

Universidad Nacional de San Martín
Escuela de Ciencia y Tecnología



Desarrollo de un microsensor de flujo implementado con tecnologías de microfabricación

Proyecto final integrador para obtener el grado de Ingeniero
Electrónico

Autor

Franco Rota

frota@estudiantes.unsam.edu.ar

Tutores

Dra. Ing. Liliana Fraigi

lilifraigi@gmail.com

Ing. Laura Malatto

lmalatto@inti.gob.ar

Centro de Micro y Nanoelectrónica del Bicentenario

Instituto Nacional de Tecnología Industrial

Buenos Aires, Argentina

2025

Resumen

El presente proyecto consiste en el diseño, fabricación y caracterización de un sensor de flujo de dimensiones micrométricas basado en el principio de calorimetría para la medición de líquidos con bajos caudales (0 a 1,6 mL/h). El mismo se compone de un microcalefactor central junto con microsensores de temperatura de película delgada colocados aguas arriba y aguas abajo dentro de un único microcanal.

El proyecto incluye la selección de materiales compatibles con los procesos de microfabricación, el diseño de los componentes, la implementación mediante las técnicas de fotolitografía, sputtering, lift-off y litografía blanda, dentro de un entorno de sala limpia para procesos microelectrónicos. Se diseñaron e implementaron bancos de caracterización utilizando la instrumentación electrónica disponible. Finalmente, se realizó la evaluación de cada componente y chip microfluídico.

Para el microcalefactor se seleccionó el nicromo (NiCr) y para los microsensores de temperatura el óxido de vanadio (VOx) como materiales de película delgada sobre portaobjetos de vidrio. Se caracterizó su resistividad por cuadrado, TCR y respuesta dinámica de los sensores de temperatura. Para la fabricación de los microcanales se preparó un molde de fotoresina del tipo epoxy (SU-8) sobre una oblea de silicio y se implementaron en silicona PDMS. Por último, se realizó la integración de los componentes en un único chip para la obtención del microsensor de flujo.

Dichos microsensores se caracterizaron funcionalmente mediante dos metodologías: conmutando la potencia aplicada manteniendo el caudal constante y, variando el caudal manteniendo constante la potencia aplicada. Los resultados confirmaron la viabilidad del método calorimétrico para medición de caudales para su integración en sistemas lab-on-chip y plataformas portátiles de control de procesos.

Agradecimientos

En este apartado quiero expresar mi más profundo agradecimiento a mis tutoras Liliana y Laura por su guía, apoyo y paciencia a lo largo de este proyecto, convirtiendo una idea en un proyecto tangible.

Agradezco al Instituto Nacional de Tecnología Industrial (INTI), al Centro de Micro y Nanoelectrónica del Bicentenario (CMNB) donde tuve posibilidad de realizar el proyecto en un entorno profesional de investigación y desarrollo. A los integrantes del grupo de microfluídica: Eliana, Belén, Luciano y Carlos por compartir sus conocimientos y experiencias con los cuales he crecido profesional y personalmente. Particularmente a Belén por su compromiso, colaboración con la fabricación y caracterización y recomendaciones durante el proyecto.

Gracias a la Universidad Nacional de San Martín (UNSAM) por la oportunidad de recibir educación técnica, pública y de calidad para la formación de profesionales que aporten en el desarrollo científico y tecnológico.

A los docentes integrantes de la cátedra de proyecto final: Ing. Nicolás Álvarez, Ing. Paola Pezoimburu y el director de carrera Dr. Ing. Gabriel Sanca por el apoyo y guía para presentar el presente proyecto integrador.

A todos los docentes por su vocación, esfuerzo y paciencia para que sus alumnos podamos abordar los desafíos de la ingeniería electrónica. Entre los cuales quiero mencionar al Ing. Sinderman por su compromiso con la formación de los estudiantes tanto en su etapa como director de carrera como en su labor docente, siempre orientando y acompañando a sus estudiantes.

Gracias a toda mi familia: mis padres Pablo y Liliana, a mi hermana Ornella y a mi esposa Milagros por el apoyo incondicional durante mi trayecto de formación educativa.

Agradezco también a Vrio Corp. y en específico al equipo de Field Technology, donde actualmente trabajo, por acompañarme en la etapa final de formación académica, brindando crecimiento profesional, personal y flexibilidad para compatibilizar el desarrollo de este proyecto con el trabajo.

Gracias a los amigos que he conocido a lo largo de mi vida por su afecto y alegría en los momentos que más lo requerí y también agradecer a mis compañeros de facultad con quienes compartí años de estudio, desafíos y experiencias de aprendizaje.

Contenido

Resumen

Agradecimientos

1. Introducción y motivación

1.1 Objetivos y motivación.....	6
1.2 Microsensores de Flujo y Sistemas Microfluídicos.....	6
1.3 Antecedentes.....	8
1.4 Estructura del informe.....	10
1.5 Referencias.....	10

2. Marco Teórico

2.1 Microsensores de flujo térmico y sistemas microfluídicos.....	13
2.1.1 Resistencias de película delgada.....	13
2.1.2 Microcalefactor.....	15
2.1.3 Microsensor de temperatura.....	16
2.1.4 Chip de microfluídica.....	17
2.2 Tecnologías de microfabricación.....	19
2.2.1 Proceso de limpieza.....	19
2.2.2 Proceso de fotolitografía.....	20
2.2.3 Proceso físico de deposición de películas delgadas por sputtering.....	22
2.2.4 Proceso de "lift-off".....	23
2.2.5 Litografía blanda.....	25
2.3 Referencias.....	25

3. Estudio y caracterización de materiales

3.1 Fabricación de muestras de películas delgadas.....	27
3.2 Medición de resistividad por cuadrado y de espesores para NiCr y VOx.....	29
3.3 Medición de TCR de películas delgadas.....	30
3.4 Referencias.....	32

4. Diseño y fabricación del microsensor de flujo

4.1 Diseño del microcalefactor.....	33
-------------------------------------	----

4.2 Diseño del microsensor de temperatura.....	34
4.3 Diseño del chip de microfluídica.....	36
4.4 Fabricación del microsensor de flujo.....	38
4.5 Referencias.....	45

5. Sistema de medición

5.1 Caracterización eléctrica de resistividad por cuadrado.....	47
5.2 Caracterización dimensional.....	49
5.3 Caracterización térmica.....	49
5.4 Caracterización microfluídica.....	50
5.5 Referencias.....	53

6. Resultados y discusión

6.1 Caracterización del microcalefactor.....	55
6.1.1 Caracterización dimensional.....	56
6.1.2 Caracterización térmica.....	58
6.2 Caracterización del microsensor de temperatura.....	58
6.2.1 Caracterización dimensional.....	59
6.2.2 Caracterización funcional.....	60
6.3 Caracterización del microsensor de flujo.....	62
6.4 Referencias.....	66

7. Conclusiones y Trabajo Futuro

7.1 Conclusiones.....	68
7.2 Trabajo futuro.....	69

Anexo

I. Método de medición de resistividad de películas delgadas.....	70
II. Máscaras para fotolitografía.....	73
III. Preparación de molde de SU-8.....	77
IV. Proceso de litografía blanda (PDMS) para fabricación de microcanales.....	78
V. Diagrama de Gantt.....	79
VI. Publicación.....	79

Capítulo 1

Introducción y motivación

Este capítulo describe los fundamentos necesarios para la comprensión del proyecto final integrador “Microsensor de flujo”. Se contextualiza acerca del principio de funcionamiento y los componentes que integran el dispositivo. Luego se describe la evolución de esta tecnología a través de la revisión de los antecedentes. Finalmente se mencionan los objetivos y la motivación, centradas en la búsqueda de soluciones innovadoras, económicas y efectivas.

1.1 Objetivos y motivación

El objetivo general de este proyecto es diseñar, fabricar y caracterizar microsensors de flujo para bajos caudales líquidos mediante las técnicas de microfabricación. Para ello, se proponen los siguientes objetivos específicos:

- Análisis de bibliografía y antecedentes.
- Estudio y selección de materiales que integran el microsensor de flujo.
- Diseño y fabricación de los dispositivos que componen el microsensor.
- Diseño e implementación de banco de caracterización de dispositivos microfluídicos.
- Caracterización dimensional, eléctrica, térmica y funcional del sistema microfluídico.

Desde el punto de vista profesional, considero importante mi formación en los temas tecnológicos que involucra este proyecto, entre los cuales podemos mencionar: los procesos de microfabricación, la caracterización eléctrica de los componentes fabricados y el diseño de la electrónica asociada, el estudio de materiales, el manejo de instrumental de laboratorio, así como tantos otros conceptos integradores estudiados durante la carrera.

1.2 Microsensors de flujo y sistemas microfluídicos

La microfluídica es el campo de la ciencia que estudia la manipulación de muestras fluidas de pequeños volúmenes, en el orden de los picolitros y microlitros. Cuando se conoce la dirección del flujo, como es en el caso de mediciones en un espacio restringido y de flujo laminar (microcanales), la masa del fluido que circula por unidad de tiempo puede ser determinada por la medición de velocidad. Dicha velocidad de flujo es una cantidad vectorial que describe el estado en un campo de flujo.

Los sensores de caudal en microfluídica pueden clasificarse en dos grandes grupos: térmicos y no térmicos [1,2]. Entre los sensores de flujo que se clasifican en métodos no

térmicos cabe mencionar los que realizan medición de fuerza de arrastre, que puede ser medida con sensores piezoresistivos o sensores capacitivos donde es posible estimar la caída de presión debido a la velocidad de flujo laminar. La desventaja de estos sensores mecánicos yace en la dependencia de las fuerzas mecánicas que genera, la diferencia de presión y la densidad del fluido, esta última variable se ve comúnmente afectada por la temperatura. Frente a esto, se ha decidido abordar el grupo de sensores de caudal térmico debido a que estos proponen estructuras simples, al igual que su principio de funcionamiento, poseen una rápida respuesta y alta sensibilidad incluso para caudales bajos.

Otra de las razones por las cuales nos interesan estos sensores respecto a los no térmicos, son las ventajas que se alcanzan con la miniaturización: bajo consumo de potencia y mayor sensibilidad para caudales pequeños. Así mismo, los sensores térmicos dependen de la propiedad de conducción térmica de los líquidos, que mediante la transferencia de calor se transduce en una señal eléctrica medible.

Idealmente estos sensores se encuentran aislados térmicamente para que la transferencia de calor sólo ocurra debido al flujo. El calor puede disiparse por otros caminos como ser a través del sustrato, resultando en pérdidas térmicas que degradan la performance del sensor y deben ser minimizados en el diseño. Los métodos de sensado térmico de flujo [1,2] pueden clasificarse en:

- Anemómetro térmico: También conocido como anemómetro de hilo o película caliente tiene un elemento sensor que se calienta eléctricamente. Cuando se expone al flujo, se mide y ajusta la corriente o el voltaje eléctrico necesario para mantenerlo a una temperatura constante, lo que permite obtener la velocidad del flujo.
- Tiempo de vuelo: Consiste en el transporte de un pulso de calor en un flujo, el cual puede ser rastreado con el paso del tiempo sobre una distancia conocida.
- Calorimétrico: Basado en el transporte de calor, donde un elemento calefactor causa un aumento de temperatura del fluido. El sensor de flujo másico térmico mide la asimetría del perfil de temperatura alrededor del calefactor, modulado por el flujo del fluido y su calor específico.

En el *método anemométrico* al elemento sensor termorresistivo se le aplica una corriente, se lo expone al flujo, y se miden las pérdidas de calor. Este método presenta dos modos de operación: a corriente constante o a temperatura constante. En el primer caso se alimenta el sensor con una corriente constante y se miden las variaciones de tensión por el cambio de temperatura, proporcionales al caudal. Mientras que en el segundo caso, se utiliza un circuito de realimentación que ajusta la corriente necesaria para mantener la temperatura constante en el sensor, cuya compensación es proporcional al caudal.

El *método de tiempo de vuelo*, mide la velocidad del líquido al rastrear el movimiento de las partículas del fluido que se transporta. Se implementa al introducir un pequeño pulso de

calor y determinando el tiempo que toma para viajar una distancia conocida entre la fuente de calor (transmisor) y el sensor de temperatura ubicado aguas abajo (receptor). Alternativamente la fuente de calor puede ser manejada por una corriente AC, con la cual el tiempo de vuelo se determina por un cambio de fase entre las señales de temperatura del calefactor y del sensor de temperatura.

La forma de **medición por calorimetría** requiere de tres dispositivos fundamentales: un canal por donde pase el fluido cuyo caudal se quiere medir, un calefactor para elevar la temperatura del líquido a medir y sensores de temperatura para medición de la diferencia de temperatura en distintos puntos del microcanal antes y después del calefactor para así determinar el caudal.

Usualmente en los diseños de sensores de microfluídica se cuenta con al menos dos sensores. Uno de ellos se dispone aguas arriba del calefactor y es encargado de medir la temperatura del líquido al momento de ingresar al microcanal sin afectación por el calefactor, mientras que el otro (u otros) se dispone aguas abajo del elemento calefactor y se encarga de detectar el perfil térmico alrededor del mismo debido al flujo del líquido (Fig. 1.1). La asimetría térmica debido al flujo puede ser detectada y cuantificada.

Las propiedades de conductividad térmica del fluido son esenciales para la correcta transducción de la velocidad del líquido a una señal eléctrica.

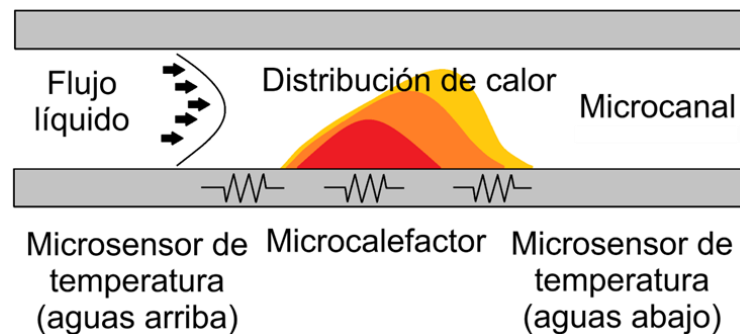


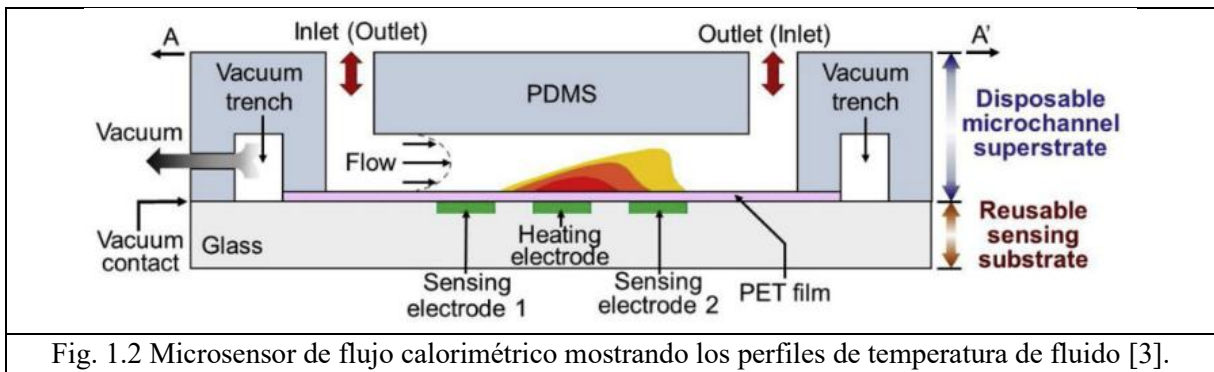
Fig. 1.1. Ilustración del concepto de sensado calorimétrico.

Entre estos distintos métodos de medición de caudal se eligió el de calorimetría ya que es capaz de medir bajos caudales [3] y es uno de los más sencillos de implementar con tecnología planar. Por otro lado, la aplicación de interés es medir caudales en microcanales cuyas dimensiones están por debajo de $0,1 \text{ mm}^2$ de sección transversal. Dentro del campo de la microfluídica los microcanales son uno de los dispositivos más importantes y sencillos para los cuales el número adimensional de Reynolds, que cuantifica las características fluidicas involucradas, es cercano a la unidad, con lo cual predice que el flujo sea laminar [4].

1.3 Antecedentes

Entre las distintas aproximaciones para medir flujos líquidos el método calorimétrico es de los más ampliamente documentados y utilizados con los cuales se pueden lograr resoluciones de sensibilidad altas [1-4]. En la Fig. 1.2 se presenta un esquema de un sensor de flujo

microfluídico descartable propuesto por J. Kim et al. [3] cuyo sustrato de detección es reutilizable.



Tradicionalmente, muchos sensores térmicos son realizados utilizando silicio [5] por ser compatibles con procesos de microfabricación, pero parte de la sensibilidad se pierde ya que el calor se disipa por dicho sustrato. Se han implementado métodos de deposición de capas delgadas de materiales de baja conductividad térmica como lo son el nitruro de silicio y dióxido de silicio sobre el área sensora para disminuir la pérdida de calor, pero estas técnicas de fabricación son complejas, por lo cual los sensores de flujo dejan de ser de bajo costo [3,6]. También se encuentran referencias de sensores de microfluídica de bajo costo [7, 8] utilizando películas delgadas de vidrio y polímeros como sustratos de los microcanales.

Para el desarrollo de los sensores de temperatura de alta resolución se consideraron los materiales y diseños propuestos por Paulo J. Sousa et al. [9] donde generalmente el platino es el material predilecto y donde se lograron sensibilidades del orden de 0,3542 mV/°C, sin embargo, este material es de alto costo para nuestra aplicación. Por otra parte, los coeficientes térmicos, resistividad y conductividad térmica, junto con los diseños del calefactor, se consideraron de acuerdo con los propuestos por Z. E. Jeroish et al. [10].

En algunos de los diseños propuestos se utilizó para el microsensado de temperatura el óxido de vanadio VO_x , que ha sido usado previamente sobre sustrato de vidrio [11, 12].

Existen múltiples áreas en las cuales interesa utilizar dispositivos basados en microfluídica debido a la habilidad de manipular pequeños volúmenes de fluidos con alta precisión. Por ejemplo:

- **Bioteología:** Pueden ser utilizados para mejorar el entorno de cultivo de células [13, 14], para detección de drogas [15].
- **Investigaciones biomédicas:** Estos dispositivos han permitido el desarrollo de dispositivos “lab-on-a-chip” [16] que se utilizan para análisis de ADN, detección de proteínas, ensayos inmunológicos.
- **Agricultura:** Control de calidad en industria de alimentos [17], monitoreo ambiental [18], incluso pueden encontrarse dispositivos comerciales para dicho propósito [19, 20], estudio de cultivos [21].
- **Procesos Industriales:** Control, monitoreo y optimización. Utilizados en microreactores [7], sistemas de mezclado por microfluídica.

- Medicina clínica: Modelos de organ-on-chip, análisis de fluidos [22, 23].
- Desarrollo y Educación: Para estudio de principios de dinámicas de fluido, técnicas de microfabricación [16].

Respecto a los microsensores de flujo calorimétricos, tienen múltiples aplicaciones ya sea que el flujo a medir sea gaseoso o líquido [25].

1.4 Estructura del informe

Este trabajo se divide en varios capítulos, que a continuación se detallan. En el Cap. 2 se describe el marco teórico que abarca los conceptos básicos de resistividad por cuadrado y coeficiente de temperatura absoluta de resistencia (TCR), así como las tecnologías y procesos de microfabricación involucrados en el proyecto. En el Cap. 3 se presentan los estudios realizados a los materiales de los componentes que integran el chip de microfluídica, a los cuales se midieron la resistividad por cuadrado, TCR y espesores obtenidos durante el proceso de deposición. Luego se presenta en el Cap. 4 el diseño y la fabricación del microcalefactor, microsensor y su integración en un mismo chip de microfluídica. En el Cap. 5 se describen los métodos de medición e instrumentación utilizados para las diferentes caracterizaciones, como así también el setup de los bancos de medición para las pruebas funcionales del chip de microfluídica. Finalmente, en el Cap. 6 se describen las mediciones realizadas a los dispositivos y microsensor de flujo bajo dos condiciones de ensayo: a caudal constante y conmutación de potencia de entrada, y a caudal variable y potencia constante. El Cap. 7 contiene las conclusiones y trabajos futuros.

1.5 Referencias

- [1] Van Herwaarden, A. W., and G. C. M. Meijer. "Thermal sensors." New York: John Wiley & Sons (1994): 331-382.
- [2] Nguyen, Nhat Thi. "Micromachined flow sensors—A review." Flow measurement and Instrumentation 8.1 (1997): 7-16.
- [3] Kim, Jinho, et al. "A disposable microfluidic flow sensor with a reusable sensing substrate." Sensors and Actuators B: Chemical 288 (2019): 147-154.
- [4] C.Liu, "Foundation of MEMS - 2nd edition", Pearson (2012).
- [5] Van Oudheusden, B. W. "Silicon thermal flow sensors." Sensors and Actuators A: Physical 30.1-2 (1992): 5-26.
- [6] Etxebarria, Jaione, et al. "Low cost polymeric on-chip flow sensor with nanoliter resolution." Sensors and Actuators B: Chemical 235 (2016): 188-196.
- [7] Tanaka, Yoshiaki, et al. "Micro flow sensor for microreactor." Yokogawa Technical Report/English Edition (2009): 47.

- [8] Cho, Hyungseok, et al. "A disposable microfluidic device with a reusable magnetophoretic functional substrate for isolation of circulating tumor cells." *Lab on a Chip* 17.23 (2017): 4113-4123.
- [9] Sousa, Paulo J., et al. "Development of highly sensitive temperature microsensors for localized measurements." *Applied Sciences* 11.9 (2021): 3864.
- [10] Microheater: Material, design, fabrication, temperature control, and applications a role in COVID-19 - Z. E. Jeroish, K.S. Bhuvaneshwari, Fahmi Samsuri, Vigneswaran Narayanamurthy.
- [11] Karimov, Khasan S., et al. "Vanadium Complex (VO₂ (3-fl)) Films Based Resistive Temperature Sensor." *Journal of Engineering and Applied Sciences-JE&AS* 4.2 (2020): 6-6.
- [12] Verkelis, J., et al. "Vanadium oxides thin films and fixed-temperature heat sensor with memory." *Sensors and Actuators A: Physical* 68.1-3 (1998): 338-343.
- [13] R. Gomez-Sjoeberg, A.A. Leyrat, D.M. Pirone, C.S. Chen, S.R. Quake, Versatile, fully automated, microfluidic cell culture system, *Anal. Chem.* 79 (2007) 8557–8563.
- [14] Shamloo, Amir, et al. "Endothelial cell polarization and chemotaxis in a microfluidic device." *Lab on a chip* 8.8 (2008): 1292-1299.
- [15] Lee, Dongkyu, et al. "Sensitive and reliable thermal micro-flow sensor for a drug infusion system." *Sensors and Actuators A: Physical* 309 (2020): 112033.
- [16] Ryzhkov, Vitaly V., et al. "Integrated membrane-free thermal flow sensor for silicon-on-glass microfluidics." *Lab on a Chip* 23.12 (2023): 2789-2797.
- [17] Kim, Giyoung, Jongguk Lim, and Changyeun Mo. "Applications of microfluidics in the agro-food sector: A review." *Journal of Biosystems Engineering* 41.2 (2016): 116-125.
- [18] Kamat, Vivek, et al. "Enabling smart agriculture through sensor-integrated microfluidic chip to monitor nutrient uptake in plants." *ECS Sensors Plus* 2.4 (2023): 043201.
- [19] Wisenstech LF1100 MEMS Liquid Calorimetric Flow Sensor. chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcgclefindmkaj/https://www.wisenstech.com/yahoo_site_admin/assets/docs/LF1100_en_VA0_062016.245121028.pdf
- [20]<https://www.allaboutcircuits.com/news/calorimetric-principle-new-high-performance-mems-flow-sensor-modules/>
- [21] Kim, G. and Lee, J. (2024). Micromachined needle-like calorimetric flow sensor for sap flux density measurement in the xylem of plants. *Scientific Reports*, 14(1). <https://doi.org/10.1038/s41598-024-65046-9>
- [22] Macedo, Etienne, et al. "Defining urine output criterion for acute kidney injury in critically ill patients." *Nephrology Dialysis Transplantation* 26.2 (2011): 509-515.

- [23] Vehusheia, S.L.K.; Roman, C.I.; Arnoldini, M.; Hierold, C. Experimental In Vitro Microfluidic Calorimetric Chip Data towards the Early Detection of Infection on Implant Surfaces. *Sensors* 2024, 24, 1019.
- [24] Kuo, Jonathan TW, Lawrence Yu, and Ellis Meng. "Micromachined thermal flow sensors—A review." *Micromachines* 3.3 (2012): 550-573.
- [25] Ejeian, F., Azadi, S., Razmjou, A., Orooji, Y., Kottapalli, A. G. P., Warkiani, M. E., & Asadnia, M. (2019). Design and applications of mems flow sensors: a review. *Sensors and Actuators A: Physical*, 295, 483-502. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2019.06.020>.

Capítulo 2

Marco Teórico

En este capítulo se describen los conceptos básicos de resistividad por cuadrado y coeficiente de temperatura absoluta de resistencia (TCR), así como la selección de los materiales que integran los dispositivos que conforman el microsensado de flujo térmico que utiliza el método calorimétrico. Luego se presentan las tecnologías y procesos de microfabricación involucrados en el proyecto.

2.1 Microsensores de flujo térmico y sistemas microfluídicos

2.1.1 Resistencias de película delgada

Para una mejor comprensión de los dispositivos que integran el presente proyecto, a continuación, se hace un breve repaso de las propiedades eléctricas de los materiales que los integran.

Dado un material conductor, su resistencia eléctrica (R), que se define como la oposición al flujo de corriente eléctrica a través de él, depende de la resistividad intrínseca del material (ρ), y de sus parámetros dimensionales, es decir, de su longitud (L) en la dirección de la corriente y de su área transversal (A). Para el presente proyecto se analizará el caso de películas delgadas, donde el espesor (t) de la película es varios órdenes de magnitud menor a su ancho W (Ec.2.1 y Fig. 2.1).

$$R = \rho \frac{L}{A} = \rho \frac{L}{W t} \quad (2.1)$$

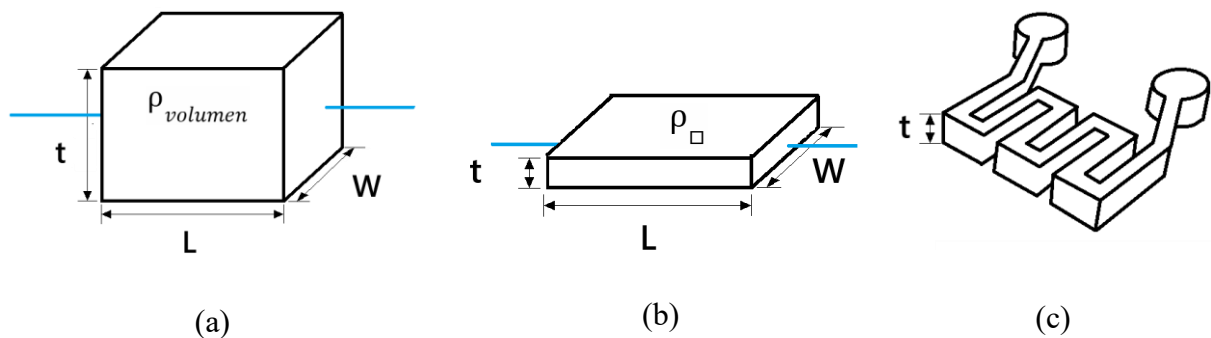


Fig.2.1. Representación geométrica de la dependencia de la resistividad del material respecto a las dimensiones del espesor. (a) En volumen $t \approx L \approx W$. (b) En superficie $t \ll (L, W)$. (c) Meandro $t \ll (L, W)$

Esta ecuación se puede reescribir parametrizando la resistividad en función del espesor de la siguiente forma:

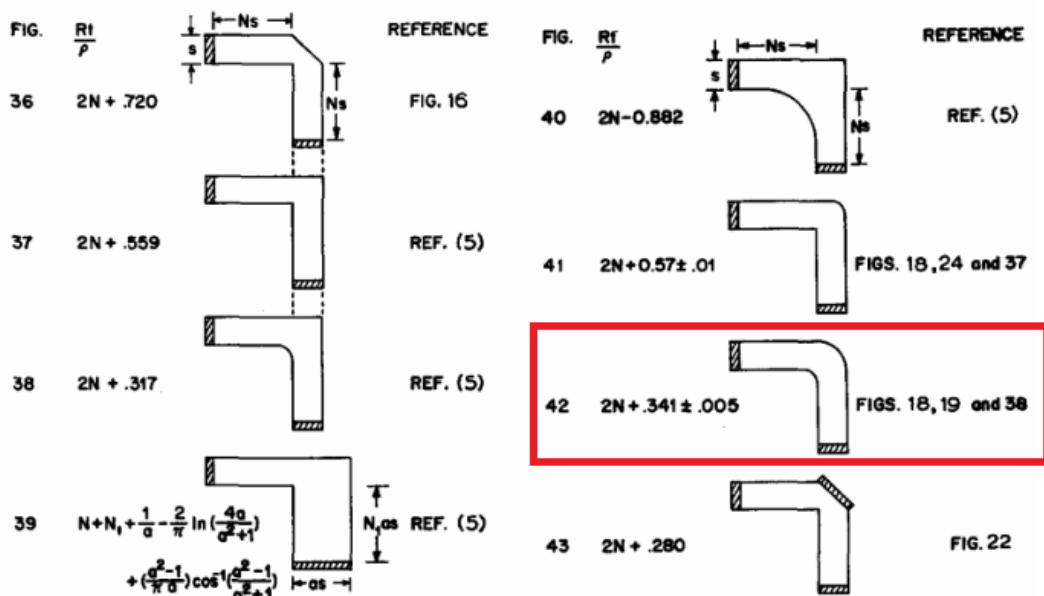
$$R = \rho_{\square} \frac{L}{W} = \rho_{\square} N \quad (2.2)$$

donde N es el cociente entre L y W y se lo denomina “relación de aspecto” o “número de cuadrados”, ρ_{\square} el cociente entre la resistividad en volumen del material y el espesor de la película, identificada como “resistividad por cuadrado o resistividad superficial”.

$$\rho_{\square} = \frac{\rho}{t} \quad (2.3)$$

El concepto de número de cuadrados permite estimar el valor de resistencia conociendo su resistividad por cuadrado la cual puede tomarse como un valor intrínseco. Para diseños donde la geometría no es simple, como en el caso de los meandros que fueron seleccionados para este proyecto, debe considerarse el efecto de las esquinas de ángulo recto, donde la densidad de corriente no es uniforme. Para ello es necesario hacer una corrección del valor N considerando este aporte. Este estudio matemático ha sido ampliamente desarrollado en la bibliografía [1-2] (Fig.2.2). Para los meandros diseñados, la corrección para una esquina puede calcularse según:

$$N = \frac{L1 + L2}{W} + 0,341 \quad (2.4)$$



Figs. 36–43. Various corner corrections.

Thin Solid Films, 1 (1967/68) 277–295

Fig. 2.2 Correcciones geométricas según forma de esquina. (L1-L2 y W corresponden a los parámetros Ns y S, respectivamente)

Por otra parte, el coeficiente de temperatura de la resistencia (*Temperature Coefficient of Resistance TCR*), es una propiedad del material que cuantifica la relación entre la variación de la resistencia eléctrica del material debida a cambios de temperatura.

$$TCR = \frac{1}{R} \frac{dR}{dT} \approx \frac{1}{R_0} \frac{(R - R_0)}{(T - T_0)} \quad (2.5a)$$

donde R es el valor de resistencia a la temperatura de medición T y R₀ el valor de resistencia a temperatura ambiente T₀ en la que se encuentra el material. Mediante la estimación de este parámetro se puede determinar los cambios de temperatura en el medio. Considerando que la geometría se mantiene constante ante un cambio de temperatura, la ecuación 2.5a se puede reescribir de la forma:

$$TC\rho_{\square} = \frac{1}{\rho_{\square 0}} \frac{(\rho_{\square} - \rho_{\square 0})}{(T - T_0)} \quad (2.5b)$$

2.1.2 Microcalefactor

Los microcalefactores propuestos son dispositivos integrados al sistema microfluídico que se utilizan para elevar la temperatura del fluido cuyo caudal se quiere conocer y, según el valor sensado de temperatura en puntos distantes dentro del microcanal, se puede inferir la velocidad del fluido.

El funcionamiento del microcalefactor se basa en el efecto Joule donde una corriente eléctrica (I) que pasa a través del elemento calefactor resistivo (R) genera calor equivalente a una potencia disipada (P). Al controlar la magnitud y duración de la corriente eléctrica aplicada se regula la temperatura del fluido, según la ecuación Ec.2.6.

$$P = I^2 R \quad (2.6)$$

La variación de la resistencia con la temperatura del microcalefactor, siendo este de material conductor, se expresa de la forma:

$$R = R_0(1 + \alpha(T - T_0)) \quad (2.7)$$

donde α es el TCR como se describe en la Ec.2.5a.

El diseño del microcalefactor debe ser tal que permita una distribución de calor uniforme en el líquido que contiene el microcanal, para lo cual se eligió la forma de meandro [3-5].

Por otro lado, las resistencias tienen un límite de potencia máxima de disipación para evitar daños en la misma. Para el microcalefactor de película delgada dicho límite se puede calcular por la corriente eléctrica que pasa por el área transversal mediante la ecuación Ec.2.7, donde W es el ancho de trazo del microcalefactor y t el espesor del mismo.

$$J = \frac{I}{W t} \quad (2.8)$$

Los microcalefactores al estar fabricados con tecnología de película delgada, tienen una pequeña masa térmica, y experimentan cambios rápidos y precisos de temperatura con bajo

consumo de potencia [6]. Para aprovechar estas ventajas se debe seleccionar un material que tenga las propiedades adecuadas para dicho propósito, tales como:

1. TCR bajo: Debe mantener su resistencia estable, incluso ante cambios elevados de temperatura.
2. Resistividad alta: Con poca corriente aplicada al dispositivo pueda alcanzar altas temperaturas por efecto Joule.
3. Conductividad térmica alta: El material debe poder calentarse rápidamente y de forma homogénea.
4. Expansión térmica baja: Los cambios dimensionales y el estrés térmico deben ser mínimos durante la calefacción y el enfriamiento.
5. Resistencia a la corrosión: No ser propenso a la oxidación, incluso a altas temperaturas, manteniendo durabilidad a largo plazo.

En resumen, el material del microcalefactor deberá tener dichas características, tanto eléctricas como térmicas.

2.1.3 Microsensor de temperatura

Los sensores de temperatura integrados en el chip de microfluídica permiten medir variaciones de temperatura en puntos específicos del microcanal, y según estas variaciones de temperatura se determina el caudal del fluido.

Según el proceso y material de fabricación y rango de uso, los sensores de temperatura pueden tener comportamiento lineal, exponencial, crecientes o decrecientes frente a un estímulo térmico. En este proyecto se desarrollará una microresistencia de película delgada a partir de material semiconductor, cuyo valor de resistencia disminuye exponencialmente con la temperatura, por lo tanto puede ser representado de acuerdo a las ecuaciones [7]:

$$R = R_0 e^{\beta \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right)} \quad (2.9)$$

$$\beta = \frac{\ln \left(\frac{R}{R_0} \right)}{\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right)} \quad (2.10)$$

siendo R_0 el valor de resistencia a temperatura ambiente T_0 y β la temperatura característica del material. El TCR para materiales semiconductores estará dado por:

$$TCR = \frac{-\beta}{T^2} \quad (2.11)$$

Al momento de la microfabricación del sensor, las propiedades adecuadas que se deben considerar son las siguientes [8]:

1. TCR alto: El material debe presentar cambios significativos en su resistencia eléctrica con incrementos de temperatura.

2. Conductividad térmica adecuada: El material debe presentar tiempos de respuesta cortos ante variaciones de temperatura.
3. Expansión térmica baja: La geometría del sensor no debe modificarse por temperatura, lo cual alteraría la calibración del sensor.
4. Robustez para aplicaciones de microfluídica: Los dispositivos deben resistir la degradación por flujo continuo de líquido sobre su superficie.

Al igual que el apartado anterior, el material del microsensar deberá cumplir con los parámetros mencionados.

2.1.4 Chip de microfluídica

Como se mencionó en el Cap.1 el chip de microfluídica es el dispositivo que integra tanto al microcalefactor como a los microsensares de temperatura descritos previamente, para constituir el microsensar de flujo.

La microfluídica manipula bajos volúmenes de líquidos, en la escala de los microlitros, mediante la utilización de microcanales. En la Fig. 2.3 se presenta un esquema del dispositivo a implementar, donde se observan en distintos colores los perfiles de temperatura sobre el microcalefactor: a mayor caudal, la gaussiana se deforma y se desplaza en sentido del flujo.

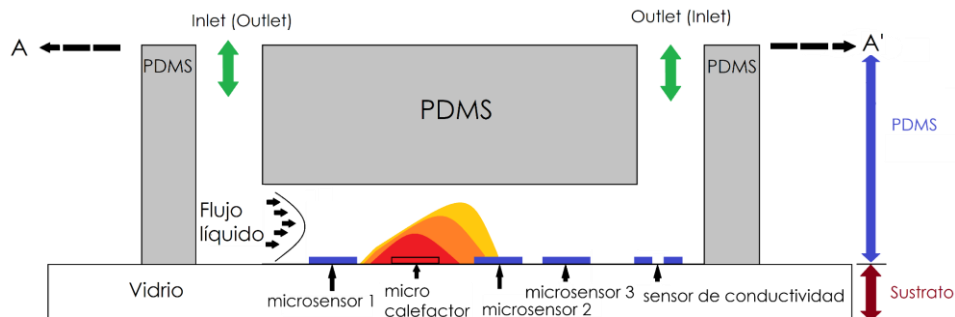


Fig.2.3. Esquema del chip de microfluídica que funciona como microsensar de flujo.

Sobre un sustrato de vidrio se depositan las películas delgadas que conforman los dispositivos activos del chip de microfluídica, así como los contactos que permiten la interconexión con la instrumentación (Fig. 2.4a).

Por otro lado, los microcanales son fabricados sobre un polímero de silicona de polydimethylsiloxano (PDMS), el cual es flexible, transparente y biocompatible. Estas características permiten crear geometrías complejas de canales, ayudan a observar el fluido dentro del microcanal y permiten utilizar el chip en aplicaciones biológicas, si se requiere. Si quisiéramos conocer la velocidad media del fluido dentro del microcanal, esta se puede calcular aplicando la siguiente ecuación:

$$velocidad\ media\ del\ fluido = \frac{Caudal\ volumétrico}{alto\ de\ canal \cdot ancho\ de\ canal} \quad (2.12)$$

Sobre dicho PDMS, además de transferir la geometría de los microcanales, se conforman la entrada y salida del fluido (inlet y outlet, respectivamente), como se observa en la parte superior de la Fig 2.4b.

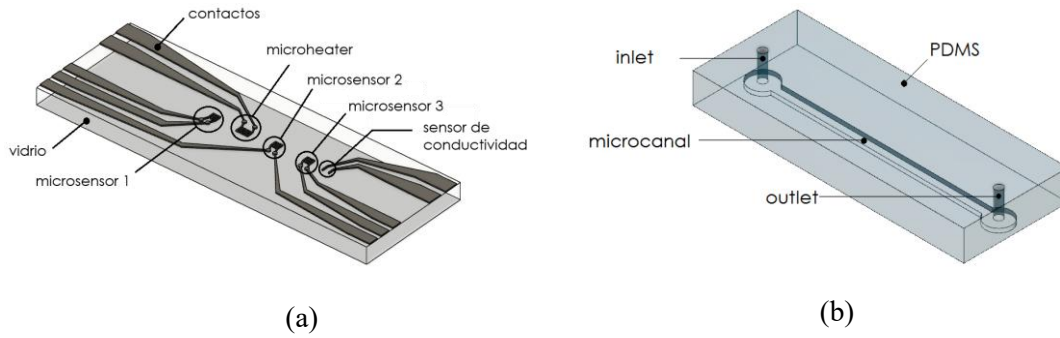


Fig.2.4. Componentes del chip de microfluídica. (a) Sustrato de vidrio con microsensors, microcalefactor y contactos. (b) PDMS con microcanal.

Para lograr la integración del chip (Fig.2.5) se debe alinear el vidrio y el PDMS, que se describe en la Sección 5.4.

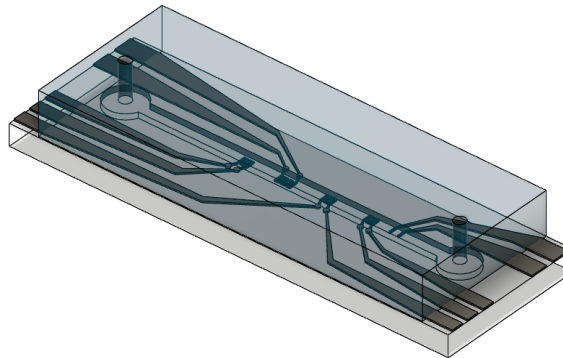


Fig.2.5. Esquema del chip de microfluídica integrado.

El caudal volumétrico Q puede vincularse a la diferencia de temperatura ΔT a ambos lados del microcalefactor según la Ec.2.13 [8]. Este valor ξ , complejo de calcular analíticamente, considera la cantidad de calor (P) suministrada al fluido por el microcalefactor, las pérdidas convectivas en el fluido y conductivas en el sustrato, donde c_p es el calor específico del fluido y ρ su densidad.

$$Q \cdot \Delta T = \frac{P}{c_p \cdot \rho} = \xi \quad (2.13)$$

2.2 Tecnologías de microfabricación

Con el avance de las tecnologías de micro y nanofabricación, se han desarrollado un conjunto de procesos que permiten fabricar dispositivos de diferentes materiales con dimensiones en el rango de pocos nanómetros hasta decenas de micrómetros.

Los procesos de crecimiento de películas delgadas y fotolitografía son fundamentales en microelectrónica ya que permiten la fabricación y miniaturización de componentes tales como circuitos integrados, microsensores o Sistemas Micro Electro Mecánicos (MEMS), entre otros. De esta manera se logra la fabricación de dispositivos a gran escala, con bajos costos por unidad, menor consumo de energía, mayor sensibilidad, portables, o menos invasivos según las aplicaciones, entre muchas de las ventajas que presentan.

Los procesos principales de microfabricación que se implementaron en el presente proyecto incluyen: el depósito físico en fase vapor de películas delgadas por Sputtering (PVD: Physical Vapor Deposition), la transferencia del diseño o patrón del dispositivo mediante fotolitografía, el proceso de “lift-off” que permite eliminar en forma selectiva las capas de material y la litografía blanda que permite replicar dispositivos microfluídicos. Previo a estos procesos se realiza una limpieza y preparación del sustrato sobre el que se depositará la película delgada. Cabe destacar que los procesos de microfabricación incluyen una lista extensa de tecnologías, pero en el presente proyecto se abordarán sólo las mencionadas [9-11].

2.2.1 Proceso de limpieza

El sustrato es la superficie física sobre la cual se depositan los elementos de película delgada del chip de microfluídica, donde sus propiedades eléctricas dependen de la naturaleza y acabado de la superficie. Así mismo sirve como soporte estructural para los mismos y para los microcanales que se fabrican en PDMS. Por ello, la elección del sustrato así como su limpieza previa a los procesos de microfabricación son esenciales.

Idealmente el sustrato debe tener una baja conductividad eléctrica, ser químicamente inerte respecto al material activo depositado, presentar una superficie plana y de baja rugosidad, ser apta para trabajar en ambientes de vacío y temperatura para implementar los procesos de microfabricación.

Así mismo se busca que el sustrato sea compatible con aplicaciones biológicas, por lo tanto el material elegido fue vidrio soda-lime, comúnmente encontrado en portaobjetos (PO), debido a su alta resistividad eléctrica. Si bien estos sustratos son de bajo costo, con lo cual es una buena opción para realizar prototipos, una desventaja es su susceptibilidad a la humedad debido a su porcentaje de óxido de sodio de aproximadamente 15%.

En la industria microelectrónica existen diversos métodos estándar de limpieza para los sustratos. En el caso del vidrio se opta por utilizar un proceso por vía húmeda (Piranha), seguido de un enjuague con agua desionizada y secado con corriente de nitrógeno gaseoso.

2.2.2 Proceso de fotolitografía

El proceso de fotolitografía consiste en la transferencia del diseño del dispositivo que deseamos fabricar al sustrato. Para tal fin se recubre la superficie del sustrato con un polímero fotosensible (fotorresina) que cambia su estructura química al exponerse a una fuente de energía lumínica (UV) y en consecuencia su dilución en una solución reveladora.

El recubrimiento, por rotación (*spin coating*), consiste en depositar una pequeña cantidad de resina en el centro del sustrato y a continuación, girar a alta velocidad (típicamente alrededor 3.000 rpm), donde por fuerza centrífuga la fotorresina se esparce en forma uniforme (Fig.2.6). Posteriormente, se realiza un curado del polímero (*softbake*) sobre una plancha calefactora.



Fig.2.6. Proceso de spin coating de la fotorresina sobre un sustrato. (a) Colocación de la fotorresina. (b) Aceleración de la muestra, se esparce la fotorresina eliminando el excedente. (c) Rotación a velocidad constante, parte del solvente se evapora.

Las máscaras transfieren el diseño a la fotorresina y pueden clasificarse en dos grupos: de campo claro (cuando más del 50% de la máscara permite el paso de luz UV a través de ella) o de campo oscuro en caso que más del 50% de la máscara impida el paso de luz ultravioleta. Existen gran variedad de máscaras, de distintos materiales, dimensión mínima (resolución) y costos. En nuestro caso utilizamos del tipo filmina donde fueron impresos los diseños con resolución de 3600 dpi.

La fuente lumínica forma parte del equipo alineador de máscara (*mask aligner*) que, además, permitirá alinear nuestros diseños de la máscara al sustrato y sus diferentes componentes. Si bien existe gran variedad de alineadoras de máscaras, en nuestro caso la transferencia del diseño se realiza en escala 1:1, con luz ultravioleta provista por una lámpara de mercurio y con longitud de onda de 365 nm.

Existen distintos tipos de fotorresinas con diferente reacción fotoquímica que modifica la dilución de la fotorresina según la naturaleza de la misma. Si la fotorresina tiene polaridad positiva las regiones iluminadas se eliminarán en el revelado posterior, mientras que las regiones no iluminadas se mantendrán en el sustrato. En caso de que la fotorresina tenga polaridad negativa, las regiones iluminadas no se diluyen durante el revelado, pero las regiones no expuestas sí. En la Fig.2.7 se esquematiza el proceso de fotolitografía de transferencia de un patrón a fotorresinas positiva y negativa respectivamente, expuestas a UV.

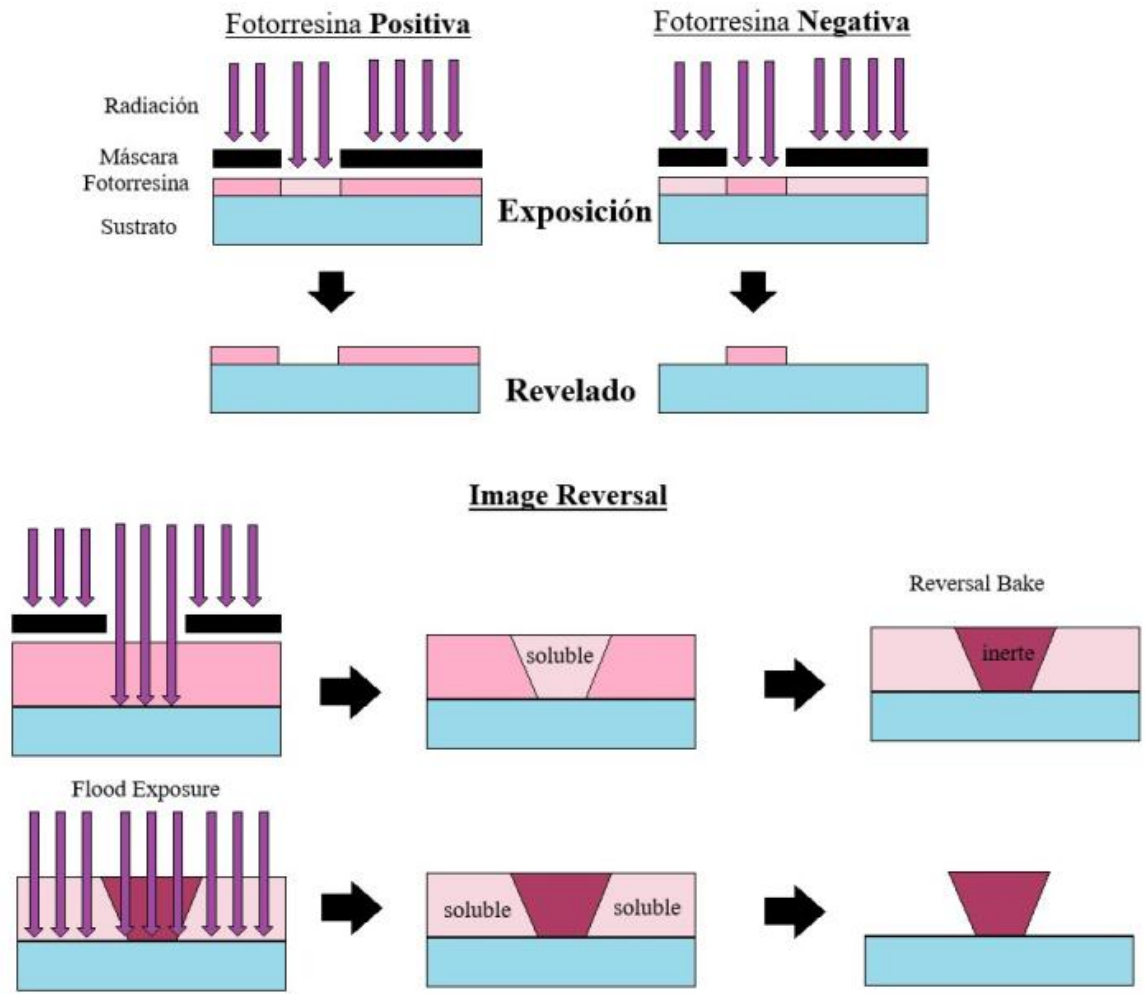


Fig.2.7. Componentes de fotolitografía y resultado de exposición a luz UV para fotorresina positiva, negativa e *image reversal*.

Existe otro tipo de fotorresina, que presenta ambos tipos de polaridad. Luego de la exposición a luz UV con la máscara, se realiza un curado o “*reversal bake*” que modifica químicamente el polímero e invierte su polaridad (de positiva a negativa). Posteriormente, se vuelve a exponer por segunda vez la fotorresina al UV, pero sin máscara (“*flood exposure*”). Esta segunda exposición es un proceso específico para fotorresinas de doble polaridad. Finalmente, se revela el sustrato y se obtiene la fotorresina con el patrón transferido, terminando así el proceso de fotolitografía.

2.2.3 Proceso físico de deposición de películas delgadas por sputtering

Existen diferentes métodos para formar una película delgada sobre una superficie con materiales como metales, aleaciones, semiconductores, entre otros. Entre ellos se encuentran los procesos de deposición física de fase vapor (PVD), que consisten en expulsar átomos de un material mediante bombardeo de iones o calentamiento de una fuente para que se condensen en el sustrato, en un entorno de alto vacío.

Dentro de los procesos PVD, la pulverización catódica (*sputtering*) consiste en bombardear el material que se desea depositar, llamado blanco o “*target*”, con iones de un gas inerte generalmente argón (Ar^+). La fuerte colisión de estos iones contra el *target* expulsa los átomos del *target*, los cuales viajan hasta el sustrato en forma de vapor y comienzan a condensarse en una película (Fig.2.8). A medida que más átomos se fusionan en el sustrato, se alcanzan a unir entre sí a nivel molecular, formando una capa atómica estrechamente unida. Se pueden crear una o más capas de dichos átomos a voluntad dependiendo del tiempo de depósito, lo que permite la producción de estructuras de película delgada en capas precisas.

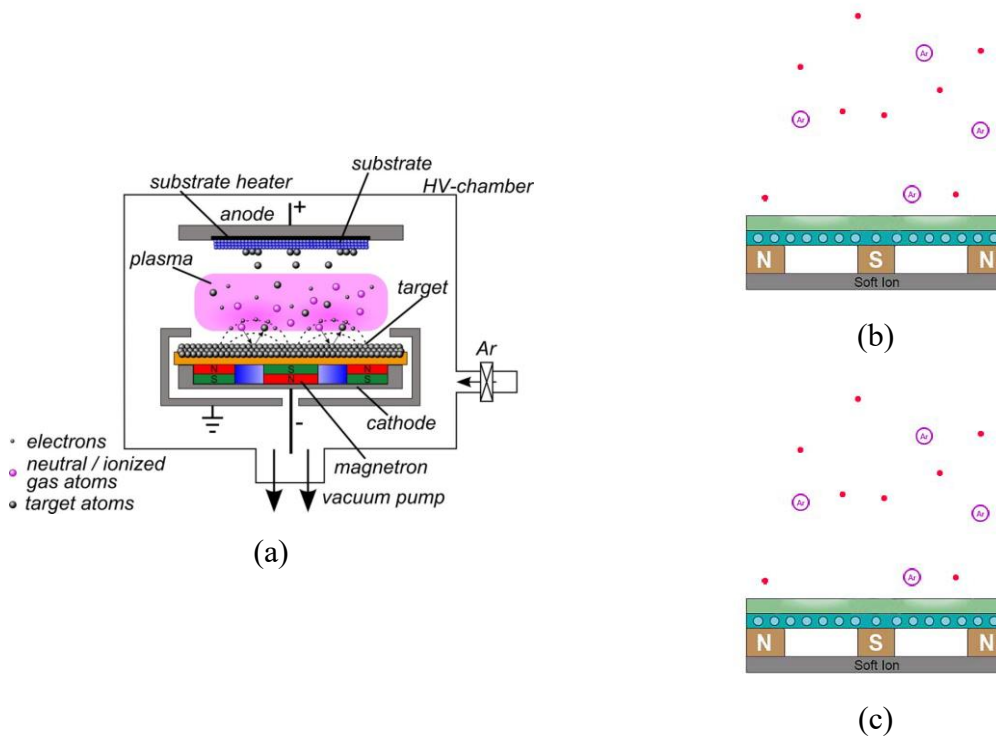


Fig.2.8 Proceso *PVD Sputtering*. (a) Esquema de sistema *magnetron sputtering*. (b) Detalle del cátodo con la fuente apagada. (c) Cátodo con la fuente encendida, donde el plasma está confinado debido a la presencia de campo magnético.

El proceso es complejo: Se introducen átomos de Argón eléctricamente neutros en una cámara de vacío (Fig. 2.8b). Se aplica diferencia de potencial (DC o AC) entre el *target* y el sustrato, el cual ioniza los átomos de Argón y con ellos se crea un plasma en la cámara, que consta de iones y electrones. Estos iones de Argón cargados son acelerados hacia el cátodo, donde está el *target* con el cual colisionan y expulsan los átomos, que viajan al sustrato (ánodo) y se condensan. Los electrones liberados durante la ionización del Argón crean más iones y

electrones libres al colisionar con átomos de Argón, continuando el ciclo auto sostenible. Sin embargo, la tasa de crecimiento de las películas delgadas es baja.

La cámara de baja presión permite la formación de plasma para ionizar los átomos de Argón, y permiten que una vez ionizados no pierdan energía antes de alcanzar el *target*. También minimiza la presencia de oxígeno o humedad que pueden afectar la película delgada. El rango de presión durante el depósito usualmente es de 1×10^{-3} mbar y $0,5 \times 10^{-2}$ mbar, con un precondicionamiento de la cámara que puede llegar a niveles de 1×10^{-6} mbar.

El sustrato sobre el cual se deposita, debe encontrarse en rotación durante el proceso ya que la eyección de átomos desde el blanco no es uniforme.

Una forma de mejorar el rendimiento es utilizar el sistema de pulverización catódica con magnetrón. La principal diferencia es la adición de un fuerte campo magnético cerca del área del *target*. Este campo hace que los electrones que viajan giren en espiral a lo largo de líneas de flujo magnético cerca del *target* en lugar de ser atraídos hacia el sustrato (Fig. 2.8c), con lo cual el plasma se limita a un área cercana al blanco, sin causar daños a la película delgada que se está formando. Además aumenta la probabilidad de ionizar aún más átomos de Argón. Más iones significan más átomos expulsados del *target* y, mejor eficiencia del proceso y velocidad de deposición. Este proceso minimiza la formación de impurezas en la película delgada. Para targets de material conductor se emplea fuente de alimentación DC y para aislantes o semiconductores, se requiere una fuente de alimentación de AC (habitualmente RF de frecuencia 13,56 MHz).

2.2.4 Proceso de “*lift-off*”

El proceso de “*lift-off*” es especialmente adecuado para conformar o estructurar películas delgadas difíciles de grabar [11]. Una vez finalizado el proceso de fotolitografía, se deposita la película delgada por sputtering sobre el patrón de la fotorresina. Luego, se diluye la fotorresina y se produce el *lift-off* de toda la película que no está en contacto con el sustrato, es decir la película que está en contacto con la fotorresina. En la Fig.2.9 se observa el proceso completo del conformado de una película delgada mediante el proceso de *lift-off*.

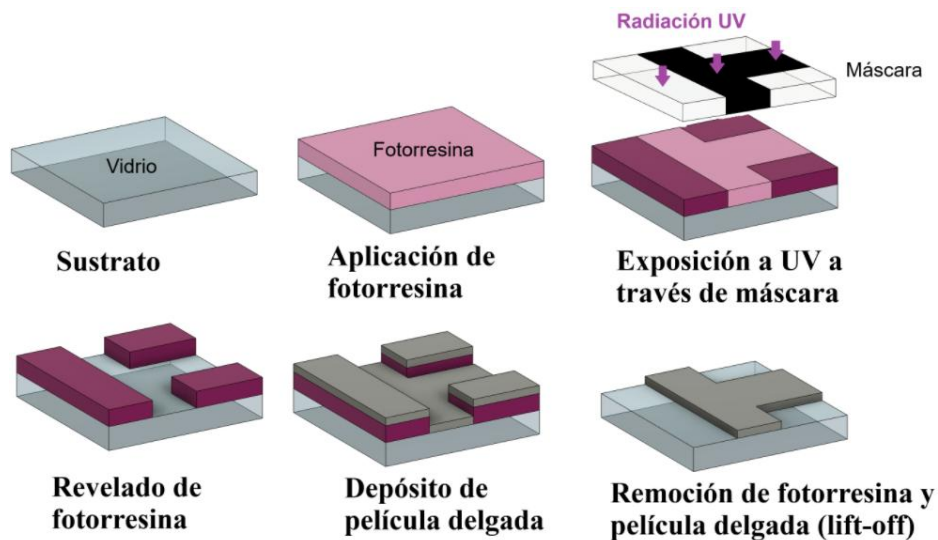


Fig.2.9. Secuencia de proceso de *lift-off* de películas delgadas.

Para obtener bordes definidos es necesario utilizar fotorresinas negativas cuyas paredes verticales forman un ángulo negativo respecto al sustrato como se observa en la Fig. 2.10.

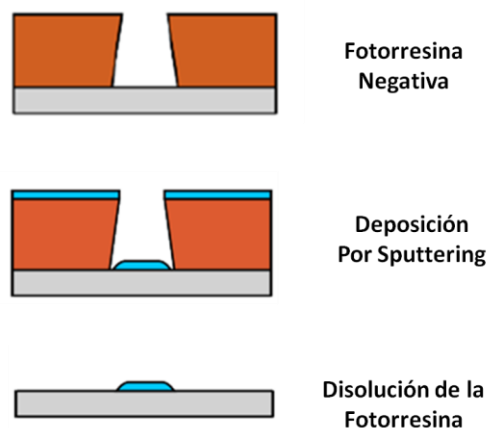


Fig.2.10. Perfil de fotorresina (Naranja) apropiado para *lift-off* de la película delgada (azul).

2.2.5 Litografía blanda

Este proceso se basa en realizar un micromolde que luego se replica con una silicona. Dicho molde utiliza una fotorresina del tipo epoxy sobre una oblea de silicio como sustrato. La fotorresina en nuestro caso es SU-8 del fabricante Microchem y la silicona utilizada es PDMS.

El SU-8 es una fotorresina negativa basada en epoxy. Es un material transparente, y su alta viscosidad permite fabricar microcanales de la altura deseada en un único paso mediante spin coating [12]. El rango de espesores que se puede conseguir está entre los pocos micrómetros hasta cientos de micrómetros, permitiendo crear estructuras tridimensionales con alta relación de aspecto, es decir, el alto de las estructuras microfabricadas pueden ser mucho mayores que su ancho. El PDMS es un polímero orgánico de dos compuestos basado en silicona

que, como se mencionó anteriormente, tiene la propiedad de ser transparente, permitiendo la observación del fluido dentro del microcanal. Es flexible, de fácil adhesión a otras superficies e impermeable a líquidos con lo cual evita filtraciones de los mismos.

El PDMS se vierte sobre el micromolde para replicar la estructura de los microcanales, como se observa en la Fig. 2.11.

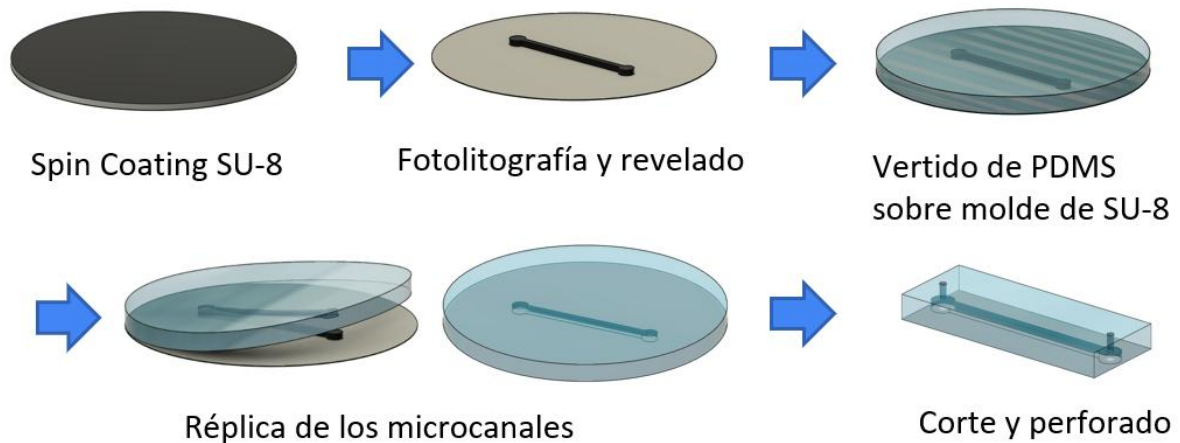


Fig. 2.11. Proceso de litografía blanda.

El dispositivo microfabricado sobre el portaobjetos de vidrio se sella con la estructura conformada en PDMS mediante el tratamiento de ambas partes con plasma de oxígeno, para añadir grupos hidroxilos a las superficies del PDMS y del vidrio permitiendo la creación de uniones covalentes fuertes e irreversibles. De esta forma queda integrado el microsensor de flujo.

2.3 Referencias

- [1] R. W. Berry, P. M. Hall, M. T. Harris, "Thin Film Technology" pág. 487-489, Bell Telephone Laboratories, Van Nostrand Reinhold Company (1970).
- [2] P.M. Hall, Resistance calculations for thin film patterns, Thin Solid Films, Volume 1, Issue 4, 1968, Pages 277-295, ISSN 0040-6090.
- [3] Jeroish, Z. E., et al. "Microheater: material, design, fabrication, temperature control, and applications—a role in COVID-19." Biomedical microdevices 24 1-49 (2022).
- [4] Gęca, Mateusz, et al. "Nichrome micro-heaters as actuators for microfluidic sensors." Photonics Applications in Astronomy, Communications, Industry, and High-Energy Physics Experiments (2016). Vol. 10031. SPIE, 2016.

- [5] Tovar, Santiago, Cesar A. Hernández, and Johann F. Osma. "Design, Simulation, and Fabrication of a Copper–Chrome-Based Glass Heater Integrated into a PMMA Microfluidic System." *Micromachines* 12.9 (2021): 1067.
- [6] Scorzoni, Andrea, et al. "Design and experimental characterization of thin film heaters on glass substrate for Lab-on-Chip applications." *Sensors and Actuators A: Physical* 229 (2015): 203-210.
- [7] R.Pallás-Areny, "Sensores y acondicionadores de señal" págs. 68 - 72 Capítulo 2.
- [8] Van Herwaarden, A. W., and G. C. M. Meijer. "Thermal sensors." New York: John Wiley & Sons (1994): 331-382.
- [9] Holland, L., and H. J. Hagger. "Thin-Film Microelectronics." (1967): 85-87.
- [10] C.Liu, "Foundation of MEMS - 2nd edition", Pearson (2012).
- [11] Introduction to Microfabrication, Sami Franssila, ed. John Wiley & Sons, Ltd, 2010, Cap.23.
- [12] Xia Y, Whitesides GM. Soft Lithography. *Angew Chem Int Ed Engl.* 1998 Mar 16;37(5):550-575.

Capítulo 3

Estudio y caracterización de materiales

En este capítulo describimos los estudios realizados a los materiales de los componentes que integran el chip de microfluídica. Dichos materiales se depositaron en portaobjetos de vidrio y se midieron la resistividad por cuadrado, TCR y espesores obtenidos durante el proceso de deposición.

3.1 Fabricación de muestras de películas delgadas

A partir del análisis bibliográfico, se determinó que el sustrato sea de vidrio “*soda-lime*” comúnmente utilizado en los portaobjetos, ya que las películas elegidas para el microcalefactor y los microsensores de temperatura poseen buena adherencia al vidrio propuesto, son químicamente inerte, biocompatible y de bajo costo.

Es de considerar que la conductividad térmica del vidrio portaobjetos (1 W/m.K) [1, 2] es mayor que la del agua desionizada 0,55 a 0,67 W/m.K [3-5], cuyo caudal se desea medir. Así mismo, el espesor del vidrio portaobjetos (1 mm) es mayor con respecto al espesor del microcanal (100 μm), con lo cual la transferencia de calor al fluido debería ser apreciable.

Para el material del microcalefactor se utilizó el nicromo (NiCr 80:20), el cual cuenta con una alta resistividad (1 a 1,5 $\Omega\cdot\mu\text{m}$) y que no varía significativamente con los cambios de temperatura ya que su TCR es bajo (150 ppm/ $^{\circ}\text{C}$ a 400 ppm/ $^{\circ}\text{C}$) [6,7], presentando buena adherencia al sustrato de vidrio. Por otra parte, se usó el óxido de vanadio (VOx) como material de los microsensores de temperatura, por contar con un alto valor de TCR [10,13], de interés según lo analizado en el Capítulo 2. Este valor puede variar según el método y temperatura de deposición entre -1,1%/K a -2.7%/K, donde se han reportado casos de hasta -7%/K al realizarles un proceso de *annealing*. El óxido de vanadio también presenta buena adherencia a los sustratos de vidrio.

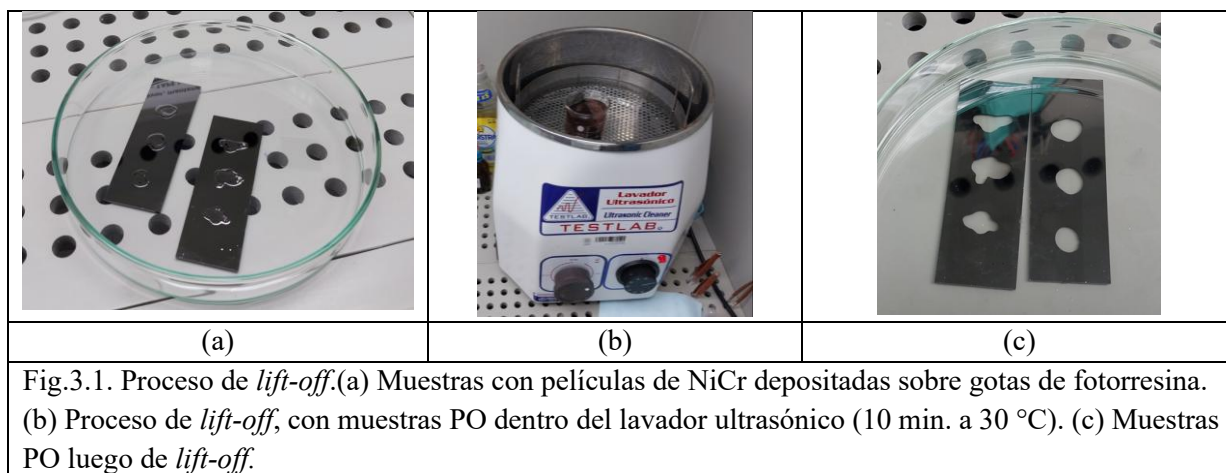
Por otro lado, el aluminio se utilizó para los contactos de interfaz entre el instrumental de laboratorio y los microdispositivos calefactor y sensores de temperatura, teniendo una baja resistividad (0,026 $\Omega\cdot\mu\text{m}$) [6], buena adherencia al vidrio y ser de bajo costo [5].

En la Tabla 3.1 se resumen los valores de referencia de TCR, resistividad volumétrica y conductividad térmica de los materiales empleados, que integran el chip de microfluídica. Cabe señalar que los valores de las resistividades por cuadrado del NiCr y del VOx son fuertemente dependientes del espesor de la película y de los parámetros utilizados durante el proceso de fabricación.

Material	TCR (ppm/°C)	Conductividad térmica (W/m.K)	ρ ($\Omega \cdot \mu\text{m}$)	Ref.
Niquel-Cromo (NiCr)	400	11,3	1,0 a 1,5	[6-9]
Óxido de Vanadio (VOx)	-11000 a -27000	3 a 5,7	500 a 1×10^6	[10-13]
Aluminio (Al)	3900	210	0,0273	[6]

Se fabricaron dos tipos de muestras sobre sustratos de *soda-lime* de 76,2 mm por 25,4 mm: i) las que tienen material depositado en la totalidad del portaobjetos (muestras PO), para el estudio de su resistividad por cuadrado, y ii) las que tienen “ventanas” en el material, para la medición de su espesor.

El proceso de fabricación, según los Capítulos 2 y 4, consistió en la limpieza del sustrato y la deposición de las películas delgadas por *magnetron sputtering*, para las muestras a las que se midieron resistividad por cuadrado (ρ_{\square}). En cambio para las muestras a las cuales se midió el espesor luego del proceso de limpieza, se colocaron gotas de fotorresina y se depositaron las películas, para finalmente realizar el *lift-off*. De esta manera se logran zonas de sustrato expuestas sin material depositado, en forma de ventanas (Fig. 3.1). Mediante el perfilómetro se determina el espesor entre la superficie con material depositado y sin depositar.



Para depositar las muestras de NiCr se utilizaron los parámetros reportados en la Tabla 3.2, mientras que para el caso de las muestras de VOx se aplicaron los que se indican en la Tabla 3.3.

Muestras	Potencia de depósito (W)	Tipo de fuente	Caudal de Argón (sccm)	Rango de presión (mbar)	Tiempo total (minutos)
PO#14 a 17	200	DC	20	$3,10 \cdot 10^{-3}$ - $5,24 \cdot 10^{-3}$	24
PO# 87 y 88	200	DC	20 a 25	$4,89 \cdot 10^{-3}$ - $5,24 \cdot 10^{-3}$	48

Muestra	Potencia de depósito (W)	Tipo de fuente	Caudal de gas (sccm)	Rango de presión [mbar]	Tiempo total (minutos)
PO#89	200	RF	Ar:O ₂ 30:10	1,8.10 ⁻³ - 6,17.10 ⁻²	60

A la película de aluminio, al ser un material ampliamente conocido y no ser prioritario en los dispositivos de interés, no se le realizó la caracterización correspondiente.

3.2 Medición de resistividad por cuadrado y de espesores para NiCr y VOx

A partir de la medición de distintas muestras con el método de 4 puntas (ver Anexo I) se estimó el valor de la resistividad por cuadrado. El sistema de caracterización empleado se describe en detalle en el Capítulo 5.

Para medir el espesor de las películas delgadas depositadas se utilizó un perfilómetro de contacto sobre las muestras a las que se les realizó *lift-off*. En la Tabla 3.4 se presentan los valores medidos a las muestras de NiCr.

Muestras	Resistividad por cuadrado (Ω/\square)	Resistividad por cuadrado promedio (Ω/\square)	Espesor promedio (μm)
PO#14	11,87	11,77 ⁽¹⁾	0,27 ⁽¹⁾
PO#15	10,85		
PO#16	12,99		
PO#17	11,37		
PO#87	4,37	4,45 ⁽²⁾	0,42 ⁽²⁾
PO#88	5,16		

⁽¹⁾ 24 minutos de depósito. ⁽²⁾ 48 minutos de depósito.

Como se observa la resistividad por cuadrado de las muestras PO#14 a 17 tienen un valor similar entre sí, como era de esperar, así como las muestras PO#87 y PO#88 entre sí.

Por otra parte, el grupo de muestras que ha tenido 24 minutos de depósito, presentan un espesor menor que el grupo de 48 minutos, y por lo tanto, su resistividad por cuadrado es mayor.

De forma similar se caracterizaron las muestras de VOx cuyos resultados se ven en la Tabla 3.5.

Tabla 3.5. Medición de resistividad y espesores de muestras de VOx.		
Muestra	Resistividad por cuadrado (Ω/\square)	Espesor promedio medido (μm)
PO#89	1125	0,28 ⁽¹⁾

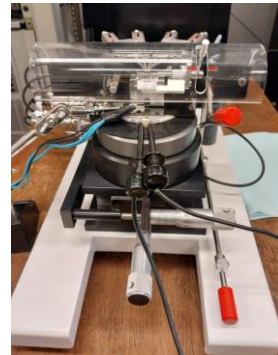
⁽¹⁾60 minutos de depósito.

3.3 Medición de TCR de películas delgadas

Para el cálculo del TCR, de acuerdo con el Capítulo 2, se calentaron las muestras sobre un hot plate y se utilizó el mismo método de 4 puntas (Fig. 3.2). Se empleó un termistor previamente calibrado para medir la temperatura de las muestras (Fig.3.3).



(a)



(b)

Fig. 3.2. (a) Banco de medición de TCR con multímetro, fuente de alimentación, termistor, sonda de 4 puntas Jandel y 4200-SCS para obtención de datos.(b) Vista en detalle de la muestra sobre calefactor al medir con 4 puntas.

La pendiente indica que el TCR experimental obtenido es de 480 ppm/ $^{\circ}\text{C}$, muy próximo al reportado en la literatura, que corresponde con 400 ppm/ $^{\circ}\text{C}$, lo cual es un buen indicio de la estabilidad del material para ser utilizado como calefactor.

Con el mismo método de medición, se analizó una muestra de óxido de vanadio. En la Fig. 3.4 se grafica la variación de la resistividad por cuadrado en un rango de 25 $^{\circ}\text{C}$ a 60 $^{\circ}\text{C}$.

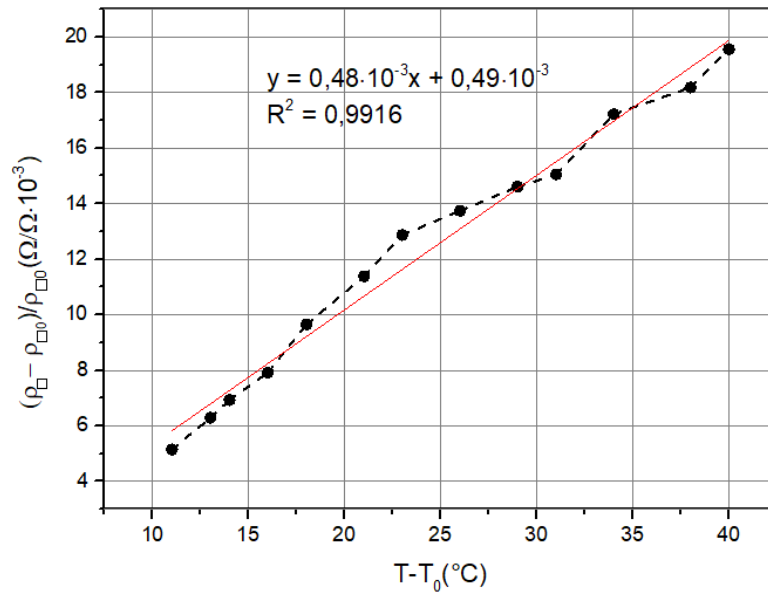


Fig. 3.3. TCR para muestra de NiCr de espesor 260 nm (RF 400 W, 1 ciclo de 35 min, 5 sccm Ar).

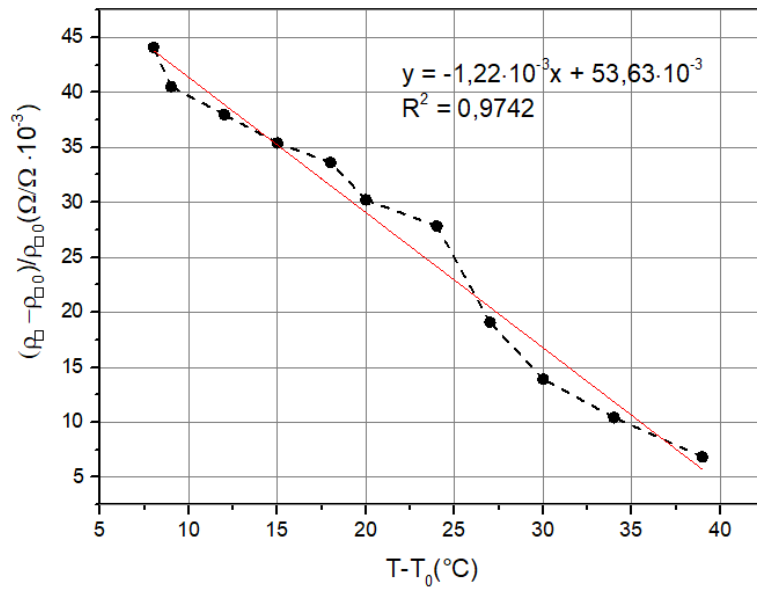


Fig. 3.4. TCR para muestra de VOx de espesor 200 nm (RF 400 W, 3 ciclos de 15 min., 100 sccm Ar).

Si bien es de esperar un comportamiento exponencial decreciente por ser un material semiconductor (ver Capítulo 2), para dicho rango de temperatura se obtuvo un comportamiento lineal.

3.4 Referencias

- [1] Ashby, Michael F. Jones, David R.H., *Engineering Materials 2, An Introduction to Microstructures and Processing*-Elsevier (2013).
- [2] H.Kiyohashi, N.Hayakawa, S.Aratani, H.Masuda, "Thermal Conductivity Measurements of Float Glass at High Temperatures by Needle Probe Method", *Journal of Ceramic Society Japan* (2000).
- [3] W.M.Haynes "CRC Handbook of Chemistry and Physics 95th edition", CRC Press (2014).
- [4] Wolfgang Wagner, Hans-Joachim Kretzschmar - "International Steam Tables: Properties of water and steam based on industrial formulation IAPWS-IF97", Springer-Verlag Berlin Heidelberg (2008).
- [5] M.L.Huber et al., "New International Formulation for the Thermal Conductivity of H₂O" (2012).
- [6] Z. E. Jeroish, K. S. Bhuvaneshwari, F. Samsuri, V. Narayanamurthy, "Microheater: material, design, fabrication, temperature control, and applications—a role in COVID-19", Springer Nature (2021).
- [7] T. Wu, J. Liu, S. Jian, B. Xu, B. Yang, H. Zhu, C. Yang, "Electrical properties of microheaters using sputtered NiCr thin film", *Science and Technology on Micro/Nano Fabrication Laboratory, Shanghai* (2013).
- [8] H.Cheng, Y. Chen, C. Li, P. Li, M. Houng and C. Yang, "Developments of the physical and electrical properties of NiCr and NiCrSi Single-Layer and Bi-Layer", *Nanomaterials* (2016)
- [9] R. Zimmerman, E. Broitman - *Aplicaciones de las películas delgadas en microelectrónica, Revista Telegráfica Electrónica.*
- [10] S. Chen, J. Lai, J. Dai, H. Ma, H. Wang and X. Yi, "Characterization of nanostructured VO₂ thin films grown by magnetron controlled sputtering deposition and post annealing method", *Optics Express*, vol. 17, no 26, Dec., pp. 24153-24161 (2009).
- [11] Abdel-Rahman, M., et al. "Temperature coefficient of resistance and thermal conductivity of Vanadium oxide 'Big Mac' sandwich structure." *Infrared Physics & Technology* 71 (2015): 127-130.
- [12] Oh, Dong-Wook, et al. "Thermal conductivity and dynamic heat capacity across the metal-insulator transition in thin film VO₂." *Applied Physics Letters* 96.15 (2010).
- [13] H. Giannetta, *Estudio de materiales y procesos MEMS para la implementación de un microsensar sintonizable en la banda infrarroja*, Tesis Doctoral UTN - (09, 2017).

Capítulo 4

Diseño y fabricación del microsensord de flujo

En el presente capítulo se describe el diseño del microcalefactor, microsensord y su integración en un mismo chip de microfluídica. Se detalla el proceso de microfabricación en cada etapa y se justifican las decisiones tomadas en cada una de ellas.

4.1 Diseño del microcalefactor

Teniendo en cuenta los materiales disponibles en los laboratorios del Centro de Micro y Nanofabricación del INTI, se diseñaron microcalefactores con forma de meandro de diferentes relaciones de aspecto, buscando cubrir la mayor superficie posible dentro del microcanal para un ancho dado. Este tipo de diseño permite una distribución de calor homogénea y un mayor valor de resistencia de manera tal que el consumo del dispositivo sea el mínimo posible [1].

Las estructuras de los microcalefactores diseñados están compuestas de tres partes: el meandro, las extensiones de conexión y los pads. El meandro propiamente dicho es la parte calefactora ubicada dentro del microcanal; las extensiones permiten las conexiones del meandro hacia fuera del microcanal y finalmente los pads circulares que funcionan como interfaz con los contactos de aluminio que se utilizan para conectar la electrónica que energiza y mide los dispositivos. En la Fig. 4.1 se observa el diseño básico del microcalefactor donde se señalan las dimensiones del meandro y sus partes constitutivas: ancho del trazo (W) y largo lineal total del meandro (L), altura (H_e) y largo (W_e); pitch (p), diámetro de los pads circulares (D_c) y largo de las extensiones de conexión (L_c). Cabe señalar que dichas extensiones se ensanchan con el objetivo de reducir la posibilidad de cortes de la película de NiCr debido a la potencia disipada.

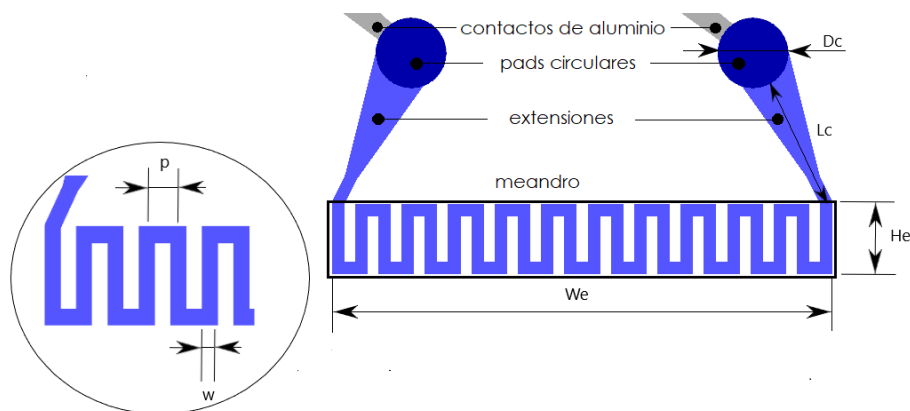


Fig.4.1. Diseño de microcalefactor con partes constitutivas y detalle dimensional.

En la Tabla 4.1 se presentan las dimensiones de dos microcalefactores diseñados. En ambos casos el ancho de trazo (W) es de 100 micrones y el diámetro de los pads circulares (D_c) de 600 μm . Como se mencionó en la ecuación 2.2 la relación de aspecto está dada por el cociente de L y W donde distinguimos el N del meandro y el N total considerando las extensiones hacia los pads de contacto. Cabe mencionar que estos valores ya tienen en cuenta las correcciones por esquina mencionadas en el Capítulo 2. Estas dimensiones son las empleadas en la máscara de litografía.

Dispositivo	L (μm)	p (μm)	He (μm)	We (μm)	Área activa ^(*) (mm^2)	N meandro	N
H3	14850	250	600	4850	2.91	161	201
H5	13100	200	1000	2300	2.3	138	164

(*) $He \times We$

En la Tabla 4.2 se presentan los valores estimados de las resistencias a partir de las caracterizaciones realizadas de las resistividades por cuadrado, en el Capítulo 3.

Dispositivo	ρ_{\square} medido	N	R estimado (Ω)
H3	11,77 ⁽¹⁾	201	2365
H5	4,45 ⁽²⁾	164	729

⁽¹⁾ 24 minutos de depósito. ⁽²⁾ 48 minutos de depósito.

De estos valores calculados podemos destacar que, si bien el aporte de las extensiones incrementan entre un 16% y 20% el valor de la resistencia del meandro, este ensanchamiento reduce la posibilidad de daños por concentración de calor fuera del microcanal.

4.2 Diseño del microsensor de temperatura

Los criterios de diseño de los microsensors de temperatura son similares a los utilizados en los microcalefactores, tanto en las partes constitutivas como en los parámetros geométricos, salvo en el diseño de las extensiones. Estas no se ensanchan, ya que no tienen riesgo de dañarse físicamente por efecto Joule, como sí puede ocurrir en el caso de los microcalefactores (Fig. 4.2).

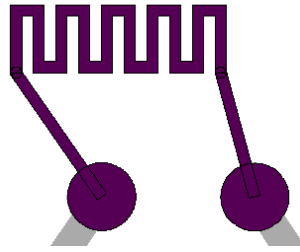


Fig 4.2. Diseño del microsensor de temperatura.

En la Tabla 4.3 se presentan las dimensiones de tres microsensors diseñados, donde aquí también el ancho de trazo (W) es de 100 micrones y los valores ya tienen en cuenta las correcciones por esquina. Se incluye el diseño de microsensors utilizados en el chip microfluídico SF1 y SF7 que se describen en el apartado 4.3.

Tabla 4.3. Parámetros dimensionales de microsensors diseñados.

Dispositivo	L (μm)	p (μm)	He (μm)	We (μm)	Área activa dispositivo (mm^2)	N meandro	N
T1	8700	200	1000	1500	1.5	78	91
T2	5850	250	600	1850	1.1	48,6	69,6
T3	6900	200	600	1900	1.14	56,5	77,6

En la Tabla 4.4 se presentan los valores estimados de las resistencias diseñadas, a partir de las caracterizaciones realizadas en el Capítulo 3.

Tabla 4.4. Dispositivos microsensors diseñados.

Dispositivo	ρ_{\square} medido	N	R estimado ($\text{k}\Omega$)
T1	1125 ⁽¹⁾	91	102
T2		69,6	78
T3		77,6	87

⁽¹⁾60 minutos de depósito.

Cabe señalar que los dos primeros fueron fabricados y caracterizados individualmente fuera del chip de microfluídica.

Para simplificar la etapa de alineación dentro del proceso de fotolitografía, en la fabricación del chip de microfluídica, se optó por utilizar el T3. Cabe señalar que dicho diseño cuenta con la ventaja de tener un valor intermedio de N y área activa entre los diseños T1 y T2.

4.3 Diseño del chip de microfluídica

Como se mencionó en los Capítulos 1 y 2, el chip de microfluídica está formado por 2 partes: una de vidrio soda-lime (76 x 25 x 1 mm) en el cual se depositaron el microcalefactor, los microsensors de temperatura, las pistas y pads de aluminio; y la segunda constituida por el PDMS el cual contiene la estructura del microcanal.

Las pistas (“tracks”) y pads de aluminio fueron diseñadas, como indica la Fig. 4.3, siendo la interfaz entre el chip de microfluídica y la electrónica externa de medición y control. Dicho diseño tiene la ventaja de poder ser utilizado como patrón de interfaz para diferentes configuraciones de chips de microfluídica. Cabe señalar que, para el presente proyecto las pistas y pads que permiten medir conductividad del fluido no fueron utilizadas.

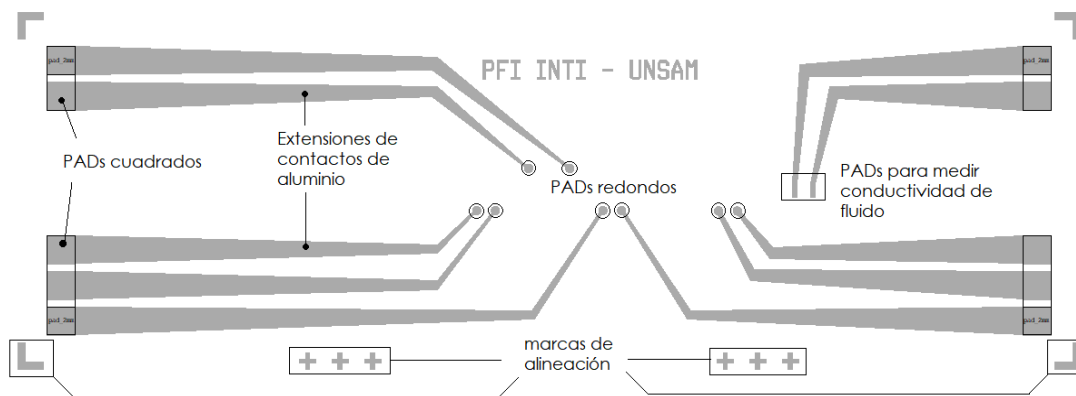


Fig.4.3. Tracks y PADs de aluminio con marcas de alineación.

Los pads de aluminio son de 600 μm de diámetro, compatibles con los de los dispositivos microcalefactores y microsensors de temperatura. El pitch entre los pads cuadrados es de 2,54 mm para que sea compatible con conectores estándar.

En cuanto al diseño de los microcanales se optó por una geometría simple de 55 mm de largo y 4 mm de diámetro de entrada/salida (“inlet/outlet”) del fluido, respectivamente (Fig. 4.4). El ancho de los canales fueron diseñados para ser iguales o mayores al ancho He de los calefactores y microsensors. Los anchos elegidos fueron de 600 μm y 1200 μm . La profundidad de canal, según la técnica de fabricación seleccionada es de 100 μm .

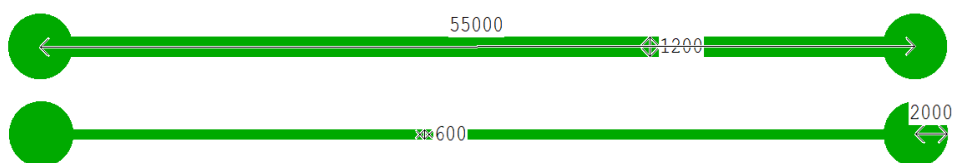


Fig.4.4. Diseño de microcanales utilizados, valores expresados en μm .

Las dimensiones de los canales se seleccionaron para ser compatibles con los caudales máximos que pueden inyectarse con la bomba de jeringa disponible marca *Leex*, que están en un rango de 0,01 mL/hora hasta 200 mL/hora, para un tamaño de jeringa de 50/60 ml.

La integración del sistema microfluídico (Fig. 4.5), implica la alineación de los distintos componentes del chip (microcalefactores, microsensors de temperatura, contactos de aluminio) sobre el sustrato de vidrio y también la alineación con los microcanales en el PDMS.

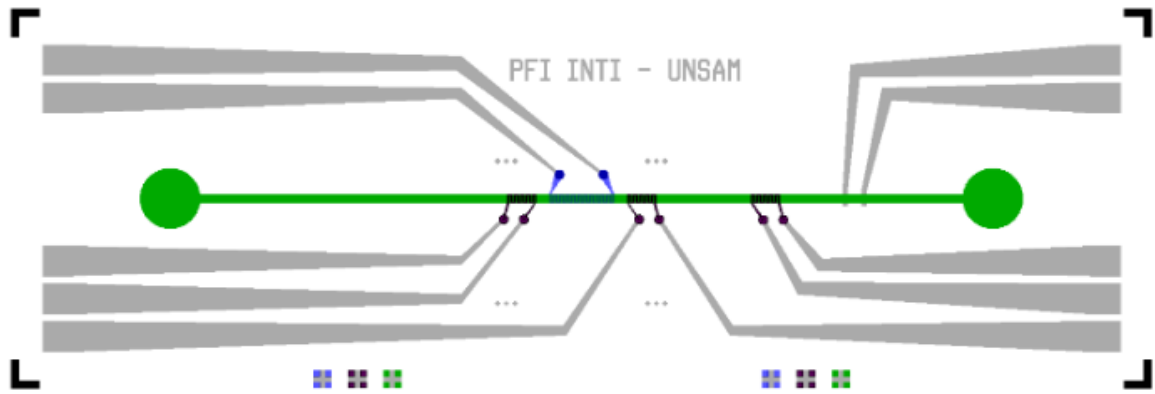


Fig.4.5. Diseño del sistema integrado de chip de microfluídica con microcalefactor, microsensors, tracks, PADs, microcanal y marcas de alineación.

De acuerdo a los sistemas integrados de microfluídica fabricados, en la Fig. 4.6 se detallan las posiciones de los componentes del chip de microfluídica. Las distancias se consideran entre los centros de los microsensors de temperatura y del microcalefactor.

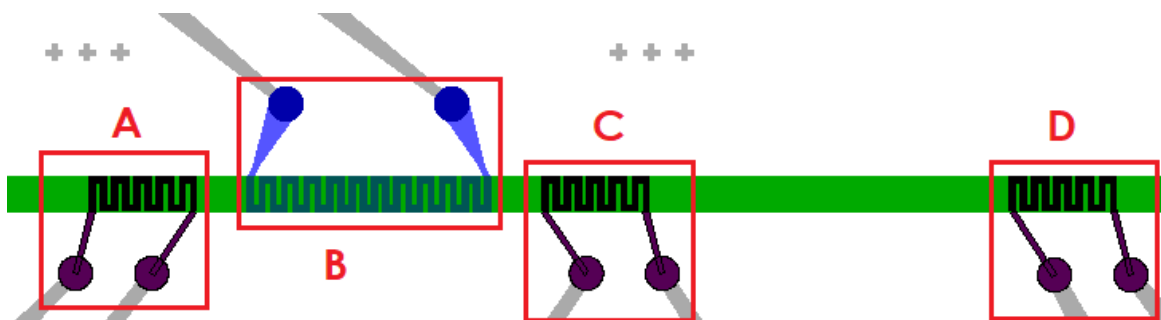


Fig.4.6. Detalle del microsensor de flujo donde A, C, D son los microsensors de temperatura y B el microcalefactor.

Por último, en la Tabla 4.5, se presentan las dimensiones de los dos sensores de flujo SF1 y SF7 fabricados, con diferentes diseños de microcalefactor y ancho de canal y un único diseño de sensor de temperatura.

Tabla 4.5. Diseños de los microsensors de flujo térmico.						
Dispositivo	Diseño de micro-calefactor	Diseño de microsensor de temperatura	Ancho de microcanal (μm)	Distancia A-B (μm)	Distancia B-C (μm)	Distancia B-D (μm)
SF1	H3	T3	600	4000	4000	12300
SF7	H5		1200			

4.4 Fabricación del microsensor de flujo

Para los diseños de las máscaras se utilizó el software L-Edit Tanner, siendo la polaridad de las máscaras de campo claro para los microcalefactores, microsensors y contactos de aluminio y de campo oscuro para los microcanales, ver Anexo II. Se enviaron a fabricar las filminas con resolución de 3600 dpi para los 4 niveles de fotolitografía, en la empresa *Filmar*. En la Fig. 4.7 se presentan como ejemplo una foto de la máscaras de los contactos de aluminio.

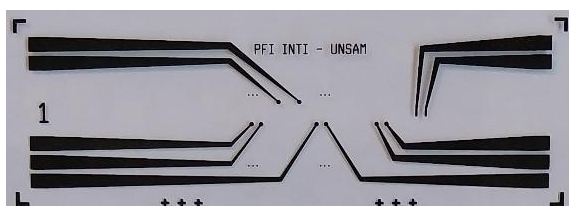


Fig.4.7. Máscara de campo claro para fabricación de contactos de aluminio.

En la Fig. 4.8 se presenta el diagrama en bloques para el proceso de microfabricación, tanto de los componentes sobre sustrato de vidrio como para moldeado del microcanal; en la Fig. 4.9 se presenta un esquemático con los resultados de estas etapas, con los materiales involucrados, habitualmente llamado *RUN*.

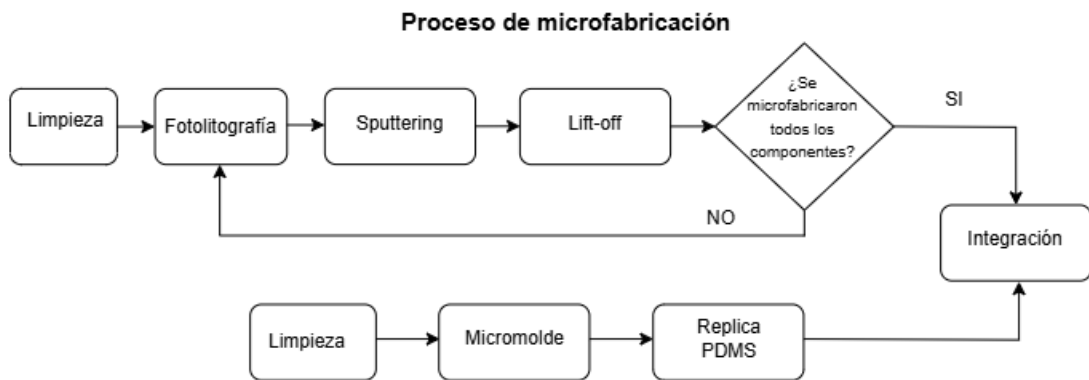


Fig.4.8. Diagrama en bloques del proceso de microfabricación.

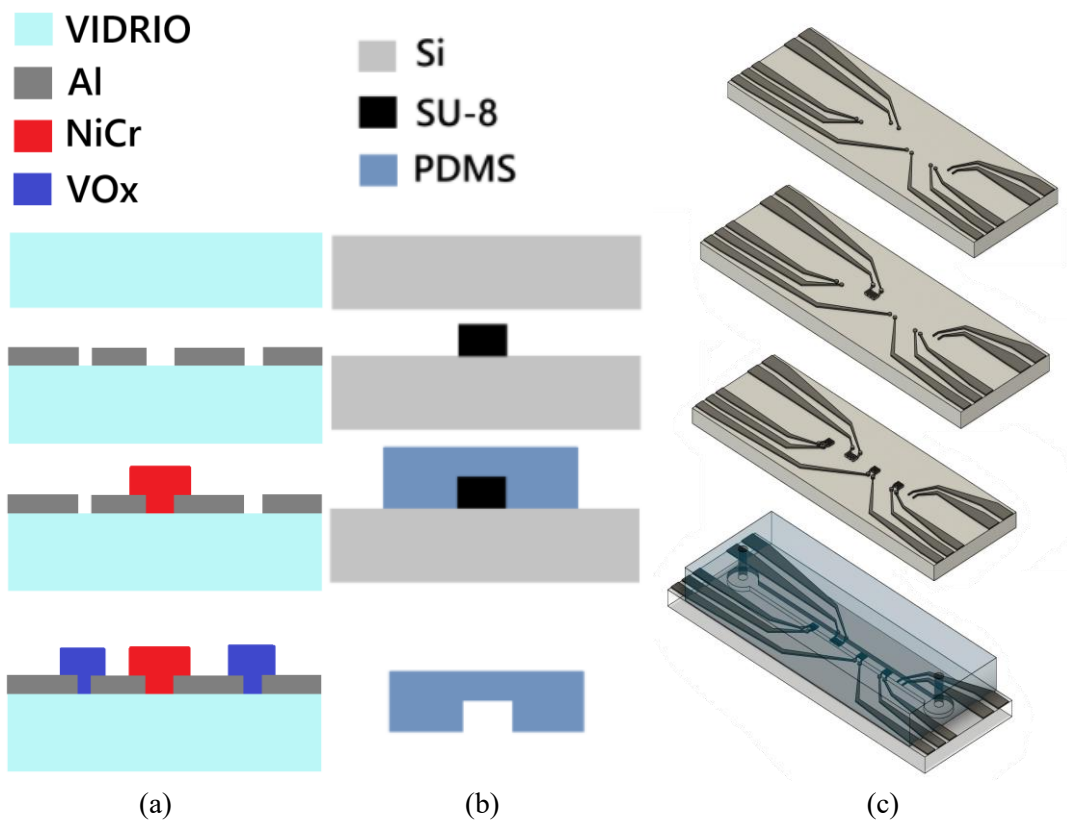


Fig.4.9. Microsensor de flujo. (a) RUN de fabricación de microdispositivos. (b) RUN de fabricación de microcanal. (c) Representación 3D.

Como sustratos se utilizaron portaobjetos de vidrio de soda lime de 76 mm x 25 mm x 1 mm. Como se menciona en el Capítulo 2, en primer lugar, se realiza la limpieza de los sustratos. Se los sumerge durante 3 minutos en 250 mL de Piranha ($H_2O_2:H_2SO_4$) en

proporciones 2:1 a temperatura ambiente, luego se enjuagan en agua desionizada y finalmente se los seca con una corriente de nitrógeno gaseoso.

Para el proceso de Fotolitografía, se montan los portaobjetos sobre el *spin coater Delta 20 BM (BLE)* [2] y se colocan aproximadamente 3 mL de fotorresina *TI35E (MicroChemicals)* [3], sobre los mismos. El proceso de spin coating se realiza a velocidad constante de 2000 rpm durante 50 segundos. La fotorresina se distribuye de forma uniforme sobre la superficie de los sustratos, eliminándose el excedente. A continuación, se realiza un precurado o *soft bake* de 2 minutos en un hot plate a 95 °C con el objetivo de reducir el contenido de solvente. El paso siguiente consiste en transferir el diseño de la máscara (escala 1:1) a la fotorresina. Para ello se utiliza una alineadora *EVG620 (EVGroup)* [4], que utiliza luz UV de longitud de onda ($\lambda = 365$ nm). La exposición a luz UV se realiza con una dosis de 140 mJ/cm² (Fig. 4.10). Este proceso se puede realizar por contacto (la máscara está en contacto con el sustrato) o proximidad (con 5 a 40 μ m de distancia entre máscara y sustrato). Se eligió el segundo método que tiene como ventaja no rayar la máscara, pero como desventaja disminución de la resolución por difracción de campo cercano.

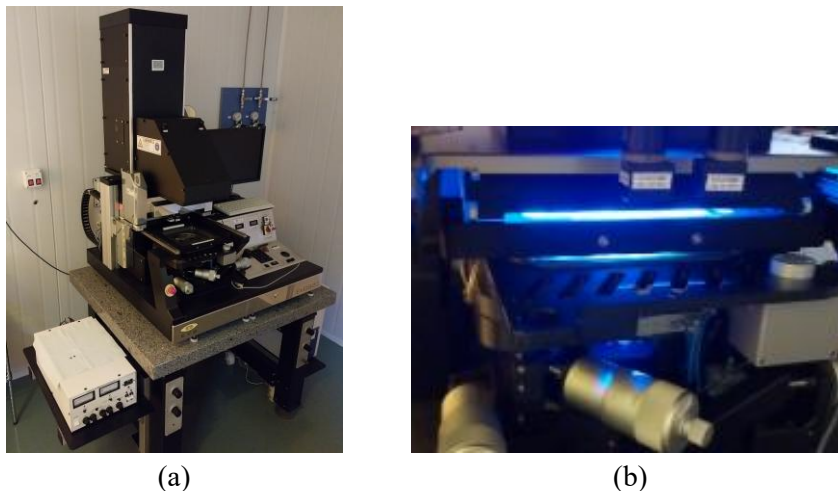


Fig.4.10. Transferencia de diseño. (a) Alineadora EVG620 (b) Detalle de la exposición a UV.

Finalizado el primer proceso de exposición, se realiza un “*reversal bake*” a 120 °C por 2 minutos. Luego se realiza un segundo proceso de exposición denominado “*flood exposure*” con una dosis de 650 mJ/cm². Se continúa con el proceso de revelado, en el que se sumergen las muestras durante 4 minutos y medio en revelador *AZ General (MicroChemicals)* y agua desionizada (2:1). El revelado se detiene con agua desionizada y secado con nitrógeno. Para confirmar el correcto revelado se inspeccionan las muestras con microscopio óptico *BX51 (Olympus)* [5] (Fig. 4.11) y se controlan las dimensiones respecto a los diseños.

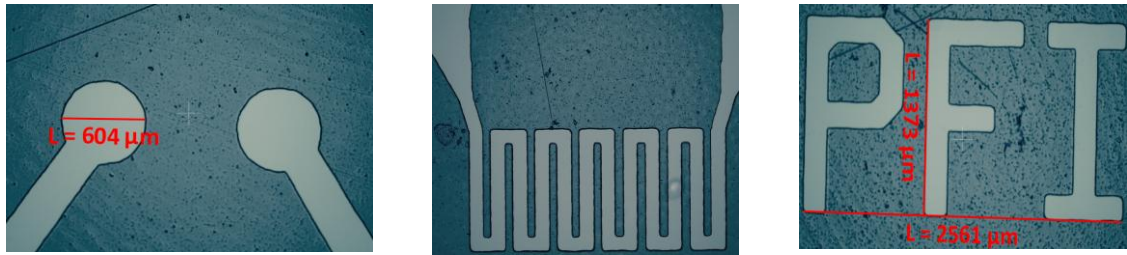


Fig.4.11 Fotografías con microscopio óptico luego del revelado de la fotorresina.

Paso siguiente, se procede a realizar el proceso de depósito de la película delgada, sobre la fotorresina, mediante el equipo *Magnetron Sputtering AUTO 500 (BOC Edwards)* [6] (Fig. 4.12).

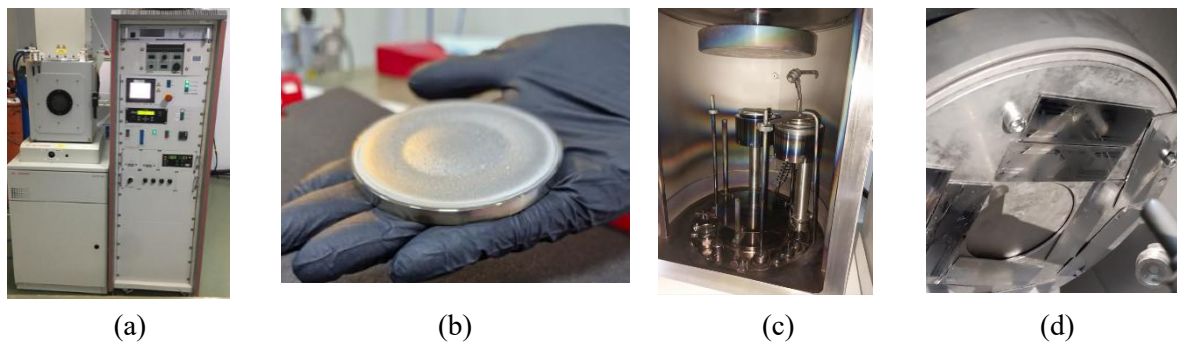


Fig.4.12. Depósito de películas delgadas. (a) *Magnetron Sputtering AUTO 500*. (b) Target con material a depositar. (c) Vista interior de porta muestras y magnetrones. (d) Sustrato luego del proceso de depósito.

Finalmente, se llega al proceso de *lift-off*. Dentro de un lavador ultrasónico se sumergen las muestras en un vaso de precipitado con acetona, y de esta manera se quita la fotorresina junto con el material depositado encima de ella (Fig. 4.13). Luego se enjuaga con alcohol isopropílico y agua desionizada, finalizando con un secado de nitrógeno.

Este proceso detallado anteriormente se replica para los contactos de aluminio, el microcalefactor de NiCr y los microsensors de VOx. En la Tabla 4.6 se resumen los parámetros de fabricación de los dispositivos.

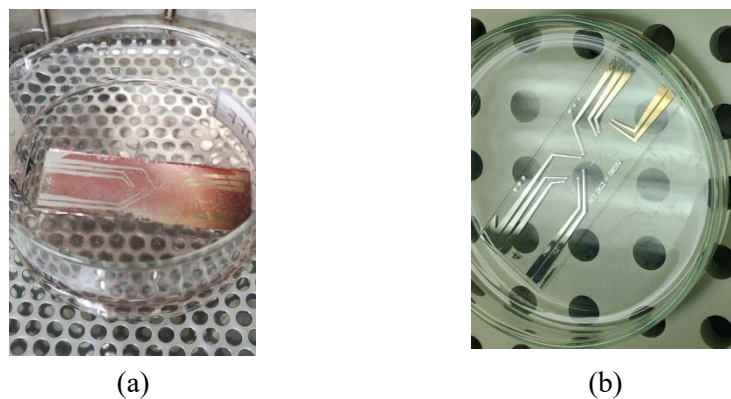


Fig.4.13.(a) Muestra en lavador ultrasónico. (b) Resultado del proceso *lift-off*.

Dispositivo	Target	Potencia de depósito (W)	Tipo de fuente	Caudal (sccm)	Presión (10^{-3} mbar)	Tiempo (minutos)
Contactos	Al	400	DC	(Ar) 5	1,86 a 2,69	11
H3	NiCr	200	DC	(Ar) 18	4,57 a 4,78	24
H5	NiCr	200	DC	(Ar) 20 a 25	4,89 a 5,24	48
T1 & T2	VOx	200	RF	(Ar:O ₂) 30:10	1,8 a 61,7	60
SF1	NiCr	200	DC	(Ar) 18	4,57 a 4,78	24
	VOx	200	RF	(Ar:O ₂) 9:3	2,34 a 2,82	90*
SF7	NiCr	200	DC	(Ar) 20 a 25	4,89 a 5,24	48
	VOx	200	RF	(Ar:O ₂) 6:9 2:3	2,24 a 2,51	90*

* Se aumentó el tiempo de depósito para disminuir el valor de resistencia a temperatura ambiente.

A continuación, se procede a la fabricación del microcanal en PDMS. Para ello se utilizan las técnicas de litografía blanda, partiendo de un micromolde de SU-8 se replican los microcanales.

Se comienza el proceso de fabricación con la limpieza de la oblea de silicio sumergiéndola en Piranha para quitar residuos orgánicos, luego se enjuaga y repite el procedimiento con ácido fluorhídrico (HF) para quitar el SiO₂ nativo. Luego se realiza un secado de la oblea colocándola entre 10 y 15 minutos sobre una placa calefactora a 120 °C.

El siguiente paso es la fotolitografía que consiste en montar sobre el spinner la oblea de silicio y programar las velocidades necesarias para lograr un espesor de 100 micrómetros del SU-8 (*Microchem*) [7] (Fig. 4.14) (ver Anexo III).



Fig.4.14 (a) Aplicación de SU-8 sobre oblea de silicio montada en *spin coater*. (b) SU-8 luego del proceso de *spin coating*.

A continuación, se realiza la exposición con luz UV de 350 nm de longitud de onda y 650 mJ/cm² a través de la máscara diseñada (Fig. 4.15). La máscara es de campo oscuro y la

fotorresina, al ser negativa, mantendrá insoluble al revelado las partes expuestas a luz UV quedando formado el micromolde. Una dosis excesiva puede afectar los perfiles de las paredes del canal.

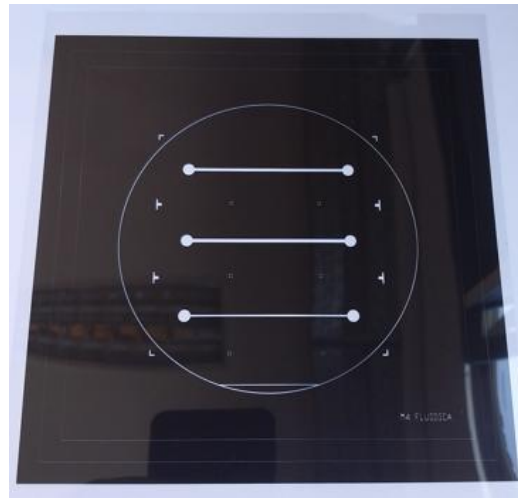


Fig.4.15. Máscaras de campo oscuro para fabricación de microcanales.

Luego de un postcurado (PEB) sobre un hot plate se realiza el revelado de las estructuras con reactivo específico de la marca *MicroChem*. Para ello se coloca la muestra en agitador durante 10 minutos, la acción del revelador se detiene colocando la muestra en IPA. Una vez que la muestra se encuentre revelada (Fig. 4.16), se debe enjuagar con agua desionizada y secar con nitrógeno gaseoso, finalmente se examina en un microscopio el resultado obtenido.



Fig.4.16. (a) Microcanales luego del proceso de revelado.(b) Microscopía para verificación de estructura del inlet/outlet en SU-8.

Generado el molde de los microcanales en SU-8, se procedió a realizar la litografía blanda. Para ello se prepara el PDMS (*Sylgard 184, Dow Corning*) [8] al mezclar sus dos componentes en un recipiente: el polímero base del PDMS y el agente de curado, en

proporciones de 10:1 respectivamente (40 gramos : 4 gramos), minimizando la formación de burbujas, hasta que quede una solución homogénea.

El molde de SU-8 se coloca dentro de una cámara de vacío durante 10 minutos junto a un vidrio portaobjetos con una gota de agente desmoldante para realizar un pre-acondicionamiento. El PDMS también se pre-acondiona en vacío para quitar las burbujas. Luego se vierte el PDMS sobre el molde SU-8 y se vuelve a hacer vacío hasta quitar todas las burbujas posibles Fig. 4.17.

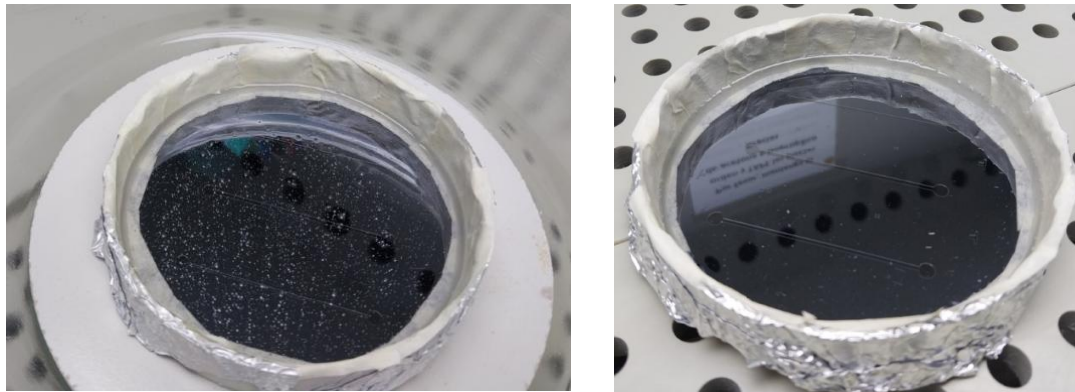


Fig.4.17. PDMS aplicado sobre SU-8 (izq.) antes y (der.)después de colocar en cámara de vacío.

Una vez removidas la mayor cantidad posible de burbujas de la mezcla de PDMS se procedió a colocar la muestra en un horno a 80°C durante 3 horas para realizar el proceso de curado. Las bandejas de la estufa deben estar niveladas correctamente para evitar alteraciones en el espesor del PDMS una vez curado. Este proceso le confiere al PDMS líquido una consistencia sólida y a su vez elástica, para que retenga la forma del molde sobre el cual fue vertido. Luego se desmoldó de la oblea de silicio, y se cortó en forma rectangular para adaptarse al ancho del vidrio portaobjetos. Se mantuvo el largo del rectángulo PDMS para dejar expuesto los PADS rectangulares de los contactos de aluminio.

Finalmente se perforaron agujeros de 1,25 mm de diámetro sobre el inlet y outlet del microcanal. Se procedió a tratar el PDMS y el portaobjetos con plasma de oxígeno durante 1 minuto (*Femto Plasma de Diener Electronics*) [9] (Fig. 4.18), para garantizar la unión irreversible entre ambos.



Fig.4.18. Activación por plasma de las superficies para la integración del microsensar de flujo.

Luego de aplicado el plasma, se alinea con ayuda de un microscopio el microcanal con las estructuras sobre el vidrio. La integración finaliza con un curado en estufa a 40°C durante 3 horas. Para la caracterización se sueldan pines a los contactos del mismo como se muestra en la Fig. 4.19.

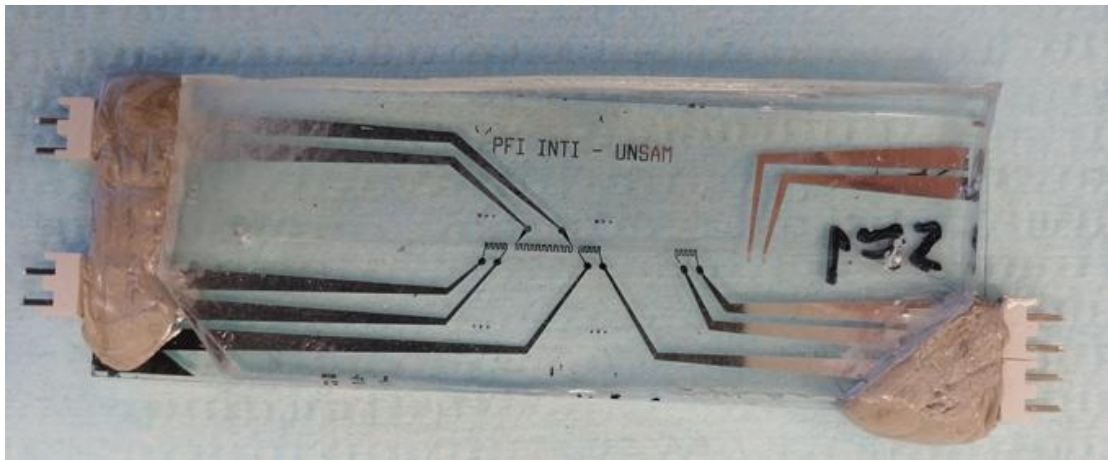


Fig.4.19 Microsensaar de flujo.

Finalizado el tratamiento con plasma, los respectivos dispositivos ensamblados SF1 y SF7 se encuentran listos para ser caracterizados.

4.5 Referencias

[1] Z. E. Jeroish, K. S. Bhuvaneshwari, F. Samsuri, V. Narayanamurthy, "Microheater: material, design, fabrication, temperature control, and applications—a role in COVID-19", Springer Nature (2021).

[2] Spin coater. Delta 20 BM (B.L.E. Laboratory Equipment GmbH). Operating Manual.

- [3] Microchemicals® GmbH, “TI 35E Technical datasheet”,(08/2016)
<https://www.microchemicals.com/SHOP/Photochemicals/Photoresist/Image-Reversal-Resist/>.
- [4] EVG®, “EVG620 NT Mask Alignment System - Technical Specification Sheet”,(01/2019).
https://www.evgroup.com/fileadmin/media/products/lithography/mask_alignment/EVG620_EV6200_NT_Flyer_19_01.pdf
- [5] Olympus®, “Instructions BX51 System Microscope”, (04/06/2017).
https://seabaugh.nd.edu/assets/330933/at_man_olympusbx51_instruction_manual.pdf
- [6] Sputtering. AUTO 500 Vacuum coater (Boc Edwards). Operating Manual.
- [7] Kayaku®, “SU-8 Permanent Negative Epoxy Photoresist Formulations 50-100 – Technical Datasheet”, (September 2020) <https://kayakuam.com/su-8/>.
- [8] The Dow Chemical Company™, “Technical Data Sheet SYLGARD™ 184 Silicone Elastomer”, Form No. 11-3184-01-0224 S2D, (2017-2024).
https://www.dow.com/en-us/pdp.sylgard-184-silicone-elastomer-kit.01064291z.html?utm_source=chatgpt.com#overview
- [9] Diener Electronic GmbH & Co. KG, “Operating instructions low pressure plasma system”,(31/12/2018). <https://www.plasma.com/en/low-pressureplasma-femto/>

Capítulo 5

Sistema de medición

En este capítulo se describen los métodos de medición e instrumentación utilizados para las caracterizaciones dimensionales, eléctricas y térmicas de los componentes y la característica funcional del chip de microfluídica, como así también se detalla el setup implementado en los bancos de medición para dichas pruebas funcionales.

5.1 Caracterización eléctrica de resistividad por cuadrado

En primer lugar se midieron las resistividades por cuadrado de los materiales de los componentes que forman parte del microsensor de flujo, utilizando el “Método de Kelvin” o de 4 puntas [1]. Para ello se usaron la *Universal Probe* del fabricante *Jandel Engineering* [2] en conjunto con el sistema de caracterización de semiconductores SMU *Keithley 4200-SCS* [3], y la matriz switching *Keithley 707A* [4] que permite asignar los SMU del sistema de caracterización a las 4 puntas y modificarlo si fuera necesario (Fig.5.1).

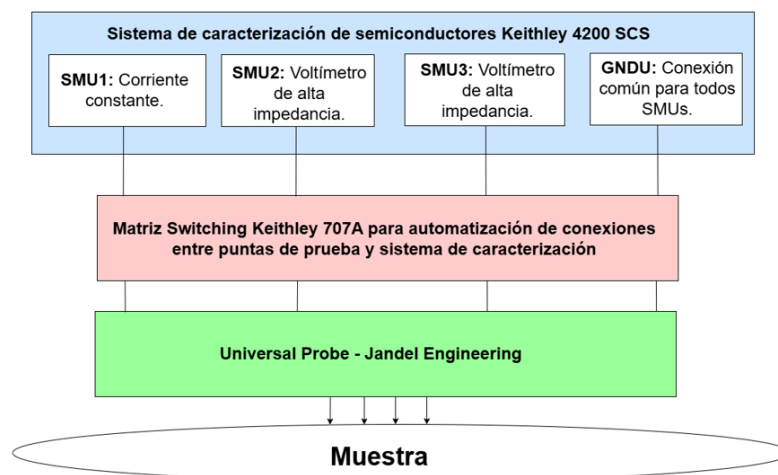
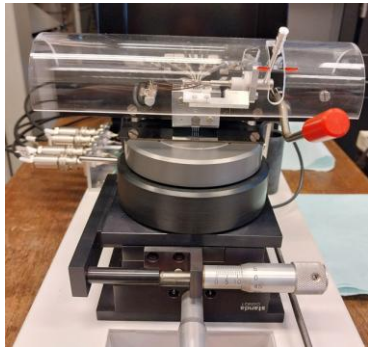


Fig.5.1 Sistema completo de caracterización de resistividad por cuadrado y configuración de las SMU.

Luego de realizadas las mediciones de resistividad por cuadrado, a partir de la geometría de los diseños, aplicando la Ec. 2.3 y las correcciones por esquinas según Fig.2.2, se estima el valor de la resistencia en forma indirecta.

Una vez fabricados los dispositivos, se compara el valor estimado con el medido. Para ello se utiliza un multímetro de alta precisión *Keithley 2000* [5] y las puntas de la Probe Station *Wentworth Laboratories PML 8000* [6] (medición directa). Como interfaz entre el dispositivo micro fabricado y el multímetro se utilizó tinta de plata para prolongar los pads del dispositivo y para adherirse a los pines molex macho utilizados como interfaz con el multímetro.

En las Fig. 5.2 y 5.3 se detallan los equipos de medición utilizados en la medición de resistividad por cuadrado.

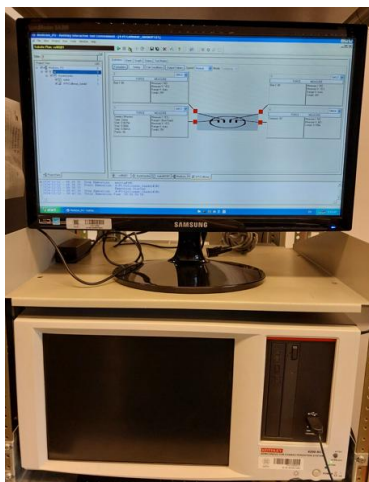


(a)



(b)

Fig.5.2. Equipo Universal Probe. (a) Universal Probe de Jandel Engineering midiendo resistividad de película delgada. (b) Vista superior.



(a)



(b)

Fig.5.3. Equipos de caracterización. (a) Sistema de caracterización de semiconductores SMU Keithley 4200 SCS. (b) Matriz Switching Keithley 707A.

5.2 Caracterización dimensional

Esta caracterización se realizó con el propósito de evaluar la fidelidad entre el diseño, las máscaras utilizadas y el dispositivo fabricado.

Las mediciones dimensionales sobre las máscaras y dispositivos fabricados se realizaron con el microscopio *Olympus BX51* [7] con calibración previa a la captura de cada imagen mediante regla patrón. El software del microscopio permite tomar mediciones con alta resolución y anotarlas en las imágenes capturadas.

Para la medición de espesores, se utilizó un perfilómetro de contacto de marca *Bruker* modelo *Dektak XT* [8] con el cual se puede medir los cambios de espesor entre los perfiles del sustrato (vidrio de los portaobjetos) y la película delgada (Fig.5.4).

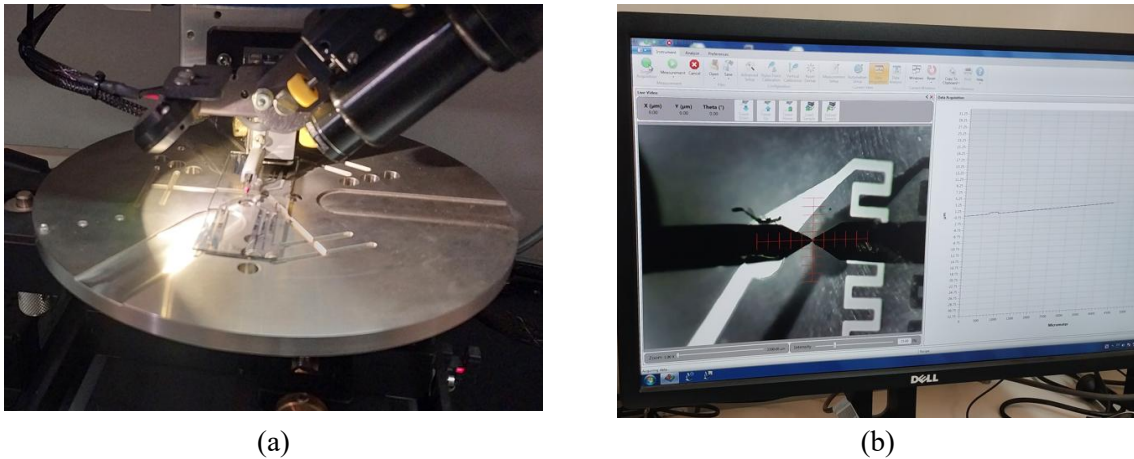
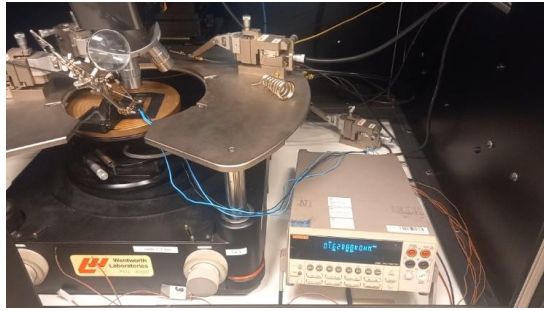


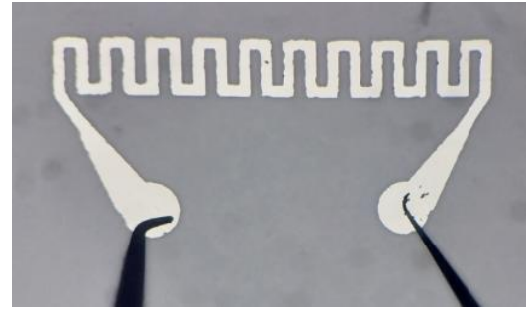
Fig.5.4. Medición de espesores (a) Detalle del perfilómetro (b) Imagen y datos capturados durante medición.

5.3 Caracterización térmica

Se implementó un sistema de medición de temperatura que alcanzan los microcalefactores al excitarlos con distintas tensiones. Se colocaron los dispositivos sin contactos ni PDMS sobre la Probe Station y se aplicó tensión variable con las micropuntas. Simultáneamente, se midió la resistencia con el multímetro *Keithley 2000* sobre un termistor calibrado y ubicado sobre los microcalefactores, para determinar la temperatura alcanzada. Los dispositivos medidos se encuentran sobre una base de goma para evitar disipación térmica. (Fig.5.5)



(a)



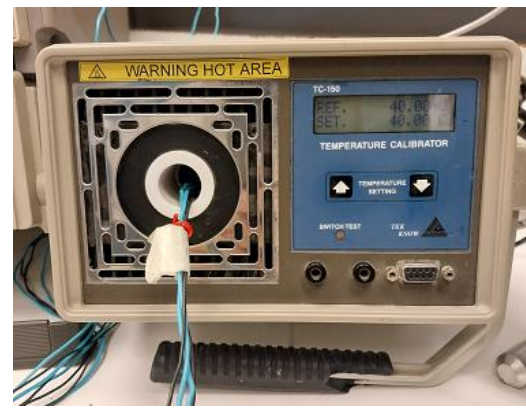
(b)

Fig.5.5. (a) Banco de caracterización de microcalefactores. (b) Detalle de aplicación de tensión sobre microcalefactor.

Con el propósito de medir el TCR de los microsensors se procedió a medir su resistencia en función de cambios de temperatura. Se utilizó el horno calibrador *Tek Know TC-150* [9] para variar la temperatura (Fig. 5.6(b)) y un multímetro *Fluke 8842A* [10] que se conectó a las resistencias microfabricadas con el método de 4 hilos para evitar errores en la medición por la contribución de los cables. El multímetro se conectó a una PC por interfaz GPIB y utilizando un programa desarrollado en *Labview* se registraron las mediciones de resistencia de forma continua, guardándose en un archivo de extensión “.csv”. En la Fig.5.6(a) se observa el microcalefactor H2, con pasta de plata aplicada para extender los contactos del dispositivo hacia los pines que se encuentran sujetos a la muestra mediante resina epoxy.



(a)



(b)

Fig.5.6. (a) Detalle de microsensor a caracterizar. (b) Dispositivo a caracterizar TCR dentro de TC-150.

5.4 Caracterización microfluídica

El banco de medición para microfluídica se divide en tres módulos: módulo de alimentación del microcalefactor, módulo de adquisición de datos y módulo de inyección de fluido.

Módulo de alimentación del microcalefactor:

Suministra potencia al microcalefactor que se disipa por efecto Joule y eleva la temperatura del fluido dentro del microcanal. Consiste en una fuente de corriente constante y

ajustable diseñada a partir del circuito integrado *LM334* (*ST*) el cual permite regular el paso de corriente eléctrica al microcalefactor en el rango de $64 \mu\text{A}$ a 6mA . Este módulo fue alimentado con una tensión de 9V mediante la fuente *Sorensen XPH 35-4T* [11], para reducir el ruido eléctrico a la entrada de la misma. La corriente de salida del circuito fue monitoreada a través de la caída de tensión sobre la resistencia R_{REF} de precisión con tolerancia de $0,1\%$, con un multímetro *Keithley 2000* (Fig. 5.7).

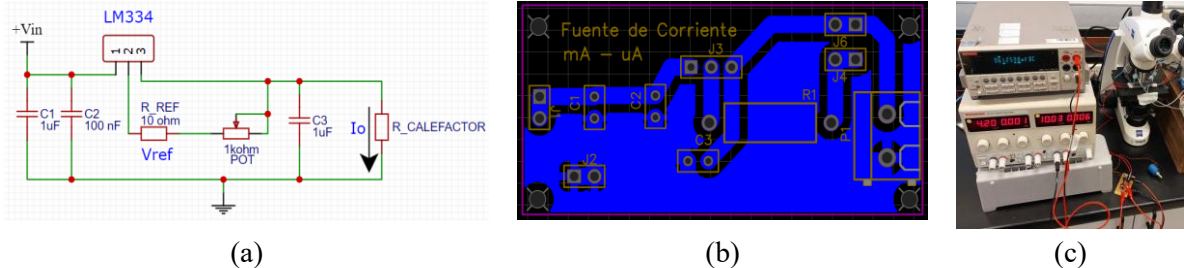


Fig.5.7. Módulo de alimentación del microcalefactor. (a) Diseño esquemático (b) Circuito impreso (c) Fuente y multímetro para el circuito.

Posterior a la caracterización del chip de microfluídica se implementó una mejora en la electrónica del módulo de alimentación del microcalefactor (Fig.5.8) agregando un display LCD 16×2 que permite visualizar los valores de corriente y tensión que se suministran al microcalefactor, mediante un módulo de sensado de corriente *INA226* y el microcontrolador *STM32F103C8T6* [12]. La electrónica es alimentada con una fuente switching estándar (220V AC a 9V DC). Esto permitió independizarse de la fuente de laboratorio *Sorensen XPH 35-4T*.

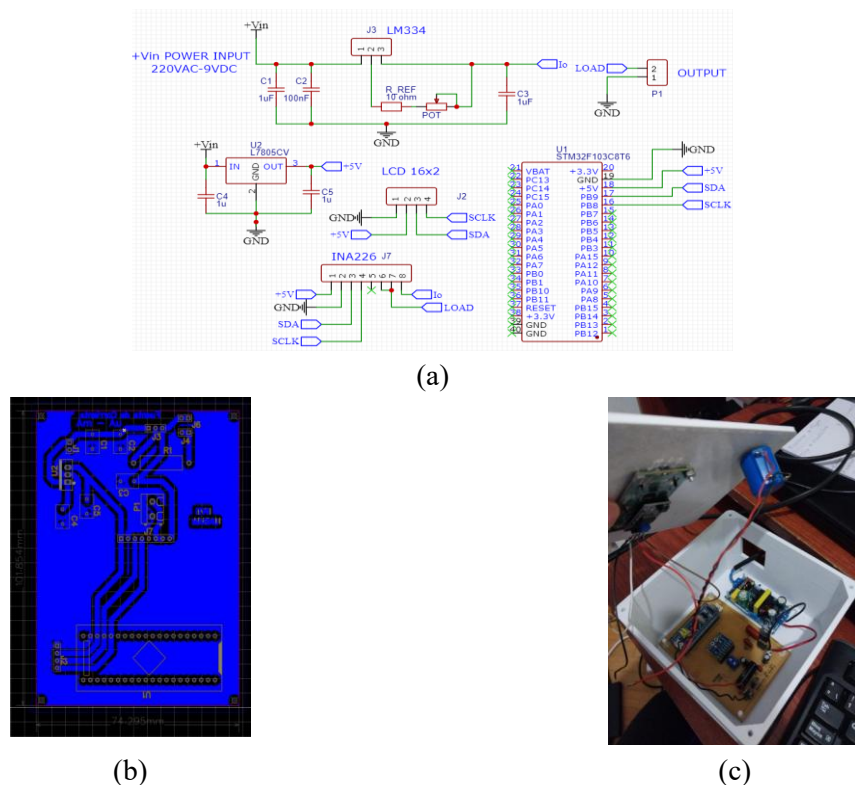


Fig.5.8. Módulo de alimentación completo del microcalefactor. (a) Esquemático (b) Circuito impreso

Módulo de adquisición de datos:

Está integrado por multímetro *Fluke 8842A*, sistema switching *Keithley 7001* y una PC (Fig.5.9). El barrido de las mediciones realizado de forma secuencial se hicieron cada 2,5 s en el siguiente orden: caída de tensión sobre R_REF, la caída de tensión sobre el microcalefactor y medición de resistencia de los tres microsensors del chip de microfluídica, ubicadas una aguas arriba y dos aguas abajo. Cabe destacar que las mediciones de resistencia se realizaron con el método de 4 hilos.

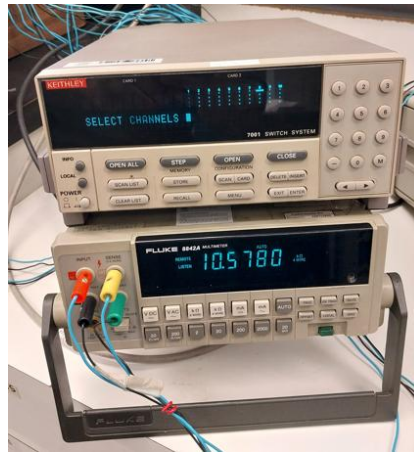


Fig.5.9. *Fluke 8842A* junto con sistema switching *Keithley 7001*.

Para configurar el tiempo de barrido entre canales de 500 ms y registrar los resultados de las mediciones de cada canal en un archivo .csv, se utilizó un programa desarrollado en *LABVIEW* de *National Instruments*.

Módulo de inyección de fluido:

Se utilizó una bomba de jeringa de caudal regulable *Leex EN-S7* [13] que permite inyectar el fluido dentro del microcanal. La bomba cuenta con una jeringa de 10 mL, conectada al chip de microfluídica mediante mangueras y conectores *Luer lock*. Esta bomba permite configurar el caudal y tiempo de inyección del fluido que se utilizará como referencia para calibrar el microsensor de flujo desarrollado. Se utilizó microscopio modelo *Primo Star* [14] de la marca *Zeiss* para hacer seguimiento del fluido dentro del microcanal (Fig.5.10).

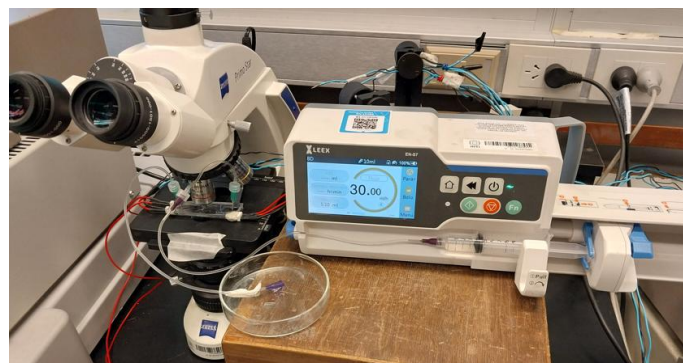


Fig.5.10. Bomba *Leex EN-S7* con microscopio.

El sistema completo con los tres módulos de caracterización del microsensord de flujo se muestra en la Fig.5.11.

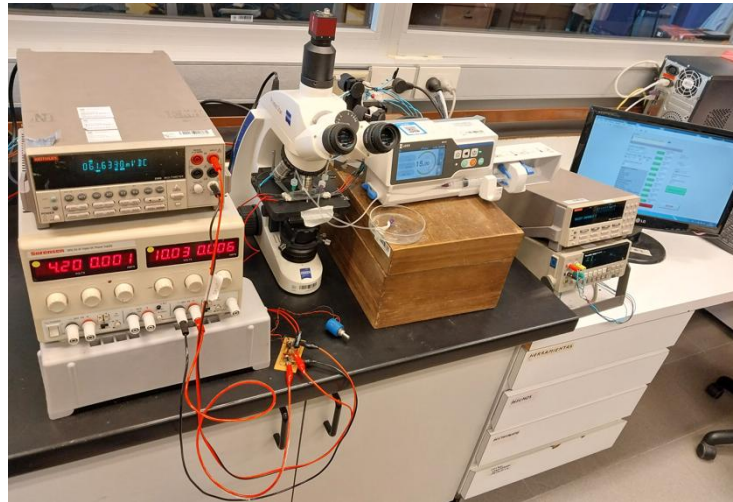


Fig.5.11. Sistema completo de medición para chip de microfluídica. Acercamiento al chip de microfluídica (rojo).

5.5 Referencias

- [1] Keithley Application Note N° 2475, “Four-Probe Resistivity and Hall Voltage Measurements with the Model 4200-SCS”,2004.
- [2] Bridge Technology, “Jandel Universal Probe”.
- [3] Keithley 4200-SCS Semiconductor Characterization System Instruction Manual 4200-900-01 Rev. K / February 2017.
- [4] Keithley 707A Switching Matrix Instruction Manual.
- [5] Keithley, Model 2000 Multimeter User’s Manual
- [6] Wentworth Laboratories PML 8000 Manual Analytical Probers - FA Series.
- [7] Olympus BX51/BX52 Instructions.
- [8] Bruker y Dektak XT User Manual.
- [9] Instrumart, TC Series (TC-150).
- [10] FLUKE, 8842A Digital Multimeter, Instruction Manual, Dec 1991, Rev.3 7/96.
- [11] Ametek, Sorensen XPH Series “Dual and Triple Output 35V 4A DC Power Supply Operation Manual”.
- [12] ST STM32F103C8T6 Reference Manual
- [13] Leex EN-S7 Manual de Usuario.
- [14] Zeiss, Primo Star Instruction Manual.

Capítulo 6

Resultados y discusión

En este capítulo se presentan y discuten los resultados obtenidos de las mediciones realizadas a los dispositivos que conforman el microsensor de flujo. Tanto para el microcalefactor como para los sensores de temperatura se efectuaron mediciones dimensionales y eléctricas debido a variaciones de temperatura. Finalmente se describen las mediciones del microsensor de flujo bajo dos condiciones de ensayo: a caudal constante y conmutación de potencia de entrada, y a caudal variable y potencia constante.

6.1 Caracterización del microcalefactor

Este apartado tiene por objetivo caracterizar dimensionalmente el microcalefactor y analizar su comportamiento térmico frente a cambios de potencia. Para ello se seleccionaron los dispositivos con diseños distintos H3 y H5, del *set* de microfabricación correspondientes al estudio de materiales PO#14 a PO#17 y PO#87 y PO#88, respectivamente. En la Fig. 6.1 se presentan las dos estrategias elegidas para caracterizar dichos componentes y los valores porcentuales obtenidos de la comparación entre el diseño y la fabricación del componente.

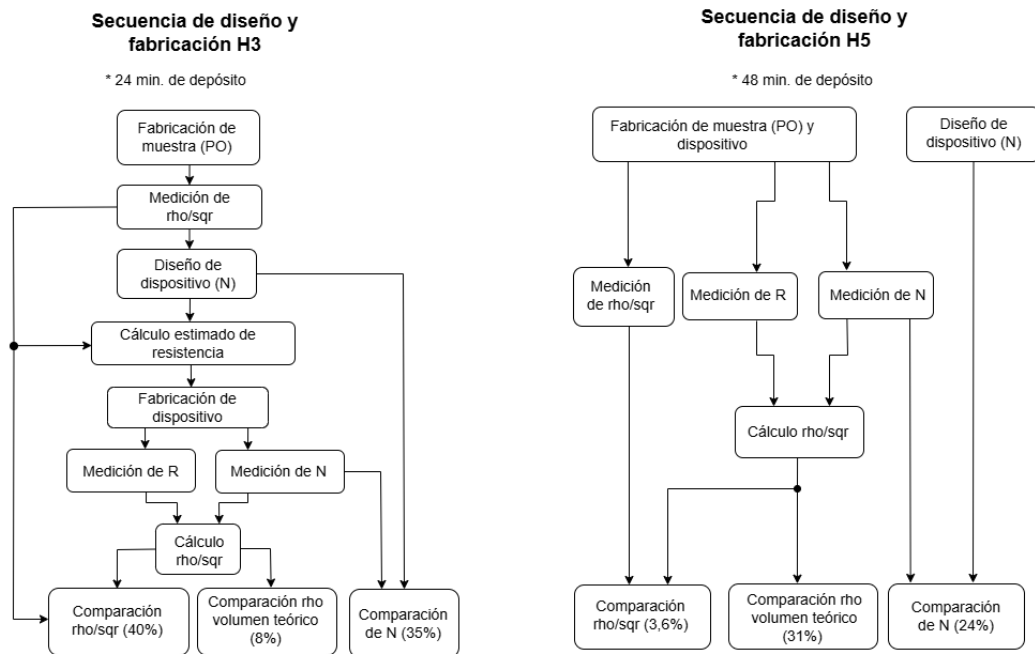


Fig. 6.1. Estrategias de caracterización de los microcalefactores. (a) Dispositivo H3. (b) Dispositivo H5.

La estrategia para el H3 consistió en la caracterización del material (ρ_{\square}) y luego su fabricación. Para el H5 consistió en la preparación de la muestra junto a la fabricación del microcalefactor en un mismo proceso de depósito.

6.1.1 Caracterización dimensional

Con el objetivo de evaluar la calidad del proceso de fabricación se midieron en primer lugar las máscaras diseñadas y los dispositivos microfabricados, según el procedimiento descrito en el Cap.5.

Se midió tanto el ancho del trazo de las máscaras como el de los dispositivos fabricados como se indica en Fig.6.2 (a). Dichas mediciones dieron como resultado una diferencia en promedio de 25%, respecto al diseño. Esta diferencia se debe a que la máscara empleada es de baja resolución y de material flexible. Se concluye que para mejorar esta etapa es necesario emplear máscaras de mejor calidad, como lo son las de cuarzo/cromo.

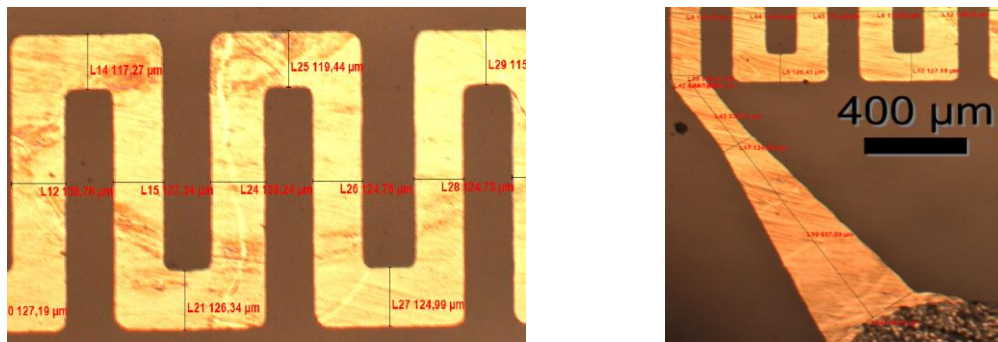


Fig.6.2. Medición dimensional del microcalefactor fabricado H3. (a) Meandro. (b) Contacto.

A partir de estos resultados se calcularon las relaciones de aspecto N (L/W) de los dos dispositivos H3 y H5 seleccionados. Se determinan sus resistividades por cuadrado, considerando el aporte de las resistencias por parte de las extensiones de los contactos de los dispositivos (Fig.6.1(b)).

La Tabla 6.1 resume las relaciones de aspecto corregidas que incluyen las correcciones de esquinas mencionadas en el Capítulo 4 y el aporte de las extensiones de contacto.

Tabla 6.1. Valores de relación de aspecto de los microcalefactores diseñados y fabricados.		
Dispositivo	Nd (diseño con extensiones)	Nf (fabricado con extensiones)
H3	163	120
H5	142	114

A partir del valor de N fabricado, es decir, medido y corregido, se calcula la resistividad por cuadrado de cada dispositivo. Luego, considerando sus respectivos espesores se calcula la resistividad en volumen del NiCr con el objeto de compararla con la reportada en la literatura [1-4], que es de 1 a 1,5 $\Omega \cdot \mu\text{m}$ (Tabla 6.2). Por lo tanto, la diferencia entre las resistividades calculadas respecto a las teóricas está en el orden de las citadas en dichas bibliografías. Para el caso de H3 la diferencia es del 8% y para el H5 la diferencia es del 31% respecto al valor máximo bibliográfico.

Tabla 6.2. Comparación de resistividades del NiCr calculadas versus reportadas.				
Dispositivo	R medida (Ω)	ρ_{\square} calculado (Ω/\square)	Espesor medido (μm)	ρ calculado ($\Omega \cdot \mu\text{m}$)
H3 ⁽¹⁾	843	7	0,232	1,6
H5 ⁽²⁾	490	4,3	0,458	1,9

⁽¹⁾ 24 minutos de depósito. ⁽²⁾ 48 minutos de depósito.

Las diferencias de ρ calculado entre H3 y H5 versus el teórico podría deberse a la diferencia de espesores entre estos dos dispositivos, a las tasas de crecimiento, variaciones en el caudal de Argón utilizado, entre otros. Debemos tener en cuenta que el dispositivo H5 fue depositado en dos etapas, mientras que el H3 en una sola.

Sin embargo, los valores de resistividad por cuadrado medidos en portaobjetos, reportados en el Capítulo 3 de estudio de materiales, comparados con los valores calculados muestran una variación de 40 % para la muestra H3 y de 3,6 % para la muestra H5, respectivamente (Tabla 6.3).

Tabla 6.3. Variación de valores de resistividad por cuadrado calculados con medidos.				
Microcalefactor		Estudio de material ^(*)		Variación de ρ_{\square} calculado versus medido (%)
Dispositivo	ρ_{\square} calculado (Ω/\square)	ρ_{\square} medido (Ω/\square)		
H3	7,02	11,77		40
H5	4,3	4,45		3,6

^(*) Tabla 3.4.

Esta alta variación entre los valores medidos y calculados para el dispositivo H3 puede deberse a que las muestras fueron fabricadas en distintos lotes de deposición y a la reducida

planicidad del sustrato. En el caso del dispositivo H5 la dispersión de 3,6 % responde sólo a la reducida planicidad del sustrato, ya que las muestras fueron fabricadas en el mismo lote.

6.1.2 Caracterización térmica

Para evaluar la funcionalidad de los microcalefactores se varió la tensión aplicada sobre los mismos y se midió la temperatura con un termistor calibrado. Para ello se utilizó la Probe Station *Wentworth Laboratories PML 8000*, como se mencionó en el Apartado 5.3.

Se alcanzó una temperatura máxima de 60 °C con potencia de 467 mW (23,5 mA) para el dispositivo H3 como indica la Fig. 6.3. La mínima potencia aplicada fue de 29,2 mW (5,9 mA) alcanzando la temperatura de 25 °C, apenas superior a la temperatura ambiente.

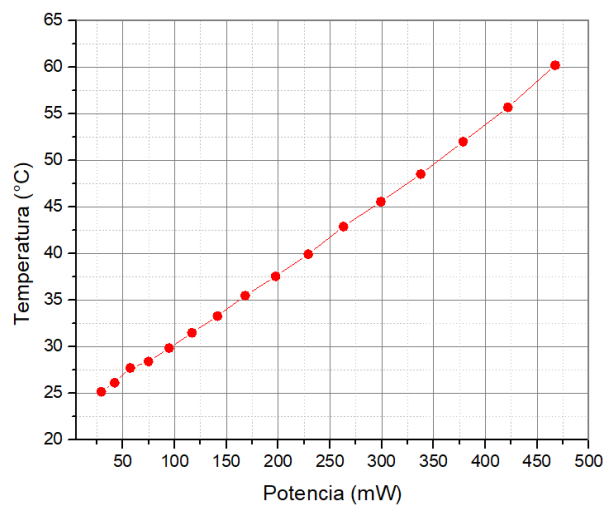


Fig.6.3. Temperatura alcanzada por microcalefactor H3 a partir de la potencia aplicada entre los terminales.

Cabe señalar que el dispositivo no se degradó en las condiciones y temperatura alcanzada, lo cual este resultado obtenido es adecuado para implementar el método calorimétrico de medición de flujo. Así mismo, hay que considerar que estos dispositivos se caracterizaron fuera del microcanal, con una disipación térmica más favorable que la que tendrán dentro del microcanal confinado por PDMS. En estas mediciones se utilizaron potencias mayores que lo que se utilizarán en el chip de microfluídica para evaluar el alcance del dispositivo.

6.2 Caracterización del microsensor de temperatura

Este apartado tiene por objetivo evaluar el proceso de fabricación y medir la variación de resistencia de los sensores por cambios de temperatura.

6.2.1 Caracterización dimensional

Se analizó la calidad del proceso de fabricación en forma similar a la Sección 6.1.1, midiendo dimensionalmente los dispositivos T1 y T2 con distintos diseños y corrigiendo su relación de aspecto.

Se puede notar de la Tabla 6.4 que los valores de relación de aspecto N fabricados son menores a los de diseño. Esto se debe a que los anchos de trazo de los dispositivos fabricados son mayores a los de diseño entre un 20% y 30%, lo cual reduce el N.

Tabla 6.4. Valores de relación de aspecto de los microsensores de temperatura diseñados y fabricados.		
Dispositivo	Nd (diseño con extensiones)	Nf (fabricado con extensiones)
T1	94	71
T2	69	55

A partir de las resistencias medidas y las relaciones de aspecto, se calcula el valor de resistividad por cuadrado de T1 y T2. En la Tabla 6.5 se comparan dichos valores con la resistividad por cuadrado medido sobre portaobjetos (PO#89) reportado en el Apartado 3.2, el cual es de $1125 \Omega/\square$.

Tabla 6.5. Comparación de resistividades del VOx calculadas versus medidas a temperatura ambiente (25 °C).				
Microsensor de temperatura			Estudio de material ⁽¹⁾	Variación de ρ_{\square} calculado versus medido (%)
Dispositivo	R medida (k Ω)	ρ_{\square} calculado (Ω/\square)	ρ_{\square} medido (Ω/\square)	
T1 ⁽²⁾	77,2	1087	1125	3
T2 ⁽³⁾	72,2	1313		17

⁽¹⁾ Tabla 3.5. ⁽²⁾ 0,28 μm de espesor ⁽³⁾ 0,286 μm de espesor.

Como se observa, la variación de la resistividad por cuadrado calculada y medida varían entre 3 % y 17 %. Cabe señalar que en este caso las muestras preparadas para la medición de la resistividad por cuatro puntas, fueron fabricadas en el mismo lote de fabricación que los dispositivos caracterizados. Aquí también las diferencias pueden deberse a la reducida planicidad del sustrato.

6.2.2 Caracterización funcional

Las mediciones de variación de resistencia de los microsensors de temperatura en régimen estacionario se realizaron según el procedimiento descrito en el Apartado 5.3 con el calibrador de temperatura.

Se tomaron promedios de las mediciones de resistencia eléctrica en el rango de interés (25°C a 60°C). El resultado indica que las resistencias son lineales con el incremento de temperatura como se observa en la Fig.6.4.

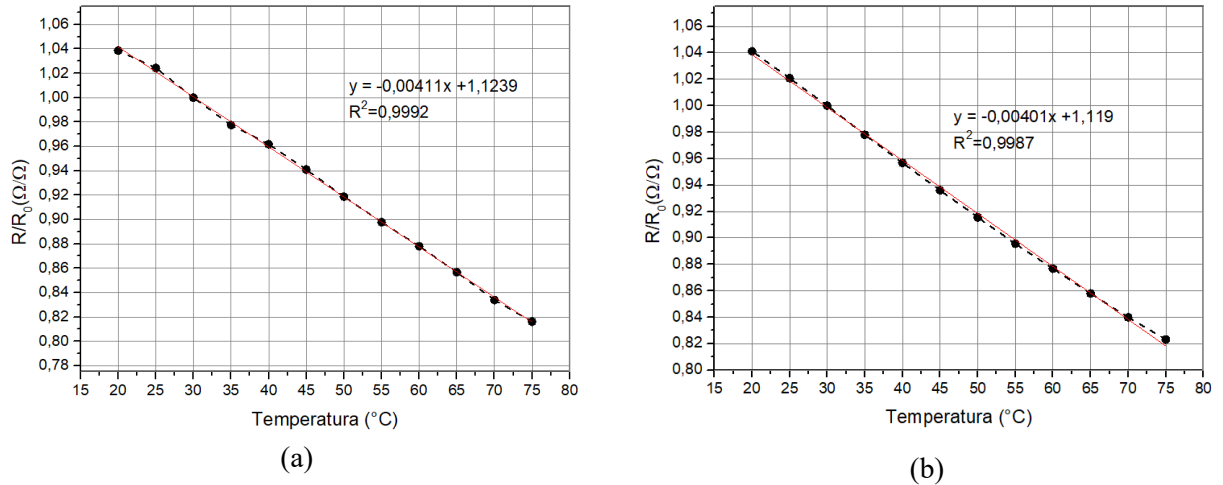


Fig.6.4. Estimación de TCR para microsensor de temperatura en el rango de 20 °C a 75 °C. (a) T1. (b) T2.

Con los resultados de estos experimentos, se calcula el TCR para ambos diseños, el cual se muestra en la Tabla 6.6. El diseño T1 presenta una mayor resistencia debido a la mayor longitud de su meandro. Esto implica una señal de salida más alta, lo que resulta en una mejor resolución. Por otro lado, también requiere un sensor más grande y restringe el ancho del microcanal. Los valores de TCR obtenidos resultaron menores a trabajos previos de otros autores [7-8].

Tabla 6.6. Propiedades eléctricas de los microsensors caracterizados.		
Microsensor	Resistencia a 25°C (kΩ)	TCR (ppm/°C)
T1	77,2	-4110
T2	72,2	-4010

Posteriormente, se analizó el comportamiento de los sensores, con el mismo procedimiento, pero en un rango más amplio de temperatura (-10 °C a 120 °C) como se observa en la Fig.6.5. Se puede observar que una función exponencial se ajusta mejor que una lineal, tendencia que se acentúa aumentando el rango de temperatura con que se evalúa el dispositivo. Este comportamiento es esperado dado las características semiconductoras del óxido de vanadio con el cual están fabricados los microsensors.

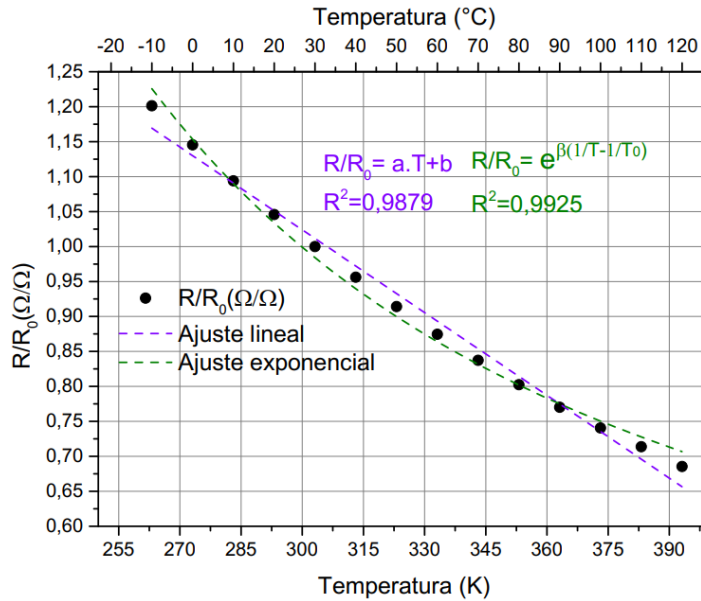


Fig.6.5. Curvas de ajuste de microsensors para un rango de -10 °C a 120 °C (263 a 393 grados Kelvin).

Por último, para completar el estudio de la respuesta estacionaria de los sensores de temperatura, se seleccionó uno de ellos (T2) y se observó la histéresis en un proceso de calentamiento y enfriamiento (Fig.6.6), donde la máxima diferencia fue de 0,2%.

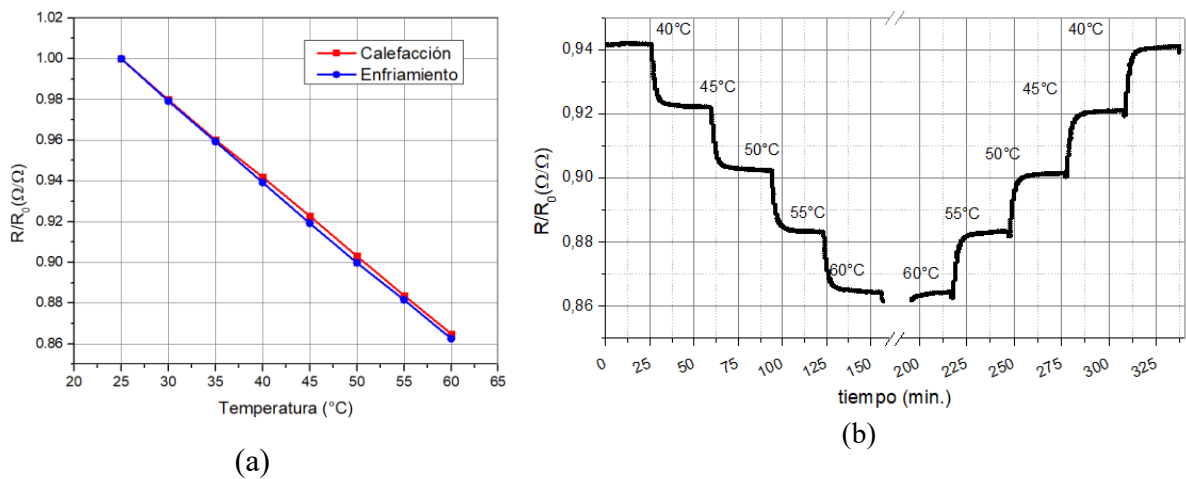


Fig.6.6. Caracterización térmica del microsensors T2 por proceso de calentamiento y enfriamiento entre 25°C y 60°C cada 5°C. (a) Resistencias promedio. (b) Variación de la resistencia por aumento (izq.) y por disminución (der.) de temperatura.

Para realizar la caracterización dinámica de los microsensors, se los sometió a un escalón de temperatura y se analizó su velocidad de respuesta. Para ello, una vez estabilizados a temperatura ambiente, se los colocaron dentro del calibrador de temperatura a 4 °C (Fig. 6.7).

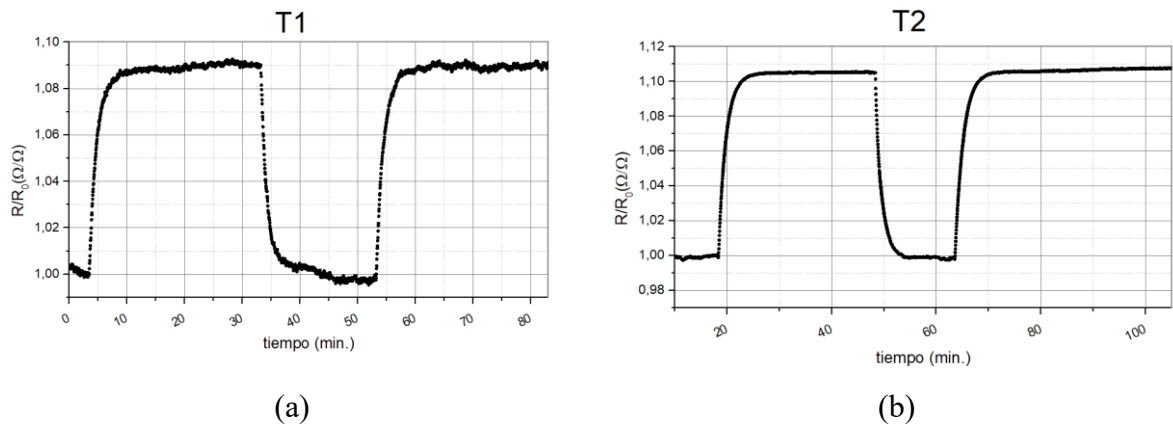


Fig.6.7.Caracterización dinámica para sensores de temperatura. Velocidad de respuesta (a) T1.(b) T2.

En la Tabla 6.7 se muestran los tiempos requeridos para que los microsensors cambien su valor de resistencia desde el valor inicial hasta el 63,2% y el 95% del valor final. Según la norma ASTM [6], si esta relación es de 3,0 a 3,7 se puede asumir que los sensores exhiben una respuesta exponencial de primer orden. Por lo tanto, la constante de tiempo puede considerarse como el 63,2% del tiempo de respuesta.

Microsensor	tiempo de respuesta 63,2% (s)	tiempo de respuesta 95% (s)	Relación de respuestas de tiempo de 95% a 63,2%
T1	81	284	3,53
T2	92	282	3,05

Considerando esto, las constantes de tiempo para T1 y T2 son 81 s y 92 s respectivamente. Estos valores deben ser tenidos en cuenta si se desea evaluar la respuesta dinámica del sensor de flujo.

6.3 Caracterización del microsensor de flujo

Se llevaron a cabo las caracterizaciones de dos sensores de flujo SF1 y SF7 con los diseños descritos en el Apartado 4.3 y sistema de medición desarrollado en Apartado 5.4. Dichas caracterizaciones se realizaron bajo 2 condiciones de ensayo: caudal constante y conmutación de potencia de entrada para el SF7, y a caudal variable y potencia constante para el SF1.

Inicialmente se midieron las resistencias a temperatura ambiente para todos los componentes que integran cada chip de microfluídica, siendo estos los valores de referencia R_0 .

Para estimar la respuesta del dispositivo y los caudales a aplicar, se utilizó la ecuación de velocidad media de fluido (ec. 2.12). Si consideramos un caudal inyectado por la bomba de jeringa de 1 mL/h ($2,77 \times 10^8 \mu\text{m}^3/\text{s}$) y los valores dimensionales del microcanal de altura 100 μm y anchos 600 μm (SF1) y 1200 μm (SF7), la velocidad media del frente del fluido es 4630 $\mu\text{m}/\text{s}$ (4,63 mm/s) y 2315 $\mu\text{m}/\text{s}$ (2,31 mm/s) respectivamente. Por otro lado, la distancia entre el microcalefactor y el microsensor aguas arriba es de 4 mm y las distancias entre microcalefactor y microsensores aguas abajo son de 4 mm y 12,3 mm (Tabla 4.5).

Según los cálculos realizados, el frente de fluido demoraría entre 0,8 s y 5 s en llegar desde el microcalefactor a los microsensores ubicados aguas abajo. Para una manguera de 450 mm de largo y 0,7 mm de diámetro interno, el frente demoraría aproximadamente unos 40 min. a un caudal de 0,3 mL/hora. Estos valores junto con la respuesta dinámica de los microsensores de temperatura deben ser tenidos en cuenta al analizar la caracterización del microsensor de flujo.

Para delimitar la potencia máxima a aplicar al microcalefactor, se debe tener en cuenta la densidad de corriente máxima recomendada en la literatura [7] de 1 mA/ μm^2 y así evitar daños en la película delgada del dispositivo debido a efectos tales como electromigración. La Ec.2.7 calcula la corriente eléctrica máxima admisible del dispositivo microcalefactor y por lo tanto también la potencia suministrada al microcanal. Los espesores de las películas delgadas según la Tabla 6.2, son de 232 nm (SF1) y 458 nm (SF7), por lo tanto, las corrientes máximas admisibles son 23 mA y 45 mA respectivamente.

Caracterización microfluídica del SF7

Para el caso de la caracterización del SF7, se inyectó un caudal constante de 0,8 mL/h. De manera conservativa, se aplicó una corriente eléctrica de 1,54 mA equivalente a potencia disipada de 1,47 mW. El valor de corriente aplicado fue corroborado al medir la caída de tensión de 44 mV que se produce sobre una resistencia de referencia de 28,6 Ω .

Bajo estas condiciones, se registraron variaciones de resistencia en el microsensor del orden de 3 Ω , ubicado aguas abajo más cercano al microcalefactor, en los momentos en que se aplicó corriente a este último. En la Fig.6.8 (a) se muestra la respuesta del microsensor de temperatura aguas abajo a caudal constante, conmutando el encendido y apagado del microcalefactor.

Si bien el microsensor de temperatura responde al microcalefactor, también muestra una deriva de la resistencia en el orden de 6 Ω a lo largo del ensayo, al mantener el microcalefactor apagado. Esta deriva se atribuye a la degradación del microsensor al estar expuesto al agua. Por lo cual, se concluye que es fundamental utilizar una película delgada de pasivado sobre los dispositivos para evitar reacciones en la superficie de las películas delgadas. En la Fig.6.8 (b) se observa la variación porcentual del microsensor de temperatura, filtrando la deriva.

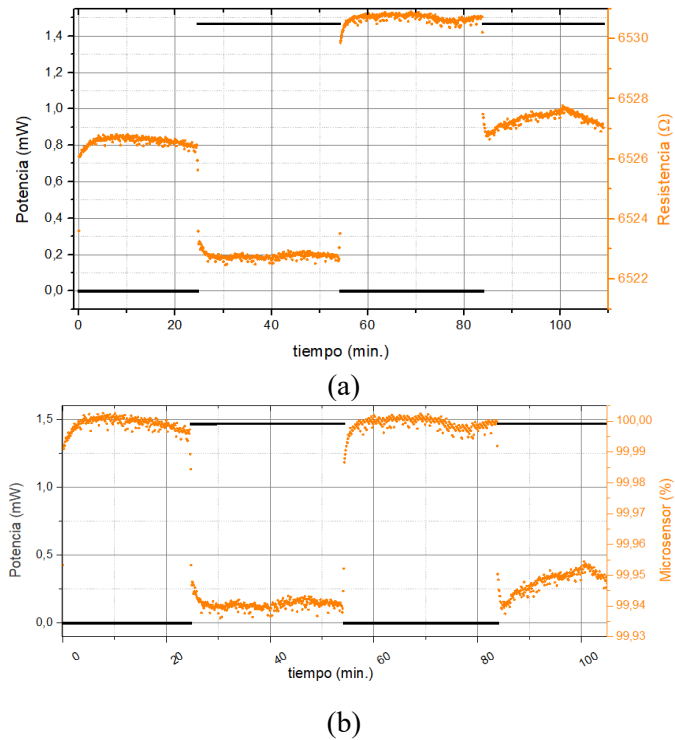


Fig.6.8. Caracterización del SF7 para un caudal constante de 0,8 mL/h y potencia conmutada (negro). (a) Variación de la resistencia del microsensor de temperatura. (b) Representación porcentual con corrección de deriva (naranja).

Caracterización microfluídica del SF1

Para el caso de la caracterización del SF1, se inyectaron caudales de 1,6 mL/h, 0,3 mL/h y 0,15 mL/h. La corriente eléctrica constante inyectada al microcalefactor fue de 0,7 mA equivalente a una potencia 0,39 mW. Se midieron las respuestas de dos microsensors de temperatura ubicados aguas abajo: microsensor C (más próximo al microcalefactor) y microsensor D (más alejado).

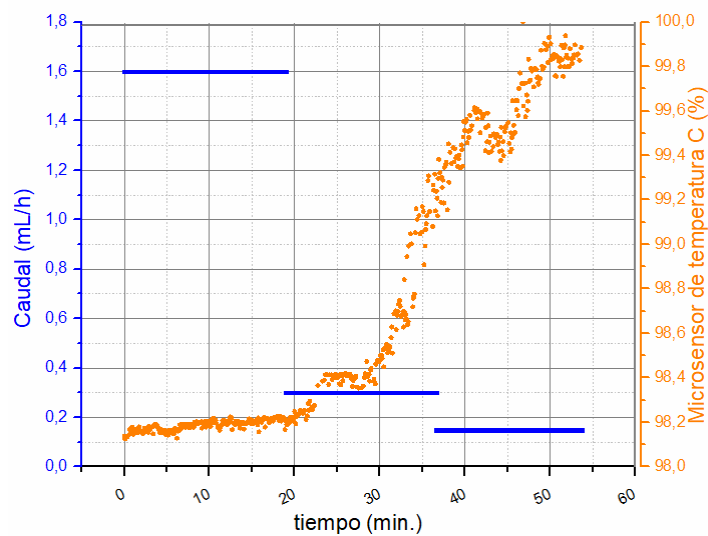


Fig.6.9. Respuesta del microsensor aguas abajo SF1 C (naranja), para potencia constante de 0,39 mW y caudales seteados (azul).

En la Fig.6.9 podemos observar que al disminuir el caudal de 1,6 mL/h a 0,3 mL/h, se produce un incremento de resistencia, equivalente a 77Ω . Esta respuesta es la esperada siendo que, al disminuir el caudal, el pico de temperatura del perfil gaussiano del fluido se retrotrae hacia el microcalefactor, tal cual como fue descrito en el Capítulo 2, Fig.2.3 (b).

Por otra parte, el retardo observado entre el instante de cambio de caudales seteados (azul) y la respuesta del microsensor aguas abajo (naranja), se atribuye a la longitud de la manguera entre la bomba de jeringa y el chip de microfluídica.

Así mismo, la respuesta del microsensor D aguas abajo muestra un comportamiento similar al C en cuanto a la forma, frente a los caudales seteados (Fig.6.10), sin embargo, el incremento de la resistencia de 3190Ω es mucho mayor a la esperada. Esta variación no puede ser atribuida exclusivamente a la temperatura, porque implicaría un valor de TCR mucho mayor al calculado. Esto conlleva a considerar otras posibles causas en la respuesta del microsensor, como ser: una reacción electroquímica tipo redox por falta de una película de pasivación sobre los microsensors, pérdida de adherencia de la película de VOx al sustrato. El efecto de electromigración podría influir a pesar de la baja corriente que el multímetro inyecta al microsensor durante la medición.

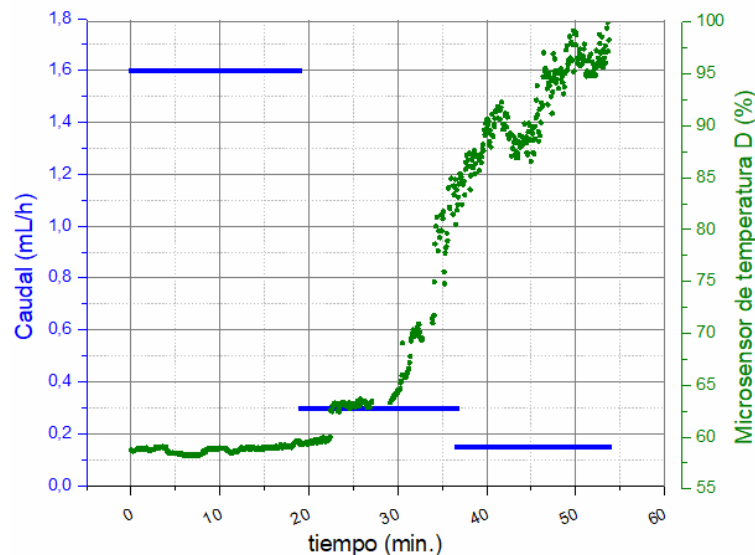


Fig.6.10. Respuesta del microsensor aguas abajo SF1 D (verde), para potencia constante de 0,39 mW y caudales seteados (azul).

En la Fig.6.11 se presenta la superposición de las respuestas de ambos microsensors donde se observa las similitudes en su forma. En cuanto a la diferencia de magnitud del microsensor D es necesario implementar mejoras en el diseño del dispositivo.

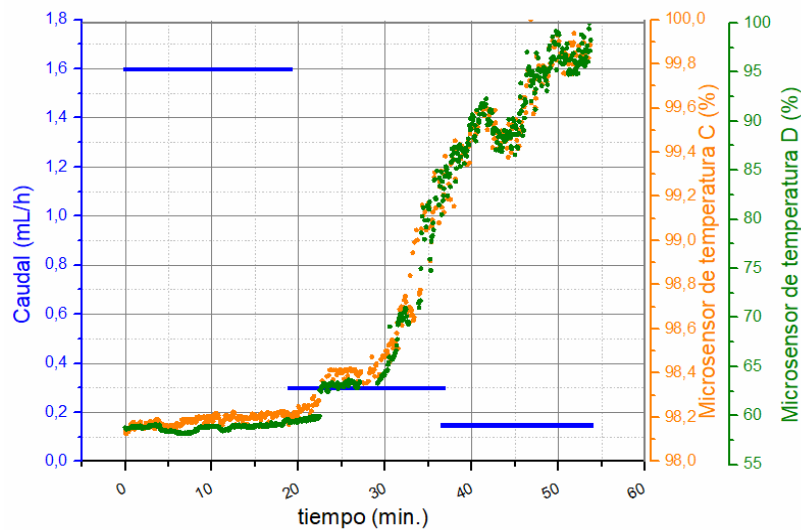


Fig.6.11. Caracterización del SF1 para potencia constante de 0,39 mW y caudal variable (azul). Variaciones porcentuales de las resistencias de los microsensors de temperatura aguas abajo a distintas distancias del microcalefactor (naranja y verde).

Los resultados de la respuesta de los dos microsensors de flujo SF7 y SF1 reportados nos muestran que es necesario pasivar la superficie de los microcalefactores y microsensors de temperatura, como así también para evitar daños por electromigración. Así mismo, se deberá optimizar el banco de mediciones microfluídicas, acortando el largo de las mangueras buscando reducir el retardo en la respuesta del microsensor de flujo.

6.4 Referencias

- [1] Z. E. Jeroish, K. S. Bhuvaneshwari, F. Samsuri, V. Narayanamurthy, "Microheater: material, design, fabrication, temperature control, and applications—a role in COVID-19", Springer Nature (2021) vol.24, pp. 1-49.
- [2] T. Wu, J. Liu, S. Jian, B. Xu, B. Yang, H. Zhu, C. Yang, "Electrical properties of microheaters using sputtered NiCr thin film", Science and Technology on Micro/Nano Fabrication Laboratory, Shanghai (2013) pp.466-469.
- [3] H. Cheng, Y. Chen, C. Li, P. Li, M. Houng and C. Yang, "Developments of the physical and electrical properties of NiCr and NiCrSi Single-Layer and Bi-Layer", Nanomaterials (2016) pp.1-10.
- [4] R. Zimmerman, E. Broitman - Aplicaciones de las películas delgadas en microelectrónica, Revista Telegráfica Electrónica (1986), pp. 2052-2056.

- [5] S. Chen, J. Lai, J. Dai, H. Ma, H. Wang, and X. Yi, "Characterization of nanostructured VO₂ thin films grown by magnetron controlled sputtering deposition and post annealing method", *Optics Express*, vol. 17, no. 26, Dec., pp. 24153-24161, 2009.
- [6] Standard specification for thermistor sensors for clinical laboratory temperature measurements, ASTM Standard E 879 – 01, 2012.
- [7] Sze, Simon M., Yiming Li, and Kwok K. Ng. *Physics of semiconductor devices*. John Wiley & Sons, 2021.
- [8] H. Giannetta, Estudio de materiales y procesos MEMS para la implementación de un microsensar sintonizable en la banda infrarroja, Tesis Doctoral UTN - (09, 2017).

Capítulo 7

7.1 Conclusiones y trabajo futuro

A continuación se mencionan las conclusiones, como resultado del desarrollo del presente proyecto:

- Se diseñaron y fabricaron microdispositivos calefactores y sensores de temperatura mediante procesos de microfabricación. Para ello se usaron las técnicas físicas en fase vapor de sputtering para crecimiento de películas delgadas, las de fotolitografía y las de *lift-off*.
- Se estudiaron y caracterizaron los materiales de los microcalefactores y microsensores de temperatura. Para ello se realizaron crecimientos de películas delgadas de nicromo y de óxido de vanadio sobre portaobjetos de vidrio. Se midieron sus resistividad por cuadrado, TCR y espesores obtenidos durante el proceso de fabricación.
- Se caracterizaron los microcalefactores de nicromo desde temperatura ambiente hasta 60 °C. Se lograron cambios de temperatura de hasta 40 °C con una potencia aplicada de 450 mW, sin presentar degradación en el rango ensayado. Este resultado demuestra que el material seleccionado es adecuado para implementar el método calorimétrico en la medición del flujo.
- Se logró desarrollar microsensores de temperatura de óxido de vanadio, material no convencional en RTDs, para ser implementado en aplicaciones de microfluídica, los cuales presentan adecuada sensibilidad y tiempo de respuesta.
- Se caracterizaron los microsensores entre 25 °C y 60 °C, alcanzando un TCR del orden de -4100 ppm/°C, con un comportamiento lineal. En el rango de -10 °C y 120 °C se obtuvo una respuesta exponencial, como era de esperar al ser el óxido de vanadio un material semiconductor.
- Se integraron los dispositivos calefactor y sensores de temperatura en un chip de microfluídica mediante la aplicación de técnicas de fotolitografía blanda. Se fabricaron los microcanales que conectan ambos dispositivos, logrando fabricar un chip completo de sensor de flujo para aplicaciones de microfluídica.
- Se desarrolló un banco de medición para microfluídica compuesto de tres módulos: módulo de alimentación del microcalefactor, módulo de adquisición de datos y módulo de inyección de fluido. Para el módulo de alimentación se diseñó e implementó una fuente de corriente variable entre 64 μ A a 6 mA.

- Se realizaron caracterizaciones térmicas en forma dinámica de los sensores de temperatura. Las mismas arrojaron una constante de tiempo de aproximadamente 90 segundos. Esto indica que es necesario evaluar los sensores de flujo con caudales menores a los utilizados en este proyecto final integrador.
- Como resultado del presente proyecto se publicó un paper con referato en la IEEE Xplore: "Vanadium Oxide Thin Film Temperature Microsensor," M. B. Kramar, F. Rota, L. Patrone, A. Lozano and L. Malatto, Argentine Conference on Electronics (CAE), Buenos Aires, Argentina, 2025, pp. 72-76, doi: 10.1109/CAE64243.2025.10962048.

7.2 Trabajo futuro

Teniendo en cuenta los estudios y resultados obtenidos durante el desarrollo del presente proyecto final integrador, se proponen como trabajos futuros:

- Optimizar el diseño de nuevos dispositivos microcalefactores y microsensores variando la distancia entre los mismos.
- Evaluar el comportamiento del microsensor de flujo utilizando una película de pasivado sobre los microdispositivos, estudiando su sensibilidad, estabilidad y repetibilidad.
- Analizar el envejecimiento y deriva del microsensor de temperatura frente a un *annealing* térmico y un pasivado.
- Mejorar el banco de ensayo de microfluídica, en cuanto al largo de las mangueras, buscando optimizar los tiempos de aplicación del fluido al chip de microfluídica.

ANEXOS

Anexo I

Método de medición de resistividad de películas delgadas

Correcciones por medición de 4 puntas

Para la medición de resistividad sobre los portaobjetos completos, mediante el método de 4 puntas explicado en Capítulo 5, se deben considerar las siguientes ecuaciones:

$$\rho_{teórico} = \frac{\pi}{\ln 2} F \frac{V}{I} t \quad (\text{Ec. A1})$$

$$\rho_{\square \text{ medido}} = \frac{\pi}{\ln 2} \frac{V}{I} \quad (\text{Ec. A2})$$

En donde

ρ = Resistividad por cuadrado a medir (Ω/\square).

V = Voltaje medido (Volts).

I = Corriente aplicada a la muestra (Amperes).

t = Espesor de la muestra (μm).

$\frac{\pi}{\ln 2}$ = Factor geométrico para una superficie infinitamente grande y de espesor mucho menor a la distancia (s) entre dos puntas colineales. Equivalente al valor 4,53.

F = Factor de corrección para aplicar debido a la forma finita y rectangular de la muestra.

Los parámetros s , b y a , corresponden al espaciado entre dos puntas contiguas, el ancho y el largo respectivamente, de la muestra a medir. Para las mediciones realizadas en el presente proyecto debemos considerar que $t \ll \frac{s}{2}$, ya que el espaciado entre las puntas es de 1 mm frente a un espesor de décimas de micrón.

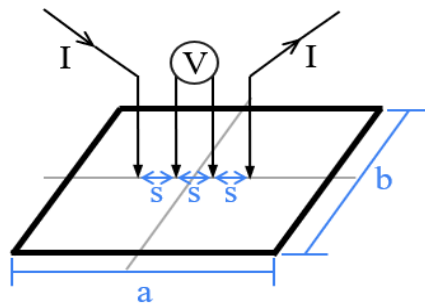


Fig. A1. Esquema de medición con método de 4 puntas colineales sobre muestra con geometría rectangular.

Los valores de la función de corrección F se encuentran tabulados en la Tabla A1, de acuerdo a las relaciones entre los parámetros s , a y b de la muestra a medir. El valor de a siempre será mayor al de b .

Para la medición de resistividad por cuadrado, se tuvo en cuenta la constante del factor geométrico $\frac{\pi}{\ln 2}$ y se aplicó en la configuración del sistema de caracterización Keithley SCS - 4200.

Tabla A1. Valores típicos de factor F para muestras con geometría rectangular según parámetros de b/s y a/b .

$\frac{b}{s}$	$\frac{a}{b} = 1$	$\frac{a}{b} = 2$	$\frac{a}{b} = 3$	$\frac{a}{b} \geq 4$
1			0,2204	0,2205
1,25			0,2751	0,2751
1,5		0,3263	0,3286	0,3286
1,75		0,3794	0,3803	0,3803
2		0,4292	0,4297	0,4297
2,5		0,5192	0,5194	0,5194
3	0,5422	0,5957	0,5958	0,5958
4	0,6870	0,7115	0,7115	0,7115
5	0,7744	0,7887	0,7888	0,7888
7,5	0,8846	0,8905	0,8905	0,8905
10	0,9313	0,9345	0,9345	0,9345
15	0,9682	0,9696	0,9696	0,9696
20	0,9822	0,9830	0,9830	0,9830
40	0,9955	0,9957	0,9957	0,9957
∞	1	1	1	1

Debido a que las relaciones geométricas de nuestra muestra no se encuentran en la Tabla A1, se utilizó el gráfico de la Fig. A2 [1], lo cual nos permitió obtener un factor de corrección de forma precisa.

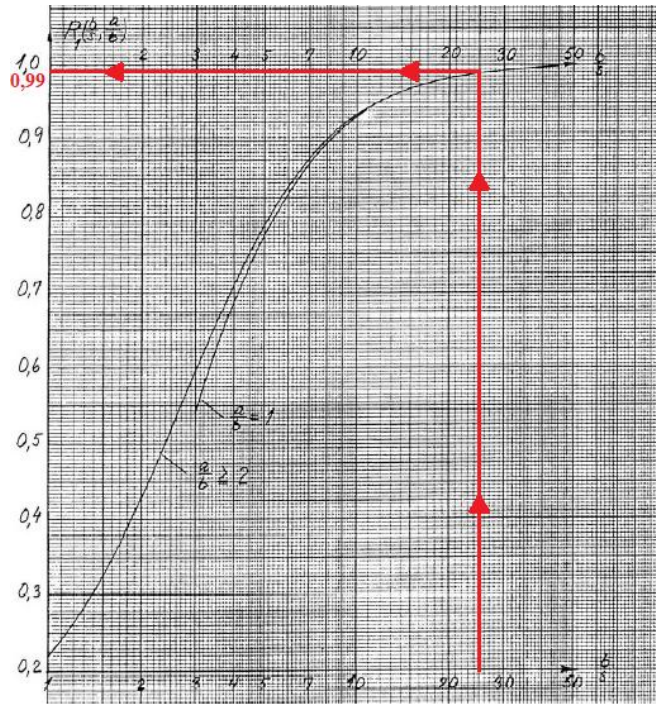


Fig. A2. Gráfico de F que permite obtener valores de corrección no tabulados en Tabla 3.4.

Para las muestras de portaobjetos en que se depositó en la totalidad del portaobjetos de 76,2 mm por 25,4 mm, el valor de F hallado es de 0,99, por lo cual el factor de corrección por dimensiones geométricas es de valor aproximadamente unitario.

[1] Haldor Topsoe Semiconductor Division, *Geometric Factors in four point resistivity measurement. Bulletin No. 472-13 (1966). 2nd Revision (1968).*

Anexo II

Máscaras para fotolitografía

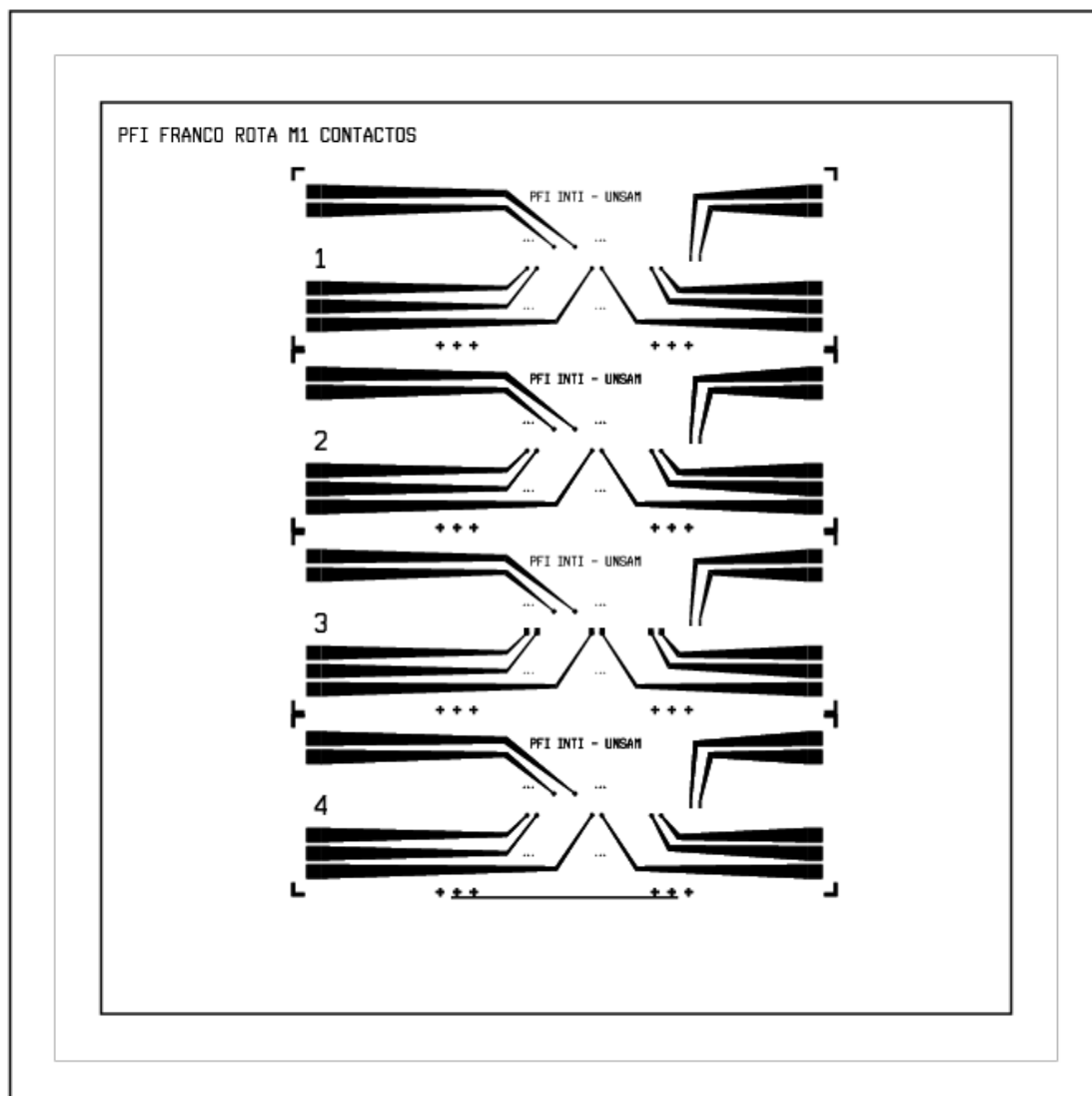


Fig. A3. Máscara de contactos de aluminio.

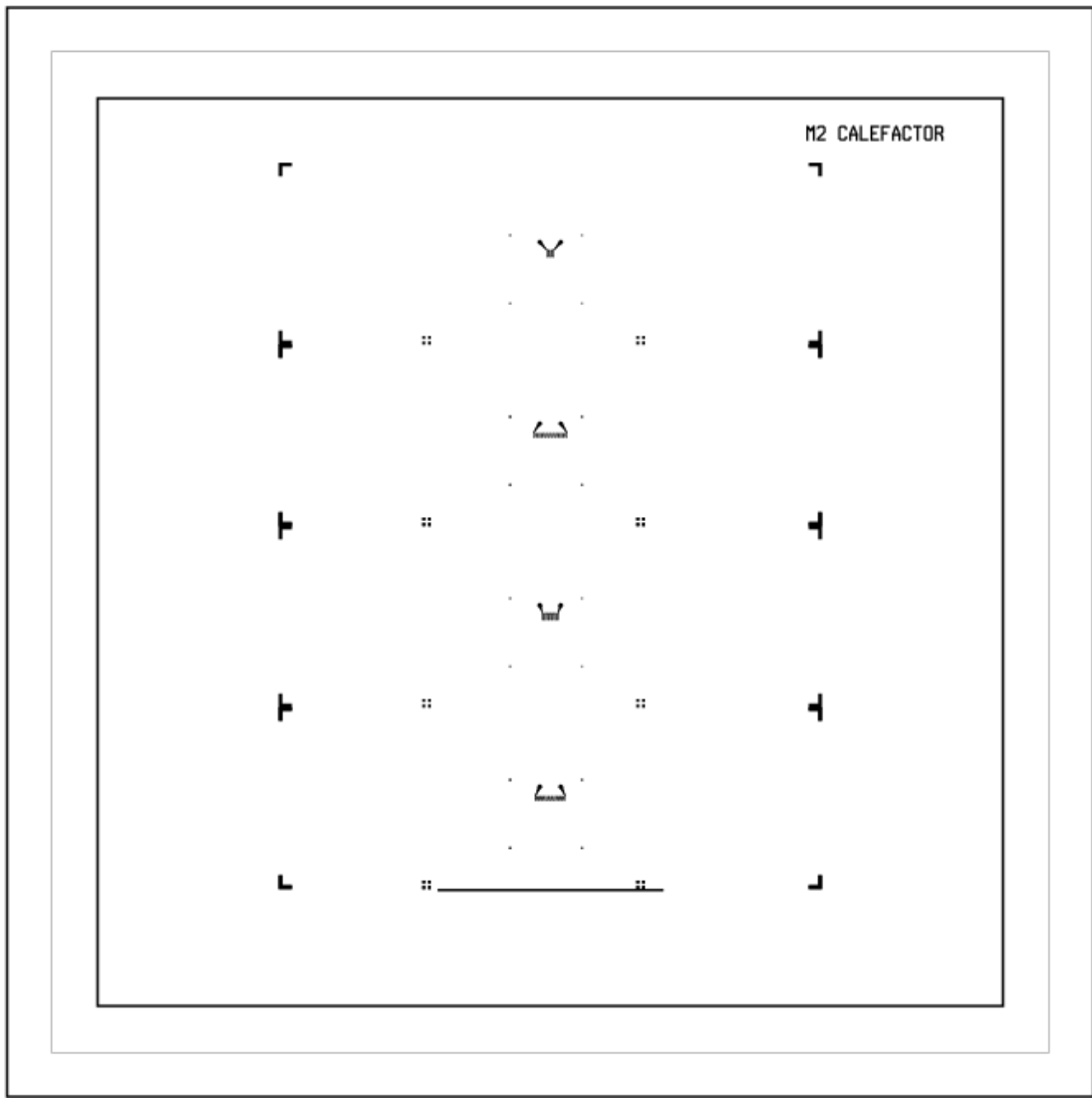


Fig. A4. Máscara de microcalefactores.

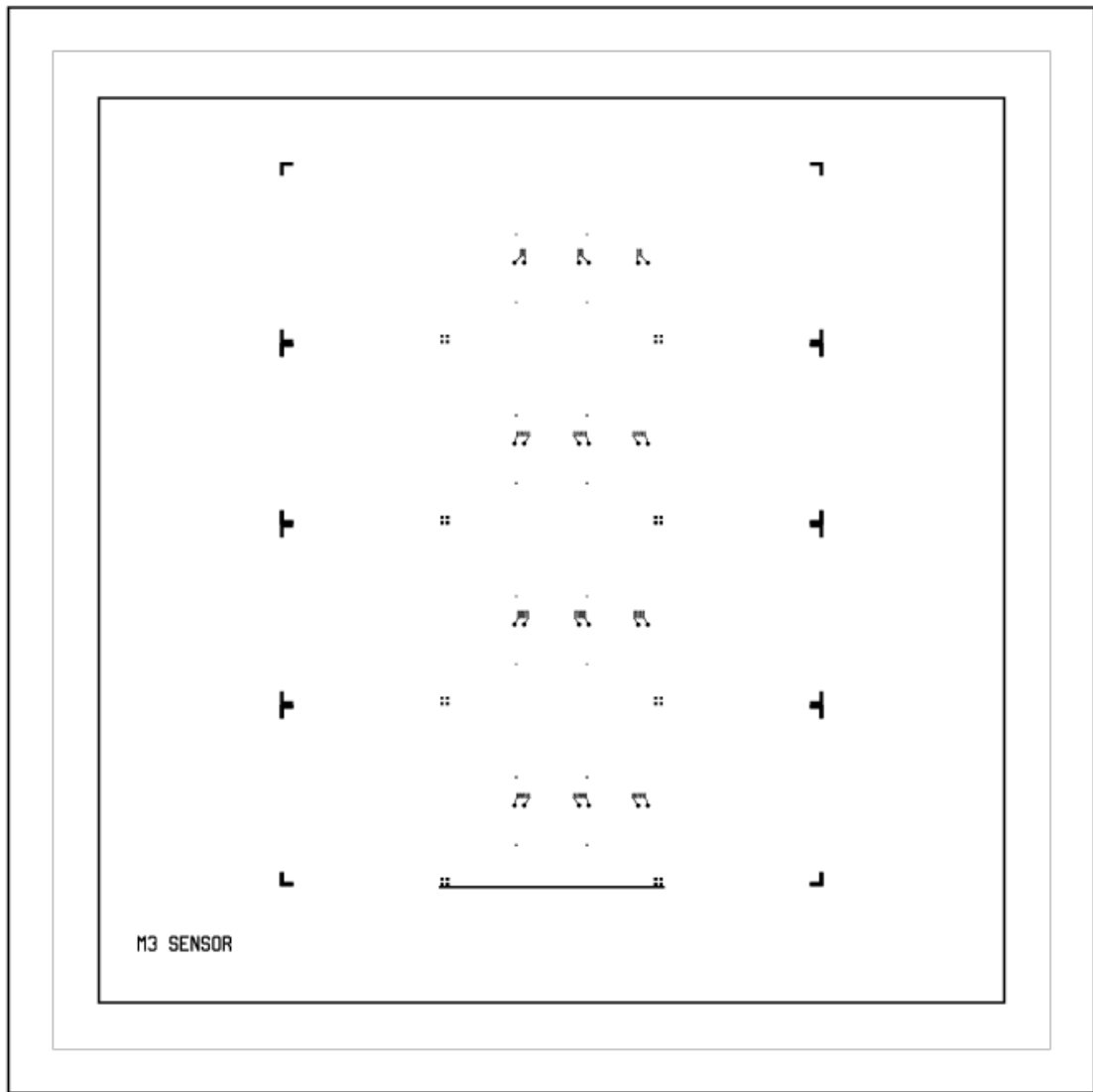


Fig. A5. Máscara de microsensores de temperatura.

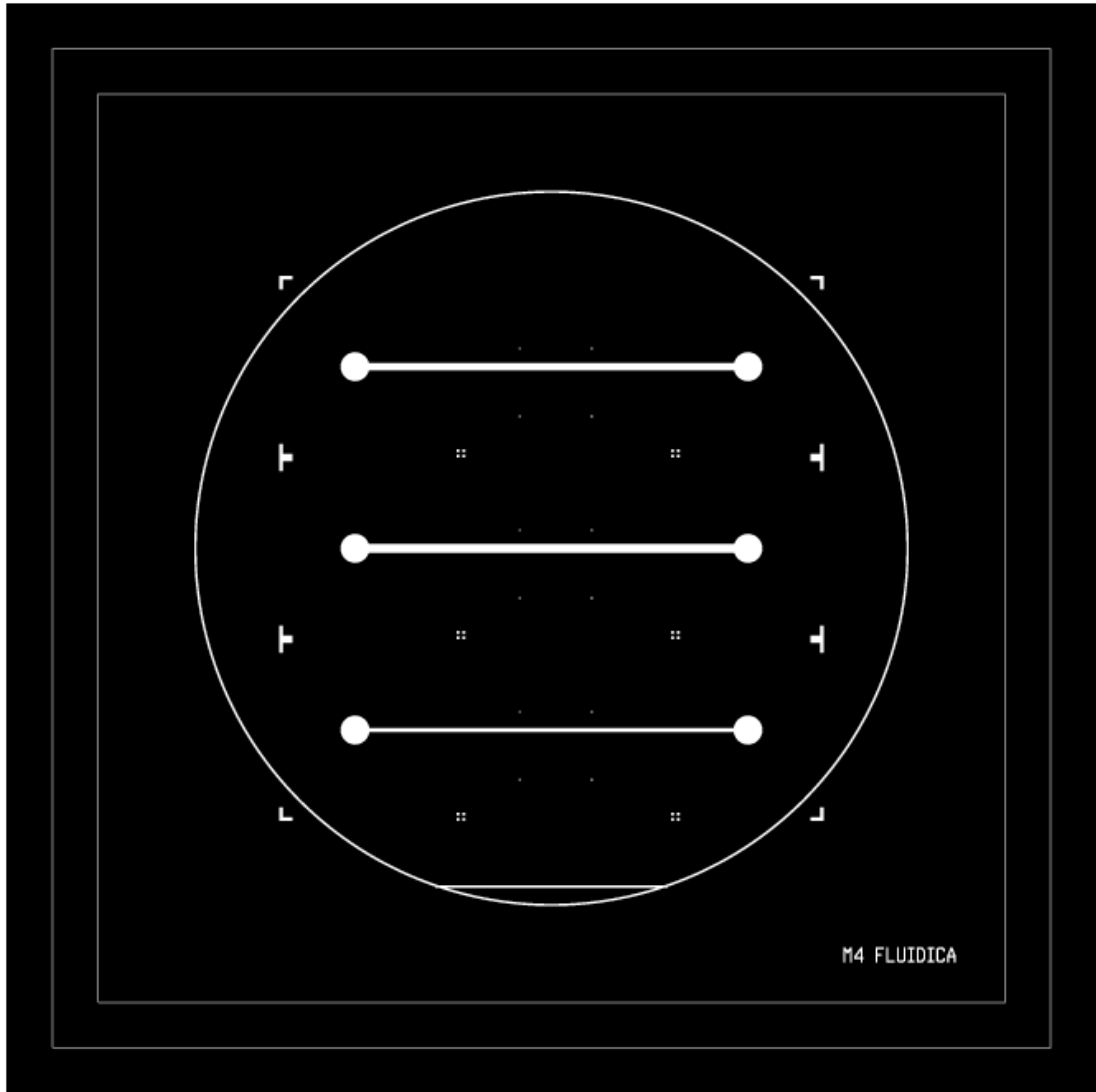


Fig. A6. Máscara de microcanales.

Anexo III

Preparación de molde de SU-8

La fotorresina se deposita mediante la técnica de *spin coating*. Se utilizan 2 rampas y velocidades para lograr el espesor deseado (100 μm) El primer ciclo se utiliza para esparcir la fotorresina debido a la alta viscosidad de la misma, con una rampa de 100 rpm/s hasta 500 rpm, manteniendo durante 10 s. El segundo ciclo se emplea para alcanzar el espesor deseado de la película, con una rampa de 300 rpm/s hasta 3000 rpm, manteniendo durante 30 s. Luego de que la fotorresina ha sido aplicada sobre la oblea se debe realizar un secado “pre-bake” a la fotorresina.

De acuerdo a las especificaciones de la fotorresina, el *pre-bake* recomendado debe realizarse en dos pasos: el primero aplicando temperatura de 75 °C durante 10 minutos y un segundo aplicando 110 °C durante 30 minutos.

Se tuvo en cuenta que un calentamiento o enfriamiento demasiado rápido podría producir grietas. Por otra parte, se verificó la consistencia de la fotorresina para evitar que la oblea se pegará a la máscara.

Anexo IV

Proceso de litografía blanda (PDMS) para fabricación de microcanales

El molde de SU-8 fabricado se colocó dentro de una cámara de vacío durante 10 minutos para evitar que se formen burbujas al momento de verter el PDMS. También se colocó junto al molde un vidrio portaobjetos con una gota de agente desmoldante.

Se procedió con la elaboración del PDMS al mezclar dos componentes dentro de un mismo recipiente: el polímero base y el agente de curado, en proporciones de 10:1 respectivamente (40 gramos: 4 gramos).

Una vez colocados ambos componentes en un mismo recipiente, se mezclan intentando minimizar la formación de burbujas, hasta que quede una solución homogénea y se vierten sobre el molde de SU-8. Luego se cierra la cámara de vacío hasta quitar todas las burbujas posibles de la mezcla. A medida que se aplica vacío para desgasificar la solución se observa expansión de la misma. Este proceso demora aproximadamente 30 minutos.

Una vez removidas la mayor cantidad posible de burbujas de la mezcla de PDMS vertida sobre el molde de SU-8, se procedió a colocar la muestra en un horno a 80°C durante 3 horas para realizar el curado. Las bandejas del horno deben estar niveladas correctamente para evitar alteraciones en el espesor del PDMS. Este proceso le confiere al PDMS líquido una consistencia más sólida y a su vez elástica, para que retenga la forma del molde sobre el cual fue vertido.

Anexo V

Diagrama de Gantt

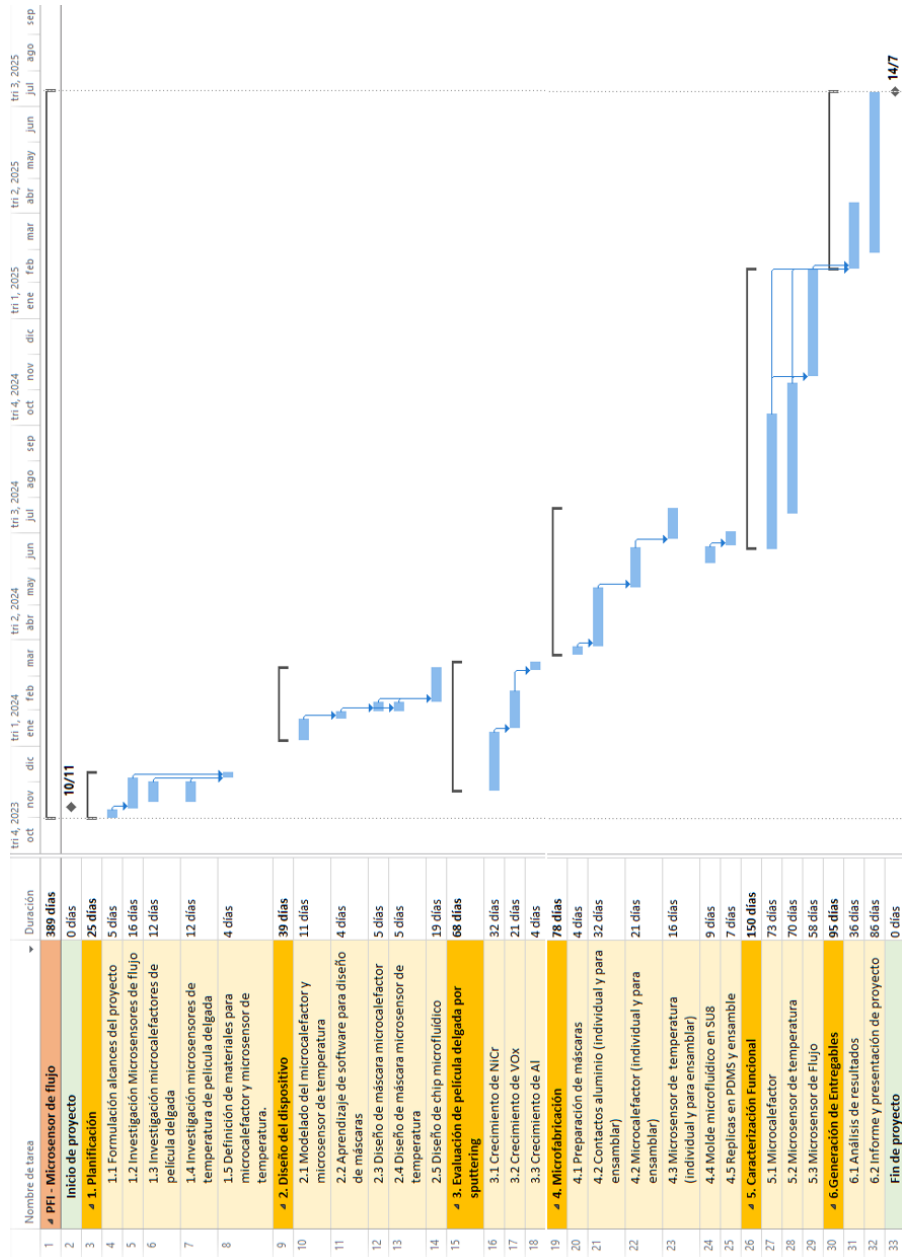


Fig. A7. Diagrama de Gantt del proyecto.

Anexo VI

Publicación

Como resultado del presente proyecto final integrador se publicó el siguiente paper adjunto con referato en IEEE Xplore. *Esta es la versión aceptada del trabajo publicado en <https://ieeexplore.ieee.org/document/10962048>.*

Vanadium Oxide Thin Film Temperature Microsensor

María Belén Kramar^{1*}, Franco Rota², Luciano Patrone¹, Alex Lozano^{1,3}, and Laura Malatto¹

¹ Dirección Técnica de Micro y Nano Tecnologías, Instituto Nacional de Tecnología Industrial (INTI), Buenos Aires, Argentina. *mkramar@inti.gob.ar

² Universidad Nacional de General San Martín (UNSAM), Buenos Aires, Argentina

³ Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional Buenos Aires (UTN FRBA), Buenos Aires, Argentina

Abstract— Vanadium oxides are known for their thermal properties, such as high temperature coefficient of resistance (TCR). This article presents the development of a low-cost and easy-to-fabricate temperature microsensor, specially designed to be integrated into microfluidic channels, although it can be used in multiple applications. It consists of a thin film of vanadium oxide as a resistive sensor on glass substrates. Two meander-shaped geometries with an area less than 1,5 mm² were designed and microfabricated. A steady-state and dynamic thermal characterization was performed to determine its specifications. The sensors demonstrated linear behaviour and an average TCR of 4055 ppm/°C was obtained for a temperature range of 20 to 75 °C.

Keywords— microfabrication, sputtering thin film, resistive temperature microsensor, temperature coefficient of resistance (TCR), vanadium oxide.

I. INTRODUCTION

Temperature is one of the most important magnitudes. Its unit, the kelvin, is one of the seven base units of the International System of Units [1] and can be measured by another temperature-dependent physical quantity.

Thermal sensors are not only used for the analysis of thermal behaviour. They can also be used to measure nonthermal properties like flow velocity [2], radiant heat [3], acceleration [4], heat flux [5], thermal diffusivity [6], etc.

In addition, thin film thermal sensors have some advantages: i) small elements, ii) wide range of temperature, iii) low consumption of materials, iv) the possibility of making custom sensors for specific applications, v) high productivity of already existing equipment and technology for the semiconductor industry, among others.

Nowadays, vanadium oxides are widely used as thermistor material. They have several crystalline phases and some of them show metal-to-insulator phase transitions. This multiplicity of options adds more steps to the fabrication process, making it complex and, therefore, difficult to reproduce. For films grown using the magnetron sputtering technique, this generally means that the deposition of the films must be done while heating the substrates or that post-deposition thermal annealing is needed [6] - [10].

In this work, a thin film thermal microsensor is presented based on the variation of electrical resistance. This sensor will be used to measure temperature in microfluidic systems. Due to

that, both design and manufacturing have to be compatible with the common microfluidic chip fabrication processes and their materials. In this case, the fabrication was carried out at room temperature and without additional thermal treatments, yet still achieving the necessary specifications for the aforementioned application. The design, fabrication, and materials, as simple and inexpensive as possible, will be detailed in sections II and III.

Section IV presents the characterization and results. As the microsensor will be used to measure liquid water temperature, a range of 0 to 100 °C would be sufficient. Considering that the devices will likely to be used for biological applications, the operating range would be narrower. The dynamic response is of particular interest for future applications in flow measurements.

II. DESIGN

The substrates chosen were 25-mm-wide and 75-mm-long soda-lime glass slides because of their high electrical resistivity (3981 $\Omega \cdot \text{m}$ at 300 °C) and their very low cost. Moreover, they are easy to integrate into microfluidic devices, and their shape is compatible with most laboratory equipment. One disadvantage of this material is its susceptibility to surface degradation in case of long-term exposition to moisture due to its high percentage of Na₂O. Alkali ions such as sodium can easily move out from glass even at a temperature below the glass transition. This phenomenon can form an interface between the glass and thin film and can also alter the mechanical or electrical properties of the film [11],[12]. Additionally, soda-lime glass has a deviation from flatness of 2 $\mu\text{m}/\text{mm}$ [13] which is high compared to other common substrates such as silicon wafers. In this case, they are

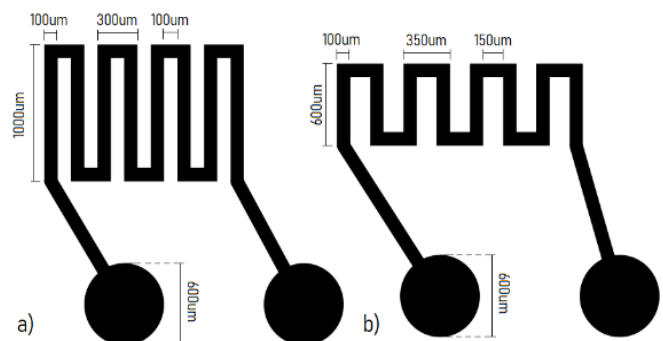


Fig. 1. Mask design for (a) S1 and (b) S2 sensors.

considered flat enough because of the dimensions of the designs presented below.

As thin film resistor material, a vanadium oxide (VO_x) was chosen because of its high electrical resistivity and temperature coefficient of resistance (TCR). Vanadium oxides have multiple possible stoichiometries and crystalline phases which will grow under different process conditions. Because of that, the properties of the material will vary depending on the fabrication technique and its conditions.

Two meander-shaped geometries (S1 and S2) were proposed for the sensors, and they are shown in Fig. 1. The whole designs measure approximately 2 mm long and 2 mm wide. The meanders were designed to fit below microchannels with widths from 600 to 1200 μm .

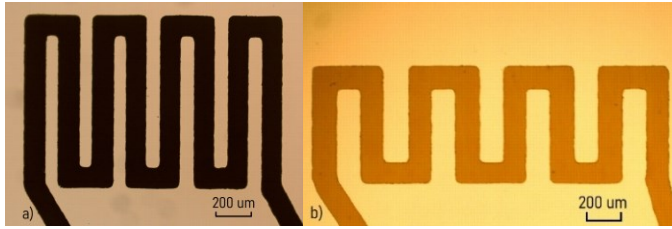


Fig. 2. Microscope images of (a) S1 and (b) S2 meanders.

III. MICROFABRICATION

The substrates were cleaned in a piranha solution (98 wt % H_2SO_4 and 30 wt % H_2O_2 , volume ratio of 2:1 for 10 minutes, at room temperature). After that, they were rinsed in deionized water and dried with nitrogen. Then a photolithography process was performed. A photoresist (TI 35E, MicroChemicals GmbH) 4 μm thick layer was coated with a spin coating system (Delta 20 BM, BLE Laboratory Equipment GmbH). After that, the substrates were soft-baked and exposed to 365 nm UV light with a mask aligner (EVG 620, EV Group).

Then a reversal bake was performed to cross-link the exposed areas making them insoluble to the developer. The coated substrates were exposed for the second time without a mask (flood exposure) and the last step was the development.

The VO_x thin film was deposited using a magnetron sputtering system (Auto 500, Boc Edwards) with a vanadium dioxide (VO_2 , 99.9 % purity, Métaux Céramiques Systèmes Engineering) target. The deposition was performed with the following conditions: 200 W of RF power, 2.7×10^{-3} mbar of working pressure, 9 sccm of Ar, 3 sccm of O_2 , 60 minutes of deposition time, and a substrate temperature below 50 $^\circ\text{C}$.

The lift-off was performed in an ultrasonic bath using acetone for two minutes leaving the film as patterned (Fig. 2).

IV. CHARACTERIZATION AND RESULTS

The thickness of the films was characterized with a stylus surface profiler (DektakXT, Bruker Corp.). As it is shown in the measurement of Fig. 3, a 280 nm film was deposited on the substrates.

For thermal evaluation, a temperature calibrator (TC-400, Tek Know Technology) was used. A multimeter (8845, Fluke Corp.) and a switch system (7001, Keithley Instruments) were

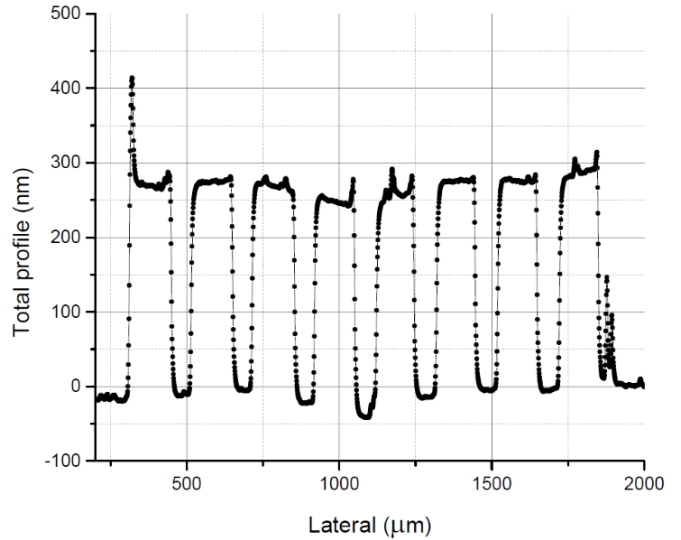


Fig. 3. Thin film step height measurement on top of the meander design of S1.

connected to the sensors to measure them by a four-lead method. A program in LabVIEW software was used to register the values. A diagram of the characterization set-up is shown in Fig. 4.

For the steady-state characterization, averages of the measured electrical resistances (R) for both designs at different temperatures in the range of interest (from 20 to 75 $^\circ\text{C}$) are shown in Fig. 5. The results indicate that the resistance is linearly proportional to the temperature. In addition, Fig. 6 shows the changes in the resistance of the S1 device by increasing the temperature. All measured points were made after 30 minutes to allow the system to reach a thermal steady state. In addition, the sensors were tested with the same procedure but for a broader range of temperature (from -10 to 120 $^\circ\text{C}$), as shown in Fig. 7. It is observed that the curve fits slightly better with an exponential equation than with a linear one. This behaviour was expected due to the semiconductor characteristics of the vanadium oxide [14], and it is prone to increase with a

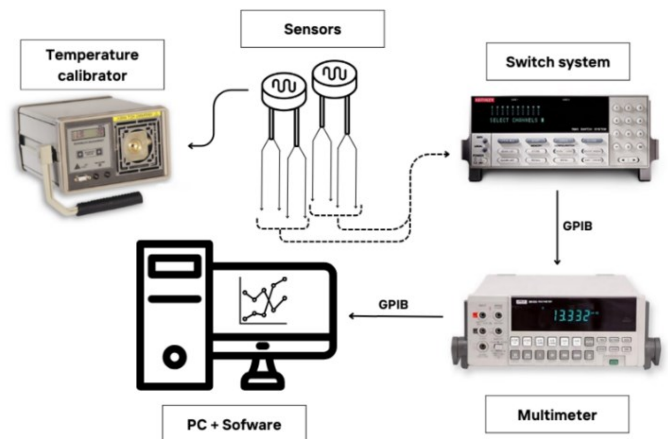


Fig. 4. Set-up for sensors characterization.

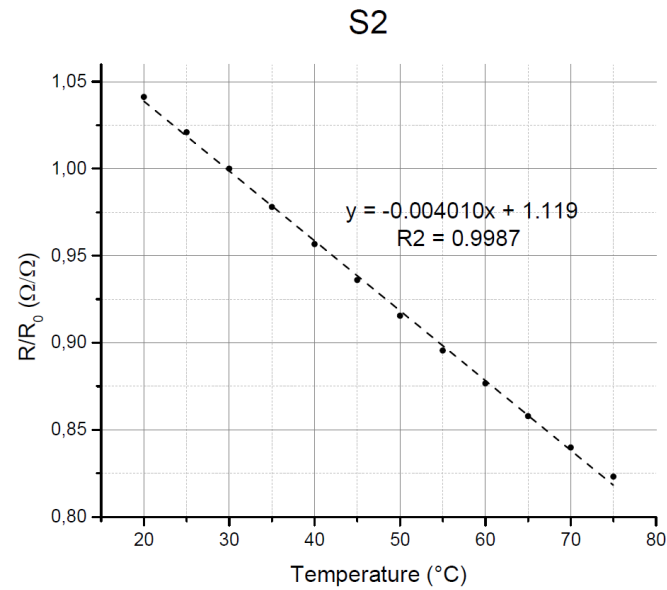
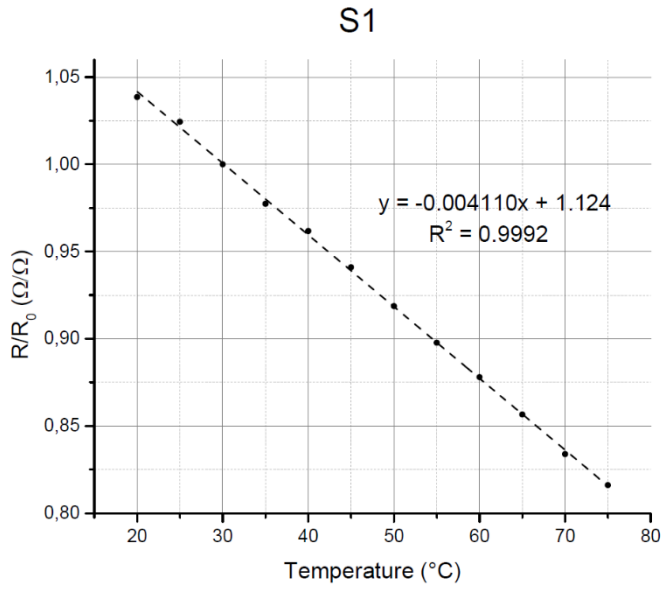


Fig. 5. Steady-state fitting curves for S1 and S2 sensor designs.

further increase of the temperature range. This must be considered for applications requiring higher or lower temperatures.

TCR is defined with (1). When the film is thicker than a few hundred angstroms it can be assumed that dR/dT is independent of temperature. Because of that, (2) can be used instead, where R_0 is the resistance at 30 °C (T_0) and R_n is the resistance at some other temperature (T_n). With the results of these experiments TCR was calculated in ppm/°C for both designs and it is shown in Table I. This property depends on the material structure, composition, and thickness of the film, so it is almost the same for both designs. In contrast, there is a difference in the resistance at ambient temperature. The S1 design has a higher resistance because of its meander length. This implies a higher output signal, which results in enhanced sensitivity.

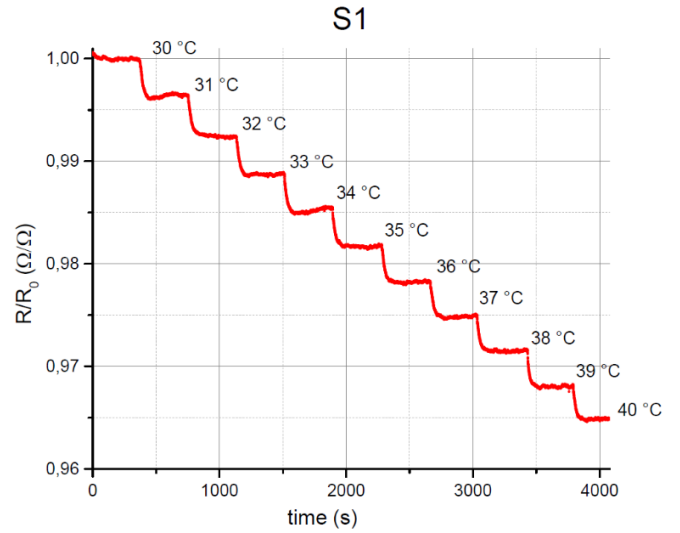


Fig. 6. Changes in relative resistance of S1 sensor by increasing 1 °C (from 30 to 40 °C) versus time.

$$TCR = \frac{1}{R} \frac{dR}{dT} \quad (1)$$

$$TCR \approx \frac{(R_n - R_0)}{R_0 (T_n - T_0)} \quad (2)$$

TABLE I. ELECTRICAL PROPERTIES OF THE FABRICATED SENSORS

Sensor	R@25 °C (kΩ)	TCR (ppm/°C)
S1	77.2	-4110
S2	72.2	-4010

The TCR values resulted to be lower than others specified in previous works from other authors. For example, in [15] -7 %/°C

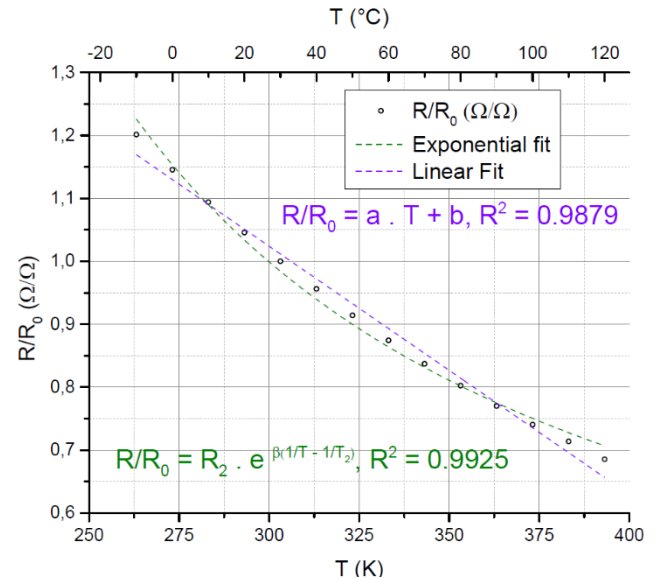


Fig. 7. Steady-state fitting curves for S2 with different equations for a wider range of temperature (from -10 to 120 °C).

TCR is reported for a VO₂(B) thin film deposited via magnetron sputtering. Intrinsic structure optimization of the resistive material (e.g., crystal morphology) leads to an improved TCR. One way to achieve this is by adjusting the thin film deposition parameters. Another way is adding post-deposition thermal annealing to obtain a different stoichiometric ratio or crystalline phase.

In this work, the resistance curves showed a good linearity for the specified temperature range. Also, the film growth was made with no need of heating the substrates so the film can be structured via lift-off, which is simpler and cheaper than an etching process.

In addition, the same experiment was carried out cooling down the sensors. The curves are shown in Fig. 8 for S2. The difference between the points at the same temperature varies from 0.06 to 0.2 %. These curves indicate that this difference increases with the temperature although they are very similar.

For the dynamic performance characterization, the step response of the devices was studied to characterize its sensing velocity. First, the sensors were left in air at room temperature

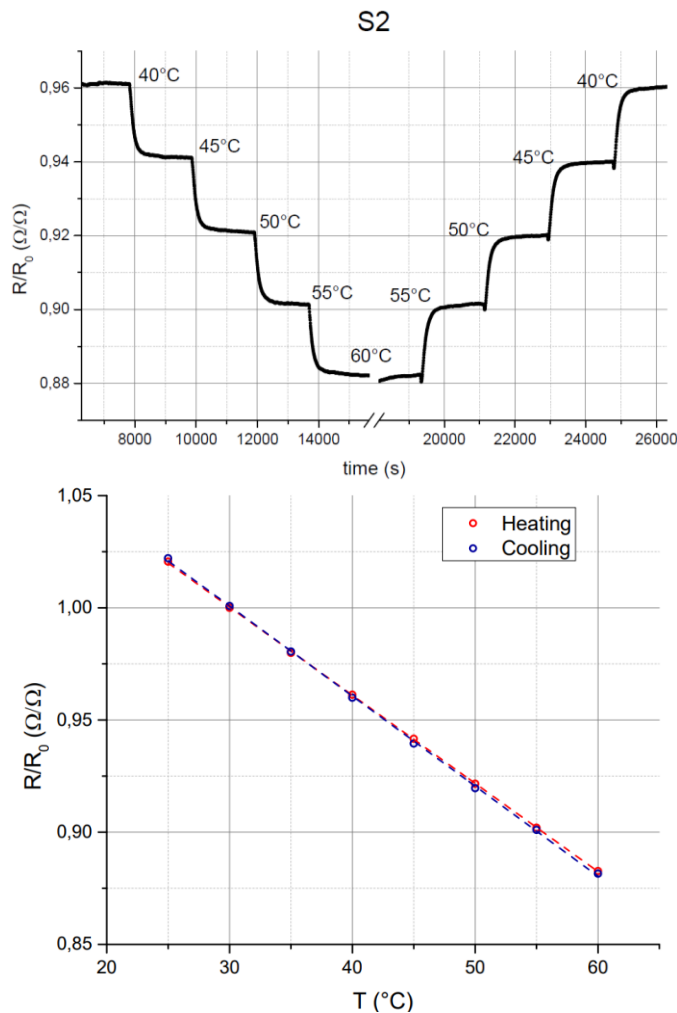


Fig. 8. Thermal characterization of S2 sensor from 40 to 60 °C. (a) Variation of resistance, by increasing (left) and decreasing (right) the temperature 5 °C each time. (b) Average resistance for different temperatures for heating and cooling processes.

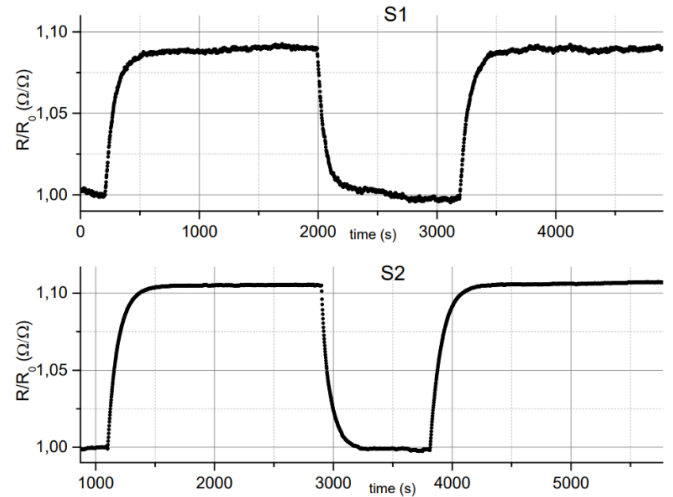


Fig. 9. Relative resistance variations for step changes from ambient temperature to 4°C.

until they came to equilibrium. Then, they were placed inside the temperature calibrator at 4 °C. The results of this experiment are presented in Fig. 9 for both sensors.

In Table II the required times for the sensors to change from their initial value to 63.2 % and 95 % of the final resistance are shown. According to international standards [16], as its ratio lies between 3.0 and 3.7 it can be assumed that the sensors exhibit a single exponential response. Hence, the time constant can be considered as the 63.2 % response time. Considering that, the time constants for S1 and S2 are 81 s and 92 s, respectively. These results could be improved by reducing the thermal mass of the sensors using another substrate with higher thermal conductivity. For the intended application, the time constants obtained are acceptable. A summary of the obtained specifications is presented in Table III.

TABLE II. DYNAMIC RESPONSE CHARACTERIZATION PARAMETERS

Sensor	63.2 % response time (s)	95 % response time (s)	Ratio of 95 % to 63.2 % response time
S1	81	284	3.53
S2	92	282	3.05

TABLE III. SENSORS SPECIFICATIONS

	S1	S2
Temperature range	20 to 75 °C	20 to 75 °C
Nominal R – T characteristic	$R = m T + b$	$R = m T + b$
m	-0.04110 Ω/°C	-0.04010 Ω/°C
b	1.124 Ω	1.119 Ω
R@25 °C	77.2 kΩ	72.2 kΩ
TCR	-4110 ppm/°C	-4010 ppm/°C
Time constant	81 s	92 s

V. CONCLUSIONS

Vanadium oxide thin film temperature microsensors were designed and microfabricated without thermal post-processing. A steady-state and dynamic characterization was performed.

A linear response was observed for the temperature range of interest (from 20 to 75°C). A TCR from -4010 to -4110 ppm/°C and an average electrical resistance of 75 kΩ were obtained. The dynamic response yielded a time constant of 81 to 92 s. These results are very promising for the intended applications, like sensor integration in microfluidic devices.

For a wider range of temperatures, an exponential response should be considered. Given that the results were satisfactory, a miniaturized version or the use of other substrates, such as borosilicate glass or silicon, could be considered for more restricted applications.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors would like to thank to the Dpto. de Desempeño Mecánico de Productos and Dpto. de Seguridad de Productos Electrónicos of INTI for their contributions. We would also like to express our gratitude to Eliana Mangano and Liliana Fraigi for their collaboration on this project.

REFERENCES

- [1] W. Gopel, J. Hesse, and J. N. Zemel, Eds., *Sensors: a comprehensive survey, Volume 4*. New York: VCH, 1990.
- [2] J. Kim, H. Cho, S. Han, A. Han, and K. Han, "A disposable microfluidic flow sensor with a reusable sensing substrate," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 288, pp. 147-154, 2019.
- [3] Abdel-Rahman M, Zia M, and Alduraibi M, "Temperature-Dependent Resistive Properties of Vanadium Pentoxide/Vanadium Multi-Layer Thin Films for Microbolometer & Antenna-Coupled Microbolometer Applications," *Sensors (Basel)*, vol. 19, no. 6, Mar., pp. 1320-1330, 2019.
- [4] Q. Zhang, X. Liang, W. Bi, X. Pang, and Y. Zhao, "Integrated Amorphous Carbon Film Temperature Sensor with Silicon Accelerometer into MEMS Sensor," *Micromachines*, vol. 15, no. 9, 1144, 2024.
- [5] G. Xu, Y. Huang, B. Dong, Y. Quan, Q. Yin, and J. Chai, "Design and performance evaluation of a novel thin-film heat flux sensor," *Case Studies in Thermal Engineering*, vol. 47, p. 103121, 2023.
- [6] T. Kil, H. Choi, G. Lee, B. Lee, S. Jung, R. Ning, C. Park, S. Ok Won, H. Chang, W. Choi, and S. Baek, "Selective growth and texturing of VO₂(B) thin films for high-temperature microbolometers," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 40, no. 15, May, pp. 5582-5588, 2020.
- [7] Y. Han, I. Choi, H. Kang, J. Park, K. Kim, H. Shin, and S. Moon, "Fabrication of vanadium oxide thin film with high-temperature coefficient of resistance using V₂O₅/V/V₂O₅ multi-layers for uncooled microbolometers," *Thin Solid Films*, vol. 425, no. 1-2, pp. 260-264, 2003.
- [8] H. Lee, D. Wang, T. Kim, D. Jung, T. Kil, K. Lee, H. Choi, S. Baek, E. Yoon, W. Choi, and J. Baik, "Wide-temperature (up to 100 °C) operation of thermostable vanadium oxide based microbolometers with Ti/MgF₂ infrared absorbing layer for long wavelength infrared (LWIR) detection," *Applied Surface Science*, vol. 547, p. 149142, 2021.
- [9] H. Wang, X. Yi, and S. Chen, "Low temperature fabrication of vanadium oxide films for uncooled bolometric detectors," *Infrared Physics & Technology*, vol. 47, no. 3, pp. 273-277, 2006.
- [10] F. Jiang, L. Schaller, M. Ryu, J. Morikawa, S. Ingebrandt, and X. Vu, "Micro-Joule heater and temperature sensor array on a suspended silicon nitride membrane for measurement of in-plane thin film thermal diffusivity," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 362, p. 114635, 2023.
- [11] JT. Fonné, E. Burov, E. Gouillart, S. Grachev, H. Montigaud, and D. Vandembroucq, "Interdiffusion between silica thin films and soda-lime glass substrate during annealing at high temperature," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 102, no. 6, Nov., pp. 3341-3353, 2018.
- [12] J. H. Son, W.-E. Lee, D.-J. Byun, and K. Heo, "Surface defect formation in polyimide film via ion migration from glass substrate," *Polymer Degradation and Stability*, vol. 173, no. Complete, Mar., p. 109079, 2020.
- [13] R. W. Berry, P. M. Hall, and M. T. Harris, *Thin film technology*. New York: Van Nostrand Reinhold Company, 1968.
- [14] D. Wang, J. Bae, H. Choi, S. Baek, S. Woo, D. Park, and W. Choi, "Modification of electrical properties of amorphous vanadium oxide (a-VO_x) thin film thermistor for microbolometer," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 937, p. 168295, 2023.
- [15] S. Chen, J. Lai, J. Dai, H. Ma, H. Wang, and X. Yi, "Characterization of nanostructured VO₂ thin films grown by magnetron controlled sputtering deposition and post annealing method," *Optics Express*, vol. 17, no. 26, Dec., pp. 24153-24161, 2009.
- [16] *Standard specification for thermistor sensors for clinical laboratory temperature measurements*, ASTM Standard E 879 – 01, 2012.