanfang Chen. "Influences of heating temperature on mechanical properties of polydimethylsiloxane." *Sensors and Actuators A: Physical* 151.1 (2009): 42-45.
10. Lin, I-Kuan, et al. "Viscoelastic characterization and modeling of polymer transducers for biological applications." *Journal of Microelectromechanical systems* 18.5 (2009): 1087-1099.
11. VanLandingham, Mark R., et al. "Viscoelastic characterization of polymers using instrumented indentation. I. Quasi-static testing." *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics* 43.14 (2005): 1794-1811.
12. White, C. C., et al. "Viscoelastic characterization of polymers using instrumented indentation. II. Dynamic testing." *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics* 43.14 (2005): 1812-1824.
13. Johnston, I. D., et al. "Mechanical characterization of bulk Sylgard 184 for microfluidics and microengineering." *Journal of Micromechanics and Microengineering* 24.3 (2014): 035017.
14. Khanafer, K., Duprey, A., Schlicht, M., Berguer, R. 2009. "Effects of strain rate, mixing ratio, and stress-strain definition on the mechanical behavior of the

- polydimethylsiloxane (PDMS) material as related to its biological applications”, *Biomedical Microdevices*, 11(2), 512-8.
15. Chiche, A., Stafford, C.M., Cabral, J.T. 2008. “Complex micropatterning of periodic structures on elastomeric surfaces”, *Soft Matter*, 4, 2360-2364.
 16. Studer, V., Hang, G., Pandolfi, A., Ortiz, M., Anderson, W.F., Quake, S.R. 2004. “Scaling properties of a low-actuation pressure microfluidic valve”, *Journal of Applied Physics*, 95, 393.
 17. Du, P., Lin, I.K., Lu, H., Zhang, X. 2010.” Extension of the beam theory for polymer bio-transducers with low aspect ratios and viscoelastic characteristics”, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 20, 13.
 18. Kubby, Joel A. “Review of ‘Introduction to BioMEMS’ by Albert Folch.” *BioMedical Engineering OnLine* 12 (2013): 25. PMC. Web. 30 Apr. 2017.
 19. Hilton, H.H. 2001. “Implications and Constraints of Time-Independent Poisson Ratios in Linear Isotropic and Anisotropic Viscoelasticity”, *Journal of elasticity*, 63. 221-251.
 20. Aksoy, B., et al. "High-resolution spatiotemporal strain mapping reveals non-uniform deformation in micropatterned elastomers." *Journal of Micromechanics and Microengineering* 27.4 (2017): 045008.