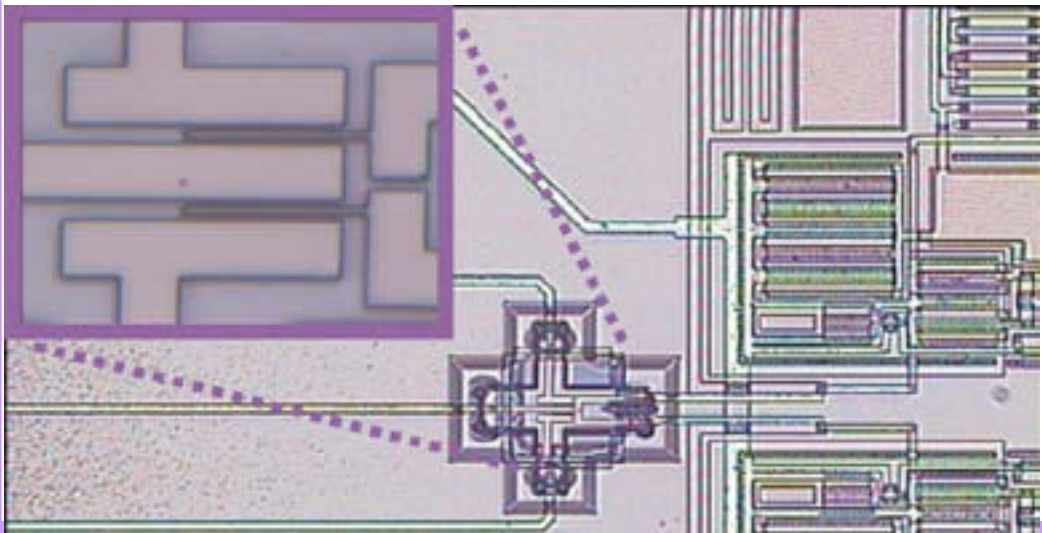




Universitat Autònoma de Barcelona

Diseño y fabricación de sistemas micro / nano electromecánicos integrados monolíticamente para aplicaciones de sensores de masa y sensores biológicos con palancas como elementos transductores



Memoria presentada por
María Villarroya Gaudó
para optar al Grado de
Doctora en Ingeniería Electrónica



Universitat Autònoma de Barcelona

Diseño y fabricación de sistemas micro / nano electromecánicos integrados monolíticamente para aplicaciones de sensores de masa y sensores biológicos con palancas como elementos transductores

**Memoria presentada por
María Villarroya Gaudó
Para optar al Grado de
Doctora en Ingeniería Electrónica**

Bellaterra, Junio 2005

Portada: Imagen óptica de un sensor de masa formado por dos cantilever de silicio cristalino, integrado monolíticamente con la circuitería de excitación y detección. En detalle, ampliación del transductor micromecánico. La configuración mostrada cuenta con un circuito de detección para cada uno de los cantilevers de forma que permite realizar medidas diferenciales. Los cantilevers de la figura miden 0,8 μm de ancho, 35 μm de largo y 1 μm de grueso, de forma que la resolución en masa es de 33 ag/Hz.



Universitat Autònoma de Barcelona
Dept. D'Enginyeria Electrónica

La Dra. Núria Barniol Beumala, Catedrática de Electrónica, del Departamento de Ingeniería Electrónica de la Univerisdad Autònoma de Barcelona,

CERTIFICA

Que el trabajo *Diseño y fabricación de sistemas micro / nano electromecánicos integrados monolíticamente para aplicaciones de sensores de masa y sensores biológicos con palancas como elementos transductores* que presenta María Villarroya Gaudó para optar al grado de Doctora en Ingeniería Electrónica ha sido realizado bajo su dirección.

Bellaterra, Junio de 2005

Dra. Núria Barniol Beumala

Agradecimientos

En primer lugar, quiero dar las gracias a la Catedrática Núria Barniol Beumála, mi directora, por su dedicación y apoyo en la realización de este trabajo.

También quiero agradecer a mis compañeros del grupo ECAS su colaboración en la obtención de algunos resultados. En especial tengo que agradecer la colaboración de Jaume Verd por toda su ayuda en lo relativo a los circuitos, en el diseño y en la realización de las medidas. Agradezco además a Jordi y Gabriel sus explicaciones sobre los modelos del sistema y las medidas experimentales. Gracias a Arantxa, por su ánimos, explicaciones y sobre todo su amistad. Gracias también a Joan Lluís y a Francesc.

No me podría olvidar de:

Francesc Pérez Murano, del Instituto de Microelectrónica de Barcelona-Centro Nacional de Microelectrónica, por todos sus consejos y ayuda durante la realización de esta tesis.

Los compañeros de los proyectos Nanomass y Nanobiotec, del CNM. En especial, quiero expresar mi agradecimiento a Jaume, Eduard, Francesca y Josep, por todas sus recomendaciones y ánimo durante la realización de esta tesis.

Tampoco podría olvidar el apoyo de los otros grupos que han intervenido en los distintos proyectos y han hecho posible la obtención de los resultados, a Fausto Sanz e Ismael Díez, por las medidas electroquímicas, y al resto de compañeros del proyecto Nanomass de la Universidad de Lund y de la Universidad Técnica de Dinamarca.

A los compañeros del MIC (Microelectronic Centret, en Lyngby Dinamarca), porque si no hubiera tenido la posibilidad de realizar los procesos en su sala blanca por mí misma, no

habría sido capaz de entender muchos de los resultados. Particularmente, a Anja Bojsen, Esko Forsen, Zach Davis y a Montse Calleja, que contribuyó a que la estancia en la fría Dinamarca fuese más cálida.

A Albert Romano, por las facilidades ofrecidas para utilizar el FIB. A Jaques Gierack y a sus colaboradores por la posibilidad de probar la aplicación de su sistema FIB para la fabricación de sistemas nanomecánicos.

A Gemma y a Cristina, por las largas horas pasadas en el laboratorio de Nanotecnología del CNM, por su ayuda y paciencia en todos los procesos que hemos tenido que hacer juntos: imágenes y litografía con el AFM como con el SEM. A Xevi, por las imágenes de los ataques RIE que tanto ha costado poner a punto.

A M^a Ángeles Benítez, Josep Maria Cirera, Marta Duch, Marta Gerbolés, Carles Mateu, Raquel Palencia Ana Sánchez y al resto de técnicos y técnicas de la Sala Blanca del Centro Nacional de Microelectrónica y del Laboratorio de Ambiente Controlado de la Universidad Autónoma de Barcelona, por transmitirme parte de su experiencia para poder realizar los distintos procesos, especialmente, por toda la paciencia que han tenido con esos “procesos difíciles” que no sabíamos nunca por qué eran distintos.

Quiero agradecer al resto de compañeros de Departamento de Electrónica de la Universidad Autónoma de Barcelona por los cafés, las conversaciones en los pasillos, sus consejos y palabras de ánimo,... esos momentos relajados que tan necesarios son. Gracias en especial a Joan, David, Marc y Xavi. También quiero agradecer a los compañeros de la Universidad de Zaragoza, que con tanto viaje, ida y venida, nunca sabían donde estaba.

A “los de Zaragoza” del CNM, gracias Celeste, Guillermo, Justo, Miguel, Marta, M^a Jesús y Manolo porque recordar el acento maño de vez en cuando se agradece estando fuera de casa.

A los compañeros y amigos de la Federación de Jóvenes Investigadores/ Precarios y D-Recerca por las ganas y entusiasmo con el que todos veis la investigación. Por el apoyo en los momentos difíciles, por intentar, entre todos, que la vida de investigador sea un poco más fácil y por los logros conseguidos, que nunca nos son suficientemente agradecidos. Y

especialmente por las amistades que han surgido tras las manifestaciones y reuniones, que han hecho mucho más fácil mi estancia en Barcelona.

A mi familia y amigos, por haber estado ahí intentando preguntar cómo iba la tesis, sin acabar de entender exactamente qué son los *cantilevers* y mucho menos lograr entender para qué sirven, aunque les pareciera simplemente fascinante. Quiero agradecer especialmente a mis padres y hermanos todo su apoyo, en particular a mi madre y hermana: sus comentarios y correcciones gramaticales, haber hecho el esfuerzo de leerse parte de la memoria, sin entender mucho de que iba. También quiero agradecer los ánimos de mi abuela, que han sido sin duda especiales, sobre todo sus comentarios y recuerdos de la época que pasó en Madrid cuando empezó a investigar, afortunadamente ahora las cosas son algo más fáciles.

Finalmente, quiero agradecer a Luis su incondicional apoyo, pues ha sufrido el final de esta tesis en primera fila.

María
Junio 2005
Bellaterra (Barcelona)

Índice

Capítulo 1	Introducción	1
1.1	Antecedentes	1
1.2	Síntesis del trabajo	3
1.3	Objetivos y Metodología del trabajo	4
1.4	Estructura de la memoria	5
Capítulo 2	Sensores Basados en Sistemas Micro/Nanomecánicos	9
2.1	Sistemas micro/nano electro mecánicos	9
2.1.1	El mercado de los microsistemas	10
2.1.2	Integración mecánico-eléctrica	12
2.1.3	La reducción de dimensiones: los nanosistemas	13
2.1.4	Escalado Dimensional	14
2.2	Sensores	15
2.2.1	Sensores de masa	18
2.2.2	Sensores Químicos	21
2.3	Sensores basados en palancas de silicio	23
2.3.1	Ventajas del silicio para fabricar microsistemas	25
2.3.2	Propiedades mecánicas de los cantilevers	26
2.3.3	Características de los sensores estáticos	29
2.3.4	Características de los sensores Dinámicos o AC	31
2.4	Sensores basados en palancas micrométricas resonantes con excitación electrostática y detección eléctrica	37
2.5	Detección de la deflexión mediante corriente electroquímica	41
2.6	Resumen del capítulo	43

Capítulo 3 Técnicas de Fabricación de Transductores

Micro/Nanomecánicos.	45
3.1 Tecnologías de micromecanizado	45
3.1.1 Micromecanizado de superficie	46
3.1.2 Micromecanizado de volumen	48
3.2 Técnicas litográficas	50
3.2.1 Estado del arte de las técnicas litográficas	51
3.2.2 Fotolitografía óptica, ultra-violeta y rayos X	53
3.2.3 Litografía por microscopio de fuerzas atómicas (AFM)	57
3.2.4 Litografía por haz de electrones	61
3.2.5 Litografía por haz focalizado de iones (FIB)	63
3.2.6 Otras técnicas litográficas	65
3.3 Técnicas de grabado	66
3.3.1 Grabado Húmedo	67
3.3.1.1 Grabado de silicio	68
3.3.1.2 Grabado de silicatos: SiO_2 y Si_3N_4	69
3.3.1.3 Grabado de metales: Aluminio	69
3.3.2 Grabado Seco	70
3.3.2.1 Grabado por iones reactivos	71
3.3.2.2 Ataque mediante haz focalizado de iones	73
3.4 Técnicas de caracterización del micromecanizado	73
3.5 Resumen del capítulo	75

Capítulo 4 Sensor de masa formado por una matriz de palancas de polisilicio integrada monolíticamente con CMOS

4.1 Diseño del sensor y tecnología utilizada	77
4.1.1 Características tecnológicas	78
4.1.2 Diseño de las áreas de fabricación	80
4.2 circuitería de control, excitación y detección de la matriz de cantilevers	82
4.2.1 Matriz de cuatro cantilevers sin multiplexación: medidas diferenciales	83
4.2.2 Gestión y diseño de las matrices con multiplexado	84
4.2.3 Características del circuito de amplificación	87
4.2.4 Distribución en el chip	89

4.3	Proceso de fabricación del transductor	91
4.3.1	Diseño del área de fabricación con los niveles CMOS	91
4.3.2	Fabricación de transductores definidos mediante fotolitografía	92
4.3.2.1	Diseño de la máscara para definir las matrices de cantilevers	93
4.3.2.2	Proceso de fabricación de las palancas mediante litografía UV	95
4.3.2.3	Resultados: cantilevers definidos ópticamente	97
4.3.3	Definición de las estructuras mediante litografía por haz de electrones	103
4.3.3.1	Definición del proceso	104
4.3.3.2	Consideraciones especiales de la litografía por haz de electrones	105
4.3.3.3	Resultados: cantilevers nanométricos	107
4.4	Caracterización del sensor	110
4.4.1	Medidas diferenciales en matrices de cuatro cantilevers	111
4.4.2	Matriz de ocho cantilevers con multiplexado en escalera	115
4.4.3	Medidas en vacío	116
4.5	Conclusiones del capítulo	117

Capítulo 5 Utilización De Sustratos SOI Para Fabricar Sensores De Masa Basados En Palancas De Silicio Cristalino **119**

5.1	Características del sensor: utilización de silicio cristalino como capa estructural	119
5.2	Compatibilización de los sustratos SOI con la tecnología CMOS	122
5.2.1	Definición de áreas SOI: necesidad de transiciones suaves	123
5.2.2	Conexión eléctrica sobre las transiciones	125
5.2.3	Características de la circuitería CMOS sobre una oblea SOI preprocesada	128
5.3	Diseño del sensor	129
5.3.1	Características de la circuitería de lectura	129
5.3.2	Diseño de los sistemas transductores	131
5.3.3	Características de las áreas de fabricación de los transductores	132
5.3.4	Diseño del chip	134
5.4	Proceso de fabricación	135
5.4.1	Preparación de sustratos	135
5.4.2	Proceso CMOS	138
5.4.3	Post proceso: preparación para la fabricación del transductor	138

5.5	Fabricación de los transductores mecánicos	139
5.5.1	Definición de estructuras mediante fotolitografía	139
5.5.2	Cantilever definidos mediante litografía por haz de electrones	143
5.5.3	Cantilevers definidos mediante litografía por AFM combinada con láser	143
5.6	Caracterización del sensor	145
5.6.1	Caracterización eléctrica	146
5.6.2	Estabilidad del sistema	149
5.6.3	Medidas de masa:	150
5.7	Conclusiones del capítulo	156

Capítulo 6 Fabricación de un sensor químico para detección electroquímica **159**

6.1	Características del sensor	159
6.1.1	Principio de funcionamiento	159
6.1.2	Características del diseño	161
6.2	Proceso de fabricación	165
6.2.1	Proceso 1: micromecanizado de volumen mediante ataque húmedo	165
6.2.2	Proceso 2: micromecanizado de volumen mediante ataque seco	168
6.3	Fabricación de la separación nanométrica entre electrodos	169
6.3.1	Litografía mediante AFM combinada con RIE	169
6.3.2	Litografía FIB combinada con RIE	175
6.3.3	Definición de la separación entre electrodos mediante FIB	180
6.4	Resultados correspondientes al tercer demostrador	182
6.4.1	Resultados de los procesos de fabricación	182
6.4.2	Caracterización mecánica del dispositivo	184
6.4.3	Caracterización electroquímica del dispositivo	186
6.5	Conclusiones del capítulo	190

Capítulo 7 Conclusiones y prospectiva **193**

7.1	Síntesis de los resultados obtenidos	193
7.2	Aportaciones del trabajo recogido en la memoria	196
7.3	Líneas futuras	197

Apéndice A Breves Nociones sobre Electroquímica	199
Apéndice B Tecnología CMOS CNM 25	203
Apéndice C Contribuciones a que ha dado lugar este trabajo	207
Bibliografía	211
Términos y abreviaturas	233

A Luis

Y a Isabel, mi abuela

Capítulo 1 Introducción

1.1 Antecedentes

La presente memoria es resultado del trabajo realizado en el grupo Circuitos y Sistemas Electrónicos (ECAS, *Electronics Circuits and Systems* [ECAS-04]) del Departamento de Ingeniería Electrónica de la Universidad Autónoma de Barcelona. Este grupo lo dirige Núria Barniol Beumala, catedrática de Universidad y directora de la presente tesis. La experiencia del grupo en el diseño de circuitería, en microscopía de fuerzas atómicas y en fabricación de microsistemas para crear sensores de masa basados en palancas resonantes ha propiciado un ambiente idóneo para llevar a cabo esta investigación. Cabe destacar que el grupo ECAS es Unidad Asociada del Instituto de Microelectrónica de Barcelona del Centro Nacional de Microelectrónica (IMB-CNM), perteneciente al Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC), lo que me ha facilitado el uso de sus instalaciones y una estrecha colaboración concretamente con los grupos de Microsistemas y Nanotecnología.

Los resultados que se recogen en esta memoria se han obtenido mediante la investigación sustentada principalmente por los proyectos de Investigación *Nanomass II: Nanoresonators with integrated circuitry for high sensitivity and high spatial resolution mass detection* (IST-2001-33068) y *Nanobiotec: Integración de tecnología microelectrónica y procesos de nanofabricación para el desarrollo de sensores de masa/biosensores* (DIP2000-0703-C03).

- **Nanomass II:** Los principales objetivos del proyecto son i) Desarrollo de tecnologías combinando circuitería CMOS y procesos nanotecnológicos, y ii) desarrollo de técnicas de fabricación de sensores de masa nanomecánicos

basados en palancas resonantes de silicio. El sensor de masa debe permitir monitorizar simultáneamente múltiples procesos físicos y/o químicos; por ejemplo, se podrá utilizar como sensor ambiental o bioquímico.

- **Nanobiotec:** El objetivo general del proyecto es la fabricación de dos nuevos tipos de sensores, fabricados por la combinación de técnicas de fabricación microelectrónicas y de nanofabricación. El primero de los sensores será un sensor de masa de alta resolución y para ello operará en ambiente seco; el segundo será un sensor bioquímico que permita medidas in situ, es decir, será preciso que opere en medio líquido. Dada la extrema sensibilidad del sensor, en el marco del proyecto se evaluará la viabilidad para la detección de biomoléculas, de forma que al final del proyecto se espera disponer de un sistema ultrasensible de diagnóstico que requiera una ínfima cantidad de materia.

En el proyecto europeo *Nanomass II* han participado los siguientes grupos de investigación:

- los grupos de Microsistemas y Nanotecnología del IMB-CNM, estos grupos han sido responsables de la tecnología utilizada para la implementación de los sistemas. En las instalaciones del IMB-CNM se han realizado los procesos de microfabricación CMOS y post-CMOS,
- el grupo de la división de Física del Estado Sólido/ Consorcio de Estructura Nanométrica de la Universidad de Lund (Suecia), donde se han definido los nano resonadores por litografía por haz de electrones y
- el grupo de Biosensores del MIC: Departamento de Micro y Nanotecnología, de la Universidad Técnica de Dinamarca, donde se ha hecho la litografía con láser para unir el transductor con la circuitería CMOS, la transferencia del patrón y el ataque de la capa sacrificial para la liberación de las estructuras nanométricas.
- el grupo ECAS, encargado de la coordinación del proyecto, del diseño de los transductores y su modelado, del diseño de la circuitería así como de la caracterización eléctrica del sistema completo.

En el proyecto estatal *Nanobiotec* se ha colaborado con los grupos de Nanotecnología y de Microsistemas del IMB-CNM y con el Grupo de Electroquímica de Materiales y Nanotecnología, del departamento de Química Física de la Universidad de Barcelona. De este último grupo cabe destacar que han sido los encargados, en el caso del sensor para detección electroquímica, de estudiar las propiedades y características del silicio utilizado para poder funcionalizar la superficie y permitir la detección de distintas sustancias. Además en sus instalaciones y con su colaboración ha sido posible realizar las medidas electroquímicas.

Para comprender el funcionamiento global del sistema es imprescindible incluir algunos resultados obtenidos por otros miembros del grupo, así como contribuciones de los diversos grupos de investigación dentro de los proyectos. A lo largo de la presente memoria se indicará cual es el trabajo realizado directamente y las contribuciones de otros grupos de investigación y compañeros dentro de los proyectos.

1.2 Síntesis del trabajo

En el trabajo realizado se han desarrollado sistemas micro y nano electromecánicos (MEMS y NEMS) para implementar sensores de masa y sensores químicos o biológicos. Se ha trabajado en todo momento bajo dos aproximaciones distintas de sensores basados en palancas¹: la primera, se trata de un sensor de masa resonante que trabaje en aire y de una resolución en masa superior; la segunda, se trata de un sensor biológico que trabaja en medio líquido (medio habitual de las biomoléculas). La primera aproximación se utilizará para implementar matrices de sensores y para la realización de sensores donde la capa estructural sea silicio cristalino, utilizando para ello substratos de silicio sobre óxido (en general, silicio sobre aislante, SOI, *silicon on insulator*).

La decisión de trabajar bajo estas dos aproximaciones está motivada por la demanda de sensores biológicos y químicos de alta precisión y gran sensibilidad y por el marco en el que se ha llevado a cabo esta investigación, presentado en el apartado 1.1. La precisión

¹ En el contexto de sensores y microsistemas se entiende por palanca una estructura rectangular anclada únicamente por un extremo. En diversa literatura se cita como voladizo o viga. Se utiliza también el vocablo inglés, *cantilever*, ya que este vocablo es más específico para determinar este tipo de transductor mecánico y su uso está extendido dentro del ámbito de MEMS. Ambos vocablos se utilizan en la presente memoria.

requerida en las medidas y la necesidad de detectar cantidades cada vez más pequeñas provoca la disminución de las dimensiones del transductor. Cuando se disminuyen las dimensiones del transductor la señal detectada disminuye, por lo que es necesaria la integración de la circuitería de lectura con el transductor, lo que requiere la integración completa de los sensores dentro de sistemas micro o nano (dependiendo de las dimensiones del transductor) electromecánicos, MEMS o NEMS.

Las palancas o *cantilevers* son uno de los elementos transductores más adecuados para la fabricación de sensores de masa y sensores químicos [Lavrik-04]. Son fáciles de funcionalizar, sus características mecánicas son muy sensibles a variaciones de masa y existen diversos métodos (estáticos y dinámicos) para detectar éstas variaciones. Por esta razón, se opta por la utilización de estos elementos como transductores.

1.3 Objetivos y Metodología del trabajo

El principal objetivo es la implementación de sensores de alta resolución basados en palancas, utilizando tecnologías de silicio. Este objetivo se puede particularizar en los siguientes desarrollos:

- Determinación de la tecnología de fabricación óptima para la implementación de sensores basados en palancas, considerando la posibilidad de que los sensores trabajen en aire o vacío y en líquido.
- Establecimiento de las técnicas de detección y excitación adecuadas para los sensores basados en palancas.
- Compatibilización de las tecnologías de fabricación de sensores con las tecnologías CMOS que permitan integrar monolíticamente el transductor y la circuitería de control necesaria.

Para alcanzar estos objetivos, como metodología de trabajo se han elaborado tres demostradores, desarrollando el diseño, fabricación y caracterización de los tres sistemas.

- El primer demostrador consiste en implementar sensores formados por matrices de palancas resonantes con excitación y detección eléctrica utilizando el mismo sustrato. Se utiliza polisilicio como capa estructural de las palancas, por ser una de

las capas disponibles de la tecnología CMOS. Se diseñarán matrices de palancas y la circuitería digital para el control de las mismas. Así mismo se fabricarán palancas definidas mediante litografía óptica². En el proyecto *Nanomass II* también se realizan palancas mediante litografía por haz de electrones, la ventaja de realizarlas con fotolitografía es que se realiza el proceso en paralelo que permite disponer de mayor número de dispositivos. Para completar el objetivo, se caracterizará eléctricamente el dispositivo.

- El segundo demostrador es un sensor de masa resonante de alta resolución (para obtener una resolución de masa en vacío en el rango de 10^{-19} g y espacial de 100 nm); el transductor y la circuitería de control se implementan sobre el mismo sustrato. La capa estructural del transductor es silicio cristalino, para ello se utilizan sustratos SOI. Se ha realizado el estudio de la compatibilización de los sustratos SOI con la integración monolítica de la circuitería CMOS.
- El tercer demostrador consiste en un sistema transductor que opera en medio líquido como sensor químico o biológico. El elemento transductor será una palanca de silicio cristalino que por presencia de una determinada sustancia sobre su superficie se defleca. La deflexión de la palanca se mide mediante la variación de la corriente electroquímica entre la palanca (que actúa como electrodo) y un electrodo fijo colocado a distancia nanométrica de los extremos del electrodo palanca. Se diseña el sistema y el proceso de fabricación (poniendo especial énfasis en la definición de las separaciones nanométricas entre los electrodos). Finalmente se valida el funcionamiento caracterizando el dispositivo.

1.4 Estructura de la memoria

Esta memoria está dividida en 7 capítulos, los cuales pueden agruparse en tres grandes apartados, introducción y estado del arte (capítulos 1 a 3), resultados experimentales (capítulos 4 a 6) y conclusiones (capítulo 7).

² La litografía óptica recibe también el nombre de fotolitografía, ambas denominaciones se usan indistintamente a lo largo de la memoria.

En el **capítulo 2** se presenta una introducción a los sistemas microelectromecánicos, indicando las características y tendencias de mercado actuales, se particulariza con los MEMS como sensores y más concretamente el estado del arte de los sensores de masa y sensores químicos, destacando los sensores que utilizan palancas como elemento transductor. Se muestran diversas técnicas de detección de la deflexión de la palanca, en caso de sensores estáticos, y técnicas de detección y excitación para palancas resonantes. Dentro de las diversas técnicas, se particulariza en la excitación y detección eléctrica de palancas resonantes y en el uso de detección mediante corriente electroquímica en el caso de deflexión estática; dado que éstas son las técnicas que se utilizan en los tres demostradores.

En el **capítulo 3** se presentan las tecnologías de fabricación de sensores estándar: micromecanizado de superficie y micromecanizado en volumen. Se presenta el estado del arte de las técnicas de litografía aplicadas a micro y nano sistemas y la resolución alcanzable por cada una de ellas. En mayor detalle se definen las técnicas de litografía utilizadas. También se incluyen las características de las técnicas de grabado utilizadas y su influencia en el mecanizado. En el último apartado del capítulo se presentan el estado del arte de las técnicas de caracterización de las estructuras micro/nano-mecánicas.

En el **capítulo 4** se recogen los resultados correspondientes al primer demostrador, donde se ha fabricado un sensor compuesto por una matriz de palancas resonantes de polisilicio. Se presenta el diseño tanto del sensor, los resultados de la fabricación y por último la caracterización eléctrica del demostrador.

Los resultados correspondientes al sensor resonante sobre sustratos SOI, utilizando silicio cristalino como capa estructural, se recogen en el **capítulo 5**. Se ha hecho énfasis en el estudio de la adaptación de los sustratos para la compatibilización de la tecnología CMOS con la fabricación de estructuras micro/nanomecánicas sobre sustratos SOI, como parte previa al diseño del sensor. Se presenta el diseño, fabricación y caracterización de estos sensores, así como la demostración de su funcionamiento para detectar pequeñas masas depositadas sobre el *cantilever*.

En el **capítulo 6** se presenta el tercer demostrador: la fabricación de un sensor químico o biológico basado en una palanca de silicio cristalino, de forma que la deflexión de la

palanca se detecte por variaciones de corriente electroquímica. En este capítulo, se presenta el diseño del sistema y el proceso de fabricación. Se detallan todos los resultados referentes a la utilización de técnicas nanométricas de litografía y fabricación para definir separaciones entre electrodos inferiores a los 100 nm. Para concluir el capítulo, se incluyen resultados preliminares de la caracterización electroquímica.

Por último, el **capítulo 7** recoge las conclusiones del trabajo realizado, una síntesis de los resultados y aportaciones más relevantes, así como las posibles líneas futuras de investigación.

Hay una serie de resultados y comentarios que sin formar parte intrínseca del trabajo y sin ser del todo relevantes creemos conveniente incluir en esta memoria, por eso aparecen en forma de anexos.

Apéndice A: Incluye nociones básicas sobre detección electroquímica, dado que es una técnica poco usual en el mundo de la microelectrónica y la nanofabricación y no demasiado frecuente como técnica de detección de sensores.

Apéndice B: Resumen de las etapas de un proceso de fabricación estándar de la tecnología CMOS CNM25, utilizada para la implementación de la circuitería integrada.

Apéndice C: Incluye el listado de las publicaciones y contribuciones a congresos que ha dado lugar este trabajo y que avalan su relevancia.

Capítulo 2 Sensores Basados en Sistemas Micro/Nanomecánicos

Como se expone en el Capítulo 1, en el desarrollo del trabajo recogido en la presente memoria se fabrican tres demostradores: dos sensores de masa formados por un sistema micro/nano electromecánico y un sensor biológico con elemento transductor micro/nanomecánico. Como introducción al trabajo realizado y con el fin de compararlo con la tendencia científica actual, en este capítulo se presenta el estado del arte de los sistemas micro y nano electromecánicos, haciendo un especial énfasis en los sensores; dado que es un tema muy amplio, se plantea orientado al trabajo desarrollado durante la presente tesis. Por esta razón se presentan con mayor detalle los sistemas de transducción y detección utilizados en los demostradores fabricados.

2.1 Sistemas Micro/Nano Electro Mecánicos

Un **Microsistema** o **Sistema Microelectromecánico** (MEMS, *Micro-Electro-Mechanical-System*) se define como la integración conjunta de sistemas o dispositivos que combinan componentes eléctricos, mecánicos, fluídricos, ópticos y en general de cualquier dominio de la física, los cuales son fabricados utilizando técnicas y procesos compatibles con la fabricación de circuitos integrados, siendo la escala de estos dispositivos desde las décimas de micra hasta los cientos de micra [Gad-02]. Los sistemas micro-electromecánicos se conocen como MEMS en EE.UU, Tecnología de microsistemas, MST (*Microsystems Technology*) en Europa o Micromáquinas (*Micromechatronic*) en Japón. En general se utilizan indistintamente los vocablos microsistemas y sistemas microelectromecánicos.

Los MEMS integran estructuras muy diversas: palancas, membranas, columnas, orificios, motores,... Para fabricar estos componentes se dispone de las técnicas de microelectrónica y la micromecanización que en el capítulo 3 se presenta en detalle.

Los microsistemas se dividen en dos grandes grupos: sensores, reaccionan ante un estímulo externo, y actuadores, responden ante un determinado estímulo. En general un microsistema puede estar formado por sensores y actuadores, formando lo que se conoce como sistemas inteligentes o *smart sensors* [Beeby-03].

La utilización de sistemas micro-electro-mecánicos, de menores dimensiones y más ligeros, para fabricar sensores, supone una ventaja al aumentar la sensibilidad, reducir el tiempo de respuesta, en ocasiones los MEMS incluyen nuevas funciones, pudiendo además suponer una reducción de coste significativo. Una gran ventaja de fabricar sensores y actuadores que ocupan volúmenes muy pequeños es que pueden crearse laboratorios sobre un chip [Berger-97A]. De este modo pueden utilizarse en la fabricación de instrumentos de análisis químico, por ejemplo, como dosificadores de medicina [Hood-04] o de micromanipulación, por ejemplo, microrobots capaces de manipular células individuales en medios acuosos [Jager-00].

2.1.1 El mercado de los microsistemas

Los microsistemas han resultado ser elementos de gran interés económico. Los microsistemas y su tecnología tienen una serie de cualidades destacables: bajo coste para altos volúmenes de producción, tamaño, peso y consumo de energía pequeños, alta funcionalidad, gran resolución y robustez, además pueden ser biocompatibles. Por todas estas características se trata de productos de gran interés industrial.

El mercado mundial de microsistemas es un mercado emergente y en continuo crecimiento, en el año 2000 se estimaba en 30 millones de dólares y se espera que alcance los 60 millones de dólares en el año 2005, según el último estudio publicado sobre el mercado mundial de los microsistemas [Nexus-02]. Las principales aplicaciones son:

- La fabricación de periféricos de procesadores y aplicaciones multimedia para tecnologías de la información, donde se pueden destacar los cabezales de lectura de disco duro, así como los cabezales de escritura de las impresoras de chorro de tinta.
- Las aplicaciones biomédicas en sistemas para dosificar medicamentos, de diagnóstico y dispositivos médicos, ejemplos de microsistemas encontramos en marcapasos y audífonos.
- En automoción, principalmente en la gama de sensores: por ejemplo, la incorporación de sensores de presión permite el desarrollo de coches menos contaminantes y más eficientes, uno de los dispositivos clave son los acelerómetros que permiten el despliegue de los airbag.
- Aplicaciones domésticas, se incluyen aplicaciones en electrodomésticos y en la domótica.
- Las telecomunicaciones: tanto en dispositivos de RF (radio y microondas) como en las fibras ópticas se están incorporando cada vez más microsistemas.
- Además existen otros campos de aplicación como pueden ser medioambiente, industria química, industria alimenticia, procesos y control industrial o en el sector aeroespacial.

MERCADO DE MICROSISTEMAS POR CAMPOS DE APLICACIÓN

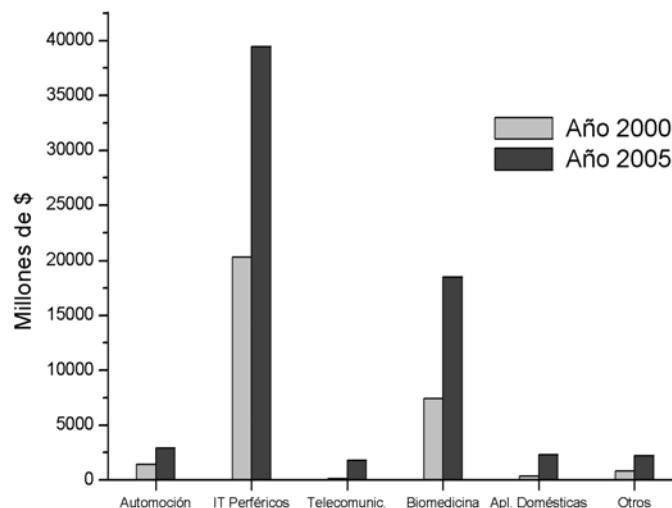


Figura 2.1 Mercado Mundial de Microsistemas en miles de millones de dólares [Nexus-02].

La figura 2.1 muestra el mercado de los MEMS en función de los campos de aplicación, donde se observa el crecimiento exponencial del mercado, aumentando incluso las mejores

expectativas [Nexus-02]. Algunas de las aplicaciones, sobre todo correspondientes a sensores, se verán en detalle en las siguientes secciones.

2.1.2 Integración mecánico-eléctrica

La integración de la circuitería junto con las estructuras mecánicas puede mejorar considerablemente el rendimiento de los MEMS. Sin embargo, el proceso de fabricación de circuitos integrados suele ser largo, complejo y costoso, comparándolo con los procesos de fabricación de los microsistemas. Combinar los microsistemas con los circuitos integrados requiere una cuidadosa consideración de la viabilidad, complejidad, fiabilidad, rendimiento y coste de la fabricación. Existen distintas aproximaciones con sus ventajas e inconvenientes para solucionar los problemas de integración [Judy-01].

En los primeros microsistemas y esquemas con tecnologías más simples se fabrican independientemente los módulos correspondientes a los sensores, actuadores y circuitería. Como última etapa se unen sobre un mismo sustrato y se realizan las conexiones eléctricas mediante soldadura anódica convencional (*wire-bonding*). Este esquema de fabricación de MEMS es lo que se conoce con el nombre de **sistemas multichip** o **integración mixta**.

Una alternativa es la realización del transductor sobre un sustrato y la circuitería sobre otro, que finalmente son unidos mediante soldadura de uno de los sustratos sobre otro. Es lo que se conoce con el nombre de **flip-chip** [Wong-00], técnica ampliamente utilizada. Por ejemplo, con esta técnica Hagleitner et al. proponen un sistema inteligente compuesto por un triple sensor (masa, capacidad y calorimétrico) para detección de gases [Hagleitner-01]. Pogge y colaboradores proponen un método para fabricar MEMS mediante la unión del chip con la circuitería con la estructura mecánica [Pogge-04].

La tendencia actual es la integración monolítica de la parte mecánica del microsistema con la circuitería CMOS, es lo que Analog Devices denomina **iMEMS** (*integrated MEMS*). Esta integración puede llevarse a cabo de diversos modos; en general, es preciso conocer las características de la tecnología CMOS [Maly-87, Sze-94], los procesos y sobre todo la disponibilidad o no de modificarlos durante la fabricación, así dependerá de la tecnología utilizada, si lo permite o no y el control o acceso que se tiene a ella. Algunos

microsensores pueden formarse íntegramente durante del proceso CMOS, por ejemplo algunos sensores de temperatura [Bakker-02]. Otra posibilidad es añadir una serie de procesos que permiten la fabricación de los transductores mecánicos, estas etapas pueden realizarse antes del procedimiento estándar CMOS (pre-CMOS), en medio del procedimiento CMOS (intra-CMOS) o una vez se ha concluido el proceso CMOS (post-CMOS) [Baltes-05]. Existen gran variedad de dispositivos que utilizan estos tres tipos de procedimiento, citaré sólo algún caso, sin que eso signifique que son los únicos. Parameswaran y colaboradores presentan un proceso para fabricar sensores de presión y sensores basados en *cantilevers* mediante micromecanizado de silicio, donde la definición del transductor mecánico es previa a la fabricación CMOS [Parameswaran-95]. Hierold et al. presentan un acelerómetro utilizando un proceso de fabricación de micromecanizado superficial intra-CMOS [Hierold-96]. Otro ejemplo de integración post-CMOS lo presentan Tu y colaboradores [Tu-03] donde definen las capas sacrificiales y estructurales tras el proceso CMOS sobre estos. Incluyo en este breve resumen el trabajo realizado por nuestro grupo, donde se presenta un sensor formado por un microsistema, donde la parte mecánica se define al concluir el proceso CMOS sobre niveles CMOS [Verd-05].

Junto con la integración monolítica CMOS-MEMS, destaca la posibilidad de integrar conjuntamente en el mismo dispositivo distintos sensores o incluso sensores y actuadores. Luo et al. han presentado, por ejemplo, un sistema integrado monolíticamente con la tecnología CMOS compuesto por dos acelerómetros y un giroscopio [Luo-03].

2.1.3 La reducción de dimensiones: los nanosistemas

La reducción de las dimensiones del transductor mecánico ha generado los sistemas nanoelectromecánicos (NEMS, *nanoelectromechanical system*) o nanosistemas, donde las dimensiones abarcan desde las centenas de nanómetro hasta las unidades de nanómetro [Craighead-00]. Actualmente la definición de NEMS es algo más extensa y admite sistemas donde al menos una de las tres dimensiones sea inferior a los 100 nm. Esta reducción del tamaño de los componentes aumenta las funciones y aplicaciones de estos sistemas, proporcionando mayor resolución, velocidad de respuesta y sensibilidad, además disipan muy poca energía [Roukes-01]. Actualmente se pueden obtener NEMS con masas

próximas a unos pocos atogramos (10^{-18} g) y secciones eficaces de 10 nm, por ejemplo sistemas que utilizan nanotubos como elementos transductores [Nishio-05].

La gran importancia de los NEMS, sobre todo en el caso de los sensores, es que al reducir las dimensiones de las estructuras permiten alcanzar una mayor resolución. La tabla 2.1 muestra como al reducir las dimensiones del transductor (en este caso una palanca de silicio) de dimensiones micrométricas a nanométricas se consigue un aumento de sensibilidad del sensor de cinco órdenes de magnitud.

Palanca	l (μm)	W (μm)	t (μm)	Masa (g)	Sensibilidad ¹ (g/Hz)
Micro	125	30	4	$3,45 \cdot 10^{-8}$	$4,9 \cdot 10^{-14}$
Nano	10	0,5	0,1	$1,15 \cdot 10^{-12}$	$4,2 \cdot 10^{-19}$

Tabla 2.1 Comparación de la resolución en masa alcanzable al reducir las dimensiones de la palanca para sensores resonantes y considerando silicio cristalino como capa estructural.

La miniaturización del sensor comporta que las magnitudes a detectar (fuerza, capacidad, etc.) sean cada vez más pequeñas y por tanto ha de ir acompañada de una mejora en las técnicas de detección.

2.1.4 Escalado Dimensional

Es necesario conocer cómo se escalan las diversas magnitudes físicas a medida que se reducen las dimensiones, para entender el funcionamiento de los MEMS y los NEMS. Algunos fenómenos físicos que en el mundo macroscópico son determinantes, al reducir las dimensiones pierden importancia. Por está razón los sistemas micro- y nano mecánicos no funcionarían en tamaños macroscópicos [Beeby-04]. Por ejemplo, los micro y nanosistemas apenas están influenciados por la gravedad, de hecho muchas de las estructuras micromecanizadas colapsarían si se aumentasen las dimensiones por un factor 1000. Ello se debe a que la masa se escala como L^3 (volumen x densidad) siendo L el factor que multiplica las tres dimensiones, mientras que los esfuerzos mecánicos que pueden soportar las estructuras escalan como L^2 (esfuerzo de ruptura x sección). De este

¹ En la sección 2.3.4 del presente capítulo se detalla el cálculo de la sensibilidad (página 32).

modo en los microsistemas la fuerza de soporte de los anclajes es superior a la fuerza de la gravedad y así se evita el colapso de vigas o puentes de dimensiones micro o nanométricas.

Otro ejemplo significativo de cómo varía la influencia de las fuerzas al reducir las dimensiones del mundo macroscópico al microscópico es en el comportamiento de los fluidos. El comportamiento macroscópico de los sistemas fluídricos no puede hacerse extensivo a nivel microscópico y las ecuaciones que rigen el flujo macroscópico no pueden aplicarse al disminuir las dimensiones [Judy-01]. El efecto de escalado afecta también a otras magnitudes, como propiedades térmicas, comportamientos eléctricos y magnéticos.

Dado que el trabajo de la presente tesis es el desarrollo de varios sensores, nos centraremos dentro de los microsistemas en su aplicación para la fabricación de sensores.

2.2 Sensores

Según el Diccionario de la Real Academia de la Lengua Española, un sensor es un *“dispositivo que detecta una determinada acción externa, temperatura, presión, etc., y la transmite adecuadamente”*. En términos más técnicos, los sensores son sistemas que perciben una señal de entrada o energía de entrada y la convierten en una señal de salida o energía de salida [Tönshoff -01]. Existen diversos tipos de sensores, los que nos interesan son los que permiten medir cualquier magnitud física del mundo real y transformarla en una magnitud eléctrica (generalmente corriente, carga, tensión o impedancia). Los microsistemas tienen una gran variedad de aplicaciones en el desarrollo de sensores para detección de magnitudes de casi cualquier dominio [Brand-98].

Si se clasifican los sensores de acuerdo con la señal de entrada, los distintos tipos de sensores son: mecánicos, térmicos, eléctricos, magnéticos, de radiación, químicos. Otra posible clasificación se refiere la magnitud del salida del sensor, en tal caso se habla de sensores de impedancia (donde la magnitud de salida puede ser resistencia o reactancia), de intensidad, de carga o de tensión. En el presente capítulo no se va a realizar un estudio de las diversas clasificaciones puesto que se encuentra ampliamente detallado en distintas referencias, para más información ver por ejemplo [Tönshoff-01], [Pallás-89].

Algunos ejemplos de sensores basados en MEMS se han mencionado en el apartado anterior. Podemos destacar la utilización de MEMS como sensores de presión, acelerómetros, sensores de temperatura, sensores de flujo, sensores de masa y sensores químicos, bioquímicos y biológicos. Se presentan las características generales y principio de transducción de algunos ejemplos; en detalle, los sensores de masa y sensores químicos (apartados 2.2.1 y 2.2.2 respectivamente), ya que los sensores desarrollados en esta tesis son de este tipo.

El origen de la aplicación de la tecnología de silicio para la fabricación de sensores, durante la década de los 50, fue la construcción de **sensores de presión** [Bryzek-96]. Actualmente es el dispositivo más evolucionado en esta tecnología. El mercado de aplicación más importante es el de la automoción. Existen dos tipos de sensores de presión, en función de la técnica de detección utilizada: piezorresistivos o capacitivos. Se trata de medir la deformación de una membrana causada por la variación de la presión, bien colocando piezorresistencias sobre la membrana, bien midiendo la variación de la capacidad. Con sensores micromecanizados de silicio se puede cubrir el rango de 0 a 34 MPa con precisión del 1% [Yashar-04]. La figura 2.2 A) muestra un esquema de este sensor, según sea la presión ejercida la membrana se deflexará, la variación de la presión se mide en este caso a partir de la variación de la capacidad entre el electrodo metálico del esquema y la membrana [Gad-02].

Los **acelerómetros** son posiblemente el ejemplo más emblemático de microsistema. El primer acelerómetro de silicio lo realizó Roylance en 1978 [Roylance-78], su primera aplicación fue en los marcapasos. En los años 80 empezaron a proliferar y actualmente están implantados en la mayoría de los automóviles como activadores de airbag. La parte mecánica de un acelerómetro es la masa sísmica, es decir, una masa muy sensible a cualquier movimiento. En el caso sencillo del sensor la masa sísmica está colgada de una viga en el cual se integra una resistencia cuyo valor cambia con la dirección de movimiento. La figura 2.2 B) muestra un esquema de cómo son estos dispositivos. Diseños más sofisticados, donde la masa sísmica se cuelga de puentes con dos o más anclajes permiten aumentar la sensibilidad en una dirección de movimiento. Normalmente se integran dentro de un sistema varios acelerómetros capaces de detectar independientemente varias direcciones de movimiento. Actualmente la mayoría de acelerómetros tienen un sistema de test, de forma que mediante un actuador se comprueba el desplazamiento de la

masa en ausencia de aceleración [Tönshoff-01]. Diferentes empresas relacionadas con el mundo de la automoción han diseñados sus propios acelerómetros, por ejemplo Siemens [Hierold-96], Bosch [Offenberg-95], Analog Devices [Chau-98]....

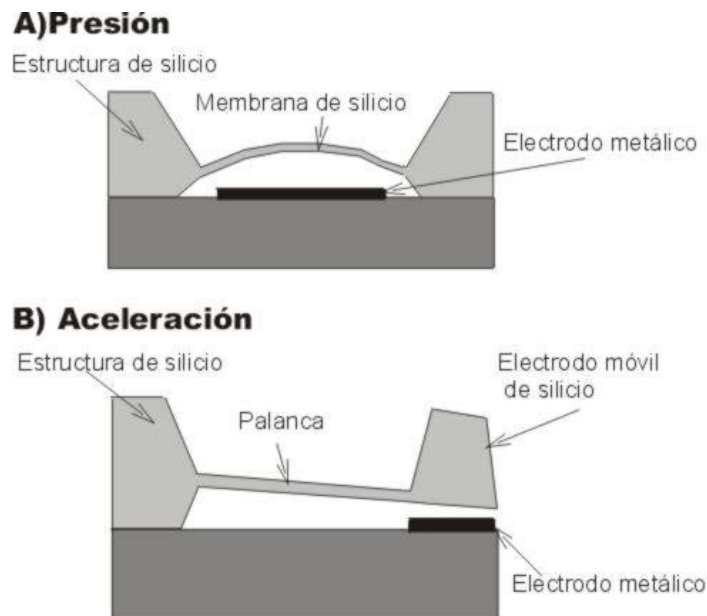


Figura 2.2 Esquema de los transductores A) de un sensor de presión y B) un acelerómetro.

Así como las estructuras para definir los sensores de presión o los acelerómetros se basan generalmente en los mismos principios físicos que se han citado, para la fabricación de **sensores de temperatura** existe una gran variedad de transductores. Puede bastar un elemento integrado en la circuitería que cambie su resistividad con la temperatura [Müller-96]. O estar formado el transductor por un sistema resonante complejo [Hsu-01].

Los **sensores de flujo** también son de características y fundamentos muy diversos, ya que varían bastante en función del tipo de flujo que se quiera medir. Un caso particular son los sensores de flujo basados en presión diferencial, que miden la presión en un orificio. Existen sensores de flujo, basados en sistemas resonantes [Brand-98]. Así mismo algunos sensores miden flujos turbulentos, este tipo de sensores están en general formados por palancas [Gad-02].

2.2.1 Sensores de masa

Cada vez son más necesarios sistemas de alta resolución y alta sensibilidad para diagnóstico de enfermedades in vivo, para protección ambiental en detección de sustancias, etc. Por esta razón los sensores de masa son un tema de actualidad y que está evolucionando constantemente. El sensor más extendido para masas inferiores al nanogramo son las microbalanzas de cuarzo. Su funcionamiento se basa en la alta sensibilidad en masa de las frecuencias de los resonadores de cuarzo y en la precisión de lectura de frecuencia de los circuitos de los resonadores [Esser-03].

Una microbalanza de cuarzo (QCM, *Quartz Crystal Microbalance* o QMB, *Quartz microbalance*) consiste en un disco de cuarzo con dos electrodos de metal (por ejemplo, oro) sobre él (figura 2.3). La aplicación de un potencial eléctrico externo sobre el material piezoeléctrico le produce tensión mecánica interna. Como el cristal de cuarzo es piezoeléctrico, un campo eléctrico oscilante aplicado a través del material induce una onda acústica que se propaga a través del cristal. Esta onda encuentra un mínimo de impedancia cuando el grosor del sistema es un múltiplo de la mitad de la longitud de onda de la onda acústica. La microbalanza de cuarzo es un sistema en modo cizalla, donde la onda acústica se propaga a través de la superficie. El disco de cristal de cuarzo debe cortarse con una orientación específica respecto a los ejes cristalinos. La deposición de capas delgadas en la superficie del cristal disminuye la frecuencia proporcionalmente a la masa de la capa depositada. Mediante la detección de la variación en frecuencia se determina la masa depositada [O'Sullivan-99].

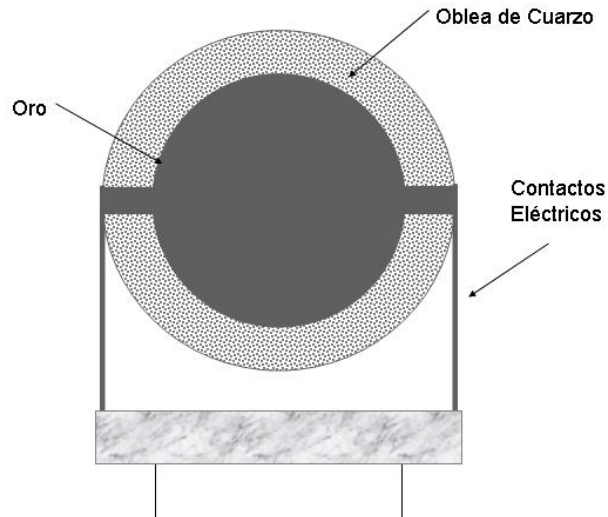


Figura 2.3 Esquema típico de un cristal de cuarzo piezoeléctrico, elemento transductor de las microbalanzas de cuarzo

Las balanzas de cuarzo se utilizan en monitorización de reacciones químicas, en sensores biomédicos, para monitorizar la deposición de metales y en control ambiental. Dispositivos comerciales alcanzan sensibilidad de $0,18 \text{ ag/cm}^2$ a altas frecuencias (10-15 MHz) [Qsense]. La resolución total en masa de los sistemas basados en microbalanzas de cristal de cuarzo alcanza valores de masa absoluta de $0,9 \text{ ng/cm}^2$. Estos sistemas en ocasiones permiten realizar medidas electroquímicas en líquido, es lo que se conoce como EQCM (*electrochemical quartz crystal microbalance*).

Existen junto con las microbalanzas de cuarzo otros sistemas para detección de masa basados en MEMS. El estado del arte de estos sistemas evoluciona continuamente por esta razón citaré algunas de las últimas contribuciones.

Sistemas capaces de detectar variaciones de masa de sub-picogramos han aparecido recientemente [Ono-03]. Zhang et al. [Zhang-05] presentan un sistema basado en un micro-oscilador en forma de peine utilizando amplificación de la resonancia paramétrica y con resolución de picogramo en aire. Algunos autores presentan sensores de masa resonantes basados en nanopuentes mediante detección magnética que permiten obtener resoluciones en masa absolutas del orden del atogramo [Ekinci-04A], para excitar la resonancia se aplica un campo magnético perpendicular al puente, de modo que al hacer circular corriente alterna por él se excita, así se genera una fuerza electromotriz, la cual es detectada a través de un analizador de redes. En las últimas contribuciones [Ekinci-05]

han diseñado dispositivos capaces de detectar 7 zg, realizando, eso sí, medidas en ultra alto vacío y a temperatura inferior a 7°K. Resultados recientes de sensores basados en membranas piezoeléctricas resonantes para detección bioquímica [Nicu-05] indican que se pueden alcanzar con estos dispositivos resoluciones próximas a los 300 fg/Hz.

La tabla 2.2 resume el estado del arte de los sensores de masa. Indicando los dispositivos existentes comercialmente y en desarrollo científico, las características, una referencia, las técnicas de excitación y detección utilizada, condiciones de medida de presión y temperatura, así mismo se muestra la sensibilidad del dispositivo y la mínima masa que pueden alcanzar, en caso de que haya sido reportada.

Dispositivo	Características	Referencia	Condiciones P, T	Excitación / Detección	Sensibilidad Máxima	Mínima masa reportada
Materiales Piezoeléctricos	Microbalanza de cuarzo	[Qsense]	Condiciones ambiente	Electrostática / Eléctrica	0,18 ng/cm ²	0,9 ng/cm ²
	Membranas resonantes	[Nicu-05]	Condiciones ambiente	Electrostática / Eléctrica	0,27 pg/Hz	
Cantilevers resonantes	Precisa AFM	[Sharos-04]	Condiciones ambiente	Mecánica / Óptica	37 fg/Hz	10 pg
	Precisa láser	[Ono-03]	P = 10 ⁻⁷ Pa, T constante	Electrostática / Óptica	5 ag	
	Precisa láser	[Lavrik-03]	Condiciones ambiente	Fototérmica / Óptica	5,7·10 ⁻¹⁶ g	5,5 fg
Nanotubos resonantes	Precisa un SEM	[Nishio-05]	P~10 ⁻⁵ Pa, T, sin especificar	Piezoeléctrica / SEM	100 zg	150 ag
	Precisa un TEM ²	[Poncharad-99]	P: vacío, T, sin especificar	Electrostática / Eléctrica		22 fg
Puentes resonantes	Precisa un criostato	[Ekinci-04A]	Ultra alto vacío, T~17 K	Electromagnética / Eléctrica	0,4 ag/Hz	2,5 ag
	Precisa un criostato	[Ekinci -05]	Ultra alto vacío, T<10 K	Electromagnética / Eléctrica	1 zg/Hz	7zg

Tabla 2.2 Resolución y características de los distintos sistemas para detección de masa.,
(1 fg=10⁻¹⁵g 1 ag = 10⁻¹⁸ g, 1 zg = 10⁻²¹g).

² TEM, microscopio electrónico por transmisión.

Las características de la tabla anterior permiten analizar y comparar los diferentes sistemas de detección de masa. Ninguno de estos sistemas es completamente integrable. Destacar que en condiciones ambientales la mínima masa reportada es de 5,5 fg. Modificando las condiciones de medida, es decir en de alto vacío (presión menor que 10^{-11} Pa) y baja temperatura se consiguen resoluciones varios ordenes de magnitud superiores (7 zg).

Los sistemas basados en palancas o *cantilevers* tienen muchas aplicaciones como sensores de masa; dado el interés que tienen dentro de la presente tesis, se les dedica un apartado completo más adelante.

2.2.2 Sensores Químicos

Un **sensor químico** es un transductor miniaturizado que selectivamente responde a un compuesto químico o ión y produce una señal que depende de la concentración del compuesto químico o ión [Spichiger-98]. Está formado por un transductor físico (es decir, un traductor de cantidades físicas en las señales de salida correspondientes) y una capa selectiva químicamente, de modo que la señal de salida mensurable se produce en respuesta a un estímulo químico [Lavrik-04]. La figura 2.4 muestra un esquema de la estructura general de un sensor químico: donde se distingue la etapa de reconocimiento molecular, de transducción y procesado de datos.



Figura 2.4 Modelo general de un sensor químico: se distinguen tres bloques: el reconocimiento molecular, la transducción y el procesado de los datos.

Dentro de los sensores químicos se encuentran los sensores bioquímicos o biológicos o **biosensores**, donde moléculas biológicas, como anticuerpos (naturales o artificiales), enzimas, receptores o sus híbridos, son equivalentes a los ligandos sintéticos y así se

integran en los procesos de reconocimiento químico [Spichiger-98]. La demanda de este tipo de sensores está en auge; se necesita detectar presencia de determinadas moléculas, o proteínas en concentraciones mínimas y para ello es necesario disponer de sensores muy específicos y sensibles.

Basándose en el reconocimiento molecular y bioquímico, se pueden diseñar capas receptoras altamente selectivas, incluso capas estructuradas compatibles con tecnologías de microfabricación [Fritz-00, Davis-04].

La etapa de reconocimiento molecular de un sensor químico en general se realiza con la sustancia en medio gaseoso o líquido. El reconocimiento en líquido es necesario para detectar determinadas biomoléculas y proteínas. La transducción posterior puede realizarse en este caso también en líquido o en seco. El líquido puede ser incompatible con algunas técnicas de transducción, por esa razón algunas veces se realiza esta etapa en seco. El principal inconveniente es que la sustancia puede ver ligeramente modificadas sus propiedades tras el secado.

Según el principio de transducción empleado habrá distintos tipos de sensores, podemos destacar que un sensor químico puede ser un sensor de masa selectivo a determinadas sustancias. Así los sensores presentados en el apartado anterior, con una capa receptora adecuada, pueden convertirse en sensores químicos o biológicos.

Existen diversos sensores químicos y bioquímicos basados en palancas, que trabajan en seco. Estudios recientes presentan sensores capaces de detectar la presencia de diversas sustancias en estado gaseoso [Battiston-01]; la detección va precedida de un proceso mediante el cual la sustancia se adhiere al transductor. Estos sensores permiten detectar concentraciones del 20%.

Otro ejemplo de sensor para medir concentraciones de vapor o distintos gases desarrollado por Jensenius et al. consiste en un sistema basado en *microcantilevers* para medir vapor de alcohol [Jensenius-00].

Dentro de los sensores biológicos se puede destacar su interés en la detección de virus, proteínas, macromoléculas e incluso para estudiar cadenas de ADN y cromosomas

[Tamayo-03]. Podemos ver las implicaciones que tienen estas aplicaciones en términos de masa. Por ejemplo el virus del resfriado pesa 28 MDalton ($1 \text{ Da} = 1,67 \cdot 10^{-24} \text{ g}$), como ejemplos de proteínas la hemoglobina pesa 64,5 kDa y la insulina 5,7 kDa. Así para medir virus necesitamos sensores con resoluciones del fentogramo, para medir presencia de proteínas necesitamos resolución en el rango del atogramo e incluso del zeptogramo.

Podemos examinar brevemente las características de los sensores químicos y bioquímicos con el fin de analizar los beneficios que tienen. Debido a la capa selectiva que disponen, son sistemas selectivos y específicos, de forma que se tienen dispositivos muy versátiles. Permiten un análisis selectivo en muestras complejas, frente a los sistemas tradicionales obtienen un análisis directo y son de fácil manejo. El tiempo de respuesta se reduce notablemente (por ejemplo, si lo comparamos con métodos clásicos de análisis). El uso de procesado y control electrónico de la medida y la calibración del sistema asegura seguridad y proporciona al usuario un entorno sencillo de medida. Una ventaja de estos dispositivos es la reversibilidad, ya que permite medidas de forma continuada, sin consumir solución analítica. Y por último destacar la reducción de coste, frente a sistemas de análisis complejo [Spichiger-98].

Las limitaciones en la resolución alcanzable por los sensores bioquímicos suelen estar determinadas por los transductores. Por esta razón, el principio de transducción o la innovación en el diseño del transductor es siempre un hito importante en la fabricación de sensores químicos. Si bien la tendencia a detectar cantidades cada vez más pequeñas hace que las señales a detectar sean débiles, por tanto, el diseño y la selección de la técnica de detección tienen cada vez más relevancia. A continuación veremos las características de los transductores en el caso de sensores basados en palancas de silicio y como pueden influir o limitar la resolución con algunos ejemplos.

2.3 Sensores basados en palancas de silicio

Los sensores basados en palancas o *cantilevers* se caracterizan por la gran simplicidad del elemento transductor, que son una o varias palancas de dimensiones micro/nanométricas obtenidas a partir de la micromecanización del silicio. Este tipo de sensores permiten detectar multitud de propiedades físicas y/o químicas: presión temperatura, aceleración,

masa,... [Brand-98]. Los sensores basados en *cantilevers* son el transductor ideal para sensores químicos y biológicos [Lavrik-04], pueden ser usados para reconocimiento molecular, detección de gases, etc.

El funcionamiento se basa en la transducción que produce la magnitud que se quiere medir, en una actuación mecánica de la palanca. Existen dos modos de funcionamiento de las palancas que veremos en detalle en esta sección. El primero de ellos es el modo estático o DC, de forma que la magnitud a detectar produce una deflexión de la palanca; con el adecuado sistema de lectura se mide la deflexión de la palanca que se relaciona con la magnitud correspondiente. El segundo modo es el dinámico, resonante o AC, el principio de funcionamiento consiste en detectar cambios en la resonancia debidos a la presencia del mesurando, para ello es necesario excitar la palanca en su estado resonante y detectar la variación de uno de los parámetros que caracterizan la resonancia (amplitud, frecuencia de resonancia, fase,...).

Los sensores basados en micropalancas tienen su origen y principal impulso en los microscopios de campo próximo (SPM) y microscopios de fuerzas atómicas (AFM). Estos microscopios basan su funcionamiento en detectar la interacción entre una superficie y la punta del microscopio, suspendida de un *cantilever* [Binnig-89].

Baselt et al. utilizan como sensor biológico la punta de un microscopio de fuerzas atómicas, suspendida sobre un *cantilever* micrométrico [Baselt-96, Baselt 97], que les permite detectar antígenos de 2,0 μm de NDFEBLa, mediante la utilización de anticuerpos recubiertos magnéticamente (equivalente a una fuerza de 11.1 pN).

Desde finales de los 80, el avance de los microscopios de fuerzas atómicas ha potenciado la microfabricación de palancas, se ha propiciado de este modo el desarrollo y perfeccionamiento de las técnicas para fabricar *cantilevers* micrométricos de silicio [Wolter-90].

Dentro de los sensores basados en palancas, particularizaremos en los sensores basados en palancas de silicio, las óptimas propiedades mecánicas del silicio, así como el hecho de ser la tecnología base de los circuitos integrados, hacen que sea uno de los materiales más utilizados.

En esta sección se analizan las propiedades del silicio comparadas con otros materiales utilizables como capa estructural, las propiedades mecánicas de las palancas como elemento transductor, las técnicas de detección estándar tanto para sensores estáticos como para sensores dinámicos y por último se estudia la influencia de las dimensiones de la palanca en la resolución del sensor.

2.3.1 Ventajas del silicio para fabricar microsistemas

Las excelentes propiedades mecánicas del silicio hacen que sea un material óptimo para ser utilizado como capa estructural de un micro o nanosistema. Además al ser el silicio el material base de la tecnología CMOS, facilita la compatibilización con los circuitos electrónicos. De estos datos se deduce que las características del silicio son óptimas para su utilización como capa estructural transductora. En la fabricación de MEMS otros materiales típicos son los vidrios, cuarzo, cerámicas, nitruro y carburo de silicio, metales y otros materiales en casos de aplicaciones específicas [Beeby-04].

La tabla 2.3 muestra las propiedades mecánicas del silicio comparadas con otros materiales que también podrían utilizarse como capas estructurales. En concreto se compara con diversos metales, utilizados como capa estructural en diversas aplicaciones [Gabriel-04, Macdonal-04]. Conviene destacar el alto módulo de Young del silicio próximo al del acero inoxidable. Es importante considerar que algunas propiedades mecánicas de los materiales, varían en función de las dimensiones del mismo, en concreto el módulo de Young de un material puede variar sustancialmente en componentes macroscópicos y microscópicos. Además el método utilizado para la determinación puede influir ligeramente en los resultados. Existen diversos estudios sobre como afecta el módulo de Young a las dimensiones, además se siguen desarrollando nuevos procedimientos para obtener medidas exactas del módulo de Young en estructuras micrométricas y nanométricas [Li-02, Nilsson-04, He-05].

Propiedad Mecánica	Silicio	Otros materiales		
		Acero Inoxidable	Aluminio	Hierro
Coefficiente de expansión térmica (/ °C)	$2,33 \cdot 10^{-6}$	$17,3 \cdot 10^{-6}$	$25 \cdot 10^{-6}$	$12 \cdot 10^{-6}$
Densidad (g / cm ³)	2,3	7,9	2,7	7,8
Módulo de Young (GPa)	190	200	70	196
Punto de fluencia (GPa)	70	21	1,7	126
Dureza (Kg/ cm ²)	850	660	130	400
Conductividad térmica (W/ cm °C)	1.57	0,329	2,36	0,803

Tabla 2.3 Resumen de las propiedades mecánicas del silicio comparadas con distintos materiales conductores [Petersen-82].

El silicio, además de en forma cristalina, se presenta en forma policristalina (polisilicio) y amorfa. El silicio amorfo no tiene ningún tipo de ordenación cristalina y contiene muchos defectos, sus mayores aplicaciones son células solares, fotosensores y pantallas de cristal líquido. Tanto el polisilicio como el silicio amorfo pueden depositarse en capas finas, normalmente inferiores a las cinco micras [Beeby-04].

La principal ventaja del polisilicio es que se puede depositar fácilmente sobre diversos sustratos, al ser compatible con la tecnología CMOS se ha utilizado como capa estructural en muchas aplicaciones. El polisilicio tiene un modulo de Young inferior al del silicio, además su valor depende altamente de la técnica de crecimiento de silicio utilizada, del dopaje de la muestra, de las características de la estructura y en ocasiones del método utilizado para calcularlo [Obermeier-97, Serre-98]. Valores entre los 90 y los 160 GPa son los más frecuentes, pero en ocasiones pueden ser aún menores.

El principal inconveniente del polisilicio es la rugosidad de su superficie; debido a su estructura granular, que limita la definición de estructuras de dimensiones en el orden de los centenares de nanómetros [Figueras-01].

En los demostradores implementados se utiliza silicio como capa estructural, en forma cristalina y en policristalina.

2.3.2 Propiedades mecánicas de los *cantilevers*

Para analizar las propiedades mecánicas de los *cantilevers*, basta analizar las propiedades mecánicas de un sólido rígido de base rectangular, anclado por uno de sus extremos. Las fuerzas que actúan sobre el *cantilever* son el peso, en caso de estar midiendo, la provocada por la magnitud a detectar y, en caso de tratarse de una palanca resonante, la fuerza de excitación.

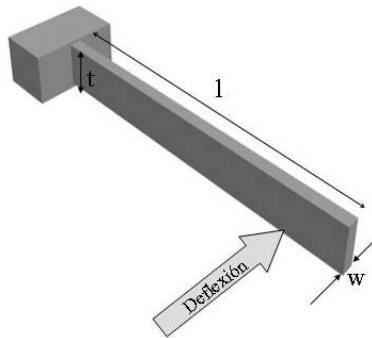


Figura 2.5 Esquema de un *cantilever* con la definición de las dimensiones

La fuerza que provoca la deformación de la palanca es la debida a la elasticidad de la misma. Podemos hacer un análisis detallado de las características mecánicas de una palanca rectangular [Sarid-94]. Considerando desplazamientos pequeños de la palanca, de modo que la fuerza no dependa de la posición del extremo de la palanca, la constante elástica viene determinada por:

$$k = 3 \frac{EI}{l^3} \text{ (N/m)} \quad \text{Ecuación 2-1}$$

Donde E es el modulo de Young del material, I el momento de inercia y l la longitud. Para una palanca rectangular, el momento de inercia lo determina:

$$I = \frac{t \cdot w^3}{12} \text{ (m}^4\text{)} \quad \text{Ecuación 2-2}$$

Siendo t la anchura paralela al sentido de deflexión y w la perpendicular, tal y como indica la figura 2.5. De acuerdo con 2-1 y 2-2 la constante elástica para un *cantilever* rectangular viene dada por:

$$k = \frac{E w^3}{4 I^3} t \text{ (N/m)} \quad \text{Ecuación 2-3}$$

Podemos destacar del análisis hasta este punto que la geometría de la palanca determina el momento de inercia (I), mientras que las propiedades del material determinan el módulo de Young (E) y la densidad (ρ).

Junto con la constante elástica, el comportamiento mecánico de una palanca lo determina su respuesta dinámica. El comportamiento dinámico lo fijarán las frecuencias de resonancia de los distintos armónicos, consideraremos la frecuencia de resonancia del primer armónico (f_0) para estudiar el comportamiento dinámico. Consideramos un modelo clásico de la palanca, donde la masa de la misma será una masa distribuida dependiente de la densidad del material que forma la palanca y el volumen de la misma, esta masa distribuida la denominamos m_d . En el caso general, sobre la palanca podrá haber masas concentradas en un punto, m_c , por simplicidad estas se consideran colocadas en el extremo libre. Si calculamos el modo fundamental de oscilación, para un sistema únicamente con masa distribuida $m_c=0$. La frecuencia de resonancia del modo fundamental se puede expresar como:

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{\kappa^4 \cdot E \cdot I}{\rho \cdot A}} \text{ (Hz)} \quad \text{Ecuación 2-4}$$

Donde A es el área de la sección de la palanca y $\kappa=1,875/l$ es un parámetro, dependiente de la longitud de la palanca, obtenido de la resolución clásica de la ecuación de movimiento de los distintos modos de oscilación de un *cantilever* resonante [Sarid-94].

De acuerdo con 2-1, podemos escribir

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{0,24 \cdot m_d}} \text{ (Hz)} \quad \text{Ecuación 2-5}$$

Podemos definir la masa efectiva m_{ef} como:

$$m_{ef} = m_c + 0,24 \cdot m_d \text{ (g)} \quad \text{Ecuación 2-6}$$

Considerando la contribución de masas concentradas y distribuidas, podemos expresar la frecuencia de resonancia del modo fundamental como:

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m_{ef}}} \text{ (Hz)} \quad \text{Ecuación 2-7}$$

Dadas la densidad del material que forma la palanca (ρ) y de las dimensiones de la misma se puede expresar finalmente la frecuencia de resonancia en función de éstas así:

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \frac{w}{l^2} \text{ (Hz)} \quad \text{Ecuación 2-8}$$

Una vez definidos los parámetros que determinan el comportamiento de las palancas, vamos a ver en detalle como influyen en el caso de sensores estáticos y sensores dinámicos.

2.3.3 Características de los sensores estáticos

En el caso de los sensores que trabajan en modo estático o DC la magnitud mensurable provoca una deflexión continua en la palanca. Existen ejemplos muy diversos de sensores basados en este modo de operación. Si la causa de la deflexión de la palanca se debe a un cambio de temperatura, se tiene un sensor térmico. En el campo de los sensores químicos y biosensores, al colocar una capa sensible sobre la palanca y sobre esta adherirse una

sustancia, se produce un cambio en la masa y/o un estrés de la superficie que provoca la deflexión estática de la micropalanca.

Siendo m la masa del extremo de la palanca y x el desplazamiento de la misma, si la única fuerza que actúa es la fuerza elástica de la palanca, la ecuación en equilibrio del sistema será:

$$\sum F = 0 \Rightarrow kx + m\ddot{x} = 0 \quad \text{Ecuación 2-9}$$

Donde k es la constante elástica anteriormente definida y \ddot{x} , la aceleración. En el caso de que la única aceleración sea la debida a la gravedad, $\ddot{x} = g$, la resolución en masa que se puede alcanzar con este tipo de detección, viene dada por:

$$\frac{\delta m}{\delta x} = \frac{k}{g} \text{ (kg/m)} \quad \text{Ecuación 2-10}$$

Para tener alta sensibilidad, conviene tener palancas con una constante elástica lo más bajas posibles, por ejemplo si k es de 0,02 N/m, siendo capaces de detectar una variación de la deflexión de la palanca de $\delta x = 0,1$ nm, la resolución en masa alcanzable es del orden de 10^{-11} g. La constante elástica k según 2-3 depende del módulo de Young del material y de las dimensiones del *cantilever*, para aumentar la resolución interesa fabricar palancas estrechas y largas.

La resolución en la variación de la deflexión dependerá de la técnica de detección utilizada. Existen cuatro métodos más generalizados para la detección estática:

- A. **Capacitivo.** En este método se miden cambios en la capacidad formada por la palanca y otro electrodo separados por algún material (normalmente aire) debidos a variación de la distancia de separación entre los electrodos cuando la palanca se mueve. Se trata de un método muy simple que requiere de un diseño muy exacto si se quiere implementar a escala nanométrica, ya que las capacidades parásitas pueden dominar la capacidad dinámica que se quiere medir.

- B. **Óptico.** El sistema de detección consiste en hacer incidir un haz de luz láser sobre la palanca y detectar la luz reflejada por la palanca con un fotodetector. Es un método simple, utilizado por la mayoría de microscopios de fuerzas atómicas. La principal desventaja de este método es la dificultad de integración del sistema y la imposibilidad de utilizarlo con palancas en escala nanométrica, por el límite de difracción de la luz. Berger et al. [Berger-97B] utilizan esta técnica de detección en un biosensor donde la deflexión del *cantilever* produce la tensión superficial provocada por la anexión de partículas sobre la capa funcionalizada del *cantilever*, el sistema puede servir para detectar reacciones químicas y son capaces de detectar estreses del orden de mN/m.
- C. **Piezoeléctrico.** Se trata de depositar una capa de material piezoeléctrico solidaria con la palanca y medir el potencial debido al estrés producido. Es un método muy sensible, pero con el inconveniente que supone trabajar con este tipo de materiales que generalmente son contaminantes, es decir, no compatibles con los procesos estándar que se realizan en una sala blanca de procesado CMOS.
- D. **Piezo-resistivo.** Se basa en la medida de las variaciones de resistencia que se producen en un material piezo-resistivo solidario con la palanca cuando se somete al estrés producido por la deflexión. Este método es totalmente integrable con tecnología CMOS gracias a las excelentes propiedades piezo-resistivas del silicio y del polisilicio. Por el contrario, es un método de difícil implementación a escala nanométrica a causa de los contactos que hay que realizar sobre la palanca. Baselt et al. [Baselt-96] utilizan este esquema de detección con *cantilevers* utilizados como biosensores, detectan así la presencia de sustancias magnéticas, consiguen detectar concentraciones de 10^{-18} M. Jensenius et al. [Jensenius-00] mediante esta técnica han implementado un sensor de vapor de alcohol con una resolución de 10 ppm.

2.3.4 Características de los sensores Dinámicos o AC

El principio transductor de los sensores dinámicos se basa en la oscilación inducida externamente en la micropalanca, alcanzando el estado de resonancia. Debido a la acción

del mesurando (depósito de masa, cambio de temperatura, etc.) las características de la resonancia cambian, el sensor se basa en la detección de la variación de alguno de los parámetros del sistema resonante (frecuencia de resonancia, amplitud, fase,...).

En estos sensores es necesario un sistema de excitación de modo que se fuerce la oscilación de la palanca. Lo ideal es que el sistema permita medir en tiempo real, por ello se suele trabajar en lazo cerrado. La figura 2.6 muestra un diagrama de bloques típico de un sensor resonante. Lógicamente, los sistemas serán más complicados que en el caso de medidas estáticas. Esta mayor complejidad se traduce en una mayor resolución de medida en los sistemas AC.

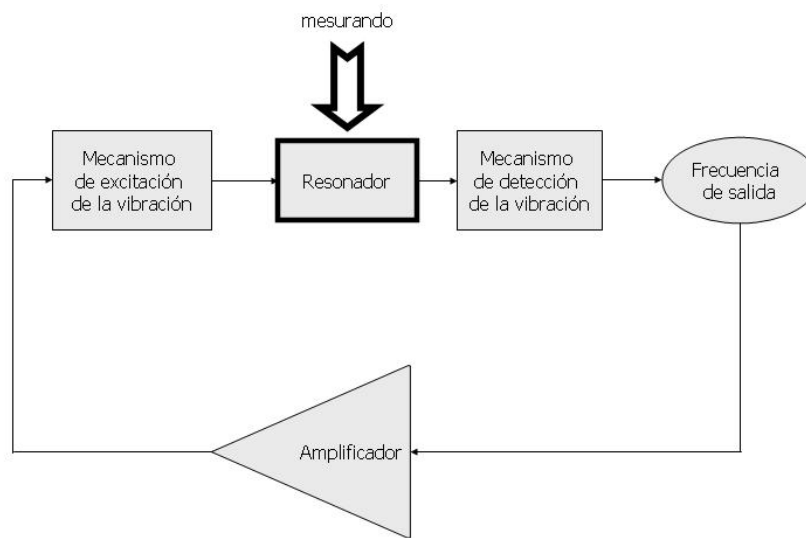


Figura 2.6 Diagrama de bloques de un sensor resonante [Brand-98]

Partiendo de la ecuación 2-7, calculando la variación en masa de una palanca, en función de la variación de la frecuencia de resonancia, la resolución en masa viene dada por:

$$\frac{\delta m}{\delta f} = \frac{1}{2\pi^2} \frac{k}{f_0^3} = \pi^2 \cdot \rho \sqrt{E \cdot \rho} \cdot l^3 \cdot t \text{ (kg/Hz)} \quad \text{Ecuación 2-11}$$

Suponiendo una palanca de dimensiones nanométricas con $k = 0,02 \text{ N/m}$ y $f_0 = 1,4 \text{ MHz}$ (de acuerdo con las ecuaciones 2-7y 2-11) si somos capaces de detectar un cambio en la frecuencia de resonancia de $\delta f = 1 \text{ Hz}$ se pueden obtener sensibilidades del orden de 10^{-19} g considerando masas puntuales depositadas en el extremo del *cantilever*. En este caso

también interesa trabajar con constantes elásticas bajas para obtener mayor resolución y frecuencias de resonancia altas.

La resolución alcanzable con los sensores dinámicos es considerablemente mayor (hasta ocho ordenes de magnitud) que en el caso del sensor trabajando en modo estático, para dimensiones similares de la palanca transductora. En general con todos los sensores basados en microsistemas se obtiene mayor resolución si se trata de sistemas resonantes que si se trata de sistemas estáticos [Greenhood-88].

La frecuencia de resonancia de un sistema se caracteriza por ser el punto de máxima amplitud de oscilación. La magnitud de esta amplitud está limitada por los efectos de amortiguamiento. El amortiguamiento de un sistema se define por su factor de calidad Q , definido como la relación entre la energía almacenada en el sistema E_M y la energía perdida por ciclo E_C :

$$Q = 2\pi \frac{E_M}{E_C} \quad \text{Ecuación 2-12}$$

El factor de calidad hace referencia a la disipación de energía mecánica que se produce y depende de diversos factores, como la presión, el anclaje de la palanca y los defectos estructurales, así como del modo de vibración [Beeby-04]. Un factor de calidad alto indica una resonancia pronunciada, distinguible fácilmente de la oscilación fuera de la resonancia. Aumentar el pico de la resonancia permite detectar más fácilmente la frecuencia de resonancia de forma que se mejora la resolución del sistema.

El factor de calidad puede calcularse a partir de la respuesta frecuencial de la amplitud de oscilación de una palanca como:

$$Q = \frac{f_{res}}{\Delta f_{-3dB}} \quad \text{Ecuación 2-13}$$

Donde Δf_{-3dB} es la amplitud del pico de resonancia a -3 dB y f_{res} la frecuencia de resonancia anteriormente definida.

La tabla 2.4 muestra, para diversos materiales utilizados en la fabricación de sensores, los valores de los parámetros característicos de una palanca de dimensiones determinadas (longitud 30 μm , anchura paralela a la oscilación 0,5 μm y grosor 1 μm). A partir del módulo de Young E y la densidad del material [Petersen-82] se determina la constante elástica, frecuencia de resonancia del primer armónico y resolución en masa considerando masas puntuales depositadas en el extremo. Las excelentes propiedades mecánicas del silicio, seguido del polisilicio, hacen que la resolución en masa sea la más alta. Esta sensibilidad en masa tan alta proviene del alto módulo de Young y de la baja densidad de masa (parámetro E/ ρ), aunque la constante elástica no sea de las más bajas, tal y como se observa en la tabla.

Material	E (GPa)	$\rho(\text{g/cm}^3)$	k (N/m)	f_0 (kHz)	E/ ρ (m^2/s)	$\delta m/\delta f$ (g/Hz)
Si	190	2,3	0,352	1607,28	$82,61 \cdot 10^3$	$2,09 \cdot 10^{-17}$
Poly-Si	160 ³	2,3	0,185	743,68	$69,56 \cdot 10^3$	$2,28 \cdot 10^{-17}$
Al	70	2,7	0,130	900,42	$25,93 \cdot 10^3$	$9,00 \cdot 10^{-17}$
Acero Inoxidable	200	7,9	0,370	889,77	$25,32 \cdot 10^3$	$2,66 \cdot 10^{-16}$
Hierro	196	7,8	0,363	886,46	$25,13 \cdot 10^3$	$2,64 \cdot 10^{-16}$

Tabla 2.4 Parámetros característicos de una palanca de dimensiones $l = 30 \mu\text{m}$, $w = 0,5 \mu\text{m}$ y $t = 1 \mu\text{m}$ para diferentes tipos de materiales

En el estudio de los sensores resonantes se tienen que considerar tanto las técnicas de detección como las de excitación de las palancas. Los métodos más habituales de excitación de palancas son:

- A. Electromagnética.** La oscilación de la palanca se produce haciendo actuar sobre ella un campo magnético, es necesario depositar sobre la palanca un material magnético sensible al campo aplicado. Esta técnica se utiliza por ejemplo en muchos sistemas formados por puentes obteniendo alta resolución [Ekinci-05].

³ El módulo de Young del polisilicio varía entre 90 y 160 Gpa, según las diversas fuentes, E=160GPa es un valor ampliamente reportado. .

- B. Electrostática** El estado resonante de la palanca se consigue mediante la aplicación de un campo eléctrico variable entre la palanca y otra estructura denominada *driver*⁴, ésta puede ser el sustrato sobre el que se erige la palanca, de forma que la vibración es vertical, u otra estructura como un electrodo situado en paralelo a la palanca, consiguiendo una oscilación lateral. Este tipo de excitación puede usarse en aplicaciones para medidas de masa [Ono-03].
- C. Electrotérmica.** Se coloca una capa de material muy resistivo sobre la superficie de la micropalanca, se aplica entre el material y la palanca una tensión variable, que calienta el material depositado provocando una compresión/expansión de modo que provoca el movimiento deseado sobre la palanca.
- D. Optotérmica.** Consiste en calentar la palanca con una fuente luminosa focalizada con potencia variable en el tiempo.
- E. Piezoeléctrica.** Al aplicar una tensión alterna sobre un material piezoeléctrico se consigue un movimiento periódico por compresión y expansión del material. Si la frecuencia de resonancia de la señal incidente coincide con la frecuencia de resonancia del sistema, se puede excitar la palanca a su estado resonante.

Varias de las técnicas de detección para palancas resonantes se utilizan también en la detección estática, algunas de ellas tienen un funcionamiento diferente, las más usuales son:

- A. Capacitiva.** La señal de lectura del transductor es la corriente capacitiva formada por el sistema integrado de la palanca y su electrodo excitador, que podrá ser el sustrato o una estructura paralela a la palanca. Permite la integración completa sobre un mismo chip de todo el sensor, con altas expectativas de resolución. Mediante excitación electrostática y detección capacitiva se fabrican sensores de masa de alta resolución [Verd-05].

⁴ Se trata del electrodo polarizador, se denomina normalmente con el vocablo inglés *driver*.

- B. Inductiva.** La palanca tiene depositada una capa de material conductor por el que pasa una corriente. Debido a la corriente continua y al movimiento oscilatorio de la palanca, se genera un campo magnético que proporciona información sobre el movimiento.
- C. Óptica.** Mediante una fuente de luz coherente (láser) y un fotodetector alineado con la luz reflejada por la palanca se mide el movimiento de aquella. Ono et al. [Ono-03] lo utilizan como técnica de detección en un sensor de masa, utilizando excitación electrostática, consiguen una resolución en masa de $5 \cdot 10^{-18}$ g. Pinnaduwege et al. utilizan un sistema de excitación piezoresistiva y detección óptica para medir vapores, consiguiendo una resolución en masa de 70 pg [Pinnaduwege-03]. Ilic et al. [Ilic-00] aplican esta técnica a la detección de bacterias de *Esterilicia Coli*, obteniendo una resolución en masa de 15 pg (en vacío).
- D. Piezoresistiva.** El movimiento de la palanca se detecta a través del material piezoeléctrico depositado en el anclaje de la palanca, el material se ha depositado en esta zona ya que es donde hay más sensibilidad. El material piezoeléctrico se deforma como consecuencia del movimiento de la palanca y proporciona una señal eléctrica proporcional a este movimiento. Una aplicación de este tipo utilizan Burg et al. [Burg-03] para detección molecular, utilizando *cantilevers* con microcanales de forma que la presencia de sustancias en el líquido dentro del *cantilever* provoca variaciones, alcanzando resoluciones de $1,4 \cdot 10^{-17}$ g/ μm^2 .
- E. Piezoeléctrica.** Este esquema de detección es muy parecido a la lectura piezoresistiva, se mide la variación de tensión del material piezoeléctrico que se mueve solidariamente con la palanca.

El primer y segundo demostradores fabricados son sensores resonantes con excitación electrostática y detección eléctrica de la corriente capacitiva.

La integración conjunta de sistemas compuestos por *cantilevers* estáticos y resonantes también es posible y así se desarrollan sistemas complementarios. Si se integran diversos sensores similares de forma que se tengan diversas medidas se consiguen sistemas más fiables [Battiston-01].

2.4 Sensores basados en palancas micrométricas resonantes con excitación electrostática y detección eléctrica

En los demostradores 1 y 2 (sensor de masa formado por una matriz de palancas resonantes de polisilicio y sensor de masa formado por una palanca de silicio cristalino utilizando sustratos SOI) se diseñan sensores formados por palancas resonantes de dimensiones submicrométricas. Para aumentar la resolución del sensor según las ecuaciones 2-3, 2-8 y 2-11 interesa aumentar la frecuencia de resonancia y disminuir la constante elástica. Esto se traduce en la reducción de las dimensiones. Por otro lado existirá una limitación importante respecto a la frecuencia de resonancia máxima que será la que permita leer el circuito.

La tabla 2.5 muestra la sensibilidad alcanzable para el caso de *cantilevers* de silicio de distintas dimensiones. Se pretende diseñar estructuras submicrométricas y nanométricas con el objetivo de tener resoluciones en masa del orden de ag/Hz. Se escogen las dimensiones de tal manera que la frecuencia de resonancia sea inferior a 1,5 MHz. En general la limitación de la frecuencia de resonancia vendrá determinada por el sistema de medida; para la aplicación que se desarrolla, el ancho de banda del circuito es el que limita y es próximo a 1,5 MHz. La tabla muestra la resolución alcanzable por un *cantilever* como los usados en los microscopios de fuerzas atómicas (micro) y en el caso de reducción de dimensiones alcanzando rango nanométrico, suponiendo una masa puntual depositada en el extremo. En el caso submicrométrico se considera que la masa se deposite uniformemente sobre toda la palanca.

Tipo de <i>cantilever</i>	l (μm)	w (μm)	t (μm)	k (N/m)	f_o (Hz)	Sensibilidad (g/Hz)
Micro: masa puntual	125	30	4	44	364 k	$4,9 \cdot 10^{-14}$
Sub-micro: masa puntual	30	0,8	0,6	0,45	1,1 M	$14 \cdot 10^{-18}$
Sub-micro: masa uniforme	30	0,8	0,6	0,45	1,1 M	$56 \cdot 10^{-18}$
Nano: masa puntual	10	0,1	0,5	0,02	1,3 M	$4 \cdot 10^{-19}$

Tabla 2.5 Sensibilidad alcanzable por sensores formados por palancas de silicio de distintas dimensiones

Conviene destacar que el objetivo es reducir la mínima masa detectable. En general lo que interesa es detectar el mínimo de masa posible y esto se consigue depositando una masa puntual en el extremo libre de la palanca. Disminuyendo las dimensiones en el rango nanométrico se consigue incrementar la sensibilidad sin aumentar la frecuencia de resonancia.

Las ventajas de este sensor presentado frente a todos los vistos en apartados anteriores, es que se consigue un sensor integrado con alta resolución para medidas en aire (ninguno de los disponibles tiene estas características).

La circuitería CMOS integrada monolíticamente permite la detección y amplificación de la corriente capacitiva generada por la interficie *driver*-palanca. El diseño de la circuitería se ha realizado por Jaume Verd, del grupo de investigación ECAS [Verd-02, Verd-03, Verd-05], por esta razón no se trata en detalle.

La elección del sistema de detección se hizo al comienzo del proyecto Nanomass. Debido a las características del sistema, se quiere alcanzar una resolución del orden de los ag/Hz, así las palancas serán de anchuras (w) nanométricas, la anchura mínima será de 100 nm. Con sistemas de detección ópticos sería muy difícil conseguir focalizar un spot de luz láser sobre una estructura tan pequeña, ya que la longitud de onda del láser es de unos 512 nm y $\lambda/2 = 206$ nm, es el diámetro del spot mínimo que se puede obtener. Por otro lado, depositar sobre la palanca de tales dimensiones materiales piezoresistivos, piezoeléctricos o magnéticos complicaría los procesos de funcionalización de la superficie, por ello se descartó la posibilidad de utilizar estos métodos. Además se pretende hacer un sistema completamente integrable, de forma que los sistemas magnéticos y ópticos quedan también descartados, por el requerimiento de un montaje complejo de medida.

La excitación de la palanca se realiza electrostáticamente mediante la aplicación de una tensión AC (V_{AC}) entre el *driver* y la palanca, tal y como muestra el esquema de la figura 2.7. También se aplica una tensión continua (V_{DC}) que permite detectar el movimiento de la palanca. El circuito de lectura puede conectarse al *driver* o al *cantilever*, la excitación se hará siempre por el electrodo no conectado al circuito.

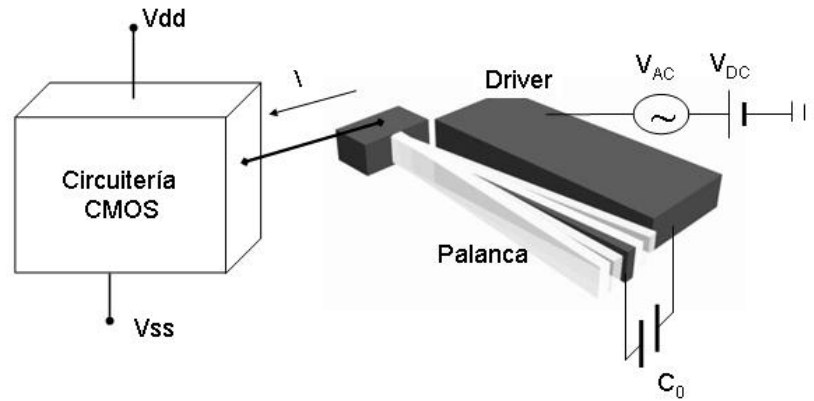


Figura 2.7 Esquema del sistema de excitación electrostática conectado con la circuitería CMOS de detección para amplificar la corriente capacitiva

La corriente capacitiva es una medida de la amplitud de oscilación de la palanca y por tanto proporciona la respuesta frecuencial de la misma. Se puede calcular a partir de la variación de la corriente, vendrá dada por la variación de la capacidad (C) entre la palanca y el *driver* y la tensión aplicada (V):

$$I_C(t) = \frac{\partial}{\partial t}(C \cdot V) = (C_o + c) \frac{\partial V_{AC}}{\partial t} + (V_{DC} + V_{AC}) \frac{\partial c}{\partial t} \approx C_o \frac{\partial V_{AC}}{\partial t} + V_{DC} \frac{\partial c}{\partial t} \quad \text{Ecuación 2-14}$$

La capacidad C , tiene una componente estática C_o y una componente variable en el tiempo c , que refleja las variaciones de la capacidad debidas al movimiento de la palanca. Se asume que las variaciones de c son pequeñas en comparación con C_o y que la tensión V_{AC} variable es mucho menor que la tensión continua V_{DC} . El primer término de la ecuación 2-14 corresponde a una corriente (I_P) no deseada, ya que no da información alguna relativa al movimiento de la palanca. El segundo término refleja la oscilación de la palanca pues depende de las variaciones de capacidad debidas al desplazamiento de la palanca, este término se denomina corriente de desplazamiento (I_D).

La detección del movimiento de la palanca se reduce a detectar corriente de baja magnitud y frecuencia relativamente elevada, de forma que el diseño del sistema de detección es bastante complejo [Verd-03]. Debido a que las variaciones de capacidad son muy pequeñas y que la capacidad estática también es muy pequeña, en el rango de los atoFaradios, para evitar capacidades parásitas es preciso integrar monolíticamente el transductor con la

circuitería. Se utiliza la tecnología CMOS CNM25 2P 2M, tecnología de 2,5 μm con dos niveles de polisilicio y 2 niveles de metal.

Paralelo al diseño del circuito se realizó un estudio para valorar los niveles de corriente y tensión que se querían detectar, así como la influencia de las capacidades parásitas en la integración CMOS. Mediante la modelización del transductor [Abadal-01] se concluye que se necesitará amplificar corrientes del orden de nanoamperios para anchos de banda próximos a un Megahercio.

Los métodos que se utilizarán son conversión resistiva y conversión capacitiva, esquematizados en la figura 2.8 y 2.9 respectivamente.

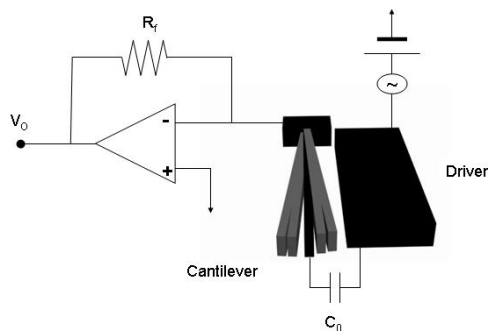


Figura 2.8 Conversión resistiva para detectar corriente capacitiva

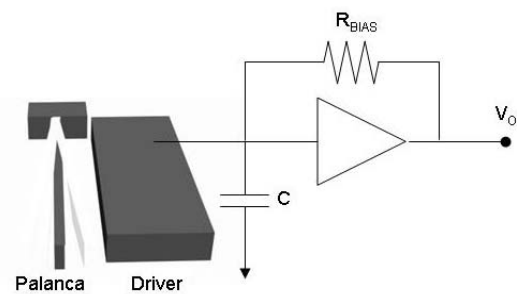


Figura 2.9 Conversión capacitiva para detectar corriente capacitiva

El método de conversión resistiva consiste en hacer pasar la corriente capacitiva generada por el sistema palanca-driver (I_c) a través de una resistencia y medir la caída de tensión generada. Una implementación muy frecuente basada en este método consiste en utilizar un amplificador de transimpedancia.

El método de conversión capacitiva consiste en hacer pasar la corriente a través de una capacidad y medir la caída de tensión. Este método implica realizar la integración de la corriente mediante un condensador (C , en figura 2.9). La finalidad de la resistencia R_{BIAS} es la de polarizar el circuito utilizado; el valor de esta resistencia es muy grande, para que la impedancia del nodo de entrada esté dominada por la capacidad [Verd-03].

El límite de resolución del sistema viene determinado por el mínimo cambio detectable en frecuencia es preciso que el ruido del sistema sea inferior al mínimo cambio de frecuencia detectable. Por esta razón es necesario evaluar la contribución del ruido. El ruido del sistema está compuesto por el ruido del resonador y el ruido de la circuitería. La componente del ruido termomecánico debida al resonador que se puede expresar como:

$$\delta\omega_o \approx \sqrt{\frac{k_B T}{E_c} \frac{\omega_o BW}{Q}} \quad \text{Ecuación 2-15}$$

Donde k_B es la constante de Boltzman, T la temperatura expresada en Kelvins, E_c la energía cinética del sistema determinada por las fluctuaciones mecánicas del resonador, ω_o la frecuencia de resonancia ($\omega_o = 2\pi \cdot f_o$), BW es el ancho de banda del circuito y Q el factor de calidad [Ekinci-04B].

La componente del ruido debida a la circuitería se puede expresar a partir de la variación de la frecuencia con la mínima resolución en tensión alcanzable, así depende de la frecuencia de resonancia y el factor de calidad del resonador y la relación señal ruido del sistema de acuerdo con:

$$\delta f_o \approx \Delta f \frac{\delta V_{out}}{V_{m\acute{a}x}} \approx \frac{f_o}{Q} \frac{1}{SNR} \quad \text{Ecuación 2-16}$$

Las especificaciones y características de los circuitos implementados se analizan en los capítulos 4 y 5, ya que basándose en los mismos principios, difieren para cada tipo de sensor.

2.5 Detección de la deflexión mediante corriente electroquímica

Con el diseño del tercer demostrador a diferencia de los dos primeros se quiere obtener un sensor químico, bioquímico o biológico (dependerá de la funcionalización de la superficie) capaz de operar en medio líquido, dado que es el medio biológico natural.

La superficie de la palanca está funcionalizada, de modo que permite que sólo las sustancias que se quieran detectar se adhieran a la superficie de la misma. La deflexión de la palanca se producirá por el incremento de masa o por estrés superficial debido a la adhesión de partículas.

Querer operar en medio líquido introduce muchas limitaciones en las técnicas de detección que se pueden utilizar. Se quiere buscar un sistema de detección bioquímica in-situ. Realizar un sensor resonante para que trabaje en líquido, obliga a tener mucha precaución en el diseño de la circuitería y su aislamiento para poder introducirlo en líquido.

La utilización de un sistema de detección óptico necesita de un equipo láser que hace no sea un sistema integrable. Los métodos de detección piezoeléctrico y piezoresistivo necesitan de la colocación de capas para que la palanca cumpla estas propiedades, de forma que limitan la funcionalización de la superficie. Se propone un método alternativo: el uso la corriente electroquímica para detectar la deflexión del *cantilever*.

El sistema desarrollado trata de crear un sistema formado por un *cantilever* y un electrodo muy próximo y de medir la corriente electroquímica entre ambos, al sumergir el sistema en líquido. La deflexión del *cantilever* (debida a la presencia de una sustancia) provoca una variación de la distancia entre ambos electrodos; detectando la variación en la corriente electroquímica entre los electrodos se detecta la presencia de sustancia. Con una correcta caracterización previa se obtiene información directa de la cantidad de sustancia depositada sobre la palanca y de la concentración de la misma en el líquido. Se trata de implementar un sistema parecido a un microscopio de barrido túnel electroquímico (ESTM, *Electrochemical Scanning Tunneling Microscope*) de forma que el *cantilever* actúa como la punta del microscopio y el electrodo fijo como la muestra del mismo [Abadal-97].

El sistema de detección estará formado por un bipotenciostato, compuesto por cuatro electrodos: un electrodo de referencia, un electrodo de polarización y los dos electrodos de medida, todos ellos sumergidos en el líquido. El *cantilever* será el electrodo de operación, el electrodo fijo próximo a él será el otro electrodo de medida y tanto el electrodo de referencia como el de polarización se introducen directamente en el líquido.

En la literatura existen algunos ejemplos de sensores que trabajan en medio líquido. Por ejemplo Arrieta et al. presentan un sensor para diferenciar líquidos utilizando detección voltamétrica [Arrieta-04]. Algunos autores presentan sensores formados por una microbalanza de cuarzo que permite trabajar en medio líquido [Jakoby-00, Pereira-03, Shih-01]. También encontramos ejemplos de sensores basados en palancas que trabajan en medio líquido, Vidic et al. presentan sensores formados por *cantilevers* estáticos y dinámicos que mediante excitación eléctrica o magnética y con detección mediante láser trabajan en líquido [Vidic-03]. Si comparamos con estos sistemas, el sensor presentado se trata de un sistema compacto para detección de especies concretas y una alternativa a los métodos existentes.

En el apéndice A, se explican en detalle los conceptos básicos de la detección de corriente electroquímica. En el capítulo 6 se presenta el funcionamiento específico del sensor implementado.

2.6 Resumen del capítulo

En este capítulo se ha presentado el estado del arte de los sensores basados en sistemas micro /nano electromecánicos, haciendo énfasis especial en los sistemas basados en palancas resonantes de silicio como sensores de masa y sensores químicos. Se ha demostrado que los sensores resonantes desarrollados durante la presente tesis presentan características distintas a las existentes en el mercado, en particular porque se trata de sistemas integrados en chip. Con las características de los sensores que se fabrican durante la presente tesis, se espera que en condiciones ambientales permitirán alcanzar mayor resolución que el resto de sistemas reportados. La segunda aproximación (sensores químicos o biológicos) aporta un sistema sencillo que permite trabajar en medio líquido.

Capítulo 3 Técnicas de Fabricación de Transductores Micro/Nanomecánicos.

Este capítulo muestra el estado del arte de las técnicas y tecnologías de fabricación de sistemas micro y nanoelectromecánicos. Se presentan las tecnologías de micromecanizado (de superficie y de volumen) y las técnicas necesarias para llevarlas a cabo, en el apartado 3.1. El apartado 3.2 recoge el estado del arte de las técnicas litográficas, comenzando por la fotolitografía óptica, hasta llegar a las técnicas emergentes con resolución nanométrica. En el apartado 3.3 se presentan las técnicas de grabado utilizadas. El resto de técnicas empleadas en la fabricación como implantaciones, depósito o crecimiento de capas y oxidaciones, al ser estándar en procesado microelectrónico y de microsistemas no se detallan; pueden consultarse en diversas referencias [Maly-87] [Schilling-93]. En el apartado 3.4 se presenta el estado del arte de las técnicas de caracterización para analizar sistemas micro/nano electromecánicos.

3.1 Tecnologías de micromecanizado

En la fabricación de sistemas MEMS utilizando tecnología de silicio, el micromecanizado es la fabricación de estructuras tridimensionales de dimensiones micrométricas. Existen dos tecnologías distintas: micromecanizado de volumen donde se definen estructuras que abarcan un grosor de la oblea considerable y micromecanizado de superficie (o superficial), donde se esculpen capas delgadas previamente depositadas [Aigner-02].

En general, el proceso de micromecanizado consta de varias etapas. El número de etapas dependerá del proceso concreto y del tipo de micromecanizado que se realice. En cualquier caso, siempre se incluirá una etapa para definir los motivos que se quieren crear, para ello

se pueden utilizar diversas técnicas litográficas. Otra etapa, también necesaria, es el grabado para crear los motivos. En las siguientes secciones (apartados 3.2 y 3.3) se presentan las distintas características de estas etapas de litografía y de grabado.

3.1.1 Micromecanizado de superficie

En el micromecanizado de superficie los elementos se definen sobre capas depositadas o crecidas previamente sobre el sustrato de partida. La figura 3.1 presenta un esquema en sección de las etapas más significativas de las dos posibilidades de implementación del micromecanizado de superficie [Collard-02].

Los procesos correspondientes a una o dos máscaras se refieren a los niveles necesarios para definir la forma de la capa estructural. En el proceso de 1 máscara (figura 3.1 A) en primer lugar se crece sobre el sustrato una primera capa sacrificial, que será eliminada posteriormente y sobre esta una capa estructural. A continuación se deposita la capa estructural, ésta será la capa que forme la microestructura. Sobre esta capa se define el patrón de la estructura. Finalmente mediante un ataque húmedo se elimina la capa sacrificial y así se libera la estructura.

En el proceso de dos máscaras (figura 3.1 B) se deposita en primer lugar la capa sacrificial y sobre esta se define un patrón que será el contacto de la capa estructural con el sustrato y a la vez hará de anclaje de la estructura. A continuación se deposita la capa estructural, sobre la que se define la estructura y con el mismo procedimiento que en proceso anterior se libera la estructura [Collard-02].

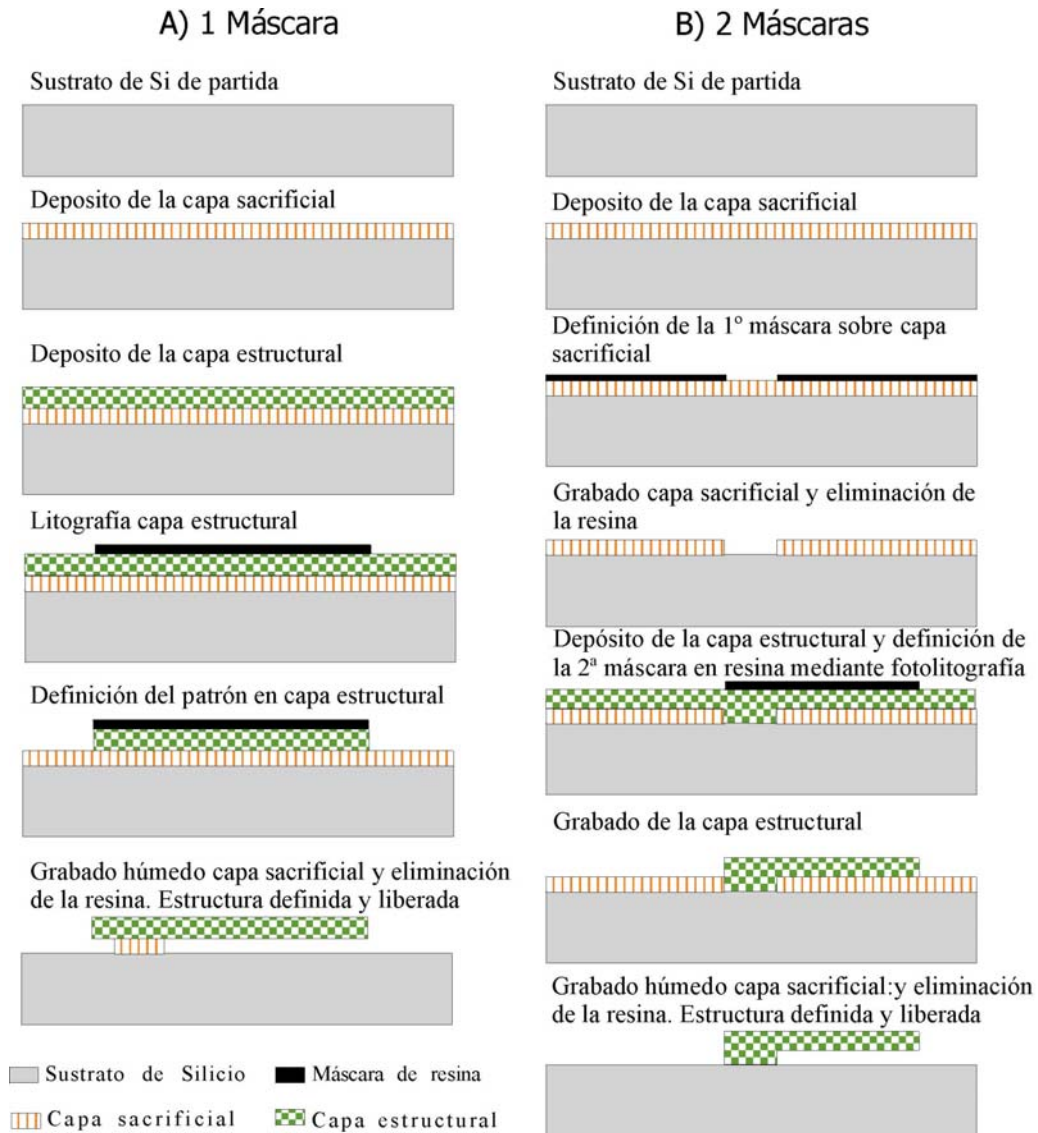


Figura 3.1 Esquema de los procesos de micromecanizado de superficie.

Normalmente en tecnologías de silicio, un material habitual para utilizar como capa sacrificial es el óxido de silicio (SiO_2), la capa estructural puede ser polisilicio, silicio cristalino, nitruro de silicio (Si_3N_4) o un metal (Aluminio, Cobre, Oro,...).

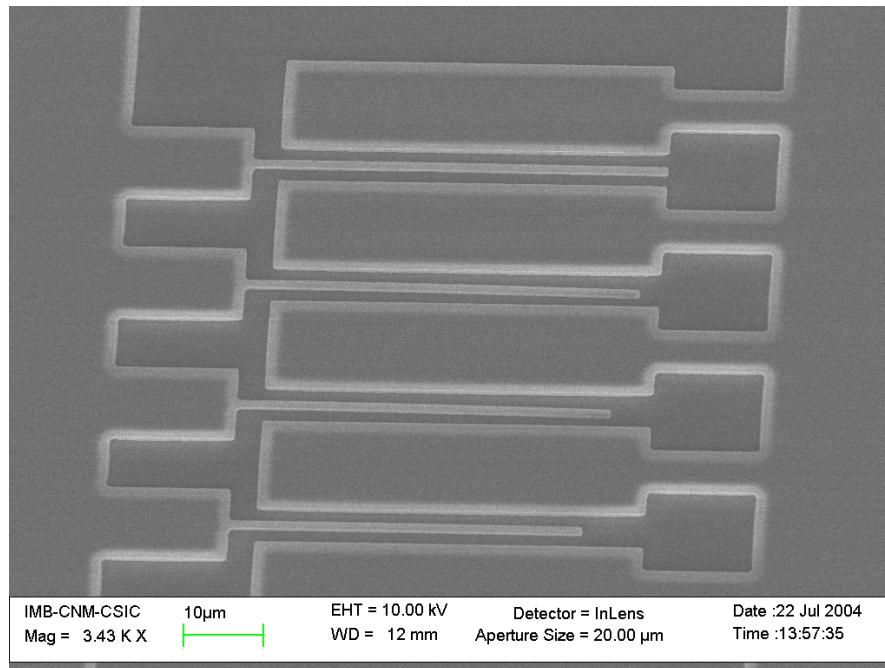


Figura 3.2 Ejemplo de micromecanizado de superficie. Imagen SEM de una matriz de cuatro *cantilevers* con distintas longitudes realizada en polisilicio, la capa sacrificial era óxido de silicio. Se observa la estructura central liberada y enganchada al sustrato.

En el trabajo realizado durante la presente tesis, la tecnología de micromecanizado superficial con una máscara se utiliza para la implementación de los sensores resonantes: tanto la matriz de palancas de polisilicio, como para el sensor resonante de silicio cristalino sobre sustratos SOI. La figura 3.2 muestra resultados obtenidos mediante micromecanizado de superficie.

3.1.2 Micromecanizado de volumen

Mediante grabados, generalmente en la cara inferior del sustrato, se pueden obtener cavidades útiles en la fabricación de membranas y otro tipo de transductores para la fabricación de sensores. Este tipo de micromecanizado, donde se atraviesa prácticamente toda la oblea, se conoce como micromecanizado de volumen. La figura 3.3 muestra las etapas de fabricación de un proceso de micromecanizado de volumen. En la cara superior de la oblea se definen estructuras o contactos, el número de capas y niveles definidos dependerá de la estructura y la tecnología utilizada; puede tener lugar hasta un proceso CMOS completo. A continuación se define una máscara en la cara dorso de la oblea, que puede ser de aluminio, óxido, nitruro o resina según el tipo de ataque que se realice. Por

último se realiza el ataque de volumen de casi toda la profundidad del sustrato, puede ser un ataque anisótropo o isotrópico [Madou-02]. Tras esta etapa se pueden realizar más procesos en la cara componentes o en la cara dorso, si es preciso.

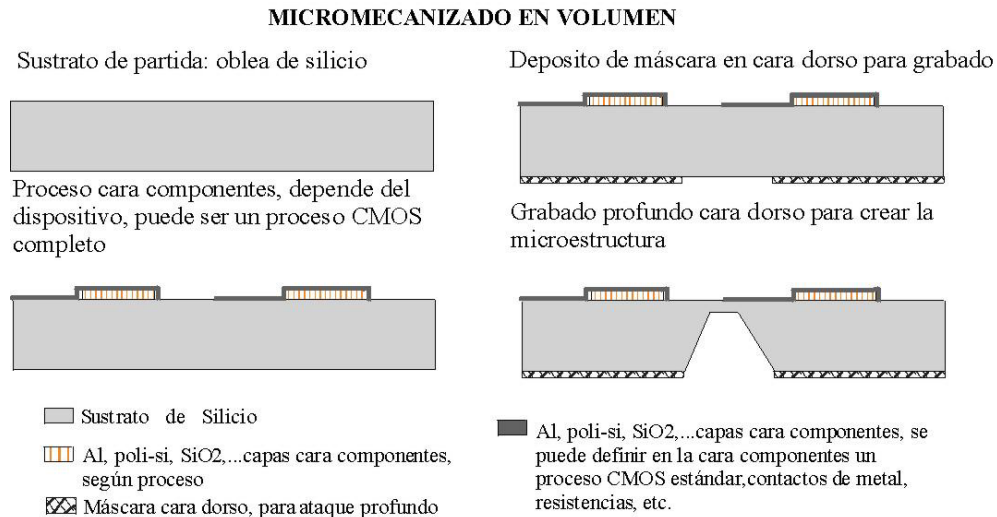


Figura 3.3 Esquema del proceso de micromecanizado de volumen.

Originariamente, el micromecanizado de volumen se realizaba mediante ataques húmedos¹. Los avances en los grabados por iones reactivos (*Reactive Ion Etching*, RIE) en el control de la velocidad de ataque y la profundidad que se consigue, así como la verticalidad de los de los mismos [Madou-02] han permitido la utilización de ataques secos para este tipo de micromecanizado.

¹ En el apartado 3.3 se detallan las características de las técnicas de grabado.

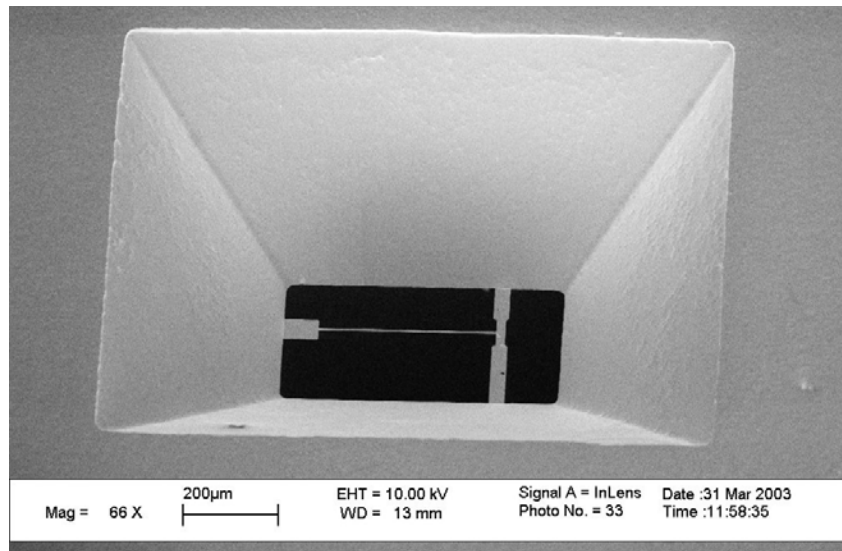


Figura 3.4 Ejemplo de micromecanizado de volumen: Imagen SEM de una microestructura formada por un *cantilever* en la parte superior de la oblea, el micromecanizado se realiza mediante grabado húmedo con KOH del silicio por la cara posterior de la oblea, se observan los perfiles típicos de los grabados con KOH.

Esta tecnología se ha utilizado durante la realización de esta tesis para la fabricación de los transductores para detección electroquímica. En la figura 3.3 se presenta un ejemplo de aplicación de la tecnología de micromecanizado de volumen, donde se ha liberado la estructura mediante un ataque anisótropo de la cara posterior de la oblea.

3.2 Técnicas litográficas

Según el Diccionario de la Real Academia de la Lengua Española “**Litografía** (*de lito- y -grafía*) *Arte de dibujar o grabar en piedra preparada al efecto, para reproducir, mediante impresión, lo dibujado o grabado*”. En el ámbito de la microelectrónica se define como litografía a la técnica utilizada para transferir copias de un patrón a una superficie sólida, como por ejemplo una oblea de silicio [Madou-02]. A continuación se presenta el estado del arte de las técnicas litográficas aplicables a diseño de sistemas micro/nano mecánicos y se explican en detalle las características de las técnicas más relevantes para la realización del trabajo recogido en esta memoria.

3.2.1 Estado del arte de las técnicas litográficas

En general las técnicas litográficas se agrupan en dos grandes clases: técnicas de proyección y técnicas de escritura directa. Las primeras utilizan una máscara para definir las estructuras y permiten además procesados en paralelo de varios motivos a la vez. En las técnicas de escritura directa es el propio elemento el que define el motivo, sin máscara adicional; el proceso litográfico es en serie (se define un motivo a continuación del otro).

La tabla 3.1 muestra una clasificación de las técnicas de litografía disponibles, indicando las características de la técnica, la resolución alcanzable y si utilizan una fuente de luz como herramienta de litografía (fotolitográficas) o son técnicas más novedosas de nanofabricación. Los procesos de fotolitografía, así como los de impresionado y tintado son procesos en paralelo², el resto son procesos en serie. Estos últimos tienen una menor productividad.

	Características de la técnica		Resolución	Longitud de Onda
Fotolitografía	Lámpara de Mercurio	Línea G	400 nm	436 nm
		Línea I	300 nm	365 nm
	Láser	KrF	180 nm	248 nm
		ArF	100 nm	193 nm
		F ₂	70 nm	157 nm
	Litografía de Inmersión			35 nm
Ultra Violeta Extremo			45 nm	13 nm
Técnicas nanométricas	Rayos X		50 nm	1-10 nm
	Haz de iones		30-50 nm	
	Haz de electrones		40-50 nm	
	Estampación ³		20-40 nm	
	Tintado ⁴		30-50 nm	
STM ⁵ /AFM ⁶		15 nm		

Tabla 3.1 Resolución alcanzable con las distintas técnicas litográficas [Clealand-03, ITRS-04].

Los factores que influyen en la utilización de una u otra técnica son la resolución que se quiere alcanzar, el área que se puede litografiar y la productividad. La forma más extendida

² En los procesos en paralelo se definen simultáneamente varios motivos, en contraposición con procesos en serie donde se define un motivo tras otro.

³ En inglés, *imprinting* o *nanoimprinting*

⁴ En inglés, *inking*

⁵ STM *Scanning Tunneling Microscope*, Microscopio de barrido por efecto túnel

⁶ AFM *Atomic Force Microscope*, Microscopio de Fuerzas Atómicas

de litografía es la fotolitografía. En la fabricación de circuitos integrados la fotolitografía ha sido casi la única técnica utilizada para transferir patrones de una máscara en finas capas, si bien, cada vez se necesita aumentar la resolución del proceso litográfico, ya que cada vez hay mayor demanda de dispositivos de dimensiones fuera del límite de resolución de fotolitografía. Para aumentar la resolución se han ido utilizando dispositivos con longitudes de onda más cortas (ultra-violeta, rayos X), pero para obtener dimensiones inferiores a los 35 nm, hay que recurrir a otras técnicas.

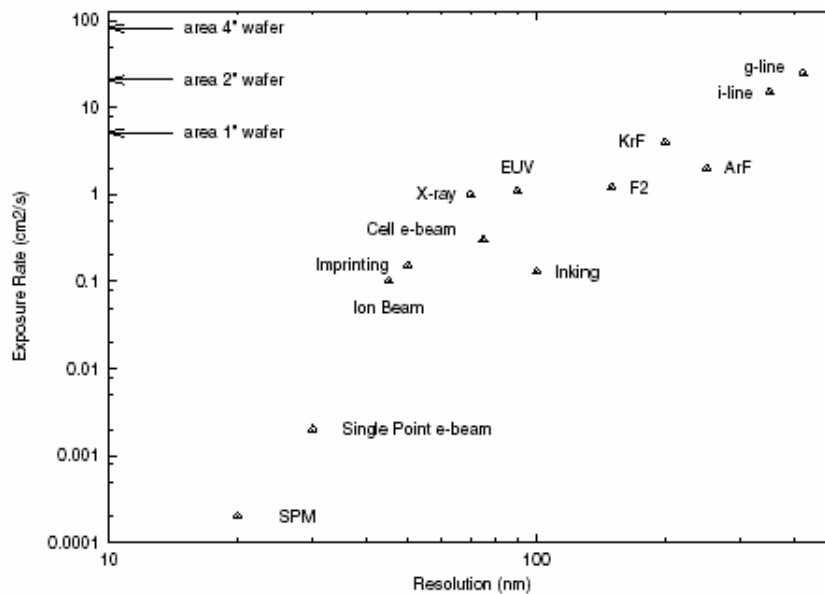


Figura 3.5 Comparación de distintas técnicas litográficas, tasa de exposición en función de la resolución alcanzable, en el caso de la litografía óptica se dan valores para distintas fuentes [Compañó-01].

Las figuras 3.5 y 3.6 muestran la resolución alcanzable en función de la tasa de exposición (figura 3.5) y en función del área definida por unidad de tiempo (figura 3.6). Estas gráficas permiten observar la tendencia de las distintas técnicas, si bien las resoluciones van aumentando considerablemente año tras año, por esta razón no coinciden los valores con los de la tabla anterior más actualizada. Analizando estas gráficas se pueden sacar algunas conclusiones sobre qué técnica es más recomendable para cada aplicación. Así la litografía mediante microscopios de barrido por efecto túnel es la que permite obtener mayor resolución, seguida de la litografía por haz de electrones y de la litografía por microscopio de fuerzas atómicas, en general procesos en serie. Empiezan a aparecer aplicaciones en paralelo de sistemas de litografía con varias puntas de AFM, como el *Millipede* [Vettiger-02]. Por otro lado, los equipos de exposición *paso a paso con repetición* de litografía

óptica son los que dan un mayor rendimiento, estos equipos combinan un proceso en serie con un proceso en paralelo. En general la resolución alcanzada depende fuertemente de la productividad, como muestra la figura 3.6. Cabe destacar el nano-impresionado (*nanoimprint*) técnica con excelente relación resolución productividad, aunque actualmente se trata de una herramienta en desarrollo, pero empieza a haber sistemas que permiten su aplicación a nivel de producción casi industrial como el IMPRIO 250 de *Molecular imprints*⁷.

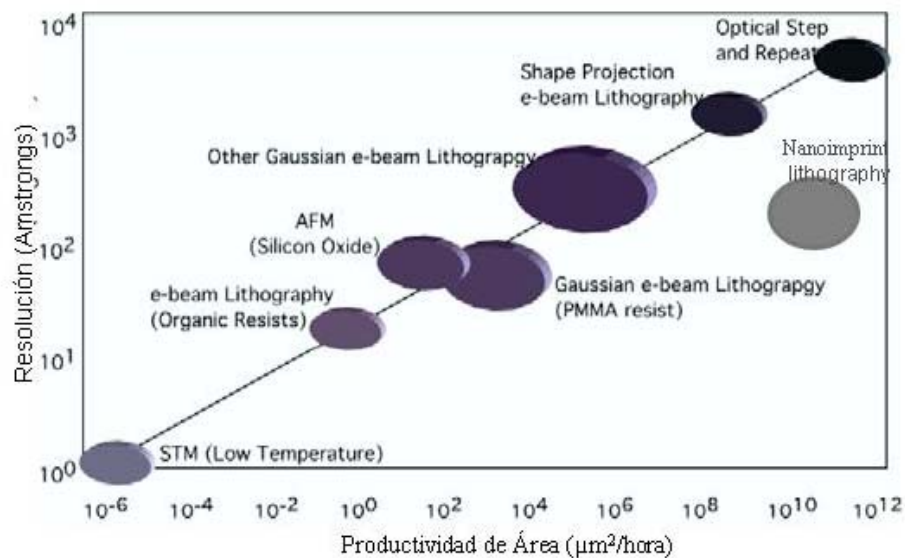


Figura 3.6 Representación de la resolución que se puede alcanzar con distintas técnicas de litografía frente al área litografiada por hora [Tennant-99].

3.2.2 Fotolitografía óptica, ultra-violeta y rayos X

La fotolitografía utiliza la luz como medio de transferencia, es la técnica de litografía más extendida [Madou-02]. Se caracteriza por un alto rendimiento y es una pieza clave en la industria de semiconductores, por su aplicación en la tecnología de silicio para fabricación de circuitos integrados [Grant-03].

El proceso de definir la geometría de la superficie de los diversos componentes de los circuitos integrados mediante fotolitografía es el siguiente: La superficie de la oblea se cubre con una capa fotosensible llamada fotorresina. Al exponer esta capa a la luz, a través

⁷ <http://www.molecularimprints.com>

de una máscara patrón en un sistema fotográfico, la fotorresina expuesta cambia sus propiedades químicas y se puede eliminar mediante un revelador químico, de modo que el patrón de la máscara se transfiere a la superficie de la oblea. Los motivos resultantes son usados como máscara para el grabado de la capa que hay debajo, o para deposición selectiva de determinadas capas. Actualmente se utilizan dos tipos de fotorresina: positiva y negativa; la resina positiva es aquella en la que la zona expuesta a la luz es eliminada durante el revelado; por el contrario, la resina negativa es aquella en la que la parte no insolada se elimina con el revelado.

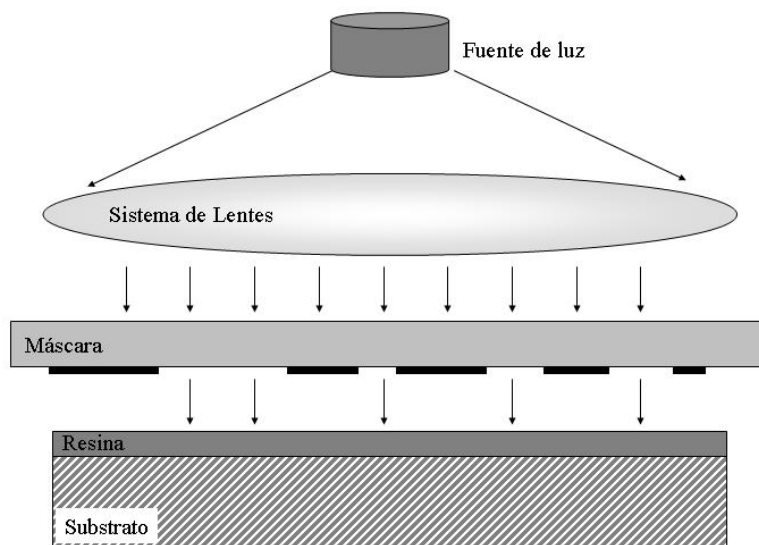


Figura 3.7 Esquema de la insolación de un equipo fotolitográfico, en concreto, de un sistema para máscara de contacto. La luz de la fuente pasa por una serie de lentes y a través de la máscara insola la resina.

Para insolar la resina existen dos tipos de equipamiento distintos:

- Alineadoras de contacto: insolan de una sola vez la oblea completa (figura 3.7). Se coloca la máscara en contacto sobre la oblea o separada unas pocas micras y se realiza la insolación.
- Los sistemas de insolación paso a paso o *steppers*: donde la oblea se insola en sucesivas etapas (figura 3.8), en cada insolación se proyectan los motivos correspondientes a un chip y se repite la proyección en pasos consecutivos hasta recorrer e insolar toda la oblea.

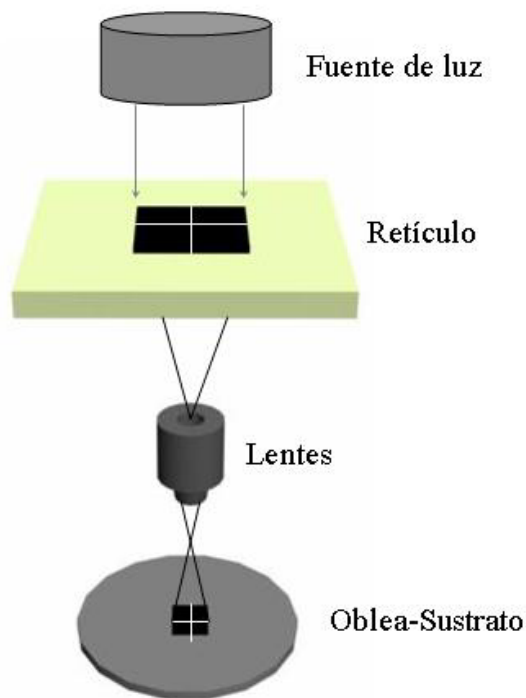


Figura 3.8 Esquema del sistema de insulación paso a paso con proyección.

Las máscaras utilizadas para cada equipo son distintas; por ejemplo, para las alineadoras se utilizan máscaras de contacto, que contiene el diseño de toda la oblea y los motivos tienen el mismo tamaño que los motivos finales sobre el chip, y para los sistemas de insulación paso a paso se utilizan retículos, que incluyen el diseño de un único chip y el tamaño es varias veces superior a la dimensión final sobre el chip.

Dado que la litografía óptica es la técnica que mayor productividad proporciona y observando la tendencia actual de disminución de las dimensiones, es conveniente estudiar en detalle la resolución mínima que se puede alcanzar, así como buscar otras opciones para conseguir aumentarla. Las limitaciones en la resolución alcanzada por la fotolitografía están relacionadas con la naturaleza ondulatoria de la luz, condicionadas por la difracción; al atravesar la luz la máscara a través de los motivos, justo en los bordes y debido a la difracción, parte de la luz incidente penetra en las zonas que no deberían exponerse. El límite de difracción viene dado por $\lambda/2 \cdot AN$ siendo λ la longitud de onda y AN la apertura numérica del sistema óptico.

Un inconveniente de la fotolitografía, que aparece al intentar reducir las dimensiones, es la reflexión difusa en la superficie. La radiación incidente se difunde dentro de la resina y es necesario recubrir la superficie con un material antirreflectante para solucionar el problema. También puede haber reflexión en las paredes, por lo que suele ser útil planarizar la capa antes de la exposición.

Actualmente es posible definir estructuras de dimensiones inferiores a los 100 nm mediante fotolitografía, para ello ha sido necesario introducir cambios en la técnica fotolitográfica. Estas modificaciones de la técnica se basan en que cuando el dibujo requiere una precisión inferior a la longitud de onda de la luz, resulta más fácil calcular y corregir después las distorsiones debidas a la difracción óptica, es decir, se puede diseñar una máscara que después de producirse la difracción, grabe sobre el silicio el patrón deseado.

Aparecen así nuevos conceptos como corrección óptica de proximidad, máscaras de desfase, o sistemas con láser. El efecto de proximidad empeora la resolución en pequeñas distancias porque la difracción se hace más importante. Una solución es usar máscaras de corrimiento de fase [Novosyadlyy-03]. El corrimiento de fase consiste en tener luz con fase contraria a otra, de modo que se crean interferencias destructivas. Las máscaras de corrimiento de fase tienen en cuenta diferentes caminos ópticos y varias estructuras posibles de manera que la geometría de los motivos se cambia para compensar los efectos de proximidad.

La litografía de inmersión aprovecha las ventajas de trabajar en líquido. El índice de refracción del agua desionizada es mayor que uno, por tanto tiene baja absorción, es compatible con fotorresina y el material de las lentes no contamina. Con una longitud de onda de 193 nm se puede obtener una resolución de 35 nm.

Las técnicas de corrección de la difracción tienen un límite. Para longitudes de onda por debajo de los 157 nm las lentes absorben y es necesario utilizar óptica reflectante. De aquí el interés de desarrollar medios que proporcionen mayor resolución en la impresión de patrones. Uno de estos métodos es la litografía con longitudes de onda más cortas: ultravioleta extremo o rayos X (poco penetrantes).

El ultravioleta extremo reduce la longitud de onda un orden de magnitud. Se están fabricando prototipos con longitud de onda de 13 nm. El sistema de insolación en estas longitudes de onda tiene que modificarse, ya que por ejemplo en lugar de lentes, se usan espejos de forma que las máscaras también son distintas. Además estos equipos tienen que trabajar en condiciones de alto vacío que complican los sistemas de insolación.

La litografía mediante rayos X está en el límite de lo que se define como litografía óptica. Si bien es cierto que la longitud de onda es entre 1 y 10 nm, los rayos X provienen de un sincrotrón y no de una lámpara. Los problemas de este tipo de litografía recaen en la fabricación de las máscaras y sobre todo en el coste de la infraestructura necesaria para tener un sincrotrón.

3.2.3 Litografía por microscopio de fuerzas atómicas (AFM)

Esta técnica de litografía consiste en la oxidación local de superficies mediante la aplicación de tensión sobre la superficie con la punta del microscopio de fuerzas atómicas (AFM, *Atomic Force Microscope*). El microscopio de fuerzas atómicas es un caso particular de los microscopios de sonda local (SPM, *Scanning Probe Microscope*). Está compuesto por una palanca o *cantilever* al final de la cual hay una punta, la palanca se deflejará más o menos en función de las fuerzas que aparecen entre la punta y la muestra que se quiere inspeccionar; basa la adquisición de imágenes en el control y registro del movimiento vertical de una punta muy afilada que realiza un barrido por la superficie de la muestra [Pérez-Murano-02].

El AFM se desarrolló en 1989 por G. Binnig, C. Quate y Ch. Gerber [Binnig-89] para obtener imágenes de la topografía de superficies en alta resolución, en particular para poder medir superficies aislantes que no se podían medir con los microscopios de efecto túnel.

La topografía de la superficie se inspecciona por una punta situada en el extremo de un *cantilever*. El rastreo sobre la superficie se realiza con el desplazamiento relativo de la punta respecto a la muestra controlado por un piezoeléctrico. Así la muestra se va desplazando para permitir medir la topografía. El *cantilever* actúa como un muelle de

constante de fuerza k . El microscopio se llama de fuerzas atómicas, ya que son las fuerzas atractivas (van der Waals, capilaridad, etc.) y repulsivas (electrónicas) entre la superficie de la muestra y la punta del microscopio las que producen la deflexión del *cantilever*.

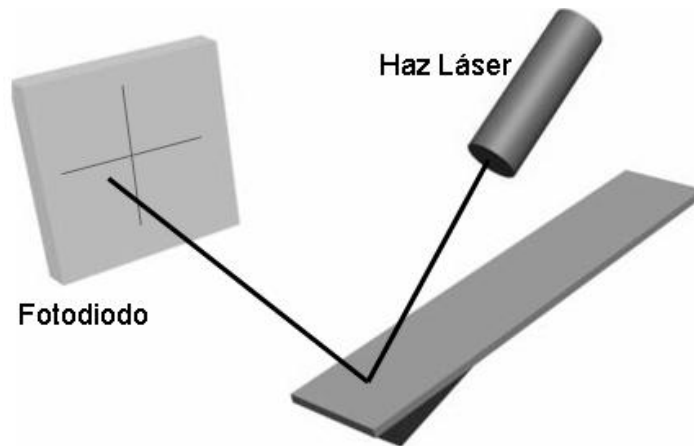


Figura 3.9 Esquema del sistema utilizado para detectar la posición de la punta de AFM. El haz láser incide sobre el *cantilever* y se refleja. La luz reflejada y detectada en el fotodiodo permite que el sistema conozca la posición de la punta.

La deflexión del *cantilever* se detecta mediante un sistema óptico; un haz de luz láser se refleja sobre el extremo del *cantilever* donde está la punta y se detecta en un fotodiodo dividido en cuatro sectores independientes (figura 3.9), en cada sector se obtiene un voltaje proporcional a la luz que le llega. La flexión vertical del *cantilever* induce un desplazamiento vertical del láser sobre el fotodiodo que se cuantifica midiendo la diferencia de señal proveniente de los sectores superiores e inferiores. El desplazamiento lateral del haz, causado por la torsión del *cantilever*, inducida por la fricción entre la punta y la superficie de la muestra, produce una diferencia entre los dos sectores izquierda y derecha.

Las imágenes de topografía se miden normalmente a fuerza constante, de modo que se obtiene un sistema con realimentación que corrige, en cada punto de la superficie, la posición del piezoeléctrico para que la señal del fotodiodo sea constante [Fraxedas-02]. Existe otro modo de funcionamiento de estos microscopios y es el modo dinámico o resonante o *tapping*⁸. En el modo dinámico se hace oscilar la micropalanca a su frecuencia de resonancia para evitar que contacte permanentemente la punta con la muestra

⁸ Con frecuencia se utiliza el vocablo inglés en este argot.

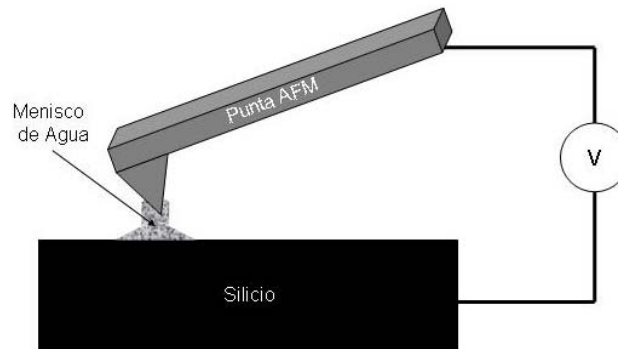


Figura 3.10 Oxidación local de una superficie de silicio con la punta del microscopio de fuerzas atómicas, la oxidación se produce al aplicar tensión entre la muestra y la punta. La formación del menisco de agua permite la oxidación.

La técnica de litografía consiste en inducir una anodización de la superficie aplicando una tensión positiva entre la punta y la muestra. De esta manera se produce una reacción química local de oxidación, donde la capa de agua existente sobre la superficie (los experimentos se realizan en condiciones ambientales) juega un papel fundamental, ya que el menisco que se forma entre la punta y la muestra proporciona los iones OH^- que permiten la oxidación y por tanto la litografía (figura 3.10) [Matsumoto-97]. Mediante la oxidación de la superficie se consigue que la capa de óxido actúe como máscara para grabados posteriores. La resolución alcanzada depende de la precisión del equipo, del tamaño de la punta, de la tensión aplicada y está limitada por el tamaño del menisco de agua formado entre la punta y la muestra [Pérez-Murano-03]. La figura 3.11 muestra un equipo de AFM, controlado por un ordenador (no visible en la imagen).

Esta técnica destaca por su sencillez experimental proporcionando gran flexibilidad al diseñar procesos de fabricación de nano estructuras. Entre las características importantes conviene destacar la resolución: es posible fabricar estructuras de 10 nm [Pérez-Murano-95], la fiabilidad: en modo no contacto [García-98] la condición de la punta se mantiene durante muchas oxidaciones, y la escalabilidad: variando la tensión de oxidación se pueden variar las dimensiones de la oxidación [Pérez-Murano-99]. Además permite trabajar en condiciones ambientales de presión y temperatura.



Figura 3.11 Microscopio de Fuerzas Atómicas del laboratorio de Nanofabricación en el Instituto de Microelectrónica de Barcelona.

El desplazamiento que permite el microscopio de la punta respecto a la muestra es el que limita el área de litografía, en general bastante pequeño, por esta razón en algunos casos se utiliza combinado con otras técnicas. Otra desventaja de la técnica es que la litografía es muy sensible al estado de la punta, la vida de las puntas de AFM utilizadas en litografía es relativamente corta. No es fácil reproducir las mismas condiciones de una litografía a otra.

La oxidación se puede realizar directamente sobre el sustrato de silicio o sobre alguna capa depositada con este fin, por ejemplo aluminio. Un ejemplo de aplicación de esta técnica donde se ha definido una estructura mediante oxidación local con AFM en una máscara de aluminio sobre silicio, se muestra en la figura 3.12. Esta técnica puede utilizarse en la fabricación de sistemas nanoelectromecánicos [Davis-02]



Figura 3.12 Sistema de *cantilever* y *driver* definido sobre silicio cristalino mediante litografía por oxidación local con microscopio de fuerzas atómicas⁹.

⁹ La litografía ha sido realizada por Cristina Martín, dentro del proyecto Nanomass, en el IMB-CNM.

Otro modo de utilizar un AFM para litografía es modificando localmente con la punta una capa de PMMA¹⁰ [Martín-05, Dubois-99]. Depositando una capa de 20-30 nm de PMMA sobre la superficie se realiza la litografía aplicando tensión a la muestra con la punta del microscopio de fuerzas atómicas. Mediante revelado estándar del PMMA se elimina la zona litografiada, así se puede usar directamente el PMMA como máscara, o bien depositar una capa de metal (por ejemplo aluminio) y definir la máscara mediante *lift-off*¹¹.

3.2.4 Litografía por haz de electrones

La litografía por haz de electrones (*Electron Beam Lithography*, EBL) aparece a finales de los años 60 y actualmente se ha convertido en un proceso estándar de fabricación de nanoestructuras. Su funcionamiento se basa en cambiar las propiedades de una capa de resina PMMA mediante la exposición selectiva a un haz de electrones. Las ventajas de utilizar haces de electrones son que los electrones son fáciles de manipular (mediante lentes electromagnéticas) y los haces de electrones son de pocos nanómetros de diámetro. Además se pueden mover y posicionar los haces de electrones con mucha precisión.

Para crear los haces de electrones en los equipos actuales generalmente se utilizan microscopios electrónicos de barrido (SEM, *scanning electron microscope*), estos equipos proporcionan haces de electrones con diámetros muy pequeños (de 1 a 20 nm).

El microscopio de electrones de barrido está formado por una columna central que contiene la fuente de electrones, los detectores y el conjunto de lentes necesario para colimar los haces de electrones; un sistema de vacío y el sistema electrónico de control y visualización (actualmente compuesto por un ordenador) [Lawes-87]. Nos centraremos en el funcionamiento de la columna central.

El haz de electrones se produce en una fuente de electrones; la fuente puede ser una fuente de emisión de campo o estar formada por un filamento de tungsteno. Aplicando alto voltaje (típicamente entre 2 y 25 kV) los electrones son acelerados. El sistema de vacío es

¹⁰ Polimetil-metacrilato

¹¹ Por *lift-off* se conoce al proceso de definir una máscara primero en resina y posteriormente, depositar un material que cubra la resina. Al eliminar la resina expuesta durante el revelado, el material queda sólo en las zonas abiertas de la máscara.

necesario para evitar que haya moléculas en las proximidades del haz que lo dispersen. Con un sistema de lentes colimadoras, el haz pasa de tener unos 50 nm de diámetro a 5 nm.

Al bombardear con el haz de electrones la superficie de la muestra interacciona con este y emite electrones. Estos electrones son recolectados por el detector y contienen mucha información sobre las características de la muestra en ese punto. Moviendo el haz a lo largo de la muestra se consigue información de toda ella. La evolución de los detectores permite distinguir actualmente entre los electrones primarios y secundarios, de forma que se obtiene mayor información sobre la muestra.

La litografía por haz de electrones se trata de un proceso de escritura directa, que utiliza el haz puntual del microscopio formado por electrones para definir el patrón. El haz que se utiliza es el mismo que utiliza el SEM para hacer imágenes de alta resolución. Para realizar el proceso litográfico es necesario incluir en el sistema del SEM una interfase para dirigir e interrumpir el haz. La figura 3.13 muestra una imagen de un equipo de litografía de este tipo.



Figura 3.13 Equipo de litografía por haz de electrones basado en un microscopio de electrones de barrido en el Laboratorio de Nanofabricación del Instituto de Microelectrónica de Barcelona.

Utilizando una resina de alta resolución y baja sensibilidad, resina PMMA, se están obteniendo en muchos laboratorios motivos con dimensiones por debajo de los 30 nm con alta reproducibilidad. Se ha demostrado que con esta técnica se pueden obtener dimensiones de hasta de 7 nm [Technology-00].

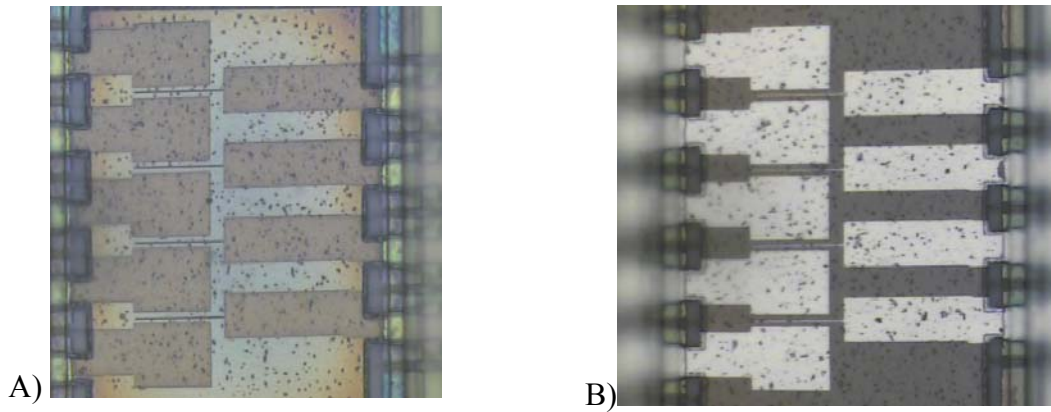


Figura 3.14 Imágenes ópticas de estructuras definidas mediante litografía¹² por EBL, A) en PMMA revelado, B) tras el depósito de Aluminio que hará de máscara para el grabado y el decapado de la resina.

La figura 3.14 muestra la definición de una estructura micromecánica mediante litografía por haz de electrones. En este caso se ha definido la estructura con un equipo de EBL basado en un SEM sobre PMMA, posteriormente se ha hecho un *lift-off* con Aluminio.

3.2.5 Litografía por haz focalizado de iones (FIB)

El haz focalizado de iones o FIB (*Focus Ion Beam*) puede utilizarse tanto como herramienta litográfica sobre una capa intermedia (generalmente PMMA), como para grabar directamente sobre el sustrato [Cleland-03]. Por esta razón se presenta también en el apartado 3.3 Técnicas de grabado.

El uso de los haces de iones es muy reciente, en 1959 Feynman sugiere por primera vez el uso de haces de iones. Hasta 1975 no se consigue tener una fuente de iones de alta potencia y el primer microscopio de iones de barrido no se fabrica hasta 1975 [Nanofib].

La parte principal de un equipo de haz focalizado de iones es la fuente de iones. Las más usuales suelen estar formadas por un filamento de tungsteno que se carga con iones desde un pequeño depósito con metal líquido. Aplicando alta tensión electrostática entre el filamento y un electrodo de extracción se consigue que el líquido forme un cono muy afilado (conocido como cono de Taylor). La emisión de este cono es muy estable y puede

¹² La litografía se ha realizado en el IMB-CNM dentro del proyecto Nanomass, por Gemma Rius

focalizarse en un diámetro muy pequeño. Las fuentes de metal líquido son las que limitan esta tecnología, porque es necesario que los metales tengan un punto de fusión bajo, así se suele usar Galio, Bismuto, Germanio o Mercurio. Utilizando tensiones más altas, se pueden usar fuentes de iones gaseosas, como Argon, Helio o Xenon. Se pueden conseguir haces de diámetros de 10 nm con corrientes de 10^{-11} A. Una vez los iones se extraen de la fuente, pasan por un sistema de enfoque y son dirigidos a la superficie de la muestra, en un proceso en serie, de modo que se expone o ataca la capa intermedia o bien se graba directamente el sustrato [Cleland-03]. Mediante la utilización de capas intermedias puede grabarse un motivo sobre resina o directamente sobre una capa que actúe de máscara [Arshak-04].

La litografía FIB sobre aluminio es una de las contribuciones del trabajo recogido en la presente memoria. Se propone una nueva aplicación del FIB, como herramienta de litografía.

La utilización del FIB como herramienta litográfica sobre aluminio en esta tesis viene motivada porque se quieren obtener cortes o trincheras de dimensiones inferiores a los 100 nm (en la aplicación del sensor biológico que trabaja en medio líquido, tercer demostrador) con alta anisotropía (se pretende atacar 1 μ m de profundidad manteniendo la anchura inferior a las 100 nm).

Una gran ventaja de esta litografía es que una vez colocada la muestra en la cámara se pueden definir automáticamente en pocas horas una gran cantidad de motivos, aun tratándose de una técnica de escritura en serie, así se obtiene un rendimiento de procesado de varios chips a la hora. La ventaja de no necesitar una máscara adicional hace que sea una buena herramienta de litografía para fabricar prototipos.

Las aplicaciones características del FIB han sido la reparación de circuitos integrados, dado que permite cortar pistas y depositar nuevos contactos, de forma que puede arreglar cortocircuitos e introducir contactos en puntos que sea necesarios, junto con esta aplicación se utiliza para la fabricación de microsistemas¹³, preparación de secciones de muestras para

¹³ Como tal se presenta en el apartado 3.3

microscopía de transmisión de electrones (TEM), o deposición local de materiales. En los últimos años se están desarrollando aplicaciones para la nanofabricación [Gierak-04].

3.2.6 Otras técnicas litográficas

Entre las técnicas litográficas también con resolución nanométrica están el impresionado, el tintado y la litografía mediante láser; su utilización quedaba fuera de los objetivos de este trabajo, por esta razón se citan sólo brevemente.

Impresionado (*Nanoimprint*)

En proceso de litografía mediante impresionado consiste en preparar el sello (patrón o molde); por ejemplo, mediante litografía óptica o por litografía por haz de electrones seguido de un grabado seco. A continuación se recubre el sustrato con un polímero adecuado. El siguiente paso es disponer el sustrato y el molde paralelos. En la primera versión de la tecnología, llamada también HEL (*Hot Embossing Lithography*) Se calienta el sistema hasta alcanzar la temperatura de impresión próxima a los 200° C (por encima de la temperatura de cristalización del polímero que va a ser moldeado) es necesario asegurarse de que se ha alcanzado el equilibrio térmico. Se ponen en contacto el molde y el sustrato y se presionan (la presión estándar está en el rango de 50-100 bares), a continuación se enfría el sistema. La duración, tanto del calentamiento como del proceso de mantener presionados el sustrato y el molde es del orden de varios minutos para cada uno. El desmoldado y la separación del sello del sustrato tienen lugar a 50°C. Ahora el polímero puede ser utilizado como máscara para un grabado seco, si el polímero es suficientemente resistente, o como paso previo en la definición la máscara mediante un proceso lift-off y si el polímero tiene una funcionalidad (conductividad, óptica no lineal, etc.) puede constituir por si mismo un dispositivo [Clealand-03, Schultz-04].

Emergentes variaciones de esta técnica permiten que la litografía tenga lugar a temperatura ambiente y con bajos niveles de presión (5 kPa). Además esta nueva técnica conocida como S-FIL (*Step and Flash Imprint Lithography*) permite el procesado en serie de varios dispositivos [Schulz-04].

Tintado (*Inking*)

En el proceso de tintado, se cubre de tinta un tampón consistente en un elastómetro, cuando la tinta entra en contacto con el sustrato forma una monocapa auto ensamblada (SAM, *self assambled mono layer*). Esta monocapa actúa de máscara para una serie de procesos posteriores, tanto para grabados como reacciones en superficie. Este método es particularmente atractivo ya que el proceso de funcionalización puede hacerse intrínsecamente al proceso de tintado [Technology-00].

Litografía mediante escritura directa con láser

La litografía mediante escritura directa con láser (DWL, *Direct write laser lithography*) se basa en la modificación de la superficie inducida por un haz láser focalizado [Müllenborn-95]. El sistema de litografía consiste en láser de Argon y la óptica necesaria para focalizar el haz y el sistema de control; se trata de una técnica que no necesita máscaras adicionales.

El haz láser se puede utilizar para realizar oxidación local de capas finas o para eliminar localmente polímeros. Con esta técnica se obtienen resoluciones submicrométricas (del orden de 700-800 nm). La principal ventaja de esta técnica es que se puede combinar con otras nanolitográficas, de forma que permite definir áreas mayores y así conectar microestructuras y nanoestructuras, por ejemplo [Abadal-99].

3.3 Técnicas de grabado

Dentro de las técnicas utilizadas en los procesos de fabricación de los transductores micro/nanomecánicos, cabe destacar (junto con la litografía) el papel determinante en las dimensiones definidas de las técnicas utilizadas para transferir los patrones, es decir, las técnicas de grabado.

En este punto es preciso definir todos los elementos que intervienen. Por grabado se entiende la eliminación total o parcial de una capa de forma selectiva. El proceso se compone del reactivo: molécula o sustancia capaz de atacar la capa y producto: molécula o

sustancia obtenida después del grabado. La interacción entre el reactivo y la capa que da lugar al proceso de grabado se llama reacción de ataque.

A continuación se detallan las características generales de los procesos de grabado comúnmente utilizados en la fabricación de MEMS y NEMS, clasificados en función del tipo de proceso utilizado; se presentan las técnicas de grabado húmedo en primer lugar y a continuación las técnicas de grabado seco.

3.3.1 Grabado Húmedo

En los grabados húmedos el reactivo es líquido y el producto será soluble en medio líquido y el grabado se realiza mediante una reacción química del reactivo con la capa a atacar. El ataque se puede parar por tiempo o al llegar a una capa que se graba a una velocidad mucho más baja que la de la capa a grabar (ataque selectivo). Tras todos los ataques húmedo es necesario limpiar la muestra para eliminar los restos de reactivo en agua desionizada. Por último es preciso un proceso de secado, bien puede realizarse en estufas o con pistolas de nitrógeno.

Los grabados húmedos permiten obtener alta selectividad química, combinando correctamente la máscara y el sustrato utilizados. Además en general no suelen afectar a las características eléctricas de los materiales, ni alteran las estructuras cristalinas de los mismos. Los grabados húmedos pueden ser isótropos, graban igual en todas las direcciones, o anisótropos, con preferencia por alguna dirección de grabado, por ejemplo, algunos grabados químicos graban preferiblemente a lo largo de ciertas direcciones del cristal o ciertos planos cristalinos y otros son grabados muy despacio, esta característica conduce a tener superficies con pendientes muy suaves controladas con mucha precisión.

La resolución que se puede alcanzar con este tipo de grabado depende de la velocidad de ataque del reactivo, de la selectividad de la máscara y de la isotropía o anisotropía del ataque.

El control vertical del grabado es generalmente más difícil en los grabados húmedos que en los secos. Esto se debe a que muchos reactivos químicos cambian sus propiedades tras las

reacciones de ataque, el paso del tiempo o con variaciones de temperatura. Así, en algunas ocasiones no es demasiado exacto controlar la profundidad de grabado con el tiempo de ataque. Por esta razón, es frecuente utilizar una capa de una sustancia a la que el ataque sea selectivo para que pare el ataque. Por ejemplo, al atacar silicio, puede utilizarse SiO_2 o Si_3N_4 como capas de paro de ataque.

A continuación se detallan algunos de los reactivos para las capas más comunes que forman los sistemas microelectrónicos. En ocasiones el uso de un reactivo no es posible dado que éste puede atacar a capas que no se quiere grabar, por esto es preciso conocer la estructura del sistema que se quiere fabricar, de las capas que se quiere atacar y las que no se quiere atacar para seleccionar el reactivo.

3.3.1.1 Grabado de silicio

La solución estándar para grabar de forma isótropa silicio consiste en una disolución de ácido nítrico (HNO_3) y fluorhídrico (HF) disuelto en agua o ácido acético (CH_3COOH). Variando las concentraciones de estos ácidos y en función del disolvente utilizado se varían las velocidades de ataque; se pueden conseguir así velocidades de ataque desde 80 $\mu\text{m}/\text{min}$ hasta 0,3 $\mu\text{m}/\text{min}$ [Clealand-03].

La disolución de hidróxido de potasio (KOH) disuelto en agua provoca un grabado del silicio selectivo a los planos cristalinos, en particular graba más rápido los planos $\langle 100 \rangle$ y $\langle 110 \rangle$, en cambio graba más lento los planos $\langle 111 \rangle$. La relación entre las velocidades de grabado correspondientes a los planos $\langle 100 \rangle$; $\langle 110 \rangle$; $\langle 111 \rangle$ es aproximadamente 300:600:1, la proporción para la velocidad de grabado de los planos $\langle 111 \rangle$ varía ligeramente en la literatura. Esta propiedad de grabar más lento los planos de los planos $\langle 111 \rangle$ respecto a los $\langle 100 \rangle$ y $\langle 110 \rangle$ es la que determina las paredes inclinadas características con pendientes próximas a los 55° . La velocidad de grabado del KOH a 80°C en los planos $\langle 100 \rangle$ 1,0-1,4 $\mu\text{m}/\text{min}$. Con propiedades similares existen otras soluciones como por ejemplo el EDP¹⁴ (a 100°C graba el silicio a 1 $\mu\text{m}/\text{min}$ y a 120° a 2

¹⁴ etilendiamina-pirocatecol

$\mu\text{m}/\text{min}$) y el TMAH¹⁵ (con velocidad de grabado en los planos $\langle 100 \rangle$ a 80°C de $0,4 \mu\text{m}/\text{min}$) [Clealand-03].

3.3.1.2 Grabado de silicatos: SiO_2 y Si_3N_4

La mejor solución para atacar el óxido de silicio es el ácido fluorhídrico o una solución tampón de ácido fluorhídrico. El principal inconveniente de esta solución es que ataca también a muchos metales, por ejemplo, el aluminio y titanio son atacados rápidamente. En fabricación de microsistemas el SiO_2 suele utilizarse como capa sacrificial; dado que el ácido fluorhídrico ataca los metales, la liberación de las estructuras implica tiene que hacerse antes de la deposición de los metales o bien protegiendo estos del ataque. En ocasiones puede utilizarse HF en estado gaseoso para los ataques, así se evita que las estructuras liberadas queden enganchadas al sustrato.

El nitruro de silicio puede atacarse con ácido fosfórico en altas concentraciones (85% en peso) y a temperaturas entre 120 y 160°C , con velocidades de grabado de entre $10 \text{ nm}/\text{min}$ y $25 \text{ nm}/\text{min}$ [Clealand-03].

3.3.1.3 Grabado de metales: Aluminio

El aluminio es el metal más utilizado, junto con el titanio (Ti), cromo (Cr) y oro (Au) en microfabricación. El aluminio se elimina con una solución comercial compuesta por 80% de ácido fosfórico, 5% de ácido nítrico, 5% de ácido acético y 10% de agua (todos los porcentajes son en volumen); con esta solución la velocidad de grabado a 50°C es de $600 \text{ nm}/\text{min}$.

El titanio se puede eliminar con ácido hidrofúorídrico diluido y el cromo con soluciones formadas por ácido hidrocloreídrico. El oro se elimina con *aqua regia* una mezcla de 3 partes de HCL en 37% de concentración y una parte de HNO_3 en concentración del 70% [Clealand-03]. En el laboratorio de Microsistemas del IMB-CNM donde se realizan los ataques húmedos, el grabado de titanio se realiza con solución de sal de cerio con ácido

¹⁵ hidróxido de tetrametil amonio

perclórico que graba a 1000Å/min y el oro se graba con una mezcla de yodo/yoduro que ataca a 500Å/min.

3.3.2 Grabado Seco

Los grabados secos, por contraposición con los procesos húmedos, son los que no tienen lugar en medio líquido. El grabado seco permite obtener un mayor control de las dimensiones y la anisotropía que las técnicas de grabado húmedo, aunque estas técnicas pueden dañar la superficie: modificando las características eléctricas (introduciendo cargas por ejemplo) o modificando la estructura cristalina (deposición de polímeros). Finalmente los ataques secos pueden ser automatizados mediante el uso de equipos en principio costosos (sobre todo si se comparan con los ataques húmedos).

Las principales técnicas de grabado seco son el grabado por plasma y el grabado por haz de iones.

En el grabado por plasma, se produce una descarga del plasma en un gas a baja presión, el cual genera iones libres que reaccionan con el sustrato. La reacción puede ocurrir en la misma cámara del plasma, o en una cámara aparte, en la cual las partículas de gas ionizadas se difunden.

El grabado por haz de iones acelera iones a voltajes de entre unos cientos hasta mil voltios, los cuales extirpan o reaccionan con el sustrato. En estas dos técnicas se puede utilizar gases reactivos, como C₄F₈ o SF₆, o gases no reactivos como Ar o He. Frecuentemente se utilizan en combinación ambos [Cleland-03].

Veamos en detalle un ejemplo de ataque por plasma: el ataque por iones reactivos (RIE), y otro de ataque de iones: ataque con haz focalizado de iones (FIB).

3.3.2.1 Grabado por iones reactivos

El grabado por iones reactivos, RIE (*Reactive Ion Etching*) es el grabado por plasma más usual, permite la utilización de gases reactivos y no reactivos. En el RIE se utiliza gas ionizado como reactivo, la reacción de ataque es una reacción físico-química. Tras el ataque en general no es necesario ningún tipo de postproceso, salvo la eliminación de las capas utilizadas como máscara. Solo en algunos ataques, por ejemplo, el grabado de aluminio utilizando Cl_2 y BCl_3 necesita un post-proceso para eliminar los restos de cloro, ya que sino éste provoca la corrosión de la superficie.

Los plasmas se controlan mediante fuentes de tensión RF de 13,56 MHz aplicadas entre dos electrodos planos, con acoplamiento capacitivo. El circuito resonante formado por generador y plasma debe mantenerse en fase para poder así emplear toda la energía del mismo en la ignición del plasma (potencia directa). La muestra se coloca en uno de estos electrodos, quedando así expuestos a los iones, que son acelerados. Tanto los iones reactivos como los no reactivos pueden causar daños si se reflejan en direcciones no deseadas. El fin del ataque puede realizarse manualmente (controlando el tiempo de ataque o la concentración de los gases) o de forma automática (mediante detectores ópticos)

Las velocidades de grabado, dependientes de la combinación de gases reactivos utilizadas, la potencia, presión y temperatura de la cámara, son altamente dependientes del sistema específico, de la geometría y de los parámetros usados. La presión de trabajo, la potencia y el voltaje del plasma de un sistema RIE están interrelacionados y son muy importantes para determinar la velocidad de grabado y la anisotropía en las tres fases de un ataque seco: estabilización, grabado y sobregrabado. Transferir este tipo de parámetros de un sistema a otro no es trivial [Cleland-03].

Durante los procesos de fabricación de los demostradores se han utilizado varios equipos RIE tanto de la sala blanca del IMB-CNM, como del Laboratorio de ambiente controlado de la Universidad Autónoma de Barcelona. El primero de ellos utilizado sobre todo en grabados de silicio y polisilicio es el *Alcatel GIR 160*, este equipo tiene 5 guías de gases (SF_6 , N_2 , O_2 , CHF_3 , CF_4 y He); mediante la combinación adecuada de ellos puede grabar silicio (cristalino y policristalino) y compuestos de silicio (dióxido de silicio, nitruro de silicio o siliciuro de tántalo).

Para ataques profundos y ataques de silicio en los que el nivel de anisotropía es elevado se ha utilizado el equipo *Alcatel 601-E*, especialmente diseñado para grabados profundos (se trata de un equipo DRIE, *Deep RIE*). Este tipo de sistemas están pensados para obtener una alta tasa de grabado, buena uniformidad, selectividad y perfil prácticamente vertical. Esto se consigue gracias a la ignición inductiva del plasma (ICP, *inductively coupled plasma*) y a un generador pulsante que polariza independientemente el sustrato termostatazo, junto a unos imanes que direccionan y concentran el plasma de alta densidad. Este equipo tiene un sistema de refrigerado mecánico por Helio, de forma que se tiene un control mayor sobre la temperatura a la que se realiza el grabado y además permite realizar procesos a baja temperatura. Los gases reactivos con los que cuenta son SF₆, C₄F₈ y O₂, actualmente caracterizados para grabado de silicio, carburo de silicio y óxido de silicio.

Para cada uno de los ataques realizados durante la fabricación de los demostradores se han seleccionado las condiciones de presión, concentración de gases y tiempo de ataque. De forma que el ataque cumplierse las características requeridas.

El tercer equipo utilizado es el Oxford Plasmalab 80 Plus, es un equipo más antiguo que tiene resoluciones menores, pero en el que se permite introducción de obleas contaminadas (entiéndase contaminadas para el CMOS). Los gases que incorpora son SF₆, O₂, CHF₃, que permiten grabar silicio, dióxido de silicio, nitruro de silicio y polisilicio en las condiciones correspondientes.

Para los grabados de aluminio se ha utilizado un cuarto equipo que es el Drytek Quad. Con mayor combinación de gases permite grabar más capas.

La siguiente tabla (3.2) resume los ataques que pueden realizar cada uno de los equipos, indicando la combinación de gases que se utiliza para atacar diferentes capas. En algunos casos el ataque está sin caracterizar, porque hay un equipo mejor que puede realizarlo, pero el equipo dispone de la combinación necesaria de gases para hacer el ataque.

Capa	Nombre del equipo			
	Alcatel GIR 160	Alcatel 601-E	Oxford Plasmalab 80 Plus	Drytek Quad
Silicio	SF ₆ ,O ₂	SF ₆ ,C ₄ F ₈	SF ₆ ,O ₂	Cl ₂
Dióxido de Silicio	CHF ₃ , CF ₄ / CHF ₃	C ₄ F ₈	CHF ₃ ,O ₂	C ₂ F ₆ ,CHF ₃ ,O ₂
Nitruro de silicio	CHF ₃ / CF ₄ SF ₆ / He	Sin caracterizar	CHF ₃ ,O ₂	SF ₆
Carburo de Silicio	SF ₆ ,O ₂	SF ₆ ,O ₂	Sin caracterizar	Sin caracterizar
Polisilicio	SF ₆	SF ₆ ,C ₄ F ₈	SF ₆ ,O ₂	Cl ₂
Aluminio, Titanio	No graba	No graba	No graba	BCl ₃ , Cl ₂ , N ₂
Resina	No graba	No graba	No graba	O ₂ , N ₂ :H ₂ , CF ₄

Tabla 3.2 Resumen de las capas que graban y la combinación de gases necesaria para los grabados RIE en el IMB-CNM y en la UAB.

3.3.2.2 Ataque mediante haz focalizado de iones

Como se ha comentado en el apartado 3.2.5 el haz focalizado de iones o FIB puede utilizarse también para grabar directamente el sustrato. Se consigue de este modo micromecanizar, directamente y de forma controlada, estructuras sin necesidad de máscaras adicionales. Se han podido definir cortes o secciones con gran precisión. [Clealand-03].

La utilización del FIB como herramienta de grabado ha sido utilizada en el tercer demostrador, los resultados obtenidos se muestran en el capítulo 6.

3.4 Técnicas de caracterización del micromecanizado

En el desarrollo y fabricación de sistemas micromecánicos, las técnicas para caracterizar las dimensiones físicas de los mismos y los resultados de los procesos son casi tan importantes como las técnicas de fabricación utilizadas. En los procesos de fabricación y caracterización de sensores micromecánicos es preciso conocer en detalle las técnicas de

análisis disponibles, con el fin de utilizar la técnica más adecuada para cada etapa del proceso. Para una óptima caracterización es importante conocer el funcionamiento de los instrumentos para interpretar correctamente los resultados.

Existen diversas técnicas de medida aplicables a estructuras micrométricas y submicrónicas, desde el microscopio óptico clásico a instrumentos novedosos de resolución nanométrica. Dependiendo de las características de la muestra: material, grosor, dimensiones,... es más recomendable el uso de unos u otros aparatos de medida.

Mediante técnicas de espectroscopía y el uso de elipsómetros pueden conocerse características físicas y químicas de los materiales; mediante microscopios de diversos tipos se pueden determinar las dimensiones de las estructuras; para determinar la topografía de las muestras se pueden utilizar perfilómetros o microscopios de barrido. La tabla 3.3 recoge las técnicas utilizadas normalmente para medidas de MEMS, muchos de los cuales han sido utilizados para analizar los resultados que recoge la presente memoria.

Técnica	Tamaño del spot o punta	Resolución/Aumentos	Rango de profundidad	Aplicaciones¹⁶
Espectroscopía por reflexión (visible 400-900 nm)	3,5-50 nm		4 nm-5µm	Capas no absorbentes
Espectroscopía por reflexión (UV 200-400 nm)	10 µm	1- 2 µm	2,5 nm-2 µm	Capas transparentes, capas delgadas sobre metales
Elipsómetro (estándar 632.8 nm)	12-100 µm	1-2 µm	1-100 nm	Capas no absorbentes
Microscopios Ópticos		Magnificación 10-1000	0,3-5 µm	Herramienta universal para dimensiones >0,29 µm
SEM, microscopio electrónico de barrido	Spot por debajo de 1-3 nm	1-2 nm Magnificación 20-150.000		Análisis de estructuras conductoras tridimensionales

¹⁶ En esta columna se indican algunas de las aplicaciones más destacadas para cada técnica; este dato es interesante sobre todo en caso de limitaciones de muestras específicas sobre las que tiene sentido el uso de la técnica.

Técnica	Tamaño del spot o punta	Resolución/Aumentos	Rango de profundidad	Aplicaciones ¹⁶
TEM, microscopio electrónico de transmisión	1 nm	0,1-0,2 nm Magnificación 500-500.000	1nm-1 μ m	Defectos en estructura atómica, análisis nanomuestras
Microscopio acústico de barrido	1,3 mm (50 MHz)	Lateral: 10 nm-2mm Profundidad 10 nm-5 mm	Señal penetra 1 longitud de onda	Inspección dentro de encapsulados cerámicos de IC. Inspección entre superficies
Perfilómetro	El tamaño de la punta limita el ancho de banda	Mejor que 0,1nm y lateral ~ 0,03 mm		Medida de escalones abruptos
CSOM, Microscopio Confocal de barrido	0,3 μ m	0,3 μ m	< 1 μ m	Secciones transversales. Imágenes de capas independientes.
AFM Microscopio de Fuerzas Atómicas	Radio de curvatura de la punta 5-10 nm	Imágenes atómicas	< 0,1 nm	Rugosidad de superficies
STM, Microscopio de barrido túnel	5-10 nm	Imágenes atómicas Lateral:0,1-1 nm Profundidad: 0,1 nm		Resolución atómica. Medida de propiedades químicas
Microscopio óptico de interferencias		Lateral:0,2-2 μ m Profundidad: 400 μ m-2 cm		Secciones transversales. Deflexiones
Microscopio óptico de campo próximo	0,02-4 μ m	Lateral: 1-200 nm Profundidad:10 nm		Imágenes generales.

Tabla 3.3 Técnicas de medida para MEMS [Madou-02].

3.5 Resumen del capítulo

En este capítulo se han mostrado las particularidades de las tecnologías de micromecanizado en superficie y en volumen. Se ha analizado el estado del arte de las técnicas de litografía disponibles, las características de las mismas y la resolución máxima alcanzable. El tercer apartado recoge el estado del arte de las técnicas de grabado, altamente determinantes de las dimensiones finales en la fabricación de estructuras mecánicas submicrométricas. Por último, se presentan brevemente las técnicas de caracterización disponibles.