

Capítulo 6

Fabricación

Gracias a la tecnología PCBMEMS y a las ventajas que ofrece el procesado de la fotorresina SU-8, la fabricación de la microválvula será un proceso sencillo empleando materiales de bajo coste. Añadiendo algunos pasos nuevos en el flujo de procesos, será posible integrar microfluídica y conexiones electrónicas en un sustrato común. Procesos como la fabricación de la membrana, su alineación respecto al microhilo y el sellado e impermeabilización del depósito de presión serán críticos a la hora de implementar el dispositivo.

6.1 Introducción a la microfabricación

En los siguientes apartados presentaremos algunas técnicas comunes de microfabricación actuales empleadas en microfluídica, describiendo brevemente los procesos llevados a cabo. Nos centraremos en las llamadas “soft technologies”, basadas en materiales plásticos y polímeros, teniendo en cuenta el importante papel que juegan en la fabricación de dispositivos microfluidicos. Puesto que la implementación de nuestro dispositivo entra dentro de este ámbito, dejaremos aparte la tecnología tradicional de silicio, al salirse un poco del marco de este trabajo.

El dominio de la microfabricación implica trabajar con escalas que van desde una fracción de micra hasta unos pocos milímetros. Las tecnologías MEMS basadas en

polímeros normalmente se encuentran en un rango entre los 0,5 μm y los 500 μm , empleando materiales plásticos como el PMMA (polimetilmetacrilato), elastómeros como el PDMS o polímeros fotosensibles como el SU-8. Actualmente existen una gran variedad de técnicas en este campo, siendo especialmente atractivas por su bajo coste respecto a las de silicio, que pueden resultar hasta 100 veces más caras en la fabricación de algunos dispositivos microfluídicos. Esta cuestión económica interviene cuando es necesario producir un elevado número de elementos miniaturizados que deberían estar disponibles a un bajo precio.

Otro punto a favor de las “soft technologies” es la posibilidad de hacer un prototipado rápido, siendo posible fabricar algunos dispositivos microfluídicos en cuestión de unas pocas horas, cuando en el caso del silicio estaríamos hablando del orden de una semana. Otros aspectos como la amplia diversidad de materiales y sus buenas propiedades en muchos casos están contribuyendo a extender el uso de estas tecnologías, evolucionando y transformando la microfluídica de una manera análoga a como lo hizo la microelectrónica en el desarrollo de los ordenadores en los setenta.

6.2 Salas blancas

La microfabricación se lleva a cabo en ambientes limpios con temperatura, humedad y ventilación controladas, conocidas como salas blancas. En ambientes normales existen infinidad de partículas de tamaño micrométrico que podrían caer o ser absorbidas por las superficies de los materiales en determinados procesos, perjudicando seriamente la fabricación al tratarse de dispositivos tan reducidos. De este modo, las salas blancas cuentan con un flujo de aire permanente que mediante filtrado elimina las partículas y el gas que inevitablemente se produce en la zona de trabajo debido a la presencia humana y a los procesos químicos involucrados en la fabricación.

La calidad de una sala blanca se clasifica según el número de partículas de un tamaño inferior a 4 μm contenidas en un volumen de una pulgada cúbica. Normalmente, Las salas blancas donde se fabrican MEMS son de clase 1000 o 10000. Para microelectrónica, el nivel de limpieza suele ser aún mayor, existiendo salas de clase 1 o 10 dedicadas a la fabricación de microprocesadores, donde es indispensable

una baja tasa de fallos. En ambos casos, es necesario llevar ropa especial, cubrirse el pelo y usar guantes y cubrepiés con el fin de mantener el ambiente limpio de la sala. En la fotografía siguiente se muestra la sala blanca donde se llevó a cabo la fabricación de nuestro dispositivo, situada en los laboratorios de la Escuela Superior de Ingenieros.



Figura 6.1: Interior de la sala blanca donde se llevó a cabo la fabricación.

6.3 Fotolitografía

Un proceso fundamental en la microfabricación es la fotolitografía, donde se ilumina a través de una máscara una resina fotosensible depositada previamente en un sustrato. Aunque existen muchos métodos de iluminación, empleando rayos X o electrones, la forma más común cuando se trata de polímeros como el SU-8 es mediante luz ultravioleta. Aunque es ventajoso emplear longitudes de onda muy pequeñas, para así conseguir una mayor precisión, en la práctica la fotolitografía óptica es sin duda la más extendida, trabajando en bandas espectrales entre 300 y 450 nm. Concretamente el SU-8 es sensible en la región cercana a los 365 nm.

Las máscaras consisten generalmente en láminas de cuarzo con cromo depositado encima formando el patrón o layout que será fabricado, o bien fotolitos impresos mediante impresoras de alta calidad como los fotoplotters. Aunque las máscaras de

cro-mo presentan resoluciones de fracciones de micra, en microfluídica normalmente no se requieren precisiones tan elevadas, pudiendo ser suficiente con las resoluciones cercanas a unas pocas micras que consiguen los fotoplotters. Para el diseño de las máscaras se emplean programas CAD especializados, como L-Edit. Una vez hecha la máscara, ésta se coloca encima del sustrato cubierto por un polímero fotosensible, iluminando a través de ella de manera uniforme. Para ello se emplean normalmente focos o lámparas de entre 10 y 20 mW que emiten luz en la región espectral adecuada. De este modo aparecen regiones sobre el polímero donde ha sido iluminado y otras que han permanecido a oscuras, formando el mismo patrón que contenía la máscara.

Este patrón depende del tipo de resina empleada, ya que esta puede ser de tipo positivo o negativo. En las resinas positivas, las zonas iluminadas provocan que cierto disolvente del material se vuelva soluble, mientras que el resto permanece insoluble cuando se introduce en un líquido revelador. En las resinas negativas, ocurre justo lo contrario, quedando únicamente las zonas iluminadas una vez revelada la placa, como es el caso del SU-8. Concretamente este polímero goza de una elevada fotosensibilidad, siendo posible que la luz atravesase completamente incluso deposiciones de gran espesor, al contrario como ocurre en la mayoría de resinas.

6.3.1 Deposición

En primer lugar, el polímero fotosensible se deposita en una fina capa sobre un sustrato sólido (normalmente silicio o cristal) mediante un spincoater, como se ilustra en la figura 6.2. Este equipo consta de un disco que gira a alta velocidad (normalmente entre 500 y 10.000 rpm) y extiende la gota de resina inicialmente depositada en el centro del disco. El sustrato se coloca sobre el disco, manteniéndose fijo cuando hacemos el vacío a través de un orificio central en el disco conectado a una bomba externa. El espesor h de una deposición realizada de este modo es uniforme, y depende de varios factores, tal y como muestra la siguiente expresión empírica:

$$h = kC \left(\frac{\mu}{w^2} \right)^{\frac{1}{3}} \quad [32]$$

Donde C es la concentración de polímero en la resina, w es la velocidad angular de rotación, μ es la viscosidad de la resina y k es una constante donde intervienen otros parámetros, como la velocidad de secado, la tensión superficial, etc. La velocidad de *spinning* irá en aumento hasta alcanzar las revoluciones deseadas mediante una rampa de aceleración, evitando así que gran parte de la resina depositada salga despedida en los momentos iniciales. En ocasiones, variaciones de ± 50 r.p.m. pueden causar variaciones del espesor depositado en torno al 10%.

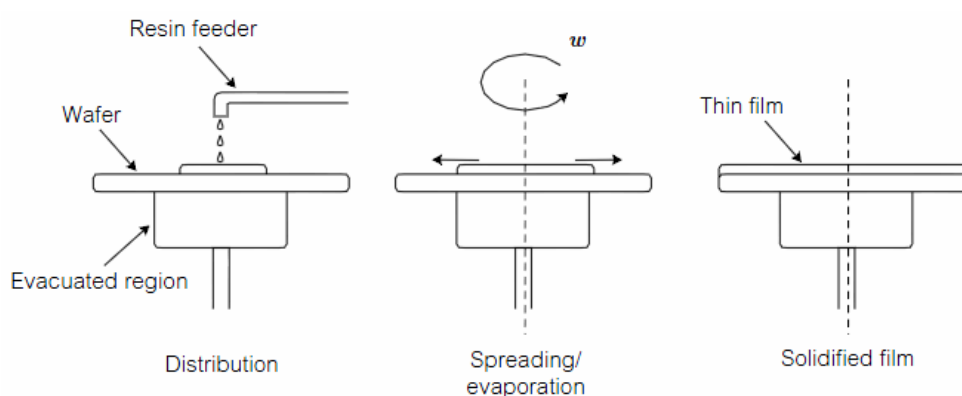


Figura 6.2: Pasos en la deposición de la resina sobre un sustrato mediante un spincoater.

Por lo tanto, el espesor final de la capa depositada va a ser un balance entre la fuerza centrífuga aplicada que extiende la resina hacia el perímetro del sustrato, el tiempo y la velocidad de secado de la resina, que afecta a su viscosidad. Conforme se va produciendo el secado, la viscosidad se incrementa hasta que la fuerza radial ya no es capaz de extender más la resina sobre la superficie del sustrato, de manera que el espesor de la capa ya no decrece más incrementando el tiempo de giro. Generalmente, este tiempo oscila entre 10 segundos y varios minutos, evaporándose en algunos procesos el 50% de los disolventes de la resina en los primeros segundos del proceso. Para el caso del SU-8, el fabricante nos suministra una serie de curvas que determinan el espesor final según la velocidad de giro del spincoater y el tipo de resina SU-8 empleada. En la figura 6.3 se muestra un ejemplo. Cabe destacar que estas curvas dependen en gran medida del tipo de sustrato empleado.

En los últimos años, con la introducción de resinas con menos disolvente y mayor viscosidad, es posible depositar elevadas capas de unos pocos cientos de micras, aunque

la dificultad en estos casos radica en asegurar la homogeneidad luminosa durante la fase de exposición. Cuando la resina finalmente queda depositada sobre el sustrato, el disolvente se evapora, quedando normalmente alrededor de un 15%, dependiendo de la resina. Si este disolvente no desaparece completamente, aparecerán fisuras y defectos en la estructura interna del polímero, por lo que se emplean etapas de calentamiento antes de la exposición.

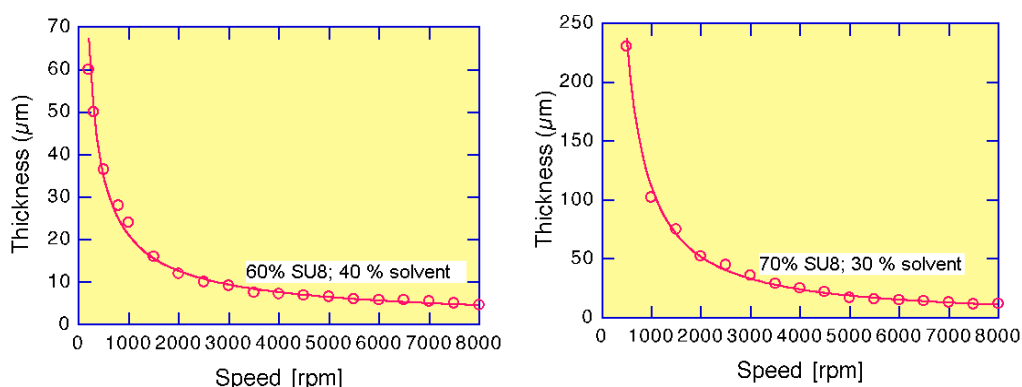


Figura 6.3: Curvas de deposición para dos tipos de SU-8 con diferentes concentraciones de disolvente.

En el SU-8 a este paso se le denomina *soft bake*, y se realiza de forma plana y horizontal sobre un hotplate, en donde ajustaremos la temperatura necesaria. Normalmente se comienza con 65° durante algunos minutos, para posteriormente mantener el sustrato a 95° durante un periodo de tiempo que depende directamente del espesor de la capa depositada. Es importante destacar que este tiempo puede disminuir de 2 a 5 veces en capas gruesas si previamente se evapora parte del disolvente mediante una campana de vacío. En la tabla siguiente se muestra un ejemplo de los tiempos orientativos dados por el fabricante para eliminar el disolvente del SU-8:

Espesor (µm)	Tiempos de soft bake (minutos)	
	65°	95°
100 – 150	5	20 – 30
160 – 225	5 – 7	30 – 45
230 – 270	7	45 – 60
280 – 550	7 – 10	60 – 120

Tabla 6.1: Tiempos de soft bake para el SU-8.

Una vez realizado este paso, el SU-8 se deja enfriar y se comprueba que está totalmente solidificado sobre el sustrato. Para mejorar la adherencia entre SU-8 y sustrato normalmente este último se deshidrata completamente mediante un calentamiento a 200° durante una hora, para posteriormente depositar el *adhesion promoter*, un líquido que mejora el pegado entre SU-8 y silicio o cristal. A continuación describiremos el paso de exposición.

6.3.2 Exposición

Durante esta etapa de exposición o insolación, iluminaremos la resina a través de una máscara con el patrón que queremos que se quede definitivamente en la resina. Sin embargo, varios fenómenos limitan la precisión del patrón iluminado. Por un lado tenemos el efecto de media-luz, donde se produce un flujo de intensidad intermedia alrededor del haz principal, provocando que en estas zonas de sombra se reduzca la resolución espacial del patrón definido por la máscara. En la figura siguiente se ilustra el fenómeno:

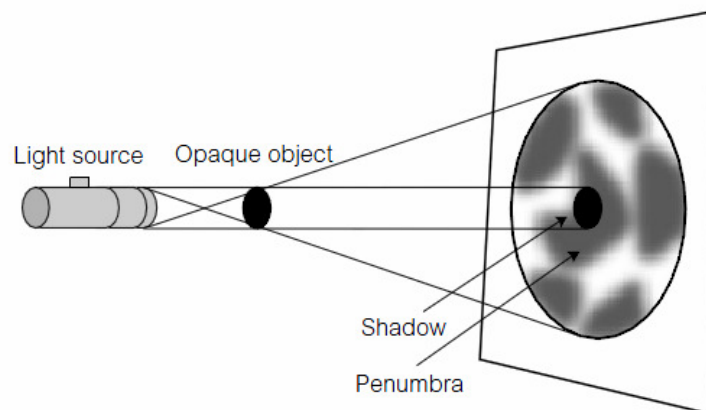


Figura 6.4: Efecto de media-luz. Existe una zona iluminada y otra a oscuras, pero entre ambas hay una zona intermedia que afectará a la resolución del patrón. Esto se debe esencialmente al tamaño finito de la fuente luminosa.

Por otra parte existe la difracción de la luz, siendo importante que al nivel de la resina, el tamaño de la zona iluminada donde se produce el fenómeno no sea del orden de la longitud de onda de la fuente de luz, sino mucho mayor. La estimación de dicha zona δ se obtiene de la fórmula [33], donde λ será la longitud de onda del emisor (asumiendo que es monocromático) y s el espesor de la resina depositada. Esta

expresión es válida asumiendo que la distancia entre la máscara y la superficie de la resina es mucho mayor que la longitud de onda.

$$\delta \approx 3\sqrt{\lambda \cdot s} \quad [33]$$

Por último, en el caso del SU-8 contamos con otro fenómeno que afectará a la resolución, y ocurre cuando iluminamos la resina con mucha energía o durante largos periodos de tiempo. En este caso la superficie del SU-8 se calentará, formando una especie de película dura sobre las zonas iluminadas. Por ello, cuando se trabaja con capas espesas que requieren largos tiempos de iluminación, la exposición se realiza en varias etapas, dejando entre medias tiempos para que la resina se enfríe antes de continuar.

Una vez iluminada la resina, cuando trabajemos con SU-8 será necesario someterla a temperatura para que las zonas iluminadas se polimericen y queden definitivamente fijadas al sustrato. Esta etapa se denomina *post exposure bake* (PEB) y puede realizarse a temperatura ambiente, sin embargo es habitual calentar a 95° para acelerar el proceso. Una desventaja a la hora de emplear temperaturas elevadas en este punto es el elevado estrés térmico que se genera en la estructura interna de la resina, afectando directamente a su adherencia con el sustrato y a su resistencia mecánica. Por ello, es recomendable en algunos casos no elevar esta temperatura a más de 55 o 65° durante el proceso, aunque vaya a ser más lento. Finalmente se deja enfriar lentamente la resina antes de revelar. En la tabla siguiente se muestra un ejemplo de tiempos de PEB recomendados por el fabricante de SU-8, con una breve etapa a baja temperatura y una más larga a 95°:

Espesor (µm)	Tiempos de PEB (minutos)	
100 – 150	5	10 – 12
160 – 225	5	12 – 15
230 – 270	5	15 – 20
280 – 550	5	20 – 30

Tabla 6.2: Tiempos de post exposure bake para el SU-8.

6.3.3 Revelado

A continuación, la resina se sumerge en un líquido revelador que elimina las zonas iluminadas en el caso de emplear resinas positivas o elimina las zonas no iluminadas, como ocurre en el caso de las negativas, dejando las otras partes de la deposición permanentemente polimerizadas. En este punto, la elección de usar resina negativa o positiva no es trivial: las resinas negativas se adhieren mejor al sustrato que las positivas, y tienden a ser químicamente más resistentes. Sin embargo, su fotosolubilidad suele ser peor que en el caso positivo.

Este paso deberá ser llevado a cabo a una temperatura controlada (normalmente a T° ambiente) y el tiempo de revelado dependerá directamente del grosor de la capa depositada, siendo a veces necesario el baño en ultrasonidos para eliminar las zonas donde es más difícil que penetre el revelador. Sin embargo en este caso es necesario ser muy cuidadoso para no debilitar la adherencia de la estructura al sustrato. En la tabla 6.3 se muestran los tiempos de revelado según el espesor de la deposición para el caso del SU-8.

Espesor (μm)	Tiempo de revelado (minutos)
100 – 150	10 – 15
160 – 225	15 – 17
230 – 270	17 – 20
280 – 550	20 - 30

Tabla 6.3: Tiempos de revelado para el SU-8.

El proceso fotolitográfico concluye aquí, obteniendo finalmente el layout de la máscara fijado en relieve al sustrato, con la altura que nosotros elijamos. Como señalamos anteriormente, este flujo de procesos permite fabricar estructuras complejas de polímeros en un período de tiempo muy breve en comparación con otras tecnologías y otros materiales.

6.4 Fabricación de la microválvula

A continuación describiremos los materiales empleados en la fabricación de nuestro dispositivo así como el flujo de procesos que se ha llevado a cabo. También haremos hincapié en diversos aspectos importantes que se han tenido en cuenta con intención de mejorar la estructura y no perjudicar el funcionamiento de la microválvula.

6.4.1 Materiales

Continuando con la idea de la tecnología PCBMEMS, se empleó como sustrato una placa de circuitos impresos convencional, formada por fibra rígida de vidrio (FR4) y una lámina de cobre sobre una única cara. Aunque comercialmente existen muchos grosores diferentes tanto para la placa como para la capa de cobre, se optó por unas dimensiones estándar, siendo 1,5 mm aproximadamente el ancho de la placa y 35 μm el espesor del cobre. Como veremos en el apartado siguiente, mediante un proceso fotolitográfico sencillo se podrán elegir las áreas del sustrato sobre las que queremos que haya cobre y por tanto conectividad eléctrica.

Como ya comentamos en el estudio térmico de la membrana, el microhilo que lo atraviesa es de oro y cuenta con una sección circular de 25 μm de diámetro. Esta dimensión tan pequeña maximizará la relación entre energía calorífica creada por potencia eléctrica consumida.

Para toda la estructura de la microválvula, formada por la membrana y las paredes de la cámara de presión, del canal y del mini-depósito de entrada/salida, se empleó fotorresina SU-8 2150 suministrada por la empresa Microchem. Se trata de un compuesto de muy elevada viscosidad con apenas un 25% de disolvente, lo que permite alcanzar más de 500 μm de espesor en una sola deposición, dependiendo del sustrato. Este factor hará que este tipo de SU-8 sea muy apropiado a la hora de crear estructuras elevadas, como será nuestro caso.

En cuanto a la membrana, otros materiales epoxis fueron estudiados, buscando una solución de compromiso entre una elevada resistencia mecánica para no ceder ante una presión controlada y un buen comportamiento térmico a la hora de activar la

válvula. La mayoría de estos materiales presentaban un punto de fusión demasiado bajo y pobres propiedades mecánicas, por lo que finalmente se optó por el SU-8. Aunque su temperatura de transición vítrea sea elevada (en torno a 200°) y no nos beneficie demasiado en cuanto a la potencia necesaria de activación, ya hemos visto que la tensión mecánica de rotura del SU-8 es bastante elevada para ser un material polímero, favoreciendo la resistencia y estanqueidad del depósito de presión.

Sin embargo, la principal razón que nos llevó a emplear este material fue su inmediata integración en el proceso de fabricación para formar la membrana. De este modo, la membrana formaría parte de la misma estructura mediante un mismo proceso fotolitográfico, y estaría fabricada con el mismo material que el resto del dispositivo, evitando pasos extras en el flujo de procesos y mala adhesión con las paredes de SU-8.

Por último, una cubierta de metacrilato de 3 mm de grosor fue empleada como tapadera transparente, permitiendo observar el comportamiento de la válvula durante los experimentos de presión y rotura en el laboratorio. Para adherir el metacrilato al resto del dispositivo se utilizó resina SU-8 2025, de mucho menos viscosidad que la empleada en el resto de la estructura, favoreciendo la deposición de finas láminas sobre la cubierta.

6.4.2 Proceso de fabricación

El flujo de procesos completo empleado para la fabricación de la microválvula se muestra en la figura 6.5, y se describe a continuación.

En primer lugar, se preparó el sustrato, una placa PCB cuadrada de 5,5 cm de lado, exponiéndola a luz ultravioleta durante 2,5 minutos a través de una máscara con el patrón apropiado. Mediante test previos de adherencia con el SU-8, se determinó que el cobre era una mejor solución que la fibra de vidrio FR4 a la hora de crear una base sobre la que fabricar la estructura, por lo que el layout se diseñó para tener cobre bajo la mayor parte del dispositivo. La máscara empleada se muestra en la figura 6.6.

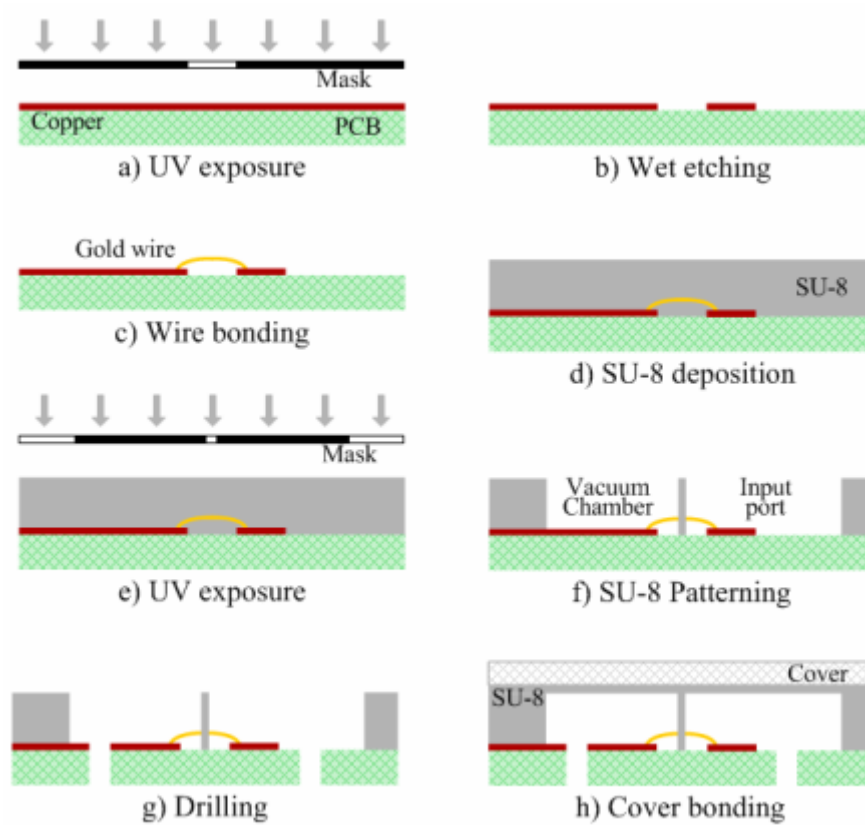


Figura 6.5: Proceso de fabricación de la microválvula.

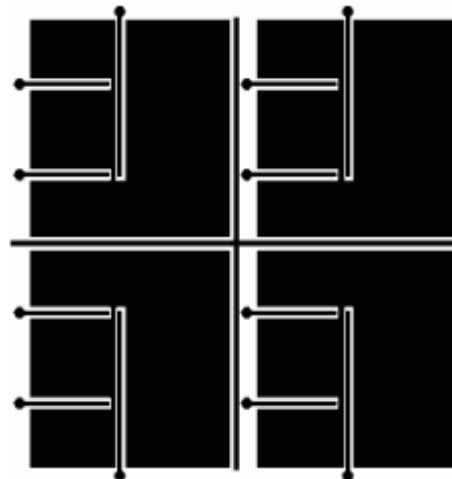


Figura 6.6: Máscara con el layout de cobre correspondiente al sustrato PCB.

En el layout podemos apreciar en negro las finas pistas de cobre que conectarán el hilo de oro con la fuente de intensidad exterior, para suministrar la corriente necesaria que activará la válvula. Estas pistas tendrán una línea común para cada dos válvulas y otra independiente para cada una, reduciendo así las conexiones con el exterior. Conviene destacar que el PCB contiene una fotorresina positiva, por lo que las zonas

negras será donde únicamente quede el cobre tras el revelado. El área sobre el que se fabricará la válvula también será de cobre, lo que será crítico en la zona donde se encuentre posteriormente la membrana de SU-8 por los motivos de adherencia arriba mencionados. Esta zona corresponde con la delgada línea que separa ambos extremos de las pistas de conexión. Como vemos, las conexiones están preparadas para albergar 8 válvulas en una misma placa PCB.

Tras la insolación, se sumergirá la placa en un baño químico, que eliminará el cobre de las zonas donde la luz ha pasado a través de la máscara. En este paso habrá que tener especial cuidado para que no existan cortocircuitos entre el suelo de cobre y las pistas de conexión, puesto que la distancia mínima entre ellas es de tan sólo 200 μm en algunas zonas.

A continuación se limpiará el PCB con acetona para eliminar la resina sobre la placa, para posteriormente proceder a realizar los bonding que conectarán las pistas de cobre. Este paso, correspondiente al apartado c) de la figura 6.5, se realizó mediante una máquina de wire bonding modelo 4123 suministrada por K&S Inc, mostrada en la figura siguiente:

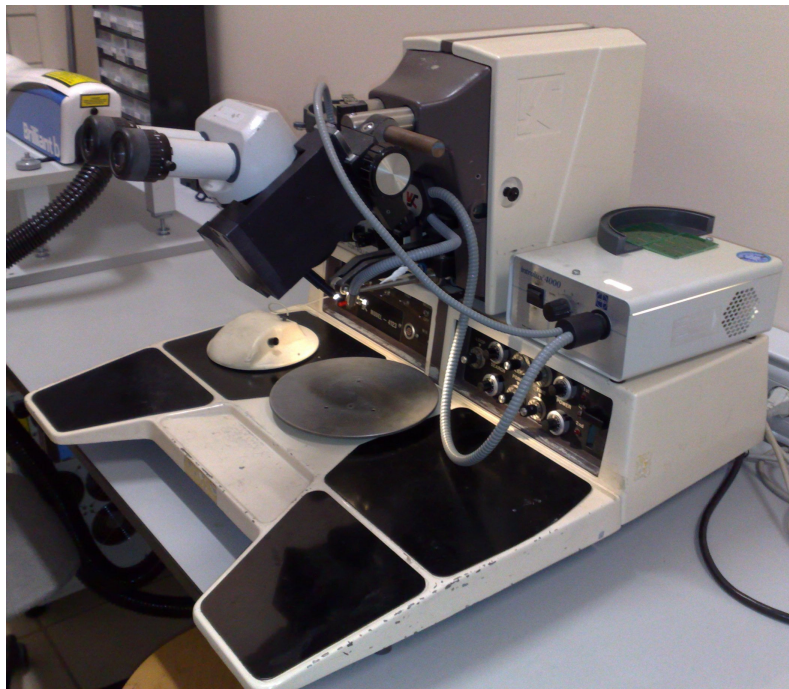


Figura 6.7: Máquina de wire bonding empleada para la soldadura de los micrhilos en las pistas de cobre.

Para este proceso, el PCB se fijó sobre un calentador puesto a 120°, con intención de favorecer la soldadura entre el cobre y el microhilo de oro. Con este calentamiento además deshidratamos el sustrato antes de la deposición del SU-8, favoreciendo sensiblemente la adherencia. En la siguiente fotografía se muestra un hilo de wire bonding realizado sobre las pistas del PCB:

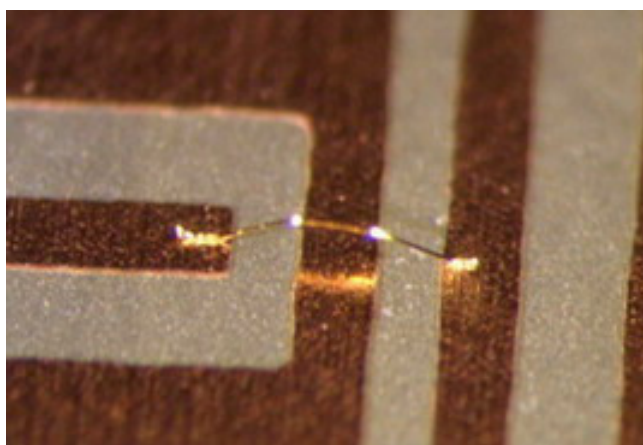


Figura 6.8: Microhilo de oro de 25 μm de diámetro soldado sobre las pistas de cobre. Por debajo de su curvatura se observa otra pista de cobre, que hará las veces de sustrato para la membrana de SU-8.

Recordando el capítulo anterior, la máxima tensión mecánica ejercida al aplicar presión sobre la membrana se encontrará en la parte central, concretamente en los extremos superior e inferior de la misma. Es fácil suponer por tanto, que cuando apliquemos la presión suficiente, la membrana romperá por uno de esos dos puntos. Debido al proceso de fabricación, la adhesión de la membrana de SU-8 será siempre peor con el sustrato de PCB, que con el SU-8 que posteriormente depositaremos sobre la tapadera a modo de lámina adhesiva, ya que la unión entre ambos polímeros es realmente fuerte una vez insolados. Por lo tanto, lo más probable es que la rotura se produzca en un punto central cercano al sustrato. Esto nos da una idea del punto óptimo donde colocar el microhilo de oro que atraviese la membrana, para ayudar térmicamente a la rotura de la misma por el lugar más castigado por la presión.

Trataremos por tanto de alinear correctamente la membrana con el microhilo soldado de modo que se encuentre centrado, y minimizaremos la curvatura del hilo entre ambos puntos de modo que quede lo más pegado posible al PCB sin provocar ningún cortocircuito con las otras zonas de cobre. Se trató de maximizar la longitud del

hilo soldado, consiguiendo 1,5 mm aproximadamente, y fijar la misma curvatura para todos los bonding. En la siguiente tabla se muestra la dispersión de alturas, inherente al proceso, de los hilos fijados en un mismo PCB:

Válvula nº	1	2	3	4	5	6	7	8
Altura del hilo (μm)	180	195	245	155	255	175	165	155

Tabla 6.4: Variación de alturas de los microhilos de oro para las válvulas de una misma placa.

La media de las alturas anteriores es aproximadamente de 190 μm , existiendo una diferencia máxima en torno al 34% respecto a este valor. Como hemos comentado, este error es inherente al proceso de *wire bonding*, sin embargo, lo importante será asegurar que el hilo atravesará la membrana por debajo de la parte central, cercano a la zona de unión con el PCB. Como en nuestro caso la altura total de la membrana estará en torno a 500 μm , comprobamos como el hilo se encontrará en la mayor parte de los casos cercano a ese punto óptimo.

A continuación, el siguiente paso consistirá en depositar el SU-8 sobre el PCB con los bonding mediante un spincoater. Para ello se ajustó una rampa de 450 rpm durante 10 segundos, seguida de una etapa a 700 rpm durante 50 segundos y se empleó resina del tipo 2150, de elevada viscosidad. De este modo se consiguió una deposición uniforme con una altura en torno a 500 μm sobre toda la superficie del PCB. Tras varios experimentos con varias deposiciones consecutivas sobre un mismo substrato, se optó por emplear una deposición única lo más gruesa posible, debido al stress sufrido por la estructura interna del SU-8 al tener que soportar varias etapas de calentamiento entre deposición y deposición [48].

En la deposición multicapa es necesario realizar un paso de soft bake intermedio antes de otra deposición, con intención de endurecer la capa depositada y evitar la pérdida de SU-8 en sucesivos pasos de deposición. En el laboratorio se pudieron realizar pruebas con estructuras de 3 capas de casi 1 mm de altura, pero el efecto de los calentamientos sobre la deposición inferior debilitaba la adherencia, y la insolación posterior y el revelado debían de ser prolongados, perjudicando en gran medida la

obtención de perfiles rectos. En la figura siguiente se muestra la curva de deposición de SU-8 sobre sustrato de cobre obtenida en el laboratorio, con las alturas resultantes para diferentes velocidades de giro:

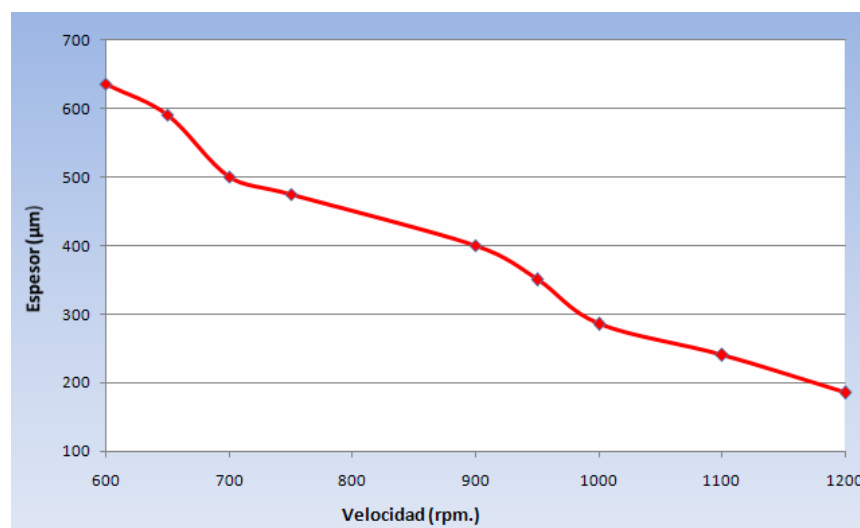


Figura 6.9: Resultados experimentales del espesor de la capa de SU-8 depositada sobre cobre en función de la velocidad.

Aunque la curva de espesores mostrada en la gráfica no es demasiado suave, presenta una clara tendencia descendente cuando aumentamos la velocidad de giro en el spincoater. Tal variación en el espesor de la deposición es debida a que al trabajar con SU-8 de viscosidad tan elevada para velocidades tan bajas, el volumen depositado influye, por lo que en el proceso de fabricación tratamos de ser precisos con la cantidad de SU-8.

Observamos que es posible conseguir alturas de hasta casi 650 µm con una sola deposición, sin embargo no se garantiza la uniformidad en todo el sustrato, de nuevo debido a que la viscosidad del SU-8 impide distribuirse correctamente a revoluciones tan bajas. Por ello se optó por escoger un margen de seguridad de 700 rpm para 500 µm de altura, sin perder de vista que debemos maximizar en todo lo posible la relación de aspecto altura-espesor de la membrana. Por otra parte, aunque el uso del *adhesion promoter* previo a la deposición es común en procesos con silicio y vidrio para mejorar la adherencia con el sustrato, en nuestro caso no se empleó al no ser útil con el cobre. El spincoater empleado fue un Spinner AC 6000 suministrado por SMA Inc., con un rango de revoluciones entre 300 y 6000 rpm.

El siguiente paso consiste en una etapa de soft bake, donde el PCB se calentó a 65° durante 15 minutos y a continuación a 95° durante 3 horas. Este tiempo depende directamente del espesor de la deposición, siendo mayor cuanto más gruesa sea la capa de SU-8, debido a que se tarda más en eliminar el disolvente. Es importante destacar la importancia de que el hotplate sobre el que se deposite el sustrato se encuentre lo más plano posible, ya que durante el calentamiento disminuye la viscosidad del SU-8 y podría haber zonas con diferentes alturas si el hotplate se encontrase inclinado. También es de vital importancia evitar que la placa se encuentre expuesta a la luz visible durante todo este proceso, así como favorecer la liberación del disolvente dejando el PCB sin nada que lo cubra e impida la salida de estos gases.

Una vez completada esta parte, se deja enfriar el PCB a temperatura ambiente, comprobando que el SU-8 depositado se encuentra completamente sólido. A continuación se procede a insolar la placa, empleando una máscara con el layout de la estructura que tendrán las microválvulas. En la figura 6.9 se muestra la máscara empleada a tal propósito. Tanto para su fabricación como para la del layout de las pistas de cobre (figura 6.6) se empleó el programa L-edit, sobre el que diseñábamos el trazado de nuestra estructura que posteriormente imprimíamos en un fotoplóter sobre un fotolito flexible.

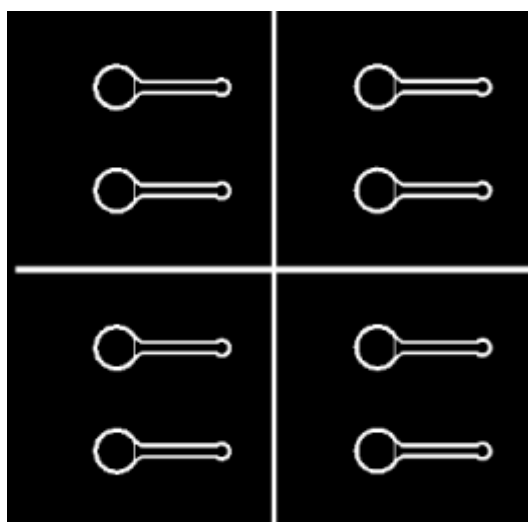


Figura 6.10: Máscara con el layout de la estructura de las microválvulas de SU-8.

En el fotoplotter empleado, modelo FP-8000, es posible seleccionar la resolución de impresión entre 512 y 8128 ppp, llegando a obtener líneas bien definidas de hasta 15 μm . Para nuestra máscara, elegimos la resolución máxima, al contener líneas de 40 μm correspondientes a la anchura de la membrana. Por otra parte, esta máscara fue diseñada de tal modo que la membrana de cada válvula se encontrase perfectamente alineada y a la misma distancia de los extremos de las pistas de cobre mostradas en la máscara de la figura 6.6, con intención de que el hilo de oro atravesase la membrana justo por el centro. Para ello se dibujó una cruz en ambas máscaras, que a la vez de separar el PCB en 4 grupos de 2 válvulas, permitía una buena alineación visual entre la cruz de cobre de la placa y la cruz transparente de la máscara de la figura anterior.

Tras realizar varios ensayos con insoladoras de ultravioleta empleadas comúnmente en la fabricación de circuitos impresos, se optó por un foco de luz visible, con un haz uniforme que abarcaba por completo las dimensiones del PCB, para lo que se colocó a 60 cm de distancia respecto al PCB. El foco posee un filtro que elimina las emisiones por debajo del ultravioleta, mejorando sensiblemente la calidad de la insolación, y un haz razonablemente colimado. Este factor será vital en nuestro proceso, ya que al tratarse la membrana de una estructura tan alta y estrecha, es necesario conseguir una buena perpendicularidad de los rayos respecto al PCB. De este modo, evitamos que la luz ilumine el área circundante, ensanchando las dimensiones críticas del dispositivo, como ocurría con las insoladoras tradicionales con varios tubos de ultravioleta. El único inconveniente consistió en el tiempo de insolado, en torno a las 8 horas, debido a la poca potencia del foco, 35 W. Sin embargo, los perfiles logrados en las paredes de SU-8 fueron casi de 90° respecto al sustrato, asegurando una buena uniformidad de espesor en la membrana a lo largo de toda su altura.

Cabe destacar que para obtener estos perfiles, será vital que la máscara se encuentre perfectamente adherida al SU-8, evitando que existan zonas con aire entre la máscara y la deposición, lo que propiciaría que la luz se difracte e ilumine el área circundante al patrón de la máscara. Por ello, será necesario tener en cuenta el efecto borde de la deposición, por el cual los bordes del PCB contarán siempre con una altura de SU-8 superior a la zona central. Este efecto es inherente al proceso de spineado, y se puede solucionar si la máscara está preparada para que cubra la parte central de la

deposición, dejando libres los bordes de la placa. Una vez hecho esto, la máscara se dejó adherida a la deposición mediante vacío durante todo el proceso de insolación.

Tras la insolación, el siguiente paso consistió en el post exposure bake (PEB), para lo que calentamos el PCB a 65° durante 5 minutos y posteriormente a 95° durante 10 minutos sobre el hotplate. Aunque varios autores sostienen que un PEB realizado enteramente a temperaturas en torno a los 55° evita en cierta medida roturas, deformaciones estructurales y mejora la adherencia con el sustrato [49], [50], en nuestro caso se optó por el procedimiento estándar, al no apreciarse pérdida de adherencia y reducir considerablemente el tiempo de calentamiento para una deposición tan gruesa.

Una vez completado este proceso, el SU-8 ya polimerizado se deja enfriar a temperatura ambiente, para inmediatamente sumergirlo en el líquido revelador o *developer*, suministrado por Microchem, durante aproximadamente 10 minutos. Es importante destacar que este tiempo será mayor si aumentamos la duración del PEB, por lo que en el paso anterior fue importante calibrar correctamente el tiempo mínimo necesario para este proceso. Aunque el tiempo de revelado puede reducirse considerablemente mediante un baño de ultrasonidos o aumentando la temperatura del líquido revelador, se optó por un suave agitado manual aunque fuese más lento el proceso. Esto es debido a que se comprobó en el laboratorio que con las anteriores soluciones se perdía adherencia entre SU-8 y sustrato de forma considerable.

Por último, recordemos que el SU-8 es una fotorresina negativa, por lo que el revelador eliminará todo el que se encuentre en las zonas oscuras de la máscara de la figura 6.9. Una vez completado el revelado, el PCB se sumerge en alcohol isopropílico, quedando la estructura perfectamente limpia. En las figuras siguientes se muestra una fotografía de una placa PCB fabricada en el laboratorio siguiendo estos pasos, con la válvula de SU-8 sobre el cobre (fig. 6.11) y por otro lado la membrana resultante con el microhilo atravesando su estructura (fig. 6.12).

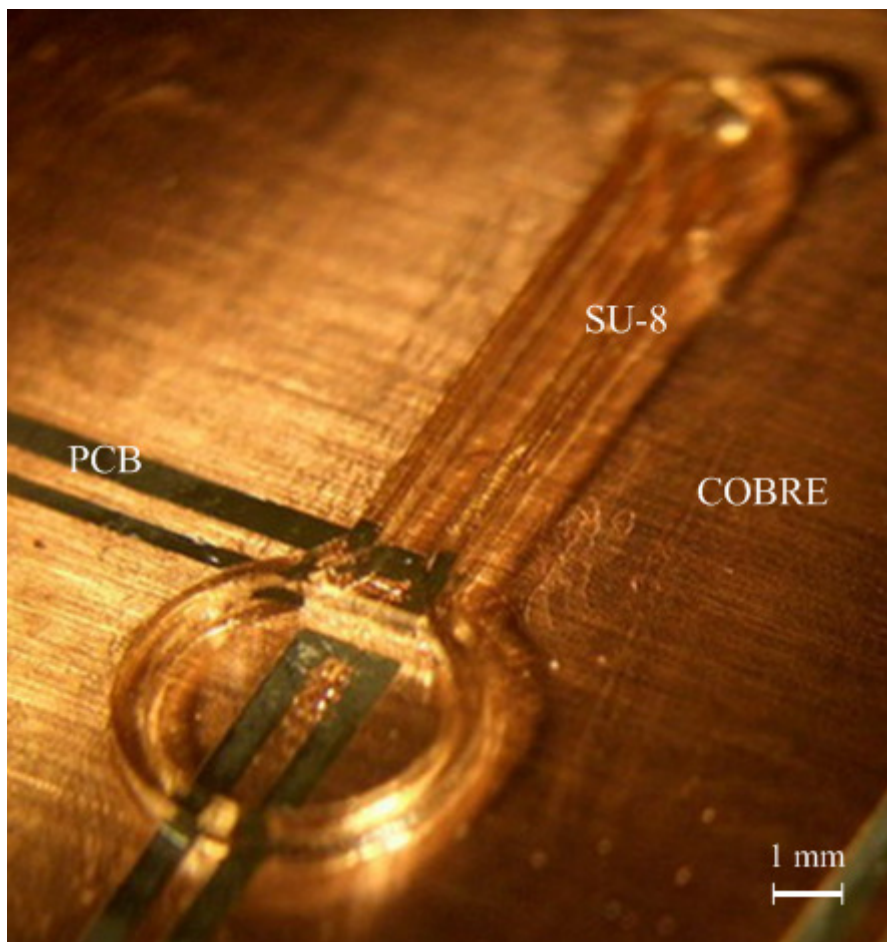


Figura 6.11: Fotografía de la microválvula fabricada en el laboratorio.

El siguiente paso del proceso de fabricación, correspondiente al apartado g) de la figura 6.5, consiste en practicar un orificio a través del PCB donde se encuentra el depósito de presión, así como en el pequeño depósito de entrada/salida de fluido. De este modo será posible conectar una bomba externa al depósito para fijar la presión a la que se encontrará en los ensayos de laboratorio hasta que la válvula se active, así como alojar un fluido en el otro depósito más pequeño, si quisiésemos emplear el dispositivo como microextractor. Este taladrado se realizará con sumo cuidado para no dañar la estructura fabricada. El diámetro del orificio será de $800\ \mu\text{m}$. A continuación se corta la placa siguiendo la cruz de SU-8 que ha quedado tras el revelado, separando el PCB en cuatro grupos de dos válvulas, cuyas tapaderas se colocarán independientemente. Esto es necesario ya que en grupos de dos válvulas adyacentes, las variaciones de altura en la deposición serán menores que en toda la placa, favoreciendo el posterior paso de pegado con la tapadera.

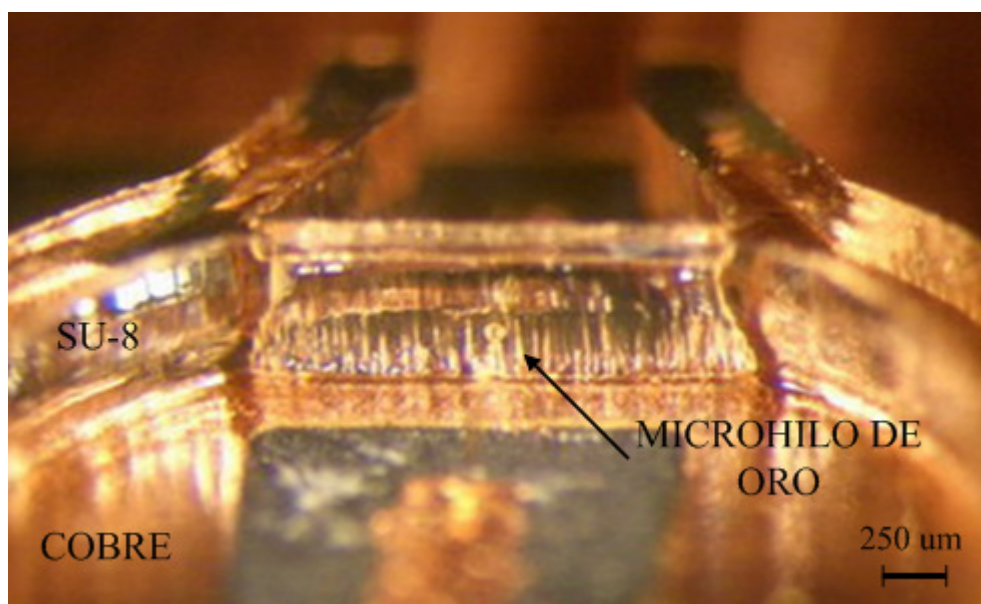


Figura 6.12: Membrana de la válvula mostrada anteriormente, que separa el depósito del microcanal. Debido al enfoque de la cámara, el microhilo de oro que atraviesa la membrana por su parte inferior se ve demasiado borroso, sin embargo se aprecia perfectamente el punto de la membrana por el que cruza.

A continuación se limpiará el PCB y el SU-8, para proceder a su adhesión con la cubierta de metacrilato. Para ello, una fina capa de SU-8 2025 se depositará sobre el metacrilato mediante el spincoater, uniéndose a continuación esta parte cubierta de SU-8 con el resto de la estructura. El peso de la propia tapadera provocará que la capa de SU-8 se distribuya uniformemente sobre las paredes de la válvula, sin necesidad de aplicar presión alguna. Para ello, será necesario calcular la cantidad de SU-8 necesaria para que la deposición no sea demasiado gruesa y obstruya los depósitos, por lo que este paso será crítico en nuestro proceso.

Sin embargo, la ausencia de presión sobre la tapadera en el pegado, así como la elevada altura de las paredes de los depósitos y el microcanal, minimizarán este problema, ya que sería necesaria mucha cantidad de SU-8 para obstruir la estructura por completo. No obstante, el sobrante de un espesor de resina mal calculado podría derramarse por la estructura y ensanchar la anchura de la membrana en su parte superior, disminuyendo su altura efectiva y afectando al comportamiento del dispositivo.

El volumen del SU-8 desplazado en el proceso de pegado dependerá de su espesor así como de las dimensiones de las paredes que forman parte de la estructura de

la válvula [51]. La figura 6.13 muestra un esquema de cómo se desplazaría el SU-8 de la tapadera al pegarla con el resto del dispositivo.

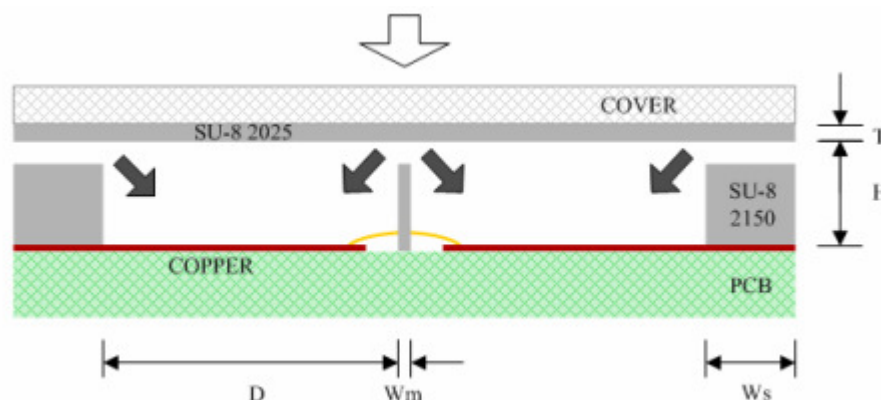


Figura 6.13: Sección transversal del desplazamiento del SU-8 de la tapadera al aplicar presión.

La relación entre las dimensiones de las paredes y cavidades, y el espesor del SU-8 depositado sobre el metacrilato para no provocar ninguna obstrucción que cubra el hilo de oro y afecte a la actuación térmica, así como al flujo de fluido una vez activada la válvula, se muestra en la expresión siguiente:

$$\frac{2D \cdot H}{W_s + W_m + 2D} \geq T \quad [34]$$

Donde D será la distancia entre las paredes de la microválvula, H su altura, T el espesor de la capa de SU-8 en el metacrilato y W_s y W_m la anchura de las paredes y de la membrana, respectivamente. Como esta ecuación es muy poco restrictiva, al garantizar sólo que los depósitos no se llenen por completo de SU-8, en nuestro caso impondremos la condición de que la resina no disminuya la altura efectiva de la membrana en más de un 5%, para que así no afecte demasiado el proceso de pegado a su relación de aspecto final. Con esta condición y las dimensiones de la válvula, calcularemos el espesor límite de SU-8 que podemos depositar en el metacrilato:

$$\frac{0,05 \cdot 2 \cdot 3600 \cdot 500}{500 + 40 + 2 \cdot 3600} = 23,25 \mu m \geq T \quad [35]$$

Vemos por tanto como el espesor de la deposición sobre la tapadera no deberá superar las 23,25 μm . Sin embargo, en el laboratorio se comprobó que aunque la deposición sobre el PCB era uniforme, a veces presentaba variaciones de hasta 40 μm en su altura, por lo que fue conveniente igualar al menos este valor en la deposición de la tapadera para evitar posibles zonas despegadas. Aunque de este modo perdamos algo más del 5% de altura efectiva de membrana, con este margen de seguridad garantizaremos un buen sellado en toda la estructura.

Para conseguir una deposición de 40 μm , se depositó SU-8 2025 sobre un rectángulo de metacrilato previamente cortado de 1×1,5 cm y se empleó una rampa de 500 rpm durante 5 segundos y una etapa de 2700 rpm durante 40 segundos con el spincoater. A continuación se colocó la tapadera sobre la válvula, inspeccionando con un microscopio como el SU-8 se extendía por la totalidad de la parte superior de las paredes, para a continuación insolar el conjunto con luz ultravioleta durante 2,5 minutos. Una vez hecho esto, la tapadera de metacrilato queda perfectamente adherida a la estructura de la microválvula, presentando una unión SU-8 - SU-8 mucho más fuerte de la que hubiésemos conseguido empleando otra resina epoxi como adhesivo, como se demuestra en trabajos anteriores [52]. Este pegado garantizará la ausencia de fugas en todo el depósito cuando sea sometido a presión en los ensayos realizados a continuación.

Por último, se soldaron unos cables a los pads externos de las pistas de cobre, para poder inyectar corriente eléctrica en los ensayos a través del microhilo. El proceso completo de fabricación no superó las 12 horas, aunque es posible reducirlo a menos de 3 horas empleando una luz UV colimada de alta potencia y haciendo el vacío en la etapa de soft bake, para eliminar mucho antes el disolvente.

6.4.3 Tolerancias del proceso

Tras completar el proceso de fabricación, el dispositivo creado presentará ciertas tolerancias en sus dimensiones, que conviene citar antes de proceder a realizar pruebas en el laboratorio. Estas variaciones, y especialmente en las dimensiones de la membrana, aunque sean minúsculas pueden afectar en gran medida al comportamiento del dispositivo, puesto que un error de tan sólo 5 μm para un espesor de 40 μm , y una

variación de menos del 10% en una altura efectiva de 500 μm , podría transformar una relación de aspecto teórica de 12,5:1 en una real en torno a 10:1. Este cambio por ejemplo, provocaría que aunque tuviésemos una tensión mecánica teórica cercana a los 55 MPa en la membrana, la tensión mecánica real se encontrase en torno a los 35 MPa.

En la siguiente gráfica se muestra lo que afectan estas tolerancias de fabricación, expresadas en variaciones de espesor y altura de la membrana respecto a nuestras dimensiones, a la tensión mecánica ejercida por una presión máxima de 7 atmósferas:

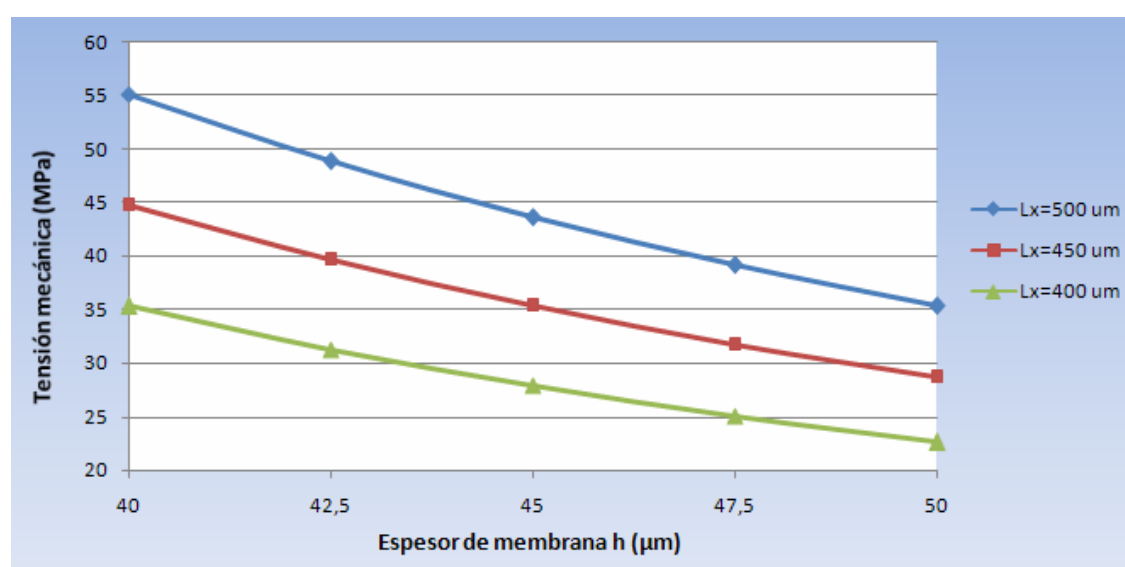


Figura 6.14: Tensión mecánica sufrida por la membrana al aplicar 7 Atm. ante diferentes variaciones en la altura y espesor.

Por lo tanto, trataremos de cuantificar previamente estas tolerancias. En cuanto a la altura de la membrana, se comprobó en el laboratorio mediante un microscopio de precisión que la variación máxima entre dos válvulas adyacentes estaba en torno a las 35 – 40 μm . Recordemos además que contamos con una pequeña pérdida de altura efectiva en torno al 5% debido al proceso de pegado con la tapadera. Por otra parte, la membrana presentaba una pequeña rebaba en sus paredes que ensanchaba su perfil en torno a las 5 μm . En un principio se pensó que este efecto era producido por la larga duración de la insolación sin descansos intermedios para bajar la temperatura en la placa, pero tras varios ensayos se demostró que no era debido a este fenómeno.

Es importante destacar que esta rebaba se acentúa más en el extremo superior de la membrana, por lo que las medidas realizadas desde una vista totalmente perpendicular a la estructura pueden ofrecer impresiones erróneas. En las fotografías 6.15.a y 6.15.b se muestra una vista superior de la membrana, donde con la ayuda de un microscopio de precisión se aprecia perfectamente la pequeña rebaba citada.

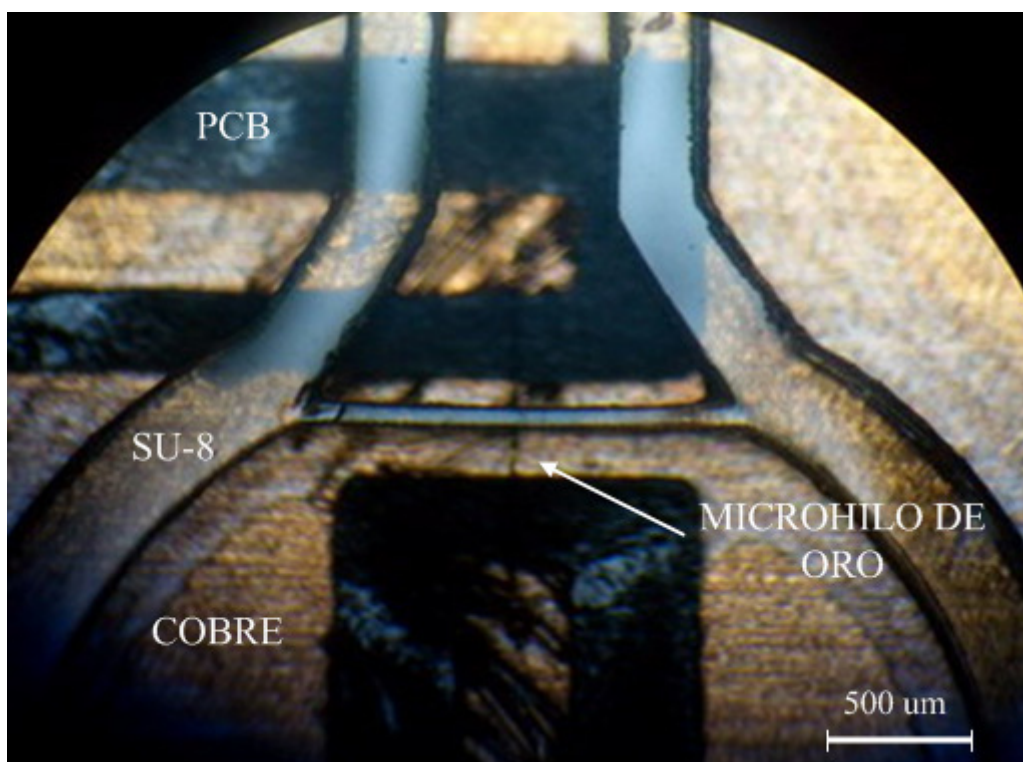


Figura 6.15: (a) Vista superior de la membrana. Se observa como se sustenta sobre una pista de cobre preparada para tal efecto, mejorando así la adherencia SU-8-sustrato. El hilo atraviesa la membrana justo por la parte media.

Además de estas tolerancias en el proceso de fabricación, en la figura 6.12 se pueden apreciar unas estrías verticales a lo largo de toda la membrana, debidas a que los trazos de la máscara realizados con el fotoplotter no son perfectamente rectos, presentando cierta granulosidad. Este efecto hará que en realidad la membrana presente una superficie ligeramente ondulada en vez de lisa, lo que provocará otra pequeña variación respecto a los cálculos teóricos. Todas estas medidas deben realizarse antes de pegar la tapadera de metacrilato, ya que aunque sea transparente, dificulta enormemente la apreciación de las dimensiones, especialmente en una vista superior, donde la resina de la tapadera tenderá a extenderse alrededor de todo el perímetro de la membrana.

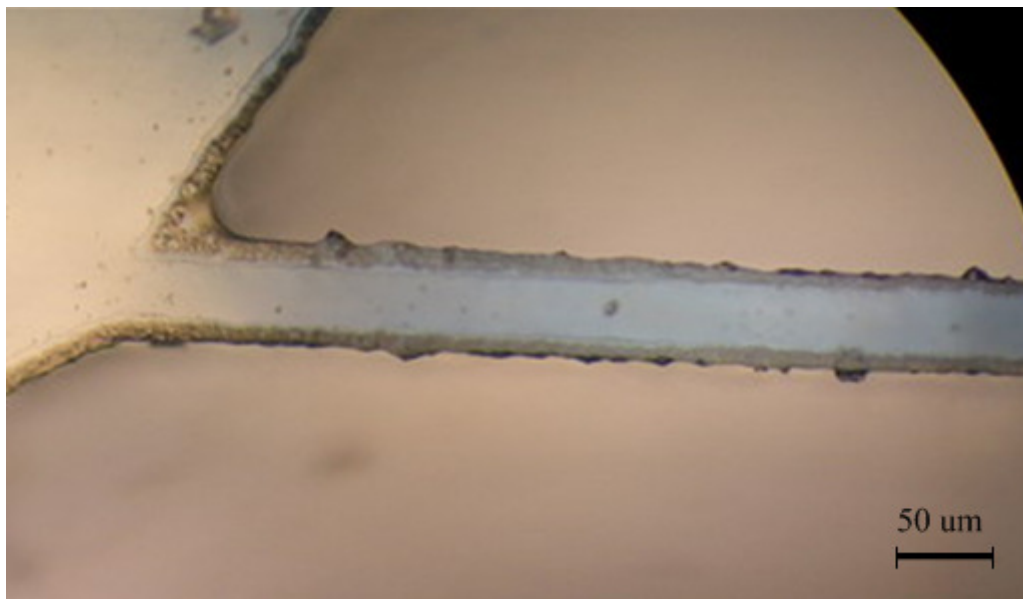


Figura 6.14: (b) Ampliación de la parte izquierda de la membrana, donde se aprecia la rebaba mencionada anteriormente y que ensancha ligeramente las dimensiones de espesor impuestas por la máscara.

Por último, se muestra una fotografía de la membrana (fig. 6.16) cuando no se ha logrado una buena adherencia con el cobre del sustrato y el líquido revelador penetra por debajo del SU-8, quedando la estructura en forma de puente provocando fugas de presión. Este efecto es comúnmente debido a una subexposición en la etapa de insolado, ya que las paredes tienden a estrecharse a medida que aumenta la distancia con la fuente de luz.

De este modo a las zonas bajas de la membrana les llegará menos energía luminosa, siendo posteriormente más vulnerables al revelado. Será por tanto muy importante elegir un periodo de insolación apropiado y no demasiado corto. Estas válvulas defectuosas, junto con las que presentaban perfiles ensanchados fuera del margen correcto de espesor, fueron desechadas antes de pasar a la caracterización experimental. Para concluir, la tasa aproximada de dispositivos útiles debido a estas tolerancias fue en torno al 65-70%, lo que demuestra una repetitividad aceptable del proceso de fabricación.

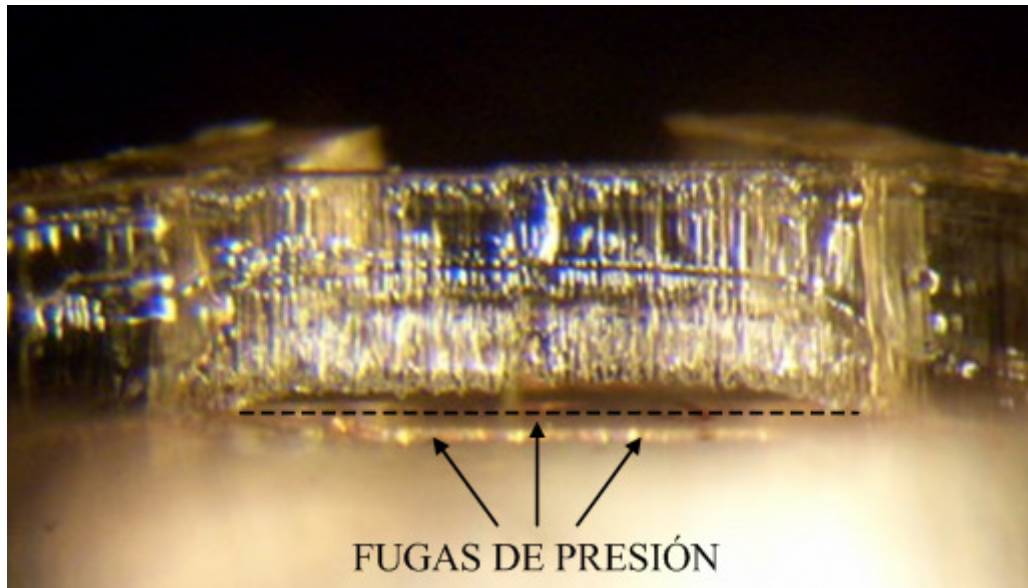


Figura 6.16: Efecto de la subexposición sobre la membrana, quedando la parte baja despegada del sustrato y presentando una estructura suspendida, en contacto con el resto del dispositivo tan sólo por los extremos. La línea de puntos muestra hasta donde debería llegar la altura de la membrana por la parte inferior para que no se produjesen fugas de presión.