

Tesis doctoral

Departamento de Ingeniería Electrónica  
Escuela Superior de Ingenieros  
Universidad de Sevilla

**Diseño y realización de una válvula de  
alta presión en silicio usando tecnología  
MEMS**

**Antonio Luque Estepa**

Ingeniero Industrial por la Universidad de Sevilla

Presentada en la

Escuela Superior de Ingenieros

de la

Universidad de Sevilla

para la obtención del

Título de Doctor Ingeniero Industrial

Autor: Antonio Luque Estepa

Director: Dr. José Manuel Quero Reboul, Catedrático de  
Universidad

15 de junio de 2005

**Diseño y realización de una válvula de  
alta presión en silicio usando tecnología  
MEMS**

Antonio Luque Estepa





# **Design and realization of a high pressure silicon MEMS microvalve**

by

**Antonio Luque Estepa**

M. E. (Universidad de Sevilla) 2000

Dissertation presented in partial fulfillment of the requirements for the  
degree of

Doctor in Philosophy

in

Industrial Engineering

by

Universidad de Sevilla

Director: Professor José Manuel Quero Reboul, PhD.

June 15th, 2005



*Scientists investigate that which already is; engineers create that which has never been.*

Albert Einstein (1879-1955)

*The central activity of engineering, as distinguished from science, is the design of new devices, processes and systems.*

Myron Tribus (1921-)

*Dedicada a mi familia, por haberme apoyado durante todos estos años, y a Cristina, por saber comprenderme como nadie*



# Índice general

<b>Resumen</b>	<b>19</b>
<b>Abstract</b>	<b>23</b>
<b>Notas del autor</b>	<b>25</b>
<b>1. Introducción y justificación del objetivo</b>	<b>29</b>
1.1. Introducción . . . . .	29
1.2. Sistemas microfluidicos . . . . .	30
1.3. Aplicaciones de una válvula microfluidica . . . . .	32
1.4. Especificaciones y objetivos . . . . .	35
<b>2. Técnicas existentes en microsistemas e investigaciones previas en dispositivos microfluidicos</b>	<b>39</b>
2.1. Introducción . . . . .	40
2.2. Microsistemas (MEMS) . . . . .	40
2.3. Técnicas de fabricación . . . . .	41
Materiales y sustratos • Oxidación y deposición de material • Fotolitografía • Grabado de material • Unión anódica y por fusión	
2.4. Mecánica de fluidos a escala microscópica . . . . .	50
2.5. Dispositivos microfluidicos . . . . .	53
2.6. Microválvulas existentes . . . . .	54
Huff 1990 • Shoji 1991 • Ohori 1997 • Yang 1997 • Henning 1998 • Vandelli 1998 • Capanu 2000 • Yobas 2001 • Takao 2002 • Wijngaart 2002 • Rich 2003 • Yobas 2003 • Selvaganapathy 2003 • Yang 2004 •	

Resumen y conclusiones	
<b>3. Diseño y modelado de la microválvula</b>	<b>71</b>
3.1. Introducción . . . . .	71
3.2. Esquema general . . . . .	72
3.3. Dimensionado . . . . .	73
3.4. Diseño de las máscaras . . . . .	76
3.5. Modelado matemático del comportamiento . . . . .	77
3.6. Simulación del comportamiento . . . . .	79
Simulaciones desacopladas • Simulaciones acopladas	
3.7. Conclusiones obtenidas de las simulaciones . . . . .	87
<b>4. Proceso de fabricación</b>	<b>93</b>
4.1. Introducción . . . . .	93
4.2. Consideraciones generales . . . . .	94
4.3. Depositiones de materiales . . . . .	96
4.4. Fabricación de las máscaras . . . . .	100
4.5. Fotolitografía . . . . .	102
4.6. Grabado del polisilicio . . . . .	105
4.7. Fotolitografía y grabados en la cara inferior . . . . .	106
4.8. Grabado profundo del silicio . . . . .	108
4.9. Liberación de la membrana . . . . .	109
4.10. Observaciones al proceso de fabricación . . . . .	111
<b>5. Caracterización del dispositivo</b>	<b>115</b>
5.1. Introducción . . . . .	115
5.2. Montaje del experimento . . . . .	116
5.3. Resultados obtenidos . . . . .	118
5.4. Pruebas de resistencia . . . . .	120
5.5. Discusión de los resultados . . . . .	121
5.6. Comparación con los resultados de simulación . . . . .	123
<b>6. Conclusiones</b>	<b>127</b>

6.1. Resultados de la investigación presentada . . . . .	128
Construcción de una microválvula de alta presión • Proceso de fabricación • Eliminación de la necesidad de unión de obleas • Válvula bies- table • Integrabilidad en sistemas microfluidicos • Integrabilidad en conjuntos bidimensionales • Tamaño reducido	
6.2. Líneas futuras de investigación . . . . .	135
Modificaciones en la máscara de los orificios de entrada y salida • Número y disposición de los canales de entrada y salida • Protección de la membrana durante la liberación y el secado • Protección del po- lisilicio durante la liberación de la membrana • Métodos de actuación alternativos • Integración de la válvula en sistemas completos • Usos alternativos • Líneas de investigación	
<b>A. Planificación de la fabricación en sala blanca</b>	<b>147</b>
<b>B. Símbolos y unidades empleados. Constantes físicas. Propiedades de materiales</b>	<b>153</b>
B.1. Símbolos y unidades empleados . . . . .	153
B.2. Valores de constantes físicas importantes . . . . .	154
B.3. Propiedades de los materiales empleados . . . . .	154
Silicio (Si) • Polisilicio (Poly) • Nitruro de silicio ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) • Óxido de silicio ( $\text{SiO}_2$ )	
<b>C. Sistema de unidades <math>\mu\text{MKSV}</math></b>	<b>157</b>
<b>Bibliografía</b>	<b>161</b>
<b>Índice alfabético</b>	<b>173</b>



# Índice de figuras

2.1. Esquema de la estructura de la válvula de Huff (1990) . . . .	54
2.2. Esquema de la estructura de la válvula de Shoji (1991) . . . .	55
2.3. Esquema de la estructura de la válvula de Ohori (1997) . . . .	57
2.4. Esquema de la estructura de la válvula de Yang (1997) . . . .	58
2.5. Esquema de la estructura de la válvula de Henning (1998) . .	58
2.6. Esquema de la estructura de la válvula de Vandelli (1998) . .	59
2.7. Esquema de la estructura de la válvula de Capanu (2000) . .	60
2.8. Esquema de la estructura de la válvula de Yobas (2001) . . . .	61
2.9. Esquema de la estructura de la válvula de Takao (2002) . . . .	62
2.10. Esquema de la estructura de la válvula de Wijngaart (2002) . .	63
2.11. Esquema de la estructura de la válvula de Rich (2003) . . . .	64
2.12. Esquema de la estructura de la válvula de Yobas (2003) . . . .	65
2.13. Esquema de la estructura de la válvula de Selvaganapathy (2003) . . . . .	66
2.14. Esquema de la estructura de la válvula de Yang (2004) . . . .	67
3.1. Estructura general del diseño . . . . .	73
3.2. Corte de la microválvula con la membrana eliminada para apreciar el interior. Se indican todas las dimensiones que se mencionan en el texto. También se enumeran los materiales que se utilizarán para la fabricación . . . . .	74
3.3. Forma de la máscara, y método de alineación . . . . .	77
3.4. Máscaras usadas en la construcción del modelo sólido en CoventorWare . . . . .	82

3.5. Modelo sólido construido en CoventorWare . . . . .	82
3.6. Mallado de la parte sólida de la estructura . . . . .	83
3.7. Deformaciones en la membrana como resultado de la presión uniforme . . . . .	84
3.8. Deformaciones en la membrana como resultado de la presión uniforme, dibujadas sobre la membrana deformada. . .	85
3.9. Tensión equivalente de Von Mises en la membrana, dibujada sobre la membrana deformada . . . . .	86
3.10. Mallado del dominio fluido . . . . .	86
3.11. Campo de velocidades en el fluido . . . . .	87
3.12. Distribución de presiones obtenida tras la simulación del dominio fluido . . . . .	88
3.13. Mallado de la zona de paso del fluido . . . . .	89
3.14. Diagrama de convergencia de la simulación FSI de ANSYS .	89
3.15. Deformación de la membrana por el paso del fluido. Vista lateral . . . . .	90
3.16. Deformación de la membrana por el paso del fluido . . . . .	90
3.17. Distribución de presiones en el fluido . . . . .	91
3.18. Campo de velocidades en el interior del dominio fluido . . .	91
3.19. Curva característica obtenida mediante simulación con ANSYS	92
4.1. Esquema general del proceso de fabricación, indicando los pasos más importantes . . . . .	94
4.2. Patrón simple de las máscaras POLY y HOLES. Las dimensiones están expresadas en micras . . . . .	101
4.3. Imagen al microscopio de las máscaras fabricadas . . . . .	103
4.4. Máscara aplicada a la oblea . . . . .	104
4.5. Dos imágenes al microscopio de la fotorresina depositada sobre la capa de polisilicio, justo después del revelado y el poscalentamiento . . . . .	105
4.6. Perfil de la capa de polisilicio después del grabado . . . . .	106
4.7. Vista de la forma creada en la capa de polisilicio. La imagen está tomada usando un microscopio SEM . . . . .	107
4.8. Imagen al microscopio óptico de la forma creada en la capa de polisilicio . . . . .	108

- 
- 4.9. Dos imágenes tomadas con microscopio óptico de la fotoresina aplicada en la cara inferior después de ser revelada. Se aprecian los orificios de entrada y salida del fluido y las marcas de alineación de la máscara . . . . . 109
- 4.10. Perfil de los orificios en la oblea después de una prueba de DRIE. Nótese que la perforación aún no es completa . . . . . 110
- 4.11. Imagen tomada después del grabado del silicio. La fotografía está hecha con un microscopio en el que se ha iluminado desde atrás la oblea para que se aprecie el orificio que se ha formado . . . . . 111
- 4.12. Vista al microscopio electrónico de la membrana y el orificio para el fluido. Se puede apreciar el espacio para la circulación del fluido . . . . . 112
- 4.13. Parte de la capa de polisilicio que queda en voladizo después de la liberación de la membrana . . . . . 113
- 4.14. Orificio pasante de  $100\ \mu\text{m}$  de diámetro, sin finalizar el grabado profundo del silicio . . . . . 114
- 5.1. Esquema del montaje del experimento. Se aprecia la cámara de presión, las tuberías para el aire a presión y el fluido de trabajo, la posición de los manómetros, y la bomba de pistón 116
- 5.2. Vistas del montaje experimental realizado . . . . . 117
- 5.3. Detalle de la configuración de la cámara de presión durante el experimento . . . . . 117
- 5.4. Dos válvulas idénticas se pueden colocar juntas y sujetarse mediante medios mecánicos. En esta figura se ven claramente los tubos de entrada y salida del fluido y de la actuación mecánica . . . . . 118
- 5.5. Curvas características de la válvula, obtenidas experimentalmente. Las curvas están parametrizadas en función de la presión de actuación ( $p_a$ ) . . . . . 119
- 5.6. Flujo a través de la válvula obtenido experimentalmente para una presión de trabajo  $p$  dada, variando la presión de actuación  $p_a$  . . . . . 121
- 5.7. Situación de los puntos obtenidos experimentalmente sobre la superficie de ajuste por mínimos cuadrados . . . . . 124

5.8. Comparación entre la curva característica obtenida por simulación (línea continua) y la obtenida experimentalmente (línea discontinua) . . . . .	125
6.1. Ejemplo de disposición alternativa de los canales de entrada y salida . . . . .	136
6.2. Configuración como comparador de fluidos . . . . .	140
6.3. Configuración como conmutador biestable . . . . .	141

# Índice de tablas

2.1. Resumen de características de las microválvulas mencionadas en el texto . . . . .	69
3.1. Proceso de fabricación para la construcción del modelo sólido en CoventorWare . . . . .	81
4.1. Espesor de LTO medido con el espectro-reflectómetro Nanospec AFT-6100 en tres obleas diferentes . . . . .	97
4.2. Espesor medido en una oblea de control después de la deposición de SiN . . . . .	98
4.3. Espesor medido en una oblea de control después de la deposición de polisilicio . . . . .	99
4.4. Resistividad medida en la capa de polisilicio después del dopado, por el método de los cuatro puntos . . . . .	100
4.5. Diferentes versiones de la microválvula, según las dimensiones de la máscara HOLES. Todos los tamaños están dados en micras . . . . .	102
5.1. Caudal a través de la válvula obtenido experimentalmente, para diferentes presiones de actuación ( $p_a$ ) . . . . .	120
5.2. Flujo a través de la válvula obtenido experimentalmente para una presión de trabajo $p$ dada, variando la presión de actuación $p_a$ . . . . .	120
5.3. Correlación entre los coeficientes de ajuste por mínimos cuadrados . . . . .	123

6.1. Resumen de características de las microválvulas mencionadas en el texto, incluyendo la desarrollada en esta investigación . . . . .	143
--	-----

# Resumen

El objetivo de la investigación realizada es el estudio de las necesidades actuales en los sistemas microfluidicos en cuanto al control del paso de fluidos. A partir de este estudio, se han analizado los procesos de fabricación de dispositivos de pequeño tamaño, con especial énfasis en las tecnologías de microsistemas y su fabricación en sala blanca. También se han estudiado los métodos de actuación para el control de fluidos, y con todo este conocimiento se ha diseñado y construido una microválvula de silicio para el control de fluidos a alta presión.

El capítulo 1 describe por qué tal dispositivo es útil, y cuáles son sus aplicaciones más directas. También se mencionan cuáles deben ser los requisitos que debe cumplir para poder ser de utilidad.

A continuación, en el capítulo 2 se describe el estado del arte, tanto en microválvulas, como en las técnicas de fabricación de microsistemas, que son las que se van a utilizar para llevar a cabo la investigación. El capítulo empieza explicando qué son los microsistemas, y cuáles son los procesos de fabricación más extendidos, con un especial énfasis en los que se van a usar en la investigación. Después se hace un breve repaso a las leyes de la mecánica de fluidos, y a su escalado a las dimensiones de las micras, ya que serán necesarias para el diseño y el modelado matemático del dispositivo. Por último, se presenta un compendio de las microválvulas diseñadas previamente por otros investigadores, con el objeto de situar al lector frente al panorama actual de tales dispositivos, y que se puedan apreciar las diferencias y ventajas del diseño de esta investigación frente a otros diseños previos. El capítulo termina con una comparación cuantitativa entre las válvulas descritas.

Partiendo del estado del arte estudiado, se concibió una nueva estructura para construir una microválvula. El capítulo 3 empieza presentando el principio básico de funcionamiento de dicha microválvula, objeto de esta investigación, para luego describir la estructura física que se plantea para conseguir el objetivo buscado, junto con su geometría. Asimismo, in-

introduce la notación sobre las dimensiones del dispositivo, que se usará en el resto del documento. Una vez presentada la forma y sus dimensiones, la sección 3.5 describe el modelo matemático del funcionamiento, basándose en gran parte en las leyes microfluidicas introducidas en el capítulo 2. Como se verá, es necesario también realizar simulaciones numéricas del comportamiento de la microválvula, que se describen en la última sección del capítulo.

En el capítulo 3, a pesar de estar dedicado al diseño y modelado, se introducen conceptos relativos a la fabricación, como los materiales a usar, o las limitaciones en las dimensiones. Y en el capítulo 4, dedicado a la fabricación, se vuelven a mencionar conceptos de funcionamiento, ahora desde la óptica de su fabricación.

El capítulo 4 describe el proceso de fabricación de la microválvula en una sala blanca. La fabricación fue realizada por el investigador durante una estancia en la École Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL). A lo largo del capítulo se incluyen imágenes de las distintas etapas de fabricación, y las medidas intermedias realizadas para asegurar que el procedimiento era correcto.

Las pruebas del dispositivo fabricado según el proceso del capítulo 4 se describen en el capítulo 5. El capítulo empieza describiendo el montaje experimental que se instaló para caracterizar la microválvula, e inmediatamente después se incluyen los resultados experimentales obtenidos. Estos resultados experimentales son analizados para extraer conclusiones, sobre todo desde el punto de vista de una serie de hipótesis que se realizaron en el capítulo 3 para obtener el modelo matemático. En el capítulo 5 se confirma la validez de estas hipótesis. Por último, se comparan los resultados obtenidos experimentalmente con los obtenidos mediante simulación, y se observa una buena correlación.

Para finalizar, el capítulo 6 presenta las conclusiones de esta investigación, destacando las aportaciones originales de la misma. Entre estas aportaciones se encuentran la topología de la microválvula, el proceso de fabricación, o la eliminación del pegado. También se mencionan las posibles mejoras que podrían aplicarse al dispositivo, y las futuras líneas de investigación que se plantean en el campo de los microsistemas aplicados al procesamiento de fluidos.

Después del capítulo 6, se incluyen tres apéndices. El primero (apéndice A) presenta la planificación del proceso de fabricación de la microválvula en la sala blanca (también llamada *runcard*). El apéndice B enumera todos los símbolos usados en las expresiones matemáticas a lo largo del texto, así como sus unidades respectivas en el sistema internacional, y los valores de las constantes físicas más útiles para la creación de sistemas mi-

crofluidicos. Por último relaciona las propiedades de los materiales que se usan en la fabricación de la microválvula. En el apéndice C se introduce un sistema de unidades muy útil a la hora de trabajar con microsistemas. Se trata del sistema  $\mu\text{MKSV}$ , que es idéntico al Sistema Internacional de Unidades, excepto en que la unidad base de longitud es la micra ( $\mu\text{m}$ ), en lugar del metro.



# Abstract

The aim of the research that is to be presented in this document is the study of today's needs in microfluidic systems, with respect to the control of fluid flows. Starting from this study, a microvalve has been designed. This microvalve is very well suited to the control of high pressure flows.

Chapter 1 describes why such a device is useful, and what their main applications are. Specifications that the device must comply with in order to be useful will also be discussed.

Next, in chapter 2, the state of the art is presented. This state of the art includes microvalves and MEMS fabrication techniques, which will be used along the research. The chapter starts by introducing microsystems, and presenting the most widely used fabrication processes, with a focus on those that will be used in the research. After this, a brief review on fluid dynamics laws will be conducted, specially on their scalability down to micron-sized devices. These laws will be needed for the design and modeling of the device. Last, previously designed microvalves are discussed, for the reader to be presented with a complete and present view of such devices. This way, the proposed design can be compared with existing ones, and its differences and advantages can be clearly seen. The chapter ends with a quantitative comparison of all mentioned valves.

From the knowledge of the state of the art, a new microvalve was devised. Chapter 3 presents the actuation principle of this microvalve. Afterwards, it describes the physical structure proposed to implement this principle. It also introduces for the first time the notation that will be used in the rest of the document to describe device dimensions. Once the structure and its dimensions are presented, in section 3.5 the mathematical modeling of the work will be discussed. This model is mainly based on the microfluidic laws that were introduced in chapter 2. As it will be proved, numerical simulations will be necessary, and they will be presented in the last section of the chapter.

In chapter 3, though it is devoted to design and modeling, some fabrication-related concepts will be introduced, for example, materials or dimension limitations. Later on, in chapter 4, fully devoted to fabrication, topics related to working behaviour will be restated, but now from a fabrication point of view.

Chapter 4 describes microvalve fabrication process in a clean room. This process was carried out by the researcher during a research stay in the Swiss Federal Institute of Technology (EPFL), at Lausanne. Throughout the chapter, images from several fabrication steps and measures needed to confirm the correctness of process, will be shown.

Experimental tests of the fabricated device are show in chapter 5. This chapter begins by depicting the experimental setup that was installed in order to fully characterize the microvalve. Following this, experimental results are presented. These results are discussed, in order to draw some conclusions, mainly from the modeling point of view. In chapter 3, a number of hypothesis concerning the mathematical modeling of the microvalve were stated. Now, in chapter 5, the validity of these hypothesis is confirmed. Last, experimental results are compared with those obtained from simulation, and a good agreement is found.

Last chapter, numbered 6, presents the conclusions obtained from the research, including its original contributions. Between these contributions, we can mention the valve topology, the fabrication process, and the avoid of bonding. This chapter also describes proposed upgrades that could be applied to the device, and future developments that the author thinks that could be useful in the field of fluidic-oriented MEMS.

After chapter 6, three appendixes are included. First of them (appendix A) shows the fabrication runcard for the EPFL clean room. Appendix B lists all symbols used in mathematical expressions along the document, their units in the SI system, and values for the most useful physical constants. In appendix C an unit system is introduced. This system is very useful to work in the field of microsystems. It is called  $\mu$ MKSV system, and it is identical to the SI system, except in the length unit, which is the micron, instead of the meter.

*The most original authors are not so because they advance what is new, but because they put what they have to say as if it had never been said before.*

Johann Wolfgang von Goethe (1749-1832)

## Notas del autor

### Presentación

Este trabajo de investigación está dedicado al estudio del control del movimiento de fluidos a escala microscópica, y al desarrollo de un nuevo dispositivo en tecnología de microistemas orientado al control del flujo a altas presiones. Este dispositivo será una microválvula fabricada en silicio. Para lograr este objetivo, habrá que proceder primero al estudio de cuáles son las necesidades actuales en los sistemas microfluidicos, y qué tendencias existen actualmente en el diseño de tales dispositivos. Esto implica una cuidadosa revisión de la literatura. Dada la relativa juventud de la investigación en esta materia, se comprobará que casi toda la literatura (incluidos los textos considerados como seminales) se ha publicado en los últimos años.

También será importante conocer las leyes físicas y químicas que gobiernan la fabricación y el comportamiento de los microistemas. Es conveniente destacar que el estudio de los microistemas es un campo en el que es necesario combinar conocimientos de diversas materias. Es imprescindible el conocimiento sobre las técnicas de fabricación de circuitos microelectrónicos, pero también sobre la elasticidad y la resistencia de los materiales, las leyes que gobiernan el movimiento de los fluidos, o los

métodos numéricos usados para resolver las ecuaciones diferenciales que intervienen.

Para obtener un completo conocimiento del microsistema diseñado habrá que realizar un análisis matemático de su funcionamiento, basado en las leyes físicas mencionadas más arriba. De la misma forma, las herramientas de simulación numérica por ordenador serán muy útiles para conocer ciertos aspectos del comportamiento del dispositivo.

La fabricación de la microválvula presentará diversos retos, que deberán ser superados para poder obtener un dispositivo construible mediante un proceso sencillo y de bajo coste, y que a la vez sea compatible con otros dispositivos y sistemas existentes o futuros.

La investigación presenta varias aportaciones originales respecto a trabajos anteriores relacionados con el tema. Estas aportaciones incluyen aspectos como el principio de funcionamiento, el bajo coste, o el proceso de fabricación.

El trabajo se encuadra dentro de la línea de investigación sobre Microsistemas, en el Grupo de Tecnología Electrónica de la Universidad de Sevilla. Más adelante en este documento se describirán cuáles son las características que hacen a los microsistemas especialmente atractivos, y las razones por las que han experimentado un gran desarrollo en los últimos años, y se espera que dicho desarrollo sea aún mayor en los años próximos.

## Convenciones utilizadas

En todo el documento, al autor de la investigación se le denomina el investigador. El objeto de la investigación (la microválvula) es mencionado indistintamente como “el trabajo de investigación”, “el diseño”, o simplemente “la investigación”.

En un trabajo como este, surge el problema de la traducción de los términos ingleses, dado que la literatura sobre microsistemas existente en español no es aún suficientemente amplia como para que exista un consenso sobre la traducción de todas las palabras y expresiones, existiendo para algunas más de una posibilidad aceptable. Se ha preferido traducir la palabra *etching* como “grabado”, y no como “ataque”. De la misma forma, *bonding* se traduce como “unión” y no como “pegado”. La palabra “polisilicio” (en inglés *polysilicon*) es ampliamente aceptada en la literatura científica en español como equivalente a “silicio policristalino”. También se han utilizado como sinónimos los términos “MEMS” y “microsistemas”, si bien normalmente se ha preferido este último (una excepción a

esta afirmación se encuentra en el título de la tesis).

A lo largo de todo el documento, se ha procurado que todas las unidades aparezcan expresadas en el Sistema Internacional (SI) [11], o bien en el sistema  $\mu\text{MKSV}$ , basado en éste. Se han hecho excepciones a esta regla cuando es la convención habitual en los textos científicos. Una excepción notable es la presentación de las curvas características de las microválvulas, que suelen encontrarse expresadas en milibares (mbar) para la presión, y litros (L) para los caudales. En este caso se ha seguido esta costumbre para permitir la comparación de la microválvula objeto de esta investigación con otras existentes previamente.

Este documento contiene una lista de todas las referencias bibliográficas usadas, y que en el texto principal se indican entre corchetes. Una recopilación de los símbolos utilizados a lo largo del texto puede encontrarse en el apéndice B.

## Agradecimientos

Es imposible realizar un trabajo de investigación de la magnitud de este sin ayuda. Sirva esta sección para agradecer a todas esas personas, que de un modo u otro, ya sea contribuyendo con sus conocimientos, su esfuerzo, su dedicación, o su apoyo, han ayudado a que este trabajo sea hoy una realidad.

Me gustaría por ello expresar mi agradecimiento a las siguientes personas:

- A todo el equipo del Centro de Micro-Nanotecnología de la École Polytechnique Fédérale de Lausanne (Suiza): Philippe Flückiger, Cyrille Hibert, Roberto Mancini, Irene Magnenat, Anne Schlageter, Philippe Langlet, Georges André Racine, William Baer, Jean-Marie Voiron y Raphaël Fritschi, por su ayuda y enseñanzas en el manejo de los equipos e instalaciones de su sala blanca.
- A Jesús Pinto, del Departamento de Ingeniería Mecánica y de los Materiales, por permitirnos usar su microscopio para tomar imágenes de la microválvula.
- A Agustín Rodríguez y M<sup>a</sup> Carmen Jiménez, del Instituto de Ciencia de Materiales de Sevilla, por ayudarnos a tomar las imágenes de microscopía electrónica.
- A Manuel Alcalde y Manuel Valenzuela, del Departamento de Ingeniería Química y Ambiental, por aconsejarme en materiales, normas

de seguridad y montajes experimentales.

- A Alfonso Gañán-Calvo, del Departamento de Ingeniería Energética y Mecánica de Fluidos, por sus valiosas aportaciones y su ayuda en la caracterización experimental.
- A todos los componentes del Departamento de Ingeniería Electrónica.
- A mis compañeros en la investigación sobre microsistemas: Carmen Aracil, M<sup>a</sup> Mar Elena, Juan García, Silvia Gonsalve y Cristina López, por sus innumerables consejos, su incansable apoyo, y los numerosos momentos que hemos compartido.
- Y, por supuesto, a mi director durante la realización de toda la investigación, José Manuel Quero. Sus consejos, criterio, amistad y paciencia conmigo son la mejor dirección que una tesis podría tener.

Es al ver la lista de agradecimientos, que incluye a profesionales en materias muy diversas, cuando se comprende la multidisciplinariedad de la investigación en microsistemas. Es éste uno de los aspectos más estimulantes de este campo de la técnica, en el que hay que aunar conocimientos científicos y tecnológicos de diferentes disciplinas para poder llevar a buen término la realización de un producto nuevo. Agradezco mucho haber tenido la oportunidad de participar en la investigación en este campo, y haber contribuido algo a su avance.

*El orador que sube al estrado, se salta la introducción, y pasa directamente a las conclusiones es el más aplaudido.*

Anónimo

# 1

## Introducción y justificación del objetivo

---

1.1. Introducción . . . . .	29
1.2. Sistemas microfluidicos . . . . .	30
1.3. Aplicaciones de una válvula microfluidica . . . . .	32
1.4. Especificaciones y objetivos . . . . .	35

---

### 1.1. Introducción

Este capítulo se encargará de presentar las especificaciones que deberá cumplir el dispositivo creado en la investigación. Al tratarse de una microválvula, hay multitud de parámetros que pudieran optimizarse en el diseño, y la sección 1.4 describirá cuáles son los objetivos que se han buscado en este trabajo de investigación.

Antes de eso, las secciones 1.2 y 1.3 introducen las principales aplicaciones y desarrollos en los sistemas microfluidicos, y dentro de ellos particularmente en las microválvulas.

En la sección 2.2 (ya en el capítulo 2) se definirá con más precisión

qué se entiende por microsistema y se mencionarán algunas de sus otras aplicaciones. Baste decir por ahora que en la ingeniería de microsistemas se construyen dispositivos de pequeño tamaño para realizar funciones de diverso tipo, basándose en diferentes efectos: físicos, químicos, biológicos, etc.

En los últimos años, la investigación en este tipo de desarrollos ha avanzado mucho, y ya existen varios productos que han llegado a la comercialización, con bastante éxito en algunos sectores. Por ejemplo, en el sector automovilístico se utilizan sensores de par o de posición, acelerómetros, sensores de iluminación, de humedad, de temperatura, de presión, de gases, etc., todos ellos construidos como microsistemas.

Se han introducido con éxito microsistemas para aplicaciones de comunicaciones, como por ejemplo conmutadores ópticos para fibra. Otro sector que está creciendo en volumen de negocio es el de RF MEMS, microsistemas para aplicaciones inalámbricas. Se ha avanzado mucho en la integración de elementos pasivos, como inductancias, condensadores variables, conmutadores y filtros, dentro de un único dispositivo.

El consumo de microsistemas está hoy día dominado por inyectores de tinta, sensores de presión y procesadores ópticos (*Digital Light Processors*, DLP) [2].

Después de estos dispositivos, el mayor nicho de mercado corresponde a los microsistemas con aplicaciones biológicas o médicas. Estos sistemas deben tratar con fluidos biológicos, y a partir de este hecho ha surgido toda una disciplina, llamada la microfluidica, o la técnica de manejar fluidos a escala microscópica. Es sobre esta técnica sobre la que versará este trabajo de investigación.

Los estudios de mercado prevén un aumento exponencial del mercado de microsistemas en los próximos años, estando entre las previsiones el alcanzar un volumen mundial de 40000 millones de dólares en el año 2014 [19], con un gran porcentaje de ese volumen dedicado a los microsistemas médicos.

## 1.2. Sistemas microfluidicos

Históricamente, los primeros sistemas microfluidicos en investigarse fueron los dedicados a la cromatografía de gases [114]. La cromatografía es un método de separación en el que los componentes se reparten entre una fase estacionaria y una móvil. La fase móvil contiene la muestra a examinar. Se produce la separación cuando la muestra posee una diferente afinidad entre las fases estacionaria y móvil. De esta forma, si se hace

que la fase móvil circule en paralelo a la fija a lo largo de un túnel o una columna, los diferentes componentes que la forman llegan a la salida en instantes de tiempo diferentes. En la salida se coloca un elemento sensor, y es posible diferenciar unos componentes de otros [63].

En la cromatografía de gases, la fase móvil es un gas, y la estacionaria un líquido o sólido. Los microsistemas que se desarrollaron disponían de microcanales creados en silicio, por el interior de los cuales circulaba el gas. En este caso, la fase fija era la propia pared del microcanal. El microsistema debía disponer además de un controlador de caudal del gas, un inyector de muestras en el gas, y por supuesto, del sensor al final del canal, junto con la electrónica de procesamiento de los datos. Los niveles de integración que se conseguían originalmente eran bastante escasos, ya que prácticamente solo la columna (el microcanal) se realizaba en el microsistema, mientras que el resto de componentes se conectaban externamente.

Casi al mismo tiempo en que se desarrollaban los primeros microcromatógrafos de gases, se investigaba en la realización de cabezales de inyección de tinta para impresoras [8]. Estos cabezales de inyección primitivos se fabricaban realizando agujeros pasantes en las obleas de silicio, y pasivándolas con óxido.

Se comprobó que a una distancia característica del orificio de salida, el chorro de tinta se rompía en pequeñas gotas. Al añadirse contactos metálicos en el orificio para proporcionar una carga eléctrica a las gotas, se conseguían dirigir estas gotas al punto en que interesaba.

El sistema puede completarse añadiendo un actuador que proporcione el impulso necesario a la tinta proveniente de un depósito para que salga por el orificio. Normalmente, los actuadores están realizados en un material piezoeléctrico, de forma que aplicando un impulso eléctrico se produce una deformación en una pared y la tinta es obligada a salir.

Hoy en día, los microsistemas de inyección de tinta están presentes en prácticamente cualquier impresora, y representan el 21 % del mercado de sistemas microfluidicos. Las mismas tecnologías desarrolladas para la inyección de tinta también han encontrado aplicación en la inyección de combustible en los motores alternativos.

Poco después de la invención de estos primeros sistemas microfluidicos, los investigadores se dedicaron a dotarles de mayor complejidad, lo que significaba añadirles inteligencia y capacidad de control. La inteligencia se basó en los dispositivos electrónicos existentes en la época, mientras que el control debía hacerse añadiendo dispositivos capaces de regular el paso de fluido en función de las necesidades.

Estos dispositivos son, por supuesto, las microválvulas. Debido a las buenas propiedades mecánicas del silicio (como su resistencia y elasticidad)

dad), se pudieron desarrollar válvulas con partes móviles [23], y que fuesen fácilmente integrables en los microsistemas fluidicos existentes [29]. En la sección 2.6 se describirán algunas de las microválvulas diseñadas hasta ahora.

Además de válvulas, todo un conjunto de componentes, tales como microbombas, depósitos, mezcladores, etc., fueron desarrollándose y combinándose para construir sistemas cada vez más complejos [104].

Uno de los objetivos finales que guió las investigaciones en microfluidica desde el principio fue la construcción de un completo sistema integrado de análisis de fluidos para aplicaciones biológicas. Este sistema debía contener todos los componentes necesarios para realizar análisis: obtención de las muestras, reacciones químicas o biológicas, procesamiento de los resultados. El nombre que se dio a estos sistemas fue "Microsistemas de análisis total" (*Total Analysis Systems*), o  $\mu$ TAS [117].

### 1.3. Aplicaciones de una válvula microfluidica

Se han mencionado en la sección anterior los  $\mu$ TAS como uno de los objetivos finales de los microsistemas fluidicos. Construir un laboratorio de diagnóstico médico completo en un solo chip pudiera parecer hace unos años una utopía, pero gracias al desarrollo en la integración de microsistemas fluidicos, hoy hay varios dispositivos que pueden considerarse como *lab-on-chip* (por ejemplo, [3]). Estos sistemas deben incluir dispositivos microfluidicos activos y pasivos, sensores biológicos, electrónica de procesamiento, y fuentes de energía. Y todo ello en un área de unos pocos centímetros cuadrados.

En un sistema de este tipo, la energía suele venir dada por un depósito de aire a presión que se coloca en la etapa de fabricación. Los dispositivos que detectan los parámetros biológicos son normalmente cámaras cerradas, que contienen algún reactivo. Este reactivo provoca un cambio en el fluido biológico que está circulando (por ejemplo, una variación en su conductividad), de forma que pueda ser detectado por la parte electrónica del sistema. El ejemplo más común de biosensor en esta clase de sistemas es el sensor de oxígeno, basado en una detección del paso de corriente provocada por la concentración de oxígeno en la muestra de fluido. Sensores similares se usan para medir también glucosa o lactosa [37].

En un  $\mu$ TAS, además de los elementos sensores y las fuentes de energía, debe existir una serie de componentes microfluidicos que se encarguen de adquirir las muestras de fluido biológico, de transportarlas de un punto a otro del sistema, y de habilitar su flujo de manera controlada. Estos compo-

mentos son principalmente canales y válvulas. Las válvulas son los elementos que se encargan de controlar la circulación del fluido por el sistema, y pueden ser activas o pasivas. Las válvulas pasivas carecen de actuación externa y únicamente permiten o impiden el paso de fluido basándose en las características este. Un ejemplo típico de válvula pasiva son las válvulas anti-retorno, que dejan pasar el fluido en un sentido, pero no en el contrario.

Casi todos los  $\mu$ TAS relativamente complejos incorporan válvulas activas, en las que un sistema externo, normalmente dotado de cierta inteligencia electrónica, controla cuándo deben dejar pasar el fluido de trabajo y cuándo no, basándose en las mediciones de sensores, en temporizadores, o en cualquier otro parámetro.

De la misma forma que se han desarrollado microsistemas para la extracción y el análisis de fluidos orgánicos, también se ha trabajado en sistemas que sirvan para el propósito contrario, esto es, para la inyección de medicamentos u otras sustancias en el organismo [91]. El grado de desarrollo de estos últimos es todavía menor, pero se está trabajando mucho en mejorar su funcionamiento y eficiencia.

Los microsistemas de inyección están compuestos normalmente por un conjunto de agujas micromecanizadas, por las que la sustancia a inyectar entra en el organismo. El tamaño de estas agujas debe ser estudiado cuidadosamente, ya que una longitud o anchura demasiado grandes provoca dolor en el paciente, pero unas agujas demasiado pequeñas podrían no resultar eficientes a la hora de dispensar el medicamento. Las agujas habituales hoy en día poseen espesores en la punta que no sobrepasan las 10  $\mu\text{m}$ .

Si en el caso de los sistemas de análisis la importancia de las válvulas de control del fluido era grande, aún más lo es en el caso de los sistemas de inyección de medicamentos, ya que es fundamental poder controlar la cantidad de sustancia que se inyecta, y los tiempos entre dispensas. También deben incluir microbombas para impulsar los medicamentos en el torrente sanguíneo. Cuando se trata de seres humanos, la presión que hay que conseguir es aproximadamente de 30 kPa, y el caudal máximo de 250  $\mu\text{L}/\text{h}$  [63]. Una aplicación muy interesante es la aplicación de fármacos contra el dolor; si se pueden fabricar microsistemas que tengan un tamaño reducido y un coste pequeño, es posible distribuir estos fármacos localmente en el punto de dolor, en lugar de globalmente (por ejemplo, por ingestión), reduciendo la posibilidad de crear adicción en el enfermo.

Por supuesto, después de desarrollarse sistemas de adquisición y análisis de fluidos biológicos y sistemas de dispensación de medicamentos, el siguiente paso fue integrar ambos en un solo sistema. El ejemplo más ca-

racterístico de este tipo de integración es el microsistema para diabéticos, que incluye un sensor de la cantidad de glucosa en la sangre o en el fluido intersticial y un dispensador de insulina, junto con la electrónica de procesamiento de señal y de toma de decisiones, de forma que la introducción de insulina en el cuerpo del paciente se haga sólo cuando es necesario, y en las cantidades exactas.

Otra aplicación para la que una válvula microfluidica es un elemento indispensable es la síntesis de sustancias complejas. Por ejemplo, cabe pensar en un sistema que contenga varios depósitos en los que se almacenen constituyentes de un compuesto. Cada uno de estos depósitos está regulado por una válvula, que permite o no salir el componente. Todos los caminos de los componentes se mezclan para formar el compuesto. De esta forma, es posible variar las proporciones de cada componente de manera fácil.

Un paso más en esta dirección es la síntesis de ADN. En este caso, los componentes serían las bases genéticas (adenina, citosina, timina, guanina). Mediante la apertura controlada de las válvulas es posible generar cadenas que contengan las bases en el orden deseado.

En los últimos años se han intentado nuevas formas de proporcionar la energía necesaria para que el fluido circule por los canales y componentes del sistema, con el objetivo de sustituir las microbombas. Uno de los nuevos métodos consiste en someter al sistema a una fuerza centrífuga [132]. Si todo está bien dimensionado y la velocidad de rotación puede controlarse, es posible hacer que el fluido circule por las zonas del sistema por donde interese en cada momento.

Los componentes fundamentales en los sistemas centrífugos son, una vez más, las microválvulas. Puesto que la rotación se aplica a todo el sistema al mismo tiempo, y la fuerza depende únicamente de la distancia de cada punto al eje de rotación, es difícil conseguir controlar el flujo del fluido más allá de la tendencia natural a desplazarse desde dentro hacia fuera debido a la fuerza centrífuga. Por este motivo son importantes las válvulas, que regulen ese caudal. Normalmente, las válvulas que se integran en los sistemas impulsados por fuerza centrífuga son del tipo pasivo, pero también existen algunos que incorporan válvulas activas.

Otra aplicación de los sistemas microfluidicos es la fabricación de reactores químicos a pequeña escala. Existen multitud de reacciones químicas con interés industrial cuya eficiencia se ve incrementada con una reducción del tamaño. Al igual que en las aplicaciones anteriores, las válvulas son indispensables para controlar el aporte de reactivos.

Además de las aplicaciones descritas, los sistemas microfluidicos pueden utilizarse para otros usos, como monitorización de las condiciones

climáticas o diagnóstico genético.

Y, como se ha mostrado, las válvulas microfluidicas son un componente imprescindible de prácticamente cualquier microsistema fluidico. Por tanto, la consecución de una microválvula fácilmente integrable en estos microsistemas, cuyo coste de fabricación sea reducido, y que posea interesantes características, sería un avance en el desarrollo de dichos sistemas.

En la sección siguiente se describirán los objetivos concretos trazados para crear la válvula mencionada.

## 1.4. Especificaciones y objetivos

El objetivo de este trabajo de investigación es el diseño y fabricación de una microválvula para su inclusión en sistemas microfluidicos. Como se verá en la sección 2.6, los criterios de diseño para una microválvula pueden ser muy variados.

Los objetivos que se han planteado a la hora de desarrollar el trabajo de investigación son los siguientes:

1. Funcionamiento a alta presión. El objetivo principal es la fabricación de una válvula que opere a altas presiones. Esto es, que pueda cerrar y permanecer cerrada cuando la presión en la entrada es mucho mayor que la presión en su salida. Hay multitud de aplicaciones en las que un aumento de las presiones de trabajo implica un aumento de la eficiencia global del sistema, por lo que se hace necesaria la presencia de una válvula que pueda controlar esas mayores presiones. Con el objeto de cuantificar los términos, y basándose en la bibliografía existente sobre microválvulas (ver sección 2.6 se considerará alta presión a la que sobrepase 1 bar (aproximadamente 1 atm)).
2. Integrabilidad en sistemas más complejos. La finalidad de la válvula es servir de componente de un sistema más complejo. Este es un factor que hay que tener en cuenta a la hora de diseñar su estructura y su proceso de fabricación. Hoy en día, la gran mayoría de sistemas microfluidicos se construyen usando el silicio como material base (a pesar de que cada vez se tiende más al uso de otros materiales, como vidrio o polímeros). Por tanto, el requisito de la integrabilidad se traduce básicamente en el uso de silicio para la fabricación.
3. Facilidad de fabricación. Relacionado con el objetivo anterior de la integrabilidad está el de la facilidad de fabricación. Los procesos de fabricación en microsistemas no están hoy en día totalmente uniformizados, y deben plantearse específicamente para cada dispositivo

que se diseñe. Por tanto, es importante que la adición de un nuevo componente a un sistema (como podría ser una válvula de alta presión a un sistema de análisis) no suponga una variación importante en el proceso de fabricación, puesto que entonces se elevaría el coste total. Además, sería posible que si la fabricación de la válvula implicase algunos procesos muy específicos y poco difundidos, éstos fuesen incompatibles con otros materiales y procesos usados en otras partes del sistema y se perdiese la ventaja de la integrabilidad. En la sección 2.3 se describirán los procesos de fabricación de microsistemas más utilizados.

El requisito de la facilidad de fabricación se puede observar en un hecho concreto, que es la eliminación de la necesidad del pegado o unión para fabricar la microválvula. En la sección 2.6 se verá como la mayoría de válvulas diseñadas hasta hoy necesitan de este proceso de unión para su fabricación. En cambio, la válvula que se describirá aquí se podrá construir de una sola pieza, sin necesidad de recurrir a este complejo proceso. Esta es sólo una de las características que hacen que la microválvula objeto de esta investigación sea de fabricación simple. En general, sólo se usarán procesos de fabricación estándar y ampliamente conocidos.

4. Coste. Unido al objetivo de la facilidad de fabricación está el de la reducción de coste. Es sabido que una de las ventajas de la fabricación de microsistemas es que cuando se producen en grandes cantidades, el coste de fabricación por unidad es relativamente bajo. Esto es así porque se usan procesos de fabricación estándares y que se pueden fabricar muchas unidades de un dispositivo a partir de un solo sustrato (el coste de fabricación es por el procesamiento del sustrato, y no de cada dispositivo). A pesar de que la instalación de una planta de fabricación de microsistemas es muy cara, el coste variable de la mayoría de los procesos es bastante bajo. Por tanto, gracias a que los procesos de fabricación que se usarán serán estándares, el coste total de un dispositivo fabricado será pequeño.
5. Tamaño. También se tratará de procurar que el espacio que ocupe la válvula sea el mínimo posible. De esta forma, se mejorará la capacidad de integración, y también el coste de fabricación será más reducido, ya que será posible fabricar más dispositivos por cada sustrato. El prototipo que se presentará en los capítulos siguientes tiene un tamaño debido a la necesidad de conectarlo a instrumentos macroscópicos para caracterizarlo (ver sección 3.3), pero el diseño permitirá su reducción sin hacer ningún cambio.
6. Funcionamiento biestable. Las válvulas pueden clasificarse según el número de posiciones estables que admitan. Existen válvulas cuyo

grado de apertura puede variar de forma continua entre la apertura total y el cierre total, mientras que otras sólo tienen un número discreto de posiciones. Un caso extremo de estas últimas son las válvulas biestables, en las que el diseño posibilita que sólo existan dos posiciones estables, abierta y cerrada, siendo las posiciones restantes únicamente de transición. La microválvula objeto de esta investigación será de este último tipo. Esto no impide que pueda regularse un caudal de forma continua, ya que es posible disponer varias válvulas biestables para que en conjunto se comporten como una válvula de regulación suave.

7. Escalabilidad. Relacionada con la capacidad de integración está la capacidad de disminuir el tamaño arbitrariamente sin que las propiedades del dispositivo o del método de actuación se vean perjudicadas. La única característica que podrá verse disminuida al reducir el tamaño será el flujo máximo que la válvula es capaz de admitir, ya que si el tamaño disminuye el área de paso también se reduce, con lo que el flujo para una presión dada será menor.

También sería posible buscar otros objetivos, como:

- Alto caudal. Una válvula que permita regular un caudal elevado podría permitir integrar un microsistema en un flujo de tamaño macroscópico.
- Bajas pérdidas. Según el diseño de la válvula, es posible que exista un paso de fluido a pesar de que esté cerrada. Un posible criterio de diseño sería minimizar estas pérdidas.
- Rapidez de funcionamiento. Una válvula que pueda abrir y cerrar en un tiempo muy reducido permite su utilización en sistemas que tengan que operar a alta frecuencia.
- Consumo de energía. En sistemas autónomos (como los biochips implantados en organismos vivos), minimizar el consumo de energía es importante para tratar de que las fuentes de alimentación tengan una mayor duración.

Como no es posible diseñar un dispositivo que sea óptimo respecto a todos los criterios, se ha optado por buscar el cumplimiento de los objetivos mencionados anteriormente, y no de estos últimos, por ser los más útiles para los propósitos que se han ido describiendo a lo largo de este capítulo: los sistemas de análisis total, y los sistemas de síntesis de ADN.

En el resto de este documento se especificará cómo los objetivos planteados más arriba se han cumplido en la investigación. Se ha diseñado una

microválvula que cumple con las especificaciones presentadas, ha sido fabricada, y se ha caracterizado experimentalmente.

*Discovery consists of seeing what everybody has seen and thinking what nobody has thought.*

Albert von Szent-Gyorgy (1893-1986)

# 2

## Técnicas existentes en microsistemas e investigaciones previas en dispositivos microfluidicos

---

2.1. Introducción . . . . .	40
2.2. Microsistemas (MEMS) . . . . .	40
2.3. Técnicas de fabricación . . . . .	41
Materiales y sustratos • Oxidación y deposición de material • Fotolitografía • Grabado de material • Unión anódica y por fusión	
2.4. Mecánica de fluidos a escala microscópica . . . . .	50
2.5. Dispositivos microfluidicos . . . . .	53
2.6. Microválvulas existentes . . . . .	54
Huff 1990 • Shoji 1991 • Ohori 1997 • Yang 1997 • Henning 1998 • Vandelli 1998 • Capanu 2000 • Yobas 2001 • Takao 2002 • Wijngaart 2002 • Rich 2003 • Yobas 2003 • Selvaganapathy 2003 • Yang 2004 • Resumen y conclusiones	

---

## 2.1. Introducción

En este capítulo se va a presentar una recopilación del estado del arte existente en los dispositivos microfluidicos que se han presentado previamente, con especial atención a las microválvulas. Para presentar adecuadamente el estado actual en el diseño y fabricación de microsistemas fluidicos será necesario primero enumerar las técnicas de fabricación más importantes, mencionando los parámetros de los que dependen y las limitaciones que tienen. Después de esta presentación de los procesos de fabricación, se describirán los intentos pasados y presentes en la búsqueda de una válvula de dimensiones microscópicas y que soporte altas presiones. Algunas de las ideas que otros autores han presentado antes han influido en la investigación presentada.

## 2.2. Microsistemas (MEMS)

Un microsistema es cualquier dispositivo que tenga al menos una de sus dimensiones en la escala de las micras [73]. Estos dispositivos y la tecnología que permite su fabricación son conocidos igualmente como MEMS (*Micro Electro-Mechanical Systems*, sistemas microelectromecánicos), MST (*Microsystem technology*, tecnología de microsistemas), o simplemente microsistemas o micromáquinas [42], [74].

La miniaturización de los sistemas físicos proporciona numerosas ventajas, entre las que cabe destacar [116], [33], [34]: reducción de la cantidad de material necesaria para la fabricación, mayor rango dinámico, mejor sensibilidad y selectividad, menor invasividad, mejora de las relaciones entre efectos al ser la escala más pequeña [100], integración con la electrónica, y mejor reproducibilidad.

Las primeras aplicaciones de los microsistemas fueron los sensores, basados en una gran variedad de efectos físicos diferentes: ópticos, químicos, mecánicos, fluidicos, biológicos, etc. [27]. La gran ventaja que presentan frente a los sensores desarrollados antes de los microsistemas es que éstos últimos permiten, gracias a su tamaño micrométrico, la integración de los subsistemas electrónicos de adaptación y procesamiento de señal en el mismo empaquetado en el que se encuentra en sensor, con el ahorro en coste y la mejora en calidad que esto supone [79], [38].

Los microsistemas son tradicionalmente fabricados usando técnicas basadas en la fabricación de circuitos integrados. Estas técnicas, fundamentadas principalmente en la fotolitografía, permiten fabricar gran cantidad de elementos a bajo coste, y asegurando una reproducibilidad muy alta

[52].

Al igual que en la microelectrónica, es el silicio el material fundamental a partir del que se construyen los microsistemas. Pero a diferencia de los circuitos integrados, se usan técnicas de micromecanizado que permiten crear variadas formas y estructuras mediante procesos de adición y sustracción de material.

## 2.3. Técnicas de fabricación

En esta sección se presentarán brevemente las técnicas de fabricación que se van a emplear en la fabricación de la microválvula. No debe considerarse esta enumeración como exhaustiva de todas las técnicas que existen actualmente, puesto que éstas, si se incluyen tanto las comercialmente probadas como las todavía en fase de investigación y desarrollo, constituyen un campo vastísimo. Se describirán únicamente las que se han utilizado en el proceso de fabricación llevado a cabo en el presente trabajo de investigación.

No obstante, debe notarse que una lectura de las fuentes bibliográficas de referencia en microsistemas (por ejemplo, [73], [52], [28], [26]) permite concluir que las técnicas y procesos utilizados en este caso constituyen la gran mayoría de los que se utilizan en la actualidad. Estas técnicas están basadas en procesos fotolitográficos, adición de materiales y grabado de los mismos, y todas ellas se han utilizado en la fabricación de la microválvula, como se describirá en el capítulo 4. La única técnica de amplia difusión y que no ha sido utilizada en la fabricación, por innecesaria, es la unión de obleas, ya que se trata de un proceso complicado y caro. En cualquier caso, y en aras de una mayor completitud de este capítulo, esta técnica también será descrita brevemente.

### 2.3.1. Materiales y sustratos

El material base para la mayoría de dispositivos en tecnología de microsistemas ha sido tradicionalmente el silicio (Si), aunque últimamente se investigan otro tipo de materiales, como pyrex, PMMA, PSG, cuarzo, etc. El silicio reúne muchas características que lo hacen apropiado para la fabricación de sistemas microelectromecánicos: es elástico, barato, resistente, y semiconductor [86]. Además, sus propiedades y métodos de tratamiento son conocidos desde hace tiempo [125], [13].

Normalmente, el silicio se encuentra en forma de disco plano, llamado oblea, con un diámetro normalizado que oscila entre las 2 y las 10 pulga-

das. Los espesores también están normalizados, siendo los más comunes en microsistemas los de 380, 475 y 525  $\mu\text{m}$ [1]. Es un material con estructura cristalográfica cúbica, formada por dos celdas unitarias con átomos centrados en las caras. Normalmente la oblea está formada por un único cristal de silicio. Otra forma en la que se presenta es el silicio policristalino (o polisilicio) [57], que es más barato de obtener y tiene muchas propiedades similares a las del silicio monocristalino.

La fabricación de microelectrónica o microsistemas en silicio se realiza en instalaciones limpias llamadas salas blancas [50], [51], [81], laboratorios en los que las condiciones ambientales están muy controladas. Estas condiciones incluyen la temperatura, la concentración de partículas contaminantes, la presión del aire, la humedad, la iluminación y la vibración.

Para comenzar un proceso de fabricación con un sustrato de silicio que esté libre de suciedad se utiliza el proceso RCA. [58], [60]. Fue desarrollado por Werner Kern mientras trabajaba en los laboratorios RCA en los años 60. Su objetivo es eliminar los residuos orgánicos y oxidaciones de las obleas. Consta de tres procesos de limpieza que deben ser aplicados consecutivamente. El primero sirve para eliminar compuestos orgánicos, el segundo óxidos, y el tercero residuos metálicos. Este último paso sólo es necesario realizarlo si la oblea tiene este tipo de residuos, lo que no sucede en todos los casos. Después de cada paso la oblea debe ser enjuagada en agua DI. En el capítulo 4 se utilizará el proceso RCA como paso previo a la fabricación del dispositivo y se describirán cada uno de los tres pasos de los que se compone.

### 2.3.2. Oxidación y deposición de material

El silicio se oxida de forma natural al estar en una atmósfera oxidante. El espesor de la capa de óxido que se genera es de unos 20 Å. Esta capa se difunde al interior del sustrato dependiendo del tiempo. El proceso de difusión puede acelerarse calentando el sustrato.

Normalmente, la oxidación debe fomentarse, ya que la capa nativa de óxido no suele ser suficiente para casi ninguna aplicación. Esta oxidación se realiza aportando calor al silicio, que se ha colocado en una atmósfera oxidante. Si en dicha atmósfera hay presente vapor de agua, se dice que la oxidación es húmeda, siendo seca si no lo hay. A veces, también se encuentra presente hidrógeno gaseoso (oxidación pirogénica). Las capas de óxido que crecen están sometidas a una tensión mecánica de compresión debido a la diferencia de densidad entre el silicio y el óxido, pudiendo llegar a doblar la oblea si la capa es suficientemente gruesa. La oxidación húmeda rebaja esta tensión, y es la única opción si se necesitan espesores grandes.

Al crecer el óxido sobre el silicio, una parte de éste se pierde. El espesor de silicio perdido es un 46 % del espesor total de óxido que hay finalmente. Esto es, para formar 1  $\mu\text{m}$  de óxido hay que perder 0.46  $\mu\text{m}$  de silicio.

Por otra parte, las deposiciones añaden nuevo material a la superficie del sustrato con el que se está trabajando. Hay muchos tipos de deposición, pudiéndose clasificar según el material, el método o el mecanismo de adhesión [59]. La más ampliamente usada es la deposición química en fase vapor (CVD, *Chemical Vapor Deposition*). En las deposiciones químicas se produce reacción entre el material a depositar y el sustrato, mientras que en las deposiciones físicas no se produce esta reacción.

En este texto se va a describir con detalle sólo la deposición química en fase vapor, y más concretamente la CVD a baja presión (LPCVD, *Low Pressure CVD*), por ser las más comunes en los microsistemas que se tratan aquí.

Además de estas, existen también la PVD (*Physical Vapor Deposition*), el *sputtering*, la APCVD (*Atmospheric Pressure CVD*), PECVD (*Plasma Enhanced CVD*) y algunas más.

En la deposición química en fase vapor (CVD), un material vaporizado se deposita y reacciona con un sustrato caliente, normalmente a más de 300 °C. En la CVD el mecanismo de deposición implica también reacciones entre los materiales, y no sólo transporte difusivo o convectivo. Si no hubiese reacción química, se trataría de deposición física (PVD).

Los mecanismos que toman parte en la deposición química son [54]:

1. Transporte másico del reactivo a depositar desde el depósito al reactor.
2. Reacciones en fase gaseosa entre los reactivos. A menudo, estas reacciones no son deseadas y dan lugar a productos contaminantes.
3. Transporte másico de los productos de la reacción anterior y los reactivos que quedan hasta la superficie del sustrato.
4. Adsorción de los reactivos en la superficie.
5. Reacciones en la superficie calentada.
6. Transporte de productos sobre la superficie.
7. Nucleación (formación de islas) de los productos en la superficie.
8. Desorción de los productos sobrantes desde la superficie.
9. Transporte másico de los productos sobrantes hacia la salida del reactor.

La energía que necesitan estas reacciones suele ser proporcionada por calentadores resistivos presentes en las paredes del reactor.

Hay dos mecanismos que pueden resultar limitantes para la cinética de la reacción: el transporte en fase gaseosa o la reacción en la superficie.

Se puede demostrar [125] que, en una deposición limitada por el transporte en fase gaseosa, la velocidad de deposición viene dada por

$$F = -D \frac{\Delta C}{2L} 3\sqrt{Re} \quad (2.1)$$

donde  $F$  es el caudal másico depositado,  $\Delta C$  la diferencia de concentración del depositante entre el depósito y el sustrato,  $L$  la longitud que recorre el gas,  $Re$  el número de Reynolds del flujo de gas, y  $D$  la constante de difusividad de la ley de Fick:

$$D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} = \frac{\partial C}{\partial t} \quad (2.2)$$

De acuerdo con la ecuación 2.1, el flujo másico depende de la raíz cuadrada de la velocidad del gas (contenida en el número de Reynolds,  $Re$ ) [40].

La velocidad de las reacciones químicas en la superficie se puede expresar como

$$R = R_0 e^{-E_a/kT} \quad (2.3)$$

siendo  $E_a$  la energía de activación y  $T$  la temperatura.

En la deposición química a baja presión (LPCVD, *Low Pressure Chemical Vapor Deposition*), la cámara de reacción se encuentra a muy baja presión (a menos de 10 Pa), con lo que el transporte másico de los reactivos gaseosos hasta el sustrato es muy rápido. La cinética de la reacción en la superficie se convierte entonces en el factor limitante de la deposición. Esto presenta la ventaja de que es más fácil controlar el espesor resultante, puesto que la cinética química (ec. 2.3) es mejor conocida que la ley del transporte másico, y se puede controlar fácilmente con la temperatura.

En LPCVD se puede depositar un material sobre un gran número de obleas, sin que la uniformidad varíe mucho de unas a otras, gracias a la facilidad con que los reactivos se difunden en el interior de la cámara.

El inconveniente de la deposición LPCVD frente a otras deposiciones químicas a más alta presión es la baja velocidad de deposición, que la hace inviable de forma práctica para conseguir espesores grandes [52].

Es posible depositar mediante LPCVD una capa de óxido. Esta técnica presenta la ventaja de realizarse a una temperatura mucho menor que la

que se usa en la oxidación térmica seca o húmeda del silicio, con lo que puede usarse cuando hay estructuras creadas que podrían dañarse a altas temperaturas. Además, el óxido creado de esta forma es más uniforme. El inconveniente es que el proceso es más lento que la oxidación térmica. Al óxido creado de esta forma se le conoce como óxido de baja temperatura (LTO, *Low Temperature Oxide*).

### 2.3.3. Fotolitografía

La fotolitografía es el proceso fundamental en la fabricación de circuitos integrados, y también en la de microsistemas. Permite transferir patrones o dibujos al sustrato que se va a procesar, pudiéndose así aplicar el resto de procesos sólo a zonas determinadas del sustrato, y no a su totalidad. De esta forma se logra construir estructuras con formas arbitrarias.

El proceso de fotolitografía consta a su vez de varios pasos. Se comienza con un sustrato sobre el que se va a aplicar. Este sustrato es cubierto con una resina fotosensible (fotorresina) [103]. La resina es expuesta a radiación luminosa a través de una máscara que contiene unas zonas opacas y otras transparentes. La parte de fotorresina que ha sido alcanzada por la luz varía sus propiedades y puede ser eliminada selectivamente, conservando el resto (también es posible eliminar la fotorresina que no se ha expuesto). La fotorresina que permanece actúa como una capa que protege al sustrato en el siguiente paso (que puede ser un grabado o una deposición), permitiendo el proceso sólo en la parte no cubierta. Una vez se ha procesado la zona que interesaba, se elimina el resto de fotorresina, quedando traspasado el patrón al sustrato.

Las máscaras que se usan en fotolitografía suelen fabricarse en un sustrato de cuarzo recubierto con un metal, como cromo u óxido férrico, y protegido por una emulsión fotográfica. El equipo de escritura de máscaras lee un fichero con la información del patrón y emite y dirige un láser sobre la superficie del sustrato de la máscara. El láser afecta a la resistencia química de la emulsión, que puede entonces ser eliminada mediante un baño ácido. Después, las partes de cromo que no siguen protegidas por la emulsión son también eliminadas en otro baño.

La exposición de la oblea a la luz puede ser por contacto, si la máscara está físicamente en contacto con el sustrato, o de proximidad, si está cerca pero no llegan a tocarse. El primer método es más preciso, pero tiene el inconveniente de que la máscara se ensucia con la fotorresina y hay que lavarla cada pocas exposiciones, lo que ralentiza mucho el proceso. En el segundo método, las limpiezas de máscara son menos frecuentes.

También es posible hacer una escritura directa en el sustrato. Usando

esta técnica, en la que la luz incide sobre la fotorresina depositada en el sustrato mediante un haz de láser programado para iluminar sólo las zonas que interesen (igual que en la fabricación de una máscara), se elimina la necesidad de fabricar una máscara en otro sustrato. El inconveniente que tiene la escritura directa es su lentitud, por lo que sólo es conveniente cuando se van a procesar muy pocas obleas. En cuando que el número de obleas a procesar es mayor que algunas unidades, es más económico y rápido fabricar una máscara para la fotolitografía.

Una técnica relacionada con la fotolitografía es LIGA [77] (abreviatura alemana de *Lithographie, Galvanoformung, und Abformung*, Litografía, Electroformación y Moldeado). LIGA permite un mecanizado tridimensional de la fotorresina, logrando construir estructuras con una alta relación de aspecto (alto/ancho). El proceso es muy caro, por lo que no se usará en la fabricación de la microválvula. En la sección 2.3.4 se describirá una forma alternativa de conseguir estructuras con alta relación de aspecto.

### 2.3.4. Grabado de material

Por grabado se entiende la eliminación de material a través de las aberturas existentes en una máscara. El grabado es húmedo si esta eliminación se produce en presencia de un líquido (normalmente, mediante una reacción química entre algún compuesto presente en el líquido y el sustrato a grabar), y seco si no hay líquido durante el grabado.

El grabado es isotrópico si todas las direcciones del material son atacadas a la misma velocidad. En cambio, en el grabado anisotrópico, existe al menos una dirección que es atacada a una velocidad mucho más lenta que las restantes [9]. La anisotropía puede deberse a que el material tenga una estructura anisótropa, como es el caso de los sólidos cristalinos (lo que se conoce como grabado cristalográfico [98], [97]),

Cuando se realiza el grabado húmedo, los átomos o moléculas individuales pertenecientes al sólido son transferidos uno a uno a la fase líquida [64]. Se puede, por tanto, alcanzar precisiones muy altas en las dimensiones resultantes, pero el proceso tiende a ser muy lento.

Se distingue usualmente entre grabado en superficie (*surface micromachining* [12]) y en volumen (*bulk micromachining* [65]). En el primero, el material a grabar presenta una dimensión mucho menor que las restantes. Es el caso, por ejemplo, de películas de material que deben ser atacadas en alguna zona para dejar una abertura al material que se encuentra debajo [110]. También se hace grabado en superficie en el caso de capas que son eliminadas para dejar suspendida una estructura.

En el grabado en volumen se consiguen estructuras verdaderamente

tridimensionales, pudiendo realizarse orificios cuya profundidad sea comparable a su anchura. Ambos tipos de grabado (en superficie y en volumen) pueden realizarse en húmedo o en seco.

Normalmente, la velocidad de grabado para una pareja atacante/material es conocida, existiendo tablas que facilitan dichas velocidades (por ejemplo, [123]). En teoría, siempre es posible conseguir una determinada profundidad de grabado, simplemente ajustando el tiempo [109]. No obstante, para una mayor precisión, se utilizan a veces otros métodos para detener el grabado en una posición específica (ver, por ejemplo, [102] y [7]).

El grabado seco, por su parte, comprende todos aquellos métodos de ataque en los que un sólido es grabado por un atacante en fase vapor, o más comúnmente, en forma de plasma. El grabado se produce por una reacción química en la superficie, por bombardeo de iones, o por una combinación de las dos causas [75], [53]. Es posible pues, igual que en la deposición, hacer una distinción entre grabado seco físico o químico.

El grabado seco físico (que consiste en el bombardeo de una superficie mediante iones inertes) logra arrancar material del sustrato debido a la alta energía de las partículas que chocan con él. Este método de grabado apenas diferencia entre materiales, por lo que su selectividad es muy baja. Además, es muy lento comparado con las técnicas de grabado seco químico. Lo más común es combinar los métodos físico y químico de grabado, para obtener las ventajas de cada uno.

Entre estos métodos mixtos destaca el DRIE (*Deep Reactive Ion Etching*), que permite realizar un grabado casi tan anisotrópico como se desee, siendo posible realizar estructuras prácticamente verticales [31]. Permite una razón de aspecto casi tan buena como la de LIGA, pero sus costes de instalación y mantenimiento son mucho menores, lo que le ha convertido en uno de los procesos más habitualmente usados para la fabricación de microsistemas [16].

Para realizar un DRIE se necesita disponer de un plasma de alta densidad, a baja presión (necesaria para asegurar la direccionalidad del movimiento de los iones). Se genera habitualmente mediante un equipo ICP (*Inductively Coupled Plasma*), que consiste en un generador de RF que transfiere energía al plasma [95].

Un ejemplo de equipo que incorpora esta tecnología es el Alcatel 601E [84], [46], que será ampliamente usado en el proceso de fabricación descrito en el capítulo 4.

### 2.3.5. Unión anódica y por fusión

En la microválvula que se describirá en este trabajo, las técnicas de unión anódica y por fusión no se utilizan, pero se describen aquí en aras de la completitud y porque son la continuación natural de las técnicas expuestas hasta ahora para conseguir fabricar dispositivos más complejos. Por ejemplo, el pegado de material podría usarse para realizar fácilmente microcanales para el paso de fluidos, o para crear cámaras y cavidades cerradas [47]. La otra forma de conseguir estos canales o cavidades es mediante micromecanizado en superficie, llevando a cabo varios de pasos de adición y sustracción de material.

La unión anódica (también conocida como unión electrostática o proceso de Mallory) se usa para unir silicio con vidrio. Su principal ventaja es la baja temperatura necesaria, lo que permite que ambos materiales permanezcan rígidos durante el proceso de pegado y así poder conservar las estructuras creadas tanto en el silicio como en el vidrio.

También es posible aplicar unión anódica entre un vidrio y casi cualquier metal [120]. En el caso de unir silicio con el vidrio, este último es casi siempre Pyrex [62].

El mecanismo de la unión anódica consiste en aplicar una tensión eléctrica entre las dos obleas a unir, de forma que el calor generado por la circulación de corriente, unido a la presencia de un potencial eléctrico entre las dos superficies, las una completamente.

La oblea de silicio se conecta al ánodo de la fuente, mientras que la de vidrio se conecta al cátodo.

La unión anódica puede realizarse a presión atmosférica o en vacío. Las temperaturas típicas oscilan entre 180 y 500°C, y las tensiones entre 200 y 1000 V. Esta temperatura está por debajo del punto de fusión del vidrio, así como de la temperatura de sinterización de la unión Al-Si de los contactos eléctricos de los circuitos. Las obleas se unen en un intervalo de tiempo que está entre 5 y 10 minutos.

En lugar de usarse tensión constante entre las obleas, podría usarse intensidad constante. Este método tiene el inconveniente de que al realizarse la unión el plano de interfaz entre los materiales se convierte en un aislante. Al seguir intentando la fuente mantener una intensidad constante, podría dañarse ella misma o a los materiales.

Como se mencionó anteriormente, las grandes ventajas de la unión anódica residen en la baja temperatura a la que se realiza, lo que evita daños a los materiales, y no deja apenas tensiones residuales. Además, otro gran punto a favor de la unión anódica es que se puede ver a simple vista el avance del pegado entre las obleas, con lo que es inmediato

determinar cuándo ha finalizado la misma.

La unión anódica presenta muchas ventajas, pero no permite el pegado de obleas de silicio entre sí, lo que es un serio inconveniente, teniendo en cuenta que el silicio es el material predominante en la fabricación de microistemas. La unión por fusión se usa para realizar este pegado. El mecanismo que lo permite es la reacción química entre los grupos hidroxilo (OH) presentes en los óxidos que recubren las superficies de silicio a unir. Hay que recordar que, como se mencionó en la sección 2.3.2, el óxido crece de forma natural sobre el silicio formando una fina capa aún cuando no se haya oxidado térmicamente (óxido nativo), por lo que siempre está presente. Por supuesto, en el caso de óxido crecido térmicamente, la unión por fusión es igualmente posible.

La unión por fusión se utiliza ampliamente en microelectrónica para fabricar obleas de silicio sobre aislante (SOI, *Silicon On Insulator*), que cada vez son más usadas para la fabricación de dispositivos microelectrónicos.

Para unir dos obleas, se las introduce en una atmósfera oxidante a una temperatura superior a 800 °C [22]. Esta alta temperatura es incompatible con los circuitos electrónicos, que se dañan aproximadamente a 500°C, así que no es posible aplicarla a obleas que contengan circuitos integrados. Nótese que la temperatura está muy por debajo de la temperatura de fusión del silicio (1410 °C), por lo que el término “unión por fusión” no es estrictamente correcto, pero es el usado habitualmente.

Se puede conseguir una unión que soporte hasta 20 MPa si la temperatura se incrementa hasta 1000 °C [82]. Además, la aplicación de presión durante el pegado mejora aún más la resistencia final de la unión [61].

La gran ventaja de la unión por fusión es que permite ser aplicada a multitud de materiales, y no se limita a unir silicio con vidrio como la unión anódica. Mediante fusión se pueden unir dos obleas de silicio oxidadas, una oxidada a otra sin óxido, e incluso dos obleas sin óxido (sí tienen óxido nativo, como se mencionó más arriba). Más aún, puede usarse la unión por fusión para pegar obleas de cuarzo, GaAs con silicio y silicio con vidrio [96].

Sin embargo, los principios físicos de la unión por fusión no son conocidos completamente todavía, y el proceso tiene una tasa de fallos mayor que la de la unión anódica. Además, la alta temperatura necesaria y la necesidad de alta presión hacen poco aconsejable la utilización de la unión por fusión.

Las dos técnicas de unión descritas consiguen unir dos obleas del mismo o diferente material, según el caso, pero esta unión no es tan resistente a la rotura como lo sería la deposición química de un material sobre el otro [73]. Los pegados se usan sobre todo porque permiten fabricar estructuras

más complejas. Uno de los retos actuales de la tecnología de microsistemas es buscar formas de construir dispositivos complejos sin necesidad de recurrir al pegado. Esta es una de las principales aportaciones de este trabajo de investigación.

## 2.4. Mecánica de fluidos a escala microscópica

En esta sección se van a presentar las generalidades sobre la mecánica de fluidos, así como las ecuaciones y fórmulas que serán útiles para desarrollar un modelo matemático de la válvula en el capítulo 3. También se destacarán algunas particularidades que hacen que el comportamiento de los fluidos cuando las dimensiones son microscópicas sea distinto del comportamiento a escala macroscópica.

La solución general a un problema de fluidica consiste en determinar los valores de ciertas variables para todos los puntos del dominio fluido y para todos el intervalo de tiempo objeto del problema.

Las variables a determinar pueden ser exclusivamente fluidicas, o bien incluir también variables de otros dominios físicos, como potencial eléctrico, magnético, etc. [36].

Las ecuaciones principales del comportamiento de los fluidos, tratados como medios continuos, se obtienen de aplicar las leyes de conservación de la masa y la energía y la segunda ley de Newton a una partícula situada en seno de un fluido. Estas ecuaciones se denominan de Navier-Stokes y son ampliamente conocidas en la comunidad científica [66]:

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho \mathbf{v}) = 0 \quad (2.4)$$

$$\rho \frac{\partial \mathbf{v}}{\partial t} + \rho \mathbf{v} \cdot \nabla \mathbf{v} = -\nabla p + \nabla \cdot \boldsymbol{\tau} + \rho \mathbf{f}_m \quad (2.5)$$

$$\rho \frac{\partial e}{\partial t} + \rho \mathbf{v} \cdot \nabla e = \nabla \cdot (K \nabla T) - p \nabla \cdot \mathbf{v} + \boldsymbol{\tau} : \nabla \mathbf{v} + Q \quad (2.6)$$

En las ecuaciones anteriores,  $\rho$  es la densidad del fluido,  $\mathbf{v}$  la velocidad en cada punto (magnitud vectorial),  $p$  la presión,  $\mathbf{f}_m$  las fuerzas externas actuando por unidad de volumen,  $e$  la energía interna,  $K$  el coeficiente de temperatura,  $T$  la temperatura,  $\boldsymbol{\tau}$  el tensor de esfuerzos en cada punto, y  $Q$  el calor generado internamente por unidad de volumen (por ejemplo, por una reacción química). En el caso de que la única fuerza másica actuante sea la gravedad, se tiene  $|\mathbf{f}_m| = g$ , con el vector dirigido en la vertical hacia abajo.

Para que el problema fluidico quede completamente determinado es necesario conocer además la ecuación de comportamiento del fluido si éste es un gas (por ejemplo, mediante la aproximación de gas perfecto). Si el fluido es un líquido, la tercera de las ecuaciones (la de conservación de la energía) puede desacoplarse y las dos primeras pueden resolverse sin tenerla en cuenta. Además, en el caso de un líquido suele ser válida la aproximación de densidad constante, lo que simplifica aún más las ecuaciones. En particular, la primera ecuación (conservación de la masa) quedaría como

$$\frac{\partial u_x}{\partial x} + \frac{\partial u_y}{\partial y} + \frac{\partial u_z}{\partial z} = 0 \quad (2.7)$$

Si el régimen es permanente y la temperatura y propiedades del fluido son constantes, la ecuación de la velocidad queda como [101]

$$\frac{\partial^2 u}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 u}{\partial y^2} = \frac{1}{\mu} \frac{d}{dz} (p - \rho g z)$$

siendo  $u$  la velocidad escalar de la partícula.

En el caso de canal circular de diámetro  $D$  al que se aplique un gradiente de presiones  $\Delta p_x$  entre sus extremos, la ecuación del movimiento en régimen laminar se puede escribir en coordenadas cilíndricas como [43], [88]:

$$\frac{\mu}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial u}{\partial r} \right) + \Delta p_x = 0 \quad (2.8)$$

Nos interesa únicamente el régimen laminar porque, como se verá en los capítulos 3 y 5, el movimiento del fluido dentro de la válvula diseñada siempre será laminar.

Aplicando las condiciones de contorno de  $u(\pm D/2) = 0$  por no haber desplazamiento entre el fluido y la pared se obtiene la solución

$$u(r) = \frac{D^2 \Delta p_x}{16\mu} \left[ 1 - \left( \frac{2r}{D} \right)^2 \right] \quad (2.9)$$

Integrando esta expresión para el área del conducto se puede calcular el caudal que circula por el mismo

$$Q = \frac{\pi D^4 \Delta p_x}{128\mu} \quad (2.10)$$

Esta ecuación se puede expresar también como

$$Q = \frac{\pi D^4 (p_2 - p_1)}{128\mu L} \quad (2.11)$$

siendo  $p_1$  y  $p_2$  las presiones reducidas a la entrada y salida del conducto, respectivamente.

En el caso de que la sección del conducto no sea circular, se puede utilizar un parámetro llamado radio hidráulico, que se define como

$$r_h = \frac{A}{P} \quad (2.12)$$

donde  $A$  es el área de paso del fluido y  $P$  el perímetro mojado. También se define el diámetro hidráulico como  $D_h = 4r_h$ .

Una idea cualitativa del aspecto de un flujo se puede obtener estimando el cociente entre las fuerzas inerciales y las viscosas. Este cociente se denomina número de Reynolds ( $Re$ ) y su expresión matemática es

$$Re = \frac{\rho u L}{\mu} \quad (2.13)$$

donde  $\rho$  es la densidad,  $u$  la velocidad característica,  $L$  una longitud característica, y  $\mu$  la viscosidad del fluido. Dependiendo del valor de  $Re$  el flujo es laminar o turbulento. Para valores del número de Reynolds mayores que un valor denominado crítico (que está entre 2000 y 40000) el flujo es turbulento.

En la mayoría de los casos, con geometrías no triviales, las ecuaciones de Navier-Stokes son imposibles de resolver analíticamente, por lo que han de utilizarse métodos numéricos para conocer el comportamiento de un fluido [5], [25]. En el capítulo 3 se estudiará numéricamente, con un programa de simulación, el comportamiento del flujo en el interior de la válvula diseñada.

En el caso de tener un líquido que forma una película, caracterizada por que su espesor es mucho menor que su longitud, las ecuaciones de Navier-Stokes pueden reescribirse como

$$\frac{\partial u}{\partial x} + \frac{\partial v}{\partial y} = 0 \quad (2.14)$$

$$\rho u \frac{\partial u}{\partial x} + \rho v \frac{\partial v}{\partial y} = -\frac{\partial p}{\partial x} + \mu \left( \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 u}{\partial y^2} \right) \quad (2.15)$$

$$\rho u \frac{\partial v}{\partial x} + \rho v \frac{\partial v}{\partial y} = -\frac{\partial p}{\partial y} + \mu \left( \frac{\partial^2 v}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 v}{\partial y^2} \right) \quad (2.16)$$

Si ahora consideramos que las fuerzas de inercia son pequeñas frente a las viscosas, y que la variación de presión a lo largo del espesor de la

película es despreciable ( $\partial p/\partial z \simeq 0$ ), las ecuaciones pueden simplificarse a

$$\frac{\partial}{\partial x} \left( h^3 \frac{\partial p}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left( h^3 \frac{\partial p}{\partial y} \right) = 0 \quad (2.17)$$

La ecuación 2.17 se conoce como la ecuación de Reynolds, y determina el campo de presiones en el dominio fluido. En esta ecuación,  $h(x, y)$  representa el espesor de la película.

La teoría presentada hasta ahora es válida siempre que se cumpla la hipótesis del continuo de la materia, lo que no siempre ocurre cuando se trata de dispositivos microfluidicos [41].

Además, hay algunas hipótesis que se suelen aceptar en la mecánica de fluidos macroscópica que no son siempre ciertas a la escala de la micra. La primera de estas hipótesis es que la velocidad es en todos los puntos mucho menor que la velocidad del sonido. Esto no siempre es así en los microsistemas, en los que es posible que la velocidad supere a la del sonido, a la vez que el número de Reynolds es mucho menor que el crítico [87].

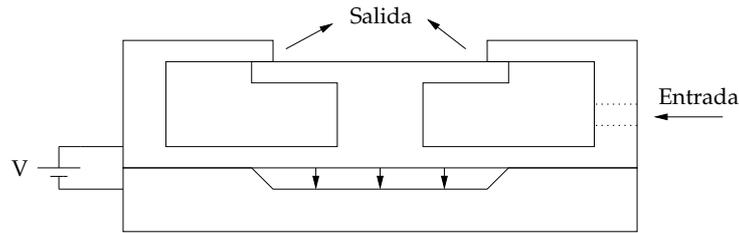
La segunda hipótesis que no es aceptable en todos los casos es la de no desplazamiento en la interfaz entre el fluido y un sólido. En dispositivos microscópicos las dimensiones de las estructuras pueden ser del mismo orden que los recorridos medios de las partículas del fluido (que miden aproximadamente 60 nm a 100 kPa de presión). En estos casos, el caudal obtenido realmente es superior al predicho por la teoría [63].

Estos dos fenómenos ocurren muy raramente en el caso de los líquidos. Lo que es común en los líquidos es que la longitud de los canales sea corta, con lo que no se suelen encontrar flujos turbulentos completamente desarrollados.

## 2.5. Dispositivos microfluidicos

El mercado de dispositivos microfluidicos está actualmente dominado por los sistemas de inyección utilizados en las impresoras. No obstante, se espera [63] que en los próximos años los dispositivos más vendidos sean los sistemas de análisis ( $\mu$ TAS, ver capítulo 1) o los Lab-On-Chip.

Entre los componentes de estos microsistemas se pueden enumerar las bombas, que proporcionan la energía necesaria al fluido de trabajo para circular por el sistema [76], los canales por los que se desplaza, las cavidades o depósitos en los que el fluido se almacena para ser tratado [30], y por supuesto, las válvulas [71], sin las que no sería posible el control inteligente de los sistemas, ya que son las válvulas las que se encargan de dirigir al



**Figura 2.1:** Esquema de la estructura de la válvula de Huff (1990)

fluido de trabajo al componente del microsistema más adecuado en cada momento.

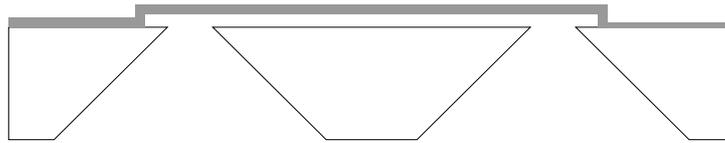
## 2.6. Microválvulas existentes

Las siguientes secciones pretenden repasar el estado del arte existente en cuanto a válvulas microfluidicas. Están ordenadas por año de publicación y se referencian por el primero de sus autores. Las características que se presentan para cada una de las microválvulas permitirán compararlas con la diseñada en la presente investigación. Esta comparación no siempre es procedente, puesto que algunas de las válvulas que se van a presentar aquí fueron diseñadas con otros objetivos, como el bajo consumo, pequeño tamaño, etc. o incluso se aplican a fluidos o regímenes completamente distintos, como aire o  $N_2$ .

### 2.6.1. Huff 1990

La válvula presentada por Huff y otros en 1990 [49] se basa en el principio de compensación de presiones. Esta válvula consiste en un asiento dispuesto de tal forma que el fluido de trabajo ejerce la misma presión sobre él en dos sentidos opuestos cuando la válvula está cerrada, permaneciendo en equilibrio. De esta forma es posible aplicar una fuerza electrostática relativamente pequeña es posible abrir desplazando el asiento de su posición, abriendo la válvula.

Una vez que la válvula se encuentra abierta, el equilibrio de presiones ya no se produce. Si bien el fluido de trabajo sigue ejerciendo las mismas fuerzas que antes, aparece en esta posición una nueva producida por el flujo a la salida que tiende a mantener el asiento en posición de válvula abierta. La fuerza que se encarga de cerrar de nuevo la válvula cuando es necesario es la recuperación elástica. Se observa que es necesario un cuidadoso diseño de las dimensiones y fuerzas actuantes para que la recuperación elástica sea suficiente para cerrar la válvula en presencia sólo



**Figura 2.2:** Esquema de la estructura de la válvula de Shoji (1991)

de las fuerzas producidas por el fluido de trabajo, pero no si además se está ejerciendo la fuerza electrostática de actuación.

El proceso de fabricación del dispositivo se basa en la unión de obleas, siendo necesarias cuatro para formar la válvula completa. Una de ellas forma la base mecánica del conjunto, teniendo un rebaje para permitir la movilidad del asiento que se colocará encima. En este rebaje se encuentra uno de los electrodos necesarios para la actuación electrostática. Sobre esta oblea se deposita un material aislante (óxido térmico) para aislar los dos electrodos. La siguiente oblea se mecaniza para conseguir formar el asiento de la válvula. Debe notarse que la geometría de este asiento es compleja, ya que es necesario que el fluido de trabajo ejerza presiones similares en los dos sentidos. El asiento posee un voladizo que es empujado por el fluido para contrarrestar la presión que haría a la válvula abrirse. Este voladizo está construido en la tercera oblea, que se suelda a la segunda. La cuarta oblea es de pyrex, y únicamente contiene los orificios de entrada y de salida.

En lo que se refiere al funcionamiento [48], la presión máxima que puede soportar la válvula es de 1,2 atm, y el caudal máximo está en torno a los 70 mL/min. Si el fluido de trabajo es aire, el caudal se incrementa hasta 120 mL/min y la presión hasta 2,3 atm .

### 2.6.2. Shoji 1991

La existencia de volúmenes muertos es una característica poco deseable de las válvulas. Por ello, Shoji diseñó en 1991 [105] una microválvula tratando de minimizar el volumen muerto existente. Su afirmación es que en la época no existía una válvula con un volumen muerto menor que el de esta válvula, que era del orden de decenas de nanolitros. Realmente no se trata de una válvula, sino de una familia de dispositivos compuesta por tres elementos: una válvula normalmente abierta, una normalmente cerrada, y una de tres vías (que permite rutar alternativamente una de las dos entradas por la única salida).

Los tres diseños están basados en la actuación piezoeléctrica. Contienen unos actuadores que se expanden al aplicarles tensión, empujando el asiento de la válvula, que a su vez deforma una membrana polimérica.

El proceso de fabricación del canal de paso es el siguiente: una oblea se oxida y se abren dos orificios pasantes desde la cara posterior. Después se deposita una capa de fotorresina positiva sobre los orificios y la zona que los separa; esta fotorresina formará el canal de paso del líquido. Sobre ella se deposita una nueva resina negativa, que esta vez cubre toda la oblea. Desde la cara posterior se elimina el óxido restante y la resina positiva, quedando la negativa formando una membrana deformable. El proceso de eliminar desde unos orificios practicados en la cara inferior una capa para dejar una membrana suspendida también se utilizará para la fabricación de la válvula objeto de este trabajo, aunque los materiales y los procesos serán totalmente diferentes.

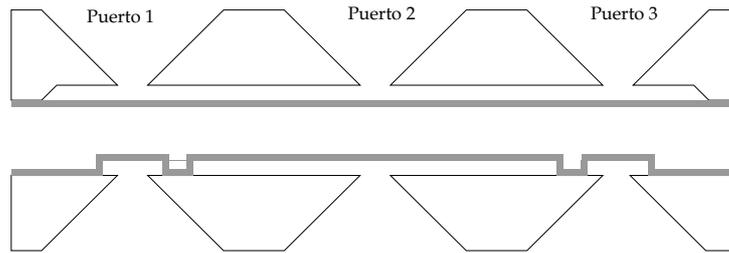
A la oblea que contiene el canal de paso se une otra en la que se ha mecanizado el asiento de la válvula, y sobre ésta una más que contiene los actuadores piezoeléctricos. Se observa como en las dos válvulas descritas hasta ahora la unión de obleas juega un papel fundamental, lo que lleva a encarecer y dificultar bastante el proceso de fabricación.

Los autores han obtenido las características de las válvulas fabricadas, mostrando que éstas son capaces de controlar una presión máxima de 0,5 atm, con una tensión de actuación sobre los elementos piezoeléctricos de alrededor de 120 V. El caudal máximo que se ha medido es de casi 100  $\mu\text{L}/\text{min}$ . Los autores sostienen que su pequeño volumen muerto hace esta válvula muy apropiada para analizadores químicos integrados.

### 2.6.3. Ogori 1997

Ya se ha mencionado que las microválvulas son un componente fundamental de los microsistemas de análisis ( $\mu\text{TAS}$ ). Ogori diseñó en 1997 [83] una válvula específicamente pensada para estos sistemas. Las características que la hacen muy apropiada para los  $\mu\text{TAS}$  son: bajo coste, con lo que puede ser desechada; canal simple y suave para evitar la coagulación de la sangre y la adhesión de las proteínas; capacidad de funcionar con líquidos de alta viscosidad (como la sangre); y pequeño volumen muerto para no alterar las medidas. El canal de la válvula es desechable, mientras que la zona de actuación se conserva. La actuación es neumática. El dispositivo actúa como una válvula de tres vías.

La estructura de la válvula está formada por dos obleas, cada una de las cuales tiene tres orificios pasantes. En la oblea del canal estos tres orificios están conectados entre sí y cubiertos por una membrana que forma el canal. En la oblea de actuación cada uno de los orificios está cubierto por una membrana diferente. Al colocarse una oblea frente a la otra e introducir aire a presión por los orificios de actuación, una de las membranas de actuación deforma a la membrana del canal, cerrando el orificio deseado.



**Figura 2.3:** Esquema de la estructura de la válvula de Ohori (1997)

Este sistema de actuación es parecido al que se usará en el capítulo 3 para la válvula diseñada aquí.

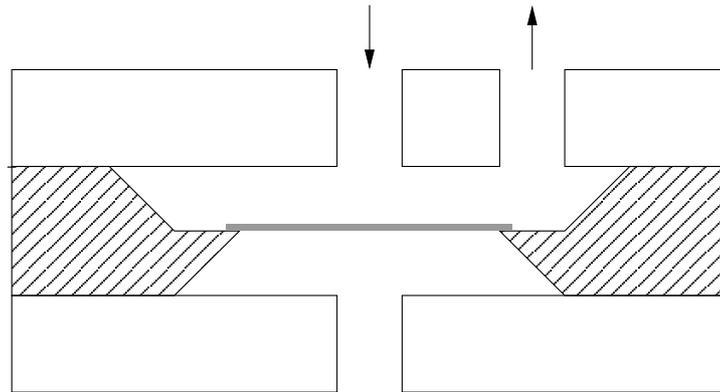
Hay que hacer notar que los autores afirman que es una gran ventaja que los procesos de fabricación de las dos mitades de la válvula sean muy parecidos entre sí, si bien no son totalmente idénticos puesto que las membranas en cada parte deben ser diferentes. La válvula presentada en este trabajo sí posee esta ventaja, ya que está compuesta de dos mitades idénticas que se pueden fabricar de la misma forma.

La válvula de Ohori soporta una presión máxima de 0,4 atm, y su tamaño es relativamente grande en comparación con el resto de válvulas, ya que tiene una dimensión (la longitud) de 11 mm. El ancho es del orden de 400  $\mu\text{m}$ .

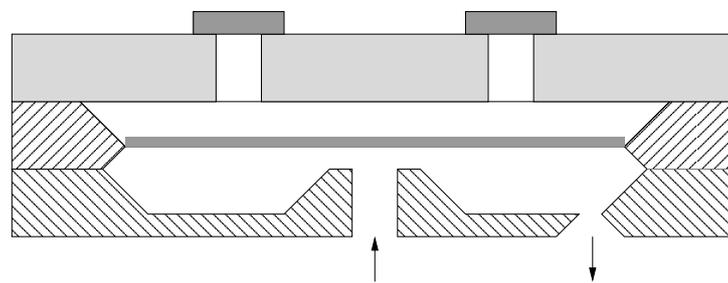
#### 2.6.4. Yang 1997

Al igual que el dispositivo descrito en la sección anterior, el que ahora nos ocupa [128] cierra el flujo del fluido de trabajo mediante la expansión en tamaño de un obstáculo situado en su paso. En este caso, dicha expansión se produce por la introducción de aire a presión en el interior de una membrana de silicona. Se trata, pues, de una actuación neumática. También existe un segundo modo de actuación en el que el aire, además de poseer una presión alta, es calentado para aumentar aún más el volumen del globo que forma la membrana. En este caso la actuación sería termoneumática.

El proceso de fabricación es parecido al descrito más arriba para los diseños de Ohori [83] y Shoji [105]. Consiste en grabar desde la cara inferior una oblea de silicio hasta dejar únicamente una membrana. En la cara superior se deposita entonces la capa de silicona, y después se termina de eliminar la membrana de silicio que quedaba. De esta forma, es posible actuar desde la cara inferior, introduciendo aire a presión para inflar la silicona. En el caso de que se quiera aplicar también el calor para dilatar el aire hay que depositar una capa de metal que hará las veces de resistencia.



**Figura 2.4:** Esquema de la estructura de la válvula de Yang (1997)



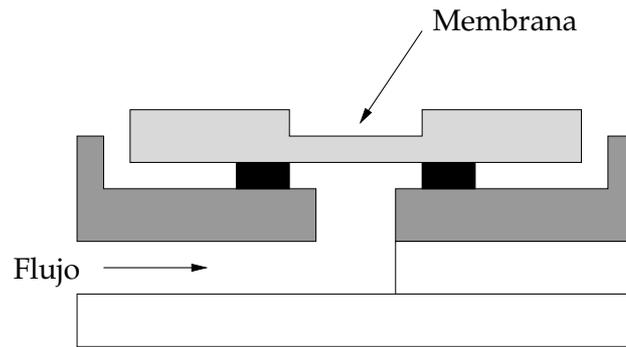
**Figura 2.5:** Esquema de la estructura de la válvula de Henning (1998)

En el caso de que el fluido de trabajo sea agua, los autores afirman [127] que la presión máxima a la que es posible cerrar la válvula es de 2,7 atm, aproximadamente, obteniéndose un caudal máximo de casi 25 mL/min. El consumo de potencia del dispositivo varía lógicamente con la presión del fluido de trabajo, siendo de 150 mW para el caso de la presión máxima indicada.

### 2.6.5. Henning 1998

Esta válvula [44] presenta un método de actuación bastante diferente a las descritas previamente. Se basa en una actuación termoneumática para cerrar un dispositivo normalmente abierto. El mismo autor reconoce que este tipo de actuación tiene el gran inconveniente de ser mucho más lenta que los métodos electrostático, electromagnético o neumático. La principal ventaja es que pueden conseguirse grandes esfuerzos.

El dispositivo contiene una cavidad herméticamente cerrada y deformable, que contiene un fluido. Mediante el paso de una corriente eléctrica por unas resistencias, este fluido es calentado, y se expande, deformando una membrana de la cavidad que lo contiene y cerrando el paso al fluido



**Figura 2.6:** Esquema de la estructura de la válvula de Vandelli (1998)

de trabajo. El canal por el que circula este fluido de trabajo tiene una estructura bastante común en las microválvulas de silicio, consistiendo en una zona grabada en un lado de una oblea, y dos orificios pasantes que la conectan con el otro lado.

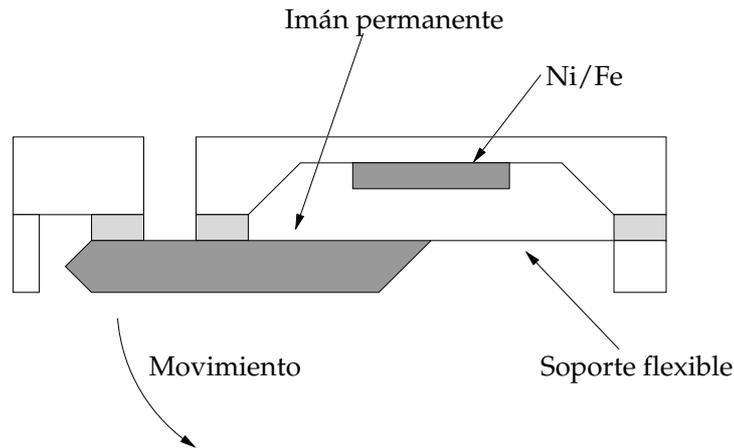
La fabricación de esta válvula necesita de tres obleas, dos de las cuales son de silicio y la tercera de pyrex. En la oblea de pyrex se taladran dos orificios pasantes, que luego son metalizados. Estos orificios contendrán el fluido expansible y el metal actuará de calentador. La oblea intermedia de silicio, que forma la membrana deformable se somete a un grabado anisotrópico desde una de sus caras, hasta dejar únicamente una fina membrana. En la tercera oblea se graba el canal de paso y se realizan los orificios pasantes de entrada y salida. Por último, las tres obleas se unen entre sí usando unión por fusión y unión anódica. El fluido termoneumático se introduce en la cavidad a través de los orificios de la oblea de pyrex, y éstos se sellan para evitar pérdidas.

La presión máxima soportada por esta válvula llega casi hasta 2 atm, aunque el tiempo de respuesta es grande, siendo de 0,1 s en el mejor de los casos, y de casi 4 s para la presión máxima.

### 2.6.6. Vandelli 1998

Esta válvula [119] posee un método de actuación electrostático, por lo que el rango de presiones que puede manejar no es muy grande. El diseño está pensado para ser usado en matrices de válvulas. El proceso de fabricación se basa en grabados en superficie usando polisilicio como material de sacrificio y en un grabado anisotrópico en volumen. Para construir un conjunto de válvulas hay que usar unión de varias obleas.

La válvula está pensada para manejar aire u otro gas, y los resultados experimentales muestran que soporta una presión máxima de 20 kPa. El



**Figura 2.7:** Esquema de la estructura de la válvula de Capanu (2000)

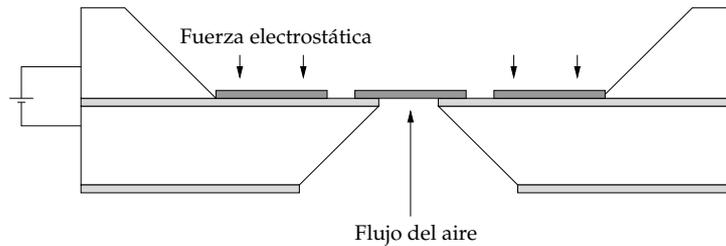
flujo es laminar, con lo que la caída de presión es lineal con el flujo de fluido. El mayor inconveniente de la válvula es que las pérdidas son relativamente elevadas.

### 2.6.7. Capanu 2000

Esta válvula [14] se basa en la actuación electromagnética, lo que no es muy común en microsistemas, ya que las fuerzas electromagnéticas escalan comparativamente peor que otras fuerzas al pasar a la escala microscópica [73]. La válvula se diseñó para poder controlar un caudal de agua de hasta  $0,5 \mu\text{L/s}$  a una presión de hasta 2000 Pa, aunque puede llegar a soportar 7 kPa.

La estructura de la válvula está formada por un asiento móvil cubierto por una aleación de Ni/Fe y con un imán permanente, y una base, que tiene una bobina y otra película de Ni/Fe. Cuando se hace pasar una corriente a través de la bobina, la fuerza electromagnética hace que el asiento móvil defleccione, abriendo el paso al fluido. El imán permanente del asiento induce un flujo magnético en la película de Ni/Fe de la base, manteniendo entonces a la válvula en la posición abierta. Se puede cerrar generando una corriente en sentido contrario.

Las principales ventajas de esta solución son que es biestable, y requiere de una baja tensión de actuación (sólo 1 ó 2 V), siendo su consumo muy reducido. El principal inconveniente es la dificultad de fabricación, ya que hacen falta ocho materiales distintos para construirla, y unión entre obleas. El tamaño del dispositivo es de  $8000 \mu\text{m}$ .



**Figura 2.8:** Esquema de la estructura de la válvula de Yobas (2001)

### 2.6.8. Yobas 2001

La aplicación para la que esta válvula está pensada [131] es la de crear pantallas táctiles para personas con deficiencias visuales. El objetivo es que la válvula controle el paso de aire a una cámara que, al llenarse, expandiría una membrana elástica suficientemente grande como para ser sentida al tacto. Un conjunto de estas cámaras y válvulas formaría un texto dinámico en Braille.

La válvula en si funciona como una válvula anti-retorno con posibilidad de cierre controlado. Está formada por una membrana perforada colocada encima de una oblea con un orificio. Cuando hay una caída de presión positiva desde el lado de la oblea en el que no hay membrana hacia aquél en que sí la hay, la membrana se deforma, y a través de sus perforaciones deja pasar el aire. En el otro sentido no es posible la circulación ya que la membrana no puede deformarse en ese sentido. La aplicación de una tensión eléctrica entre la membrana y la oblea permite el cierre a pesar de existir diferencia de presión.

El proceso de fabricación necesita de dos obleas de silicio que luego son unidas entre sí. En una de ellas se mecaniza la membrana y en la otra el orificio de paso. Además es necesario depositar una capa de aislante antes de la unión para evitar que haya un cortocircuito al aplicar tensión. La etapa más difícil es la creación de la membrana, puesto que el espesor es crítico para el buen funcionamiento y la perforación hace que sea propensa a la rotura. Asimismo, la unión final debe hacerse con extremo cuidado en la alineación.

En cuanto a los resultados experimentales, los autores afirman que la válvula es capaz de cerrarse ante una presión máxima de 19,3 kPa, siendo la tensión de actuación necesaria en ese caso de 72,9 V.

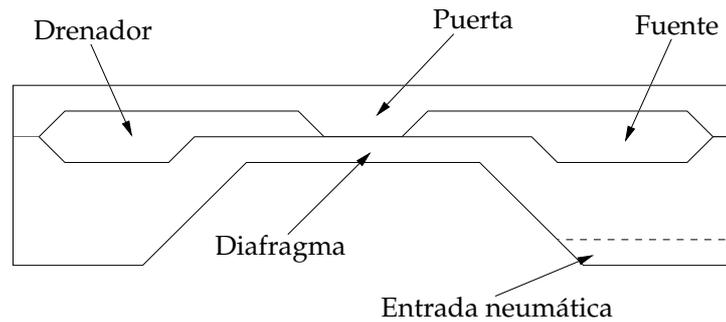


Figura 2.9: Esquema de la estructura de la válvula de Takao (2002)

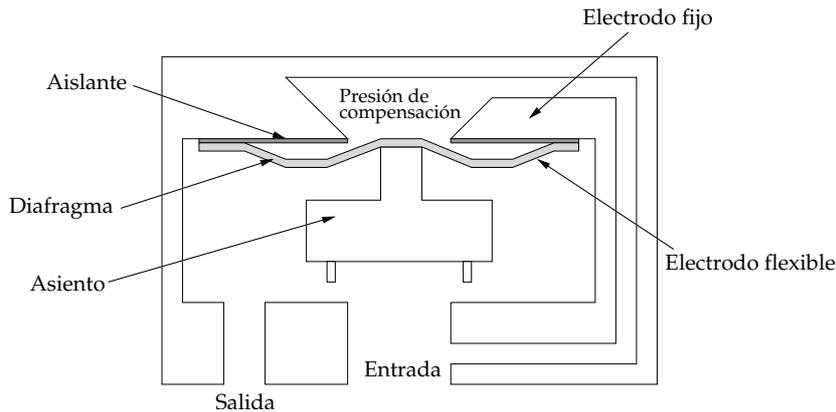
### 2.6.9. Takao 2002

El método de actuación de la válvula desarrollada por Takao [112] es el mismo que el de la válvula presente: la fuerza neumática. Lo que, en opinión de sus autores, hace diferente a esta válvula es su analogía con un transistor de efecto de campo (MOSFET). En efecto, si se equiparan los canales de entrada y salida de la válvula a la fuente y al drenador del transistor y la cavidad de actuación neumática a la puerta, las curvas características que relacionan la diferencia de presión entre la entrada y la salida con la diferencia entre la actuación y la entrada son muy similares a las existentes en un MOSFET entre las tensiones drenador-fuente y puerta-fuente. Esta analogía lleva a los autores a desarrollar todo un conjunto de circuitos fluidicos con un funcionamiento similar a sus equivalentes electrónicos [111], como por ejemplo amplificadores inversores, que pueden ser analizados por el conocido método de las pequeñas señales, usado comúnmente en Electrónica Analógica.

La estructura de la válvula es similar a la de otras que se han descrito antes. Consta de tres obleas unidas entre sí. La superior (hecha de pyrex) contiene los orificios de entrada y salida y el canal que los une. La intermedia (de silicio) cubre este canal con una membrana y por su otra cara posee una cavidad que al llenarse de aire puede deformar la membrana, impidiendo la circulación por el canal. La última oblea forma el cierre de la cavidad.

El proceso de fabricación es relativamente sencillo, siendo su principal inconveniente el mismo que en otros casos descritos: la necesidad de la unión entre obleas. Aparte de esta dificultad, el resto del proceso puede lograrse con grabados húmedos anisotrópicos para formar el canal, la membrana y la cavidad de actuación, y con taladrado del pyrex para formar los orificios de entrada y salida.

Las dimensiones de la válvula descrita son de  $800\ \mu\text{m}$  de ancho y  $1200\ \mu\text{m}$  de largo. La presión máxima del fluido de trabajo que la válvula es



**Figura 2.10:** Esquema de la estructura de la válvula de Wijngaart (2002)

capaz de manejar es de 0,8 atm, obteniéndose en ese caso un caudal máximo de 5 mL/min. Para controlar el caudal máximo a la presión máxima, la presión neumática de actuación que hay que ejercer es de 0,82 atm.

### 2.6.10. Wijngaart 2002

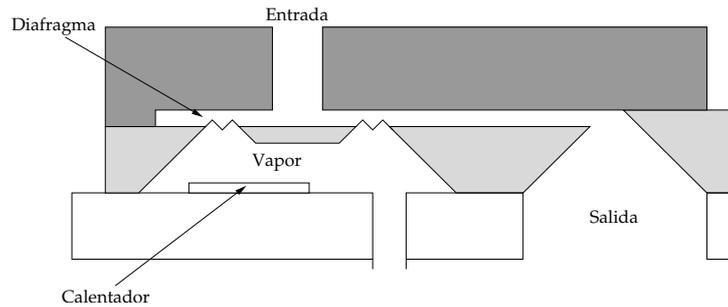
En la descripción que Wijngaart y otros hacen de este diseño de válvula [118], afirman que está basado en el presentado anteriormente por Huff en 1990 [49], que se ha descrito previamente. Sobre la estructura de dicho diseño, se realizaron algunas modificaciones para mejorarlo, como por ejemplo aumentar la superficie sobre la que se aplica la presión de compensación para que así el equilibrio entre las dos presiones sea más fácil de conseguir. El método de actuación es la fuerza electrostática.

El proceso de fabricación de este dispositivo es uno de los más complejos de los existentes hasta ahora, ya que necesita emplear al menos cuatro obleas mecanizadas que luego tienen que unirse.

Lamentablemente, los autores no proporcionan información sobre los parámetros de funcionamiento de la válvula, aunque es de esperar que sean de una magnitud similar a los de la válvula de Huff, en la que esta está basada.

### 2.6.11. Rich 2003

Esta válvula [92] tiene un asiento formado por un diafragma corrugado. Este diafragma cubre una cavidad cerrada, que contiene un fluido volátil. Este fluido se calienta mediante unas resistencias situadas dentro de la cavidad, de forma que parte de él se evapora y la presión dentro de la



**Figura 2.11:** Esquema de la estructura de la válvula de Rich (2003)

cavidad aumenta. El aumento de presión deforma el diafragma, haciendo que tapone el orificio de entrada del fluido (un gas) que se encuentra en otra oblea en la parte superior.

El dispositivo está constituido por tres obleas: dos de vidrio y una central de silicio, unidas anódicamente. La oblea superior contiene el orificio de entrada, la inferior el de salida, y la intermedia el asiento de la válvula y la cavidad con el fluido volátil. El diafragma se fabrica corrugado para conseguir una mayor capacidad de deflexión sin que se rompa.

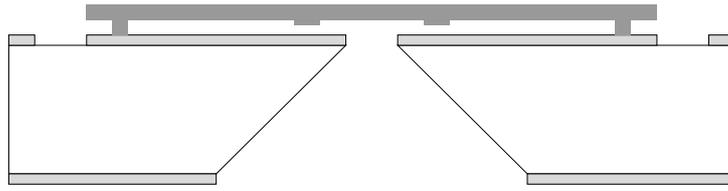
El proceso de fabricación tiene una dificultad media, ya que es necesaria la construcción de las resistencias mediante deposición en la oblea inferior, la introducción de una sustancia volátil en la cavidad abierta, la creación de un diafragma corrugado y la unión anódica de tres obleas. Los autores afirman que la principal ventaja de este diseño es el alto caudal que puede llegar a obtenerse, y que han llegado a medir un flujo de  $2 \cdot 10^{-3}$  L/s.

El tamaño de esta válvula es de 1,8 mm y la presión máxima que soporta, según los autores, de 1,97 atm.

### 2.6.12. Yobas 2003

Esta válvula [130] es una mejora en el diseño de la válvula anteriormente descrita y construida por Yobas *et al.* en 2001 [131]. En este caso, el proceso de fabricación se basa en el grabado en superficie, en lugar de en volumen, lo que, según los autores, permite soportar mayores diferencias de presión para la misma tensión de actuación.

El funcionamiento conceptual de esta válvula es muy similar al de la anterior, con una membrana que tapa un orificio practicado en una oblea y que se separa de ésta por un flujo de aire. De la misma forma que antes, la aplicación de una tensión adhiere la membrana al sustrato y la válvula se cierra. La diferencia es que en esta caso la membrana no está construida



**Figura 2.12:** Esquema de la estructura de la válvula de Yobas (2003)

mecanizando en volumen una oblea hasta dejarla reducida a una capa de algunas micras de espesor, sino que se usa una capa de sacrificio sobre la que se deposita el polisilicio que forma la membrana. Al final de proceso la capa de sacrificio (formada por PSG) es eliminada mediante un ataque húmedo en HF. Esto se puede hacer gracias a que la membrana posee perforaciones.

El proceso de fabricación es, gracias a estos cambios, algo más simple que el anterior, pero los autores afirman que debe ser mejorado bastante para poder ser usado en un producto comercial. Los inconvenientes que citan son, por ejemplo, que la membrana se suele romper al poco tiempo de uso, o que se queda pegada al sustrato en la fase de eliminación de la capa superficial. Como se verá más adelante, el proceso de fabricación de esta válvula posee algunos puntos en común con el proceso de la válvula objeto de esta investigación.

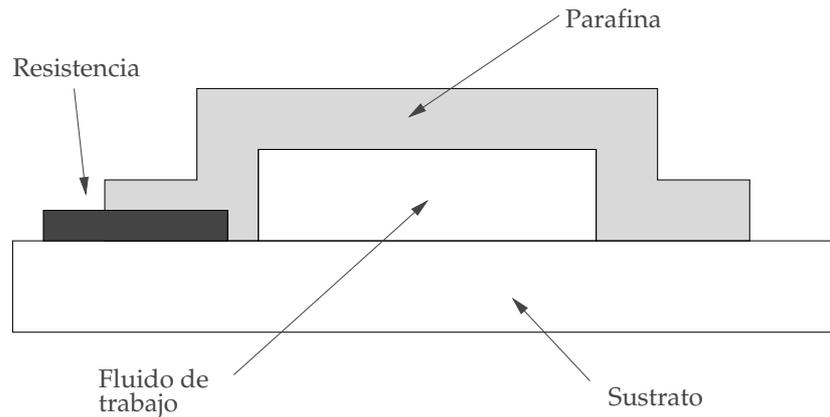
Los parámetros de funcionamiento son algo mejores que los de la primera versión, llegándose a una diferencia de presión de 82,7 kPa para una tensión de actuación de 68 V.

### 2.6.13. Selvaganapathy 2003

Esta válvula [99] consigue grandes esfuerzos de actuación con bajo consumo mediante la expansión térmica de un depósito de parafina. La válvula contiene una resistencia por la que se hace pasar corriente, calentando así la parafina más allá de su punto de fusión, que se expande, cerrando el paso al fluido por el interior de un canal. Se trata de una válvula normalmente abierta.

El esquema básico de esta válvula se muestra en la figura 2.13. En esta figura, el flujo es perpendicular al plano del dibujo, y la parafina, al expandirse oprime el canal de paso, llegando a impedir la circulación de fluido.

Como en todas las válvulas de actuación térmica, su principal inconveniente es la velocidad de respuesta. Sin embargo, los autores afirman que en este caso la apertura y cierre son relativamente rápidos, llegando a valores tan bajos como 15 ms. La presión máxima soportada por la válvula



**Figura 2.13:** Esquema de la estructura de la válvula de Selvaganapathy (2003)

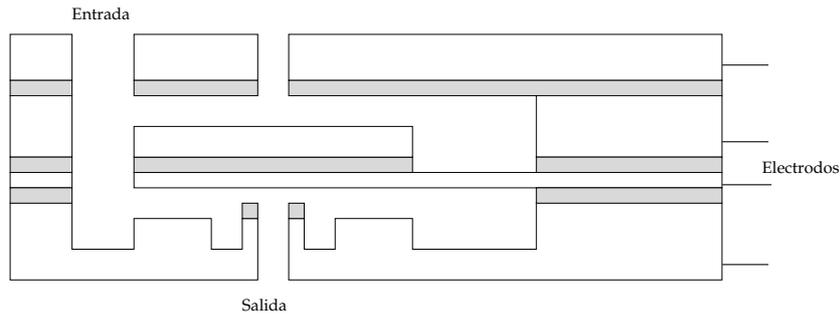
es de 158 kPa.

El proceso de fabricación comienza depositando una fotorresina gruesa, que se usará como capa de sacrificio para formar el canal de paso del fluido. Sobre la fotorresina, ya conformada, se crea una capa de parylene-C, que hará de pared del canal. Encima de esta capa, se crean las resistencias de calentamiento, y se deposita la parafina. Y por último, encima de la parafina se recubre el dispositivo con níquel para conseguir que la parafina sólo se deforme hacia el parylene, que es flexible. El último paso consiste en la eliminación de la fotorresina de sacrificio. Para esto ha habido que hacer previamente unos orificios pasantes a través del sustrato, que finalmente son tapados. Los autores afirman que el proceso necesita de 7 etapas de fotolitografía.

#### 2.6.14. Yang 2004

La válvula diseñada por Yang y otros [129] tiene como objeto el control del combustible gaseoso suministrado a un micromotor desarrollado en el MIT [24]. Puesto que el motor está formado por una microturbina, es importante poder regular la cantidad de combustible que llega al mismo en un momento dado, para así poder controlar la potencia. La válvula que se describe es biestable, lo que en principio no la hace adecuada para esta función. Pero los autores proponen un conjunto de válvulas actuando en paralelo, de forma que, abriendo un mayor o menor número de ellas, es posible controlar la cantidad total de combustible que llega al motor. Esta idea es similar a la empleada en este trabajo de investigación (ver 1.4). Es por eso que los autores afirman que la principal ventaja de esta válvula es su capacidad de ser integrada en matrices.

La válvula opera principalmente con nitrógeno gaseoso, siendo capaz



**Figura 2.14:** Esquema de la estructura de la válvula de Yang (2004)

de soportar una presión tan alta como 1 MPa a temperatura ambiente. En este sentido, es la válvula que más alta presión es capaz de soportar de entre las conocidas hasta la fecha, si bien es cierto que las que tienen un gas como fluido de trabajo suelen admitir más presión que las que trabajan con líquidos.

El principio de actuación de la válvula es la fuerza electrostática. La estructura consiste en una base con un orificio de salida del gas, sobre la que está suspendida un asiento unido a la estructura mediante una viga. Encima del asiento existe una tercera estructura que contiene el orificio de entrada del fluido. Las tres partes están accesibles eléctricamente. Si se establece una diferencia de potencial entre la base y el asiento, éste se desplaza hasta taponar el orificio de salida. Como la fuerza de recuperación elástica de la viga que sostiene al asiento puede no ser suficiente para devolverlo a su posición original, es posible aplicar otra diferencia de potencial entre el asiento y la estructura superior.

El proceso de fabricación del dispositivo es muy complejo, requiriéndose la unión por fusión de tres obleas SOI (*Silicon On Insulator*) y hasta 4 etapas de DRIE. El tamaño final de la válvula es de unos 1,64 mm, y su consumo de potencia de 0,04 mW.

### 2.6.15. Resumen y conclusiones

La tabla 2.1 resume las características más importantes de las microválvulas que se han descrito hasta ahora.

La principal conclusión que puede sacarse del estudio de la bibliografía mencionada, y de la tabla 2.1 es que hasta ahora no existe una única tecnología que predomine en el diseño y fabricación de microválvulas. Se trata de un campo en el que diferentes técnicas y modos de actuación se están ideando y probando continuamente, y hasta el día de hoy no ha aparecido una tecnología suficientemente convincente como para que sea amplia-

mente adoptada.

Esto puede deberse a la multitud de parámetros de diseño que tiene una válvula de este tipo (como ya se indicó en la sección 1.4). Es posible diseñar una microválvula con muchos parámetros como objetivo, y es extremadamente difícil construir un dispositivo que sea óptimo en todos ellos. Por esa razón, se siguen diseñando válvulas específicas para cada aplicación, y que están optimizadas para cada caso concreto. Un ejemplo muy claro de esta afirmación es la válvula diseñada por Yang en 2004, pensada específicamente para el control de un micromotor construido por el mismo grupo de investigadores.

En los capítulos 3, 4 y 5 se describirá la válvula que se ha diseñado en el presente trabajo de investigación. De entre las microválvulas descritas aquí, las que tienen mayor parecido con esta son las desarrolladas por Huff en 1990 y por Takao en 2002.

Autor	Año	Ref.	Actuación	Fabricación	Tamaño	Presión máxima	Consumo/alimentación	Flujo/régimen
<b>Huff</b>	1990	[49]	Electrostática	Compleja	10 mm	120 kPa	350 V	Laminar
<b>Shoji</b>	1991	[105]	Electrostática	Media	12 mm	20 kPa	60 V	Líquido
<b>Ohori</b>	1997	[83]	Neumática	Media	11 mm	40 kPa	-	Líquido
<b>Yang</b>	1997	[127]	Termoneumática	Media	2,3 mm	270 kPa	150 mW	Líquido
<b>Henning</b>	1998	[44]	Termoneumática	Media	2 mm	200 kPa	2 W	Aire
<b>Vandelli</b>	1998	[119]	Electrostática	Media	0,6 mm	20 kPa	-	Aire
<b>Capanu</b>	2000	[14]	Electromagnética	Muy compleja	8 mm	7 kPa	2 V	Líquido, laminar
<b>Yobas</b>	2001	[131]	Electrostática	Compleja	2 mm	19,3 kPa	72,9 V	Aire
<b>Takao</b>	2002	[112]	Neumática	Sencilla	5 mm	80 kPa	-	Líquido o gas
<b>Wijngaart</b>	2002	[118]	Electrostática	Muy compleja	1 mm	500 kPa	366 V	Gas
<b>Rich</b>	2003	[92]	Termoneumática	Media	1,8 mm	197 kPa	500 mW	Gas
<b>Yobas</b>	2003	[130]	Electrostática	Compleja	1,5 mm	82,7 kPa	68 V	Aire
<b>Selvaganapathy</b>	2003	[99]	Termoneumática	Media	1,5 mm	158 kPa	40 mW	Líquido
<b>Yang</b>	2004	[129]	Electrostática	Compleja	1,64 mm	1000 kPa	0,04 mW	Gas

**Tabla 2.1:** Resumen de características de las microválvulas mencionadas en el texto



*We have a lot of people revolutionizing the world because they've never had to present a working model.*

Charles F. Kettering (1876-1958)

# 3

## Diseño y modelado de la microválvula

---

3.1. Introducción . . . . .	71
3.2. Esquema general . . . . .	72
3.3. Dimensionado . . . . .	73
3.4. Diseño de las máscaras . . . . .	76
3.5. Modelado matemático del comportamiento . . . . .	77
3.6. Simulación del comportamiento . . . . .	79
Simulaciones desacopladas •	
Simulaciones acopladas	
3.7. Conclusiones obtenidas de las simulaciones . . . . .	87

---

### 3.1. Introducción

En este capítulo se presenta el principio de funcionamiento en el que se basa la microválvula objeto de esta investigación. A partir de este principio de actuación se presenta una estructura que lo implemente físicamente. Esta estructura está pensada para ser fácil de fabricar dados los procesos

disponibles, y que han sido descritos en el capítulo 2.

Después de presentar la estructura de la microválvula en la sección 3.2, la elección de las dimensiones más adecuadas en la sección 3.3 y el diseño de las máscaras en 3.4, la sección 3.5 aborda el modelado matemático de su comportamiento, basado en las ecuaciones de la mecánica de fluidos, que también fueron introducidas en el capítulo 2. Se verá que estas ecuaciones no son suficientes para tener un modelo cerrado del comportamiento del dispositivo, y que es necesario recurrir a los métodos numéricos para lograr dicho modelo.

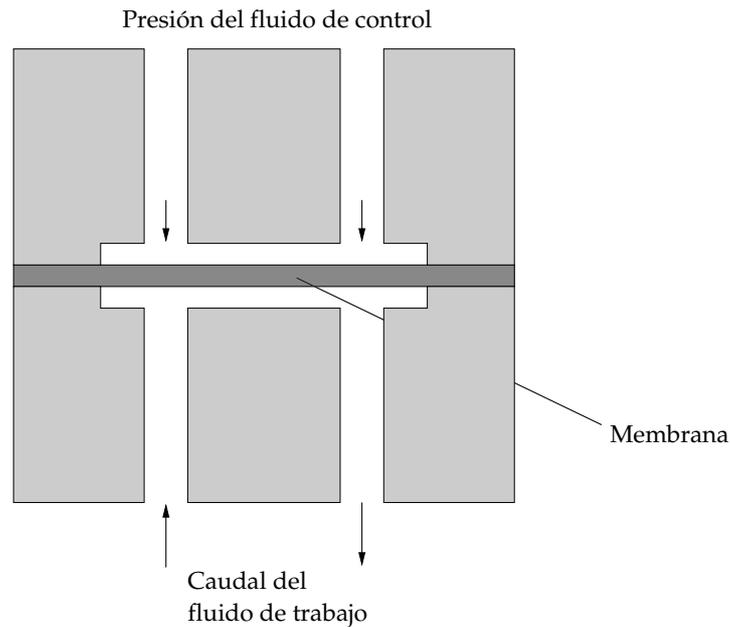
La sección 3.6 describe con detalle dichos métodos y cómo han sido aplicados para modelar el comportamiento de la microválvula. Además de este modelado, otras conclusiones interesantes pueden obtenerse de las simulaciones numéricas, y se exponen en la sección 3.7.

## 3.2. Esquema general

En el capítulo anterior se mencionaron trabajos previos que utilizaban la presión de un fluido de control para actuar la válvula. El dispositivo objeto de este trabajo de investigación se basa en un principio similar. El fluido usado para la actuación será normalmente aire u otro gas, pero podría ser un líquido. Las principales ventajas del diseño presente son: facilidad de fabricación, estructura monolítica, y mayor rango de presiones que se pueden controlar.

El principio de actuación con un fluido se puede realizar con una estructura como la que se muestra en la figura 3.1. En esta figura, dos fluidos diferentes aplican una presión sobre una membrana. En equilibrio, la membrana se encuentra en la posición de la figura. Pero si la presión del fluido superior es considerablemente mayor que la del inferior, la membrana se deformará hacia abajo. Cuando la membrana esté completamente deformada, bloqueará el fluido inferior, que no podrá circular entre la entrada y la salida. La presión del fluido de control (superior) podría aplicarse usando una cámara que tuviese una sola entrada, en lugar de las dos que aparecen en la figura, pero el esquema propuesto presenta una gran ventaja, como se verá más adelante.

Este esquema general puede fabricarse con facilidad en tecnología de microsistemas, con pequeñas diferencias respecto a lo que se muestra en la figura 3.1. La figura 3.2 muestra un esquema de la estructura interna de la microválvula, con las indicaciones de las dimensiones que la caracterizan. En esta figura,  $D_i$  y  $D_o$  son los diámetros de los orificios de entrada y salida,  $L_i = L_o$  es la longitud de dichos orificios,  $D_3$  y  $L_p$  son las dimensiones



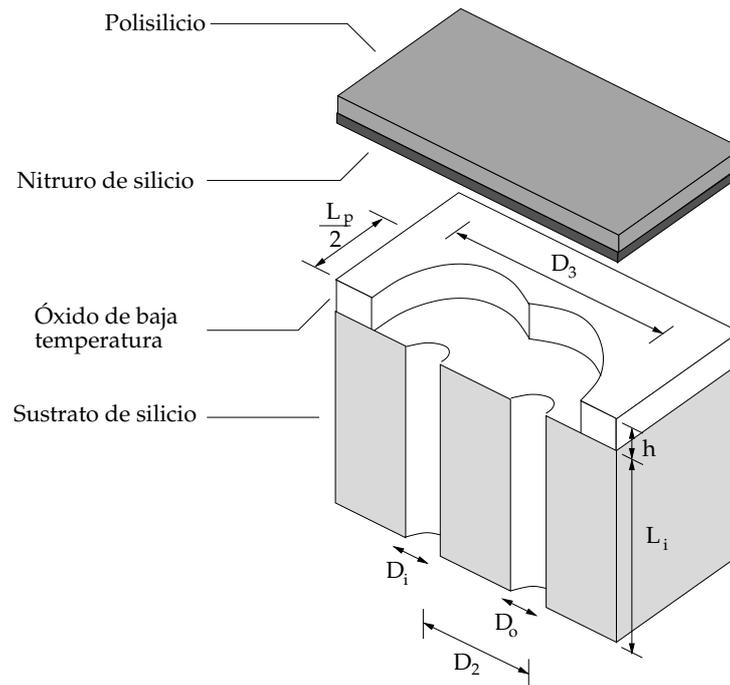
**Figura 3.1:** Estructura general del diseño

de la cámara formada por la membrana,  $h$  es el espesor de esta cámara, y  $D_2$  es la separación entre los centros de los orificios de entrada y salida.

La gran ventaja que proporciona el esquema de la figura 3.1 es que las dos partes (superior e inferior) de que consta el dispositivo son idénticas y pueden fabricarse a la vez. De esta forma, en cada oblea de silicio que se utilice para fabricar la microválvula se incluirá un número de dispositivos, de los cuales una mitad funcionará como secciones inferiores de una microválvula, y la otra mitad como secciones superiores. Esta posibilidad representa un considerable ahorro respecto a un diseño en el que cada mitad tuviese que fabricarse por separado, con diferentes procesos de fabricación.

### 3.3. Dimensionado

En principio, todas las dimensiones mostradas en la figura 3.2 pueden ser elegidas libremente, con la limitación de los procesos tecnológicos disponibles, que se enumeraron en el capítulo 2 (por ejemplo,  $h$  está acotado superiormente por el máximo espesor que es posible crear en la capa de óxido de baja temperatura, y  $L_i$  es el espesor normalizado de una oblea de silicio). Una excepción a esta afirmación son los valores de  $L_p$ ,  $D_2$  y  $D_3$ , que están ligados entre sí por el propio diseño del proceso de fabricación (esta limitación se describe con más detalle en la sección 4.9, página 110).



**Figura 3.2:** Corte de la microválvula con la membrana eliminada para apreciar el interior. Se indican todas las dimensiones que se mencionan en el texto. También se enumeran los materiales que se utilizarán para la fabricación

Dentro de la libertad de elección de las dimensiones, en los siguientes párrafos se justifican los valores que se eligieron para los dispositivos fabricados. Algunas de las elecciones fueron motivadas por necesidades externas, mientras que otras estuvieron determinadas por el proceso de fabricación (ver capítulo 4).

1. La longitud de los canales de entrada y salida ( $L_i$ ) viene determinada por el espesor de la oblea que forma el cuerpo de la válvula. Este espesor está normalizado, como se mencionó en la sección 2.3.1. De entre los espesores normalizados para obleas de silicio, se eligió el valor de  $380 \mu\text{m}$  por ser el más barato (menos espesor implica menos cantidad de silicio). Un espesor menor que este haría que el manejo manual de la oblea fuese difícil, ya que tendería a romperse con mucha facilidad.
2. El diámetro de los orificios de entrada y salida ( $D_i$  y  $D_o$ ) viene determinado por la capacidad de conexión de la microválvula a los equipos macroscópicos que se iban a utilizar para realizar las medidas apropiadas. En el capítulo 5 se describirá con detalle el montaje experimental que se realizó para caracterizar el dispositivo. Dicho montaje estaba formado, entre otros componentes, por tubos de síli-

ca que conectaban la microválvula con los manómetros y bombas de fluido. Los tubos de sílica son fabricados en diámetros normalizados, siendo el mínimo diámetro exterior que se puede conseguir de  $90 \mu\text{m}$ . Por tanto, realizar orificios de diámetro inferior a este valor carece de sentido. Se optó por fabricar dos versiones diferentes de microválvulas, una con orificios de diámetro  $100 \mu\text{m}$  y otra con diámetro  $200 \mu\text{m}$ . La sección 5.3 describirá los resultados obtenidos con cada una de las versiones.

3. La separación entre la entrada y la salida ( $D_2$ ) también está condicionada por la necesidad de conectar macroscópicamente las tuberías de entrada y salida para la caracterización. Si esta dimensión es demasiado pequeña, será muy difícil dicha conexión. Por el contrario, una dimensión muy elevada aumentará el tamaño total del dispositivo, desperdiciando superficie útil en la oblea de silicio, y prolongará innecesariamente el proceso de fabricación. Las distancias que se eligieron entre los centros fueron de  $300$  y  $500 \mu\text{m}$ .
4. El espesor de la cámara por la que circula el fluido ( $h$ ) está acotado por el proceso tecnológico, entre el mínimo y el máximo espesor de óxido de silicio que se puede depositar sobre un sustrato de silicio. Dadas estas limitaciones, y atendiendo a los espesores habituales en diseños previos, se eligió un espesor de  $2,5 \mu\text{m}$ . Esta dimensión no puede cambiarse de un dispositivo a otro como se hizo anteriormente con los diámetros, ya que esto supondría modificar el flujo de proceso. Las simulaciones que se mostrarán más adelante en este capítulo sirvieron para comprobar que el espesor elegido es aceptable.
5. El espesor de la membrana que se deforma sobre la cámara y abre o cierra el paso al fluido viene también condicionado por el proceso de fabricación. Dentro de los parámetros que impone dicho proceso, debe elegirse un valor que garantice que la membrana no va a romperse bajo la acción de las presiones a las que funcionará la microválvula. Después de una primera estimación basada en las fórmulas de la elasticidad plana [115], se eligió un valor de  $2,5 \mu\text{m}$  para este espesor. Posteriormente, las simulaciones confirmaron la validez de esta elección.

Con todas las consideraciones descritas, se pueden resumir los valores elegidos para las dimensiones de la figura 3.2 como

$$\begin{aligned} D_i = D_o &= 200 \mu\text{m} \\ L_p &= 410 \mu\text{m} \end{aligned}$$

$$D_3 = 760 \mu\text{m}$$

$$h = 2,5 \mu\text{m}$$

$$L_i = 380 \mu\text{m}$$

Hay que notar que las condiciones que se han enunciado anteriormente referentes a la necesidad de conexión macroscópica de las tuberías de entrada y salida se refieren únicamente a la fabricación de un prototipo, y vienen dadas únicamente por la razón explicada. No hay nada en el diseño que impida la reducción proporcional de todas las dimensiones en el caso de que sea posible la integración de las tuberías de entrada y salida. Es decir, es perfectamente posible con el diseño presentado fabricar microválvulas a una escala mucho menor, únicamente limitada por las técnicas de fabricación disponibles hoy en día, y todas las descripciones dadas en este capítulo, incluido el modelado que se presenta a continuación, seguirían siendo válidas.

### 3.4. Diseño de las máscaras

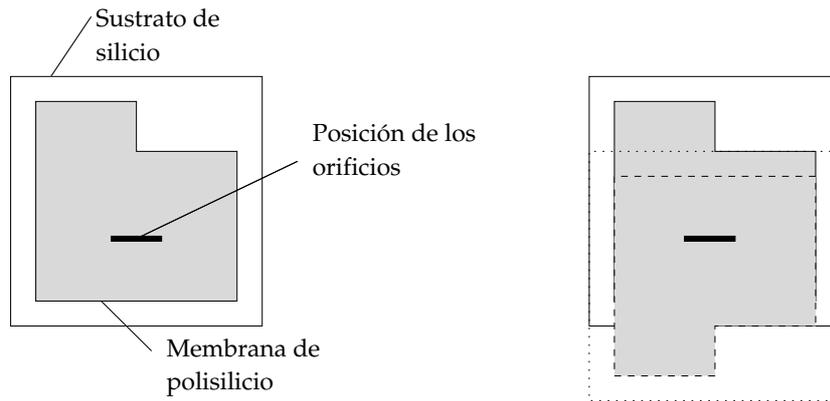
Tal y como se ha descrito en el capítulo 2, las técnicas de fabricación de microistemas se basan principalmente en la fotolitografía. Es por eso que para la fabricación de la microválvula será necesario diseñar varias máscaras fotolitográficas (el proceso de fabricación se describe en detalle en el capítulo 4).

Las máscaras determinarán la forma de la microválvula en el plano de la oblea, viniendo la otra dimensión determinada por el proceso de fabricación. Es posible diseñar una máscara en la que algunos de los dispositivos que se fabricarán en una misma oblea posean unas dimensiones concretas en el plano de la oblea, mientras que otros posean otras. Esta variación no es posible, como se ha dicho, en la dirección perpendicular.

De lo anterior se desprende que las características que quedan determinadas por la máscara son  $L_i$ ,  $D_i$ ,  $D_o$  y  $L_p$ . En el capítulo 4 se mencionarán las variaciones que se introdujeron en las máscaras para fabricar dispositivos con diferentes dimensiones.

Además de para las mencionadas dimensiones, las máscaras fotolitográficas también se pueden usar para introducir características auxiliares en el diseño, que puedan ser utilizadas durante el funcionamiento. Esto es particularmente útil en este dispositivo, ya que, como se ha explicado, es especialmente indicado para unir dos elementos idénticos y formar una microválvula completa.

Se va a diseñar una geometría especial en la máscara que determina la



**Figura 3.3:** Forma de la máscara, y método de alineación

forma externa de la membrana para que sea fácil unir dos dispositivos, de forma que estén perfectamente alineados, y sus orificios de entrada y salida estén correctamente enfrentados. Esta geometría es simple, y se muestra en la figura 3.3.

En esta figura se puede ver a la izquierda la geometría en forma de "L" que se va a dar a la membrana de polisilicio, sobre el tamaño del dado de sustrato de silicio, una vez cortado. El área oscura en el centro indica la posición de los orificios de entrada y salida. La forma que se da a la membrana permite alinear el borde del dado con el corte de la "L" de la membrana, como se aprecia en la parte derecha de la figura. De esta forma, se garantiza que los orificios de ambas estructuras quedarán enfrentados.

### 3.5. Modelado matemático del comportamiento

El modelo matemático del dispositivo persigue obtener analíticamente la función característica de la microválvula, esto es, la relación entre la presión aplicada y el caudal que circula, para las dos posiciones de la válvula (abierta y cerrada). Como se verá a continuación, no es posible encontrar una expresión analítica cerrada para esta característica, debido a la geometría del dispositivo, aunque sí es posible el modelado de muchas partes del mismo.

También sería posible en principio obtener un modelado del comportamiento que no se limitase a las dos posiciones extremas de la membrana de la válvula, sino que la presión de actuación fuese una entrada más al modelo, y la posición de la membrana estuviese indeterminada en un principio. Dicho modelado se deja como una posible continuación de la investigación presentada aquí.

El modelo matemático es sustancialmente diferente dependiendo del régimen del flujo que aparezca. El régimen laminar y el turbulento son cualitativamente distintos. La gran mayoría de los dispositivos microfluidicos operan en el régimen laminar cuando el fluido es un líquido, debido al pequeño tamaño de sus dimensiones características y a los bajos caudales que aparecen [35]. Es, por tanto, razonable, comenzar con la hipótesis de régimen laminar. Esta hipótesis se confirmará como cierta en el capítulo 5, donde se obtendrá la característica experimental de la válvula, y se calculará el número de Reynolds  $Re$  que aparece en el flujo.

El flujo a través de la válvula pasa por tres etapas: el orificio de entrada, la cámara estrecha que hay junto a la membrana y que puede cambiar de forma por el movimiento de ésta, y el orificio de salida.

Tanto el orificio de entrada como el de salida son canales circulares, por lo que se puede aplicar la ecuación 2.10 del flujo de Poiseuille. Llamemos  $p_i$  y  $p_o$  a las presiones a la entrada y a la salida de la válvula, y  $p_1$  y  $p_2$  a las presiones a la entrada y salida de la cámara. Entonces se puede escribir

$$Q = \frac{\pi D_i^4 (p_1 - p_i)}{128 \mu L_i} \quad (3.1)$$

y

$$Q = \frac{\pi D_o^4 (p_o - p_2)}{128 \mu L_o} \quad (3.2)$$

En estas ecuaciones,  $Q$  es el caudal a través de la válvula, y  $D_i$ ,  $L_i$  y  $D_o$ ,  $L_o$  son los diámetros y longitudes de los orificios de entrada y salida, respectivamente. A partir de las ecuaciones 3.1 y 3.2 se puede deducir la expresión de la caída de presión en la cámara

$$p_1 - p_2 = (p_i - p_o) - \frac{128 \mu}{\pi} \left( \frac{L_o}{D_o^4} + \frac{L_i}{D_i^4} \right) \quad (3.3)$$

Si la geometría de la cámara fuese conocida y constante en el tiempo, se podría calcular el caudal  $Q$  y el modelado estaría resuelto. Pero la geometría de la cámara es variable, ya que la membrana se deforma al estar sometida a presión por sus dos caras, y esta deformación depende de las presiones del fluido a la entrada y a la salida ( $p_1$  y  $p_2$ ).

La teoría de la elasticidad aplicada a placas planas [115], [93] proporciona las ecuaciones de la deformación de la membrana en función de las presiones aplicadas. Pero el análisis siguiendo esta teoría se encuentra con dos problemas importantes:

1. La distribución de presiones sobre la superficie no es conocida en principio. Por tanto, no es posible aplicar las condiciones de contorno a las ecuaciones de la elasticidad y encontrar una solución. Este

problema podría resolverse tomando la aproximación de variación lineal de la presión del fluido de trabajo entre la entrada y la salida de la cámara. Dicha aproximación estaría justificada por el régimen laminar del flujo.

2. La geometría de la membrana es demasiado compleja como para que sea factible una solución analítica de las ecuaciones de la elasticidad de placas planas.

Como se ve, el primero de los inconvenientes del método analítico puede resolverse utilizando una aproximación. También sería posible acoplar el problema de elasticidad con el fluido, de forma que un solo conjunto de ecuaciones determinara tanto la deformación elástica de la membrana como la distribución de presiones. Esta última aproximación agravaría aún más el segundo problema mencionado (la complejidad de la geometría de la membrana), que de por sí es un grave inconveniente.

Se concluye pues que la forma de la membrana hace impracticable la obtención de unas ecuaciones que determinen el caudal de fluido que atraviesa la cámara formada por la membrana en función de la diferencia de presiones entre su entrada y su salida. La aproximación al problema que se va a tomar consiste en la simulación mediante métodos numéricos del comportamiento de la microválvula.

### **3.6. Simulación del comportamiento por elementos finitos**

Como se ha explicado en la sección anterior, la solución completamente analítica del problema del cálculo de la característica de la válvula diseñada es inabordable debido a su geometría. Por tanto, se van a utilizar métodos numéricos que, junto con las ecuaciones obtenidas previamente, proporcionarán el modelo completo del dispositivo.

Además de para la obtención de la curva característica, se pretende que las simulaciones numéricas proporcionen más información sobre el funcionamiento de la microválvula. Al final del capítulo, en la sección 3.7 se comentarán algunas otras conclusiones que pueden obtenerse de los resultados simulados.

Las simulaciones se van a presentar en dos partes. Primero se describirán las simulaciones realizadas a la parte sólida y a la fluidica de la estructura separadamente, y después las que proporcionan un resultado a las dos partes simultáneamente. Las primeras más sencillas de llevar a cabo y son mucho menos costosas computacionalmente, por lo que se pue-

den usar como una primera aproximación al comportamiento del sistema. Después de presentar las simulaciones acopladas se realizará una comparación entre los resultados de unas y otras con el fin de comprobar el grado de exactitud de la primera aproximación.

Los dos programas de ordenador que se utilizarán en este capítulo serán CoventorWare y ANSYS. CoventorWare [17] es un software desarrollado por la compañía Coventor, que está especialmente orientado al diseño y la simulación de microsistemas. La empresa nació como una spin-off después de una investigación sobre modelado de MEMS en el MIT. Actualmente, CoventorWare está compuesto de diferentes módulos, que permiten simular la práctica totalidad de los efectos relevantes en el campo de los microsistemas, como el efecto piezoeléctrico, fuerzas electrostáticas, conducción térmica, etc. El programa es reconocido, entre otras cosas, por la calidad de su simulador de dinámica de fluidos.

ANSYS [6] no es un programa inicialmente pensado para la simulación de microsistemas, sino que en sus orígenes consistía en un simulador de comportamientos mecánicos de estructuras. Al estar basado en el método de los elementos finitos, sus creadores han podido extenderlo hasta cubrir prácticamente todas las leyes físicas de interés en la ingeniería. En las últimas versiones, incorpora un paquete dirigido específicamente a la simulación de microsistemas.

Al estar diseñado con los microsistemas en mente, CoventorWare es más fácil de aplicar a la simulación de dispositivos del tipo que se trata aquí. En cambio, ANSYS es muy genérico y hay que adaptarlo a cada caso particular. Por otra parte, las capacidades de cálculo de ANSYS son igualadas por muy pocos productos existentes, superando a CoventorWare cuando se trata de problemas difíciles (entendiendo por difícil un problema mal condicionado numéricamente). Como cada uno de los dos productos presenta ventajas e inconvenientes, para la simulación de la microválvula se van a utilizar ambos, tratando de conseguir lo mejor de cada uno de ellos.

### 3.6.1. Simulaciones desacopladas

Las simulaciones separadas se han realizado con el programa CoventorWare, versión 2004. Consisten en la simulación, por una parte, del comportamiento de una membrana, con la geometría existente en la válvula, sometida a una presión en una de sus caras. Y por otra parte, la simulación del flujo que aparece en los dos canales de entrada y salida y la cavidad que los comunica.

El programa CoventorWare se basa en la introducción por parte del

usuario de un flujo de proceso simulado y de unas máscaras complementarias con dicho proceso. El programa se basa en estos dos elementos para construir un modelo sólido del dispositivo que se pretende simular. Después, el modelo sólido es mallado para poder aplicarle el método de elementos finitos. Por último, se establecen las condiciones iniciales y de contorno necesarias, y el programa resuelve numéricamente las ecuaciones correspondientes al efecto físico que se pretende conocer.

El proceso de fabricación que se introduce en CoventorWare no corresponde exactamente al proceso real que se utilizaría para fabricar el dispositivo, sino que comprende una serie de idealizaciones. En la tabla 3.1 se muestra el proceso que se ha utilizado para simular la microválvula. Se puede observar que existen pasos ficticios, como la deposición de agua que sirve para indicar al programa que existe un fluido en el interior del dispositivo.

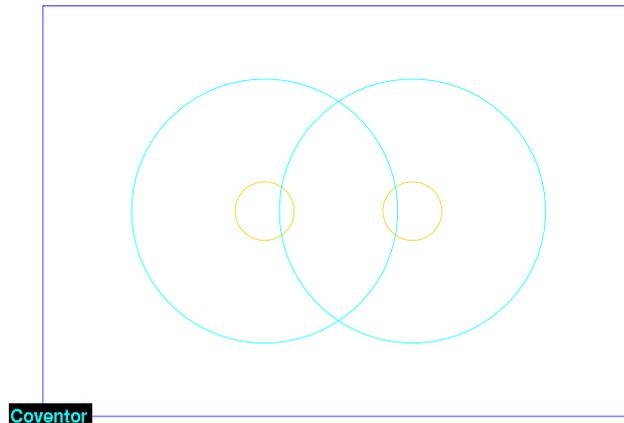
	<b>Acción</b>	<b>Tipo</b>	<b>Capa</b>	<b>Material</b>	<b>Espesor</b>	<b>Máscara</b>	<b>Prof.</b>	<b>Offset</b>	<b>Ángulo</b>
1	Depos.	Plana	Silicio	SILICON	380	–	–	–	–
2	Grabado	Frontal	–	–	–	holes (-)	380	0	0
3	Depos.	Plana	Agua	WATER	0	–	–	–	–
4	Depos.	Apilada	Oxido	LTO	2.5	–	–	–	–
5	Grabado	Frontal	–	–	–	memb (-)	2.5	0	0
6	Depos.	Plana	Agua	WATER	0	–	–	–	–
7	Depos.	Apilada	Nitruro	SIN	0.2	–	–	–	–
8	Depos.	Plana	Poli	POLY	2.5	–	–	–	–

**Tabla 3.1:** Proceso de fabricación para la construcción del modelo sólido en CoventorWare

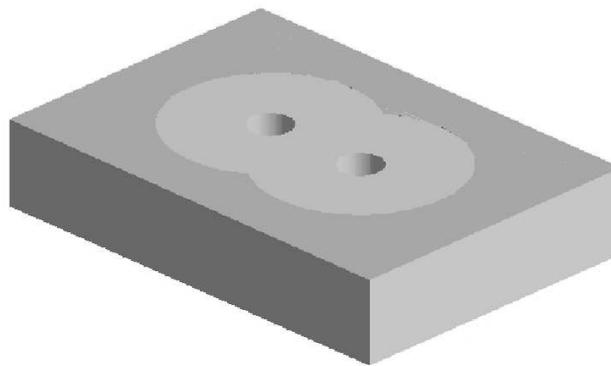
Las máscaras “holes” y “memb” que se mencionan en la tabla 3.1 se muestran en la figura 3.4. No son iguales a las máscaras reales que se usarán en el proceso de fabricación del capítulo 4, ya que en este caso se trata sólo de simular la construcción del dispositivo. En particular, la máscara “memb” no tiene una correspondencia con una máscara real. En lugar de existir una máscara, en el proceso real se usará una capa de sacrificio para obtener la geometría de la membrana (ver sección 4.9).

A partir del proceso de fabricación y la geometría de las máscaras, CoventorWare construye automáticamente el modelo sólido que se puede ver en la figura 3.5. En esta imagen se ha suprimido las capas “Nitruro” y “Poli” para poder apreciar mejor la geometría interna del modelo.

CoventorWare dispone de dos módulos de resolución de ecuaciones que son útiles en la simulación de la válvula. Estos son MemMech, para la



**Figura 3.4:** Máscaras usadas en la construcción del modelo sólido en CoventorWare



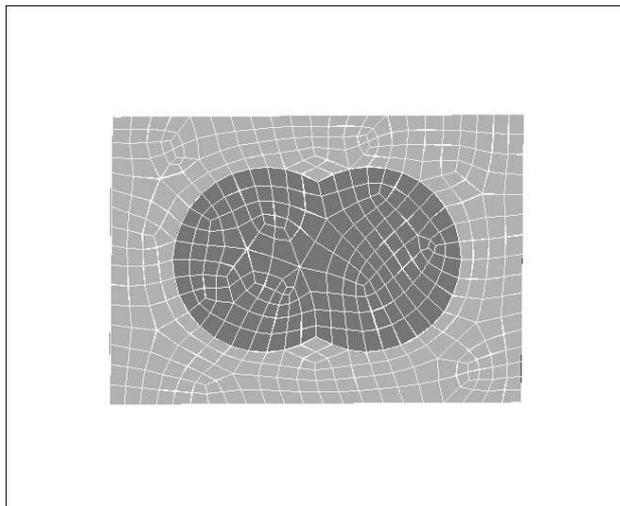
**Figura 3.5:** Modelo sólido construido en CoventorWare

deformación de sólidos, y MemCFD para el cálculo de flujos de fluidos. Se van a utilizar ambos por separado.

El sistema de unidades que utiliza CoventorWare es el  $\mu\text{KSV}$ , basado en la micra, y cuyas unidades base y derivadas se describen en el apéndice C.

La primera simulación consiste en calcular la deformación y las tensiones mecánicas que aparecen en la membrana cuando está sometida a una presión uniforme en una de sus caras. Esta simulación es una primera aproximación al comportamiento real de la válvula, ya que en la realidad la presión sobre la membrana no será uniforme, sino que dependerá de la distribución de presiones que se dé en el fluido en movimiento a través de la cavidad.

La figura 3.6 muestra el mallado en elementos finitos de la parte sólida de la estructura que se ha utilizado para las simulaciones con MemMech. Las condiciones de contorno que se impusieron a la membrana fueron las



**Figura 3.6:** Mallado de la parte sólida de la estructura

de no desplazamiento en los bordes por los que se une al resto de la estructura, y la presión uniforme sobre una de las caras.

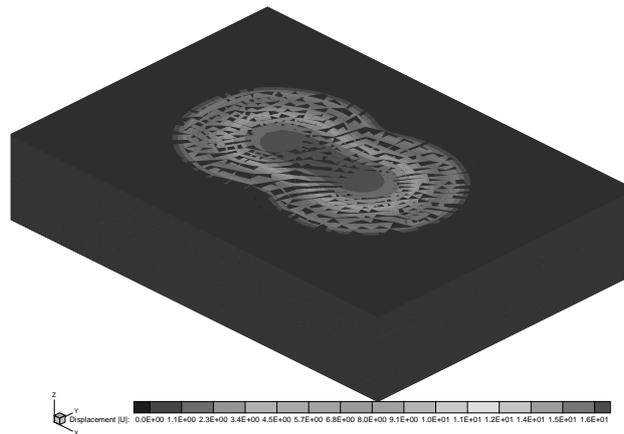
El primer resultado de esta simulación se puede ver en la figura 3.7, en la que se representan las deformaciones en cada punto de la membrana cuando la presión que se ejerce es de 0,5 atm.

Para que se aprecie mejor la forma que adopta la membrana bajo presión, en la figura 3.8 se han repetido los valores de deformación de la figura 3.7, pero en esta ocasión se han representado sobre la forma deflectada de la membrana. Para una mayor claridad, la deformación se ha exagerado, con lo que la escala vertical no es proporcional al resto de la figura.

Otro parámetro interesante que puede obtenerse de la simulación mecánica realizada con MemMech es la tensión de Von Mises. Esta tensión es el valor matemático que se utiliza en el criterio de plastificación/rotura de Von Mises–Hencky–Nadai [121], y representa el módulo del tensor desviador en cada punto. El criterio indica que si la tensión de Von Mises es menor que un cierto valor de tensión (dependiente del material) entonces no se producirá plastificación.

En la figura 3.9 se representa la tensión de Von Mises sobre la membrana, para una presión uniforme de 0,5 atm. La tensión máxima que aparece es de  $5,8 \cdot 10^2$  MPa, mientras que la tensión máxima que soporta el polisilicio antes de la deformación plástica y la rotura es de  $12 \cdot 10^2$  MPa, con lo que se comprueba que hay margen de seguridad suficiente para que la membrana no rompa.

También es interesante notar cuáles son los puntos de la membrana sometidos a una mayor tensión mecánica. Se trata de los puntos de inter-



**Figura 3.7:** Deformaciones en la membrana como resultado de la presión uniforme

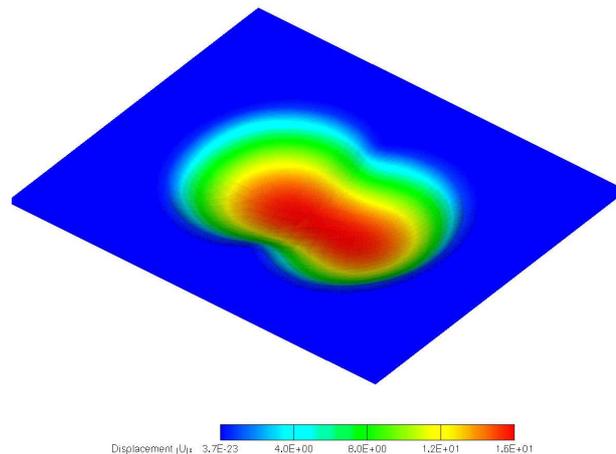
sección de las dos circunferencias que forman el perímetro exterior. Son puntos en los que culminan ángulos internos, que ya se sabe que actúan como concentradores de tensiones. Es previsible pues que, en caso de que la membrana acabe por romper debido a la aplicación de una presión mucho mayor que la soportada, la rotura se produzca por estos puntos.

La otra simulación de interés es la del dominio fluido en el interior de la válvula. En este caso se obtendrá el campo de velocidades y presiones de un fluido estándar (agua a 25°C) al circular por los canales de entrada y salida y por la cavidad interior, sometido a una diferencia de presiones conocida entre los extremos y suponiendo que la membrana no se deforma por la acción del fluido.

El mallado en elementos finitos del dominio fluido puede verse en la figura 3.10. Se observa que la cavidad junto a la membrana debe mallarse de una forma mucho más fina que los canales, ya que posee una dimensión característica (el espesor) mucho menor, y además es previsible que las mayores irregularidades en el flujo se produzcan en esa zona.

Las condiciones de contorno que se establecen para el problema son: presiones conocidas en las superficies de entrada y salida del fluido y velocidad nula en las superficies de contacto con el sólido. Como lo único importante es la diferencia de presiones, se estableció una presión de salida igual a cero y se igualó la presión en la entrada a la diferencia que se pretendía simular.

Con estas condiciones, la simulación proporcionó el campo de velocidades que se muestra en la figura 3.11. Esta figura muestra un corte longitudinal por el plano de simetría de la estructura, que es donde se producen



**Figura 3.8:** Deformaciones en la membrana como resultado de la presión uniforme, dibujadas sobre la membrana deformada.

las velocidades mayores.

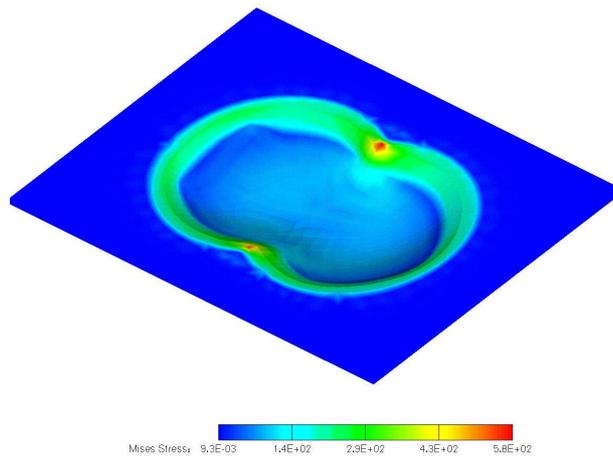
De la simulación también se obtiene la distribución de presiones, que se puede ver en la figura 3.12. Se puede ver que la caída de presión en los canales de entrada y salida es despreciable, y que prácticamente toda la caída se produce en la cavidad junto a la membrana. También se observa que la caída en esta zona es prácticamente lineal con la distancia.

Esta linealidad de la presión con la distancia era una de las consecuencias de la hipótesis de régimen laminar que se hizo al modelar el comportamiento del dispositivo. Se observa que la hipótesis parece confirmarse con estas simulaciones. En la sección siguiente se comprobará que, en el caso de considerar la deformación de la membrana, la linealidad de la relación entre presión y distancia es menor.

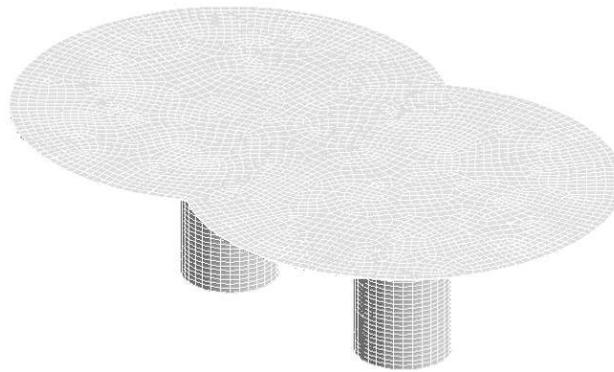
### 3.6.2. Simulaciones acopladas

Las simulaciones que proporcionan una mejor aproximación al comportamiento real de la microválvula son las que abarcan a la vez el dominio mecánico y el fluido. Estas simulaciones se han llevado a cabo con el programa ANSYS. ANSYS permite dos modos de resolver un problema acoplado: el directo y el iterativo. El método directo plantea simultáneamente todas las ecuaciones pertinentes y aplica el método de elementos finitos hasta que todas las variables (mecánicas y fluidicas) converjan a una solución.

En cambio, el método iterativo comienza resolviendo el problema flui-



**Figura 3.9:** Tensión equivalente de Von Mises en la membrana, dibujada sobre la membrana deformada



**Figura 3.10:** Mallado del dominio fluido

dico únicamente. La distribución de presiones que se obtiene se introduce como condiciones de contorno al problema mecánico, que se resuelve a continuación. Una vez se tienen las deformaciones del sólido, se vuelve a resolver el problema fluido con la nueva geometría. Y se continúa iterando, resolviendo alternativamente ambos problemas, hasta que se alcanza una solución.

Aquí se ha utilizado el método iterativo, que suele lograr una mejor convergencia numérica en problemas en los que ambos dominios no están fuertemente acoplados, como es el caso presente. Para resolver el problema fluido se usó FLOTRAN, que es el simulador de fluidos que incorpora ANSYS.

La figura 3.14 muestra la convergencia de la solución iterativa del pro-

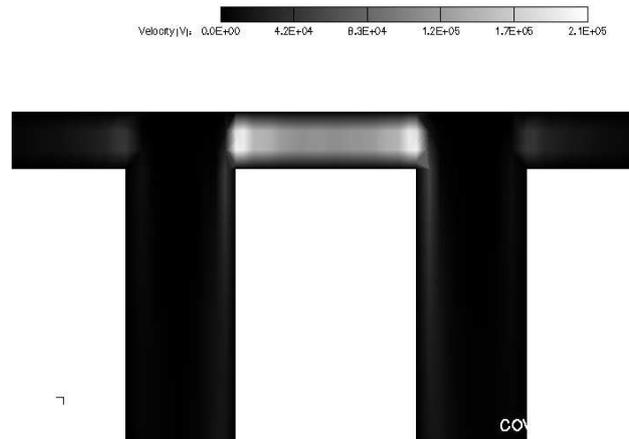


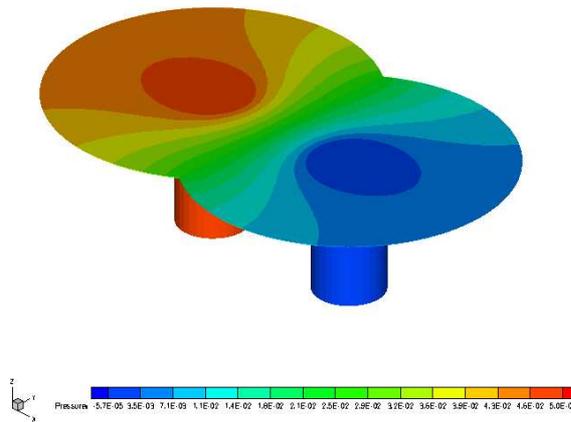
Figura 3.11: Campo de velocidades en el fluido

blema FSI (*Fluid-Solid Interaction*) en ANSYS. La gráfica inferior muestra la variación entre pasos del algoritmo acoplado, mientras que la superior derecha muestra la convergencia del problema fluidico en FLOTRAN. La configuración del análisis se realizó de forma que tenían lugar 40 iteraciones del problema fluidico en cada paso del problema acoplado. Se comprueba que de esta forma se obtiene una solución en menos de 10 pasos FSI. El tiempo empleado es menor de 10 minutos en un PC a 1,4 GHz.

### 3.7. Conclusiones obtenidas de las simulaciones

A partir de los resultados de las simulaciones se pueden extraer algunas conclusiones sobre el diseño realizado hasta ahora. En los siguientes párrafos se resumen las más importantes.

1. La conclusión más significativa es que las dimensiones elegidas para el diseño son aceptables. Esto se deduce a partir de dos factores principalmente:
  - a) Por una parte, las tensiones mecánicas que aparecen en los materiales al circular los caudales simulados están bastante por debajo de las tensiones de rotura (ver apéndice B). Esto garantiza que el dispositivo soportará sin romperse los flujos esperados.
  - b) Por otra parte, los caudales que se obtienen para el rango de presiones simulados (ver figura 3.19) tienen valores parecidos a los que se obtienen en diseños previos de microválvulas. Esto



**Figura 3.12:** Distribución de presiones obtenida tras la simulación del dominio fluido

implica que se puede esperar que, una vez fabricada, la válvula diseñada va a funcionar en un rango de caudales similar a las válvulas ya existentes (que se enumeraron en el capítulo 2), pero en un rango de presiones mayor.

2. A pesar de que, para el rango de presiones y caudales de funcionamiento, las simulaciones aseguran que el material estructural resistirá sin romperse, es seguro que si se aumenta indefinidamente la presión de trabajo, la membrana acabará rompiéndose. Las simulaciones realizadas indican cuáles serán los puntos por los que con más probabilidad se producirá esta rotura. En la figura 3.9 se pueden ver que los puntos que acumulan una mayor tensión se encuentran en los ángulos que se producen por la intersección de las dos circunferencias que forman la membrana. Ya se sabe que los ángulos entrantes son concentradores de tensiones.

Se puede esperar que, en caso de rotura por sobrepresión, la rotura se produzca precisamente en esos puntos. Este hecho fue confirmado experimentalmente, como se mencionará en el capítulo 5.

3. También se puede concluir que no existe mucha diferencia en cuanto a la distribución de presiones ni en cuanto a la deformación de la membrana entre realizar la simulación con acoplo entre el problema mecánico y el fluido o sin este acoplo. Las soluciones que se obtienen en ambos casos son similares.

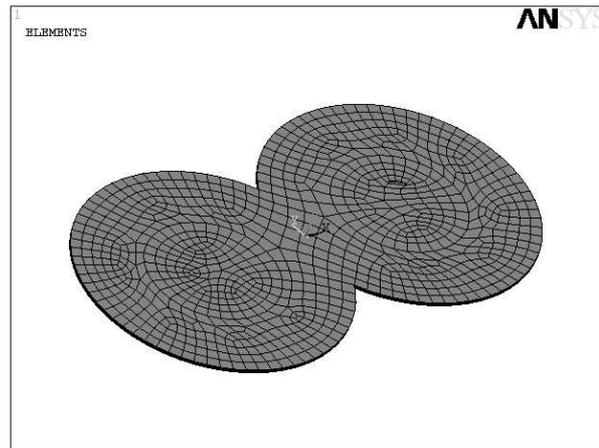


Figura 3.13: Mallado de la zona de paso del fluido

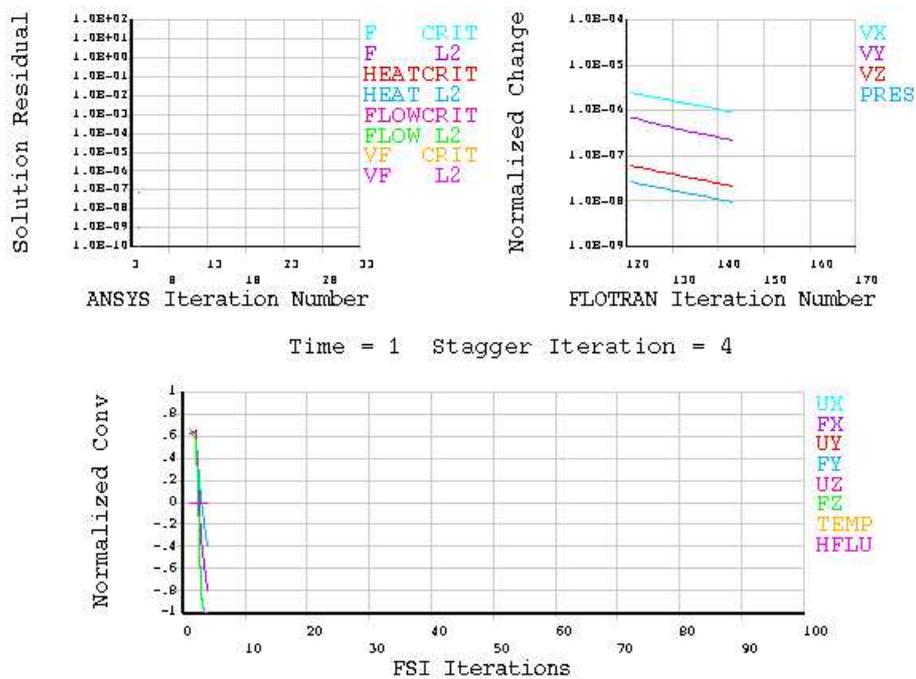


Figura 3.14: Diagrama de convergencia de la simulación FSI de ANSYS

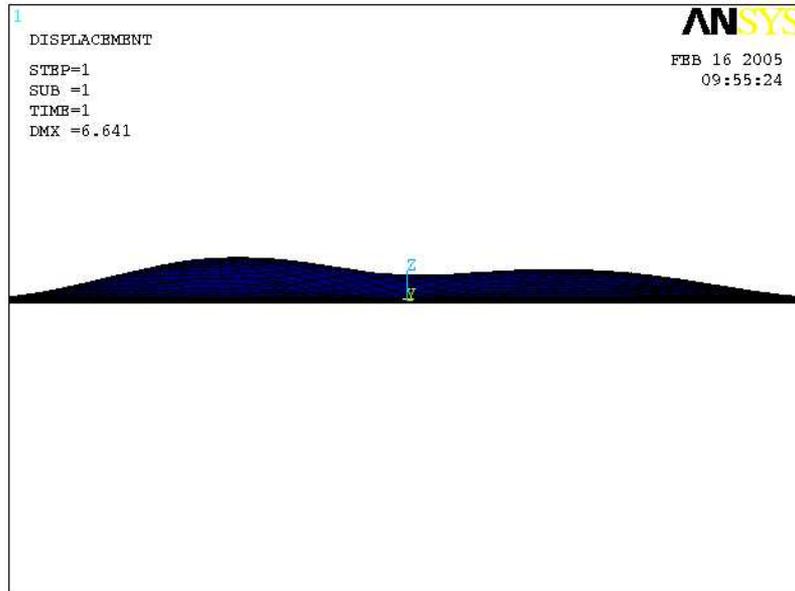


Figura 3.15: Deformación de la membrana por el paso del fluido. Vista lateral

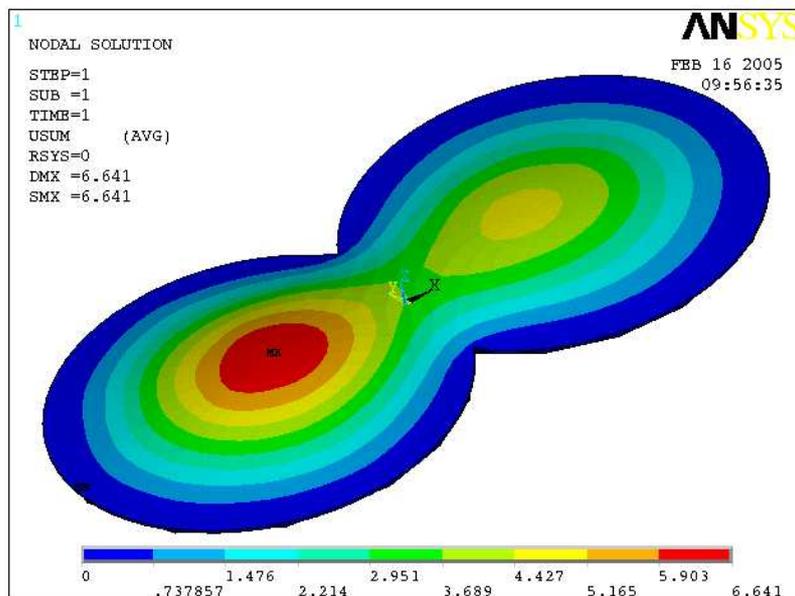


Figura 3.16: Deformación de la membrana por el paso del fluido

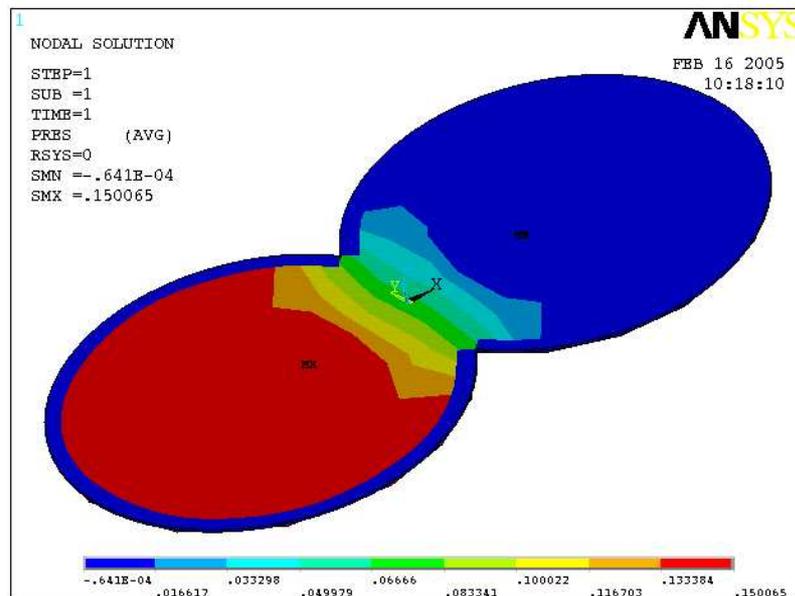


Figura 3.17: Distribución de presiones en el fluido

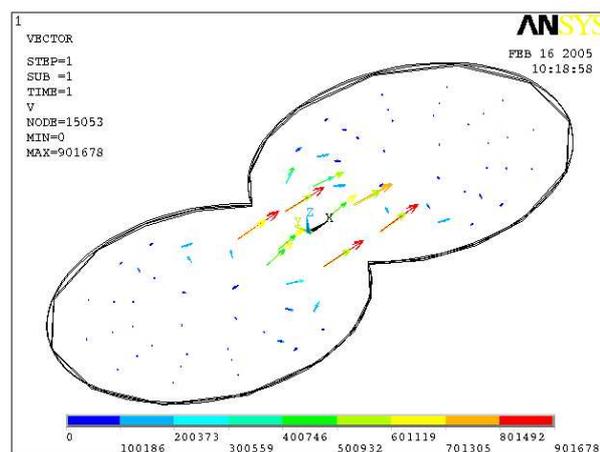
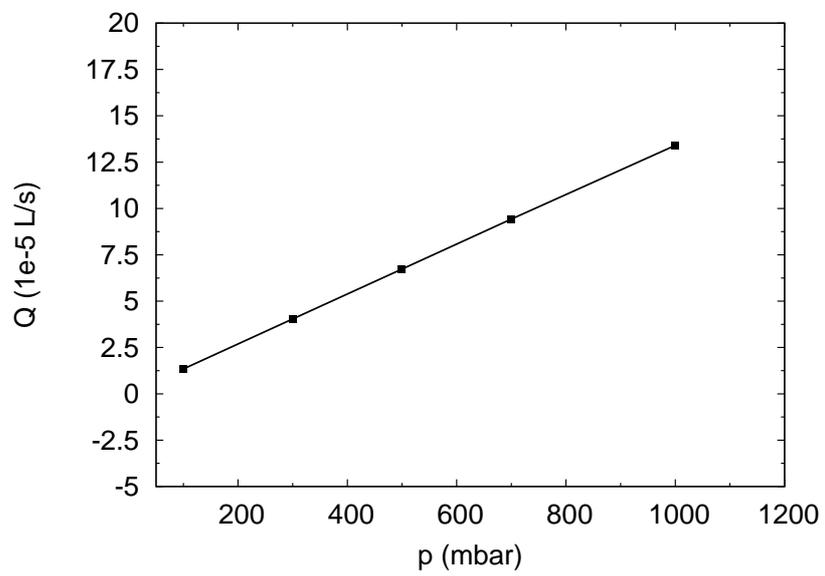


Figura 3.18: Campo de velocidades en el interior del dominio fluido



**Figura 3.19:** Curva característica obtenida mediante simulación con ANSYS

*The whole difference between construction and creation is exactly this: that a thing constructed can only be loved after it is constructed; but a thing created is loved before it exists.*

Charles Dickens (1812-1870)

# 4

## Proceso de fabricación

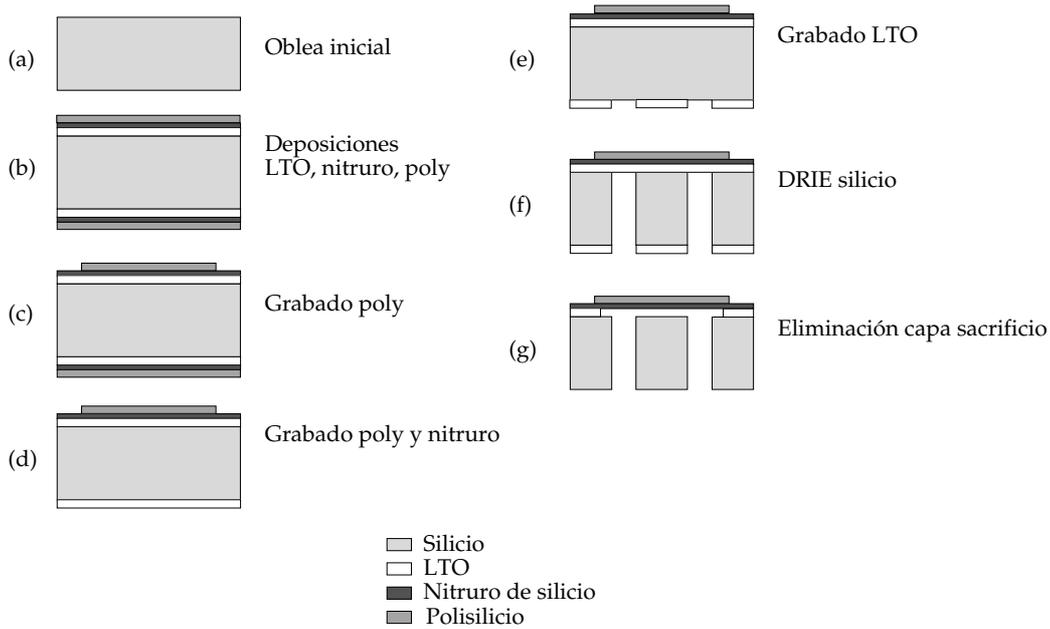
---

4.1. Introducción . . . . .	93
4.2. Consideraciones generales . . . . .	94
4.3. Deposiciones de materiales . . . . .	96
4.4. Fabricación de las máscaras . . . . .	100
4.5. Fotolitografía . . . . .	102
4.6. Grabado del polisilicio . . . . .	105
4.7. Fotolitografía y grabados en la cara inferior . . . . .	106
4.8. Grabado profundo del silicio . . . . .	108
4.9. Liberación de la membrana . . . . .	109
4.10. Observaciones al proceso de fabricación . . . . .	111

---

### 4.1. Introducción

Este capítulo incluye la descripción completa del proceso de fabricación de la microválvula, cuya estructura general se dio en el capítulo 3. En el proceso se utilizan gran parte de las tecnologías y equipos descritos en el capítulo 2.



**Figura 4.1:** Esquema general del proceso de fabricación, indicando los pasos más importantes

A lo largo del capítulo se hace referencia a las caras superior e inferior de las obleas de silicio a partir de las que se fabrica la microválvula. Esta nomenclatura no refleja ninguna orientación física usada durante la fabricación, sino que se utiliza simplemente para distinguir ambas caras, puesto que los procesos que se aplican a una u otra son diferentes. Las denominaciones superior e inferior están en concordancia con la mayoría de las figuras esquemáticas que hay en este documento (por ejemplo, la figura 4.1).

En la figura 4.1 se indican los pasos más importantes del proceso de fabricación. Estos pasos se irán describiendo con detalle a lo largo de este capítulo. Desde un punto de vista general, el proceso consta de tres grandes bloques: la construcción de la membrana, la apertura de los orificios, y la liberación de la membrana. El apéndice A incluye el documento de planificación del proceso de fabricación (*runcard*), con todos los detalles tecnológicos necesarios para construir el dispositivo.

## 4.2. Consideraciones generales

El proceso de fabricación que se va a describir ha sido llevado a cabo por el autor en las instalaciones de sala blanca del Centro de Micro-Nanotecnología (CMI) del Instituto Politécnico Federal de Lausana (*École Polytechnique Fédérale de Lausanne, EPFL*), en Suiza. El CMI es un insti-

tuto participado por EPFL, el Centro Suizo de Electrónica y Microtecnología (CSEM) y la Universidad de Neuchatel. Su misión es proporcionar enseñanzas en procesos y tecnologías y ofrecer acceso a los equipos disponibles en su sala blanca. La sala blanca del CMI está administrada por un equipo de especialistas que la mantienen, y posee los equipos y procesos acordes con las técnicas de fabricación más usadas y las más recientemente desarrolladas. Está abierta a la participación de la comunidad científica y educativa, que puede utilizarla para fabricar dispositivos que vayan a usarse en investigación o docencia.

La microválvula tiene como material principal el silicio, que es el más comúnmente usado en la fabricación de microistemas. No obstante, el papel del silicio cristalino en este caso es sólo el de sustrato, puesto que todas las partes útiles del dispositivo estarán fabricadas con otros materiales.

Puesto que el silicio va a actuar como sustrato del dispositivo, no debe usarse una oblea demasiado fina, ya que entonces la resistencia mecánica del conjunto sería pequeña. Por otra parte, una oblea demasiado gruesa haría la fabricación del dispositivo demasiado cara. Teniendo en cuenta los espesores normalizados para las obleas de silicio, se decidió usar obleas de  $380 \mu\text{m}$  de espesor, las más finas de entre las que se usan normalmente para fabricación de microistemas. El tipo de dopado es p, y la resistividad de la oblea está entre  $0,1$  y  $0,5 \Omega \cdot \text{cm}$  [107]. En el proceso de fabricación se utilizaron 10 obleas.

Antes de comenzar con el proceso de fabricación, es necesario asegurarse de que las obleas se encuentran libres de sustancias que pudieran dificultar la deposición de materiales. Para limpiar las obleas, se utiliza el proceso de limpieza RCA [58], [60], descrito en la sección 2.3.1 (p. 41). Los tres pasos que se llevan a cabo son:

1. RCA1. Residuos orgánicos

El baño está formado por 5 partes de agua ( $\text{H}_2\text{O}$ ), 1 parte de hidróxido de amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) 47%, 1 parte de peróxido de hidrógeno (agua oxigenada,  $\text{H}_2\text{O}_2$ ) 30%. La temperatura es de  $75^\circ\text{C}$ .

La oblea se sumerge en este baño durante 15 minutos. Después de esto, se traslada a un baño de agua DI, en el que se mantiene durante 1 minuto.

2. RCA2. Óxido formado

La finalidad de este paso es la de eliminar el óxido nativo que pudiera tener la oblea y el que pudiera haberse formado en la etapa RCA1.

Se usa un baño formado por 10 partes de agua ( $\text{H}_2\text{O}$ ) y 1 parte de ácido fluorhídrico (HF) 49% a  $20^\circ\text{C}$  de temperatura.

La oblea permanece sumergida en este baño durante 15 segundos. La velocidad de ataque del óxido en el baño RCA2 es de  $0,280 \mu\text{m}/\text{min}$ , por lo que en 15 s se elimina una película de  $0,070 \mu\text{m}$  de espesor. A continuación la oblea se sumerge durante 30 segundos en un baño de aclarado en agua DI.

### 3. RCA3. Residuos metálicos

El baño RCA3 contiene 6 partes de agua ( $\text{H}_2\text{O}$ ), 1 parte de ácido clorhídrico ( $\text{HCl}$ ) 27 %, 1 parte de agua oxigenada ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) 30 % a una temperatura de  $75^\circ\text{C}$ .

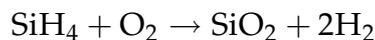
La oblea se sumerge en este baño durante 15 minutos, después de los cuales se traslada a un baño de agua DI, en el que permanece hasta que el agua alcance una resistividad de  $12 \text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ .

## 4.3. Deposiciones de materiales

El primer paso en el proceso es la deposición LPCVD de una capa de óxido de baja temperatura (LTO) de  $2,5 \mu\text{m}$  de espesor. Esta capa formará la capa de sacrificio que será eliminada cerca del final del proceso para liberar la membrana.

Podría haberse utilizado una oxidación seca o húmeda del silicio para conseguir el mismo fin, pero se optó por la deposición química porque la temperatura a la que se somete a la oblea es menor y hay menos posibilidades de que esta temperatura afecte a las propiedades del silicio. La duración de la deposición de LTO es de 5 horas.

La deposición LPCVD se realiza en un horno de deposición Centrot-herm, en el que las obleas se colocan en disposición horizontal en el tubo, que se introduce en una atmósfera rica en gas silano. La temperatura es de  $425^\circ\text{C}$  y la reacción química que tiene lugar es



Esta reacción se produce en fase gaseosa, y el óxido resultante de la misma se deposita sobre las obleas de silicio. La velocidad de crecimiento de este óxido depositado es poco dependiente de la temperatura [59]. Los parámetros que sí son críticos para obtener una buena uniformidad en el espesor son la distancia entre obleas y el volumen de gas disponible.

Es posible modificar las propiedades mecánicas del LTO resultante mediante un recalentado conocido como proceso de densificación. Pero en este caso este proceso no es necesario puesto que las propiedades del LTO no son importantes, ya que se trata de un material de sacrificio.

Una vez se ha depositado el LTO, se procede a la medición del espesor resultante, para verificar que corresponde con el previsto. La medición del espesor se realiza con un espectro-reflectómetro, instrumento que es capaz de determinar el espesor de una capa de material conociendo de qué material se trata y qué material hay debajo. El funcionamiento del espectro-reflectómetro se basa en la medición del espectro de luz reflejado por el material del que se desea conocer el espesor.

Para garantizar que el espesor creado de LTO es uniforme, se midió en cinco puntos diferentes de cada oblea, distribuidos a lo largo de toda su superficie. Asimismo, para garantizar la uniformidad entre obleas, se repitieron las medidas en tres obleas diferentes, que habían estado colocadas en los dos extremos y en el centro del tubo de deposición.

En la tabla 4.1 se muestran los resultados de la medición del espesor. Para cada oblea se dan los espesores medidos en cada uno de los cinco puntos. También se proporcionan algunos estadísticos significativos, como el valor mínimo, el máximo, la variación (diferencia entre el máximo y el mínimo), la media del espesor entre todas las medidas, la desviación estándar (SD), y la uniformidad (variación en porcentaje).

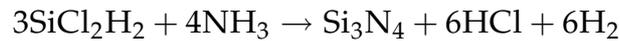
	Oblea 1	Oblea 2	Oblea 3
Espesor 1 (Å)	23479	23537	24040
Espesor 2 (Å)	25140	24723	25888
Espesor 3 (Å)	25111	24920	25634
Espesor 4 (Å)	24515	24729	24973
Espesor 5 (Å)	24659	24679	25526
Mínimo (Å)	23479	23537	24040
Máximo (Å)	25140	24920	25888
Variación (Å)	1661	1383	1848
Media (Å)	24580,80	24517,60	25212,20
SD (Å)	674,21	555,97	735,59
Uniformidad (%)	3,38	2,82	3,66

**Tabla 4.1:** Espesor de LTO medido con el espectro-reflectómetro Nanospec AFT-6100 en tres obleas diferentes

El siguiente material a depositar es el nitruro de silicio (SiN). Para evitar que la deposición de nitruro cree tensiones mecánicas en la oblea, se opta por depositar nitruro de baja tensión residual (*Low Stress Nitride*, LSN). El inconveniente del LSN es que es más lento de depositar. El espesor que se deposita es de  $0,2 \mu\text{m}$ , lo que implica un tiempo de 1 hora 20 minutos. Este espesor es suficiente para que el nitruro cumpla con la función para la que se deposita: servir de separación entre la membrana de polisilicio

y el sustrato de silicio. Si se depositase una cantidad mayor, las propiedades mecánicas de la membrana serían peores, al ser el nitruro un material mucho menos elástico que el polisilicio.

La deposición también se realiza por el método LPCVD en otro horno Centrotherm. La reacción química que se produce es la descomposición del gas diclorosilano y su reacción con el amoníaco



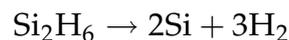
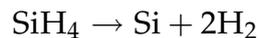
Espesor 1 (Å)	1957
Espesor 2 (Å)	1964
Espesor 3 (Å)	1964
Espesor 4 (Å)	1945
Espesor 5 (Å)	1951
Mínimo (Å)	1945
Máximo (Å)	1964
Variación (Å)	19
Media (Å)	1956,20
SD (Å)	8,29
Uniformidad (%)	0,49

**Tabla 4.2:** Espesor medido en una oblea de control después de la deposición de SiN

La tabla 4.2 muestra el espesor de SiN medido mediante el espectroreflectómetro en una oblea de prueba situada junto a las obleas de trabajo.

La última deposición de material es la que formará la membrana de la microválvula. Ésta estará formada por silicio policristalino (polisilicio), debido a sus buenas propiedades mecánicas y a que es un material elástico. El espesor necesario de polisilicio para formar la membrana (se obtiene de las simulaciones del capítulo 3 para las tensiones mecánicas) es de 2,5  $\mu\text{m}$ .

El polisilicio es depositado gracias a la reacción de los gases silano ( $\text{SiH}_4$ ) y disilano ( $\text{Si}_2\text{H}_6$ ) a una temperatura de entre 525 y 650°C según las reacciones [106]:



La presión del gas silano está comprendida entre 20 y 33 Pa.

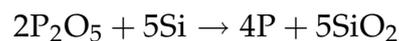
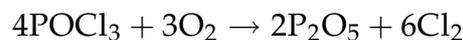
El tiempo necesario para depositar una capa de 2.5  $\mu\text{m}$  de polisilicio es de 5 horas. Los resultados de la medición del espesor de polisilicio después

de la deposición se pueden ver en la tabla 4.3. Al igual que en el caso de la deposición de nitruro, el espesor se midió en una oblea de prueba colocada junto a las de trabajo.

Espesor 1 (Å)	25539
Espesor 2 (Å)	26275
Espesor 3 (Å)	25389
Espesor 4 (Å)	24651
Espesor 5 (Å)	25272
Mínimo (Å)	24651
Máximo (Å)	26275
Variación (Å)	1624
Media (Å)	25425,20
SD (Å)	582,94
Uniformidad (%)	3,19

**Tabla 4.3:** Espesor medido en una oblea de control después de la deposición de polisilicio

Después de depositar el polisilicio, éste se dopa para aumentar su conductividad eléctrica. El dopado se realiza introduciendo impurezas tipo n mediante la difusión del fósforo existente en una atmósfera rica en este elemento. Este dopado tiene lugar en dos fases. En la primera, un flujo de oxígeno y nitrógeno se hace pasar a través de un recipiente que contiene  $\text{POCl}_3$  líquido, produciéndose las siguientes reacciones



En la segunda fase, el fósforo generado se difunde al interior del silicio policristalino. Para dopar la capa de  $2,5 \mu\text{m}$  de polisilicio existente hacen falta 4 horas a una temperatura entre  $900$  y  $1100$  °C.

Después del dopado, se procede a la medida de la resistividad obtenida en la capa de polisilicio. El instrumento utilizado para esto es un resistivímetro de cuatro puntos. Posee cuatro sondas, espaciadas uniformemente sobre una línea. Mediante una fuente de intensidad de alta impedancia de salida se hace pasar una corriente a través de las dos sondas exteriores, y se mide la tensión que aparece entre las dos sondas interiores. La resistividad de la muestra es proporcional al cociente  $V/I$  [15].

Punto	Valor medido ( $\Omega/\square$ )	Resistividad ( $\Omega \cdot \text{cm}$ )
1	2,2877	$5,719 \cdot 10^{-4}$
2	2,198	$5,494 \cdot 10^{-4}$

3	2,2479	$5,619 \cdot 10^{-4}$
4	2,2954	$5,738 \cdot 10^{-4}$
5	2,2476	$5,618 \cdot 10^{-4}$
6	2,0843	$5,210 \cdot 10^{-4}$
7	2,1581	$5,395 \cdot 10^{-4}$
8	2,2329	$5,582 \cdot 10^{-4}$
9	2,1531	$5,382 \cdot 10^{-4}$

**Tabla 4.4:** Resistividad medida en la capa de polisilicio después del dopado, por el método de los cuatro puntos

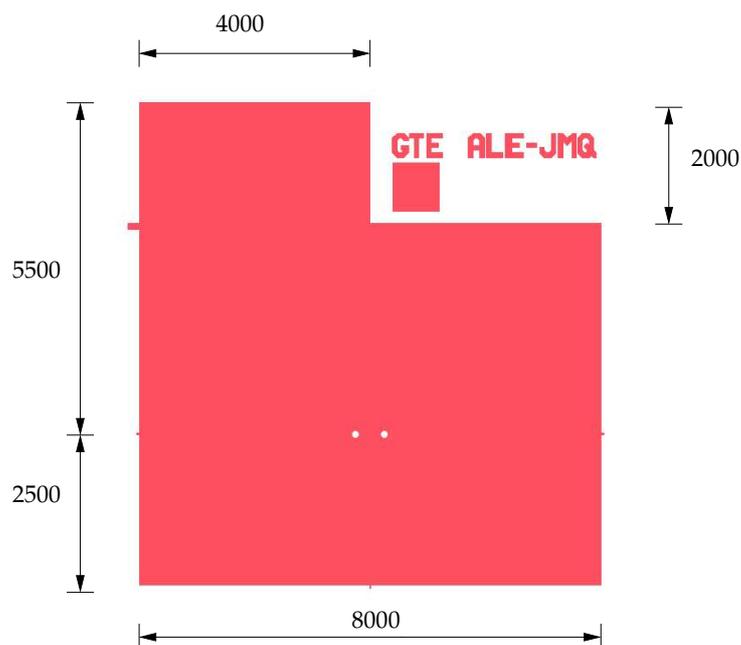
El resistivímetro empleado es un Prometrix Omnimap RS75. La corriente utilizada fue de 14,93 mA, y la tensión medida de 7,506 mV. La tabla 4.4 muestra los resultados de la medición de resistividad en 9 puntos de la superficie de la oblea. La media de estos resultados es  $2,212 \Omega/\square$ , la desviación estándar es  $0,06943 \Omega/\square$  (3,139%), y la variación máxima entre puntos es 0,021115. Para convertir las medidas en  $\Omega/\square$  a medidas en  $\Omega \cdot \text{cm}$  se ha asumido un espesor de polisilicio de  $2,5 \mu\text{m}$ .

En la etapa de dopado se creó una capa de óxido de silicio, que está fuertemente dopada con fósforo, y puede causar contaminación en equipos que se vayan a utilizar en etapas posteriores de la fabricación. Para evitar esta contaminación es necesario eliminar esta capa de óxido, en un proceso que se conoce como *deglazé*. Consiste en sumergir las obleas en una disolución de HF durante 3 minutos.

#### 4.4. Fabricación de las máscaras

Para las dos etapas de fotolitografía que se realizarán más adelante, es necesario previamente fabricar las máscaras a utilizar. La fabricación de cada una de estas máscaras es en sí misma un proceso que comprende varias etapas: diseño mediante un programa de dibujo adecuado, transformación al formato necesario para su fabricación, traspaso del dibujo al sustrato de la máscara, y revelado del sustrato para construir la máscara definitiva. Cada una de estas etapas se describirán a continuación.

En principio, el diseño de una máscara fotolitográfica puede hacerse con cualquier programa de dibujo por ordenador que permita la exportación a un formato estándar de gráficos. No obstante, existen programas específicamente pensados para el diseño de máscaras para microelectrónica y que facilitan mucho el trabajo. Las máscaras de este trabajo de investigación se dibujaron mediante el programa L-Edit, de la empresa Tanner Research.



**Figura 4.2:** Patrón simple de las máscaras POLY y HOLES. Las dimensiones están expresadas en micras

El proceso de fabricación necesita de dos máscaras, que se van a denominar POLY y HOLES. La máscara POLY se utilizará para dar la forma adecuada a la membrana de polisilicio que se ha depositado en las etapas anteriores, descritas en la sección 4.3. La máscara HOLES establecerá dónde se abrirán, desde la cara inferior de la oblea, los orificios de entrada y salida del fluido.

La figura 4.2 presenta el diseño de las máscaras POLY y HOLES. El dibujo que se muestra corresponde a la máscara POLY, mientras que los dos orificios que se ven en el centro pertenecen a la máscara HOLES.

El dibujo de la máscara POLY presenta la forma de "L" para permitir fácilmente la alineación de dos dispositivos de la forma que se explicó en la sección 3.4. También se han añadido marcas en los laterales del dibujo para hacer más fácil la orientación cuando la máscara o la oblea se están inspeccionando al microscopio.

La máscara HOLES no contiene cotas de dimensiones porque se ha diseñado en tres versiones diferentes, con distintos diámetros de los orificios y separaciones entre ellos (ver sección 3.3). La tabla 4.5 muestra las tres diferentes dimensiones, junto con el tamaño previsto para la membrana una vez que se finalice la fabricación. Hay que notar que el tamaño de la membrana viene impuesto por la condición de que el tiempo de liberación de la membrana ha de ser el mismo en las tres versiones, ya que las tres se construyen en la misma oblea. Para diferenciar visualmente los tres tipos

de válvulas, se modifica ligeramente la máscara POLY, incluyendo una, dos o tres marcas cuadradas en la esquina superior derecha.

Tipo	$\phi$ orificio ( $D_1$ )	Distancia centros ( $D_2$ )	Tamaño membrana ( $D_3$ )
A	100	300	1100
B	100	500	1300
C	200	500	1400

**Tabla 4.5:** Diferentes versiones de la microválvula, según las dimensiones de la máscara HOLES. Todos los tamaños están dados en micras

Los dibujos mostrados en la figura 4.2 se repiten en una matriz hasta cubrir toda la superficie de la oblea. La figura 4.4 (pág. 104) muestra el dibujo completo aplicado a toda la oblea. En total, con las obleas de 100 mm de diámetro que se están usando, se obtienen 51 dispositivos por oblea.

Una vez se ha dibujado la máscara, el dibujo debe exportarse a un formato estándar de almacenamiento de diseños de máscaras de microelectrónica, como CIF (*Caltech Intermediate Format*), o GDS II [94]. No obstante, ninguno de esos formatos es adecuado para el equipo que se encarga de transferir el dibujo al sustrato de cuarzo de la máscara, por lo que es necesaria una transformación previa.

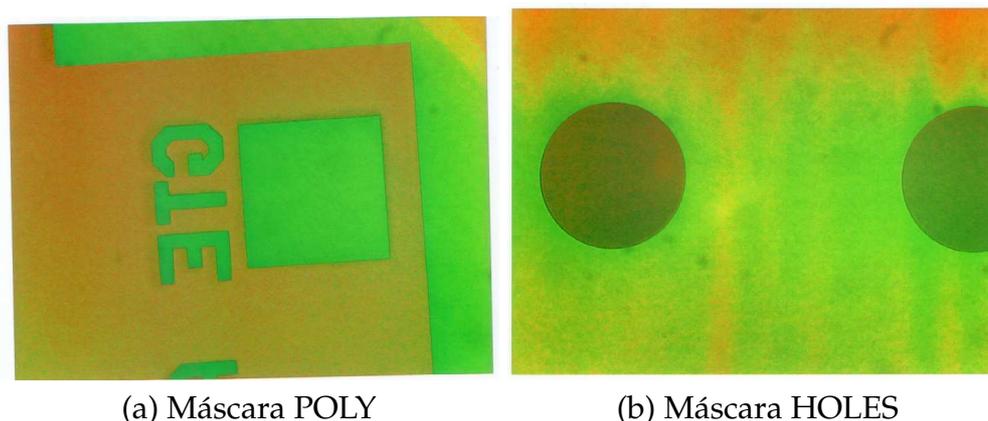
Cuando se ha transformado el formato, el fichero con el dibujo puede descargarse al equipo encargado de la fabricación. En este caso, se trata de un equipo de escritura directa por láser Heidelberg DWL200. Para la fabricación de las máscaras se usan sustratos de cuarzo cubiertos de cromo de tamaño 195x195 mm. La resolución es configurable, y en este caso se usan 0,8  $\mu\text{m}$ .

Después de que las zonas adecuadas han sido expuestas a la luz láser, el sustrato de la máscara debe revelarse para eliminar el cromo en esas zonas.

Una vez realizado este último paso, se dispone de las máscaras listas para poderse utilizar en las etapas de fotolitografía. La figura 4.3 muestra dos vistas al microscopio óptico de las dos máscaras fabricadas. En estas imágenes se aprecian las zonas con cromo y las que no lo tienen.

## 4.5. Fotolitografía

La primera etapa de fotolitografía trata, como se ha descrito más arriba, de mecanizar la forma de la membrana de polisilicio en la cara superior. Este mecanizado es necesario para evitar que, en el caso de que se usen



**Figura 4.3:** Imagen al microscopio de las máscaras fabricadas

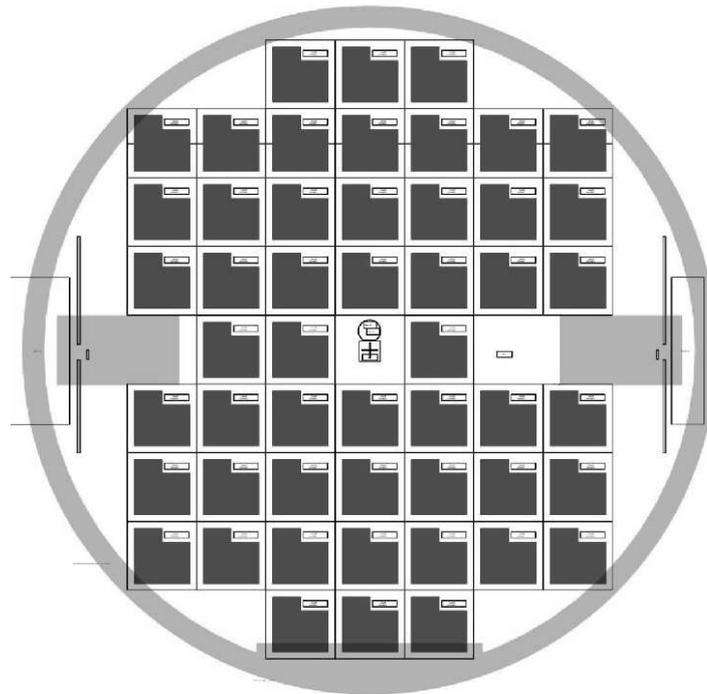
varias válvulas en un solo dado, las membranas de todas ellas estén formadas por una sola pieza de polisilicio. Si fuese así, la deformación de una de ellas podría afectar a las vecinas, induciendo tensiones no deseadas. Además, se produciría contacto eléctrico entre todas las membranas, lo que no es conveniente.

En la figura 4.4 se muestra la máscara que se aplica a la oblea. Consiste en el motivo representado en la figura 4.2 repetido hasta cubrir toda la superficie útil de la oblea. Contando con la separación que se deja entre ellos, el espacio ocupado por cada motivo es de 10x10 mm. En el nivel POLY, los tres tipos de válvulas descritos anteriormente son idénticos. La única diferencia que se hace entre ellos en esta máscara es una marca para poder diferenciarlos visualmente cuando la fabricación se haya completado.

Antes de comenzar la fotolitografía hay que preparar la oblea, fomentando la adhesión de la resina en su superficie. Esto se consigue sometiéndola a una atmósfera de HMDS (hexametildisilano) a 150°C durante 25 minutos.

La primera etapa necesaria en la fotolitografía es la deposición de resina fotosensible (fotorresina) en la cara de la oblea que se va a tratar (en este caso, la superior). Esta etapa se realiza con el equipo RiteTrack. Se utiliza una resina Shipley 1818 (positiva)[103], con un espesor de 2,4  $\mu\text{m}$ . Este espesor se consigue haciendo girar la oblea a 2400 rpm después de depositar la fotorresina.

Después de la deposición, la oblea y la resina se calientan (precalentado) para que esa última solidifique. Se someten a una temperatura de 115



**Figura 4.4:** Máscara aplicada a la oblea

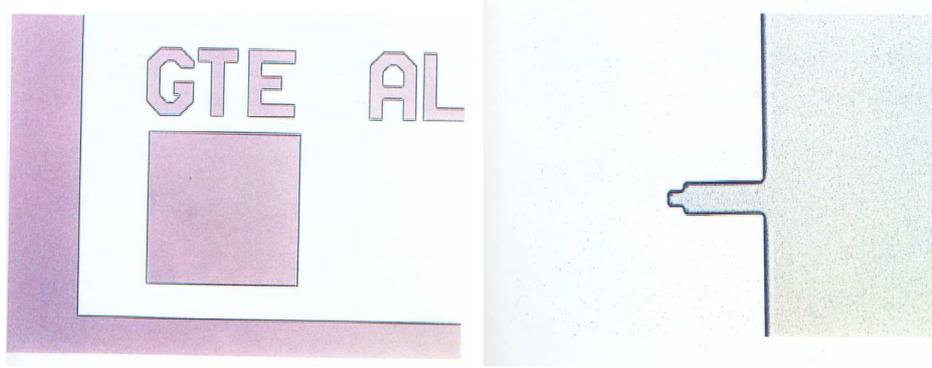
°C durante 1 minuto y se dejan enfriar a temperatura ambiente.

A continuación, la oblea se expone a luz UV de  $10 \text{ mW/cm}^2$  durante 12 s. El programa de la insoladora es de *soft contact*, que significa que la máscara POLY y la oblea están muy cerca, pero sin llegar a hacer contacto entre ellas. Aún así, después de un número alto de exposiciones (alrededor de 10), la máscara debe limpiarse para eliminar restos de fotorresina que pudieran haberse adherido a ella.

El revelado consiste en la eliminación de las partes de fotorresina que han sido expuestas a la luz. El equipo RiteTrack se encarga de este proceso, vaporizando el revelador sobre la superficie de la oblea. Después, ésta se vuelve a calentar (poscalentado) para conferir más dureza a la resina restante.

La figura 4.5 contiene dos imágenes obtenidas con el microscopio óptico después del poscalentado, para verificar que el proceso ha sido correcto y todos los motivos situados en la máscara han sido transferidos a la fotorresina.

En este momento, la fotorresina está lista para proteger el polisilicio del grabado que se va a describir en la sección siguiente.



**Figura 4.5:** Dos imágenes al microscopio de la fotorresina depositada sobre la capa de polisilicio, justo después del revelado y el poscalentamiento

## 4.6. Grabado del polisilicio

El grabado del polisilicio se realiza mediante grabado seco con plasma a una velocidad de  $1 \mu\text{m}/\text{min}$  aproximadamente. Se trata de un proceso alternado entre plasma de  $\text{SF}_6$  y  $\text{C}_4\text{F}_8$  a temperatura ambiente [46], [108]. El equipo utilizado es un Alcatel 601E. Este equipo dispone de un detector de cambio de material que permite saber cuándo se ha grabado completamente una capa de material y se ha alcanzado el material que hay debajo.

Además de la comprobación por cambio de material, también se realiza la comprobación del grabado mediante un perfilómetro. Un perfilómetro es un instrumento que permite obtener una representación de la variación de cota de una superficie sobre una línea. Funciona con una aguja que palpa y se desliza sobre la superficie, midiendo las variaciones en altura de la misma. La imagen 4.6 muestra el resultado de la medición del perfil con un perfilómetro Tencor Alpha-Step 500.

En esta imagen se observa el salto de altura entre la zona de polisilicio protegida por la fotorresina (a la izquierda de la imagen) y la que se ha grabado (a la derecha). Las unidades son décimas de micra. Se puede ver como el salto entre las dos zonas es de  $2,5 \mu\text{m}$ , igual a la capa de polisilicio depositada, por lo que el grabado ha sido completo.

Antes de hacer la medida, fue necesario eliminar la fotorresina que protegía el polisilicio. Para ello se usa el eliminador de fotorresina Shipley 1165, en dos baños diferentes a  $70^\circ\text{C}$ , durante 5 minutos cada uno.

La figura 4.7 es una imagen obtenida con el microscopio electrónico de barrido (SEM) de un detalle de la forma creada en la capa de polisilicio en la cara superior. El material que se ve debajo del polisilicio es el nitruro.

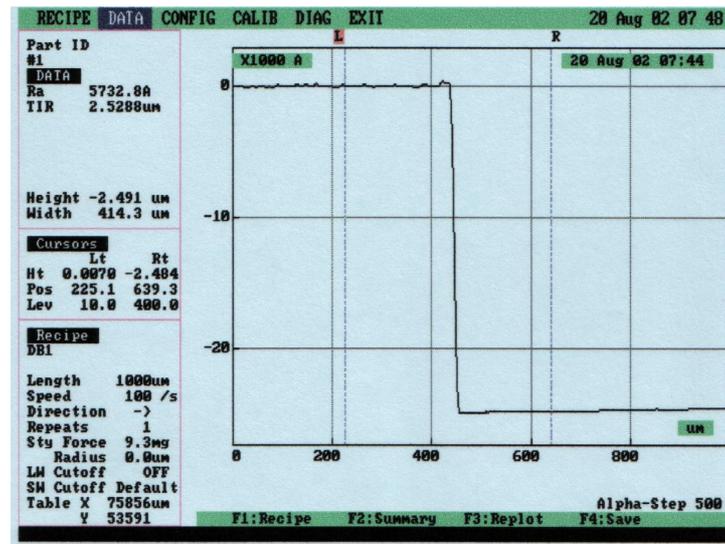


Figura 4.6: Perfil de la capa de polisilicio después del grabado

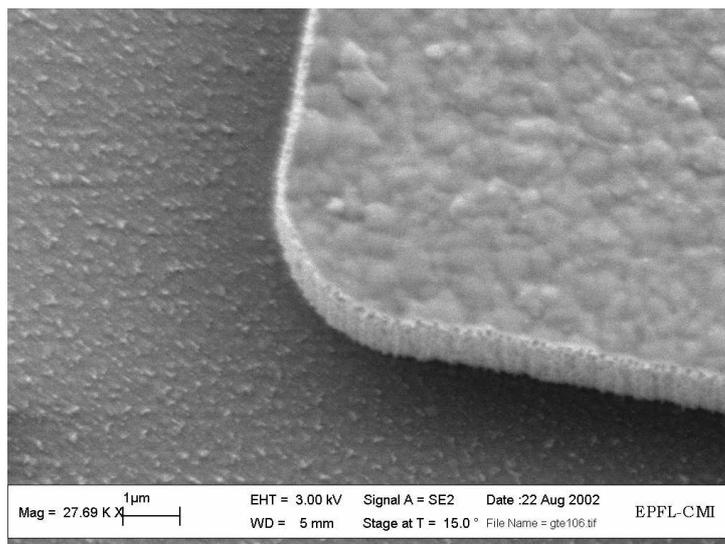
Por último, la figura 4.8 muestra otra imagen de la forma del polisilicio, esta vez tomada con un microscopio óptico. Se trata de una de las marcas de posicionamiento que se pueden apreciar en la figura 4.2, en el borde del patrón de polisilicio.

## 4.7. Fotolitografía y grabados en la cara inferior

A continuación se va a proceder a la apertura de los orificios de entrada y salida del fluido por la cara inferior. La creación de estos orificios requiere un proceso de grabado profundo hasta atravesar prácticamente toda la oblea. Por tanto, es necesaria una máscara que sea capaz de resistir un grabado de estas dimensiones. La fotorresina usada en la fotolitografía es demasiado débil, así que es necesario utilizar una máscara de otro material. La solución es usar la capa de LTO depositada anteriormente como máscara para el grabado del silicio.

Para acceder al LTO hay que eliminar primero las capas de polisilicio y nitruro que lo cubren en la cara inferior. Así pues, se procede a grabar dichas capas sin utilizar ninguna máscara. Primero se elimina la capa de polisilicio, que es más exterior, usando exactamente el mismo procedimiento que se usó en el paso anterior para grabar el polisilicio de la cara superior: grabado seco con plasma de  $SF_6$  y  $C_4F_8$  a temperatura ambiente en el equipo Alcatel 601E.

Después de eso, el LSN es eliminado mediante otro grabado con plasma en el mismo equipo, pero esta vez usando un plasma de  $C_2F_6$ . El tiem-



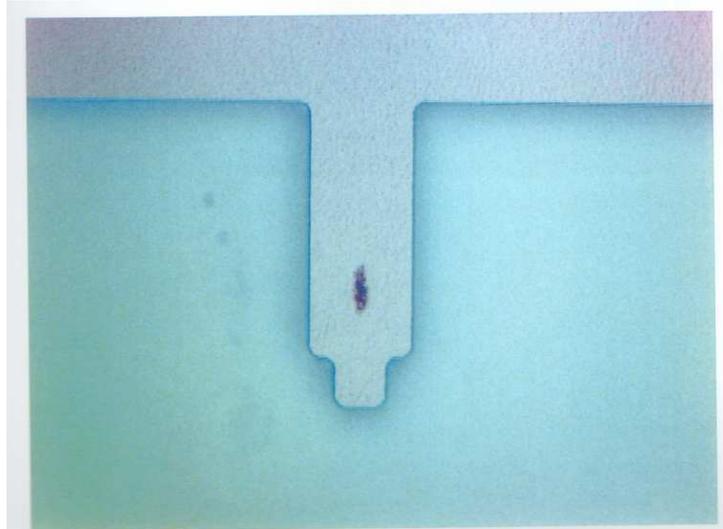
**Figura 4.7:** Vista de la forma creada en la capa de polisilicio. La imagen está tomada usando un microscopio SEM

po necesario para eliminar los 200 nm de nitruro es de 1 minuto.

Los orificios que se van a abrir se marcan en el LTO mediante una etapa de fotolitografía, usando la máscara HOLES. Los primeros pasos de esta etapa son idénticos a los que se llevaron a cabo en la fotolitografía anterior, y por eso no se van a repetir aquí. La única diferencia reside en la alineación y exposición a luz UV. La alineación debe hacerse entre las marcas presentes en la cara superior como producto del grabado del polisilicio, y la máscara que se encuentra sobre la cara inferior. La alineación a dos caras (*BSA, Back Side Alignment*) se realiza usando microscopios ópticos y cámaras de vídeo que incorpora la alineadora MA150. En un monitor se superponen las imágenes tomadas desde la cara superior e inferior y así es posible para el usuario alinear la máscara con las marcas de la oblea.

Para la exposición a luz UV se usó contacto entre la máscara y la oblea, y una luz de  $10 \text{ mW/cm}^2$  durante 17 segundos. Después del revelado, los motivos de la máscara HOLES se habían traspasado a la fotorresina, como se puede ver en la figura 4.9.

El LTO se elimina con un grabado seco, también usando el equipo Alcatel 601E. El grabado debe ser seco para evitar dañar al nitruro y LTO que aún quedan en la cara superior. El plasma que se usa es  $\text{CF}_4$  durante 7 minutos 10 segundos, a una velocidad de ataque de  $0,33 \text{ } \mu\text{m}/\text{min}$ .



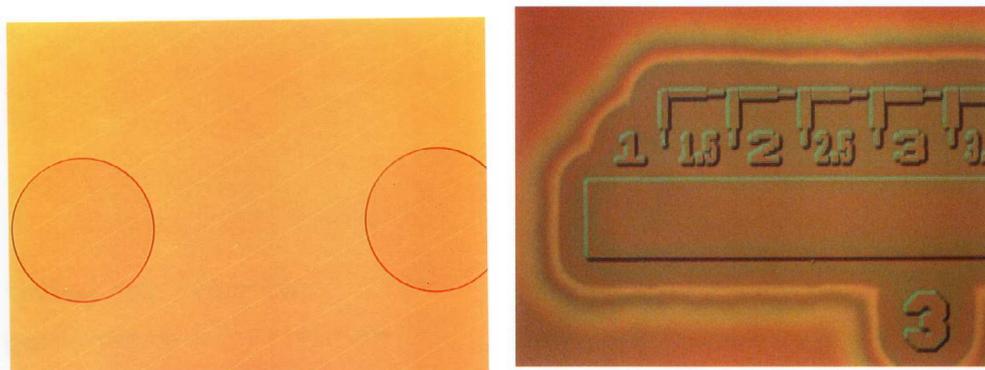
**Figura 4.8:** Imagen al microscopio óptico de la forma creada en la capa de polisilicio

## 4.8. Grabado profundo del silicio

La apertura de los orificios de entrada y salida de fluido se realiza usando *Silicon Deep Reactive Etching (DRIE)*, en el equipo Alcatel 601E. Como se ha dicho más arriba, el grabado es desde la cara inferior, y se usa la capa de LTO como máscara. El proceso que se usa para grabar el silicio es conocido como proceso Bosch [46], [95]. Utiliza un plasma de  $\text{SF}_6$  [108], y la velocidad de grabado es de  $6 \mu\text{m}/\text{min}$  [113], [56].

El proceso es muy anisotrópico, y forma paredes prácticamente perpendiculares a la superficie de la oblea. Para ajustar los parámetros del DRIE, se llevaron a cabo varias pruebas de grabado. La figura 4.10 muestra el perfil obtenido en una de las obleas de prueba después de un ataque de aproximadamente 6 minutos.

Para conocer cuándo se ha grabado la oblea en todo su espesor se utiliza el sistema de detección de fin de ataque (DFA) que incorpora el Alcatel 601E. Una vez que la perforación del silicio es completa, el espesor de las capas que permanecen (LTO, LSN y poly) es aproximadamente de  $5 \mu\text{m}$ . Este espesor permite el paso de la luz, con lo que se pueden ver con bastante claridad los orificios recién creados si se ilumina la oblea desde la cara superior y se observa al microscopio desde la inferior. Una imagen tomada de esta forma se muestra en la figura 4.11.



**Figura 4.9:** Dos imágenes tomadas con microscopio óptico de la fotorresina aplicada en la cara inferior después de ser revelada. Se aprecian los orificios de entrada y salida del fluido y las marcas de alineación de la máscara

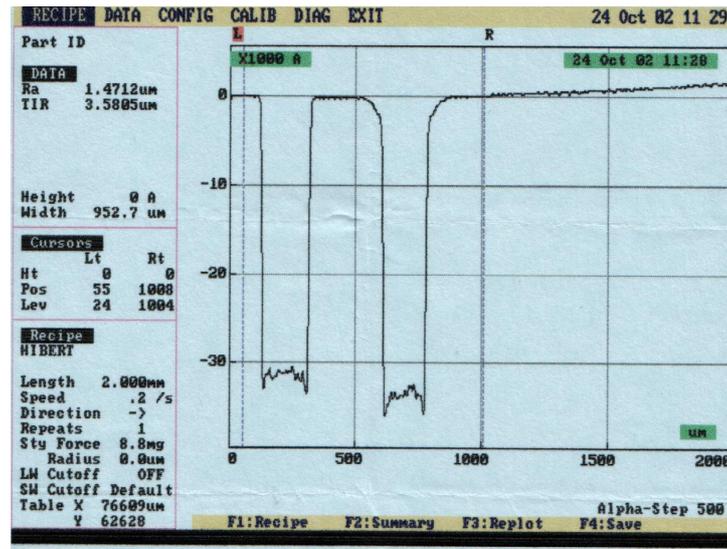
## 4.9. Liberación de la membrana

El último paso en la fabricación de la válvula consiste en eliminar la capa de sacrificio formada por el LTO y liberar a la membrana para que pueda deformarse y permitir o impedir el paso de fluido. En la mayoría de microsistemas con capa de sacrificio, ésta se elimina abriendo perforaciones en las capas que la rodean, perforaciones cuya única utilidad es la de permitir la eliminación de dicha capa de sacrificio. A diferencia de estos procesos de fabricación, en el caso que nos ocupa se van a utilizar perforaciones que forman parte de la estructura para suprimir la capa de sacrificio.

Estas perforaciones son los orificios de entrada y salida, que se realizaron a través de la oblea en la etapa anterior de grabado profundo del silicio. Un ácido se va a introducir a través de ellos y va a alcanzar la capa de LTO, disolviéndola y liberando la membrana.

El ácido que se va a utilizar es el ácido fluorhídrico (HF) en una concentración del 49%. La velocidad de grabado del LTO en este ácido es aproximadamente de  $1,4 \mu\text{m}/\text{min}$  [80]. Debido a la peligrosidad del manejo de esta sustancia, no es posible introducirla únicamente por los orificios de entrada y salida, sino que es necesario sumergir la oblea completa en un baño de HF. Esto tendrá algunas consecuencias que se explicarán más adelante.

El HF elimina rápidamente (en menos de 2 minutos) el LTO directamente enfrentado a los orificios, y a partir de entonces comienza un grabado lateral del LTO restante. Puesto que la velocidad de grabado es la misma en todas direcciones, al ser el LTO un material amorfo (por tanto isotrópico), en un instante cualquiera el límite del LTO que permanece es-



**Figura 4.10:** Perfil de los orificios en la oblea después de una prueba de DRIE. Nótese que la perforación aún no es completa

tará sobre el lugar geométrico de los puntos que están a distancia constante de los orificios.

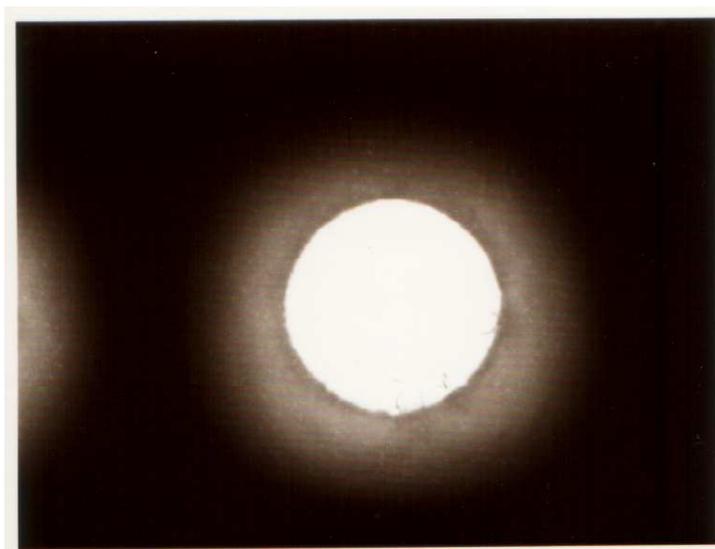
El tiempo que la oblea permanece sumergida en HF determina los valores de las dimensiones  $D_3$  y  $L_p$  (véase la sección 3.2). Las tres dimensiones  $D_3$ ,  $L_p$  y separación entre orificios están relacionadas entre sí, y sólo se pueden elegir libremente dos de ellas, quedando determinada la tercera. Para lograr la máxima simetría en la válvula fabricada, no se agita el HF durante la liberación de la membrana, ya que después de haberse conectado los dos orificios el ácido circularía entre ellos y causaría una mayor velocidad de grabado cerca del orificio de entrada y menor cerca del de salida.

La forma de la membrana creada después de cierto tiempo es la unión de dos círculos centrados en los orificios de entrada y salida, y que poseen cierto área en común. Si no poseyeran este área en común, el fluido no podría circular entre el orificio de entrada y el de salida. Por tanto, es posible calcular el tiempo mínimo de inmersión en HF para tener una válvula operativa como

$$t_{min} = \frac{D_2}{v_{HF}}$$

siendo  $v_{HF}$  la velocidad de grabado del LTO en HF.

La figura 4.12 muestra la membrana después de haber finalizado el proceso de fabricación. Esta imagen se ha realizado a partir de un dispositivo terminado, que se ha seccionado transversalmente, tomando después una imagen con microscopio electrónico. La imagen muestra claramente



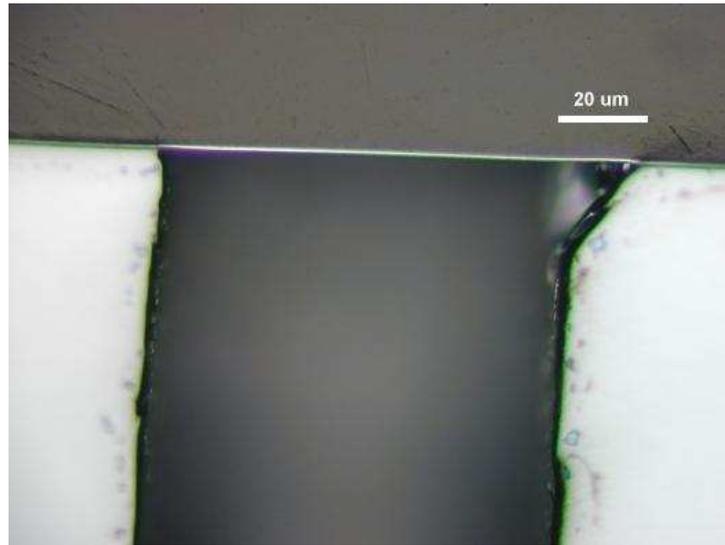
**Figura 4.11:** Imagen tomada después del grabado del silicio. La fotografía está hecha con un microscopio en el que se ha iluminado desde atrás la oblea para que se aprecie el orificio que se ha formado

como el área de paso del fluido es mucho menor en la cámara creada por la liberación de la membrana que en los orificios de entrada y salida.

Hay que notar que al haber sometido a la oblea a un grabado con HF sumergiéndola en el mismo, el grabado se ha producido por tanto por la cara inferior, que era el objetivo, como por la cara superior. Por la cara superior, el polisilicio no se ha visto afectado, ya que es muy resistente al HF (su tasa de grabado es prácticamente cero). Sin embargo, sí se ha eliminado parte del nitruro y del LTO que estaban debajo, desde los límites de la estructura de polisilicio hacia dentro, quedando parte de dicha estructura en voladizo. Esto, que no era un efecto deseado, podría haberse evitado protegiendo la cara superior con un material resistente al HF (siendo la mejor opción otra capa de polisilicio), y eliminando luego ese material. No obstante, el hecho de que el polisilicio quede en voladizo no afecta en nada a la funcionalidad de la válvula, por lo que se optó por permitir este grabado, en aras de una mayor facilidad en la fabricación y un menor coste. En la figura 4.13 se aprecia la parte de polisilicio que queda en voladizo después de la liberación de la membrana.

## 4.10. Observaciones al proceso de fabricación

En la sección 4.4 se ha mencionado que tres tipos de microválvulas fueron diseñadas, variando las dimensiones  $D_1$  y  $D_2$ . Sólo las microválvulas



**Figura 4.12:** Vista al microscopio electrónico de la membrana y el orificio para el fluido. Se puede apreciar el espacio para la circulación del fluido

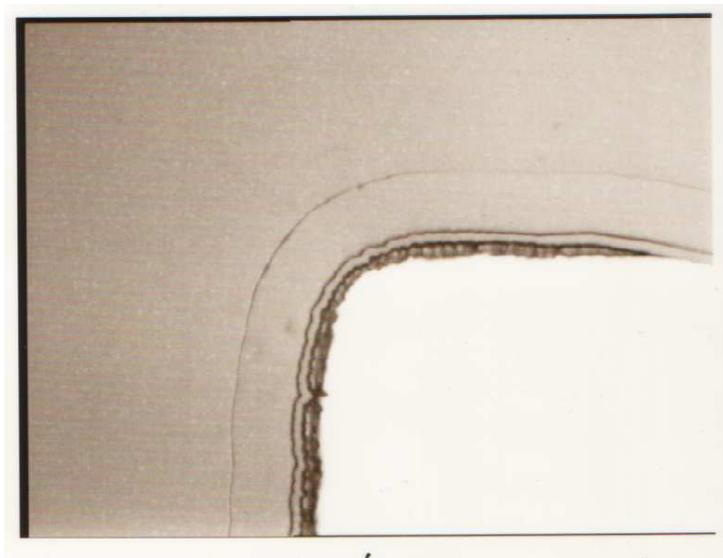
de tipo C se fabricaron correctamente con el proceso que se ha descrito en esta capítulo.

La razón por la que las microválvulas tipos A y B no funcionaron correctamente es por la limitación en el proceso de detección de fin de ataque (DFA) descrito en la sección 4.8. Este método se usaba durante el grabado profundo de silicio por la cara inferior para realizar los orificios de entrada y salida del fluido. El DFA indicaba cuándo se había perforado la oblea de silicio completamente y se había alcanzado la capa de LTO en la cara opuesta.

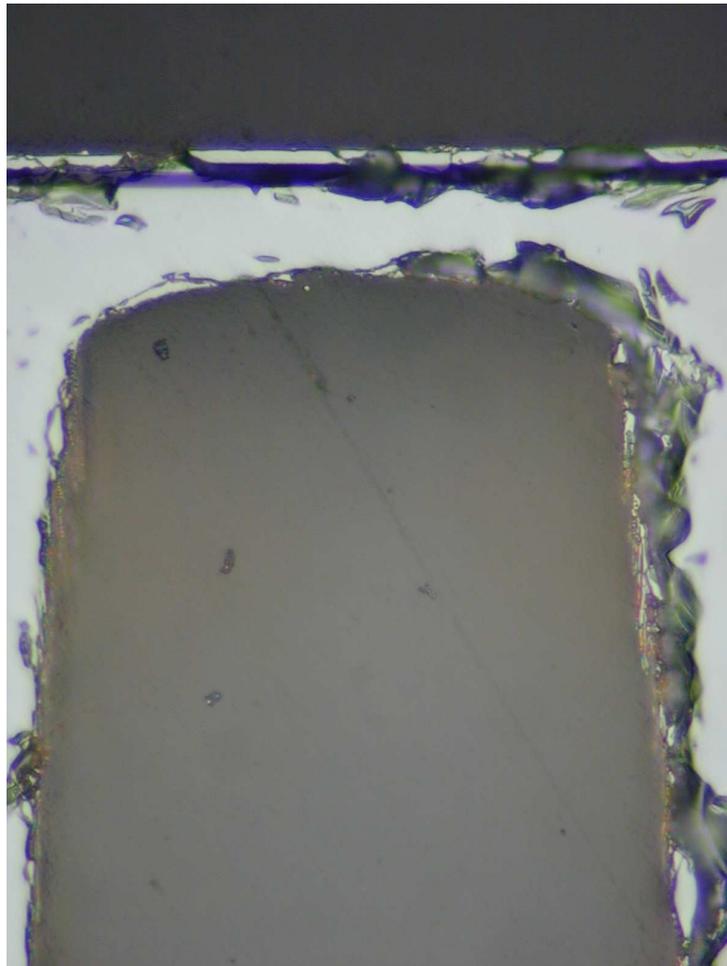
Sin embargo, la velocidad de ataque del proceso Bosch usado en el DRIE es ligeramente distinta dependiendo de la abertura de la máscara. Así, por los orificios de  $200\ \mu\text{m}$  de diámetro se perforaba el silicio más rápidamente que por los de  $100\ \mu\text{m}$ . De esta forma, al detectarse el fin de ataque por haber alcanzado el LTO, los orificios de  $100\ \mu\text{m}$  aún no habían llegado al final. Por tanto, quedaron ciegos y no fue posible la liberación de la membrana en esas válvulas.

La figura 4.14 muestra una imagen de uno de los orificios de  $100\ \mu\text{m}$ , cuya perforación no finalizó. La imagen se ha obtenido con un microscopio óptico, después de cortar el dispositivo.

Este problema, que se detectó durante la fase de caracterización, podría solventarse cambiando el diseño de las máscaras para que todos los orificios tuviesen el mismo área.



**Figura 4.13:** Parte de la capa de polisilicio que queda en voladizo después de la liberación de la membrana



**Figura 4.14:** Orificio pasante de  $100\ \mu\text{m}$  de diámetro, sin finalizar el grabado profundo del silicio

*All life is an experiment.*

Ralph Waldo Emerson (1803-1882)

# 5

## Caracterización del dispositivo

---

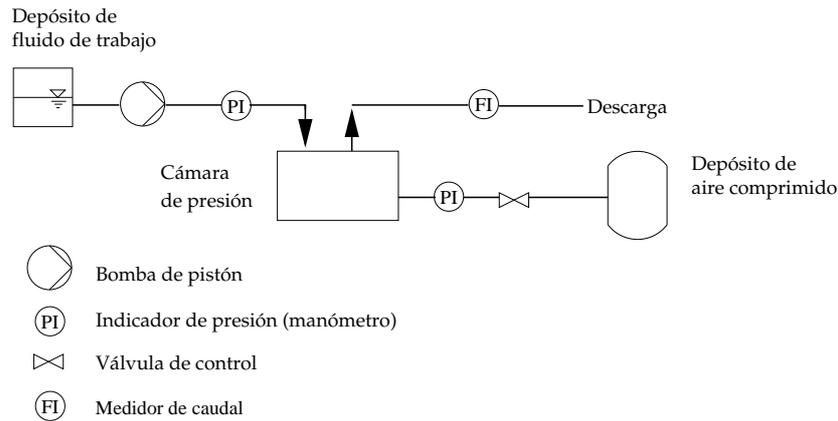
5.1. Introducción . . . . .	115
5.2. Montaje del experimento . . . . .	116
5.3. Resultados obtenidos . . . . .	118
5.4. Pruebas de resistencia . . . . .	120
5.5. Discusión de los resultados . . . . .	121
5.6. Comparación con los resultados de simulación . . . . .	123

---

### 5.1. Introducción

Este capítulo presenta los montajes experimentales y los resultados que de ellos se han obtenido con el fin de caracterizar la microválvula fabricada. Como ya se ha mencionado anteriormente (capítulo 3), la característica más importante de una válvula es la función que relaciona la diferencia de presión entre la entrada y salida con el caudal que circula por ella. Siendo así, la mayor parte del montaje experimental estará dirigida a la obtención de dicha función.

La sección 5.2 describe el montaje realizado y en el que se ha incluido la microválvula para obtener sus características. Los resultados obtenidos



**Figura 5.1:** Esquema del montaje del experimento. Se aprecia la cámara de presión, las tuberías para el aire a presión y el fluido de trabajo, la posición de los manómetros, y la bomba de pistón

en los diversos experimentos se muestran en las secciones 5.3 y 5.4.

A continuación, la sección 5.5 analiza estos resultados, principalmente en el contexto de las hipótesis que se realizaron en el capítulo 3 para modelar matemáticamente el comportamiento de la microválvula. Esta sección mostrará la validez de dichas hipótesis.

Por último, en la sección 5.6 se comparan los resultados experimentales con los que se obtuvieron mediante simulación en el capítulo 3.

## 5.2. Montaje del experimento

La figura 5.1 muestra la disposición general de los elementos que se usaron para realizar las medidas experimentales.

Para preparar la microválvula se han insertado tuberías en los orificios de entrada y salida. Estas tuberías se han obtenido cortando un tubo de sílica comercial a la longitud adecuada. El diámetro exterior del tubo está normalizado y es de  $90 \mu\text{m}$ . El interior es de  $50 \mu\text{m}$ . Las dos tuberías están unidas a la microválvula por la parte exterior de ésta mediante resina epoxi. Posteriormente, los tubos de sílica se han unido mediante racores a tuberías de teflón de diámetros más manejables. Estas tuberías tienen un diámetro interior de  $300 \mu\text{m}$ .

La microválvula se ha introducido en la cámara de presión, dejando salir los tubos de entrada y salida, y un tubo que se utiliza para proporcionar la presión a la cámara, tal y como se muestra en la figura 5.3.

La cámara de presión se utiliza para generar la presión de actuación



Figura 5.2: Vistas del montaje experimental realizado

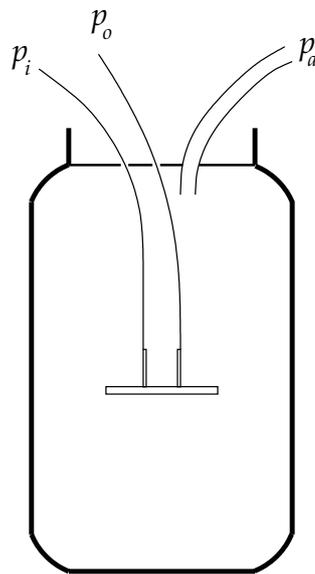
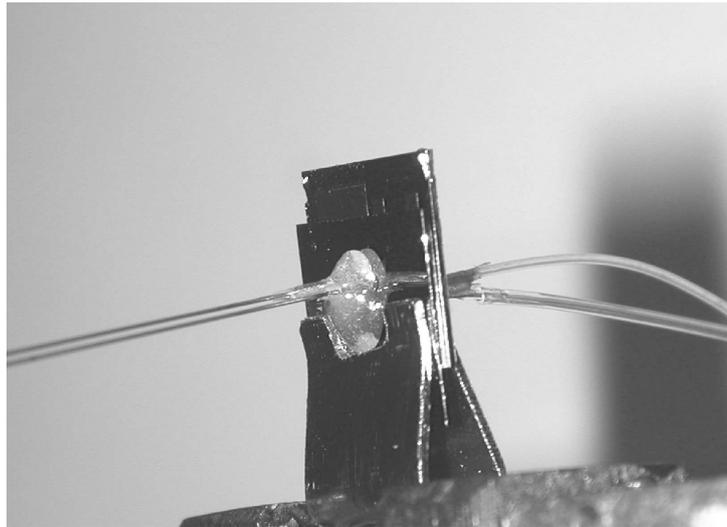


Figura 5.3: Detalle de la configuración de la cámara de presión durante el experimento

sobre la membrana, que está sometida por una de sus caras a dicha presión. También es posible unir dos válvulas y sujetar una a la otra, de forma que una proporcione la cámara por la que circula el fluido de trabajo y la otra la cámara para el fluido de actuación. Esta forma de funcionamiento se describió en la sección 3.2, y se ilustra en la figura 5.4.

Mediante la bomba de pistón se hace circular el fluido de trabajo, pasando a través de la válvula y descargando a presión atmosférica. En el camino se sitúa un medidor de presión a una distancia conocida de la válvula, y un medidor de caudal. El fluido de trabajo que se ha usado es agua desionizada (DI) teñida con violeta de metilo para poder observar su circulación a través de las tuberías. Dos vistas del montaje experimental se muestran en la figura 5.2.



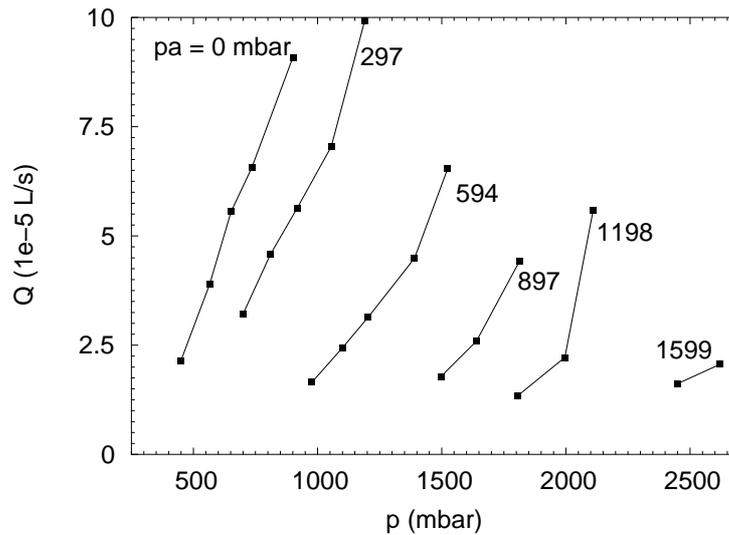
**Figura 5.4:** Dos válvulas idénticas se pueden colocar juntas y sujetarse mediante medios mecánicos. En esta figura se ven claramente los tubos de entrada y salida del fluido y de la actuación mecánica

El proceso experimental consiste en obtener las curvas presión-caudal ( $p-Q$ ) del fluido de trabajo a través de la válvula para diferentes valores de la presión de actuación. Para ello se fija la presión de actuación usando la válvula de regulación a la salida del depósito de aire comprimido, y se mide la presión de actuación con el manómetro. A continuación se aumenta la potencia de la bomba de pistón y se anota los valores de presión medidos en el manómetro y caudal en el caudalímetro.

También ha sido posible obtener las curvas  $p_a-Q$ , que proporcionan el caudal en función de la presión de actuación, para una presión de trabajo constante, manteniendo la regulación de la bomba de pistón fija, y variando la presión proporcionada por el depósito de aire comprimido.

### 5.3. Resultados obtenidos

A partir de los datos experimentales obtenidos por el método descrito en la sección anterior se pueden generar las curvas características  $p-Q$  de la válvula. El caudal medido coincide con el que pasa por la válvula. En cambio, la presión que se mide en el manómetro no es la misma que la que aparece entre la entrada y salida de la válvula. Para obtener la verdadera presión  $p$  a la que se ve sometida la válvula hay que restar las pérdidas en las tuberías. Estas pérdidas se pueden calcular a partir de la fórmula comúnmente usada en ingeniería civil para las pérdidas de carga en tuberías, que coincide con la que se introdujo en la sección 2.4 para el flujo



**Figura 5.5:** Curvas características de la válvula, obtenidas experimentalmente. Las curvas están parametrizadas en función de la presión de actuación ( $p_a$ )

de Poiseuille (ecuación 2.10):

$$\Delta p = \frac{128\mu L}{\pi D^4} Q \quad (5.1)$$

Con esta consideración, se obtienen los datos que se enumeran en la tabla 5.1 y que se representan gráficamente en la figura 5.5

	$p$ (mbar)	$Q$ ( $1 \cdot 10^{-5}$ L/s)
$p_a=0$	449	2.13
	565	3.89
	652	5.56
	735	6.56
	901	9.09
$p_a=297$ mbar	700	3.22
	810	4.58
	918	5.64
	1055	7.04
	1190	9.93
$p_a=594$ mbar	977	1.65
	1100	2.44
	1204	3.14
	1390	4.49
	1524	6.54
$p_a=897$ mbar	1496	1.78

	$p$ (mbar)	$Q$ ( $1 \cdot 10^{-5}$ L/s)
	1639	2.59
	1813	4.42
$p_a=1198$ mbar	1805	1.34
	1996	2.22
	2110	5.59
$p_a=1509$ mbar	2450	1.62
	2620	2.06

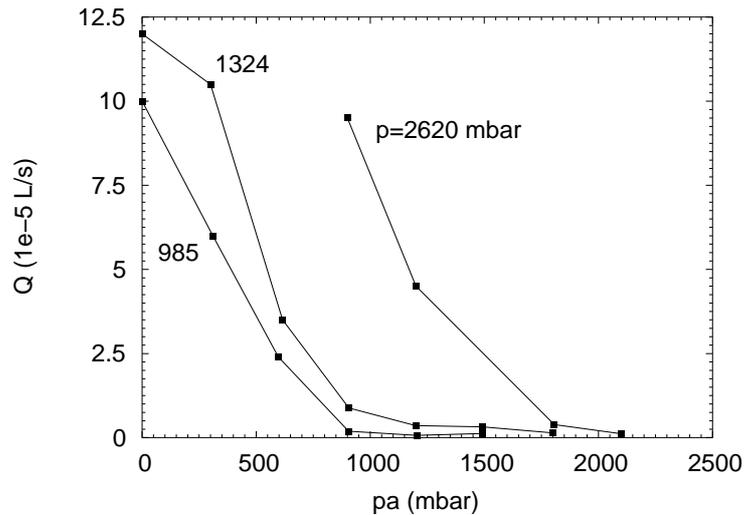
**Tabla 5.1:** Caudal a través de la válvula obtenido experimentalmente, para diferentes presiones de actuación ( $p_a$ )

	$p_a$ (mbar)	$Q$ ( $1 \cdot 10^{-5}$ L/s)
$p = 985$ mbar	0	10
	310	6
	597	2.4
	905	0.189
	1204	0.0683
	1494	0.125
$p = 1324$ mbar	0	12
	300	10.5
	616	3.5
	906	0.885
	1199	0.361
	1491	0.318
$p = 2620$ mbar	1799	0.142
	900	9.5
	1200	4.5
	1807	0.388
	2100	0.116

**Tabla 5.2:** Flujo a través de la válvula obtenido experimentalmente para una presión de trabajo  $p$  dada, variando la presión de actuación  $p_a$

## 5.4. Pruebas de resistencia

Además de la obtención de las curvas características de la microválvula, es de interés conocer la resistencia mecánica de la membrana, para saber la presión máxima de funcionamiento que se puede aplicar. En la sección 3.6.1 (p. 83) se presentaron simulaciones numéricas de la tensión de Von Mises sobre la membrana, y se predijeron los puntos más propensos a la



**Figura 5.6:** Flujo a través de la válvula obtenido experimentalmente para una presión de trabajo  $p$  dada, variando la presión de actuación  $p_a$

rotura.

Se sometió a la membrana a una presión elevada desde dentro, y se hinchó hasta romperse. La rotura se produjo por los puntos que se habían previsto en el capítulo 3, para una presión aproximada de 1,5 atm.

## 5.5. Discusión de los resultados

En el capítulo 3, sección 3.5 se introdujo la hipótesis de que el flujo a través de la válvula era laminar. Ahora que se dispone de resultados experimentales, es necesario confirmar la validez de dicha hipótesis, en la que se basaba el modelado matemático.

El número de Reynolds se puede calcular como:

$$Re = \frac{\rho Q D_h}{\mu A} \quad (5.2)$$

siendo  $D_h$  el diámetro hidráulico y  $A$  el área de la sección de paso. Estos dos parámetros se pueden calcular a partir de las dimensiones  $L_p$  y  $h$  (ver fig. 3.2).

El proceso de fabricación descrito en el capítulo 4 proporciona unos valores de las dimensiones de

$$h = 2,5\mu\text{m}, L_p = 410\mu\text{m} \quad (5.3)$$

Los valores de  $\mu$  y  $\rho$  para el agua se detallan en el apéndice B.

Se va a calcular el valor del número de Reynolds para los dos valores extremos de  $Q$ , el más alto y el más bajo obtenidos experimentalmente, para asegurar que el régimen es laminar en todo el rango de trabajo de la microválvula. Sería suficiente hacer este cálculo para el mayor valor de  $Q$ , ya que éste es el más desfavorable, pero es interesante conocer la variación del número de Reynolds.

$$Re(Q = 10,5 \cdot 10^{-5} \text{L/s}) = 126,64$$

$$Re(Q = 0,116 \cdot 10^{-5} \text{L/s}) = 1,399$$

Se considera que la transición entre régimen laminar y turbulento se produce para números de Reynolds entre 2000 y 40000 [122]. El funcionamiento de la microválvula está muy lejos de esos valores, con lo que se puede aceptar la hipótesis del régimen laminar.

Otro valor interesante es la longitud de entrada, que es la longitud en la que el flujo no está completamente desarrollado. Si esta longitud es comparable a la longitud de recorrido del flujo, entonces el perfil de velocidades difiere considerablemente del esperado teóricamente. Se sabe [78] que la longitud de entrada se puede calcular como

$$L_t = 0,434 D_h Re \quad (5.4)$$

Introduciendo de nuevo los dos valores extremos del caudal en la ecuación anterior, se tiene

$$L_t(Q = 10,5 \cdot 10^{-5} \text{L/s}) = 68,152 \mu\text{m}$$

$$L_t(Q = 0,116 \cdot 10^{-5} \text{L/s}) = 0,753 \mu\text{m}$$

El recorrido del fluido dentro de la cámara es de  $D_3 - L_p = 350 \mu\text{m}$ , considerablemente mayor que las longitudes de entrada obtenidas.

En cualquier caso, cabe observar que tanto la hipótesis de régimen laminar como la de longitud de entrada despreciable se hacen menos exactas a medida que el caudal es mayor (presión mayor). Esto es consecuente con lo mostrado en las figuras 5.5 y 5.6, en las que la proporcionalidad entre caudal y presión, típica del régimen laminar, es menos exacta en las zonas de caudal alto de las curvas. En estas zonas, es posible que el flujo en algunos puntos del dispositivo esté cerca de la transición a turbulento.

Por otra parte, resulta interesante el ajuste de los puntos a algún tipo de función matemática por el método de los mínimos cuadrados, para eliminar posibles errores experimentales, y poder extrapolar puntos con mayor facilidad. Dicha función  $Q = Q(p, p_a)$  debería ser lineal en sus dos variables si las hipótesis ideales se cumplieran exactamente, pero como se acaba

de ver estas hipótesis dejan de ser muy exactas para caudales mayores. Se puede comprobar que el ajuste con funciones cuadráticas proporciona un muy buen resultado. Se define una función cuadrática en  $p$ , de forma que cada uno de los coeficientes sea a su vez una función cuadrática en  $p_a$ . La función tiene la forma

$$Q(p, p_a) = (ap_a^2 + bp_a + c)p^2 + (dp_a^2 + ep_a + f)p + h \quad (5.5)$$

Ajustando por mínimos cuadrados no lineales mediante el algoritmo de Marquardt-Levenberg [89], se obtienen los siguientes valores de los coeficientes

$$\begin{aligned} a &= -4,47332 \cdot 10^{-12}, \quad b = 1,03679 \cdot 10^{-08}, \quad c = -4,11233 \cdot 10^{-06}, \\ d &= 9,9112 \cdot 10^{-09}, \quad e = -2,95811 \cdot 10^5, \quad f = 0,0222334, \\ h &= -7,35482 \end{aligned}$$

estando las presiones medidas en milibares y el caudal en  $10^{-5}$ L/s.

Los coeficientes de correlación entre los parámetros se muestran en la tabla 5.3.

	$a$	$b$	$c$	$d$	$e$	$f$	$h$
$a$	1						
$b$	-0,949	1					
$c$	0,873	-0,969	1				
$d$	-0,188	-0,098	0,158	1			
$e$	0,964	-0,925	0,875	-0,249	1		
$f$	-0,858	0,945	-0,986	-0,076	-0,899	1	
$h$	0,805	-0,893	0,951	0,048	0,872	-0,987	1

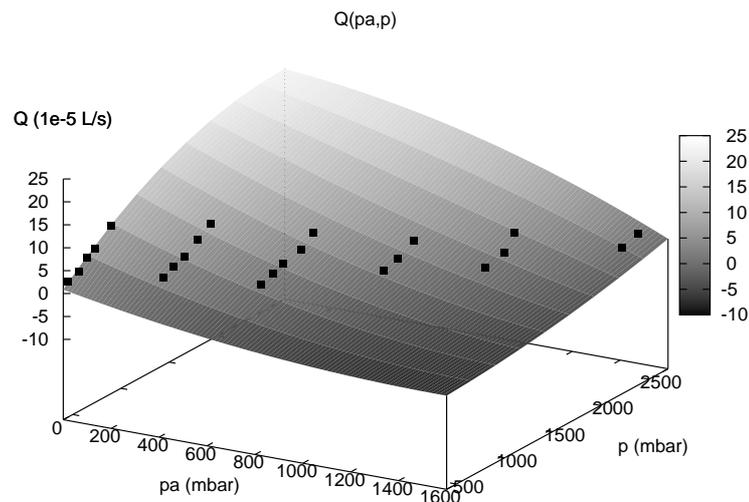
**Tabla 5.3:** Correlación entre los coeficientes de ajuste por mínimos cuadrados

El parámetro de medida de la desviación es  $\chi^2 = 0,744046$ .

La superficie obtenida al representar esta función se muestra en la figura 5.7, junto con los puntos medidos experimentalmente.

## 5.6. Comparación con los resultados de simulación

Se ha demostrado en la sección anterior que las hipótesis que se realizaron para el modelo matemático del funcionamiento son aceptables. Pero el modelado incluía también una parte de simulación numérica. En la sección 3.6 (p. 79) se presentaron las simulaciones del comportamiento de la



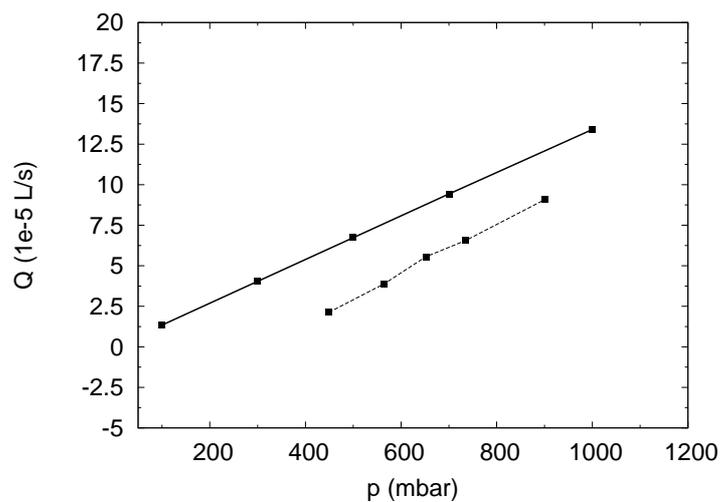
**Figura 5.7:** Situación de los puntos obtenidos experimentalmente sobre la superficie de ajuste por mínimos cuadrados

microválvula, obtenidas con programas de cálculo de elementos finitos. Ahora que se dispone de resultados experimentales del dispositivo, es posible la comparación entre éstos y los valores simulados [72].

En la figura 5.8 se presentan las curvas características obtenidas para presión de actuación nula, obtenidas experimentalmente y mediante simulación.

Se puede observar que, para una presión dada, el caudal predicho por las simulaciones es algo mayor que el obtenido realmente. De hecho, el error que aparece entre las simulaciones y la realidad es aproximadamente constante, e independiente de la presión de trabajo. Esto puede deberse a dos causas principalmente:

1. Defectos en la fabricación, que hacen que la geometría no se corresponda exactamente con el modelo. En particular, el último paso del proceso de fabricación, la liberación de la membrana (ver sección 4.9, p. 109), es difícil de controlar con exactitud, y es posible que los radios de los dos círculos que forman la membrana no sean exactamente los diseñados.
2. Caracterización inexacta de las propiedades de los materiales. Los materiales depositados mediante LPCVD o el óxido crecido térmicamente LTO tienen propiedades que pueden variar de un lote a otro. Es posible que los valores de estas propiedades introducidos en los programas de simulación no correspondan exactamente a los mate-



**Figura 5.8:** Comparación entre la curva característica obtenida por simulación (línea continua) y la obtenida experimentalmente (línea discontinua)

riales reales. La única forma de verificarlo es caracterizando experimentalmente los materiales mediante una oblea de control.



*Finally, in conclusion, let me say just this.*

Peter Sellers (1925-1980)

# 6

## Conclusiones

---

6.1. Resultados de la investigación presentada . . . . .	128
Construcción de una microválvula de alta presión • Proceso de fabrica- ción • Eliminación de la necesidad de unión de obleas • Válvula biestable • Integrabilidad en sistemas microfluidicos • Integrabilidad en conjuntos bidimensio- nales • Tamaño reducido	
6.2. Líneas futuras de investigación . .	135
Modificaciones en la máscara de los orifi- cios de entrada y salida • Número y dis- posición de los canales de entrada y salida • Protección de la membrana durante la li- beración y el secado • Protección del poli- silicio durante la liberación de la membra- na • Métodos de actuación alternativos • Integración de la válvula en sistemas com- pletos • Usos alternativos • Líneas de in- vestigación	

---

## 6.1. Resultados de la investigación presentada

En el inicio de esta memoria (sección 1.4, p. 35) se expusieron los objetivos que iban a guiar el trabajo de investigación. A lo largo de esta memoria se ha presentado el resultado de dicha investigación, mostrando que se han cumplido todos los objetivos planteados, de modo que la investigación puede considerarse completa. También se ha mostrado cómo esta tesis presenta un conjunto de aportaciones originales al campo de los dispositivos microfluidicos, y en particular a la fabricación de microválvulas.

A continuación se resumirán estas aportaciones, que ya han sido indicadas a lo largo de la memoria.

Las aportaciones, que se detallarán en las secciones siguientes, consisten en la concepción y demostración de una microválvula de alta presión, mediante una topología especialmente diseñada. El proceso de fabricación presenta varias innovaciones, que se traducen en una mayor facilidad de fabricación y un menor coste. Este proceso de fabricación ideado permite la fabricación monolítica de la válvula, eliminando la necesidad de recurrir a la unión de materiales. La válvula posee un modo de actuación biestable, y es ideal para ser integrada en microsistemas fluidicos más complejos, ya sea con otros dispositivos diferentes, o con otras válvulas idénticas, formando una matriz. Todos estos aspectos serán discutidos con detalle a continuación.

### 6.1.1. Construcción de una microválvula de alta presión

Se ha conseguido realizar una microválvula capaz de cerrarse y abrirse frente a una alta presión del fluido de trabajo, fabricada en silicio, y de tamaño reducido. Más aún, el diseño de la válvula es totalmente escalable, lo que implica que es teóricamente posible reducir aún más su tamaño. Como se ha visto en capítulos precedentes, hay varios sistemas microfluidicos que se beneficiarían de la existencia de una válvula de alta presión, ya que la eficiencia de dichos sistemas se vería notablemente incrementada.

Hay que reseñar que la presión máxima soportada por nuestra válvula no es mayor a cualquier otra existente previamente, existiendo algunos diseños capaces de manejar presiones aún más elevadas. Pero en el resumen bibliográfico presentado en el capítulo 2 se puede observar que las válvulas que soportan una mayor presión tienen un mayor tamaño o son mucho más complejas (y por tanto más caras) de fabricar.

Con el objeto de permitir una comparación entre la microválvula presentada en esta investigación y todas las demás que se indicaron en el

capítulo 2, la tabla 6.1 (página 143) es similar a la tabla 2.1, incluyendo todas las características relevantes de cada una, con la adición de la nueva microválvula. Además, se ha añadido una nueva columna que permite comparar las presiones máximas que soportan las válvulas, ponderando esta presión con su tamaño. Así pues, la última columna representa la presión máxima por unidad de tamaño para cada dispositivo.

Por tanto, se puede concluir que la relación entre las prestaciones en cuanto a capacidad para manejar presión y otras características, como tamaño, complejidad o precio, es superior en esta válvula que en las precedentes.

También el método de actuación es relativamente nuevo. Si bien ya existían previamente válvulas que utilizaban la alta presión del fluido de trabajo para compensar en parte el esfuerzo sobre el asiento en el momento de la apertura o el cierre (por ejemplo, la de Huff en 1990), esta es la primera vez que esa presión de actuación puede obtenerse del mismo fluido de trabajo o de otro diferente, y sobre todo es la primera vez que puede hacerse con una estructura totalmente simétrica, de forma que las posiciones del fluido de trabajo y el fluido de actuación son intercambiables en cualquier momento.

### 6.1.2. Proceso de fabricación

Una de las principales aportaciones de la investigación presentada es la elaboración de un proceso de fabricación sencillo y barato para la construcción monolítica mediante una topología idónea de un dispositivo potencialmente complejo como una microválvula. Si se compara el proceso de fabricación con los de las microválvulas anteriores, se puede observar la sencillez y originalidad del proceso presentado. Algunas de sus características más relevantes respecto a los procesos existentes son:

1. Se utilizan pocos materiales diferentes, y los que se usan son fácilmente accesibles. Los únicos materiales necesarios para la fabricación son: silicio cristalino (para el sustrato), óxido térmico, nitruro de silicio y silicio policristalino. Todos son materiales disponibles en cualquier planta de fabricación de microsistemas, por sencilla que sea, y sus técnicas de deposición y crecimiento son muy conocidas. No se utilizan materiales más costosos de depositar, como metales o aleaciones. También es común en otras válvulas utilizar materiales especiales, como parafina o geles, que en este caso no son necesarios.
2. La fotolitografía es totalmente convencional, siendo idéntica a la fotolitografía usada en microelectrónica. La resina que se utiliza es la S1818, de la serie S1800 de Shipley [103], una de las más comunes

en el mundo. No es necesario utilizar fotorresinas de gran espesor, como la SU-8, ni otras con propiedades especiales.

3. Las dimensiones críticas no son muy pequeñas. La característica más pequeña para la fotolitografía son los orificios de entrada y salida, y sus diámetros son del orden de las decenas de micras. Asimismo, la alineación entre las diferentes etapas de fotolitografía no es crítica, y errores en la alineación de varias micras (mucho mayores que lo que se puede conseguir hoy en día en una sala blanca) no afectarán demasiado al funcionamiento del dispositivo.
4. El proceso usa una combinación de grabados húmedos y secos, todos ellos usando atacantes ampliamente conocidos, cuyas velocidades de ataque y selectividad respecto a otros materiales están perfectamente caracterizados. No hay necesidad de otros tipos de eliminación de material, como taladrado por láser. El paso de liberación de la membrana en HF podría sustituirse por una liberación en HF gaseoso, que sería más rápida y reduciría el riesgo de rotura en el secado, pero es de manejo bastante más peligroso.

Dentro del proceso de fabricación, un paso que no se había utilizado antes para fabricar microsistemas fluidicos es el de la liberación de una membrana mediante la eliminación de una capa superficial en una cavidad que al final resultará cerrada. Evidentemente, si la cavidad está totalmente cerrada, es imposible la eliminación del material de sacrificio mediante un grabado químico húmedo o seco.

Hasta ahora, en la fabricación de microsistemas que necesitaban de la eliminación de un material de sacrificio, lo que se hacía en el caso de que la membrana a liberar fuese muy extensa era realizar varios orificios en la membrana. Estos orificios tienen como finalidad, por una parte facilitar la penetración del agente atacante, y por otra reducir la posibilidad de rotura de la membrana en el secado por la tensión superficial (*stiction*). Hay muchos ejemplos de esta técnica en la literatura sobre microsistemas (ver, por ejemplo, [18]).

Debido a la realización de estos orificios en la membrana, el método de liberación por eliminación de capa de sacrificio ha sido poco o nada usado en microfluidica, ya que la presencia de los orificios elimina la estanqueidad de la estructura. En algunos casos, se ha tratado de tapar los orificios después de la liberación, pero la técnica es compleja y costosa y no ha alcanzado mucha aceptación.

En el caso de la microválvula presentada, la liberación de la membrana se realiza a través de dos orificios que formarán parte del funcionamiento del dispositivo, por lo que no hay necesidad de taparlos, lo que representa

una gran ventaja, y abre muchas posibilidades a la utilización de la técnica de capas de sacrificio en microfluidica. El inconveniente es la lentitud del proceso, y la limitación en la geometría de la membrana.

Ambos inconvenientes podrían reducirse o eliminarse si se perforasen más orificios de entrada y salida. De esta forma se podría tener una microválvula con múltiples entradas y salidas (que podrían conectarse juntas para convertirla en una de una única entrada y una única salida). Eligiendo adecuadamente la posición de estos orificios sería posible la construcción de membranas de geometría diferente a la presentada aquí. Asimismo, el paso de liberación de la membrana podría hacerse más rápido.

### 6.1.3. Eliminación de la necesidad de unión de obleas

Otro aspecto a destacar sobre el proceso de fabricación que se ha diseñado y probado para la microválvula es la ausencia de unión entre obleas para fabricar un dispositivo.

La mayoría de las válvulas presentadas en 2.6 necesitaba de la unión anódica o por fusión para fabricarse. El conocimiento de las técnicas de unión ha avanzado mucho en los últimos años, pero sigue siendo un proceso costoso y propenso a fallos. Construir una válvula monolíticamente reduce el tiempo de fabricación, y el precio final del dispositivo.

Normalmente, la unión de obleas produce un pegado herméticamente cerrado, y que, como se dijo en la sección 2.3.5, puede llegar a soportar una presión muy alta, pero no son infrecuentes los fallos en la unión debido a impurezas, que reducen drásticamente la presión máxima, y que pueden incluso afectar a la estanqueidad del pegado.

En muchas aplicaciones de microsistemas, esta falta de estanqueidad en el pegado puede no ser demasiado importante, y el dispositivo funcionará correctamente sin ella. Pero en aplicaciones microfluidicas, todo el proceso de fabricación queda invalidado si una cavidad por la que debe circular o almacenarse un fluido no está herméticamente cerrada. En microfluidica no pueden permitirse fallos en la estanqueidad.

Es por estas razones que la fabricación de una válvula en la que la cavidad se fabrica mediante deposiciones químicas o crecimiento térmico de capas de materiales, y no por unión de varias obleas, supone una aportación valiosa de esta investigación.

#### 6.1.4. Válvula biestable

La válvula posee un funcionamiento biestable, es decir, sólo tiene dos estados estables: abierta y cerrada. No está previsto su funcionamiento en posiciones de la membrana diferentes de la apertura o el cierre totales.

Esta concepción permite que el funcionamiento de la válvula sea más sencillo, ya que no hay que analizar la estabilidad de las posiciones intermedias. En el caso de válvulas con regulación continua, a veces los estados intermedios no son estables, debido a las fuerzas ejercidas por el fluido de trabajo, y es necesario un complejo control externo para conseguir la estabilidad de dichas posiciones. En el caso de la válvula objeto de este trabajo de investigación, el control casi-continuo del fluido de trabajo puede conseguirse mediante alguna de las técnicas conocidas de control, como la regulación PWM [126].

Por supuesto, a pesar de su mayor complejidad, las válvulas de regulación completa tienen la gran ventaja de que permiten regular el paso de fluido de una manera continua. Estas válvulas no poseen una pareja de curvas características  $p$ - $Q$  (una para la posición abierta y otra para la cerrada), como es el caso de las válvulas biestables, sino que hay una transición continua entre ambas, y en principio cualquier punto  $(p, Q)$  intermedio es un punto posible de funcionamiento.

A pesar de que las válvulas continuas tienen la capacidad de regulación de la que las válvulas biestables carecen, la tendencia actuar es a diseñar y construir válvulas biestables por su mayor simplicidad y menor tamaño. La posibilidad de regulación que se pierde al fabricar una válvula biestable se puede recuperar disponiendo un conjunto de ellas en paralelo, de forma que en un momento dado sólo un subconjunto esté en posición abierta. De esta forma es posible llegar desde la apertura total (mínimas pérdidas de carga, todas las válvulas abiertas) al cierre total (mínimo caudal de fluido, todas las válvulas cerradas) pasando por muchos estados intermedios.

Un ejemplo de esta filosofía de construcción se puede encontrar en la válvula de Yang 2004 [129]. Es una válvula diseñada para controlar la inyección de combustible en un micromotor, y consigue la regulación continua empleando un conjunto de válvulas controladas independientemente.

Como se indicará en 6.1.6, la válvula desarrollada en esta investigación se puede incluir fácilmente en conjuntos, minimizando el área necesaria para ello, por lo que es posible utilizarla en la regulación continua.

### 6.1.5. Integrabilidad en sistemas microfluidicos

La válvula se puede incluir fácilmente como componente en microsistemas fluidicos complejos. Su reducido tamaño y su facilidad de fabricación permiten que sea compatible con la mayoría de los procesos de construcción de sistemas microfluidicos que se usan hoy en día.

Por eso es importante que los procesos y materiales usados en la fabricación de la válvula sean lo más estándares posible. Para conseguir que cualquier planta de fabricación de microsistemas disponga de ellos, y se pueda integrar la válvula en otro sistema más complejo. Los diseños de válvulas que requieren de procesos y equipos diseñados específicamente, de materiales poco comunes, o de condiciones especiales de fabricación (temperaturas, vacío, etc.) son más difícilmente integrables, ya que requerirían la modificación de la fabricación del sistema completo para permitir la inclusión de la válvula, con el consiguiente aumento en el coste de fabricación y el tiempo necesario para llevar el sistema al mercado.

Es posible que en un sistema fluidico complejo la integración de otros componentes con esta microválvula no pueda hacerse sin recurrir a la unión de obleas. De hecho, una posible aplicación de uso de la microválvula sería construir microcanales en una oblea de pyrex (puesto que la oblea sólo se va a mecanizar de forma simple el pyrex es perfectamente válido) y luego unir anódicamente esta oblea a la de silicio que contiene las válvulas, de forma que por los canales mecanizados en el pyrex circule el fluido hasta el orificio de entrada y desde el orificio de salida de cada válvula. Otro posible método de interconexión, también usando unión de obleas, sería construir conectores machos y hembras en diferentes obleas [39].

### 6.1.6. Integrabilidad en conjuntos bidimensionales

La fabricación de microsistemas a partir de sustratos con forma de oblea es esencialmente plana. A pesar de que existen técnicas de grabado o de moldeo que permiten realizar estructuras cuyas dimensiones verticales sean comparables o incluso mayores que las horizontales, la diferencia en las dimensiones del sustrato original hace que la disposición de los varios elementos que componen un microsistema sea casi siempre horizontal, y muy raramente apilados verticalmente. Por ejemplo, en un microsistema de análisis total ( $\mu$ TAS), los componentes que lo forman se distribuyen a lo largo del plano del sustrato, y el fluido siempre circula entre unos y otros en una dirección prácticamente horizontal, aunque los componentes mismos posean dimensión vertical.

En cualquier caso, no siempre es fácil conseguir que una válvula sea

fácilmente integrable con otras iguales o con otros dispositivos en las dos dimensiones horizontales. Por ejemplo, las válvulas que tienen entradas o salidas en el lateral (ver Huff 1990 y Takao 2002) son más difícilmente integrables en matrices bidimensionales que las que no las tienen. Estas válvulas, al necesitar acceso al lateral de la oblea para conectar las entradas o salidas de fluido, sólo pueden ser integradas de manera fácil linealmente, siendo mucho más complicada su colocación formando conjuntos de dos dimensiones.

La válvula de esta investigación no tiene ningún requerimiento específico sobre qué elementos pueden colocarse en sus cercanías en ninguna dirección, por lo que pueden colocarse conjuntos de válvulas que cubran la superficie del sustrato en el que se fabrican. De esta forma puede conseguirse un conjunto de regulación suave como el que se ha descrito en la sección 6.1.4.

### 6.1.7. Tamaño reducido

En la comparación mostrada en la tabla 6.1 se puede observar el pequeño tamaño de la válvula, sobre todo en comparación con la presión soportada. Los tamaños que se indican en la tabla se refieren a las dimensiones horizontales, y dentro de ellas a la mayor de ambas.

En muchos casos, es difícil comparar con exactitud los tamaños de distintas válvulas, ya que tienen diferentes estructuras, y no siempre es posible establecer un criterio justo para determinar entre qué características de la válvula hay que medir. Por lo tanto, los valores mostrados en la tabla no pueden servir para realizar una clasificación exacta de las válvulas en función de su tamaño, aunque sí para obtener una buena aproximación.

Se comprueba que la válvula presentada aquí está entre las más pequeñas. La dimensión que aparece en la tabla es la de la membrana que realiza la actuación en la válvula. Como ya se dijo en la sección sobre el dimensionado de la válvula (página 73), estos valores no representan los mínimos con los que se puede construir el diseño, sino que se eligieron teniendo en cuenta factores como la capacidad de manipulación y de medida. Por tanto, es en principio posible reducir aún más el tamaño de la válvula sin que su funcionamiento se vea afectado.

Por supuesto, esta afirmación también se puede realizar sobre las otras válvulas de la tabla 6.1. No sería justo comparar una hipotética reducción de la microválvula de esta investigación con el tamaño original del resto.

## 6.2. Líneas futuras de investigación

Esta sección describe posibles mejoras que se podrían realizar a la investigación realizada. Estas mejoras son fruto de la experiencia adquirida durante el diseño y la fabricación de la microválvula, y representan posibles variaciones que podrían aportar aspectos interesantes en la fabricación y la utilización de la misma.

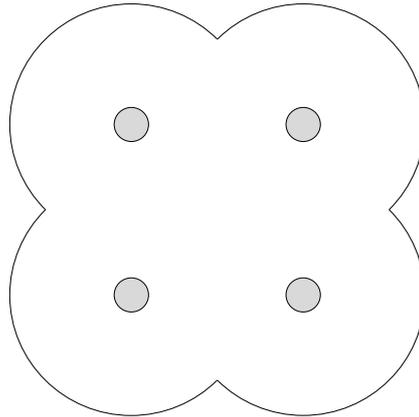
Entre los posibles avances propuestos se encuentran modificaciones al proceso de fabricación, que podrían hacerlo más robusto y menos propenso a fallos, el estudio de los efectos de algunas variaciones en la geometría, la integración de la válvula en sistemas más complejos, así como su utilización para tareas diferentes del control del paso de un fluido. Todas estas propuestas se discuten con más detalle en las siguientes secciones.

### 6.2.1. Modificaciones en la máscara de los orificios de entrada y salida

Como se explicó en la sección 4.10, en el diseño de la máscara para la apertura de los orificios de entrada y salida mediante grabado profundo del silicio (DRIE), se introdujeron variaciones en el diámetro de estos orificios. Esto motivó que las velocidades de ataque fueran diferentes en cada tipo de orificio, por lo que los de área mayor terminaron de perforarse antes que los de área menor. Por esta razón, las válvulas con orificios menores no han podido utilizarse.

No habría ningún problema en fabricar válvulas con orificios de entrada y salida de menores diámetros, siempre que se diseñara una máscara que contuviera todos los orificios del mismo diámetro. De esta forma se garantizaría que todos se perforarían al mismo tiempo. El proceso de grabado sería más lento, pero usando la detección de fin de ataque se sabría cuando se alcanza la capa de LTO.

Pero también es posible mezclar en una sola máscara orificios de diferente diámetro, siempre que el diseño de esta máscara se haga teniendo este hecho en cuenta. La solución es conseguir que todos los patrones dibujados en la máscara tengan el mismo área a pesar de que sus diámetros exteriores sean diferentes. La geometría más sencilla para hacer esto es dibujar los orificios de menor diámetro como círculos, y los que tengan un diámetro mayor como coronas circulares, en las que el diámetro exterior es el deseado para el orificio y el interior se ajusta para que el área coincida con el de los orificios menores. De esta forma todas las velocidades serán iguales. Durante la liberación de la membrana los centros de las coronas, que no han sido grabados, perderían contacto con el resto del material y



**Figura 6.1:** Ejemplo de disposición alternativa de los canales de entrada y salida

se desprenderían del sustrato.

### 6.2.2. Número y disposición de los canales de entrada y salida

La válvula que se ha descrito en esta memoria posee un canal de entrada y uno de salida, que es el mínimo necesario para que sea útil. En las secciones 3.3 y 4.9 se indicó que el proceso de fabricación (en particular, el último paso de liberación en HF) condiciona la geometría de la membrana, hasta el punto que variaciones en esta geometría son prácticamente imposibles sin cambiar el proceso de fabricación.

Pero es posible cambiar la máscara usada para el grabado profundo del silicio para que se abriese más de un orificio de entrada o de salida. Puesto que el límite de la membrana es siempre el lugar geométrico de los puntos que están a una distancia dada de los orificios (distancia que viene determinada por la velocidad de grabado del LTO en HF), es posible generar una geometría diferente de esta forma. Por ejemplo, un caso con cuatro canales puede verse en la figura 6.1.

Habría que estudiar cuál es el número y emplazamiento óptimo para los canales de entrada y salida según el propósito que se pretendiese conseguir. Por ejemplo, se podrían colocar los orificios de forma que la geometría de la membrana fuese más simple y se pudiese construir un modelo matemático de su deformación en función del fluido que circula. Con un número suficientemente grande de canales es posible construir una membrana que tenga una geometría aproximadamente cuadrada o circular.

En caso de crear más canales, hay que asegurarse de que la geometría sea la adecuada para que la membrana defleccione totalmente sin romperse

y cierre completamente el paso del fluido de trabajo. Para ello habría que simular el comportamiento de la membrana y comprobar que cada uno de los orificios es taponado por la membrana. O al menos que la membrana bloquea el paso entre los orificios de entrada y los de salida.

El mayor inconveniente que tiene el aumento del número de orificios de entrada y de salida es la dificultad de la conexión de los tubos y canales por los que llega el fluido de trabajo a la válvula.

### 6.2.3. Protección de la membrana durante la liberación y el secado

El último paso del proceso de fabricación descrito (la liberación de la membrana) es un grabado húmedo de la capa sacrificial de LTO. El grabado húmedo se realiza sumergiendo la oblea en un baño con el ácido. Una vez se ha mantenido el tiempo necesario sumergido, se extrae y se introduce en agua DI para que los restos de ácido no sigan eliminando material. Y por último, el agua se seca dejando la oblea al aire.

A medida que el agua que está en el interior de la cavidad se va secando, aparece un interfaz agua-aire dentro de la misma. Dadas las pequeñas dimensiones de la cavidad, sobre todo la altura, la tensión superficial en ese interfaz puede generar unas fuerzas apreciables, que pueden deformar la membrana. Este problema, conocido como *stiction*, y mencionado ya en la sección 6.1.2, aparece en la fabricación de todos los microistemas que usan el grabado húmedo de un material de sacrificio.

En muchos casos, la fuerza que aparece puede llegar a ser tan grande como para romper la estructura. En otros, es suficiente para deformarla y dejarla pegada a la base, inutilizando también el dispositivo.

En la fabricación de la válvula la fuerza que apareció no fue suficientemente grande como para provocar la rotura de la membrana, y no se apreciaron dispositivos inutilizados en el paso de la membrana. No obstante, es posible que algún cambio en las dimensiones haga que esta fuerza represente un problema, y habría que resolverlo.

Las soluciones habituales para este problema son dos: el grabado del óxido con HF en estado gaseoso, o el secado en un gas que no sea el aire, y que presente una tensión superficial menor. En este último caso, el gas elegido es casi siempre CO<sub>2</sub>.

#### 6.2.4. Protección del polisilicio durante la liberación de la membrana

En la figura 4.13 (página 113) se mostraba cómo el polisilicio usado para crear la membrana quedaba en voladizo después de liberar la membrana en un baño de HF. Este voladizo puede llegar incluso a romperse. Como se dijo entonces, este hecho no afecta en nada a la funcionalidad de la válvula tal y como está concebida, con lo que no hay ninguna necesidad de modificar el proceso de fabricación para evitar los voladizos del polisilicio.

No obstante, podría ser conveniente evitarlos si se fuese a realizar alguna modificación a la válvula que lo requiriese. Para conseguir esto, hay al menos dos métodos posibles:

1. Cambiar el orden de algunos pasos del proceso de fabricación. El polisilicio superior no debería grabarse antes de la liberación de la membrana, sino al final de todo el proceso, cuando el LTO de sacrificio ya ha sido grabado en HF. De esta forma, durante la liberación, el HF no tendrá ningún efecto sobre la cara superior de la oblea. Después de este paso, se aplicaría la fotolitografía a la cara superior, y el polisilicio sería grabado con un método seco, exactamente como se ha descrito.
2. Otra posibilidad es conservar el orden de los pasos indicado en el capítulo 4 y utilizar algún método de protección en la cara superior durante el paso de la liberación de la membrana. La deposición de una fotorresina probablemente no sería suficiente, ya que el tiempo de inmersión en HF es demasiado grande como para que una fotorresina común pudiera soportarlo. La creación de una capa de material encima del polisilicio mediante deposición química es difícil, ya que no es fácil encontrar un material común cuya tasa de grabado en HF sea muy pequeña, y a la vez tenga una buena selectividad respecto al polisilicio que permita eliminarlo al final.

La mejor solución para la protección es la utilización de un soporte especial para obleas, que deja expuesta únicamente una cara. Estos soportes, disponibles en muchas salas blancas, permiten proteger una cara y los bordes de la oblea de la acción de un atacante. El soporte debería estar hecho de teflón o algún otro material inmune al ataque del HF.

### 6.2.5. Métodos de actuación alternativos

El método de actuación que provoca la apertura y el cierre de la microválvula es neumático. Pero variando pocas características en el diseño podría lograrse que hubiese otras formas de controlar su funcionamiento.

El método más natural que podría añadirse es el electrostático. Se trataría tan sólo de incluir la posibilidad de aplicar una diferencia de potencial entre el sustrato y la membrana, de manera que aparezca una fuerza electrostática entre ambos y la membrana tienda a deflectarse hacia el sustrato, cerrando el paso al fluido de trabajo. La distancia entre ellos es pequeña, por lo que la fuerza tendría una magnitud considerable. Al existir una capa aislante entre el sustrato y la membrana (la capa de LTO que se usa como material de sacrificio) no hay posibilidad de cortocircuito eléctrico entre ambos electrodos.

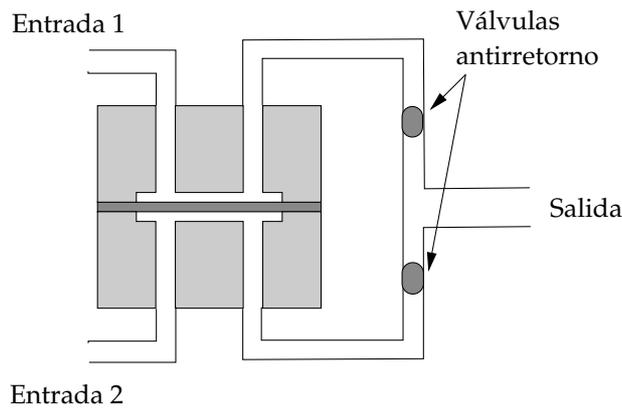
El material que compone la membrana (polisilicio) es un buen conductor debido a que se ha dopado con fósforo, pero el silicio que forma el sustrato es un semiconductor poco dopado, con lo que no sería un buen electrodo. Habría que añadir un paso en el proceso de fabricación que creara una capa de alta concentración de impurezas cerca de la cara superior del sustrato antes de comenzar las deposiciones, de manera que se crease un electrodo en toda la oblea. Toda la cara superior estaría a la misma tensión, y se aplicaría una tensión a la membrana de la válvula que se quisiera cerrar en cada momento. También sería necesario crear los contactos eléctricos con el exterior, siendo la manera más común mediante deposición de aluminio.

Además de eso, habría que evitar la aparición del voladizo en la capa de polisilicio mediante alguno de los métodos descritos en 6.2.4.

### 6.2.6. Integración de la válvula en sistemas completos

La válvula está concebida para su inclusión en microsistemas de análisis de fluidos, o de síntesis de compuestos. Para ello necesita integrarse en sistemas más complejos. Como se ha explicado a lo largo de esta memoria, el diseño de la estructura de la válvula facilita su integración en dichos sistemas.

Normalmente, el sistema microfluidico dispondrá de una serie de canales para el transporte de fluidos, en los cuales se insertarán las válvulas para el control de este transporte. La forma más fácil de integrar la válvula que se ha desarrollado en esta investigación es micromecanizando los canales en otro sustrato, que después será adherido al que contiene las válvulas. Por ejemplo, es fácil mecanizar canales en un sustrato de pyrex,



**Figura 6.2:** Configuración como comparador de fluidos

que a su vez se puede unir fácilmente al sustrato que contiene las válvulas, hecho de silicio, mediante unión anódica.

En lugar de pyrex, podría usarse también cualquier material polimérico u orgánico, siguiendo la tendencia actual en el desarrollo de sistemas microfluidicos, que promueve cada vez más el uso de este tipo de materiales, por su bajo precio y facilidad de mecanizado.

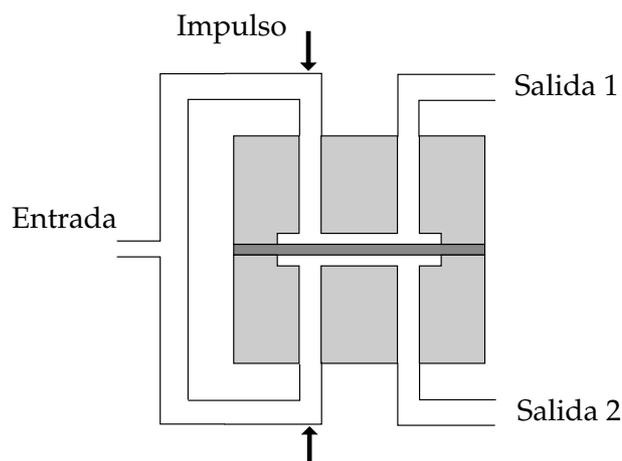
En el diseño de la válvula, los canales y cavidades que contienen al fluido de trabajo y al de actuación son idénticos, y por tanto estos dos fluidos son intercambiables. Es posible diseñar sistemas en los que el fluido que controla y el controlado cambien sus papeles durante el funcionamiento del sistema.

### 6.2.7. Usos alternativos

El montaje del dispositivo como válvula que permite el paso o no de un fluido de trabajo no es el único posible. Basándose en el hecho de que el fluido de trabajo y el de actuación son equivalentes e intercambiables, se puede construir un comparador microfluidico. Para generar este dispositivo, se puede configurar la microválvula como se muestra en la figura 6.2.

En esta figura, se han conectado dos entradas a dos de los orificios enfrentados de dos dispositivos. El montaje funciona seleccionando la entrada que tiene mayor presión y permitiéndole únicamente a ésta el paso hacia la salida. Para evitar retroflujos, es conveniente colocar válvulas pasivas antirretorno cerca de la salida.

Basándose en la configuración como comparador, se puede construir un conmutador biestable, en el que exista una única entrada, que se puede



**Figura 6.3:** Configuración como conmutador biestable

dirigir hacia una de las dos salidas posibles. Este montaje está representado en la figura 6.3.

El conmutador se basa en la condición biestable de la válvula. En cada momento, sólo una de las entradas está conectada con la salida. Mediante un generador de pequeños impulsos de presión (por ejemplo, un actuador piezoeléctrico), se puede desequilibrar la posición y hacer que sea la otra entrada la que se conecte con la salida. El dispositivo posee memoria, ya que hasta que no se produzca un nuevo desequilibrio mantendrá la última conexión asignada.

### 6.2.8. Líneas de investigación

Esta tesis es la primera que se realiza en el campo de la microfluidica dentro de la línea de investigación en Microsistemas del Grupo de Tecnología Electrónica. Por tanto, supone la apertura de diversos enfoques de investigación que se espera que continúen en los años próximos.

En particular, la intención es aplicar los conocimientos adquiridos durante el desarrollo de la tesis sobre diseño y fabricación de microsistemas a aplicaciones finales, como el desarrollo de microsistemas de análisis médico y biológico, la generación de cadenas genéticas o la dispensación de medicamentos. Durante el desarrollo de la investigación se han establecido canales de colaboración con otros grupos e instituciones dedicados a los microsistemas o a sus aplicaciones, que se espera puedan resultar en más líneas de investigación conjuntas.

Es de destacar que el diseño y las aportaciones mostradas en esta memoria están protegidas por la patente española número P200102361, de la

que el investigador es uno de los autores. Dicha patente está actualmente siendo explotada por la empresa Ingeniatics, S.L., dedicada al desarrollo y comercialización de nuevos dispositivos microfluidicos con aplicaciones biológicas y médicas.

Autor	Año	Ref.	Actuación	Fabricación	Tamaño	Presión máxima	Consumo/alimentación	Flujo/ régimen	Presión/tamaño (kPa/mm)
<b>Huff</b>	1990	[49]	Electrostática	Compleja	10 mm	120 kPa	350 V	Laminar	12
<b>Shoji</b>	1991	[105]	Electrostática	Media	12 mm	20 kPa	60 V	Líquido	1,76
<b>Ohori</b>	1997	[83]	Neumática	Media	11 mm	40 kPa	-	Líquido	3,63
<b>Yang</b>	1997	[127]	Termoneumática	Media	2,3 mm	270 kPa	150 mW	Líquido	117,39
<b>Henning</b>	1998	[44]	Termoneumática	Media	2 mm	200 kPa	2 W	Aire	100
<b>Vandelli</b>	1998	[119]	Electrostática	Media	0,6 mm	20 kPa	-	Aire	33,33
<b>Capanu</b>	2000	[14]	Electromagnética	Muy compleja	8 mm	7 kPa	2 V	Líquido, laminar	0,875
<b>Yobas</b>	2001	[131]	Electrostática	Compleja	2 mm	19,3 kPa	72,9 V	Aire	9,65
<b>Takao</b>	2002	[112]	Neumática	Sencilla	5 mm	80 kPa	-	Líquido o gas	16
<b>Wijngaart</b>	2002	[118]	Electrostática	Muy compleja	1 mm	500 kPa	366 V	Gas	500
<b>Rich</b>	2003	[92]	Termoneumática	Media	1,8 mm	197 kPa	500 mW	Gas	109,44
<b>Yobas</b>	2003	[130]	Electrostática	Compleja	1,5 mm	82,7 kPa	68 V	Aire	55,13
<b>Selvaganapathy</b>	2003	[99]	Termoneumática	Media	1,5 mm	158 kPa	40 mW	Líquido	105,33
<b>Yang</b>	2004	[129]	Electrostática	Compleja	1,64 mm	1000 kPa	0,04 mW	Gas	609,75
<b>Luque</b>	2005	[70]	Neumática	Sencilla	0,8 mm	262 kPa	-	Líquido, laminar	327,5

**Tabla 6.1:** Resumen de características de las microválvulas mencionadas en el texto, incluyendo la desarrollada en esta investigación



# Apéndices



*In preparing for battle I have always found that plans are useless, but planning is indispensable.*

Dwight D. Eisenhower (1890-1969)



## Planificación de la fabricación en sala blanca

Este apéndice presenta el plan para el flujo de proceso de fabricación (llamado normalmente *runcard*) diseñado previamente a la fabricación de la microválvula en el CMI de la EPFL en Lausana. El diseño se realizó con la ayuda del Comité Tecnológico del CMI, encargado de caracterizar el equipamiento disponible.

El flujo de proceso se ha dividido en tres partes para una mayor claridad. La primera parte (titulada *Membrane*) consiste en la fabricación de la membrana de apertura y cierre de la válvula, y comprende los pasos 1 a 7. La segunda (*Holes opening*) sirve para crear los orificios de entrada y salida del fluido (pasos 8 a 13). Por último, la tercera parte (*Releasing*, paso 14) libera la estructura de la membrana, finalizando la fabricación.

Como se puede ver en la tabla que sigue, para la fabricación de la válvula hubo que realizar 14 etapas, utilizando un total de 18 equipos diferentes, aparte de la fabricación de las máscaras para fotolitografía.

Step	Description	Zone	Equipment	Parameters	Target	Remarks
<b>1-7</b>	<b>MEMBRANE</b>					
<b>1</b>	<b>Wafers preparation</b>					
1.1	Stock out			Si <100> 4" 380 $\mu\text{m}$ p 0.1-0.5 $\Omega \cdot \text{cm}$		
1.2	Check			Numbered wafers		
<b>2</b>	<b>LTO Oxidation</b>					
2.1	RCA1 Clean	3	WB_PreOx_Clean	H <sub>2</sub> O:NH <sub>4</sub> OH:H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (5:1:1)	15' @ 75°C	
2.2	Rinse	3	Rinse	H <sub>2</sub> O DI	1'	
2.3	HF Dip	3	WB_PreOx_Clean	HF (49 %) / H <sub>2</sub> O (1:10)	15"	
2.4	Rinse	3	Rinse	H <sub>2</sub> O DI	30"	
2.5	RCA2 Clean	3	WB_PreOx_Clean	H <sub>2</sub> O:HCl:H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (6:1:1)	15' @ 75°C	
2.6	Fast fill rinse	3	WB_PreOx_Clean	H <sub>2</sub> O DI	12M $\Omega$	
2.7	Trickle Tank	3	WB_PreOx_Clean	H <sub>2</sub> O DI		
2.8	SRD Rinse	3	Semitoool	Program 1		
2.9	LPCVD LTO	3	Centrotherm 3-1	5h	2500nm	
2.10	Oxide meas	3	Nanospec/AFT6100	Prog Oxide on Silicon	2500nm	
<b>3</b>	<b>Nitruce deposition</b>					
3.1	LPCVD LS SiN	3	Centrotherm 1-2	1h20min	200nm	
3.2	SiN meas	3	Nanospec/AFT6100	Prog LS SiN on Silicon	200nm	Test wafer
<b>4</b>	<b>Poly deposition and doping</b>					
4.1	LPCVD Poly	3	Centrotherm 1-1	7h30min	2500 nm	
4.2	Poly meas	3	Nanospec/AFT6100	Prog Poly on oxide	2500 nm	Test wafer
4.3	POCL <sub>3</sub>	3	Centrotherm 1-4	4h		
4.4	Deglaze	3	WB_PreOx_Clean	HF (49 %)/H <sub>2</sub> O (1:10)	3'	
4.5	Rinse	3	Rinse	H <sub>2</sub> O DI	30"	

Step	Description	Zone	Equipment	Parameters	Target	Remarks
4.6	SRD Rinse	3	Semitool	Program 1		
4.7	Resist meas	4	Omnimap RS75	Doped PolySi 2.5um over SiO2 over Si		
<b>5</b>	<b>Photolithography Poly</b>					
5.1	HDMS	1	HDMS Tube	Prog 1 / 25 min		
5.2	S1818 Coating	1	Ritetrack 1	Prog 4 / 2500 rpm / EBR	2.4 um	
5.3	PR Bake	1	Ritetrack 1	Soft bake	60"@ 115°C	
5.4	PR Expose	1	Karl Süss MA-150	Soft contact, 10 mW/cm <sup>2</sup> Mask POLY, First level	12"	
5.5	PR Develop	1	Ritetrack 2	Pump #1 CD 26 35"+30"		
5.6	PR Postbake	1	Ritetrack 2	Proximity	90"@ 115°C	
5.7	Inspection	1	Microscope Nikon 200			
5.8	Descum	5	TEPLA Plasma stripper	Prog 2 / Plasma O <sub>2</sub>	30"	
<b>6</b>	<b>Poly dry etching</b>					
6.1	Poly dry etch	2	Alcatel 601 E	Cryo fluorine plasma	2500nm	
<b>7</b>	<b>Resist strip wet</b>					
7.1	Remover 1165	2	WB_Remover	Old	5' @ 70°C	
7.2	Remover 1165	2	WB_Remover	New	5' @ 70°C	
7.3	Rinse QDR	2	WB_Remover	H <sub>2</sub> O DI		
7.4	Rinse UC	2	WB_Remover	H <sub>2</sub> O DI	12MΩ	
7.5	Dry Semitool	2		Program 1		
7.6	Inspection	2	Microscope			
<b>8-13</b>	<b>HOLES OPENING</b>					
<b>8</b>	<b>Poly dry etching</b>					
8.1	Poly dry etch	2	Alcatel 601 E	Cryo fluorine plasma	2500nm	Back side

Step	Description	Zone	Equipment	Parameters	Target	Remarks
<b>9</b>	<b>Nitruere dry etching</b>					
9.1	LSN dry etching	2	Alcatel 601 E	Recipe Nitruere_1 1 min	200nm	Back side
<b>10</b>	<b>Photolithography LTO</b>					
10.1	HDMS	1	HDMS Tube	Prog 1 / 25 min	2.4 um 60"@ 115°C 17"	BS
10.2	S1818 Coating	1	Ritetrack 1	Prog 4 / 2500 rpm / EBR		
10.3	PR Bake	1	Ritetrack 1	Soft bake		
10.4	PR Expose	1	Karl Süss MA-150	Hard contact, 10 mW/cm <sup>2</sup> Mask HOLES, Back-side alignment		
10.5	PR Develop	1	Ritetrack 2	Pump #1 CD 26 35"+30"	90"@ 115°C	
10.6	PR Postbake	1	Ritetrack 2	Proximity		
10.7	Inspection	1	Microscope			
10.8	Descum	5	TEPLA Plasma stripper	Prog 2 / Plasma O <sub>2</sub>	30"	
<b>11</b>	<b>LTO dry etching</b>					
11.1	LTO dry etching	2	Alcatel 601 E	Recipe SIO2 7 min 10s	2500nm	Back side
<b>12</b>	<b>Resist strip wet</b>					
12.1	Remover 1165	2	WB_Remover	Old	5' @ 70°C	
12.2	Remover 1165	2	WB_Remover	New	5' @ 70°C	
12.3	Rinse QDR	2	WB_Remover	H <sub>2</sub> O DI	12MΩ	
12.4	Rinse UC	2	WB_Remover	H <sub>2</sub> O DI		
12.5	Dry Semitool	2		Program 1		
12.6	Inspection	2	Microscope			
<b>13</b>	<b>Silicon DRIE</b>					
13.1	Silicon DRIE	2	Alcatel 601 E	Recipe Si_ambient w/ DFA	380 um	Back side
13.2	Inspection	2	Microscope			

Step	Description	Zone	Equipment	Parameters	Target	Remarks
<b>14</b>	<b>RELEASING</b>					
<b>14</b>	<b>Oxide wet etching</b>					
14.1	HF Releasing	2	WB_Oxide_Bench w/ HF teflon equip.	360min		
14.2	Rinse	2	WB_Oxide_Bench	H <sub>2</sub> O DI		
14.3	SRD	2	Semitoool	Program 1		
14.4	Inspection	2	Microscope			



*Errors using inadequate data are much less than those using no data at all.*

Charles Babbage (1791-1871)

# B

## Símbolos y unidades empleados. Constantes físicas. Propiedades de materiales

---

B.1. Símbolos y unidades empleados . . . . .	153
B.2. Valores de constantes físicas importantes . . . . .	154
B.3. Propiedades de los materiales empleados . . . . .	154
Silicio (Si) • Polisilicio (Poly) • Nitruro de silicio ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) • Óxido de silicio ( $\text{SiO}_2$ )	

---

### B.1. Símbolos y unidades empleados

Símbolo	Magnitud y unidades
$e$	Energía interna (J)
$E$	Módulo de Young (Pa)
$\epsilon$	Desplazamiento unitario

Símbolo	Magnitud y unidades
$i, I$	Intensidad de corriente (A)
$\mu$	Viscosidad (Pa · s)
$\nu$	Constante de Poisson
$p$	Presión (Pa). 1 Pa=1N/m <sup>2</sup>
$Q$	Caudal (m <sup>3</sup> /s)
$\rho$	Densidad (kg/m <sup>3</sup> )
$\sigma$	Tensión mecánica (N/m <sup>2</sup> )
$t$	Tiempo (s)
$T$	Temperatura (K)
$u, \mathbf{v}$	Velocidad (m/s)
$V$	Potencial eléctrico (V)

## B.2. Valores de constantes físicas importantes

Constante	Definición	Valor
$e$	Carga del electrón	$1,6021764 \cdot 10^{-19} \text{ C}$
$\epsilon_0$	Permitividad del vacío	$8,854187 \cdot 10^{-12} \text{ F} \cdot \text{m}^{-1}$
$g$	Aceleración de la gravedad	$9,80665 \text{ m/s}^2$
$\mu_0$	Permeabilidad del vacío	$4\pi \cdot 10^{-7} =$ $12,56637 \cdot 10^{-7} \text{ N} \cdot \text{A}^{-2}$
$\mu_{\text{agua}}$	Viscosidad del agua a 20°C	$1,003 \cdot 10^{-3} \text{ N} \cdot \text{s} \cdot \text{m}^{-2}$
$\mu_{\text{aire}}$	Viscosidad del aire a 20°C	$1,8 \cdot 10^{-5} \text{ N} \cdot \text{s} \cdot \text{m}^{-2}$
$p_{\text{atm}}$	Presión atmosférica	101325 Pa
$R$	Constante universal de los gases	$8,314 \text{ J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{mol}^{-1}$
$\rho_{\text{agua}}$	Densidad del agua	998 kg/m <sup>3</sup>
$\rho_{\text{aire}}$	Densidad del aire	1,2979 kg/m <sup>3</sup>

Referencias: [32], [55], [67]

## B.3. Propiedades de los materiales empleados

### B.3.1. Silicio (Si)

Propiedad	Valor
Densidad ( $\rho$ )	2330 kg/m <sup>3</sup>
Módulo de Young ( $E$ )	165 GPa

Propiedad	Valor
Tensión de rotura ( $\sigma_f$ )	3400 MPa
Constante de Poisson ( $\nu$ )	0,06
Temperatura crítica ( $T_c$ )	4886 °C
Calor específico ( $c_p$ )	0,18 (cal/g °C)
Constante dieléctrica ( $\epsilon_r$ )	11,8

Referencias: [86], [124], [20], [45], [1]

### B.3.2. Polisilicio (Poly)

Propiedad	Valor
Densidad ( $\rho$ )	2330 kg/m <sup>3</sup>
Módulo de Young ( $E$ )	169 GPa
Tensión de rotura ( $\sigma_f$ )	1200 MPa
Constante de Poisson ( $\nu$ )	0,22

Referencias: [10], [57]

### B.3.3. Nitruro de silicio (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>)

Propiedad	Valor
Densidad ( $\rho$ )	3184 kg/m <sup>3</sup>
Módulo de Young ( $E$ )	270 GPa
Tensión de rotura ( $\sigma_f$ )	2000 MPa
Constante de Poisson ( $\nu$ )	0,27
Constante dieléctrica ( $\epsilon_r$ )	7,5

Referencias: [85], [4]

### B.3.4. Óxido de silicio (SiO<sub>2</sub>)

Propiedad	Valor
Densidad ( $\rho$ )	2197,7 kg/m <sup>3</sup>
Resistividad	$1 \cdot 10^{16} \Omega \cdot m$

<b>Propiedad</b>	<b>Valor</b>
Constante dieléctrica ( $\epsilon_r$ )	3,9
Módulo de Young ( $E$ )	70 GPa
Constante de Poisson ( $\nu$ )	0,17
Conductividad térmica	14 W/m · K

Referencias: [85], [4], [21]

*The true measure of life is not length, but honesty.*

John Lyly (1554-1606)



## Sistema de unidades $\mu$ MKSV

Este apéndice describe el sistema de unidades  $\mu$ MKSV. Se trata de un sistema coherente de unidades derivado del SI [11], y cuya unidad base de longitud es la micra. Es ampliamente usado en el diseño y modelado de microsistemas, campos en los que las dimensiones y magnitudes que se usan normalmente son expresados de forma más breve en el sistema  $\mu$ MKSV que en el SI.

Casi todos los programas de simulación de microsistemas, como por ejemplo CoventorWare, se basan en este sistema de unidades. Otros programas de simulación, como ANSYS, trabajan con magnitudes adimensionales, y es tarea del usuario el asegurarse de que todas las dimensiones usadas en el modelo son coherentes entre sí. En estos casos también es de mucha utilidad el sistema  $\mu$ MKSV, ya que asegura al diseñador la coherencia entre magnitudes y evita tener que utilizar largos múltiplos o submúltiplos de las unidades base del SI, o notación científica con grandes valores de los exponentes.

La tabla siguiente contiene la unidad base en  $\mu$ MKSV para algunas magnitudes de interés, así como el factor de conversión desde la unidad del SI. Esto es, si se tiene un valor en unidades SI, se multiplica por el

factor dado para obtenerlo en unidades  $\mu$ MKSV.

Magnitud	Unidad $\mu$ MKSV	Factor de conversión
Longitud	$\mu\text{m}$	$10^6$
Fuerza	$\mu\text{N}$	$10^6$
Tiempo	s	1
Masa	kg	1
Presión	MPa	$10^{-6}$
Velocidad	$\mu\text{m/s}$	$10^6$
Aceleración	$\mu\text{m/s}^2$	$10^6$
Densidad	$\text{kg}/\mu\text{m}^3$	$10^{-18}$
Tensión mecánica	MPa	$10^{-6}$
Módulo de Young	MPa	$10^{-6}$
Potencia	pW	$10^{12}$
Caudal	$\mu\text{m}^3/\text{s}$	$10^{18}$
Caudal másico	kg/s	1
Viscosidad	$\mu\text{N} \cdot \text{s}/\mu\text{m}^2$	$10^{-6}$
Corriente	pA	$10^{12}$
Tensión eléctrica	V	1
Carga	pC	$10^{12}$
Conductividad	$\text{pS}/\mu\text{m}$	$10^6$
Resistividad	$\text{T} \mu\text{m}$	$10^{-6}$
Permitividad	$\text{pF}/\mu\text{m}$	$10^6$
Energía	pJ	$10^{12}$
Capacidad	pF	$10^{12}$
Campo eléctrico	$\text{V}/\mu\text{m}$	$10^{-6}$
Flujo magnético	Wb	1
Densidad de flujo magnético	$\text{kg}/\text{pA} \cdot \text{s}^2$	$10^6$
Intensidad de campo magnético	$\text{pA}/\mu\text{m}$	$10^6$
Densidad de corriente	$\text{pA}/\mu\text{m}^2$	1
Permeabilidad	$\text{TH}/\mu\text{m}$	$10^{-18}$
Inductancia	TH	$10^{-12}$



# Bibliografía

- [1] AA.VV., *Silicon buyers guide*. Academy Precision Materials, 1999.
- [2] ———, *Status of the MEMS industry*. Yole Développement, 2003.
- [3] C. H. Ahn, J.-W. Choi, G. Beaucage, J. H. Nevin, J.-B. Lee, A. Puntambekar, and J. Y. Lee, "Disposable smart lab on a chip for point-of-care clinical diagnostics," *Proc. IEEE*, vol. 92, pp. 154–173, 2004.
- [4] W. Alexander, *CRC Materials Science and Engineering Handbook*. CRC Press, 2002.
- [5] G. K. Ananthasuresh, R. K. Gupta, and S. D. Senturia, "An approach to macromodeling of MEMS for nonlinear dynamic simulation," in *DSC-Vol 59, Microelectromechanical Systems (MEMS)*, ASME, 1996.
- [6] *ANSYS Users Manuals*, ANSYS, Inc., 2003.
- [7] C. M. A. Ashruf, F. J. French, H. M. Sarro, M. Nagao, and M. Esashi, "Fabrication of micromechanical structures with a new electrodeless electrochemical etch stop," in *Intl. Conf. on Solid State Sensors and Actuators (Transducers'97)*, vol. 1, 1997, pp. 703–706.
- [8] E. Bassous, H. H. Taub, and L. Kuhn, "Ink jet printing nozzle arrays etched in silicon," *Applied Physics Letters*, vol. 31, pp. 135–137, 1977.
- [9] K. E. Bean, "Anisotropic etching of silicon," *IEEE Trans. Electron Devices*, vol. ED-25, pp. 1185–1193, 1978.
- [10] B. Brushan and X. Li, "Micromechanical and tribological characterization of doped single-crystal silicon and polysilicon films for microelectromechanical systems devices," *J. Mat. Res.*, vol. 12, no. 1, pp. 54–63, Jan 1997.
- [11] *Le système international d'unités*, 7th ed., Bureau International des Poids et Mesures, 1998.

- [12] J. M. Bustillo, R. T. Howe, and R. S. Muller, "Surface micromachining for microelectromechanical systems," *Proceedings of the IEEE*, vol. 86, no. 8, pp. 1552–1574, August 1998.
- [13] S. A. Campbell, *The science and engineering of microelectronic fabrication*. Oxford University Press, 1996.
- [14] M. Capanu, J. G. Boyd, and P. J. Hesketh, "Design, fabrication, and testing of a bistable electromagnetically actuated microvalve," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 9, no. 2, pp. 181–189, June 2000.
- [15] J. Chan, *Four-point probe manual*, University of California, Berkeley, 1994, EECS 143, Microfabrication technology. [Online]. Available: [http://www-inst.eecs.berkeley.edu/~sim\\$ee143/s2003/Lab/four\\_point\\_probe.pdf](http://www-inst.eecs.berkeley.edu/~sim$ee143/s2003/Lab/four_point_probe.pdf)
- [16] P.-A. Clerc, L. Dellman, and F. Grétilat, "Advanced deep reactive ion etching: a versatile tool for microelectromechanical systems," *J. Micromech. Microeng.*, vol. 8, pp. 272–278, 1998.
- [17] *CoventorWare - Architect and Analyzer: Users & Reference Guide*, Coventor, Inc., 2004.
- [18] B. R. Donald, C. G. Levey, C. D. McGray, D. Rus, and M. Sinclair, "Power delivery and locomotion of unthetered microactuators," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 12, pp. 947–959, 12 2003.
- [19] Editors, "Market forecast sees 26 % CAGr in MST in 2004," *Micromachine devices*, vol. 5, p. 12, 2000.
- [20] H. Elgamel, "Closed-form expression for the relationship between stress, diaphragm deflection and resistance change with pressure in silicon piezoresistive pressure sensors," *Sensors and Actuators A (Physical)*, vol. 50, pp. 17–22, 1995.
- [21] S. R. Elliott, *Physics of amorphous materials*. Longman Scientific Technical, 1990.
- [22] M. Elwenspoek, H. Gardeniers, M. de Boer, and A. Prak, "Micromechanics," University of Twente, Report 122830, 1994.
- [23] A. Emmer, M. Jansson, J. Roeraade, U. Lindberg, and B. Hök, "Fabrication and characterization of a silicon microvalve," *Journal of Microcolumn separation*, vol. 4, pp. 13–15, 1992.
- [24] A. H. Epstein *et al.*, "Power MEMS and microengines," in *Proc. IEEE Solid-state Sensors and Actuators Workshop*, vol. 2, 1997, pp. 753–756.

- [25] H. Ernst, A. Jachimowicz, and G. A. Urban, "High resolution flow characterization in Bio-MEMS," *Sensors and Actuators A (Physical)*, vol. 100, no. 1, pp. 54–62, 2002.
- [26] M. Esashi, "Silicon micromachining," in *Intl. Microprocesses and Nanotechnology Conf.*, 1998, pp. 3–4.
- [27] —, "MEMS technology: optical application, medical application and SOC application," in *2002 Symposium on VLSI Technology*, 2002, pp. 6–9.
- [28] M. Esashi and Y. Haga, "Silicon bulk micromachining," in *1st Annual International IEEE-EMBS Special Topic Conference on Microtechnologies in Medicine and Biology*, 2000, pp. 7–12.
- [29] M. Esashi, S. Shoji, and A. Nakano, "Normally closed microvalve and micropump fabricated on a silicon wafer," *Sensors and actuators A (Physical)*, vol. 15, pp. 153–167, 1988.
- [30] M. Esashi, S. Sugiyama, K. Ikeda, Y. Wang, and H. Miyashita, "Vacuum-sealed silicon micromachined pressure sensors," *Proc. IEEE*, vol. 86, no. 8, pp. 1627–1639, Aug 1998.
- [31] M. Esashi, M. Takanami, Y. Wakabayashi, and K. Minami, "High-rate directional deep dry etching for bulk silicon micromachining," *J. Micromech. Microeng.*, vol. 5, pp. 5–10, 1995.
- [32] D. Fenna, *Elsevier's Encyclopedic Dictionary of Measures*. Elsevier Press, 1998.
- [33] R. P. Feynman, "There's plenty of room at the bottom," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 1, pp. 60–66, 1992.
- [34] —, "Infinitesimal machinery," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 2, pp. 4–14, 1993.
- [35] M. Gad-el-Hak, "The fluid mechanics of microdevices—the Freeman scholar lecture," *Journal of Fluids Engineering*, vol. 121, no. 5, pp. 5–33, Mar. 1999.
- [36] M. Gad-El-Hak, Ed., *The MEMS handbook*. CRC Press, 2001.
- [37] C. Gao, J.-W. Choi, M. Dutta, S. Chilukuru, J. H. Nevin, J. Y. Lee, M. G. Bissell, and C. H. Ahn, "A fully integrated biosensor array for measurement of metabolic parameters in human blood," in *Proc. 2nd Annu. Int. IEEE-EMBS Special Topic Conf. Microtechnologies in Medicine and Biology*, 2002, pp. 223–226.

- [38] J. W. Gardner, *Microsensors: principles and applications*. John Wiley & Sons, 1994.
- [39] C. González, S. D. Collins, and R. L. Smith, "Fluidic interconnects for modular assembly of chemical microsystems," *Sensors and actuators B (Chemical)*, vol. 49, pp. 40–45, 1998.
- [40] R. A. Granger, *Fluid mechanics*. Dover Publishing, 1995.
- [41] P. Gravesen, J. Branebjerg, and O. S. Jensen, "Microfluidics - a review," *J. Micromech. Microeng.*, vol. 3, no. 4, pp. 168–182, 1993.
- [42] J. E. Gulliksen, "MST vs. MEMS: where are we?" *Semiconductor Magazine*, vol. 1, no. 10, October 2000.
- [43] G. Hagen, "On the motion of water in narrow cylindrical tubes," *Pogg. Ann.*, vol. 46, p. 423, 1839.
- [44] A. K. Henning, "Microfluidic MEMS," in *Proc. IEEE Aerospace Conference*, vol. 1, 1998, pp. 471–486.
- [45] P. Hess, "Laser diagnostics of mechanical and elastic properties of silicon and carbon films," *Applied Surface Science*, vol. 106, pp. 429–437, 1996.
- [46] C. Hibert, W. Dufour, and P. Flückiger, "Deep anisotropic etching of silicon using low pressure high density plasma. Presentation of complementary techniques and their applications in microtechnology," in *Intl. Symposium on Plasma Chemistry*, Jul 2001.
- [47] C. H. Hsu and M. A. Schmidt, "Micromachined structures fabricated using a wafer-bonded sealed cavity process," in *Proc. IEEE Solid-State Sensors and Actuators Workshop*, 1994, pp. 151–155.
- [48] M. A. Huff, J. R. Gilbert, and M. A. Schmidt, "Flow characteristics of a pressure-balanced microvalve," in *Tech. Dig. Transducers'93*, 1993, pp. 98–101.
- [49] M. A. Huff, M. S. Mettner, T. A. Lober, and M. A. Schmidt, "A pressure-balanced electrostatically-actuated microvalve," in *Proc. IEEE Solid-State Sensors and Actuators Workshop*, 1990.
- [50] *U.S. Federal Standard 209B, Cleanroom and Work Station Requirements, Controlled Environments*, Institute of Environmental Sciences and Technology, 1973.
- [51] *BS EN ISO 14644-1, Classification of Air Cleanliness*, International Organization for Standardization, 1999.

- [52] R. C. Jaeger, "Introduction to microelectronic fabrication," in *Modular series on solid state devices*, G. W. Neudeck and R. F. Pierret, Eds. Addison-Wesley, 1993, vol. 5.
- [53] H. Jansen, H. Gardeniers, M. de Boer, M. Elwenspoek, and J. Fluitman, "A survey on the reactive ion etching of silicon on microtechnology," *J. Micromech. Microeng.*, vol. 6, pp. 14–28, 1996.
- [54] K. F. Jensen, "Chemical vapor deposition," in *Microelectronics processing: chemical engineering aspects*, D. W. Hess and K. F. Jensen, Eds. American Chemical Society, 1989, pp. 199–263.
- [55] W. D. Johnstone, *NTC's Encyclopedia of International Weights and Measures*. NTC Publishing Group, 1995.
- [56] J. Jorne, Y. J. Lii, K. C. Cadien, and J. E. Schoenholtz, "Plasma etching of silicon in SF<sub>6</sub>: experimental and reactor modelling studies," *J. Electrochem. Soc.*, vol. 137, no. 11, pp. 3633–3638, Nov. 1990.
- [57] T. Kamins, *Polycrystalline silicon for integrated circuit applications*. Kluwer Academic Publishers, 1988.
- [58] W. Kern and D. A. Puotinen, "Cleaning solution based on hydrogen peroxide for use in semiconductor technology," *RCA Review*, no. 31, pp. 187–206, June 1970.
- [59] W. Kern and J. Vossen, Eds., *Thin film processes*. Academic Press, 1978.
- [60] W. Kern, Ed., *Handbook of semiconductor wafer cleaning technology*. Noyes Publications, 1993.
- [61] G. Kissinger and W. Kissinger, "Void-free silicon-wafer-bond strengthening in the 200-400°C range," *Sensors and Actuators A (Physical)*, vol. 36, pp. 149–156, 1993.
- [62] W. H. Ko, J. T. Suminto, and G. J. Yeh, "Bonding techniques for microsensors," in *Micromachining and micropackaging for transducers*, C. D. Fung, P. W. Cheung, W. H. Ko, and D. G. Fleming, Eds. Elsevier, 1985, pp. 41–61.
- [63] M. Koch, A. Evans, and A. Brunnschweiler, *Microfluidic technology and applications*. Research Studies Press Ltd., 2000.
- [64] M. Köhler, *Etching in microsystem technology*. Wiley-VCH, 1999.
- [65] G. T. A. Kovacs, N. I. Maluf, and K. E. Petersen, "Bulk micromachining of silicon," *Proceedings of the IEEE*, vol. 86, no. 8, pp. 1536–1551, August 1998.

- [66] L. D. Landau and E. M. Lifshitz, *Fluid mechanics*. Pergamon Press, 1978.
- [67] D. R. Lide and H. H. Kehiaian, *CRC Handbook of Thermophysical and Thermochemical Data*. CRC Press, 1994.
- [68] A. Luque, F. R. Palomo, and J. M. Quero, "Analysis and simulation of a microfluidic valve," in *XVII Conference on Design of Circuits and Integrated Systems (DCIS)*, Nov 2002, pp. 225–229.
- [69] A. Luque, J. M. Quero, C. Hibert, and P. Flückiger, "Fabrication process for a microfluidic valve," in *IEEE Intl. Symposium on Circuits and Systems (ISCAS)*, vol. IV, 2003, pp. 860–863.
- [70] A. Luque, J. M. Quero, C. Hibert, P. Flückiger, and A. M. Gañán-Calvo, "Integrable silicon microfluidic valve with pneumatic actuation," *Sensors and Actuators A (Physical)*, vol. 118, pp. 144–151, 2005.
- [71] A. Luque and J. M. Quero, "High pressure valves in MEMS: theory and applications," in *IEEE Industrial Electronics Conference (IECON)*, Nov 2002, pp. 3057–3061.
- [72] —, "Modeling and simulation of a MEMS pneumatic valve," in *5th Spanish Conference on Electron Devices*, Feb 2005.
- [73] M. J. Madou, *Fundamentals of Microfabrication*. CRC Press, 1997.
- [74] N. Maluf, *An introduction to microelectromechanical systems engineering*. Artech House, 2000.
- [75] D. M. Manos and D. L. Flamm, *Plasma etching: an introduction*. Academic Press, 1989.
- [76] A. Manz and H. Becker, Eds., *Microsystem technology in chemistry and life sciences*. Springer Verlag, July 1999.
- [77] W. Menz, "LIGA and related technologies for industrial application," *Sensors and Actuators A (Physical)*, vol. 54, no. 1-3, pp. 785–789, June 1996.
- [78] H. E. Merrit, *Hydraulic control systems*. Wiley, 1967.
- [79] S. Middelhoek and S. A. Audet, *Silicon sensors*. Academic Press Ltd., 1989.
- [80] D. J. Monk, D. S. Soane, and R. T. Howe, "Sacrificial layer SiO<sub>2</sub> wet etching for micromachining applications," in *Proc. Intl. Conf. on Solid-State Sensors and Actuators (Transducers'91)*, 1991, pp. 647–650.

- [81] *Prudent practices in the laboratory*, National Research Council, 1993, published by National Academy Press.
- [82] H. Ohashi, J. Ohura, T. Tsukakoshi, and M. Shimbo, "Improved dielectrically isolate device integration by silicon-wafer direct bonding technique," in *IEEE Intl. Electron Devices Meeting (IEDM)*, 1996, pp. 211–213.
- [83] T. Ohori, S. Shoji, K. Miura, and A. Yotumoto, "Three-way microvalve for blood flow control in medical micro total analysis systems ( $\mu$ TAS)," in *Proc. IEEE Workshop on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS'97)*, 1997, pp. 333–337.
- [84] T. Pandhumsoporn, M. Feldbaum, P. Gadgil, M. Puech, and P. Maquin, "High etch rate anisotropic deep silicon plasma etching for the fabrication of microsensors," in *Micromachining and microfabrication process technology II*. Austin, 1996, pp. 94–102.
- [85] K. E. Petersen, "Dynamic micromechanics on silicon: techniques and devices," *IEEE Trans. on Electron Devices*, vol. ED-25, no. 10, pp. 1241–1250, October 1978.
- [86] ———, "Silicon as a mechanical material," *Proceedings of the IEEE*, vol. 70, no. 5, pp. 420–457, May 1982.
- [87] J. Pfahler, J. Harley, and H. Bau, "Gas and liquid flow in small channels," *ASME Proceedings*, vol. 32, pp. 49–60, 1991.
- [88] M. Poiseuille, "Recherches expérimentales sur le mouvement des liquides dans les tubes de très petits diamètres," *CR Hebdomaires des Séances Acad. Sci.*, vol. 11, 1840.
- [89] W. H. Press, B. P. Flannery, S. A. Teukolsky, and W. T. Vetterling, *Numerical recipes in C*, 2nd ed. Cambridge University Press, 1992.
- [90] J. M. Quero, A. Luque, and L. G. Franquelo, "A novel pressure balanced microfluidic valve," in *IEEE Intl. Symposium on Circuits and Systems (ISCAS)*, vol. 2, 2002, pp. 588–591.
- [91] M. L. Reed and W.-K. Lye, "Microsystems for drug and gene delivery," *Proc. IEEE*, vol. 92, pp. 56–75, 2004.
- [92] C. A. Rich and K. D. Wise, "A high-flow thermopneumatic microvalve with improved efficiency and integrated state sensing," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 12, no. 2, pp. 201–208, Apr. 2003.
- [93] R. J. Roark, *Formulas for stress and strain*. McGraw-Hill, 1989.

- [94] S. M. Rubin, *Computer Aids for VLSI Design*. Addison-Wesley Publishing Company, 1987.
- [95] A. Schilp, M. Hausner, M. Puech, N. Launay, H. Karagoezoglu, and F. Laermer, "Advanced etch tool for high etch rate deep reactive ion etching in silicon micromachining production environment," in *Proceedings MST*, 2001.
- [96] M. A. Schmidt, "Silicon wafer bonding for micromechanical devices," in *Solid State Sensor and Actuator Workshop*, 1994, pp. 127–130.
- [97] H. Seidel, L. Csepregi, A. Heuberger, and H. Baumgärtel, "Anisotropic etching of crystalline silicon in alkaline solutions I: orientation dependence and behaviour of passivation layers," *J. Electrochem. Soc.*, vol. 137, no. 11, pp. 3612–3626, November 1990.
- [98] —, "Anisotropic etching of crystalline silicon in alkaline solutions II: influence of dopants," *J. Electrochem. Soc.*, vol. 137, no. 11, pp. 3626–3632, November 1990.
- [99] P. Selvaganapathy, E. T. Carlen, and C. H. Mastrangelo, "Electrothermally actuated inline microfluidic valve," *Sensors and Actuators A (Physical)*, vol. 104, no. 3, pp. 275–282, 2003.
- [100] S. D. Senturia, *Microsystem design*. Kluwer Academic, 2001.
- [101] K. V. Sharp, R. J. Adrian, J. G. Santiago, and J. I. Molho, *The MEMS handbook*. CRC Press, 2001, ch. Liquid flow in microchannels.
- [102] K. Shimaoka, O. Tabata, and S. Sugiyama, "Etch stop technique of polysilicon," in *Tech. Dig. 10th Sensor Symp*, 1991, pp. 25–28.
- [103] *Shipley Microposit S1800 series photoresist*, Shipley Europe Ltd., 1993.
- [104] S. Shoji, S. Nakagawa, and M. Esashi, "Micropump and sample injector for integrated chemical analysis systems," *Sensors and actuators A (Physical)*, vol. 21, pp. 159–167, 1993.
- [105] S. Shoji, B. van der Schoot, N. de Rooij, and M. Esashi, "Smallest dead volume microvalves for integrated chemical analyzing systems," in *Proc. Intl. Conf. on Solid-State Sensors and Actuators (Transducers'91)*, 1991, pp. 1052–1055.
- [106] D. L. Smith, *Thin film Deposition: Principles and Practice*. McGraw-Hill, 1995.
- [107] V. T. Srikar and S. M. Spearing, "Materials selection for microfabricated electrostatic actuators," *Sensors and Actuators A (Physical)*, vol. 102, no. 3, pp. 279–285, 2003.

- [108] T. Syau, B. Baliga, and R. Hamaker, "Reactive ion etching of silicon trenches using SF<sub>6</sub>/O<sub>2</sub> gas mixtures," *J. Electrochem. Soc.*, vol. 138, no. 10, pp. 3076–3081, 1991.
- [109] O. Tabata, K. Shimaoka, and S. Sugiyama, "In situ observation and analysis of wet etching process for micro electro mechanical systems," in *Proc. of Intl. Conf. on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS)*, 1991, pp. 99–102.
- [110] O. Tabata, K. Shimatoka, R. Asashi, and S. Sugiyama, "Micromachined sensors using polysilicon sacrificial layer etching technology," *Sensors Materials*, vol. 8, pp. 57–67, 1996.
- [111] H. Takao and M. Ishida, "Microfluidic integrated circuits for signal processing using analogous relationship between pneumatic microvalve and MOSFET," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 12, no. 4, pp. 497–505, Aug. 2003.
- [112] H. Takao, M. Ishida, and K. Sawada, "A pneumatically actuated full in-channel microvalve with MOSFET-like function in fluid channel networks," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 11, no. 5, pp. 421–426, October 2002.
- [113] M. Takinami, K. Minami, and M. Esashi, "High-speed directional low-temperature dry etching for bulk silicon micromachining," in *Digests of the 11th Sensor Symposium*, 1992, pp. 15–28.
- [114] S. C. Terry, J. H. Jerman, and J. B. Angell, "A gas chromatographic air analyzer fabricated on a silicon wafer," *IEEE Trans. Electron Devices*, vol. 26, pp. 1880–1886, 1979.
- [115] S. P. Timoshenko, *Theory of plates and shells*. McGraw-Hill, 1959.
- [116] T. Trimmer, "Micromechanical systems," in *Proc. Integrated Micro-Motion Systems: Micromachining, Control and Applications (3rd Toyota Conference)*, 1990, pp. 1–15.
- [117] B. H. van der Schoot, S. Jeanneret, A. van den Berg, and N. F. de Rooij, "Modular setup for a miniaturized chemical analysis system," *Sensors and actuators B (Chemical)*, vol. 15, pp. 211–213, 1993.
- [118] W. van der Wijngaart, H. Ask, P. Enoksson, and G. Stemme, "A high-stroke, high-pressure electrostatic actuator for valve applications," *Sensors and Actuators A (Physical)*, vol. 100, no. 1, pp. 264–271, March 2002.

- [119] N. Vandelli, D. Wroblewski, M. Velonis, and T. Bifano, "Development of a MEMS microvalve array for fluid flow control," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 7, pp. 395–403, Dec. 1998.
- [120] G. Wallis and D. I. Pomerantz, "Field assisted glass-metal sealing," *J. Appl. Phys.*, vol. 40, pp. 3946–3949, 1969.
- [121] G. Wempner and D. Talaslidis, *Mechanics of solids and shells: theories and approximations*. CRC Press, 2002.
- [122] F. M. White, *Fluid mechanics*. McGraw-Hill, 1998.
- [123] K. R. Williams and R. S. Muller, "Etch rates for micromachining processing," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 5, no. 4, pp. 256–269, Dec. 1996.
- [124] C. Wilson and P. Beck, "Fracture testing of bulk silicon microcantilever beams subjected to a side load," *Journal of Microelectromechanical Systems*, vol. 5, no. 3, pp. 142–150, June 1996.
- [125] S. Wolf and R. N. Tauber, *Silicon Processing for the VLSI Era I: Process technology*. Lattice Press, 2000.
- [126] J. Xie, J. Shih, and Y.-C. Tai, "Integrated surface-micromachined mass flow controller," in *Proc. IEEE Workshop on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS'03)*, 1 2003.
- [127] X. Yang, C. Grosjean, and Y.-C. Tai, "Design, fabrication, and testing of micromachined silicone rubber membrane valves," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 8, pp. 393–402, 1999.
- [128] X. Yang, C. Grosjean, Y.-C. Tai, and C.-M. Ho, "A MEMS thermopneumatic silicone membrane valve," in *Proc. IEEE Workshop on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS'97)*, 1997, pp. 114–118.
- [129] X. Yang, A. Hölke, S. A. Jacobson, J. H. Lang, M. A. Schmidt, and S. D. Umans, "An electrostatic, on/off microvalve designed for gas fuel delivery for the MIT microengine," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 13, pp. 660–668, Aug. 2004.
- [130] L. Yobas, D. M. Durand, G. S. Skebe, F. J. Lisy, and M. A. Huff, "A novel integrable microvalve for refreshable braille display system," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 12, no. 3, pp. 252–263, June 2003.
- [131] L. Yobas, M. A. Huff, F. J. Lisy, and D. M. Durand, "A novel bulk-micromachined electrostatic microvalve with a curved-compliant structure applicable for a pneumatic tactile display," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 10, pp. 187–196, 2001.

- 
- [132] J. V. Zoval and M. J. Madou, "Centrifuge-based fluidic platforms," *Proc. IEEE*, vol. 92, pp. 140–153, 2004.



# Índice alfabético

- anódica, unión, 50
- anisotrópico, grabado, 48
- ANSYS, 80
  
- bomba de pistón, 117
- bonding, *véase* unión
  
- cámara de presión, 116
- caudal, 118
- cavidad, 50
- constantes físicas, 150
- consumo, 39
- convenciones, 28
- coste, 38
- CoventorWare, 80, 81, 153
- cromatografía, 32
- curvas características, 118
- CVD, 45
  
- deposición, 45, 96
- DFA, 109, 112
- dimensiones, 73
- DRIE, 49, 112
- dry etch, *véase* grabado
  
- elementos finitos, 81
- etch, *véase* grabado
- experimentos, 116
- exposición UV, 104
  
- Fick, ecuación de, 46
- fotolitografía, 47, 100, 103
- fusión, unión por, 50
  
- grabado, 48, 105, 109
  
- hidráulico, diámetro, 54
  
- integrabilidad, 37
- inyección de tinta, 33
- isotrópico, grabado, 48
  
- laminar, régimen, 78, 121
- LPCVD, 46, 96
- LTO, 47, 96
  
- máscara, 81, 100
- Mallory, proceso de, 50
- MemCFD, 82
- MemMech, 82
- MEMS, 31, 42
- microsistema, 31, 42
- microválvula, 34
- modelo matemático, 77
- montaje experimental, 74, 116
- MOSFET, 63
  
- Navier-Stokes, ecuaciones de, 52
- nitruro de silicio, 97, 151
  
- oblea, 43, 50
- oxidación, 44
- óxido de silicio, 151
  
- pérdidas, 39
- Poiseuille, flujo de, 54, 78
- polisilicio, 151
- presión-caudal, curvas, 117, 118, 122
- pyrex, 50
  
- RCA, 44, 95

- resultados experimentales, 118, 120
- revelado, 104
- Reynolds, número de, 46, 54, 78, 120
- runcard, 143
  
- símbolos, 29, 149, 150
- silicio, 43, 150
- silicio cristalino, 150
- silicio policristalino, *véase* polisilicio, 151
- Silicon On Insulator, *véase* SOI
- SOI, 51
  
- tamaño, 38, 73
- TAS, 34
- turbulento, régimen, 121
  
- unión, 50
  - anódica, 50
  - por fusión, 51
- unidades, 29, 149, 150
  
- Von Mises, tensión de, 83, 120
  
- wet etch, *véase* grabado