

CONFEÇÃO DE UM PERFURADOR DE LAMÍNULAS DE VIDRO POR CORROSÃO ÁCIDA

Heron Dominguez Torres da Silva e Claudimir Lucio do Lago*

Departamento de Química Fundamental, Instituto de Química, Universidade de São Paulo, Av. Prof. Lineu Prestes, 748, 05508-900 São Paulo - SP

Recebido em 9/4/02; aceito em 14/6/02

A GLASS PLATE DRILLER BY ACID CORROSION. A simple device for glass plate drilling, which is an important step in microfabrication procedures, is described. A reservoir of concentrated hydrofluoric acid with a hole in its bottom is affixed against the glass plate. Leakage is prevented by using a neoprene O-ring. A plastic pipet tip inserted in the reservoir, close to the corrosion region, provides forced convection by pressure variations inside it. A device to make 5 simultaneous holes in a plate is also presented. For a 140 μm thickness alkaline glass lamina and 1/8" O-ring, 5 holes are drilled in 20 min.

Keywords: microfabrication; micro total analysis system; drilling; glass plate.

INTRODUÇÃO

Dentre as tendências atuais da química analítica, a dos micro-sistemas de análise total ("micro total analysis system" - μTAS) é, sem dúvida, a que apresenta as mais diversas possibilidades¹⁻⁸. De sistemas de separação baseados em eletroforese capilar e cromatografia a implementações de sistemas de análise por injeção em fluxo em micro-escala, aplicações em número expressivo foram e continuam sendo apresentadas.

Ao contrário do que alguns imaginam, não é a simples miniaturização o que desperta tanto interesse, mas as possibilidades de aumento de eficiência e o uso de novos princípios que surgem com a redução de escala.

Embora muito ativa em nível internacional, a área ainda conta com iniciativas modestas no Brasil. Uma das causas aparentes para esta defasagem é a crença de que sofisticadas técnicas de micro-fabricação, realizadas em ambientes limpos, são sempre necessárias para a construção dos dispositivos. A literatura possui diversos exemplos de aproximações simples e que resultam em dispositivos úteis⁹⁻¹³. No sentido de sugerir alternativas úteis à micro-fabricação, o objetivo desta nota é introduzir uma simples técnica de perfuração de lamínulas de vidro – etapa presente nos processos de fabricação de dispositivos micro-fluídicos – que pode servir à implementação de diversos dispositivos μTAS .

Uma das técnicas mais bem estabelecidas para fabricação de dispositivos micro-fluídicos é a vidro-vidro¹⁴⁻¹⁸, isto é, os micro-canais são formados por corrosão de uma base de vidro plano e uma segunda placa de vidro é soldada posteriormente sobre esta. O acesso aos canais pode ser feito pela lateral da estrutura de vidro – desde que os canais atinjam a borda da mesma. Porém, a aproximação mais comum é a perfuração de uma das placas de vidro. Em muitos casos, estes furos são também utilizados como reservatórios de solução.

A estratégia utilizada por Jacobson e colaboradores^{17,18} na fase inicial de seu trabalho foi a confecção de canais em lâminas de vidro de microscópio por técnicas fotolitográficas e posterior recobrimento com a correspondente lamínula. Esta parece ser uma das melhores estratégias para aqueles que estão em estágio semelhante. Porém, uma das deficiências encontradas era a necessidade de se fazer o

acesso aos canais nas bordas da lamínula, já que esta era utilizada integralmente (sem furos).

Nesta nota técnica, um procedimento simples e versátil para perfuração de lamínulas é descrito. Ao invés de utilizar perfurador ultrassônico ou broca diamantada, ambos de custo relativamente elevado, a perfuração é conseguida por corrosão com ácido fluorídrico aplicado de forma localizada.

PARTE EXPERIMENTAL

A fórmula básica consiste em utilizar um dispositivo que contenha um reservatório para o ácido fluorídrico e que pressione o fundo deste reservatório contra a lamínula, utilizando um anel de vedação. A Figura 1 mostra em detalhe como isso é conseguido. Embora seja possível utilizar um reservatório de grandes dimensões, o que garante disponibilidade de ácido fluorídrico, a corrosão é lenta porque a renovação da solução na região próxima ao vidro se dá basicamente por difusão.

Para aumentar a velocidade de corrosão, um sistema que força a convecção nesta região foi acrescentado. Uma ponteira plástica de pipetador automático é posicionada a uma distância muito pequena da superfície (Figura 1) e movimentos de sucção e expulsão de líquido do seu interior garantem a convecção necessária.

Uma vez que ácido fluorídrico concentrado é utilizado, deve-se tomar extremo cuidado com o seu manuseio, assim como escolher materiais adequados para este fim. O procedimento descrito a seguir

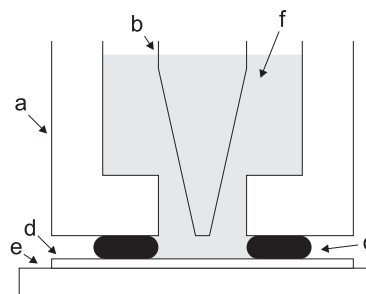


Figura 1. Esquema geral do dispositivo para corrosão de vidro: (a) reservatório de solução corrosiva; (b) ponteira plástica; (c) anel O-ring; (d) lamínula de vidro; (e) suporte plástico; (f) solução corrosiva

*e-mail: claudemi@iq.usp.br

mostra como um dispositivo para corrosão pode ser implementado. No entanto, é possível adaptá-lo facilmente para outras configurações.

A Figura 2 mostra uma visão das partes necessárias para promover a corrosão de cinco orifícios simultaneamente sobre a mesma lamínula, o que mostra que, além de simples e versátil, a estratégia aumenta a velocidade de produção quando comparada à furação individual.

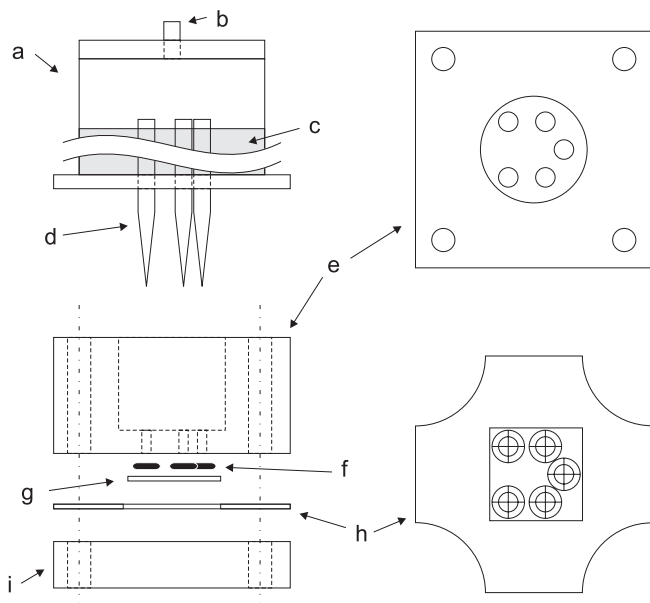


Figura 2. Visão explodida do dispositivo para corrosão de cinco orifícios em lamínula de 20 x 20 mm: (a) agitador pneumático de solução; (b) entrada e saída de ar; (c) resina de poliéster para imobilização das ponteiros; (d) ponteiros; (e) bloco reservatório (vista lateral e superior); (f) anéis de vedação; (g) lamínula de vidro; (h) filme de poliéster com a matriz de furação impressa (vista lateral e superior); (i) base em acrílico

O primeiro passo consiste na definição da matriz de furação. Isto foi realizado, em nosso caso, utilizando-se o programa CorelDRAW 7 (Corel, Versão 7.468). Uma vez impressa, a matriz orientou a furação no fundo do bloco reservatório (Figura 2) confeccionado em PVC. Uma cópia da matriz foi impressa em filme de poliéster de transparência a laser (3M, modelo 3300), a qual foi recortada e posicionada sobre a base de acrílico de 10 mm de espessura. Este filme de poliéster auxilia no posicionamento da lamínula de vidro alcalino nº 1 de 20 x 20 mm e 140 μm de espessura (Marienfeld, Alemanha) e anéis O-ring de neoprene (borracha nitrílica com diâmetro interno de 1/8", diâmetro externo de 1/4") sobre a base. Após este posicionamento, o bloco reservatório é firmemente fixado com o uso de quatro parafusos de 1/8" de diâmetro.

Um conjunto de cinco ponteiros de polipropileno de 1 mL foram imobilizadas com resina de poliéster isoftálica Centerpol 742 (Fiber Center, Santo André - SP) sobre uma placa de acrílico de 5 mm de espessura, após perfuração da mesma. Esta é uma etapa que exige um cuidado especial, pois a extremidade da ponteira deve ser centralizada no furo e atingir o mesmo nível do fundo do bloco reservatório. Desta forma, após a fixação contra os anéis de vedação, as ponteiros ficam a aproximadamente 260 μm da superfície do vidro. Este cuidado no posicionamento é importante para garantir uma taxa de corrosão uniforme em todos os orifícios. A contenção da resina de poliéster foi feita por um tubo de acrílico de 350 mm de diâmetro

interno, podendo ser substituído por PVC. Este tubo foi fechado na parte superior, servindo também como câmara onde o ar é comprimido e expandido para forçar a movimentação do ácido no interior das ponteiros. A compressão e descompressão foram conseguidas pelo uso de uma seringa de 1 mL conectada à câmara por tubo plástico.

O conjunto utilizado para forçar a convecção requer a utilização de diferentes materiais e deve-se destacar a escolha destes. A idéia durante a convecção forçada é aspirar a solução de corrosão até preencher parcialmente a ponteira, evitando o transbordamento do líquido no interior da câmara. Desta forma, a parte crítica em termos de exposição à corrosão é a própria ponteira, que é confeccionada em material resistente ao ácido. Os materiais descritos têm apresentado boa resistência à exposição dos vapores corrosivos. Embora ocorra antes de deterioração aparente, os anéis de vedação utilizados têm sido substituídos a cada 10 operações. Deve salientar-se que nenhuma parte deve ser confeccionada em vidro.

O procedimento que tem sido utilizado para a corrosão de lamínulas de vidro alcalino de 140 μm de espessura é o seguinte. Após a fixação da lamínula como descrito anteriormente, o bloco reservatório é preenchido com ácido fluorídrico 40 % (v/v) (Merck, RJ). O conjunto para convecção forçada é posicionado sobre o bloco reservatório. Inicialmente são realizados dez movimentos com a seringa, deslocando aproximadamente 1 mL de ar em seu interior em cada um deles. Este procedimento evita que bolhas de ar sejam alojadas nos orifícios, o que diminuiria a disponibilidade de solução corrosiva e levaria a taxas de corrosão não uniformes em cada um deles. Após este estágio inicial, a solução é movimentada pelo deslocamento de 1 mL na seringa a cada 5 min. Em nosso caso, o tempo ótimo de corrosão tem sido de 20 min. Após este período, a solução contida no reservatório é vertida sobre 100 mL de solução aquosa 20% de NaOH (volume suficiente para cinco operações com segurança). Este procedimento, que deve ser feito com cuidado, gera um resíduo mais apropriado para descarte. O reservatório é lavado várias vezes com água destilada antes que o conjunto seja desmontado. Após sua remoção, a lamínula deve ser lavada cuidadosamente para garantir que nenhum resíduo ácido dê continuidade ao processo corrosivo. O mesmo cuidado de limpeza deve ser tomado com as partes do dispositivo construído.

A Figura 3 mostra como o processo de corrosão se processa. Devido à isotropia, a lamínula não é corroída somente no sentido da espessura. A corrosão ocorre também sob o anel de vedação numa extensão que, devido à maior estagnação da solução neste local, é um pouco inferior àquela que ocorre no sentido da espessura da lamínula. Assim, após a perfuração da lamínula, o processo deve ser imediatamente interrompido.

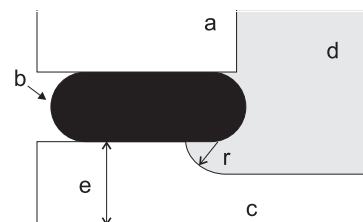


Figura 3. Detalhe da região próxima ao anel de vedação durante a corrosão: (a) bloco reservatório; (b) anel de vedação; (c) lamínula de vidro; (d) solução corrosiva. A corrosão ocorre numa extensão aproximadamente uniforme (r) e deve ser interrompida quando esta atinge o valor da espessura (e) da lamínula

RESULTADOS E DISCUSSÃO

O aspecto do orifício é mostrado na Figura 4. Quando o tempo ótimo é utilizado, o orifício formado possui o diâmetro médio de 3,2 mm. A Figura 4b mostra o aspecto do orifício formado quando a lamínula é exposta à solução corrosiva por um período adicional de cinco minutos. Nota-se o aumento do diâmetro e a formação de bordas irregulares.

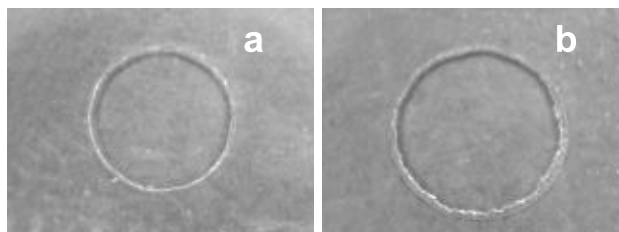


Figura 4. Fotografias do orifício gerado em lamínula de 140 μm de espessura quando o tempo utilizado é o ótimo (a) e quando este é excedido em 5 min (b)

Com a utilização de tempos muito superiores ao ótimo, o diâmetro do furo pode aumentar a ponto do anel O-ring não conseguir conter a solução corrosiva. Com isso, não apenas a peça gerada é perdida como também ocorre um derramamento da solução nas imediações. Assim, mesmo tendo sido estabelecido o tempo ótimo, é conveniente realizar o processo em uma bandeja plástica para evitar acidentes.

Ao invés de ácido fluorídrico concentrado, pode-se utilizar uma solução tampão à base de ácido fluorídrico e fluoreto de amônio (6 volumes de NH_4F 400 g/L + 2 volumes de HF 40% (v/v)). Devido ao controle do pH, esta solução permite obter uma taxa de corrosão mais uniforme durante sua vida útil, o que facilita seu reaproveitamento. No entanto, o tempo de corrosão aumenta significativamente (55 min em nosso caso).

O processo pode ser facilmente adaptado para corrosão de outras peças de vidro – inclusive com espessuras maiores –, mas deve-se tomar alguns cuidados. Uma vez que o processo de corrosão é isotrópico, a espessura do vidro deve ser sempre menor que a espessura do anel de vedação. Caso contrário, ocorrerá o derrame de solução antes que o furo seja completado.

CONCLUSÃO

Considerando as perspectivas, cada vez mais acentuadas, de desenvolvimento da microfabricação para química analítica e o crescente interesse de grupos de pesquisa nesta área, concluímos que um sistema simples e de baixo custo para corrosão em vidro será de grande valia, principalmente para confecção rápida de protótipos.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) e ao Conselho Nacional de Pesquisa e Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

1. Manz, A.; Graber, N.; Widmer, H. M.; *Sens. Actuators, B* **1990**, *1*, 244.
2. Manz, A.; Fettingner, J. C.; Verpoorte, E.; Ludi, H.; Widmer, H. M.; Harrison, D. J.; *Trends Anal. Chem.* **1991**, *10*, 144.
3. Harrison, D. J.; Flury, K.; Seiler, K.; Fan, Z.; Effenhauser, C. S.; Manz, A.; *Science* **1993**, *261*, 895.
4. Manz, A.; Harrison, D. J.; Verpoorte, E.; Widmer, H. M.; *Adv. Chromatogr.* **1993**, *33*, 1.
5. Blankenstein, G.; Larsen, U. D.; *Biosens. Bioelectron.* **1998**, *13*, 427.
6. Manz, A.; *Chimia* **1996**, *50*, 140.
7. Kutter, J.; *Trends Anal. Chem.* **2000**, *19*, 352.
8. Figeys, D.; Ocata, M. D. S.; Pinto, D.; *Anal. Chem.* **2000**, *72*, 350.
9. Fintschenko, Y.; Berg, A.; *J. Chromatogr.* **1998**, *891*, 3.
10. McCreedy, T.; *Trends Anal. Chem.* **2000**, *19*, 396.
11. Soper, S. A.; Ford, S. M.; Qi, S.; McCarley, R. L.; Kelly, K.; Murphy, M. C.; *Anal. Chem.* **2000**, *72*, 643A.
12. Martynova, L.; Locascio, L. E.; Galtan, M.; Kramer, G. W.; Christensen, R. G.; MacCrehan, W. A.; *Anal. Chem.* **1997**, *69*, 4783.
13. Silva, H. D. T.; *Dissertação de Mestrado*, Universidade de São Paulo, Brasil, 2001.
14. Harrison, J. D.; Manz, A.; Fan, Z.; Ludi, H.; Widmer, H. M.; *Anal. Chem.* **1992**, *64*, 1926.
15. Effenhauser, S. C.; Manz, A.; Widmer, H. M.; *Anal. Chem.* **1993**, *65*, 2637.
16. Seiler, K.; Harrison, D. J.; Manz, A.; *Anal. Chem.* **1993**, *65*, 1481.
17. Jacobson, S. C.; Hergenroder, R.; Koutny, L. B.; Ramsey, M. J.; *Anal. Chem.* **1994**, *66*, 1114.
18. Jacobson, S. C.; Hergenroder, R.; Koutny, L. B.; Ramsey, M. J.; *Anal. Chem.* **1994**, *66*, 2369.