



**INAOE**

**Fabricación de microelectrodos a base de silicio para el registro de señales neuronales extracelulares**

por

**Ing. Adriana Martínez García**

Tesis sometida como requisito parcial para obtener el grado de

**MAESTRA EN CIENCIAS EN LA ESPECIALIDAD EN ELECTRÓNICA**

en el

**Instituto Nacional de Astrofísica, Óptica y Electrónica**

Marzo 2023

Tonantzintla, Puebla

Supervisada por

**Dr. Wilfrido Calleja Arriaga**

Investigador Titular INAOE

**Dra. Daniela Díaz Alonso**

Investigadora y Directora de Ingeniería Eléctrica y Electrónica, CIDESI

©INAOE 2023

Derechos Reservados

El autor otorga al INAOE el permiso de reproducir y distribuir copias de esta tesis en su totalidad o en partes mencionando la fuente.





En la actualidad, con los avances en el estudio de los padecimientos que afectan al ser humano, se conoce que las enfermedades neurodegenerativas impactan en grado variable a un sector importante de la población mundial. Paralelamente, se identifica que los dispositivos de registro de las señales neuronales representan un medio efectivo para realizar estudios avanzados de las enfermedades neurodegenerativas. Un tipo de dispositivo estratégico en este campo son los microelectrodos de registro de las señales eléctricas neuronales, para el análisis de diversos factores degenerativos en el sistema nervioso central y periférico.

En el Laboratorio de Microelectrónica del INAOE, se han fabricado dos generaciones de microelectrodos de silicio con múltiples sitios de registro, fundamentalmente se han utilizando técnicas de grabado húmedo anisotrópico a base de hidróxido de potasio (KOH); sin embargo, esta técnica causa grabado lateral principalmente en la punta de las flechas, ocasionando imprecisiones en cuanto a la definición total de la flecha.

El principal objetivo de este trabajo, es el de proponer una alternativa de fabricación precisa a base de grabado seco (plasma) de muy alta energía, y con ello definir y caracterizar las etapas de fabricación de los micro- electrodos tridimensionales a base de silicio. El diseño recibido, tiene el propósito de cubrir las funciones de microelectrodos comerciales de uso actual en el Departamento de Farmacología del CINVESTAV-IPN. Por lo anterior el diseño contiene diferentes longitudes, de 2 mm a 6 mm con 18 sitios de registro, pistas de interconexión y pads de salida definidas por una capa doble de aluminio/titanio en la superficie de la flecha. Con este diseño a base de 3 niveles de mascarilla con pistas de cromo, se utilizan obleas de silicio de 200 micras de grueso y 3 etapas de fotolitografía.

En la primera etapa del proceso, se crece una capa de óxido aislante de  $0.2 \mu\text{m}$  de grueso. Enseguida se realiza la primera litografía e inmediatamente se depositan las líneas metálicas completas por medio de la técnica de depósito físico en fase vapor (PVD),  $0.5 \mu\text{m}$  de aluminio a una velocidad de  $13 \text{ \AA/s}$  y  $0.3 \mu\text{m}$  de titanio a una velocidad de  $7 \text{ \AA/s}$ , y para obtener la definición precisa de las estructuras metálicas se utilizó la técnica de lift-off.

Para definir el perfil 3D de las flechas a base de grabado seco, en una primera etapa se utiliza la técnica de grabado por plasma de baja energía, para grabar la capa de óxido aislante y así dar paso a la segunda etapa de grabado seco. Por último, se implementó la técnica de grabado profundo en plasma de alta potencia (DRIE) con el proceso Bosch, utilizando diferentes gases como el  $O_2$ ,  $SF_6$ ,  $C_4F_8$  y  $Ar$ , con

---

un flujo de 1 sccm a 70 sccm, durante 160 ciclos para obtener grabados profundos mayores a 120  $\mu\text{m}$  con paredes casi verticales y sin grabado lateral. La resina negativa protectora soporta exitosamente la acción corrosiva del plasma energético, definiéndose así el perfil 3D de los microdispositivos con las pistas de metal. El trabajo futuro consistirá en la liberación completa de los microelectrodos de silicio.

---

## Abstract

---

At present, with the advances in the study of the diseases that affect human, it is known that neurodegenerative diseases have a variable impact on an important sector of the world's population. At the same time, it has been identified that devices for recording neuronal signals represent an effective means for advanced studies of neurodegenerative diseases. One type of strategic device in this field is microelectrodes for recording neuronal electrical signals for the analysis of various degenerative factors in the central and peripheral nervous system.

In the INAOE Microelectronics Laboratory, two generations of silicon microelectrodes with multiple recording sites have been fabricated, mainly using anisotropic wet etching techniques based on potassium hydroxide (KOH); however, this technique causes lateral etching mainly at the tip of the arrows, causing inaccuracies in terms of the total definition of the arrow.

The main objective of this work is to propose a precise manufacturing alternative based on dry etching (plasma) of very high energy, and thus define and characterize the manufacturing steps of three-dimensional micro-electrodes based on silicon. The design received, has the purpose of covering the functions of commercial microelectrodes of current use in the Department of Pharmacology of CINVESTAV-IPN. Therefore, the design contains different lengths, from 2 mm to 6 mm with 18 recording sites, interconnection tracks and output pads defined by a double layer of aluminum/titanium on the surface of the shaft. With this 3-level mask-based design with chrome tracks, 200  $\mu\text{m}$  thick silicon wafers and 3 stages of photolithography are used.

In the first stage of the process, a 0.2  $\mu\text{m}$  thick insulating oxide layer is grown. Then the first lithography is performed and immediately the complete metallic lines are deposited by means of the physical vapor deposition (PVD) technique, 0.5  $\mu\text{m}$  of aluminum at a rate of 13  $\text{\AA}/\text{s}$  and 0.3  $\mu\text{m}$  of titanium at a rate of 7  $\text{\AA}/\text{s}$ , and to obtain the precise definition of the metallic structures the lift-off technique was used.

To define the 3D profile of the arrows based on dry etching, in a first stage, the low-energy plasma etching technique is used to etch the insulating oxide layer and thus give way to the second stage of dry etching. Finally, the high power deep plasma etching (DRIE) technique was implemented with the Bosch process, using different gases such as  $O_2$ ,  $SF_6$ ,  $C_4F_8$  and  $Ar$ , with a flow from 1 sccm to 70 sccm, during 160 cycles to obtain deep etches greater than 120  $\mu\text{m}$  with almost vertical walls and without lateral etching. The protective negative resin successfully withstands the corrosive action of the energetic plasma, thus defining the 3D profile of the microdevices with the metal tracks. Future work

---

will consist of the complete release of the silicon microelectrodes.

---

## Agradecimientos

---

A mis padres, Cecilia y Francisco, por su amor, confianza y apoyo en cada uno de mis sueños. A mis hermanas, Kary y Lady, por escucharme y brindarme su compañía en cada momento. A mis sobrinos, Aide y Diego, por llenar mi vida de alegría y ser mi motivo para siempre ser mejor, y a mi cuñado Alex, por todo su apoyo.

A Carlos, por ser mi soporte en los momentos más difíciles, por su amor y comprensión.

A mis asesores, Dr. Wilfrido Calleja y Dra. Daniela Díaz, por su apoyo, enseñanzas y guía para realizar este trabajo de investigación.

A mis compañeros que se convirtieron en amigos, Abisai, Arely, Maricruz y Rúbén, por sus enseñanzas, paciencia y compañía durante este camino.

Al personal del Laboratorio de Microelectrónica y de LI-MEMS, por su apoyo en cada uno de los procesos de fabricación para realizar este trabajo de investigación.

Al INAOE, que me brindó la oportunidad de crecer profesionalmente.

Al CONACyT por el apoyo económico para realizar mis estudios de maestría.





---

Dedicatoria

---

*A mi familia, por siempre creer en mí ♡.*



<b>Resumen</b>	III
<b>Abstract</b>	v
<b>Agradecimientos</b>	vii
<b>Índice de Tablas</b>	xiii
<b>Índice de Figuras</b>	xvi
<b>1. Introducción</b>	<b>1</b>
1.1. Antecedentes . . . . .	2
1.2. Problemática . . . . .	4
1.3. Justificación . . . . .	4
1.4. Hipótesis . . . . .	5
1.5. Objetivos . . . . .	5
1.5.1. Objetivo General . . . . .	5
1.5.2. Objetivos Particulares . . . . .	5
1.6. Estructura de la Tesis . . . . .	6
<b>2. Fundamentos Teóricos</b>	<b>7</b>
2.1. Sistema Nervioso . . . . .	7
2.1.1. Células Nerviosas . . . . .	8
2.1.1.1. Neuronas . . . . .	9
2.1.1.2. Neuroglías . . . . .	10
2.1.2. Potencial de Acción Nervioso . . . . .	10
2.2. Electrofisiología . . . . .	11
2.2.1. Técnicas de inserción . . . . .	12
2.3. BioMEMS . . . . .	13
2.3.1. Clasificación . . . . .	13
2.3.2. Aplicaciones . . . . .	14
2.4. Microelectrodos . . . . .	16

2.4.1.	Tipos de microelectrodos . . . . .	17
2.4.1.1.	Microelectrodos basados en polímeros . . . . .	17
2.4.1.2.	Microelectrodos planares . . . . .	18
2.4.1.3.	Microalambres . . . . .	18
2.4.1.4.	Microelectrodos de estado sólido basados en silicio . . . . .	19
<b>3.</b>	<b>Proceso de Fabricación</b> . . . . .	<b>22</b>
3.1.	Descripción de las mascarillas . . . . .	22
3.2.	Descripción del proceso de fabricación . . . . .	25
3.2.1.	Preparación de las obleas de silicio . . . . .	25
3.2.1.1.	Óxido de silicio . . . . .	25
3.2.2.	Nivel 1. Capa bimetálica definida por lift-off . . . . .	27
3.2.2.1.	Fotolitografía . . . . .	27
3.2.2.2.	Evaporación de metal . . . . .	29
3.2.2.3.	Eliminación de la resina de sacrificio . . . . .	29
3.2.3.	Caracterización de los materiales . . . . .	30
3.2.3.1.	Aluminio . . . . .	30
3.2.3.2.	Titanio . . . . .	31
3.2.4.	Nivel 2. Micromaquinado de silicio . . . . .	31
3.2.4.1.	Fotolitografía . . . . .	32
3.2.4.2.	Grabado del óxido en plasma . . . . .	32
3.2.4.3.	Grabado profundo en plasma de alta potencia (DRIE) . . . . .	33
<b>4.</b>	<b>Resultados Experimentales</b> . . . . .	<b>38</b>
4.1.	Nivel 1. Capa bimetálica . . . . .	38
4.1.1.	Evaporación de metales . . . . .	40
4.1.2.	Eliminación de la resina de sacrificio . . . . .	43
4.1.3.	Mediciones eléctricas . . . . .	45
4.2.	Nivel 2. Micromaquinado de silicio . . . . .	47
4.2.1.	Fotolitografía . . . . .	47
4.2.2.	Grabado de óxido en microRIE . . . . .	49
4.2.3.	Grabado de silicio en DRIE . . . . .	51
4.2.4.	Resultados del análisis con el SEM . . . . .	54
4.3.	Discusión de los resultados preliminares . . . . .	59
4.3.1.	Grabado húmedo con KOH . . . . .	59
4.3.2.	Lift-Off . . . . .	61
<b>5.</b>	<b>Conclusiones</b> . . . . .	<b>64</b>
5.1.	Trabajo a Futuro . . . . .	65
	<b>Referencias</b> . . . . .	<b>66</b>
<b>A.</b>	<b>Proceso de fabricación</b> . . . . .	<b>70</b>
A.1.	Nivel 1 . . . . .	70
A.2.	Nivel 2 . . . . .	72

---

## Índice de Tablas

---

2.1. Clasificación de las neuroglías. . . . .	10
3.1. Características de las mascarillas. . . . .	23
3.2. Propiedades físicas del aluminio. . . . .	30
3.3. Propiedades físicas del titanio. . . . .	31
3.4. Parámetros utilizados en el proceso Bosch. . . . .	35
3.5. Condiciones de flujo de los gases utilizados en el proceso Bosch. . . . .	36
4.1. Especificaciones de las obleas. . . . .	39
4.2. Caracterización de dimensiones de las estructuras metálicas. . . . .	45
4.3. Resistencia medida en estructuras Cruz-Puente. . . . .	46
4.4. Caracterización de dimensiones después del grabado. . . . .	54
A.1. Condiciones de los parámetros utilizados en el proceso Bosch. . . . .	73
A.2. Condiciones de flujo de los gases utilizados en el proceso Bosch. . . . .	73



---

## Índice de Figuras

---

1.1. Componentes de un microelectrodo para el registro de señales neuronales. . . . .	2
1.2. Imagen SEM de 3 micropuntas. . . . .	3
1.3. Lay-out del microelectrodo con sus 3 niveles de fabricación. . . . .	4
2.1. Estructura del Sistema Nervioso. . . . .	8
2.2. Partes de la neurona. . . . .	9
2.3. Fases del potencial de acción nervioso. . . . .	11
2.4. Técnicas de registro de señales neuronales. . . . .	12
2.5. Áreas de aplicación de los BioMEMS. . . . .	14
2.6. Tipos de sitios de registro. . . . .	17
2.7. Microelectrodos basados en polímeros. . . . .	18
2.8. Microelectrodos planares. . . . .	18
2.9. Microelectrodos de alambre. . . . .	19
2.10. Microelectrodos de estado sólido basados en silicio. . . . .	19
3.1. Lay-out del arreglo de microelectrodos. . . . .	23
3.2. Lay-out completo y estructuras metálicas del nivel 1. . . . .	24
3.3. Lay-out completo y microelectrodo representativo del nivel 2. . . . .	24
3.4. Lay-out completo y arreglo de áreas metálicas expuestas del nivel 3. . . . .	25
3.5. Etapas del proceso de fabricación. . . . .	26
3.6. a) Técnica spin coating. b) Spinner. . . . .	27
3.7. a) Esquema de la exposición de la mascarilla. b) Alineadora. . . . .	28
3.8. a) Diagrama esquemático del sistema microRIE. b) Sistema RIE. . . . .	28
3.9. a) Diagrama esquemático para la evaporación e-beam. b) Evaporadora de Aluminio. . . . .	29
3.10. a) Eliminación de resina de sacrificio. b) Perfiles de cavidades en la fotoresina. . . . .	30
3.11. Estructuras de prueba para películas metálicas (Cruz-Puente). . . . .	31
3.12. a) Grabado seco. b) Grabado húmedo. . . . .	33
3.13. Etapas de grabado del Sistema Bosch. . . . .	34
3.14. a) Sistema DRIE. b) Componentes del sistema DRIE. . . . .	35
4.1. Mascarilla 1. . . . .	39
4.2. Limpieza en microRIE. . . . .	40

---

4.3. Revisión de las estructuras metálicas con pistas de interconexión de 10 $\mu\text{m}$ . . . . .	41
4.4. Depósito del metal con pistas de interconexión de 5 $\mu\text{m}$ de ancho. . . . .	42
4.5. Aspecto general de las pistas metálicas en el fondo de los canales definidos en la resina gruesa. . . . .	42
4.6. Resina eliminada alrededor de las pistas de 10 $\mu\text{m}$ de ancho. . . . .	43
4.7. Resina eliminada alrededor de las pistas de 5 $\mu\text{m}$ de ancho. . . . .	44
4.8. Eliminación correcta de la resina de sacrificio. . . . .	44
4.9. Medición de perfilometría del espesor de la capa bimetálica. . . . .	45
4.10. Posición de las estructuras Cruz-Puente. . . . .	46
4.11. Mascarilla 2. . . . .	47
4.12. Medición de perfilometría del espesor de la resina ma-N 490. . . . .	48
4.13. Litografía para definir el patrón geométrico de las flechas de silicio. Observar que la resina negativa define el área completa de la flecha y protege las pistas de metal. . . . .	48
4.14. Muestras con litografía completa que definen el patrón geométrico 3D de las flechas de silicio. . . . .	49
4.15. Grabado de la película de óxido enmascarante en microRIE. . . . .	50
4.16. Grabado de óxido en el microRIE. . . . .	51
4.17. Medición de perfilometría del espesor del grabado de $\text{SiO}_2$ . . . . .	51
4.18. Grabado de las flechas de silicio (vista superior e inferior). . . . .	52
4.19. Grabado final profundo de silicio en DRIE. . . . .	53
4.20. Espesor de la capa bimetálica. . . . .	53
4.21. Fotografías SEM de diferentes chips. . . . .	55
4.22. Fotografías SEM de la punta. . . . .	56
4.23. Fotografías SEM de la definición flecha-punta. . . . .	57
4.24. Fotografías SEM de diferentes partes de las estructuras metálicas. . . . .	58
4.25. Fotografías SEM del pivote. . . . .	58
4.26. Litografía para grabado del óxido de silicio. . . . .	59
4.27. Grabado de $\text{SiO}_2$ . . . . .	60
4.28. Grabado de Si con KOH. . . . .	60
4.29. Litografía para capa bimetálica. . . . .	61
4.30. Eliminación incompleta de la resina de sacrificio. . . . .	61



# CAPÍTULO 1

---

## Introducción

---

Los Sistemas Microelectromecánicos (MEMS por sus siglas en inglés) son dispositivos a microescala que integran estructuras mecánicas y electrónicas, las cuales funcionan como un sistema de sensado, que incluye al sensor capaz de convertir un tipo de energía en otra y al hardware encargado del procesamiento de la señal; puede incluir un sistema de actuadores, que convierten la energía en algún- tipo de acción [2]. En sus inicios, únicamente se utilizaban en aplicaciones mecánicas, pero con el paso de los años y el avance de las micro-tecnologías, ahora se aplican a diversas áreas como la comunicación, química, biología, medicina y biotecnología, de las cuales resultan los BioMEMS.

Estos sistemas actualmente tienen un fuerte crecimiento debido a que se requiere cada vez más de dispositivos capaces de sensar, analizar, estimular y/o procesar entornos biológicos que contribuyan a mejorar la calidad de vida con un menor costo de fabricación, mejor relación señal-ruido y tiempo de respuesta a través de procedimientos menos invasivos [3].

Por otra parte, los BioMEMS no solo emplean la tecnología electromecánica, sino también la química, óptica, física microfluídica e ingeniería de tejidos [4]. Además, debido a la compatibilidad que debe existir entre el dispositivo y el medio biológico, su fabricación ya no se basa en las técnicas que requieren los MEMS, ahora se combinan con materiales poliméricos y sustancias biológicas; entre las técnicas más utilizadas destacan la fotolitografía, el micromaquinado y la litografía "blanda"(soft-lithography). Estas y otras técnicas más avanzadas dieron la pauta para la fabricación de dispositivos miniaturizados capaces de registrar o estimular las actividades neuronales a nivel extracelular, los microelectrodos [5, 6].

El avance en el desarrollo de los microelectrodos se debe a su amplio uso como herramienta de ayuda para la detección en diversas enfermedades, como la epilepsia, la depresión, la enfermedad de Parkinson, el Alzheimer, la apnea de sueño, la hipertensión, la ceguera, entre otras [7]. Además, de su amplio uso en otras aplicaciones como estimulación de arreglos neuronales, monitorizar en tiempo real tejidos biológicos, administrar fármacos y como biosensores para la detección de enfermedades crónico-degenerativas como la diabetes, cáncer y enfermedades respiratorias [8, 9].

En el presente trabajo, se desarrollan microelectrodos para el registro de señales nerviosas extracelulares (Figura 1.1), que están conformados principalmente por sitios de registro, los cuales para tener una alta fiabilidad en las señales adquiridas deben tener una distancia de separación igual a  $50 \mu\text{m}$ , en los que se

transmiten los potenciales de acción, formando la comunicación neuronal [10]. Estos sitios de registro se conectan a un pad de salida por medio de pistas de metal y, por otro lado, los pads se conectan a un sistema de procesamiento de señales.

En cuanto al diseño de los microelectrodos, además de sus componentes principales, se deben considerar diferentes características eléctricas y tipos de materiales, para su óptimo desarrollo y funcionamiento; en los que destacan un material de soporte para el dispositivo, un metal que permita la adecuada conducción de las señales y que sea compatible con el medio biológico.

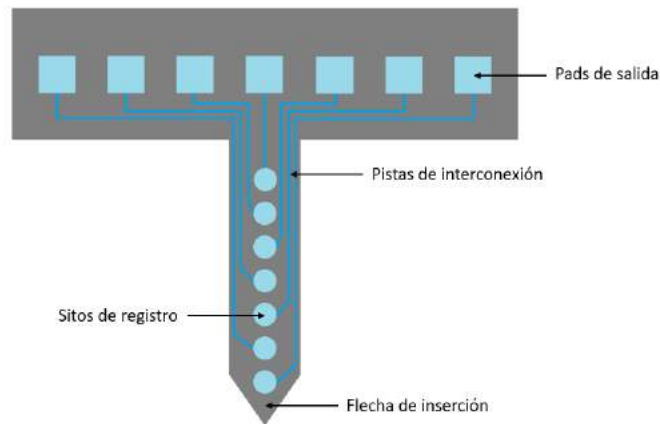


Figura 1.1: Componentes de un microelectrodo para el registro de señales neuronales.

## 1.1. Antecedentes

En el INAOE, en el año 2003 se fabricaron microelectrodos a base de silicio (Figura 1.2), que consisten en flechas obtenidas mediante la técnica de micromaquinado de volumen, a base de hidróxido de potasio (KOH) en solución acuosa, con dimensiones igual a 1.7 mm de largo, 100  $\mu\text{m}$  de ancho y 50  $\mu\text{m}$  de espesor, las cuales terminan en una punta afilada con un ángulo de 30° y paredes sin rugosidades, lo que permite una fácil inserción al tejido biológico de prueba sin dañarlo; en estas flechas se definieron los sitios de registro planos con una área circular de 16  $\mu\text{m}$  de diámetro, siendo la parte sensible donde se registra la señal eléctrica, los cuales por medio de pistas metálicas se conectan a los pads, que son las terminales de salida; estos tres elementos microcomponentes con variantes en geometría y sitios de registro fueron definidos por titanio y recubiertos por un material biocompatible, conformado por diferentes capas de óxido de silicio y nitruro de silicio [1].

Estos microelectrodos a diferencia de los electrodos de metal o las micro-agujas de vidrio se caracterizan por la posibilidad de tener mayor número de sitios de registro en un área pequeña y con una mínima interferencia eléctrica debido a la adecuada distancia entre cada uno de ellos. Sin embargo, el diseño de microelectrodos anteriormente descrito, únicamente proporciona una longitud reducida de flecha con un número limitado de sitios de registro [1]; en comparación, al diseño propuesto en el presente trabajo, que consta de 18 sitios de registro con longitud variable de la flecha, lo que permite una mayor área para la adquisición de señales neuronales en un axón.

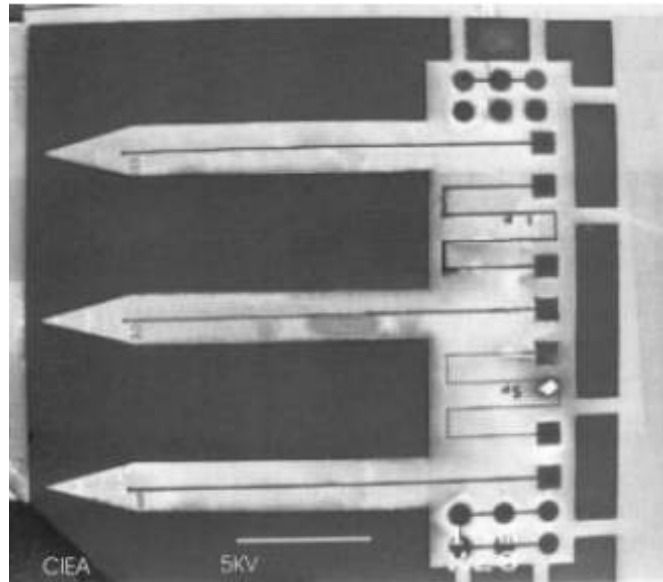


Figura 1.2: Imagen SEM de 3 micropuntas [1].

Posteriormente, en el año 2020 se utilizaron las instalaciones del Laboratorio de Microelectrónica del INAOE para el planteamiento de un nuevo diseño variable para la fabricación de microelectrodos de silicio, en conjunto con el CINVESTAV y el CIDESI de Querétaro. El diseño de estos microelectrodos consta de 3 niveles, que corresponden a los diferentes materiales de fabricación (Figura 1.3); el primero de ellos, es el nivel que define la forma tridimensional de las flechas donde posteriormente se establecen los sitios de registro; el segundo, es el nivel de metalización caracterizado por una capa bimetalica de aluminio y titanio (Al/Ti), el cual define las áreas circulares correspondientes a los sitios de registro con un diámetro igual a  $50 \mu\text{m}$ , las pistas de interconexión con forma rectangular con un ancho de  $5 \mu\text{m}$  o  $10 \mu\text{m}$ , y los pads de salida con una estructura cuadrada con dimensiones de  $100 \mu\text{m}$ ; y el tercero, es el nivel del material de recubrimiento compatible (poliimida) sobre el cual se definen aperturas circulares para los sitios de registro y cuadradas para los pads, con áreas efectivas igual a  $30 \mu\text{m}$  y  $80 \mu\text{m}$ , respectivamente [11].

Sin embargo, la fabricación de estos microelectrodos no logró desarrollarse y solo se comprobaron teóricamente las características mecánicas de la punta al momento de una inserción al nervio, así como las características eléctricas de los materiales a utilizar.

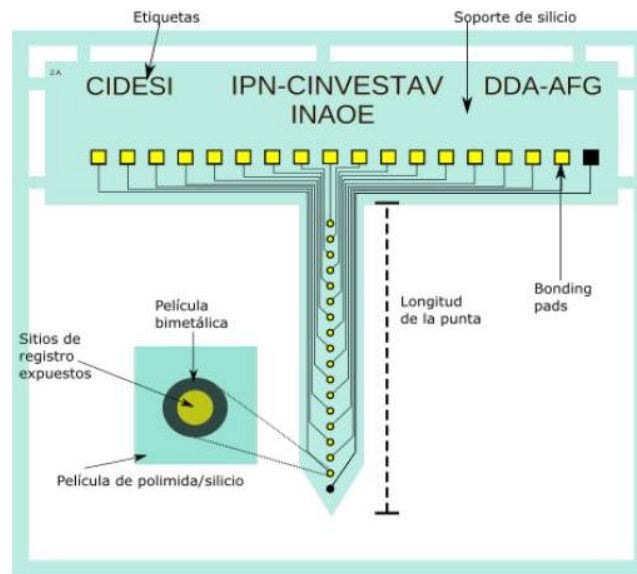


Figura 1.3: Lay-out del microelectrodo con sus 3 niveles de fabricación.

## 1.2. Problemática

El uso efectivo de microelectrodos para el registro de señales neuronales brinda una herramienta de ayuda para el diagnóstico de algunas enfermedades neurodegenerativas y debido a su versatilidad, crece la necesidad de desarrollar nuevos procesos de fabricación que permitan ampliar y favorecer sus características. Por otro lado, se tiene acceso a microelectrodos comerciales, sin embargo, estos cuentan con un costo elevado y en general cada fabricante presenta un prototipo específico con usos limitados, por lo que la opción de utilizar estos dispositivos para experimentos en fisiología, no cubren los requisitos necesarios.

Por lo anterior, se busca diseñar y fabricar microelectrodos con un alto porcentaje de reproducibilidad, funcionalidad a largo plazo y costos de producción reducidos. La elección de los materiales y las especificaciones en cada una de las etapas de fabricación condicionan el uso de los dispositivos; además, es necesario cubrir las características eléctricas y geométricas para cumplir con los propósitos requeridos por el grupo de investigadores pertenecientes al Departamento de Farmacología del CINVESTAV.

## 1.3. Justificación

El avance de las enfermedades neurodegenerativas, las cuales se caracterizan por la pérdida progresiva de las neuronas en el cerebro y/o sistema nervioso periférico, va en aumento en Latinoamérica; actualmente, se identifican más de 100 tipos y afectan en su mayoría a las personas de más de 60 años. La principal y más común es el Alzheimer, representando dos tercios de casos de demencia, en México se calcula que existe un millón de personas afectadas por esta enfermedad y para el año 2050 se prevé que el total de casos mundialmente se triplique; la segunda más común, es el Parkinson, la cual afecta a más de 10 millones de personas en el mundo, duplicándose en los próximos 10 o 20 años. [12, 13].

De manera que el desarrollo de dispositivos BioMEMS, en conjunto con nuevas técnicas de fabricación, brindan la posibilidad de obtener y mejorar microelectrodos de registro de señales neuronales a un bajo

costo de producción, sin perder su confiabilidad y funcionalidad. Esto resulta de gran ayuda para el área de investigación en biología y medicina; y sobre todo para tener una herramienta que guíe al neurofisiólogo a la detección de enfermedades neurodegenerativas.

## 1.4. Hipótesis

Debido a la necesidad de nuevas variantes de dispositivos que contribuyan en los estudios que realizan los fisiólogos, se proponen un conjunto de condiciones tecnológicas disponibles en el INAOE para la fabricación de microelectrodos de registro de señales neuronales a base de silicio con un amplio espectro de características con tecnología nacional, versatilidad y de bajo costo.

## 1.5. Objetivos

Este trabajo de investigación se enfoca en los siguientes objetivos.

### 1.5.1. Objetivo General

Sentar las bases para la fabricación de microelectrodos tridimensionales a base de silicio, con amplio espectro de aplicaciones, que contempla variedad en longitudes de los electrodos y número de sitios de registro, líneas de interconexión y pads de salida definidos por una capa bimetálica de Al/Ti y protegidos por un material biocompatible (poliimida); además caracterizar las etapas de fabricación de dichos dispositivos.

### 1.5.2. Objetivos Particulares

1. Determinar el proceso de fabricación, sus etapas y los materiales a utilizar.
2. Revisar y rediseñar de acuerdo con los propósitos de este trabajo, las mascarillas de los tres diferentes niveles que corresponden a las diferentes etapas del proceso de fabricación.
3. Definir los patrones metálicos con una capa de titanio sobre una de aluminio, por medio de la técnica Lift-Off.
4. Definir la estructura tridimensional del microelectrodo, utilizando la técnica de micromaquinado de volúmen, en el sistema de plasma con alta energía (DRIE), para un grabado anisotrópico profundo y rápido del silicio.
5. Proteger al microelectrodo con poliimida y obtener las aperturas del área efectiva de los sitios de registro y pads de salida por medio de la técnica de grabado seco en el sistema de grabado por plasma de baja energía ( $\mu$ RIE).
6. Caracterizar las etapas del proceso y los dispositivos mediante pruebas eléctricas.

## 1.6. Estructura de la Tesis

El presente trabajo de tesis consta de cinco capítulos, que a continuación se describen.

En el primer Capítulo, se plantea brevemente el tema principal de este proyecto de tesis y se revisan los trabajos relacionados. Además, se menciona el problema, los motivos y objetivos a desarrollar.

En el Capítulo 2, se da una breve introducción a la fisiología del sistema nervioso y las células nerviosas, se mencionan los diferentes métodos electrofisiológicos para el estudio de las neuronas y las técnicas de inserción para su estudio. Por otra parte, se mencionan las ventajas de los dispositivos BioMEMS, su clasificación y áreas de aplicación. Además, se presentan las principales características de los microelectrodos, los tipos de sitios de registro y de los microelectrodos, dependiendo el material para su clasificación.

En el Capítulo 3, se describe el diseño y proceso de fabricación, las diferentes etapas que lo componen y el equipo utilizado; dicho proceso está conformado por el nivel 1 que corresponde a la capa bimetálica, el nivel 2 que define la estructura tridimensional del microelectrodo y el nivel 3 de la capa biocompatible.

En el Capítulo 4, se presenta el desarrollo experimental y se muestran los resultados obtenidos en cada una de las etapas del proceso de fabricación, descrito en el capítulo 3; así como de las pruebas eléctricas.

En el Capítulo 5, se presentan las conclusiones de este trabajo considerando los problemas tecnológicos y resultados obtenidos. Finalmente se presenta una sección de trabajo por desarrollar.

---

## Fundamentos Teóricos

---

Este capítulo presenta una breve introducción al sistema nervioso, mencionando las partes en las que se divide y sus características, así como la definición, clasificación y características de las células que lo conforman. Además, se describen las fases que componen a un potencial de acción.

Posteriormente, se define que es la electrofisiología, los métodos de estudio y las diferentes técnicas de inserción para registrar la actividad neuronal.

Por otra parte, se menciona que son los BioMEMS, su clasificación y las cinco diferentes aplicaciones en las que se pueden implementar dichos sistemas.

Por último, se indica la definición, funcionalidad y principales características de los microelectrodos. Se mencionan brevemente los inicios de fabricación de estos dispositivos y las diferentes geometrías de los sitios de registro. Además, se describen los diferentes tipos de microelectrodos, donde se menciona el tipo de material para su fabricación, ventajas y desventajas.

### 2.1. Sistema Nervioso

Este sistema consiste en el 3 % del peso corporal total, caracterizado por una red compleja y organizada de miles de millones de células nerviosas, las neuronas y las células de la glía. Sus funciones básicas se clasifican en 3; *sensitiva*, también llamada aferente, detecta los estímulos internos y externos, esta información se transporta por medio de las células sensitivas o aferentes hacia el sistema nervioso central; *integradora*, que procesa la información sensitiva para conservar parte de esta y efectuar respuestas a través de las interneuronas; y la *motora*, o eferente, que después de integrar la información sensorial, generan respuestas encargadas de contraer los músculos esqueléticos del cuerpo y la musculatura lisa de las vísceras, además, de secretar sustancias químicas activas por medio de las glándulas exocrinas y endocrinas en varias zonas del organismo [14, 15].

Por otro lado, el sistema nervioso se divide en dos partes y cada una consta de diferentes estructuras y funciones, que a continuación se describen [14, 16, 17].

1. *Sistema Nervioso Central (SNC)*. Esta sección del sistema nervioso está conformada por el encéfalo

y la médula espinal (Figura 2.1(a)), se encarga de la elaboración y conservación de la información que se recibe, de los pensamientos, recuerdos y emociones. Además, contiene alrededor de 100 mil millones de neuronas, que es la subunidad estructural y funcional de este sistema y alrededor de 5 o 10 veces más de células de la glía, que son las encargadas de dar sostén a las neuronas.

2. *Sistema Nervioso Periférico (SNP)*. Está conformado por 12 pares de nervios craneales que surgen del encéfalo y 31 pares de nervios espinales que surgen de la médula espinal, los ganglios y plexos nerviosos (Figura 2.1(b)). Esta división del sistema nervioso a su vez se divide en *sensitiva* y *motora*; la primera, conduce las señales aferentes de los receptores sensitivos al sistema nervioso central y la segunda, conduce las señales eferentes del sistema nervioso central a los efectores, que son los músculos y las glándulas.

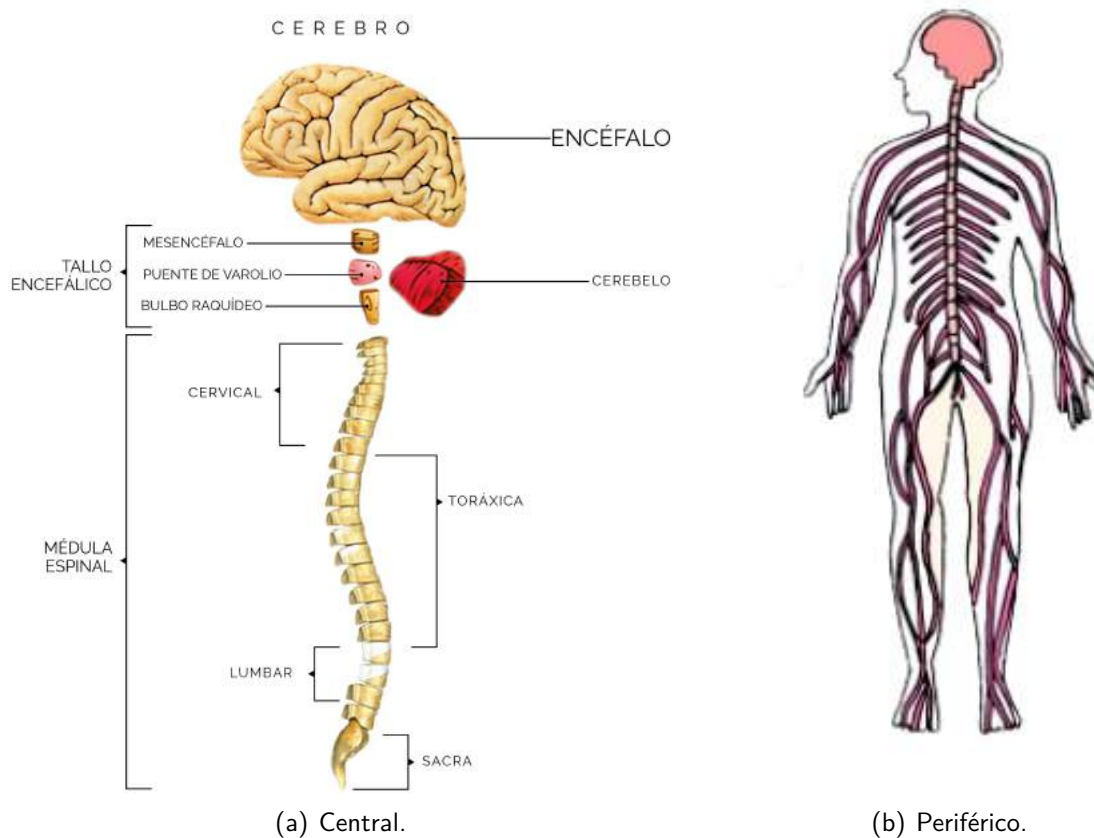


Figura 2.1: Estructura del Sistema Nervioso. Extraído de [18].

### 2.1.1. Células Nerviosas

Como se mencionó anteriormente, el sistema nervioso está constituido por dos tipos de células [14, 17]; las neuronas, capaces de responder a estímulos, producir y conducir los impulsos nerviosos y liberar reguladores químicos, que alcanzan grandes longitudes realizando la mayor parte de las funciones del sistema nervioso, pero no son capaces de dividirse por mitosis. Y las neuroglías, siendo más pequeñas que las neuronas, son las encargadas de nutrirlas y protegerlas; siendo capaces de dividirse por mitosis.



### 2.1.1.1. Neuronas

Este tipo de célula está constituida de 3 partes principales (Figura 2.2): el *cuerpo celular*, esta región contiene el núcleo con un nucleolo muy prominente, el retículo endoplásmico y el aparato de Golgi [19]; el *axón*, que es una prolongación más larga que las dendritas y varía entre 1 mm a 1 m de longitud, además, propaga los impulsos nerviosos ya sea a otra neurona, una fibra muscular o una célula glandular, y las *dendritas*, que son de longitud corta, delgadas y con múltiples ramificaciones, conforman la región receptora o aferente de una neurona, transmitiendo los impulsos electroquímicos hasta el cuerpo celular [14, 17].

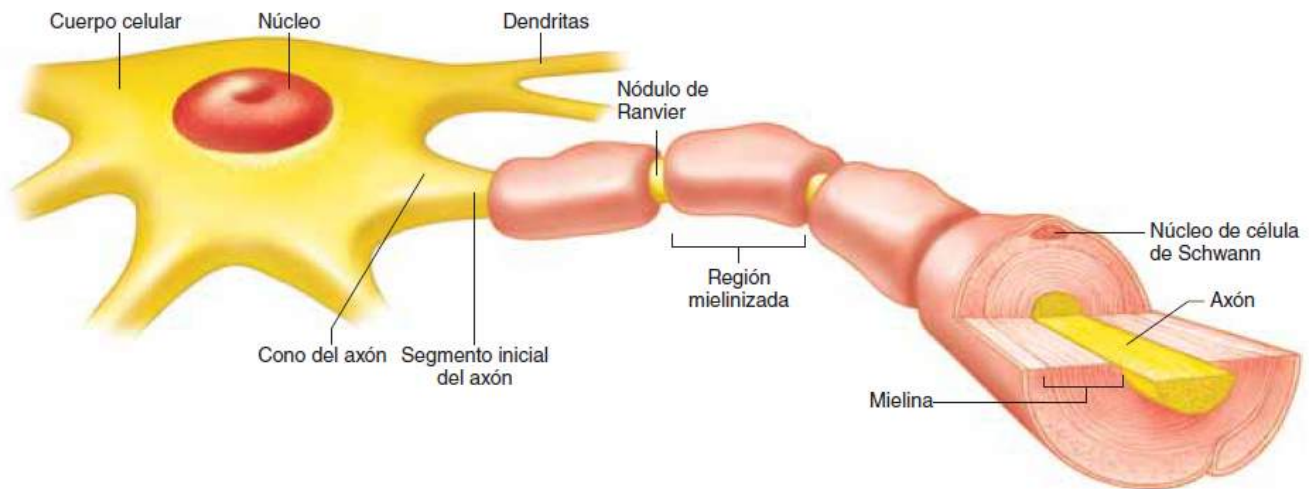


Figura 2.2: Partes de la neurona. Extraído de [17].

Existen 2 tipos de clasificaciones de las neuronas; el primero, depende de las funciones que realizan cada una de ellas y el segundo, depende del tamaño de las ramificaciones de las neuronas [17, 19].

#### 1. Clasificación funcional.

- a) *Sensoriales*. Son las encargadas de conducir los impulsos eléctricos que van desde los receptores al sistema nervioso central, por medio de los nervios craneales o espinales.
- b) *Motoras*. Estas células se encargan de conducir los impulsos eléctricos desde el sistema nervioso central hacia los músculos o glándulas.
- c) *Interneuronas*. Funcionan como la parte integradora entre las células antes mencionadas y se encuentran en el SNC.

#### 2. Clasificación estructural.

- a) *Unipolar*. Este tipo de célula da lugar a un solo proceso originando una sola prolongación larga de dendritas (que recibe impulsos sensoriales) y un axón (que conduce los impulsos nerviosos).
- b) *Bipolar*. En este caso, se producen dos procesos que originan dos diferentes prolongaciones en cada extremo, el periférico y el central, con una dendrita y un axón.
- c) *Multipolar*. Se caracterizan por tener varias dendritas y un axón.

### 2.1.1.2. Neuroglías

Existen de 5 a 50 veces más neuroglías o células de la glía que neuronas, ya que son las encargadas de darles soporte y de guiarlas durante su desarrollo. Este tipo de célula no es capaz de producir o conducir impulsos nerviosos, pero sí de llenar el espacio cuando una neurona muere en caso de lesiones o enfermedades [19].

Por otra parte, las neuroglías se pueden clasificar de acuerdo con el lugar del sistema nervioso en el que se encuentran, en la Tabla 2.1 se detallan los 6 diferentes tipos de células.

Tabla 2.1: Clasificación de las neuroglías.

Tipo de célula	Ubicación	Funciones
Astrocitos	SNC	Cubren capilares del SNC e inducen la barrera hematoencefálica; interactúan metabólicamente con neuronas y modifican el ambiente extracelular de las neuronas.
Microglía	SNC	Fagocitan agentes patógenos y restos celulares en el SNC.
Células endoteliales	SNC	Forman el revestimiento epitelial de cavidades del cerebro (ventrículos) y el conducto central de la médula espinal; cubren penachos de capilares para formar plexos coroides - estructuras que producen el líquido cefalorraquídeo.
Oligodendrocitos	SNC	Forman vainas de mielina alrededor de axones centrales, lo que produce la sustancia blanca del SNC.
Células de Schwann	SNP	También llamadas neurolemocitos, producen las vainas de mielina alrededor de los axones mielinizados del SNP; rodean todos los axones del SNP (mielinizados y amielínicos) para formar una vaina neurilémica o vaina de Schwann.
Células satélites	SNP	Apoyan las funciones de neuronas dentro de ganglios sensitivos y autonómicos; también se llaman gliocitos ganglionares.

### 2.1.2. Potencial de Acción Nervioso

La comunicación entre las neuronas se realiza mediante señales eléctricas como el potencial de acción o también llamado impulso nervioso. Este se caracteriza por la alteración de los canales iónicos en la membrana del axón, provocando cambios de difusión y en el potencial de reposo, hasta llegar a un nivel llamado umbral, debido a los estímulos exteriores.

Con respecto a la membrana celular del axón, esta se mantiene en un estado en reposo, con una diferencia de potencial eléctrico entre su interior y el exterior, es decir, su interior tiene más carga negativa a diferencia del exterior. Los canales de esta membrana se abren y cierran, permitiendo la entrada y salida de los iones, los cuales se mueven desde el área de mayor concentración hacia la de menor concentración; provocando una corriente eléctrica que cambia el potencial de membrana en reposo, y es así como surgen las diferentes fases del potencial de acción nervioso (Figura 2.3), que a continuación se describen [14, 17].

1. *Fase de reposo.* En esta se encuentra la membrana del axón en reposo, sin ningún estímulo que genere un potencial de acción, pero con una diferencia de carga igual a  $-70$  mV, entre el interior y exterior de la membrana.
2. *Fase de despolarización.* Sucede en el momento en que se alcanza el nivel de umbral que es de  $-50$  mV debido al estímulo en el axón, por lo tanto, los canales de Na se abren rápidamente permitiendo el intercambio de iones, es decir, entra Na al interior de la membrana y modifica el potencial de membrana hasta alcanzar un valor de  $30$  mV.
3. *Fase de repolarización.* Los canales de K también se abren cuando se alcanza el nivel de umbral, sin embargo, se abren muy lento, ocasionando que se abran completamente cuando los canales de Na se cierran; por lo tanto, el flujo de iones de K hacia el exterior de la membrana se hace rápidamente después de alcanzar el punto máximo ( $30$  mV), provocando que el potencial de membrana disminuya de nuevo a  $-70$  mV.

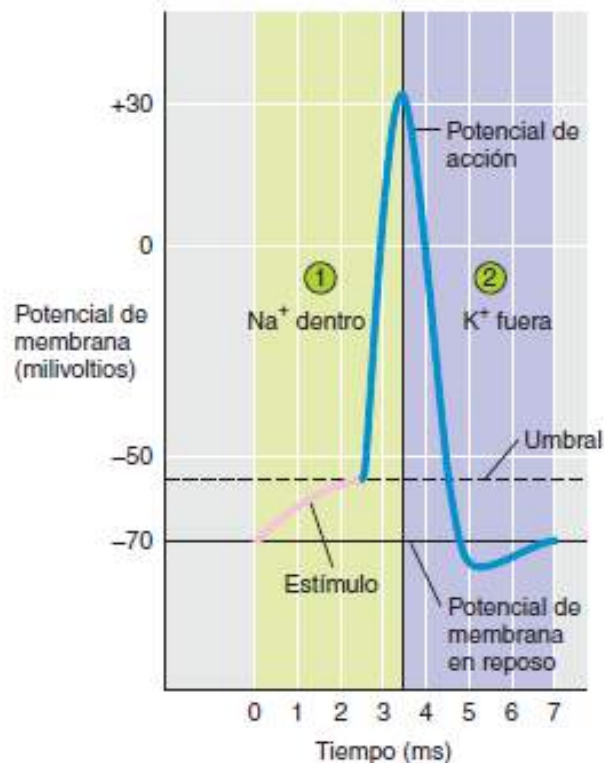


Figura 2.3: Fases del potencial de acción nervioso. Extraído de [17].

## 2.2. Electrofisiología

La electrofisiología neuronal es el área encargada de estudiar los fenómenos eléctricos y fisiológicos de las neuronas, es decir estudia la transferencia y el almacenamiento de información en el cerebro [20].

Existen dos métodos electrofisiológicos para el estudio de las neuronas, los cuales se mencionan a continuación [21, 22].

1. *Estimulación*. El tejido nervioso es eléctricamente excitable, por lo tanto, para su activación es posible aplicar una corriente eléctrica a través de sus membranas. Esto genera un potencial de acción, por lo que la información introducida funciona como control externo.
2. *Registro*. Se puede conocer la función cerebral desde un nivel microscópico, al registrar la actividad neuronal individual o desde un nivel macroscópico al registrar la actividad neuronal en una población de neuronas. Para medir el potencial de acción y registrar dicha actividad neuronal, existen diferentes métodos: registro extracelular, registro intracelular, formación de imágenes ópticas y métodos diseñados para registrar señales de poblaciones neuronales extensas.

### 2.2.1. Técnicas de inserción

El método electrofisiológico de interés para este trabajo de investigación es el registro de actividad neuronal y para este propósito, existen tres diferentes técnicas de registro, las cuales se diferencian por la colocación de los microelectrodos.

A continuación, se describen las tres técnicas de inserción [23].

1. *Técnica de fijación en parche de membrana (patch-clamp)*. Esta es una de las técnicas más utilizadas para estudiar la actividad de canales iónicos para la detección de enfermedades neurológicas. La colocación de los microelectrodos es lo más cerca de la frontera celular formando un sello de alta resistencia con un parche de membrana.
2. *Técnica de campo intracelular*. En esta técnica, el microelectrodo se inserta dentro de la célula de interés, por lo tanto, es un método invasivo y difícil de realizar, además tiene limitaciones para un registro a largo plazo. Es útil en estudios en los que se buscan información acerca del funcionamiento de neuronas individuales o algunas propiedades de la membrana celular.
3. *Técnica de campo extracelular*. Esta técnica se utiliza para estudiar la actividad sináptica de una o varias neuronas y la colocación del microelectrodo es en la frontera de la neurona o en el axón de interés.

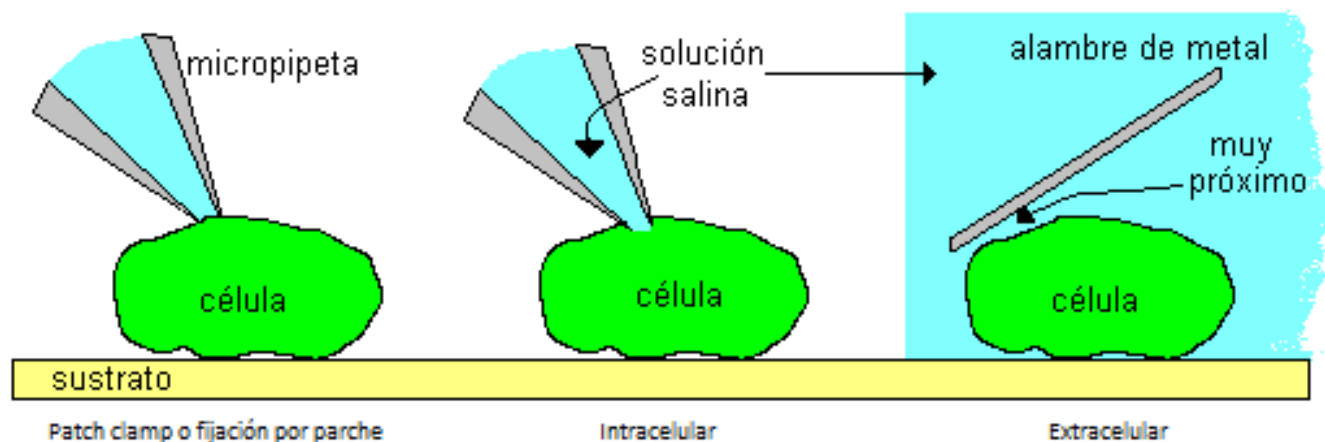


Figura 2.4: Técnicas de registro de señales neuronales. Extraído de [24].

Posteriormente al registro de las señales neuronales, es importante contar con un sistema de amplificación, el cual puede estar incorporado en el prototipo de los microelectrodos o estar de formar externa.

Este sistema se utiliza debido a que las señales neurofisiológicas oscilan en los rangos de amplitud de  $<1 \mu\text{V}$  a pocos mV, es necesario amplificarlas considerando técnicas de aislamiento de ruido eléctrico sin modificar su frecuencia.

## 2.3. BioMEMS

Los BioMEMS son sistemas microelectromecánicos aplicados a la biomedicina que utilizan técnicas de microfabricación evolucionadas de los Sistemas MicroElectroMecánicos (MEMS) y éstas a su vez de los circuitos integrados; esto trae consigo el diseño y fabricación de dispositivos médicos miniaturizados brindando soluciones a los problemas médicos actuales [3].

Las principales ventajas de utilizar las técnicas de microfabricación para los BioMEMS; como el micromaquinado de volumen para formar la estructura tridimensional, la fotolitografía para transferir los patrones o el depósito de capas delgadas de materiales sobre la superficie de la muestra, se mencionan a continuación [6, 25].

1. *Microescala*. Esta ventaja proporciona la posibilidad de fabricar componentes miniaturizados, que de acuerdo con su tamaño tiene múltiples ventajas; es decir, entre más pequeños sean, más rápido reaccionan, consumen menos energía y optimizan el uso de los materiales.
2. *Bajo costo de fabricación y operación*. Estas técnicas permiten la fabricación de componentes miniaturizados en grandes cantidades lo que reduce el costo de producción.
3. *Diseño cuantitativo*. Esto se refiere a que el rendimiento de un dispositivo se puede predecir antes de su fabricación, ya que, para diseñar un dispositivo, primero se estudia el tipo de material, las dimensiones y características que se requieren para su óptima ejecución.

### 2.3.1. Clasificación

Existen 2 tipos de clasificaciones en los BioMEMS, la primera depende del lugar de aplicación y la segunda, de acuerdo con la función de sus componentes.

A continuación, se mencionan los 2 tipos de clasificación de los BioMEMS [26–28].

#### 1. Lugar de aplicación.

- a) *In vivo*. Estos dispositivos se encuentran dentro de un ser vivo de forma invasiva
- b) *In vitro*. Estos dispositivos se encuentran fuera del ser vivo, pero su aplicación práctica consiste en simular las condiciones internas del ser vivo.

#### 2. Función.

- a) *Biosensor*. Es un dispositivo que consiste en un bioreceptor y un transductor; el primero, es un sistema de reconocimiento biológico (anticuerpo, enzimas, células o tejidos) y el segundo, se encarga de medir la interacción del bioreceptor con un agente biológico, para después convertir la información a una medible (óptica, electroquímica, eléctrica).
- b) *Bioactuador*. Estos se utilizan cuando los objetos o entornos biológicos deben ser controlados directamente en su escala, de esta manera se pueden controlar diferentes parámetros en un microsistema complejo.

- c) *Biosistema*. Estos artificios con diversos microcomponentes o piezas ayudan a reducir el costo de producción de instrumentos de análisis en la atención médica y su infraestructura, ya que se reduce la complejidad de realizar análisis de ADN o químicos de larga duración, logrando miniaturizar sistemas biomédicos completos ofreciendo pruebas rápidas de alta calidad.

### 2.3.2. Aplicaciones

El desarrollo y fabricación de los BioMEMS ayuda a mejorar la precisión y exactitud de diferentes dispositivos de análisis en diversas aplicaciones, alta sensibilidad, volumen pequeño, alto rendimientos, viabilidad de fabricación, bajo costo y bajo consumo de energía. Estas aplicaciones se clasifican en 5 principales áreas relacionadas a la biomédica y biología, que son el área de diagnóstico, terapéutico, amplificación y detección de ADN, órganos en un chip y estudios relacionados con la célula [29].

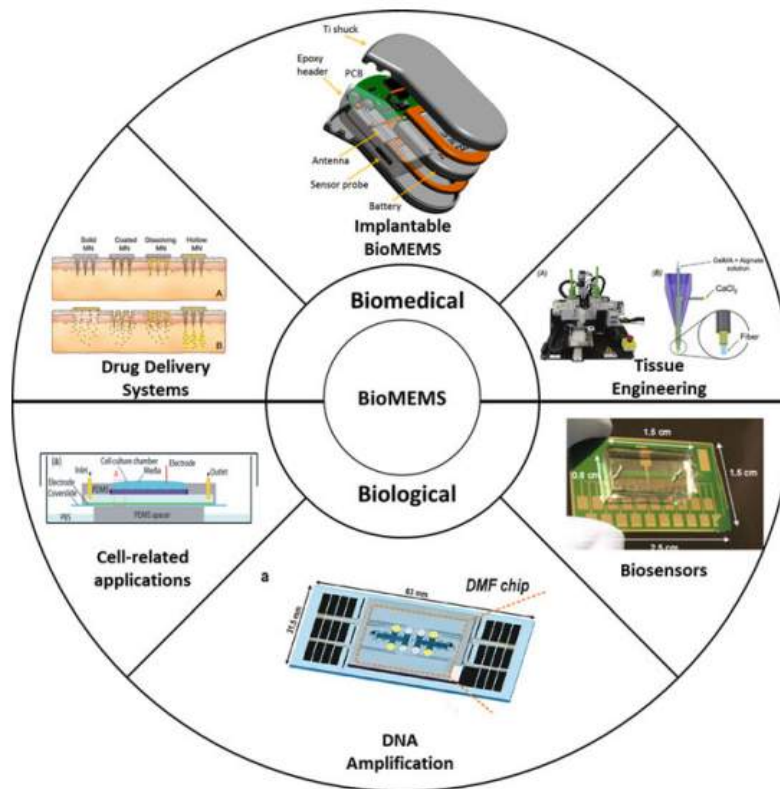


Figura 2.5: Áreas de aplicación de los BioMEMS. Extraído de [29].

A continuación, se mencionan y describen las principales aplicaciones de los BioMEMS en las 5 diferentes áreas anteriormente mencionadas [3, 25, 27, 30, 31].

1. Diagnóstico. Esta área siempre está en constante avance, actualmente se busca el desarrollo de herramientas que sean altamente sensibles y capaces de detectar a tiempo algunas enfermedades. Dentro de esta, también se encuentran los dispositivos que miden parámetros fisiológicos (temperatura, presión, oxigenación en sangre, frecuencia del pulso, etc).

- a) *Lab-on-a-chip*. En estos dispositivos, la importancia radica en fabricar un biochip integrado que sea muy pequeño e incorpore funciones capaces de detectar parámetros clínicamente relevantes, p. e. de la sangre humana.

- b) *Punto de atención*. Con la aplicación de los BioMEMS en herramientas de diagnóstico se cumplen con las necesidades de obtener resultados clínicos inmediatos, ya que son capaces de coleccionar, aislar y funcionalizar dichos análisis en un solo chip.
- c) *Biosensor*. Este tipo de dispositivos capaces de identificar moléculas proteicas y secuencias de nucleótidos permiten cuantificar con precisión la presencia de elementos moleculares en ambientes complejos.
2. *Terapéutico*. Esta área se enfoca principalmente en los fármacos que ayudan a la recuperación del organismo; desde el diagnóstico de la enfermedad, valoración precisa y hasta la administración terapéutica.
- a) *Sistema de administración de medicamentos*. Actualmente existen microdispositivos capaces de liberar fármacos de diferentes dosis ya sea de forma implantada o transdérmica, estos mejoran el tiempo de respuesta y regulan de forma precisa la condición médica; a diferencia del método tradicional (oral e inyección), que liberan inmediatamente el fármaco sin ningún control sobre la velocidad de administración del fármaco.
- b) *Stents*. Estos dispositivos son fabricados con acero inoxidable y algunos son recubiertos de polímeros biodegradables, que funcionan como liberador de fármacos e incluso para aumentar o reducir el tamaño de las arterias. Así mismo para aumentar su grado de biocompatibilidad se recubren con aleaciones de óxido de nitruro de titanio mediante el depósito físico en fase vapor (PVD).
3. *Amplificación y detección de ADN*. Esta aplicación es importante para la detección temprana de enfermedades y analizar grandes cantidades de muestras.
- a) *Microsistemas de análisis total ( $\mu$ -TAS)*. Estos sistemas pueden controlar independiente y eléctricamente el flujo de fluidos en canales micromecanizados para procedimientos complejos de preparación, mezcla y análisis de muestras; así como, para separar iones y moléculas de ADN en menos de 2 minutos.
- b) *Microarreglos de ADN*. Estos chips tienen diferentes aplicaciones, como su uso en almacenar información genómica de una persona, el diagnóstico de enfermedades.
- c) *Reacción en cadena de la polimerasa (PCR) miniaturizada*. Este análisis se encarga de multiplicar in vitro las hebras definidas de ADN en la que se usan moléculas de polimerasa enzimática. Esto permite amplificar una cantidad de ADN para su análisis, y el que sea miniaturizada trae ventajas como su portabilidad, bajo costo y consumo reducido de reactivos.
4. *Órgano en un chip*. Es una tecnología para simular el entorno fisiológico y el funcionamiento de los órganos o tejidos humanos en un chip.
- a) *Bioimpresión en 3D*. Esta es una tecnología utilizada para reemplazar tejidos lesionados o dañados, además ofrece una alta reproducibilidad y un mejor control en el proceso de fabricación. Son basados en biomateriales y utilizan la biotinta, la cual se utiliza para generar la forma, estructura y diseño final del tejido u órgano.
- b) *Ingeniería de tejidos*. Gracias a esta nueva tecnología es posible, restaurar, mantener o mejorar la función de los tejidos humanos.

5. Estudios relacionados con la célula. Esta aplicación es a nivel celular que incorpora desde la manipulación de una célula individual hasta la clasificación, el diagnóstico y la caracterización de células, los cuales ayudan en el tema de salud preventiva y medicina individualizada.
- a) *Clasificación celular.* Es posible clasificar células de acuerdo con las propiedades químicas y físicas con ayuda de los BioMEMS.
  - b) *Cultivo de células.* Este tipo de cultivo permite que las células se adhieran a la superficie de los dispositivos y ayuden a la unión celular para realizar análisis durante un largo periodo de tiempo, como es estudiar el crecimiento y desarrollo de tejidos y embriones.

## 2.4. Microelectrodos

Un microelectrodo es un dispositivo con al menos una de sus dimensiones en el rango de  $\mu\text{m}$ , capaz de estimular o registrar señales neuronales, eliminando o reduciendo aspectos electroquímicos indeseables. Su función es facilitar el contacto directo entre el tejido neural y el sensor eléctrico [22, 32].

Uno de los primeros prototipos de microelectrodos para registrar actividad neuronal en el sistema nervioso central fue reportado en 1982. Posteriormente, en 1986 se fabricó la primera micropunta neuronal con circuitos integrados de lectura en el chip. En 1991, en Michigan se fabricó la primera matriz de estimulación neural activa con sitios de registro de iridio. La primera micropunta neuronal micromecanizada que permitió la administración de fármacos in vivo y permitió el registro y estimulación eléctrica se fabricó en 1994. En 1997 se diseñaron las primeras puntas CMOS en 3D para registrar señales neuronales individuales extracelulares. Y finalmente, en 2008 se fabricó la primera matriz de registro neuronal que utiliza grabado profundo de iones reactivos de alto rendimiento [33].

Las principales características de los microelectrodos son que, debido a su pequeño tamaño, permiten el análisis en volúmenes muy bajos de una muestra; además, fluye a través de sus pistas una corriente y su tiempo de respuesta es rápido. Por otro lado, para obtener una excelente relación señal-ruido, es importante reducir las corrientes de carga capacitivas y la impedancia; y aumentar la velocidad de transporte de masa, esto se obtiene reduciendo las dimensiones de los microelectrodos [22, 32].

La parte fundamental de estos dispositivos son los sitios de registro, los cuales tienen una impedancia relativamente alta, por sí mismos son un material conductor y registran un potencial promedio en su superficie. Para un registro neuronal eficaz, éstos deben estar cerca de las células y el área de superficie no debe exceder las  $4000 \mu\text{m}^2$  para el registro de una sola unidad [34]. Existen diferentes geometrías de sitios, los cuales influyen en la transducción de las señales neuronales. Las diferentes geometrías de los sitios de registro se mencionan a continuación [35].

1. *Planar semi-infinito.*
2. *Esférico.*
3. *Hemiesférico.*
4. *Lineal.*
5. *Disco.*
6. *Anillo.*



Los sitios de registro esféricos son los más utilizados y esto se debe a que todos los puntos de su superficie son totalmente equivalentes. Los segundos más utilizados, son los de disco, que se fabrican fácilmente con un campo de difusión semiesférico, sin embargo, no se obtiene un flujo uniforme en toda la superficie del disco.

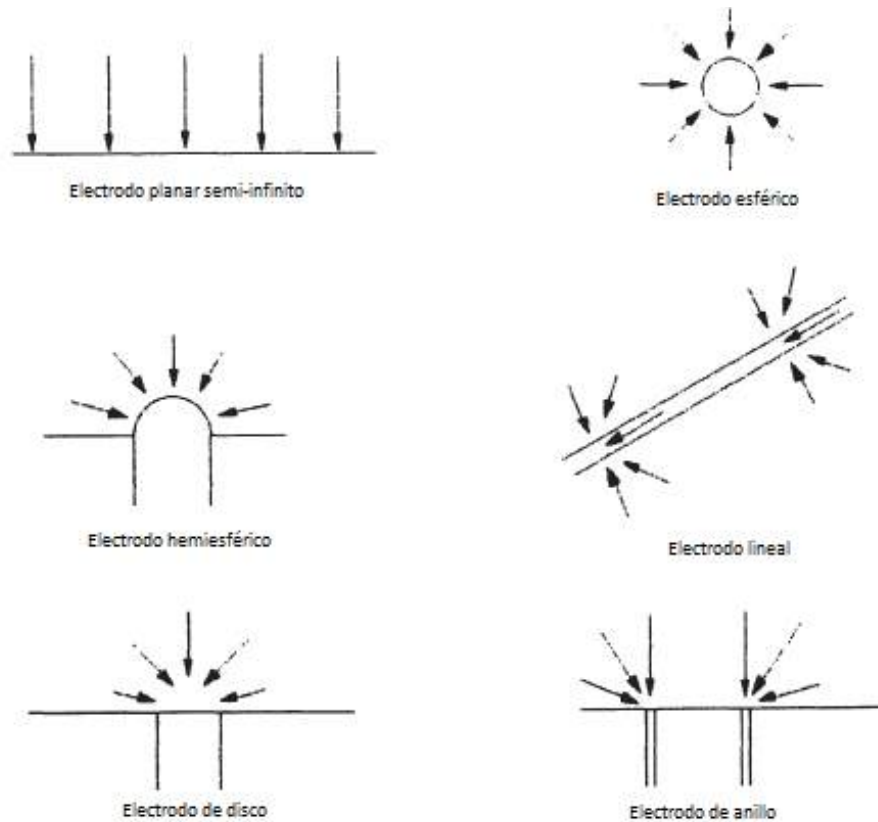


Figura 2.6: Tipos de sitios de registro. Extraído de [35].

## 2.4.1. Tipos de microelectrodos

Existen diferentes tipos de microelectrodos de acuerdo con los materiales utilizados para su fabricación. A continuación, se detallan los 4 diferentes tipos de microelectrodos para el registro de señales neuronales [11, 22].

### 2.4.1.1. Microelectrodos basados en polímeros

Para evitar el daño neuronal y la inflamación tisular debido a los microelectrodos rígidos, se fabrican estos dispositivos que se caracterizan por ser flexibles basados en materiales poliméricos (Figura 2.7), como la poliimida, el parileno-C y la seda. Además, tienen un alto grado de biocompatibilidad y buenas propiedades electroquímicas que proporcionan un gran uso en el registro neuronal a largo plazo.



Figura 2.7: Microelectrodos basados en polímeros. Extraído de [22].

Algunas desventajas de estos dispositivos es que es difícil registrar señales neuronales con diferentes diámetros y son incapaces de comunicarse con nervios muy pequeños.

#### 2.4.1.2. Microelectrodos planares

En la Figura 2.8 se muestran los microelectrodos planares que son arreglos o matrices de pequeños discos planares de decenas de micras de diámetro, estos utilizan metales no tóxicos como el oro, platino, el iridio y el nitruro de titanio, los cuales son aislados entre sí por medio de resina, polimida u óxido de silicio.

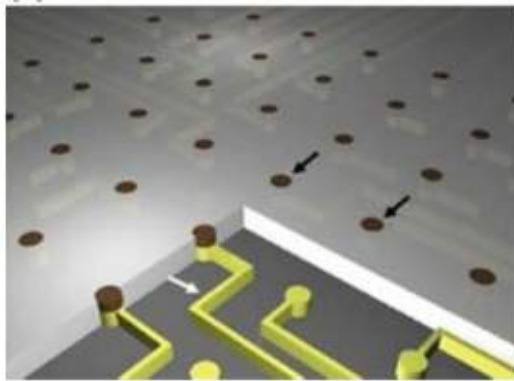


Figura 2.8: Microelectrodos planares. Extraído de [22].

Su punto crítico es que si se reduce el área del sitio de registro para que coincida con el tamaño de las neuronas individuales, se incrementa la impedancia, por lo que la razón de señal-ruido disminuye.

#### 2.4.1.3. Microalambres

Este tipo de dispositivos (Figura 2.9) fueron los primeros electrodos de metal utilizados para registrar señales eléctricas de la neurona individual. Para su fabricación utilizan metales como el oro, titanio, tungsteno, platino y acero inoxidable, los cuales no son tóxicos y resistentes a la corrosión. Se caracterizan por ser alambres aislados que tienen un material de recubrimiento biocompatible, dejando libre la punta, que es donde se hace el registro de las señales.

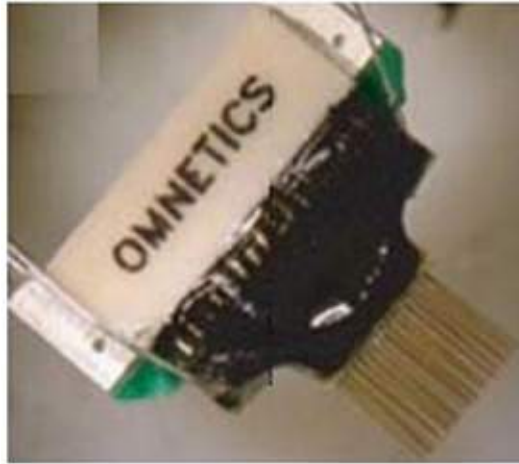


Figura 2.9: Microelectrodos de alambre. Extraído de [22].

Sus principales ventajas es que tienen una baja impedancia electroquímica; sin embargo, tienden a deformarse al momento de insertarlos al cerebro. Por lo tanto, para aumentar la rigidez, la elasticidad y resistencia a la corrosión se utiliza el iridio, que tiene mayor rigidez.

#### 2.4.1.4. Microelectrodos de estado sólido basados en silicio

Estos dispositivos que se muestran en la Figura 2.10, utilizan las técnicas de fabricación como la litografía y micromaquinado de silicio para fabricar estructuras en 3D complejas. Estos microelectrodos consisten en un soporte mecánico basado en silicio para generar una estructura más rígida a comparación de los microalambres.

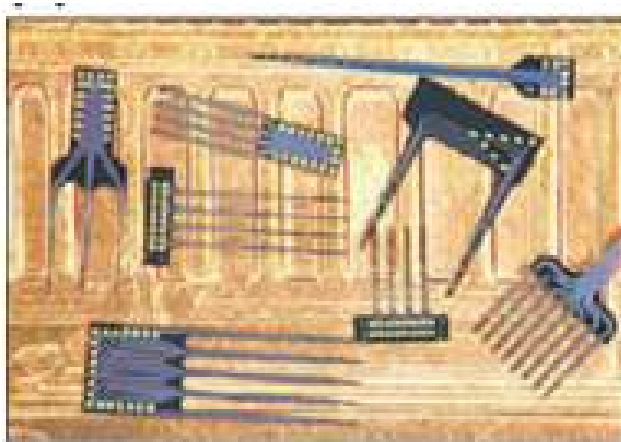


Figura 2.10: Microelectrodos de estado sólido basados en silicio. Extraído de [22].

Otra de sus ventajas es que, a comparación de los demás tipos de microelectrodos, este permite un gran número de sitios de registro; es fácil de manipular y es recubierto por un material biocompatible.

En este trabajo de investigación se presenta una propuesta de fabricación de microelectrodos de estado sólido basados en silicio, con 18 sitios de registro definidos por una capa bimetálica de Aluminio/Titanio y recubiertos por polimida.

En los siguientes Capítulos se desarrolla el proceso de fabricación y se muestran los resultados experimentales.



Este Capítulo está dedicado a la descripción de las mascarillas y el proceso de fabricación propuesto para este proyecto. Con lo anterior, se realizan las pruebas experimentales y se obtienen los resultados mostrados en el siguiente capítulo.

Se mencionan los niveles de las mascarillas a utilizar, su tipo, polaridad y tipo de fotoresina de cada una por medio de una tabla. Además, se realiza la descripción de cada nivel, donde se menciona el material, las dimensiones de cada estructura y su objetivo.

Con relación a la descripción del proceso de fabricación, se muestran las etapas que se llevan a cabo para realizar dicho proceso y se hace su descripción desde la preparación de las obleas de silicio, continuando con el nivel 1 que corresponde a la capa bimetálica y mencionando la caracterización de los metales que se utilizan (aluminio y titanio) hasta finalizar con el nivel 2, que es el micromaquinado de silicio, el cual se realiza en el sistema DRIE para definir la flecha 3D mediante grabados a profundidades mayores a  $100\ \mu\text{m}$ .

### **3.1. Descripción de las mascarillas**

El diseño de las mascarillas consta de tres niveles que corresponden a las diferentes etapas del proceso de fabricación de los microelectrodos y se basó en el diseño propuesto por [11]. Los cambios en el diseño de dichas mascarillas se realizaron en el software Tanner L-Edit en el CD MEMS del INAOE y la fabricación en el LI-MEMS-INAOE.

En la Tabla 3.1 se mencionan las principales características de cada mascarilla, como el tipo y la polaridad (campo) de fabricación, además del tipo de fotoresina que utiliza cada una.

Tabla 3.1: Características de las mascarillas.

Número de mascarilla	Tipo	Polaridad	Fotoresina
1	Cromo	Claro	Negativa (ma-N 1490)
2	Cromo	Claro	Negativa (ma-N 490)
3	Cromo	Oscuro	Positiva (AZ 1512)

El lay-out completo consta de 8 bloques iguales y estos a su vez de 15 chips diferentes (Figura 3.1). Cada uno de estos chips fue diseñado para la interconexión entre el microelectrodo y el conector Omnetics; el cual es un interconector comercial utilizado en el Departamento de Farmacología del CINVESTAV-IPN, conformado por 36 pines y es el encargado de llevar la señal obtenida a un sistema de amplificación. A continuación, se describe cada uno de los niveles correspondientes a las diferentes mascarillas.

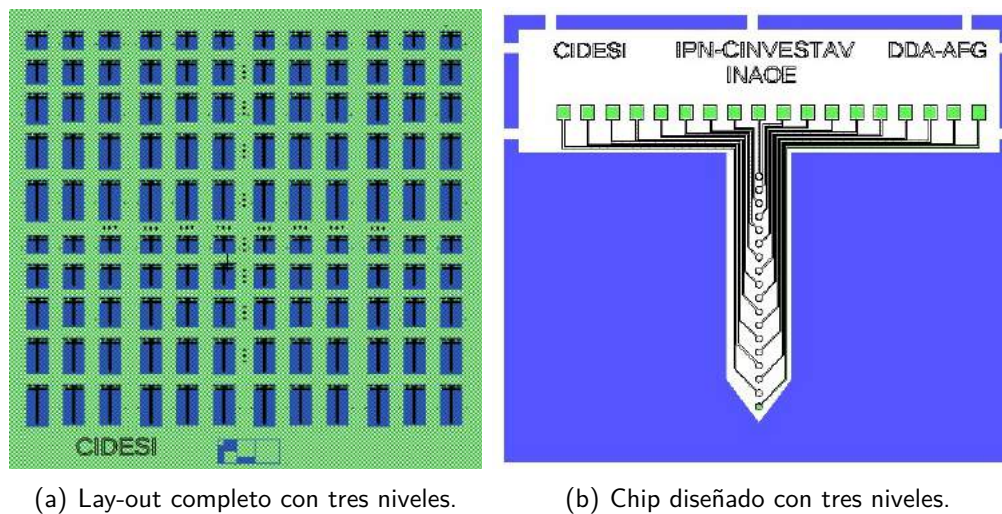


Figura 3.1: Lay-out del arreglo de microelectrodos.

- a) *Nivel 1*. Este nivel corresponde al diseño de los patrones bimetálicos del microelectrodo, que son los pads de salida, las pistas de interconexión y los sitios de registro; además, se agregaron estructuras cruz-puente para la medición de la resistencia eléctrica de la capa bimetálica, Figura 3.2. Para la definición de estos patrones se propone un material conductor de baja resistencia mediante el uso de una capa de titanio sobre una capa de aluminio, depositadas con la técnica evaporación por haz de electrones y definidas por la técnica lift-off, con un espesor total de  $0.8 \mu\text{m}$ .

En la Figura 3.2(b) se visualizan con mayor detalle los patrones metálicos; los *pads de salida* son las estructuras cuadradas con dimensiones iguales a  $100 \mu\text{m}$  ubicadas en la base rectangular, las *líneas de interconexión* tienen un ancho y separación entre ellas de  $5 \mu\text{m}$  y  $10 \mu\text{m}$  y por último, los *sitios de registro*, que son las estructuras circulares con dimensiones de  $50 \mu\text{m}$  de diámetro, con una distancia entre centro a centro de  $100 \mu\text{m}$ .

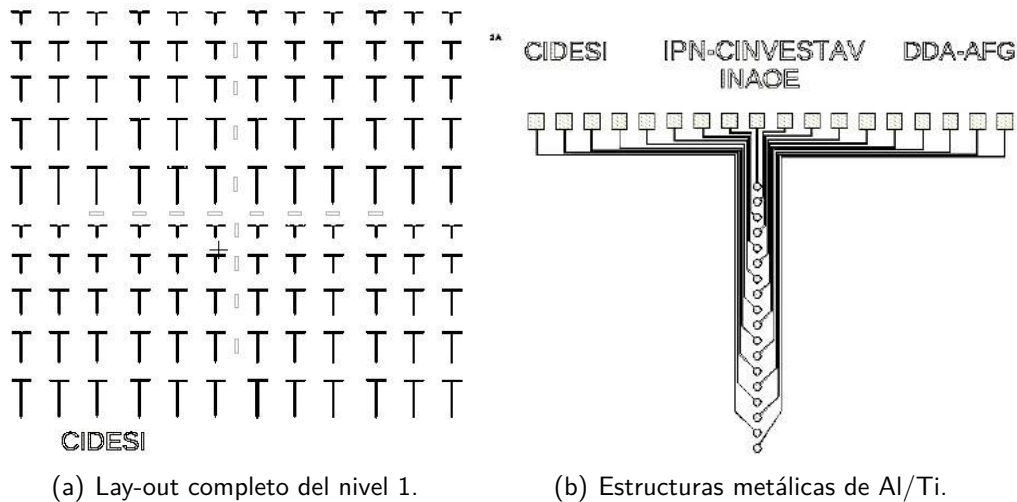


Figura 3.2: Lay-out completo y estructuras metálicas del nivel 1.

- b) *Nivel 2*. En este nivel se definen las estructuras tridimensionales (flechas) que sirven como soporte mecánico para los arreglos metálicos, Figura 3.3(a). Las cavidades que determinan estas estructuras se obtienen mediante el uso del micromaquinado seco en el sistema DRIE (Deep Reactive Ion Etching), el cual brinda un grabado anisotrópico ideal para el objetivo de este trabajo; con una profundidad de grabado entre  $130\ \mu\text{m}$  y  $150\ \mu\text{m}$ .

En el diseño se propone que cada microelectrodo tenga una base rectangular con longitud igual a  $3550\ \mu\text{m}$  y ancho de  $915\ \mu\text{m}$ , una flecha de ancho igual a  $400\ \mu\text{m}$  y  $490\ \mu\text{m}$ , una longitud variable de  $2\ \text{mm}$  a  $6\ \text{mm}$  y un ángulo de inserción de  $45^\circ$  a  $72^\circ$ . Y, además, que esté sujeto mediante pivotes rectangulares de longitud igual a  $100\ \mu\text{m}$  y ancho de  $100\ \mu\text{m}$ , al soporte general (marco) de la oblea de silicio, Figura 3.3(b).

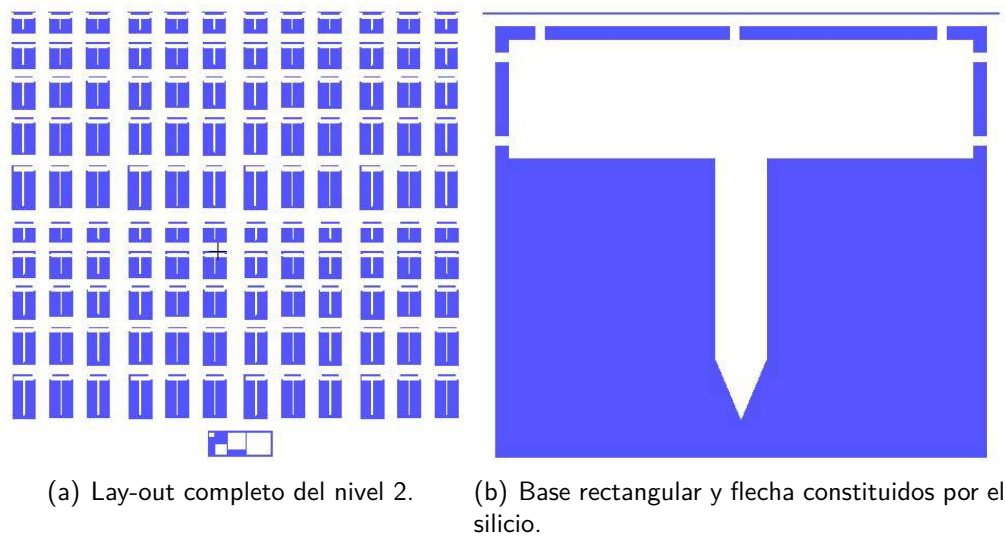


Figura 3.3: Lay-out completo y microelectrodo representativo del nivel 2.

- c) *Nivel 3*. En este nivel se encuentran los patrones geométricos correspondientes a las aperturas de las áreas efectivas de los pads de salida y los sitios de registro, donde se realiza el contacto del nervio con



la capa bimetálica, Figura 3.4(a). Esta mascarilla cumple dos propósitos: protege al microelectrodo con una capa de poliimida de espesor igual a  $2 \mu\text{m}$  y define las áreas efectivas en los patrones bimetálicos por la técnica de grabado selectivo de la poliimida.

La Figura 3.4(b) muestra los patrones de las áreas efectivas de cada sitio de registro, las estructuras cuadradas con dimensiones de  $80 \mu\text{m}$  corresponden a las aperturas de los pads de salida. Finalmente, el último pad de la derecha conectado directamente a un sitio de registro mediante una línea de interconexión, corresponde al pin de referencia, que de acuerdo al conector Omnetics, debe estar sin aislante eléctrico.

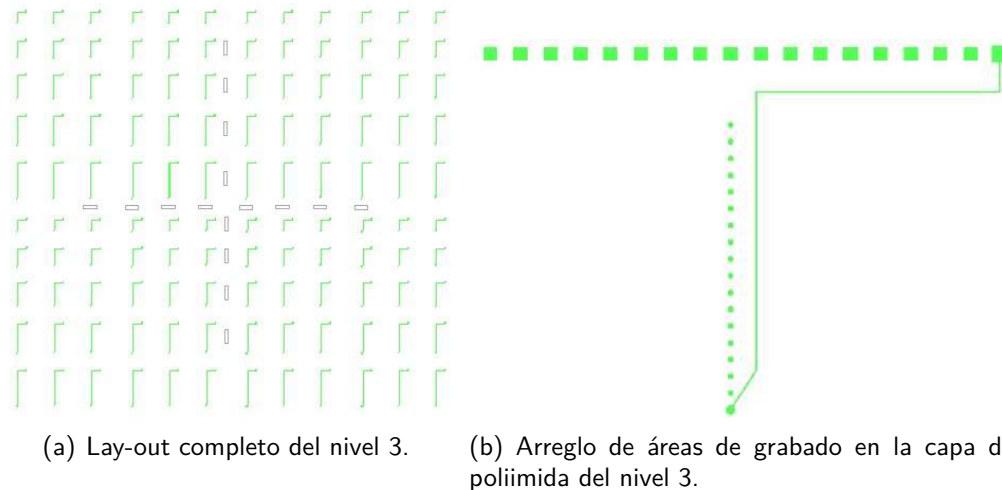


Figura 3.4: Lay-out completo y arreglo de áreas metálicas expuestas del nivel 3.

## 3.2. Descripción del proceso de fabricación

Para la fabricación de los microelectrodos se utilizan obleas de silicio de 2 pulgadas de diámetro. El proceso se basa en tres niveles principales; definición de los contactos metálicos, micromaquinado de silicio y apertura de las áreas efectivas. Así mismo, cada uno de estos niveles constan de diferentes etapas de fabricación (Figura 3.5), que se describen a continuación<sup>1</sup>.

### 3.2.1. Preparación de las obleas de silicio

En este proceso de fabricación las características de la oblea como la orientación, la resistividad y su tipo no son importantes; sin embargo, es necesario contar con obleas de grosor igual a  $200 \mu\text{m}$ , ya que se espera un grosor de entre  $150 \mu\text{m}$  y  $180 \mu\text{m}$  para los microelectrodos, entonces con obleas más gruesas el procedimiento de adelgazamiento de las estructuras resulta más complicado.

#### 3.2.1.1. Óxido de silicio

Después de la limpieza, se crece una capa de óxido de silicio ( $\text{SiO}_2$ ) como aislante eléctrico entre el silicio y el metal. Para esta etapa se utiliza un horno de oxidación con una atmósfera de vapor de agua a  $1000^\circ\text{C}$  durante 27 minutos e inmediatamente 20 minutos de densificado a base de nitrógeno (N), para obtener un espesor igual a  $200 \text{nm}$ .

<sup>1</sup>Consultar el Apéndice A para los detalles de las condiciones.

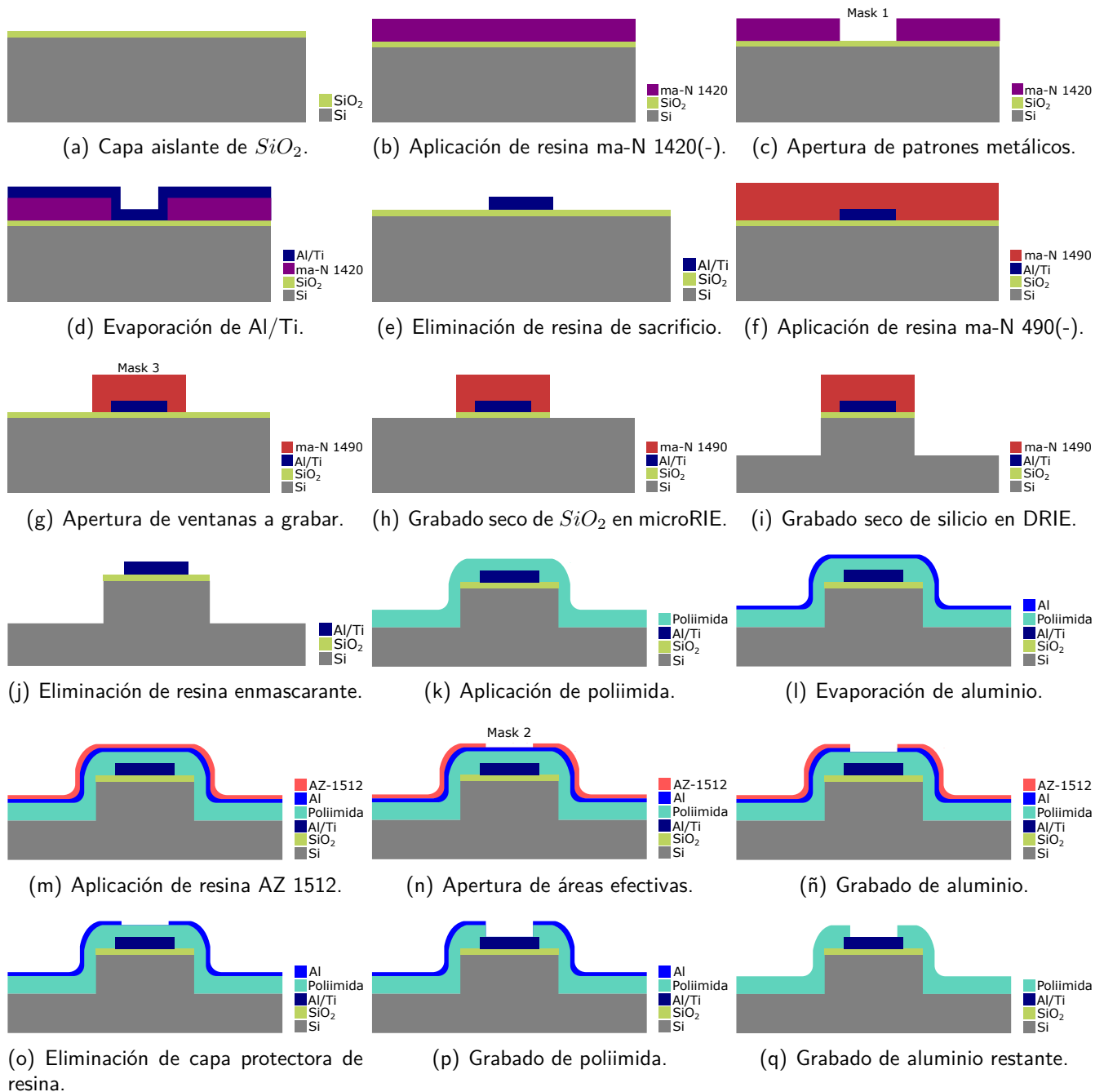


Figura 3.5: Etapas del proceso de fabricación.

### 3.2.2. Nivel 1. Capa bimetálica definida por lift-off

A continuación, se describen las diferentes etapas para obtener los patrones bimetálicos sobre la capa de  $SiO_2$ . El énfasis es dirigido hacia preservar el ancho de las pistas de interconexión que comunica los pads con los sitios de registro, mediante un procedimiento lift-off.

El procedimiento conocido como lift-off, es especialmente crítico por el requisito del control estricto en el grosor de las capas de resina y de los metales. Se utiliza principalmente en los casos cuando se requiere preservar el ancho de las pistas angostas de metal, cuando el grabado húmedo convencional reduce significativamente el ancho de las pistas causado por grabado lateral excesivo. Alternativamente se utilizan procedimientos costosos, por los grabantes precursores, de grabado seco (plasma).

#### 3.2.2.1. Fotolitografía

Esta etapa consiste en la transferencia de los patrones geométricos de la mascarilla 1 (Figura 3.2) en las obleas de Si. Para una mejor adhesión de la capa principal de resina, se utiliza un promotor de adherencia (TI-PRIME) previo a la fotoresina negativa ma-N 1420<sup>2</sup>; ambas resinas se depositan mediante la técnica *spin coating* o centrifugado (Figura 3.6(a)) a una velocidad de 4000 rpm y 3000 rpm, respectivamente. Esta técnica se utiliza para el depósito de películas delgadas de manera uniforme y se lleva a cabo en el spinner en 3 pasos (Figura 3.6(b)); primero, el giro inicial para alcanzar la velocidad requerida en 12 segundos haciendo que el material se extienda y se elimine el exceso, una vez alcanzada la velocidad se mantiene durante 30 segundos y finalmente se desacelera en 10 segundos para el promotor y en 6 segundos para la fotoresina, obteniendo un espesor total aproximado de  $2 \mu\text{m}$  [36].



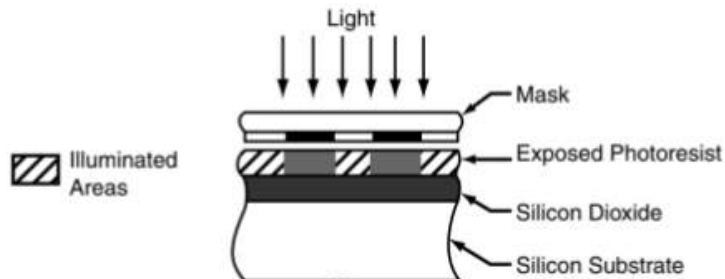
Figura 3.6: a) Técnica spin coating, [37]. b) Spinner.

Posterior al depósito del promotor TI-PTIME se revisa que no exista ninguna partícula en la superficie y se coloca en una parrilla a  $120^{\circ}\text{C}$  durante 2 minutos; después, se procede al depósito de la resina negativa y posteriormente, se realiza un tratamiento térmico (pre-bake) en un horno convencional a  $95^{\circ}\text{C}$  por 10 minutos para evaporar los solventes restantes y densificarla. Se dejan enfriar las obleas durante 20 minutos antes del siguiente paso.

La exposición a la luz ultravioleta (UV) de la mascarilla 1 se realiza en una alineadora semiautomática (Figura 3.7) en 3 ciclos de 4 segundos cada uno. Después, se revela la resina en las regiones no expuestas

<sup>2</sup>Fotorechina con aplicación excelente para procesos de lift-off, fácil de remover, con perfil "undercut" y buena estabilidad para los patrones [36].

con el revelador ma-D 533/s durante 50 segundos. Y finalmente, se realiza un tratamiento post-bake en horno a 95°C de 3 minutos para eliminar la humedad restante.



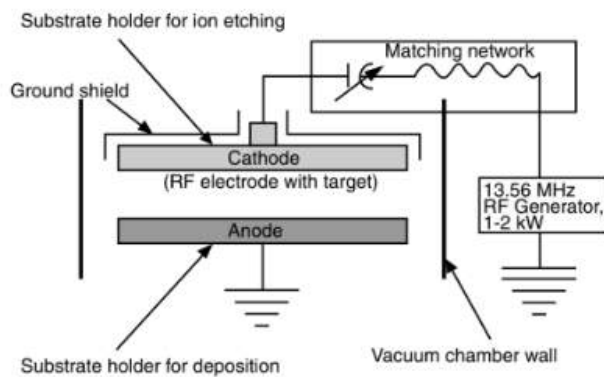
(a)



(b)

Figura 3.7: a) Esquema de la exposición de la mascarilla, [38]. b) Alineadora.

Para asegurar que en los patrones revelados se elimine por completo la resina, se realiza un procedimiento de grabado seco a base de plasma de oxígeno ( $O_2$ ) en el sistema RIE (Reactive Ion Etching), durante 6 minutos. En la Figura 3.8(b) se muestra el sistema microRIE series 800, el cual utiliza una fuente de radiofrecuencia (RF) para generar el plasma reactivo, debido a las colisiones entre los electrones libres y las moléculas del gas precursor. Este plasma se acelera hacia la superficie de la muestra, eliminando la capa remanente mediante reacciones químicas de corrosión, Figura 3.8(a). El rendimiento de grabado se mejora con altas cantidades de iones, es decir una alta potencia de RF y radicales de baja energía a bajas presiones [3].



(a)



(b)

Figura 3.8: a) Diagrama esquemático del sistema microRIE, [38]. b) Sistema microRIE.

Por lo tanto, para el grabado de la resina remanente en las estructuras, se elige una presión igual a 100 mTorr y una potencia de RF de 300 watts. Las obleas son colocadas en la cámara, se cierra y se espera a que haga vacío, después se abre la válvula del gas y se enciende la fuente RF para iniciar el grabado

con plasma. Después de 3 minutos iniciales de grabado, se interrumpe el grabado y se hace ventilación con argón para abrir la cámara, se giran las muestras y se vuelve a grabar por 3 minutos más.

### 3.2.2.2. Evaporación de metal

Una vez definidos los patrones para los pads, las líneas de interconexión y los sitios de registro mediante la litografía, se continúa con el depósito secuencial de una capa de titanio sobre una de aluminio, con espesores igual a  $0.3 \mu\text{m}$  y  $0.5 \mu\text{m}$ , respectivamente. En la Figura 3.9(a) se muestra el esquema de funcionamiento de la técnica de depósito físico en fase vapor (PVD) con evaporación por haz de electrones (e-beam). Esta técnica funciona en condiciones de muy alto vacío utilizando una corriente de electrones producida por un filamento de tungsteno, acelerándolos en un campo eléctrico hacia el material a evaporar; simultáneamente con un campo magnético, los electrones son enfocados en un haz hacia el crisol conteniendo el metal sólido, ocasionando la evaporación del metal y, por lo tanto, causando el depósito de la capa de aluminio (y después titanio) sobre los sustratos [3].

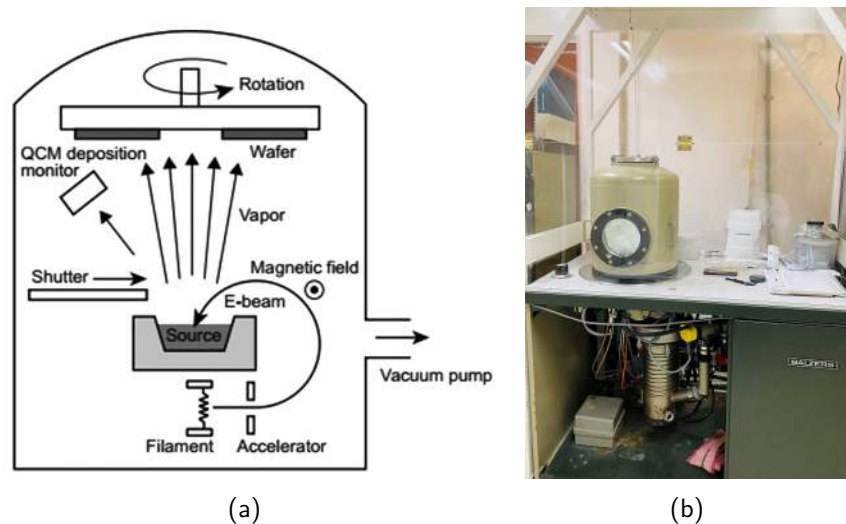


Figura 3.9: a) Diagrama esquemático para la evaporación e-beam, [39]. b) Evaporadora de Aluminio.

Para este proceso de depósito de metales, primero se utiliza la evaporadora de aluminio y para el titanio, la evaporadora de varios metales (Figura 3.9(b)); para cada capa de metal se inicia colocando las muestras en el plato, se cierra la cámara y se produce un alto vacío igual a  $0.3 \text{ mTorr}$  durante 30 minutos. Después, se enciende el filamento, se retira el obturador y se comienza el depósito alcanzando una velocidad de  $7 \text{ \AA/s}$  a  $13 \text{ \AA/s}$  para el aluminio y de  $6 \text{ \AA/s}$  a  $7 \text{ \AA/s}$  para el titanio. Finalmente, se apaga el filamento, se deja enfriar la cámara durante 20 minutos y se retiran las muestras.

### 3.2.2.3. Eliminación de la resina de sacrificio

Para finalizar con la definición del primer nivel, se eliminan las áreas de Al/Ti depositadas sobre la resina (las áreas expuestas en la litografía), es decir, se elimina todo el metal que no está en contacto con el enmascarante ( $\text{SiO}_2$ ). Este procedimiento se realiza colocando las muestras en un vaso de precipitado con acetona durante 20 minutos en el vibrador ultrasónico, Figura 3.10(a).

Esta técnica de lift-off es especialmente adecuada para definir metales con pistas angostas y grabado húmedo complicado (ejemplos oro, platino). Para lograr una técnica de lift-off adecuada, la etapa de

fotolitografía debe ser precisa en los grosores de resina; por lo tanto, la capa de fotoresina debe tener un espesor significativamente mayor al de la capa de Al/Ti y las cavidades con un perfil de rampa negativa "undercut" (Figura 3.14(b)), estas características las brinda la fotoresina negativa propuesta [40, 41].

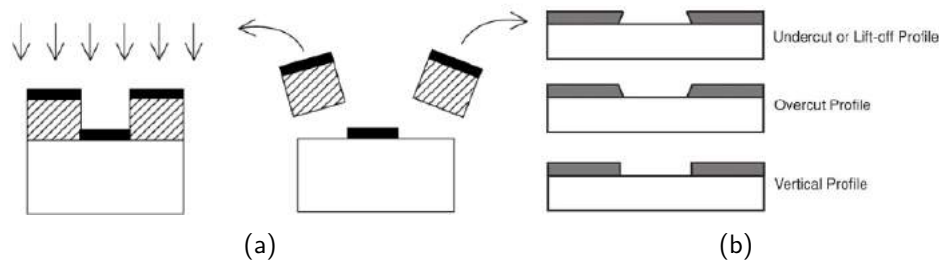


Figura 3.10: a) Eliminación de resina de sacrificio, [40]. b) Perfiles de cavidades en la fotoresina, [42].

### 3.2.3. Caracterización de los materiales

Como se mencionó anteriormente, para la capa metálica, se utiliza aluminio y titanio, los cuales son depositados mediante la técnica evaporación física (Physical Vapor Deposition, PVD). A continuación, se mencionan sus principales propiedades físicas.

#### 3.2.3.1. Aluminio

Este metal se utiliza como el conductor eléctrico de más alta conductividad entre los sitios de registro y los pads, con un espesor de  $0.5 \mu\text{m}$ , ya que su principal característica es una muy baja resistividad eléctrica. Por otra parte, debido a que no es un material biocompatible no se utiliza como la última capa depositada que va en contacto directo con el tejido y/o fluido biológico. En la Tabla 3.2, se muestran las principales propiedades de este metal.

Tabla 3.2: Propiedades físicas del aluminio.

Propiedad física	Magnitud
Punto de fusión	$660^{\circ}\text{C}$
Conductividad térmica	$236 \text{ W/mK}$
Módulo de Young	$70 \text{ GPa}$
Densidad	$2699 \text{ kg/m}^3$
Resistividad eléctrica	$2.82 \times 10^{-8} \Omega\text{m}$
Espesor depositado	$0.5 \mu\text{m}$

La resistencia eléctrica de un elemento, se obtiene a partir de la resistividad, es la oposición que presenta un material al paso de la corriente eléctrica [43], además, depende del material y su geometría. Esta característica se expresa de la siguiente manera,

$$R = \frac{\rho l}{wt}, \quad (3.1)$$

donde  $\rho$  es la resistividad del metal,  $l$  la longitud,  $w$  el ancho y  $t$  el espesor.

### 3.2.3.2. Titanio

El metal titanio se utiliza como material estructural de los pads, pistas de interconexión y sitios de registro, debido a que es un material biocompatible, se utiliza como la capa que estará en contacto con el tejido y/o fluido biológico. Esta capa de metal se deposita sobre la pista de aluminio, con un espesor de  $0.3 \mu\text{m}$ . En la Tabla 3.3 se presentan sus principales propiedades físicas.

Tabla 3.3: Propiedades físicas del titanio.

Propiedad física	Magnitud
Punto de fusión	$1665^{\circ}\text{C}$
Conductividad térmica	$22 \text{ W/mK}$
Módulo de Young	$107 \text{ GPa}$
Densidad	$4508 \text{ kg/m}^3$
Resistividad eléctrica	$420 \times 10^{-9} \Omega\text{m}$
Espesor depositado	$0.3 \mu\text{m}$

Para medir la resistencia eléctrica de la capa bimetalica se colocaron estructuras Cruz-Puente en la mascarilla del Nivel 1, que se muestran en la Figura 3.11. Se utilizaron 3 diferentes dimensiones de estructuras de acuerdo al ancho de las pistas de interconexión; la primera estructura (lado izquierdo), tiene anchos de  $5 \mu\text{m}$  y  $15 \mu\text{m}$ , la segunda, tiene anchos de  $10 \mu\text{m}$  y  $15 \mu\text{m}$ , y la última (lado derecho), tiene anchos de  $10 \mu\text{m}$  y  $30 \mu\text{m}$ .

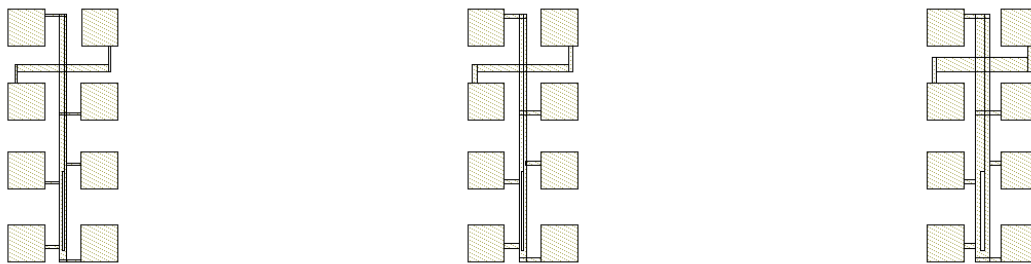


Figura 3.11: Estructuras de prueba para películas metálicas (Cruz-Puente).

Para las mediciones eléctricas, se utiliza una fuente de poder DC Keithley 2400, donde se configura la fuente a 4 puntas, se elige una corriente de  $10 \text{ mA}$  y se mide el voltaje en las estructuras Cruz-Puente, en diferentes puntos de la muestra.

### 3.2.4. Nivel 2. Micromaquinado de silicio

En este segundo nivel de fabricación, mediante un grabado mayor a  $100 \mu\text{m}$  se definen las estructuras tridimensionales del microelectrodo. Se propone realizarse después de obtener las pistas de Al/Ti, ya

que el proceso de lift-off utilizado es difícil de lograr cuando ya están definidas las cavidades profundas que rodean la estructura del microelectrodo, además en la etapa final resulta complicado eliminar la resina remanente.

A continuación, se describen las etapas que conforman el nivel de micromaquinado de silicio para la obtención del microelectrodo tridimensional.

#### 3.2.4.1. Fotolitografía

Esta etapa utiliza la mascarilla 2 (Figura 3.3) para la transferencia de los patrones en la oblea con las pistas de metal como referencia. Al igual que en la primera litografía (Sección 3.2.2.1), se utiliza el promotor de adherencia a una velocidad de 4000 rpm en el spinner; dado que es necesario tener un espesor grueso de la resina para la etapa de grabado del silicio, por lo que se propone el uso de la resina negativa ma-N 490, que deposita un espesor aproximado de  $10\ \mu\text{m}$  con 3000 rpm en el spinner, 25 segundos de aceleración, 30 segundos a la razón de giro especificada y 15 segundos de desaceleración.

En este caso el pre-bake de la resina en el horno convencional es a  $85^\circ\text{C}$  por 15 minutos, con una atmósfera de nitrógeno para la evaporación de los residuos y con ellos lograr densificación de la capa gruesa de resina.

La exposición de la mascarilla 3 se realiza alineando el patrón del microelectrodo a las pistas de Al/Ti, en la alineadora semiautomática en 2 ciclos de 25 segundos cada uno. Se continua con el revelado de la resina en las regiones no expuestas con el revelador 533/s durante 2 minutos. Finalmente, se realiza un post-bake en parrilla a  $45^\circ\text{C}$  de 5 minutos para deshidratar y densificar la resina.

#### 3.2.4.2. Grabado del óxido en plasma

Ya que se tienen definidas las estructuras del microelectrodo por medio de la litografía, se procede a grabar el  $\text{SiO}_2$  en las regiones desprotegidas.

Existen 2 tipos de grabado principales, el húmedo y el seco (Figura 3.12); el primero, es un proceso químico en solución acuosa. Sin embargo, con este tipo de grabado las estructuras presentan un sobregrabado lateral debido a su mecanismo isotrópico e incluso se puede afectar al material enmascarante.

El segundo tipo de grabado se caracteriza por su mecanismo anisotrópico, el control en el perfil de grabado, alta velocidad de grabado que ayudan a definir estructuras micrométricas evitando el consumo del material a grabar. Este tipo de grabado seco puede ser físico o químico; el primero, se caracteriza por obtener perfiles anisotrópicos, pero con baja selectividad y daño a la superficie. El químico, tiene una alta velocidad de grabado, buena selectividad y poco daño superficial, pero con perfiles de tipo isotrópicos [44].



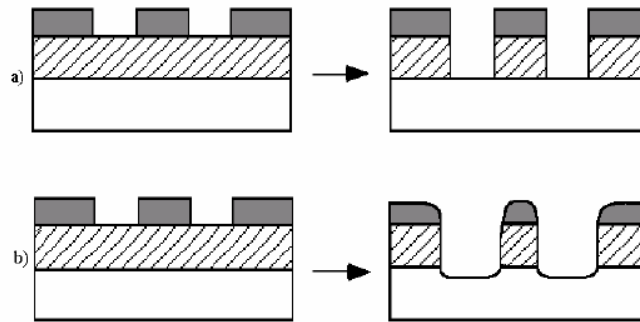


Figura 3.12: a) Grabado seco. b) Grabado húmedo [44].

Por lo tanto, se propone proceder con el grabado seco utilizando el microRIE ya que combina ambos tipos de grabado seco, obteniendo perfiles anisotrópicos con buena selectividad. Además, el sistema microRIE es un equipo de baja potencia para el grabado de películas delgadas. Sin embargo, es importante antes de proceder con el grabado del  $SiO_2$ , realizar una limpieza de la posible resina remanente sobre el óxido, a base de plasma de  $O_2$  durante 5 minutos, tal como se realizó en etapas anteriores.

Después de la limpieza de residuos de resina, inmediatamente se introduce el gas tetrafluoruro de carbono ( $CF_4$ ) con una presión igual a 100 mTorr y una potencia de RF igual a 300 watts. Considerando que el espesor del  $SiO_2$  es de 200 nm, el tiempo total de grabado es de 5 minutos.

### 3.2.4.3. Grabado profundo en plasma de alta potencia (DRIE)

Finalmente, para obtener las estructuras tridimensionales de los microelectrodos (flechas), se realizará un grabado profundo de silicio con el sistema Deep Reactive Ion Etching (DRIE, alta potencia) debido a su mecanismo anisotrópico, grabado rápido unidireccional, pero que requiere de un enmascarante resistente que soporte la acción de los iones acelerados a muy alta energía.

Este sistema lleva a cabo un proceso de grabado seco capaz de producir corrosión profunda con una relación de aspecto alta (Profundidad:Ancho) de hasta 30:1. Existen dos tecnologías de alta velocidad para este sistema; la criogénica y el proceso Bosch. Ambas son capaces de producir paredes verticales con un ángulo de  $90^\circ (\pm 2^\circ)$ , pero la segunda tecnología es la única que se utiliza en producción.

El proceso Bosch fue desarrollado por Robert Bosch GmbH en la década de 1990 y realiza grabados iterativos, es decir alterna tres pasos para lograr las paredes casi verticales, basándose en la pasivación de las paredes para evitar el grabado lateral. Estos pasos duran varios segundos y se repiten el número de ciclos necesarios para obtener la profundidad de grabado requerida (típicamente de decenas a centenas de micras), debido a esto se requiere una película protectora gruesa y dura (resina) que sea capaz de resistir los ciclos de grabado (número alto). A continuación, se describen cada uno de los pasos que componen al proceso Bosch (Figura 3.13).

1. *Paso 1.* El plasma de  $C_4F_8$  deposita una capa de pasivación de fluoropolímero en toda la muestra (partes superiores e inferiores, y paredes).
2. *Paso 2.* Se genera un bombardeo de iones direccional que provoca la eliminación de fluoropolímero del fondo de la región expuesta y de la superficie de la muestra, debido a este grabado direccional, las paredes quedan cubiertas con la capa de pasivación.

3. *Paso 3.* Los radicales libres de flúor en el plasma de  $SF_6$  comienzan a grabar direccionalmente el silicio expuesto en el fondo de la cavidad dando lugar a una progresiva profundidad.

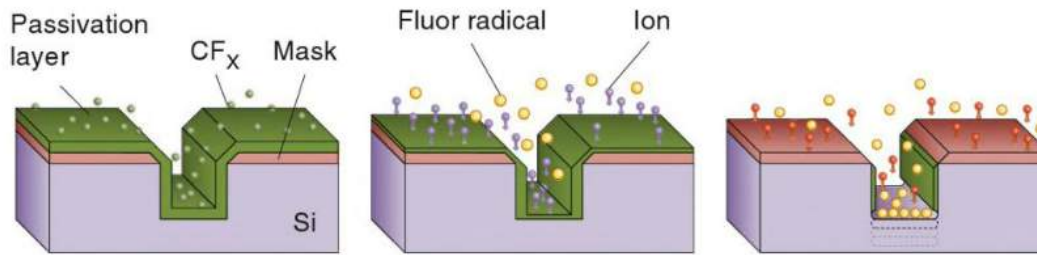


Figura 3.13: Etapas de grabado del Sistema Bosch [45].

La Figura 3.14 muestra el sistema DRIE que se encuentra en el Laboratorio de Innovación en MEMS (LI-MEMS INAOE), sus componentes se mencionan a continuación.

- Fuentes RF.* Es el módulo que proporciona la energía necesaria para ionizar los gases reaccionantes. Cuando la cámara de proceso empieza a calentarse debido a un exceso de ciclos de trabajo, los parámetros de potencia asignados a las fuentes de RF comienzan a salirse de control, entonces es necesario detener el proceso de grabado.
- Cámara de carga.* En esta sección se coloca la muestra a grabar, posteriormente se encarga de transferirla a la cámara de proceso.
- Cámara de proceso.* En esta cámara se desarrolla el grabado del silicio con el plasma de  $SF_6$  con el número de ciclos correspondientes a los parámetros de ajuste.
- Medidor de vacío.* El sistema tiene 3 medidores de vacío, los cuales necesitan un lapso de estabilización de temperatura para que el sistema de medición de vacío y control funcione correctamente.

Debido a que la plataforma de grabado se diseñó para muestras de 6 pulgadas de diámetro, es necesario pegar cada una de nuestras muestras de 2" a una oblea de 6" previamente cubierta por una capa de resina negativa, esto se hace con el fin de que el área de grabado únicamente corresponda a nuestra oblea y no ocurra descontrol en la efectividad de grabado, situación típica en grabado por plasma cuando en la cámara se vacía el área efectiva de grabado o número de muestras a grabar. Para iniciar con la puesta a punto del sistema; primero, se encienden los módulos de los controladores de presión y se estabilizan los medidores de vacío en aproximadamente 30 minutos y se continúa con el encendido general del sistema. Se inicia el venteo en la cámara de carga para llegar a la presión atmosférica, se coloca la muestra, se lleva al vacío de trabajo y se transfiere a la cámara de grabado, en este caso para que el sistema detecte que hay una muestra cargada en la cámara, esta acción se realiza manualmente en el sistema. Una vez detectada la muestra, se verifica que la muestra a grabar siga pegada a la oblea de 6" para iniciar la refrigeración del sistema y abrir el flujo de los gases. Por último, se inician a los ciclos de grabado, y únicamente hay que verificar que los parámetros de potencia de las fuentes de RF no se salgan del margen establecido, hasta finalizar el proceso completo.

Con respecto a los ciclos del proceso Bosch que maneja este equipo, en el primer ciclo se utilizan seis pasos; sin embargo, a partir del segundo ciclo en adelante únicamente se alternan los últimos cuatro

pasos. En la Tabla A.1 se muestran los parámetros de cada paso, que son los adecuados para obtener un buen ángulo de las paredes y una mínima rugosidad en la superficie. La ventaja del uso de este sistema es que únicamente se hace una etapa donde se alcanza el nivel de vacío, se aplica la presión del gas y la potencia de las fuentes, se estabilizan. En todos los ciclos se trabaja con los parámetros establecidos de acuerdo con el número de ciclos especificados en función de la profundidad deseada, parámetro que ya están predeterminados durante la instalación del equipo.

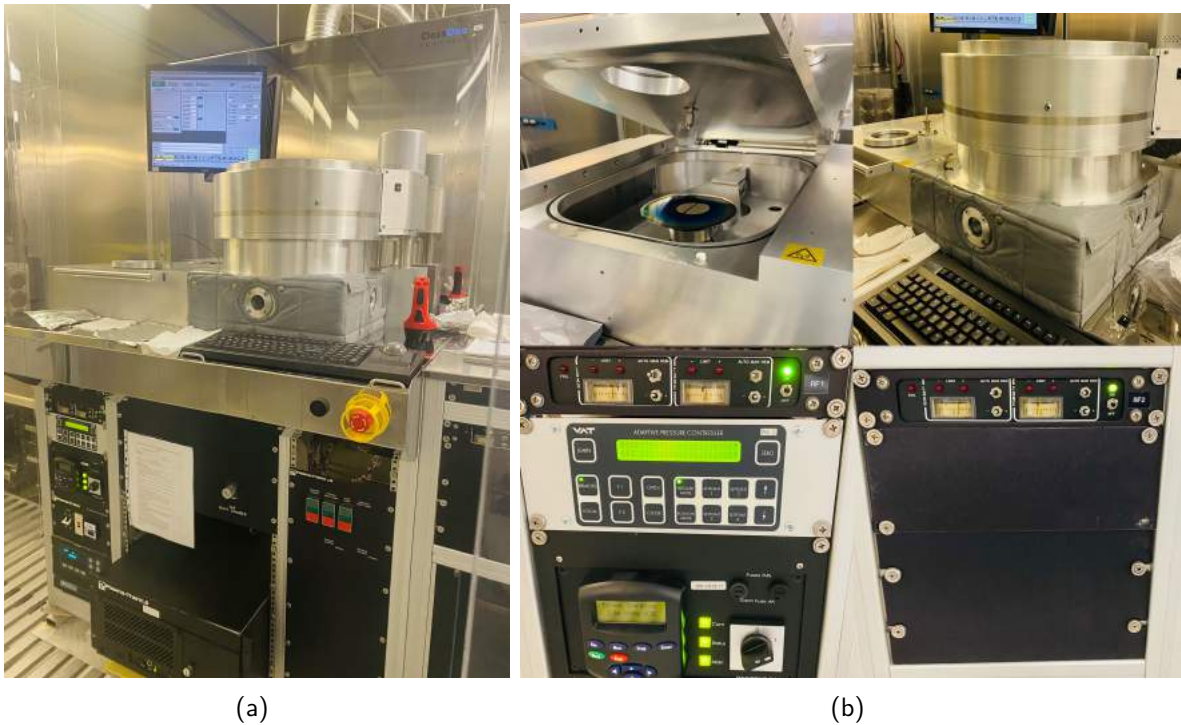


Figura 3.14: a) Sistema DRIE. b) Cámara de carga (esquina superior izquierda), cámara de proceso (esquina superior derecha), fuente RF1 (esquina inferior izquierda) y fuente RF2 (esquina inferior derecha).

Tabla 3.4: Parámetros utilizados en el proceso Bosch.

Parámetro	Paso 1	Paso 2	Paso 3	Paso 4	Paso 5	Paso 6
Presión (mTorr)	30	30	30	30	30	30
Tiempo (s)	15	4	4	4	7	0
$RF_1$ (watts)	25	25	25	25	25	25
$RF_2$ (watts)	700	700	700	750	800	600

Por otro lado, la selectividad y la razón de grabado para la profundidad requerida van a depender de la cinética del proceso y de la potencia de RF que se le suministra tanto al plasma como a la muestra. La cinética del proceso de grabado depende del flujo y selección de gases; en la Tabla A.2 se muestra el flujo de cada uno de los gases involucrados en el grabado ( $O_2$ ,  $SF_6$ ,  $C_4F_8$  y Ar) en los seis pasos del proceso.

Tabla 3.5: Condiciones de flujo de los gases utilizados en el proceso Bosch.

Flujo (sccm)	Paso 1	Paso 2	Paso 3	Paso 4	Paso 5	Paso 6
$O_2$	25	25	3	10	20	10
$SF_6$	0	0	1	30	60	10
$C_4F_8$	0	0	70	30	11	30
Ar	25	25	40	40	40	40

A continuación, se describen el propósito de cada uno de los 6 pasos.

1. *Paso 1.* Inicia con un flujo de oxígeno para la limpieza de la cámara durante 15 segundos, en caso de que existan muchos residuos es necesario abrirla y limpiarla manualmente.
2. *Paso 2.* Se realiza una segunda limpieza durante 4 segundos. Y en este momento se equilibran los gases y las fuentes de RF para dar paso a los siguientes procesos.
3. *Paso 3.* Después, comienza el depósito de la película de pasivación con  $C_4F_8$  durante 4 segundos con un flujo de 70 sccm (centímetros cúbicos estándar por minuto).
4. *Paso 4.* Disminuye el flujo de  $C_4F_8$  y aumenta el de  $SF_6$ , para dar inicio al grabado de la película de pasivación durante 4 segundos.
5. *Paso 5.* Aumenta el flujo de  $SF_6$  a 70 sccm y comienza el grabado del silicio en la parte inferior de las cavidades durante 7 segundos.
6. *Paso 6.* Este último paso, es únicamente para estabilizar el flujo y presión de los gases y dar comienzo a un nuevo ciclo.

En el siguiente capítulo se presentan los resultados de las etapas de fabricación, de caracterización eléctrica y estructural, tanto de las flechas como de sus pistas de conducción.



---

## Resultados Experimentales

---

En este Capítulo se presentan los detalles principales para el desarrollo de las flechas de silicio que es el elemento de inserción sobre el cual se definen las pistas metálicas, en el extremo de la punta se define a los sitios de registro y el lado opuesto termina con una zona amplia conocida como "pad" o zona de interconexión hacia los instrumentos de lectura de las señales eléctricas. Como se ha descrito, la obtención de las flechas de silicio con la definición de las pistas metálicas representa todo un reto en la secuencia de fabricación.

Por lo anterior, en esta sección se comienza con la obtención de una capa bimetálica, se muestran los resultados obtenidos de la evaporación de los metales y la eliminación de la resina de sacrificio, con el proceso lift-off detallado en la Sección 3.2. Además, se muestra la gráfica de medición correspondiente al espesor que se obtuvo de la capa bimetálica y por medio de una tabla se muestran las dimensiones de las estructuras de pads, líneas de interconexión y los sitios de registro, tanto de la mascarilla como de lo realizado en esta etapa. También, se muestran los resultados de las mediciones eléctricas en la estación de 4 puntas, comparando los resultados obtenidos experimentalmente con los del capítulo anterior.

Después, se continúa con la etapa de litografía para la obtención del microelectrodo tridimensional, que inicia con el proceso de grabado de óxido en el sistema por plasma microRIE y finalmente del grabado profundo del silicio en el sistema de plasma de alta potencia DRIE. En cada una de estas subsecciones, se muestran las gráficas correspondientes a los espesores de resina, grabado de óxido y grabado de silicio, además de las imágenes obtenidas mediante el microscopio óptico y del microscopio SEM, para así describir el micromaquinado de silicio.

Por último, se mencionan los diferentes procesos realizados que funcionaron como pruebas alternativas para este proceso de fabricación. Una de ellas, es el grabado húmedo de silicio con KOH al 45 % y posteriormente la técnica lift-off, en ambos casos se muestran los resultados obtenidos.

### **4.1. Nivel 1. Capa bimetálica**

Al inicio de este proyecto, se había propuesto realizar primero el micromaquinado profundo de las flechas de silicio y posteriormente la definición de las estructuras bimetálicas, pero esto trajo consigo diversas

dificultades en el desarrollo adecuado de la técnica de lift-off, detalles que se presentarán en las siguientes secciones. Por lo tanto, se concluyó que se siguiera la secuencia como se muestra en la Figura 3.5.

En la siguiente Tabla se muestran las especificaciones de las obleas que se utilizaron para este proceso de fabricación. Es importante que el espesor de las obleas sea de  $200 \mu\text{m}$ , ya que esto facilita el trabajo del grabado de silicio para obtener el grosor adecuado de las flechas. Es importante mencionar que el grosor estándar de las obleas es de  $300 \mu\text{m}$ .

Tabla 4.1: Especificaciones de las obleas.

Orientación	(1 0 0)
Diámetro	2"
Resistividad	1-50 $\Omega\text{-cm}$
Grosor	$200 \mu\text{m} \pm 25 \mu\text{m}$
Tipo	P

Antes de comenzar con la primera litografía se realiza la etapa de limpieza general que se compone de un desengrasado, limpiezas RCA's y limpieza con agua en súper Q. Posteriormente, se creció una capa de  $\text{SiO}_2$  que funciona como aislante eléctrico entre el silicio y el metal, y tiene un espesor igual a  $200 \text{nm}$ .<sup>1</sup>

Para la litografía del nivel 1, se utiliza la mascarilla de la Figura 4.1, pero debido a que los patrones de las pistas de interconexión son muy angostas, con ello forman patrones de difícil adherencia al óxido, es necesario utilizar un promotor de adherencia, una resina delgada que se deposita a  $3000 \text{rpm}$ , esto ayuda a que cuando se revele la resina principal con el líquido revelador ma-D 533/s no se desprendan las pistas angostas; posteriormente se deposita la resina negativa ma-N 1420, mediante la técnica *spin coating* a  $4000 \text{rpm}$ , que resulta con un espesor aproximado de  $2 \mu\text{m}$ , lo suficiente para obtener resultados apropiados en la técnica de lift off.

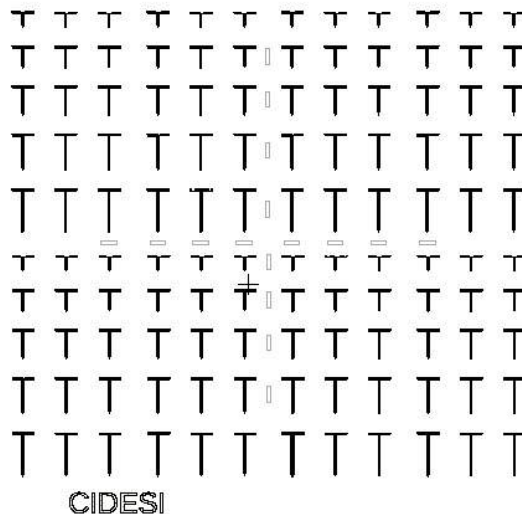
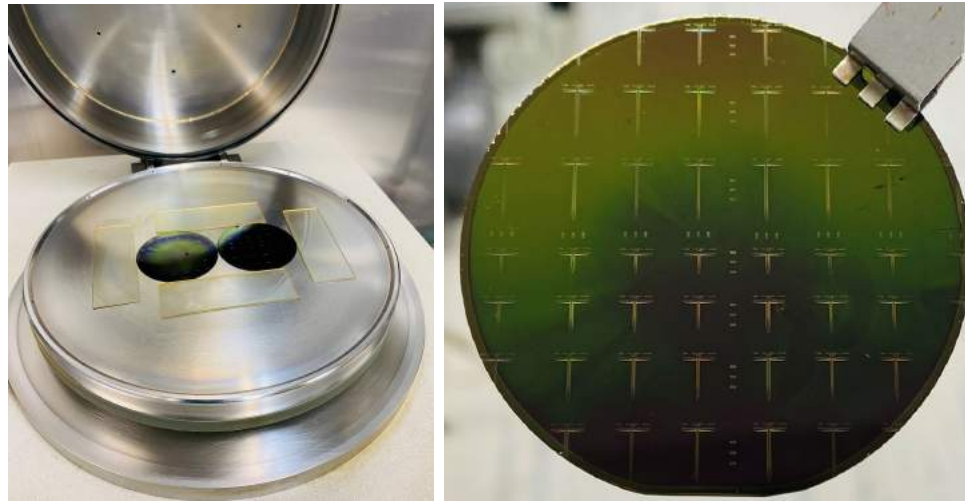


Figura 4.1: Mascarilla 1.

<sup>1</sup>Consultar el Apéndice A para los detalles de las condiciones.

Después del revelado de la resina, es necesario hacer una limpieza a base de  $O_2$  en el sistema microRIE durante un total de 6 minutos para eliminar posibles residuos de resina de las regiones expuestas de óxido de silicio, es decir en el interior de los canales donde se depositará el metal. En la siguiente Figura se observan las muestras colocadas en el sistema microRIE y el resultado final, donde se puede apreciar una litografía totalmente definida con los canales bien definidos en la resina.



(a) Limpieza de muestras en el sistema microRIE.

(b) Muestra 1.

Figura 4.2: Limpieza en microRIE.

#### 4.1.1. Evaporación de metales

Posterior a la limpieza en el microRIE, se realiza la evaporación de los metales; primero, se deposita una capa de aluminio de  $0.5 \mu\text{m}$  y después, una capa de titanio de  $0.3 \mu\text{m}$ . A continuación, dado que la resina remanente es bastante más gruesa que la capa bimetálica depositada directamente sobre la superficie del óxido, en relieve superior se observa la definición de lo que serán las pistas metálicas una vez eliminada la resina. Enseguida se revisa el aspecto superficial y geométrico de las pistas ya definidas utilizando el microscopio óptico a diferentes magnificaciones. En general las pistas de interconexión tienen un ancho y separación de  $10 \mu\text{m}$ .



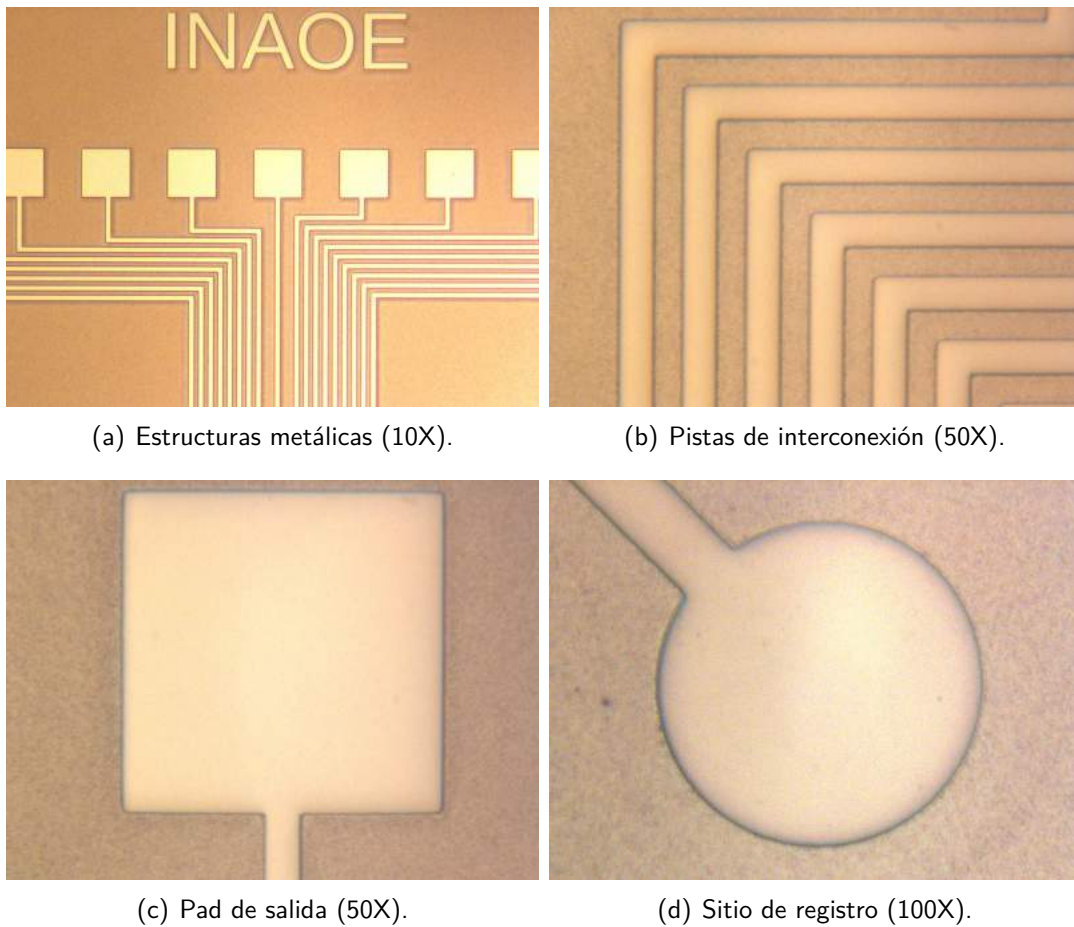


Figura 4.3: Revisión de las estructuras metálicas con pistas de interconexión de  $10\ \mu\text{m}$ . La superficie rugosa alrededor de los patrones de interés se debe a la presencia de las capas de metal sobre la resina gruesa.

En la Figura 4.4 se observan los resultados del depósito de las estructuras bimetálicas, pero con líneas de interconexión (amplitud de los canales) de  $5\ \mu\text{m}$  de ancho y separación de  $10\ \mu\text{m}$ . A pesar de ser más angostas, la definición del metal en cada estructura sigue mostrando buena definición.

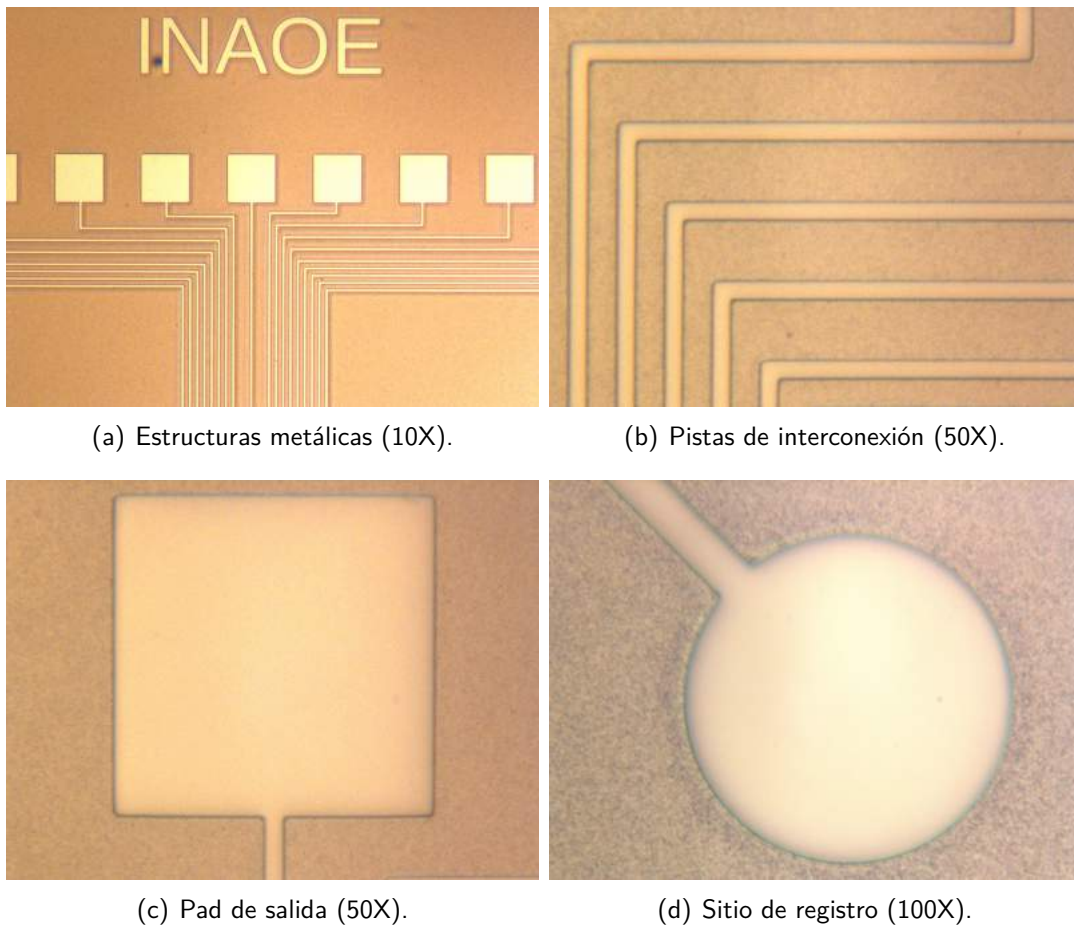


Figura 4.4: Depósito del metal con pistas de interconexión de  $5 \mu\text{m}$  de ancho.

En la Figura 4.5 se presenta el aspecto general de las obleas con la evaporación bimetálica, donde se puede apreciar las diferentes longitudes de las pistas metálicas.

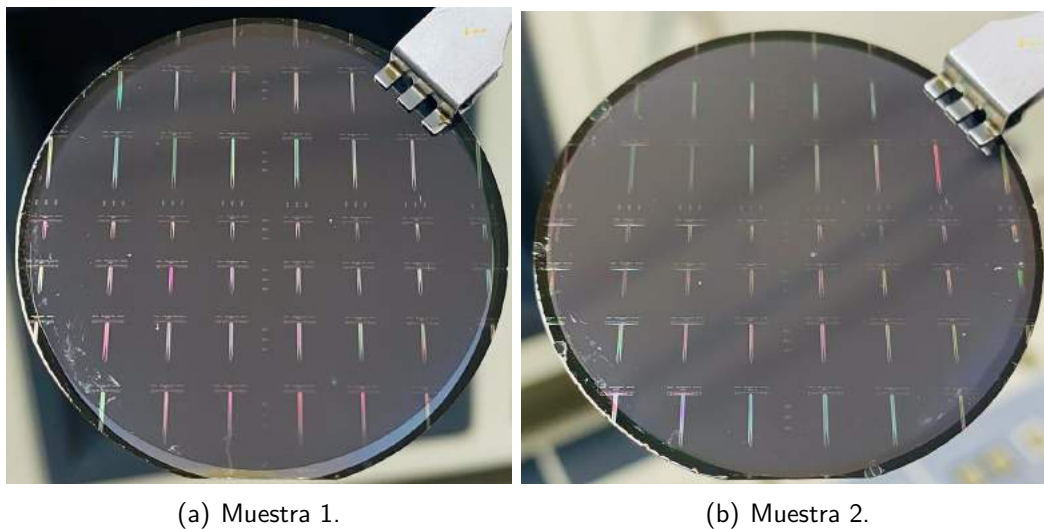


Figura 4.5: Aspecto general de las pistas metálicas en el fondo de los canales definidos en la resina gruesa.

### 4.1.2. Eliminación de la resina de sacrificio

Por último, para eliminar la resina de sacrificio, se colocan las muestras en un recipiente con acetona durante 20 minutos en el vibrador ultrasónico. Se observó, que durante los primeros 10 minutos la resina se desprende con mayor facilidad, pero posteriormente se elimina más lento.

A continuación, se muestran algunas imágenes tomadas con el microscopio óptico, los resultados demuestran que la técnica de lift-off se ha desarrollado con éxito ya que las pistas metálicas se presentan bien definidas. En la Figura 4.6 se observan las estructuras con pistas de interconexión de  $10\ \mu\text{m}$  de ancho. En algunos casos, se obtuvieron estructuras con una buena definición, sin embargo, quedaron algunos pequeños restos de metal, pero no afectaron la integridad de los electrodos.

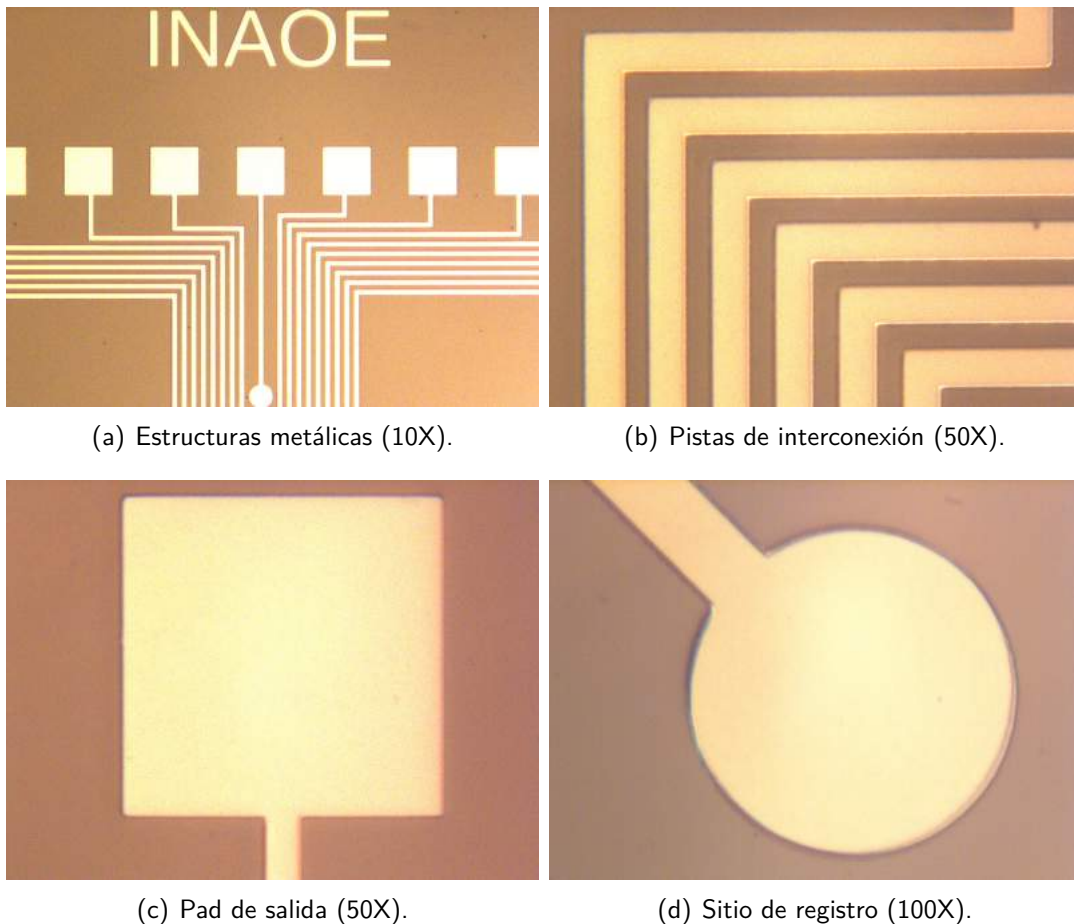


Figura 4.6: Resina eliminada alrededor de las pistas de  $10\ \mu\text{m}$  de ancho.

En la Figura 4.7 se muestran las estructuras con pistas de interconexión de  $5\ \mu\text{m}$  de ancho y se observa la definición de cada uno de los patrones, respetando las medidas dimensionales de cada una.

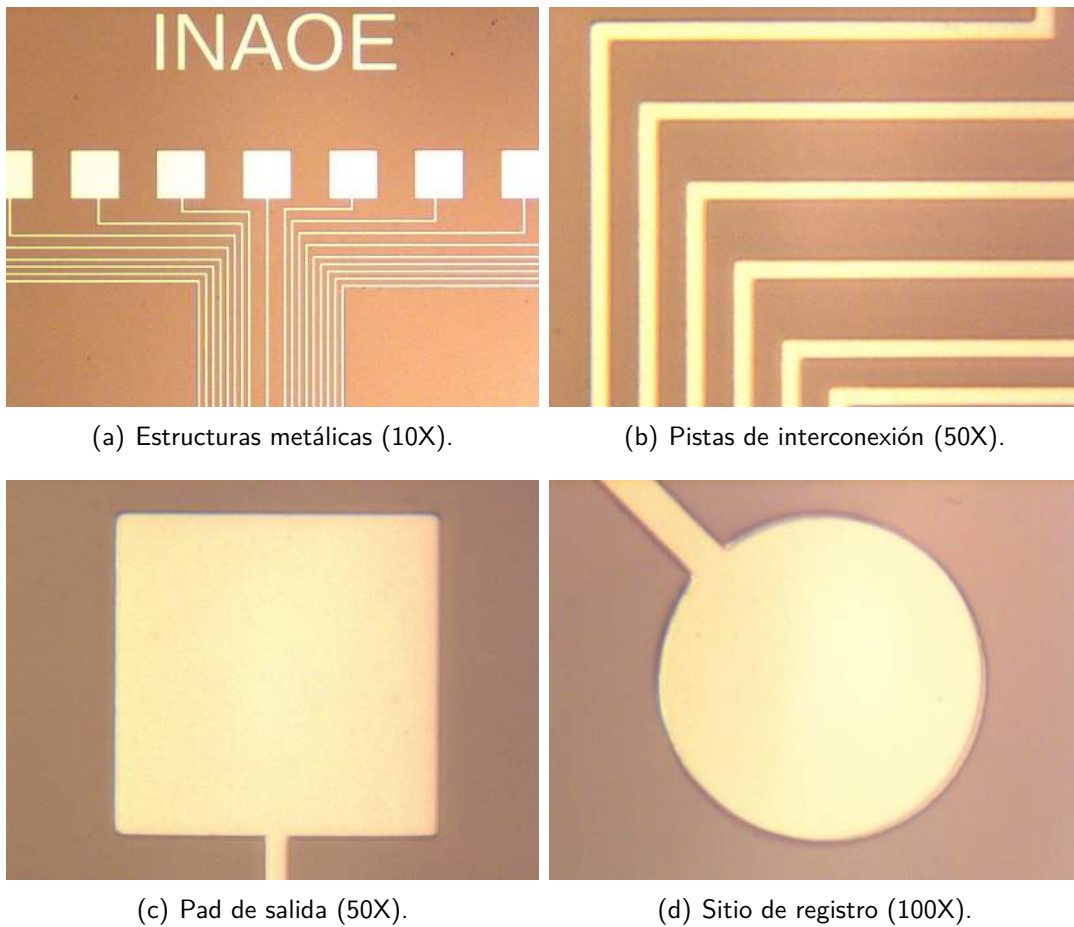


Figura 4.7: Resina eliminada alrededor de las pistas de  $5 \mu\text{m}$  de ancho.

Cuando se realiza adecuadamente la limpieza con acetona, se observa que la técnica de lift-off ha sido exitosa, por ello las muestras presentan restos de metal en niveles mínimos, como se muestra en la Figura 4.8.

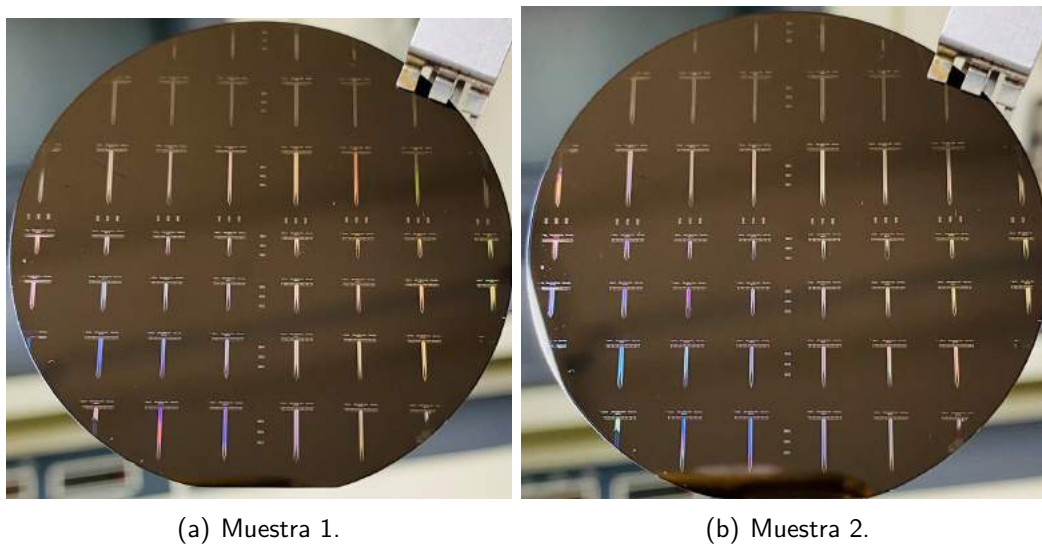


Figura 4.8: Eliminación correcta de la resina de sacrificio.

En la Figura 4.20 se presentan los resultados de perfilometría (alfa step), donde el espesor esperado de la capa bimetálica es de  $0.8 \mu\text{m}$ , pero se obtuvo un espesor máximo de  $0.76 \mu\text{m}$ . Las mediciones se realizaron en 6 pistas de interconexión (los 6 escalones angostos de la izquierda) y un pad de salida (escalón amplio de la derecha).

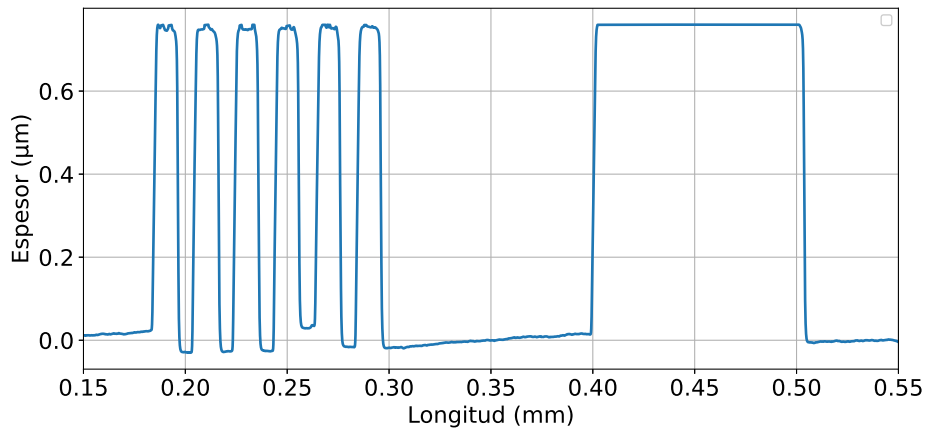


Figura 4.9: Medición de perfilometría del espesor de la capa bimetálica.

Además, no se presentaron variaciones evidentes en las dimensiones horizontales de las estructuras. En la Tabla 4.2 se presenta el promedio de las dimensiones en diferentes puntos y muestras.

Tabla 4.2: Caracterización de dimensiones de las estructuras metálicas.

Muestra	Pad de salida		Líneas de interconexión		Sitio de registro	
	Mascarilla	Lift-Off	Mascarilla	Lift-Off	Mascarilla	Lift-Off
N6	100	100	5/10	5/10	50	50
N17	100	100	5/10	5/10	50	50
N24	100	100	5/10	5/10	50	50

### 4.1.3. Mediciones eléctricas

De acuerdo con la sección 3.2.3 se realizaron pruebas eléctricas para medir la resistencia en las estructuras Cruz-Puente que se definieron con la técnica de lift-off, estas pruebas son importantes debido a que una resistencia muy alta afecta la efectividad del microelectrodo, lo que puede generar mayor ruido al registrar las señales. Estas mediciones se llevaron a cabo en la estación de 4 puntas en el área NO-MOS del Laboratorio de Microelectrónica en el INAOE.

Las mediciones se realizaron sobre la superficie bimetálica de aluminio y titanio, en diferentes estructuras Cruz-Puente (Figura 3.11) en diferentes puntos de una muestra, como se observa en la Figura 4.10.

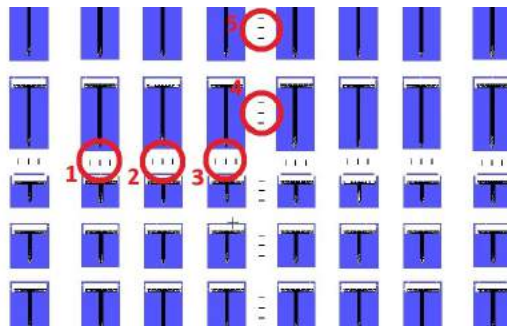


Figura 4.10: Posición de las estructuras Cruz-Puente.

Se utilizó la fuente de poder DC Keithley 2400, donde se suministró 10 mA de polarización y se obtuvieron las siguientes resistencias que se muestran en la Tabla 4.3, donde el tipo de estructura y anchos corresponden a lo descrito en el capítulo anterior y el chip es de acuerdo con la posición en la muestra.

Tabla 4.3: Resistencia medida en estructuras Cruz-Puente.

Estructura		Resistencia ( $\Omega$ )
Tipo	Chip	
1	1	5.1199
	4	4.6622
	5	4.2150
2	1	5.1745
	2	5.6092
	3	4.9207
	4	4.6987
	5	4.3991
3	1	2.7153
	2	2.7289
	3	2.5684
	4	2.4533
	5	2.3392

Como se observa, las resistencias de la capa bimetalúca resultan menor para aquellas estructuras con los anchos más grandes, de 10  $\mu\text{m}$  y 30  $\mu\text{m}$ , lo cual es lo esperado; ya que entre más angosta sea la pista mayor es la resistencia. Estos resultados se comparan cualitativamente con lo calculado en [11], donde se calculó la resistencia para pistas de 5  $\mu\text{m}$  y 10  $\mu\text{m}$ , las cuales van desde los 5  $\Omega$  a 35  $\Omega$  y de 2  $\Omega$  hasta 18  $\Omega$ , respectivamente. Por lo tanto, se puede concluir que la resistencia medida está entre los rangos de la resistencia calculada, las variaciones dependen de la longitud de las estructuras de medición, ya que en [11] se consideraron las pistas lineales de interconexión que van desde los 2 mm

hasta los 6 mm de longitud y en este trabajo se midieron en estructuras Cruz-Puente con cuadros de contacto (pads) de  $80 \mu\text{m}$ .

## 4.2. Nivel 2. Micromaquinado de silicio

En esta siguiente etapa se realizaron dos grabados para dar forma 3D a las flechas, uno para el óxido aislante y otro para el silicio. A continuación, se detallan los resultados de cada uno de ellos.

### 4.2.1. Fotolitografía

Después de obtener las estructuras metálicas mediante la técnica lift-off, se continua con una segunda litografía para definir la estructura tridimensional de las flechas con los electrodos en la superficie.

Para esta litografía, se utiliza la mascarilla 2 (Figura 4.11) y es necesario que la resina sea negativa con un espesor lo suficientemente grande (al menos  $10 \mu\text{m}$ ) para soportar el tiempo de grabado del silicio en el sistema DRIE. Previamente, se realizaron pruebas con la resina ma-N 490, la cual resulto favorable para el proceso.

Antes del depósito de la resina principal, se deposita el promotor de adherencia a 4000 rpm en el spinner para asegurar la definición del patrón de las flechas, posteriormente se deposita la resina negativa ma-N 490 a 3000 rpm.



Figura 4.11: Mascarilla 2.

En la Figura 4.12, se observa la prueba mediante perfilometría para conocer el espesor de la resina ma-N 490, la cual tiene un espesor máximo de  $11.1 \mu\text{m}$ . La medición se realizó a lo ancho de la base de la flecha que mide  $915 \mu\text{m}$  de longitud. En los bordes superiores del patrón se observan unos leves picos de resina, esto ocurre en la etapa de revelado, pero no afecta sensiblemente el proceso posterior de grabado.

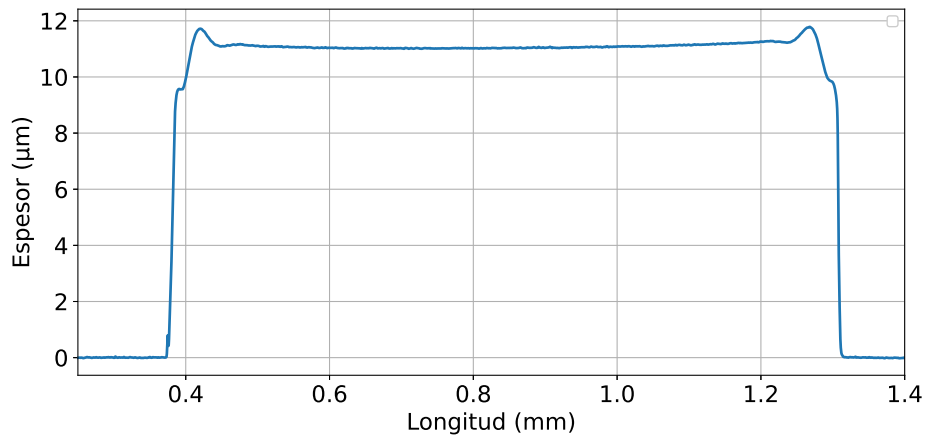
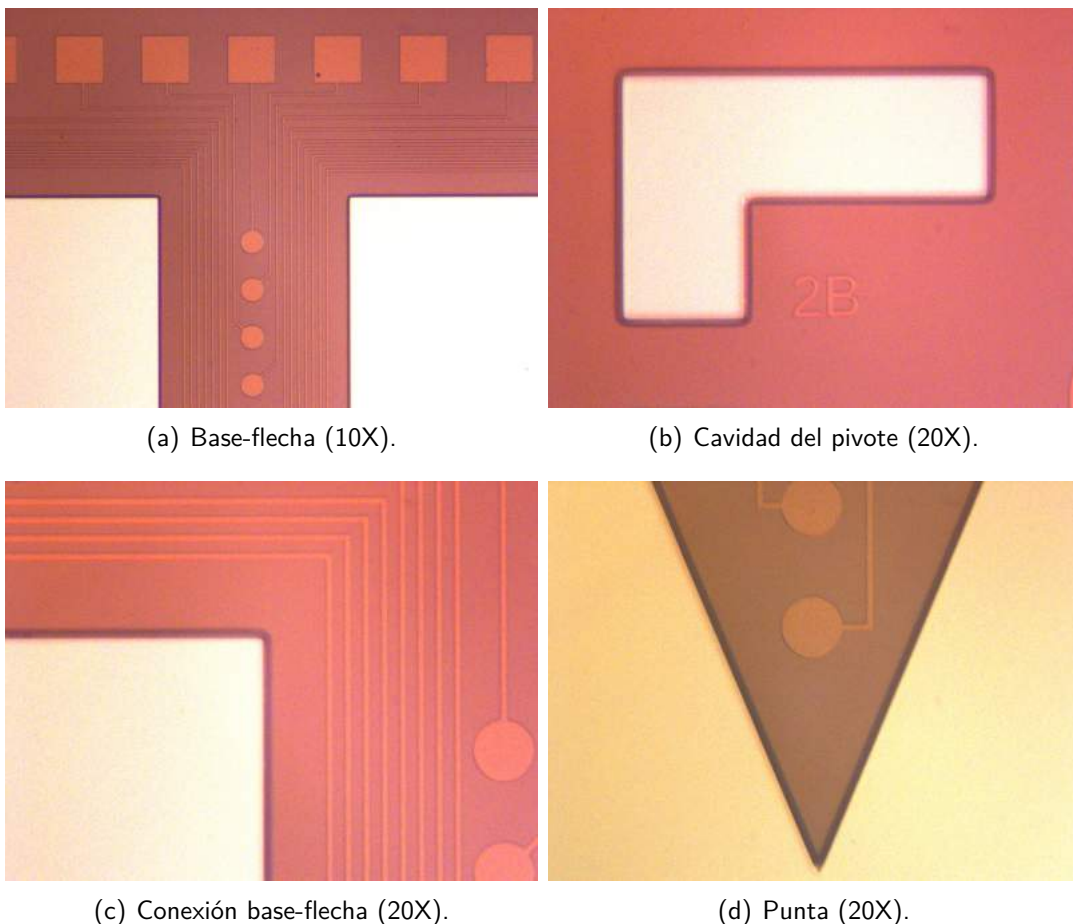


Figura 4.12: Medición de perfilometría del espesor de la resina ma-N 490.

A continuación, en la Figura 4.13 se muestran las imágenes obtenidas del microscopio óptico. Con la magnificación 10X se puede observar la estructura de la base de la flecha adecuadamente definida mediante la litografía. Con la magnificación 20X se observa el pivote izquierdo, la unión de la base con la flecha y la punta de la flecha, donde se puede observar que la resina tiene un espesor grueso, definida como una orilla de color oscuro.



(a) Base-flecha (10X).

(b) Cavidad del pivote (20X).

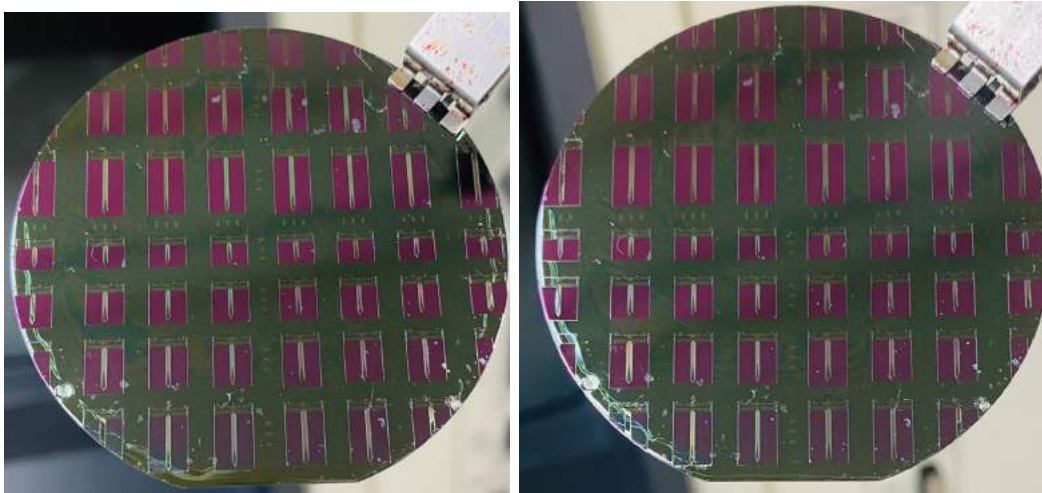
(c) Conexión base-flecha (20X).

(d) Punta (20X).

Figura 4.13: Litografía para definir el patrón geométrico de las flechas de silicio. Observar que la resina negativa define el área completa de la flecha y protege las pistas de metal.



En la Figura 4.14 se observan las muestras después de la litografía, en las cuales se puede notar que la resina es gruesa y cumple su función de proteger las estructuras metálicas. Por otro lado, las áreas de color morado son correspondientes al óxido expuesto que se va a grabar en la siguiente etapa y además representa el posterior grabado del silicio.



(a) Muestra 1.

(b) Muestra 2.

Figura 4.14: Muestras con litografía completa que definen el patrón geométrico 3D de las flechas de silicio.

#### 4.2.2. Grabado de óxido en microRIE

Esta etapa inicia con una limpieza a base de plasma de  $O_2$  durante 5 minutos en el microRIE para eliminar restos de resina de las cavidades a grabar, posteriormente se inicia el grabado de  $SiO_2$  con  $CF_4$  durante 5 minutos, debido a que el espesor del óxido es delgado, el tiempo de grabado es reducido. Este grabado efectivo del óxido es crítico ya que el siguiente grabado en plasma debe iniciar a partir de la superficie del silicio.

En la Figura 4.15 se muestran los resultados obtenidos con el microscopio óptico. En la primera fila, en el lado izquierdo se observa la base y la flecha del microelectrodo a 10X de magnificación, donde se puede notar un grabado de  $SiO_2$  uniforme y que la resina enmascaró correctamente la definición de la flecha. En el lado derecho, a 50X enfocando la superficie del silicio, se puede observar que la flecha no presentó grabado lateral. En la segunda fila, lado izquierdo a 20X se observa el pivote izquierdo, con las esquinas totalmente definidas y de lado derecho, a 50X, se muestra la esquina del pivote, la cual no tuvo grabado lateral. Finalmente, en la tercera fila del lado izquierdo a 20X, se muestra la punta de la flecha que presenta una correcta definición y de lado derecho a 50X con enfoque en la superficie del silicio, se observa el bisel de inserción.

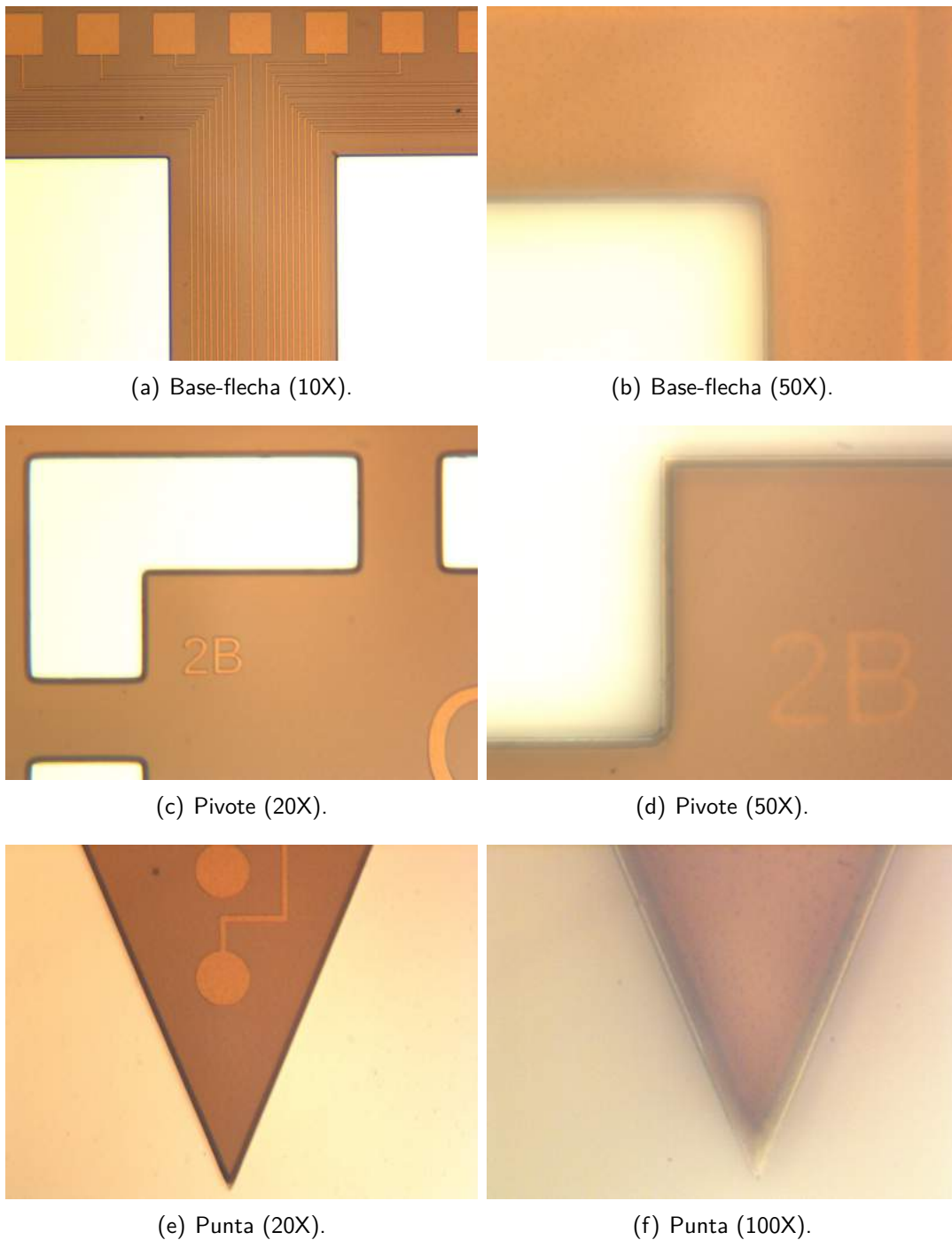


Figura 4.15: Grabado de la película de óxido enmascarante en microRIE.

En la Figura 4.16 del lado izquierdo, se observan las muestras en el sistema microRIE para el grabado de  $SiO_2$  y en el lado derecho, la muestra con el resultado final. Las muestras presentaron humedad al finalizar el grabado, debido al enfriamiento de la cámara del microRIE, por lo que es necesario colocarlas en la parrilla a  $45^\circ C$  durante 2 minutos.

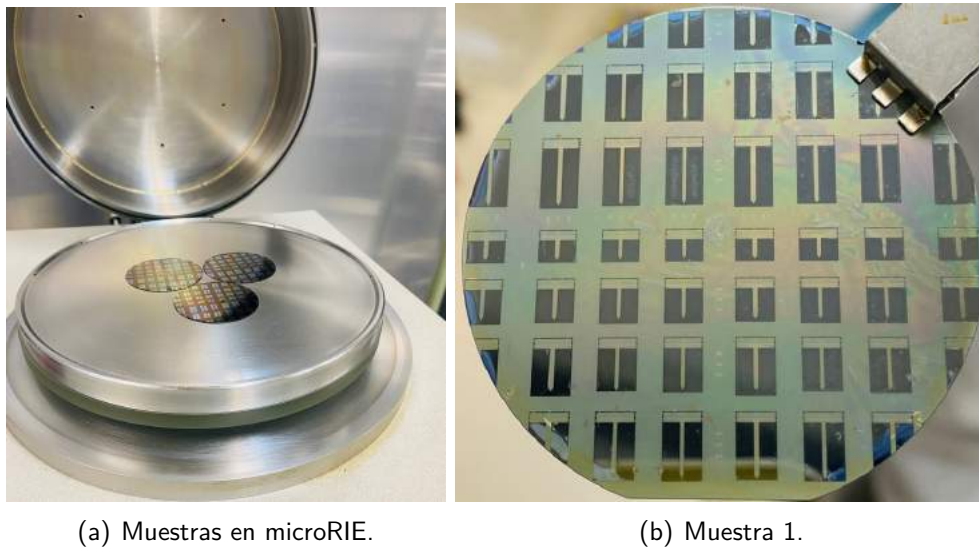


Figura 4.16: Grabado de óxido en el microRIE.

Después se hicieron pruebas de perfilometría en la base del microelectrodo para estimar la profundidad del grabado de  $SiO_2$ , el cual resultó un promedio de  $11.35 \mu\text{m}$ , como se muestra en la Figura 4.17. En este caso se suman  $11.1 \mu\text{m} + 0.2 \mu\text{m}$  correspondientes al grosor de la resina y de la capa de óxido, respectivamente.

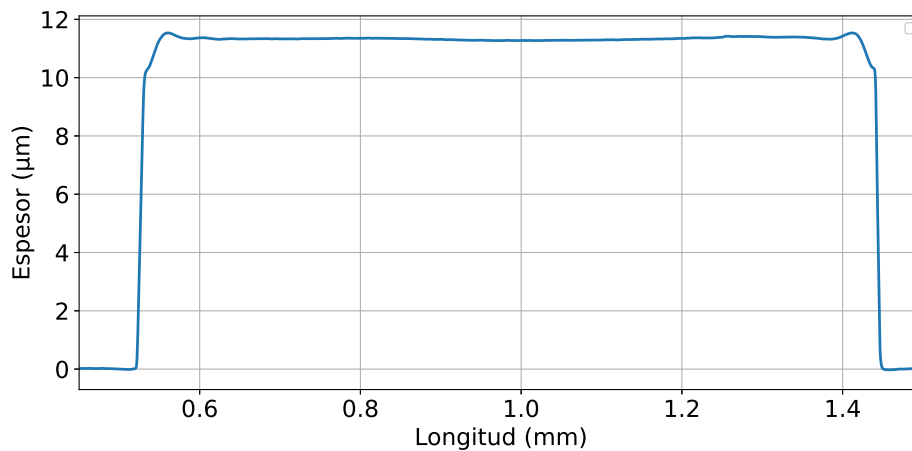


Figura 4.17: Medición de perfilometría del espesor del grabado de  $SiO_2$ .

### 4.2.3. Grabado de silicio en DRIE

Para finalizar con esta etapa, el grabado de Si se realiza en el sistema de plasma de alta potencia DRIE del LI-MEMS. Como ya se mencionó en la Subsección 3.2.4, este sistema utiliza diferentes ciclos de grabado y cada uno de ellos consta de diferentes pasos, donde se liberan los diferentes gases para llevar a cabo el grabado. Para este proceso, se requiere que se graben más de  $100 \mu\text{m}$  de profundidad, para lograrlo se realizan 160 ciclos, con los cuales se obtuvo un grabado total de  $127 \mu\text{m}$ .

Posterior al grabado, se realiza la limpieza de la resina en acetona en vaso de precipitado durante 15 minutos en el vibrador ultrasónico. En la Figura 4.18 se muestran las imágenes obtenidas con el

microscopio óptico. En la columna de la izquierda 20X de magnificación, enfocadas en la parte superior, se muestran la conexión base-flecha, la conexión flecha-punta y la punta de la flecha, donde se observa que no hay grabado lateral de las estructuras y que la resina ma-N 490 enmascaró correctamente el proceso de grabado de la flecha, ya que no hubo grabado del metal. Por otro lado, del lado derecho a 20X de magnificación, con enfoque a la parte inferior, se observa un grabado anisotrópico vertical que es lo que se busca con este sistema de grabado selectivo profundo.

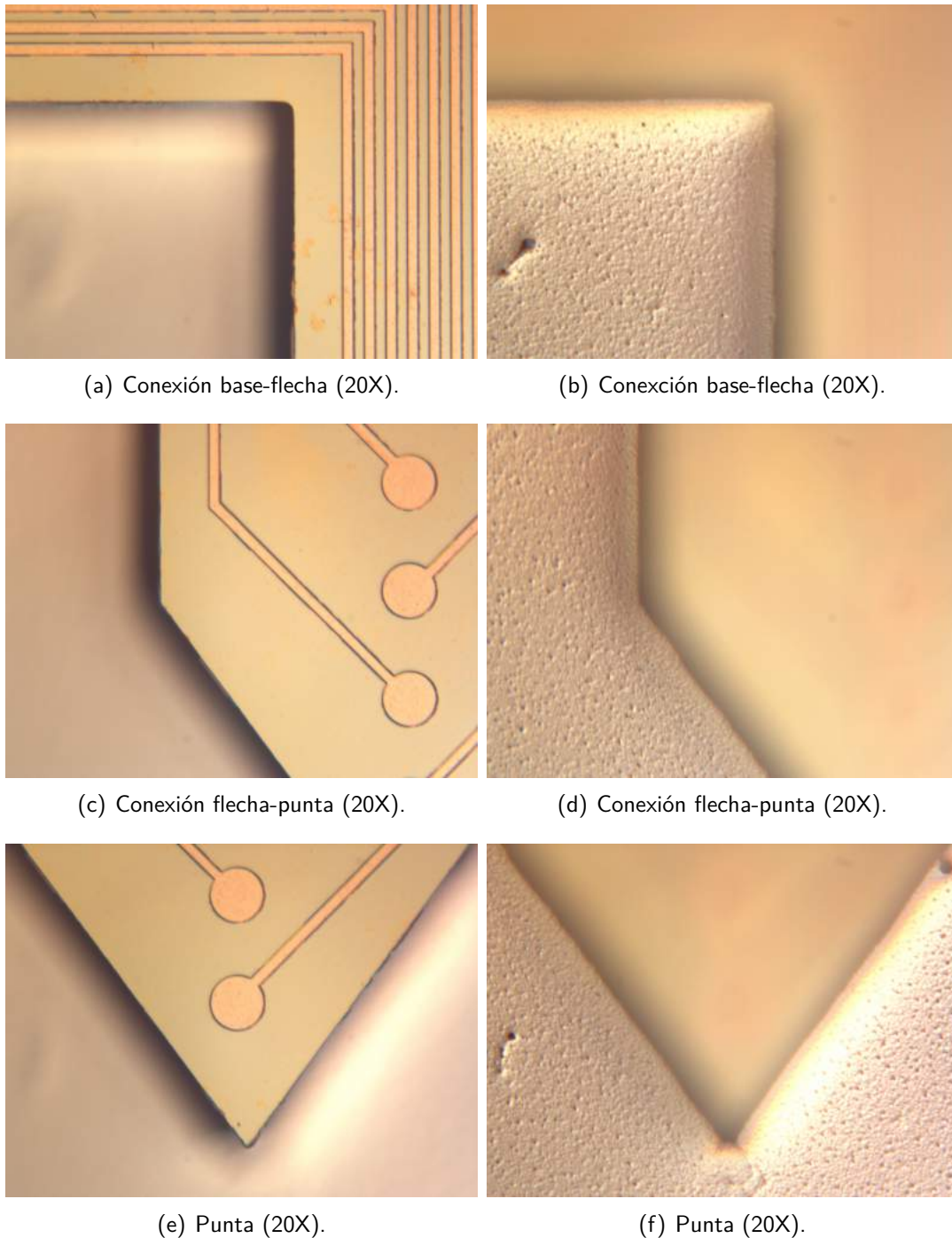


Figura 4.18: Grabado de las flechas de silicio (vista superior e inferior).

En la Figura 4.19 se muestran las obleas en estado físico final íntegro después del grabado profundo,

donde se puede notar el grabado de silicio en las cavidades. Los restos que se llegan a notar son de metal restante de la etapa de lift-off y en las orillas de la oblea no se realizó grabado de silicio, ya que se enmascaró levemente con resina negativa para pegarla a la oblea soporte de 6" y así permitir el proceso de grabado de silicio en el DRIE.

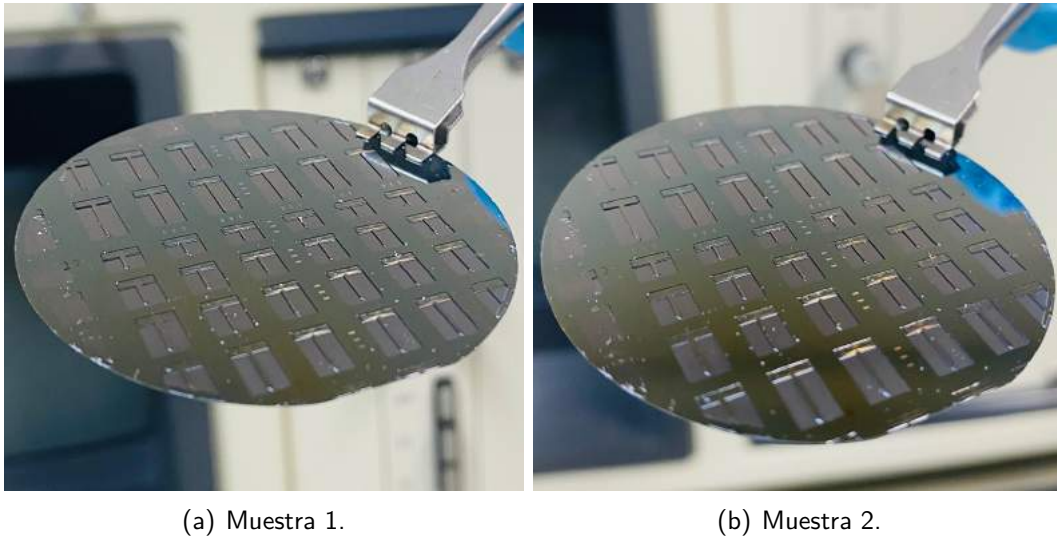


Figura 4.19: Grabado final profundo de silicio en DRIE.

Con respecto a las estructuras metálicas en estas muestras finales, se realizó una segunda medición de espesor para saber si había alguna pérdida de material. Como se muestra en la Figura 4.20, las mediciones se realizaron en los pads de salida que miden  $100 \mu\text{m}$  de ancho y se obtuvo el mismo espesor que en la prueba de lift-off, que es de  $0.76 \mu\text{m}$ .

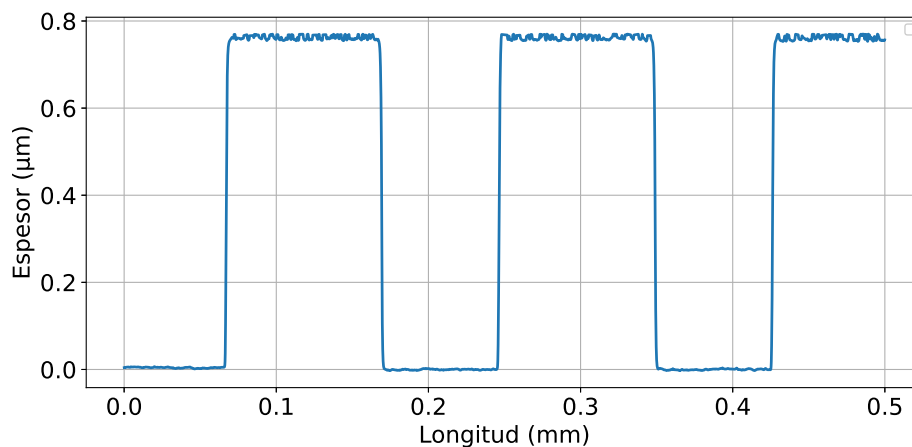


Figura 4.20: Espesor de la capa bimetalítica.

A continuación, se comparan las características morfológicas de la flecha y los pivotes, comparando las dimensiones de la mascarilla con los resultados obtenidos después del grabado de  $\text{SiO}_2$  y de silicio. Se consideran dos anchos de flechas, una de  $400 \mu\text{m}$  y la otra de  $490 \mu\text{m}$ , las cuales dependen del ancho de las pistas de interconexión. Por otro lado, las dimensiones de los pivotes varían de acuerdo con la longitud de la flecha, estos son más anchos para las longitudes mayores; en este caso se consideran

los anchos de 100  $\mu\text{m}$ , 115  $\mu\text{m}$  y 120  $\mu\text{m}$  que corresponden a las flechas de 2 mm, 4 mm y 5 mm, respectivamente.

En cuanto a las dimensiones del ancho de la flecha, después del grabado de  $\text{SiO}_2$  hay una reducción máxima de 1.25 % y después del grabado del Si, un 1.75 %. En el caso de los pivotes, hay una variación máxima de 8.6 % después del grabado del  $\text{SiO}_2$  y 10 % de grabado lateral de la parte inferior y 12.5 % de la parte superior después del grabado de silicio, lo que nos indica que hay un pequeño grabado isotrópico, ya que la parte inferior es más pequeña que la parte superior. En la Tabla 4.4 se presentan los resultados dimensionales.

Tabla 4.4: Caracterización de dimensiones después del grabado.

Muestra	Flecha			Pivote Superior/Inferior		
	Mascarilla	Grabado $\text{SiO}_2$	Grabado Si	Mascarilla	Grabado $\text{SiO}_2$	Grabado Si
N6	400/490	400/490	399/488	115	120	125/120
N17	400/490	397/487	395/485	100	100	100/95
N24	400/490	395/485	393/482	120	125	135/132

#### 4.2.4. Resultados del análisis con el SEM

A continuación, se muestran los resultados de las imágenes obtenidas mediante el microscopio de barrido electrónico SEM.

En la Figura 4.21 se muestran 3 diferentes chips (2, 2A, 3) desde una vista superior y frontal o lateral. Se eligieron diferentes chips, para observar las diferencias en cuanto a tamaño del chip, tamaño en las dimensiones de la flecha y de las pistas de interconexión.

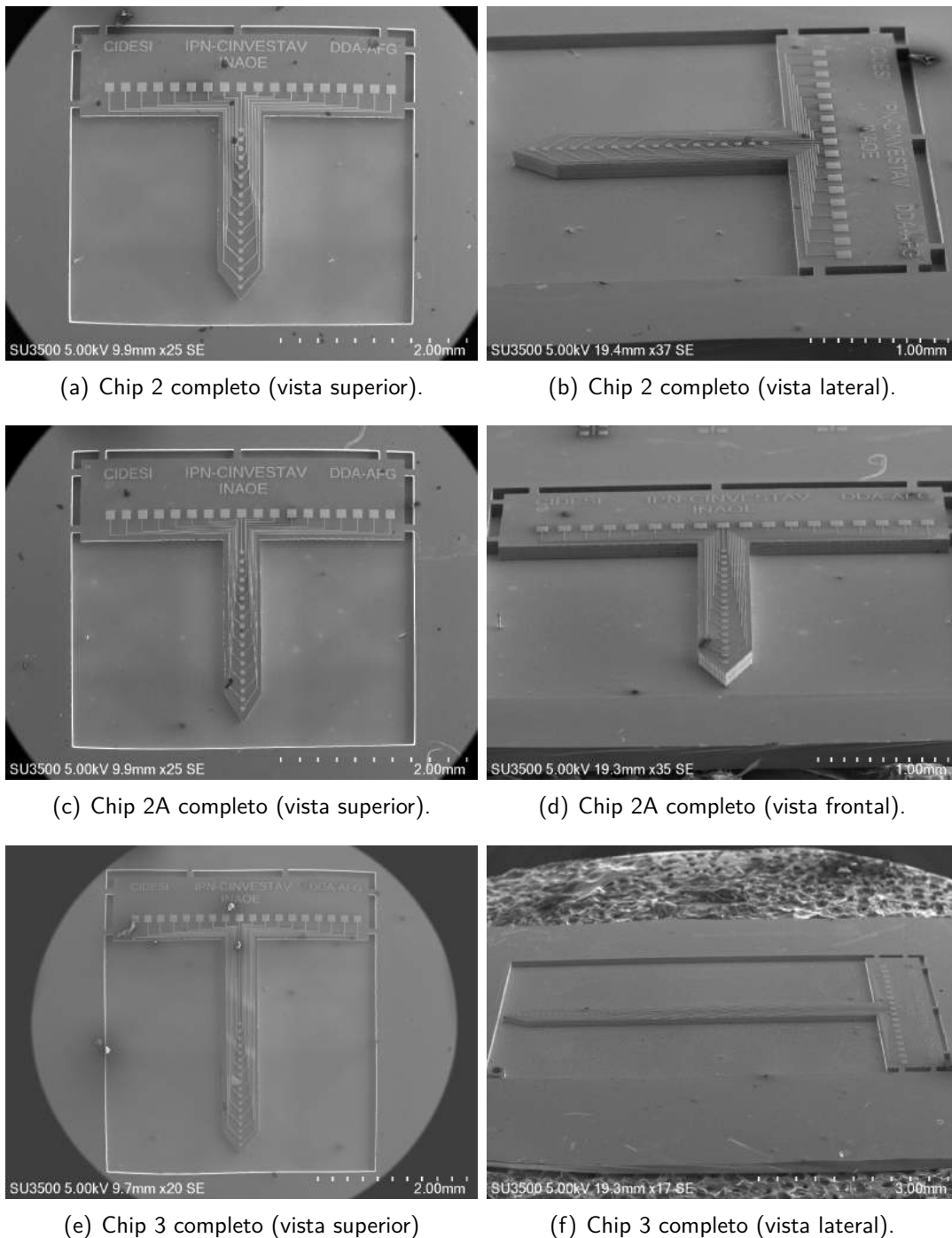


Figura 4.21: Fotografías SEM de diferentes chips.

En cuanto a la punta de la flecha; en la Figura 4.22(a), se le observa desde una vista superior, la cual cumple con el ángulo de inserción adecuado para este proceso, en la Figura 4.22(b) se observa la punta desde una vista lateral, donde se nota que el grabado fue anisotrópico, ya que no perdió definición la punta. En la Figura 4.22(c) se muestra la punta desde una vista frontal, y se puede observar que está totalmente definida, con un grabado anisotrópico vertical, sin grabado lateral evidente en la estructura que cause afectación en los patrones metálicos más cercanos. En la Figura 4.22(d) se observa la misma punta, pero con mayor magnificación.

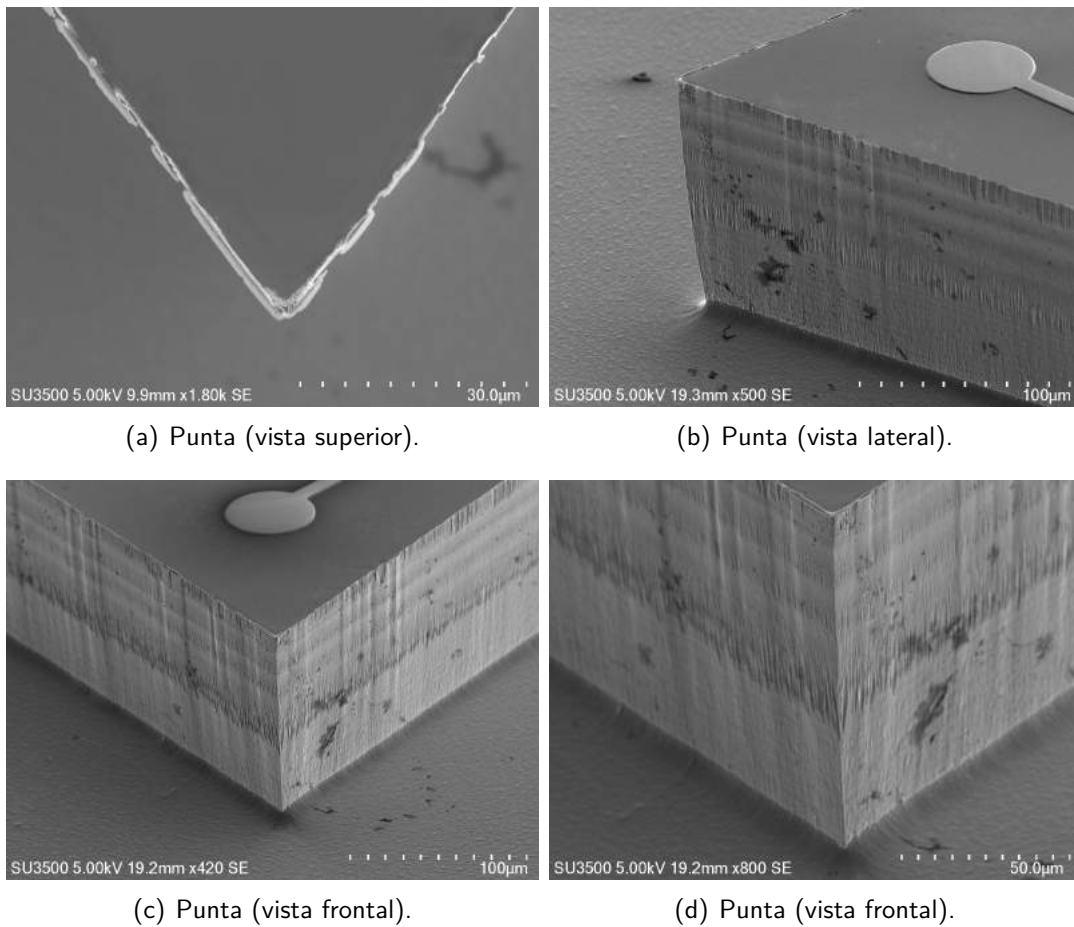
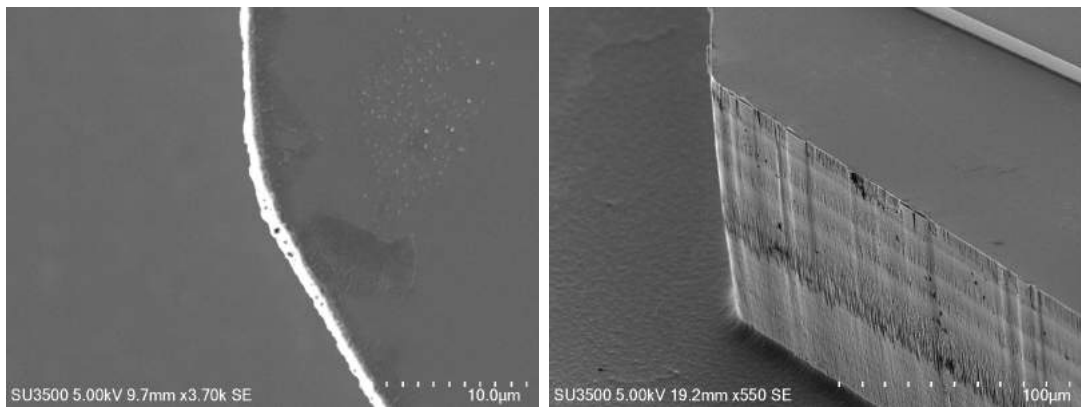


Figura 4.22: Fotografías SEM de la punta.

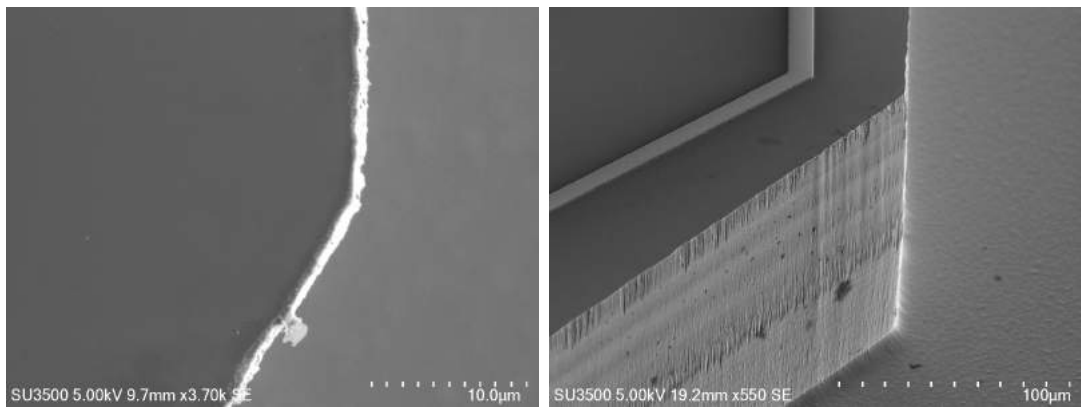
Otra de las partes importantes por analizar en el micromaquinado de silicio, es el ángulo que surge al inicio de la punta con el final de la parte recta de la flecha. En las Figuras 4.23(a)-4.23(b) se observa el ángulo izquierdo y en las Figuras 4.23(c)-4.23(d) el ángulo derecho; en ambos casos, se puede notar que no hubo grabado lateral significativo que modificara estos ángulos. Y en las Figuras 4.23(e)-4.23(f) se observa este ángulo desde una vista lateral, con menor magnificación, lo que permite visualizar la flecha totalmente definida.





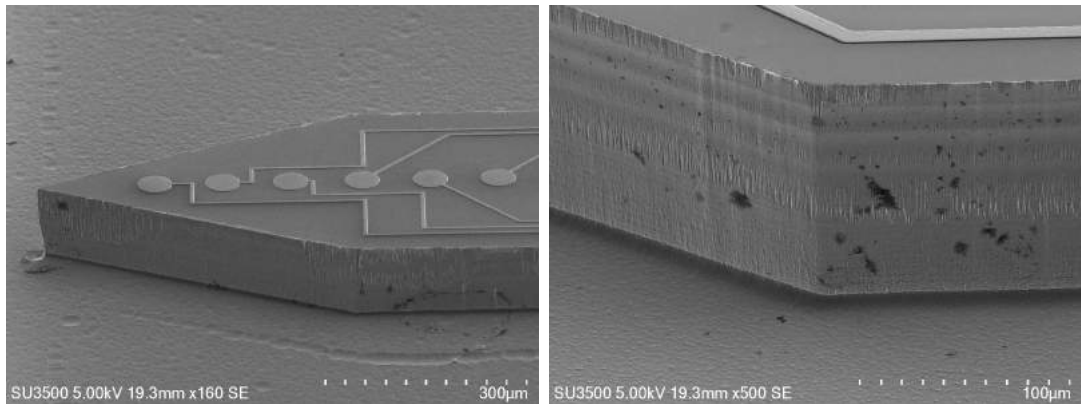
(a) Conexión flecha-punta izquierda (vista superior).

(b) Conexión flecha-punta izquierda (vista frontal).



(c) Conexión flecha-punta derecha (vista superior).

(d) Conexión flecha-punta derecha (vista lateral).



(e) Conexión flecha-punta izquierda (vista lateral).

(f) Conexión flecha-punta izquierda (vista lateral).

Figura 4.23: Fotografías SEM de la definición flecha-punta.

En la Figura 4.24 se muestran las estructuras de prueba, pistas de interconexión, sitio de registro y pad de salida, en las cuales se observa que la capa bimetálica no perdió definición después del grabado del silicio en el DRIE.

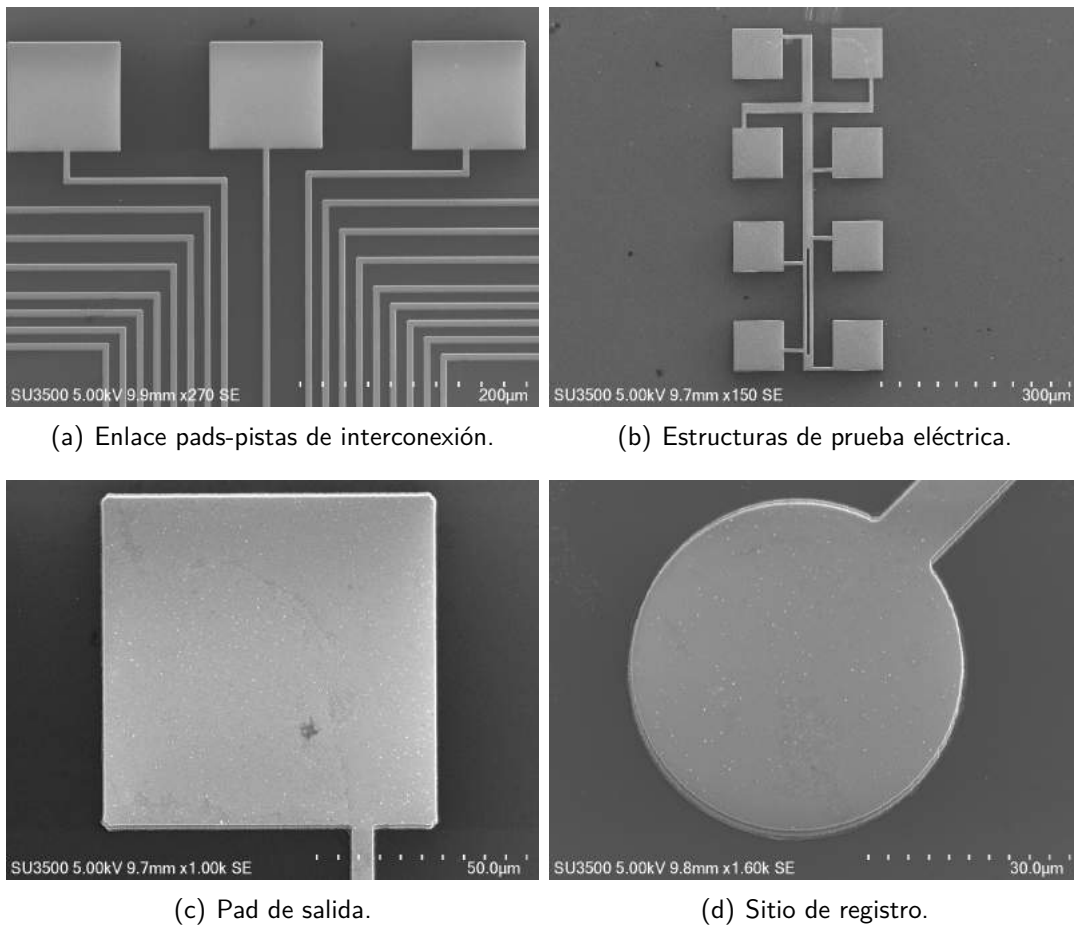


Figura 4.24: Fotografías SEM de diferentes partes de las estructuras metálicas.

Por último, en la Figura 4.25 se muestra un pivote, con vista superior y frontal. El cual muestra una adecuada definición en el grabado profundo, se observa el grabado anisotrópico y que las esquinas presentan una mínima redondez.

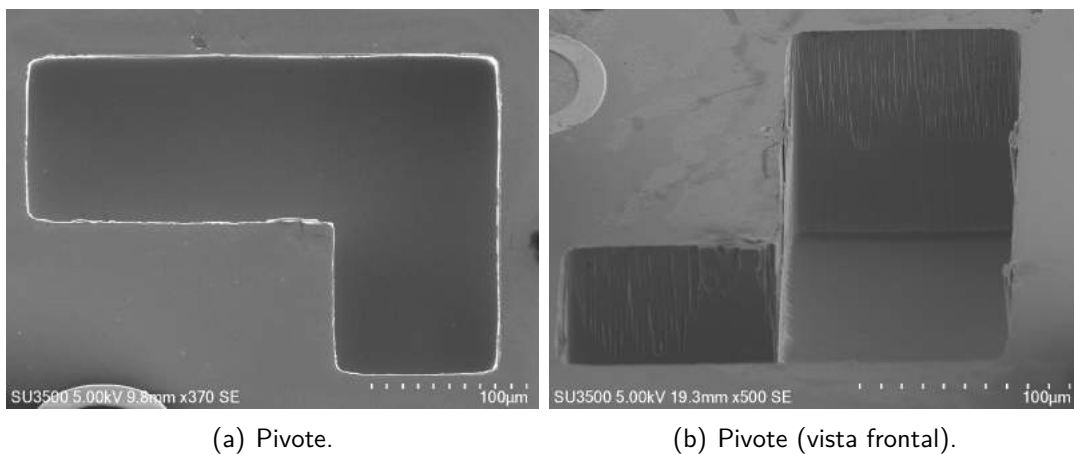


Figura 4.25: Fotografías SEM del pivote.

### 4.3. Discusión de los resultados preliminares

A continuación, se mencionan las pruebas iniciales que se realizaron para el proceso de fabricación de microelectrodos de silicio.

#### 4.3.1. Grabado húmedo con KOH

Inicialmente, se comenzó con el micromaquinado de silicio mediante el grabado húmedo en KOH al 45 % y posteriormente, la definición de las estructuras metálicas. Dichas pruebas se realizaron con las mascarillas del trabajo de [1].

Antes del micromaquinado de silicio, se realiza la limpieza general de las obleas, se continua con la oxidación en horno con una atmósfera de vapor de agua a 1100°C durante 2 horas y 30 minutos de densificado a base de *Nitrogeno*, con ello se obtiene un óxido grueso para enmascarar un tiempo largo de grabado. Posteriormente, se realiza la litografía de la estructura tridimensional de la flecha. Se utilizó la resina negativa ma-N 1420 a 3000 rpm y se reveló con el revelador ma-D 533/s. En la Figura 4.26 se observan los resultados obtenidos del microscopio óptico de la base y la punta de la flecha, en los cuales se determina una litografía adecuada que define correctamente la estructura tridimensional de la flecha.

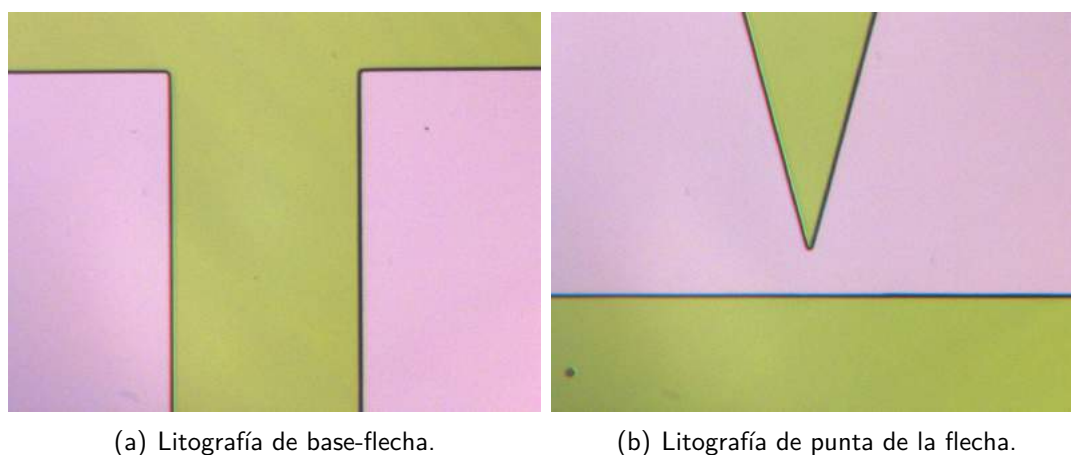
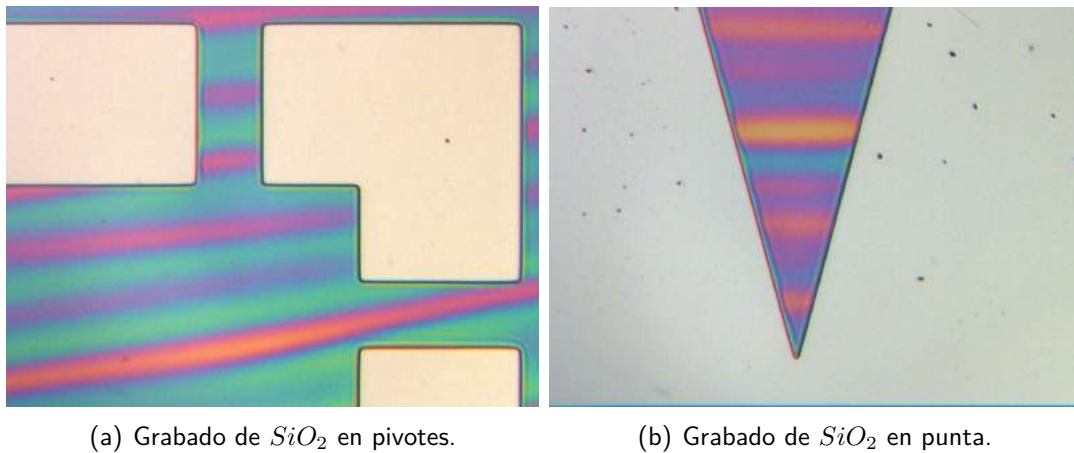


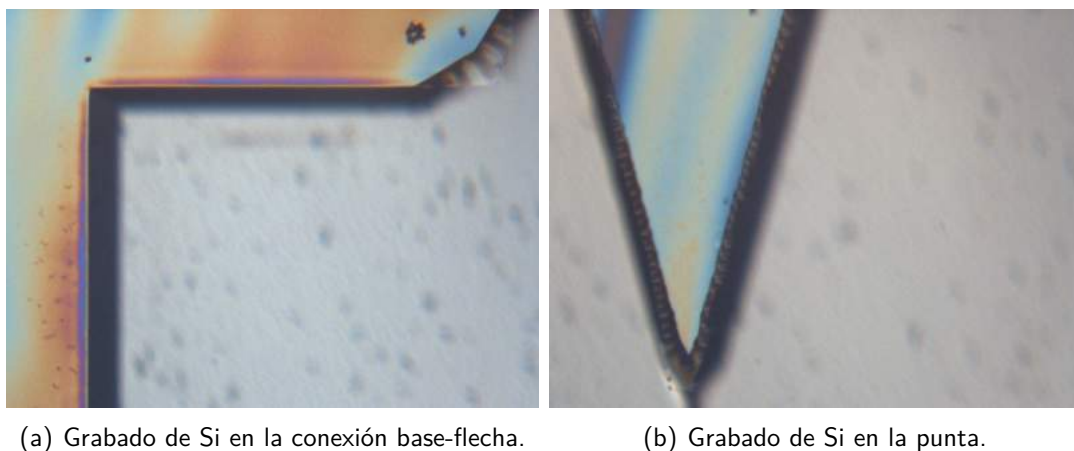
Figura 4.26: Litografía para grabado del óxido de silicio.

Al concluir con la rutina de litografía, se realiza una limpieza a base de plasma de oxígeno durante 4 minutos en el sistema microRIE para eliminar posibles restos de resina en las cavidades donde se pretende grabar el Si. Después, se inicia el grabado del  $SiO_2$ , utilizando  $CF_4$  durante 20 minutos, debido a que el espesor del óxido es de 800 nm, el tiempo de grabado fue mayor a 15 minutos. El grabado resultó eficiente, sin embargo, en las orillas de la estructura del microelectrodo (Figura 4.27), se observa un leve grabado lateral del óxido (bordes de resina ligeramente gruesos).

(a) Grabado de  $SiO_2$  en pivotes.(b) Grabado de  $SiO_2$  en punta.Figura 4.27: Grabado de  $SiO_2$ .

Para finalizar esta etapa, se realiza el micromaquinado de silicio mediante el grabado húmedo en una solución acuosa de hidróxido de potasio (KOH) al 45 % a 60°C en baño María. Antes de introducir las obleas al KOH, se introducen en Buffer 7:1 ("dip" de grabado por 2 segundos) para eliminar los restos de  $SiO_2$  nativo de las cavidades.

La Figura 4.28(a) muestra el grabado de silicio después de 4 horas en KOH. Se puede observar que la esquina de la base de la flecha perdió totalmente el ángulo recto, debido a la presencia de los planos cristalinos rápidos. Las paredes que definen los bordes rectos del electrodo muestran una pared inclinada a 54° correspondiente a la presencia de los planos (1 1 1). En la Figura 4.28(b) se observa que la punta tuvo un importante grabado lateral e incluso la punta ya no tiene el ángulo de inserción inicial, este tipo de grabado corresponde a la influencia de los planos cristalinos rápidos, que como su nombre lo dice, su influencia tiende a modificar la geometría de los patrones geométricos.



(a) Grabado de Si en la conexión base-flecha.

(b) Grabado de Si en la punta.

Figura 4.28: Grabado de Si con KOH.

Se realizaron pruebas de perfilometría y se obtuvo una profundidad de grabado de 36  $\mu\text{m}$  (en este caso representa el grosor de la flecha). Estos experimentos demostraron que el diseño dimensional general de los microelectrodos no fue realizado considerando algunos efectos de grabado lateral, si es que el grabado de la flecha se realiza con grabantes acuosos anisotrópicos. Por ello se decidió explorar una nueva herramienta en nuestra infraestructura, que es el caso del grabado con plasma de alta potencia.

### 4.3.2. Lift-Off

Posterior al grabado de silicio, se prosiguió con la litografía de las estructuras de metal. Para la cual, se utilizó la misma resina ma-N 1420 a 3000 rpm y el revelador ma-D 53/s; sin embargo, en el revelado no se eliminó la resina del fondo de las cavidades, como se muestra en la Figura 4.29(a), lo que produce complicaciones serias para los procedimientos posteriores de fabricación y grabado. Por otro lado, en la Figura 4.29(b), se observa que la resina presenta variaciones en su grosor, siendo evidenciado por la zona con franjas en el borde izquierdo.

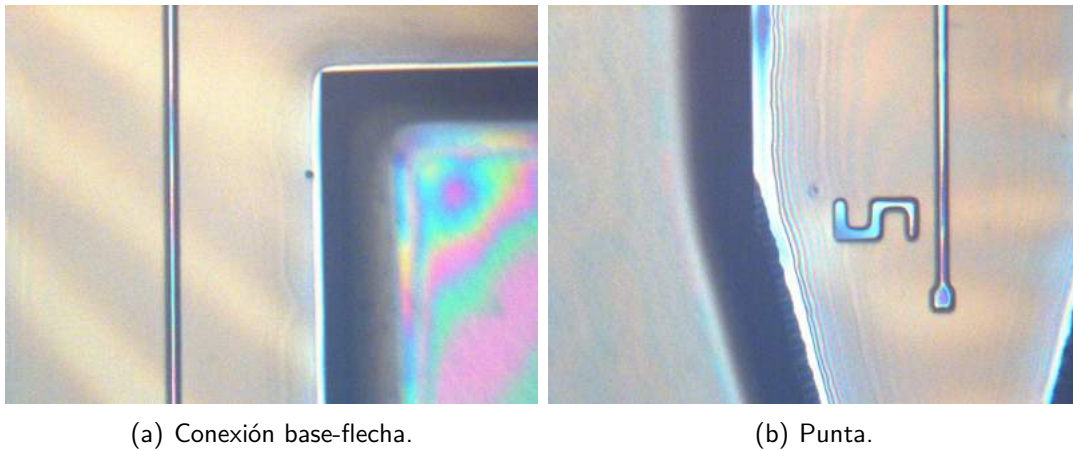


Figura 4.29: Litografía para capa bimetálica.

Finalmente, se realizó la evaporación de metal con un espesor de  $0.5 \mu\text{m}$  de Al y  $0.3 \mu\text{m}$  de Ti. Después, se continuó con la eliminación de la resina de sacrificio en acetona durante 30 minutos en el vibrador ultrasónico. En la Figura 4.30, se observa como quedaron restos de metal, aún después de un mayor tiempo en acetona. Esto ocurrió debido a que el metal, se depositó de manera anómala en las paredes de la resina. En general estos problemas de litografía y revelado de las resinas, ocurren porque la litografía que inicia con el depósito de la resina se desarrolla sobre los patrones con relieves profundos, que inciden en un depósito desuniforme de la resina, alterando el procedimiento de exposición y revelado.

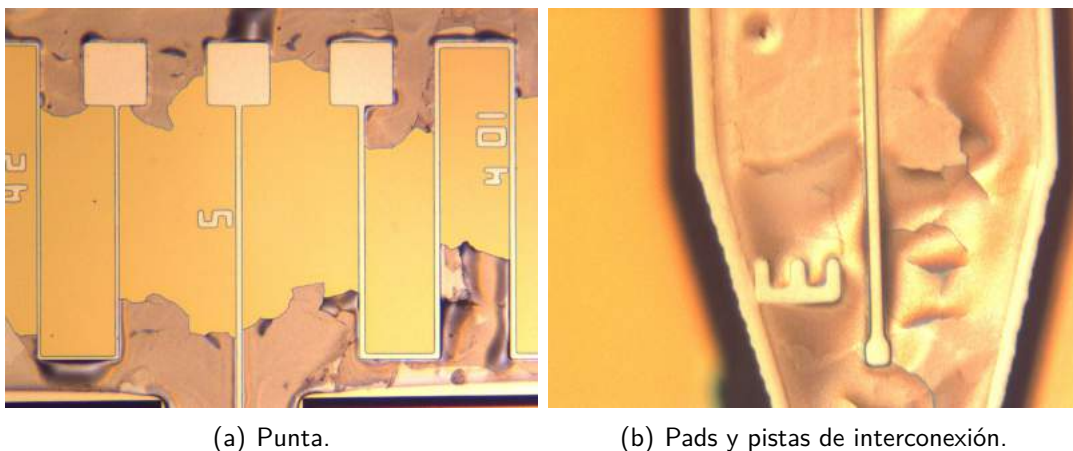


Figura 4.30: Eliminación incompleta de la resina de sacrificio.

Esta es una síntesis de los problemas preliminares que se presentan cuando se intenta desarrollar proce-

dimientos de litografía sobre superficies con cavidades profundas.



Para este proyecto de investigación, la fase inicial consiste en la propuesta y desarrollo del proceso de fabricación de los microelectrodos de silicio, considerando el uso de equipos de grabado seco, para mejorar el control dimensional de los dispositivos. Por lo anterior el proceso incluyó los siguientes pasos generales:

1. Oxidación térmica del silicio.
2. 1a fotolitografía "lift off", para definir las pistas de metal.
3. 2a litografía para definir el perfil de las flechas con dos etapas de grabado seco.
4. Depósito de poliimida y 3a litografía para definir los sitios de registro.
5. Liberación mecánica de los microelectrodos.

Estas etapas de fabricación se desarrollaron en diferentes grados de avance, con sus respectivas etapas de caracterización. Los resultados principales se presentan a continuación.

El desarrollo de los microelectrodos se llevó a cabo en los Laboratorios de Innovación en MEMS (LI-MEMS) y de Microelectrónica del INAOE. En dicha fabricación se emplearon las técnicas de litografía, evaporación de metal por PVD, grabado seco con plasma en el sistema microRIE y grabado profundo con plasma en el sistema DRIE.

En el proceso de fabricación con el primer nivel de fotolitografía, que corresponde a la capa bimetálica, se caracterizó la etapa de lift-off utilizando la resina negativa ma-N 1420, la cual, para obtener resultados óptimos, requiere de un promotor de adherencia. En cuanto a la eliminación de la resina de sacrificio se realizó durante 20 minutos en acetona para disolver la totalidad de la resina recubierta con metal. En esta primera etapa se obtuvo una capa bimetálica con un margen de error de 5 % y las pistas bimetálicas no presentaron variaciones espaciales en sus dimensiones.

Respecto al segundo nivel, cuyo objetivo es definir patrones gruesos de resina, en la etapa de litografía se realizaron pruebas preliminares con la resina AZ 15nxt, la cual después de algunas pruebas de grabado fue difícil de remover; por lo tanto, se realizaron pruebas con la resina negativa ma-N 490, con la que



se obtuvo un espesor de  $11.1 \mu\text{m}$ , el ideal para el proceso de grabado profundo con el sistema DRIE. El grabado preliminar de óxido se realizó con grabado seco en el sistema microRIE, durante 5 minutos, ya que la capa de  $\text{SiO}_2$  es de 200 nm. Las flechas tridimensionales después de este grabado resultaron con una reducción en ancho del 1.25 %.

Por otra parte, para el grabado profundo en el sistema DRIE, se realizaron pruebas para conocer el número de ciclos necesarios para grabar una profundidad mayor a  $100 \mu\text{m}$ . Es importante considerar que este equipo no se ha utilizado de manera rutinaria. Las mejores pruebas mostraron que después de 160 ciclos los parámetros de las fuentes RF se salían de control; por lo que estos fueron los ciclos máximos y se obtuvo una profundidad de  $127 \mu\text{m}$  en 40 minutos. Un aspecto positivo, es que la resina negativa que funcionó como enmascarante de las estructuras bimetálicas no fue consumida. Además, las dimensiones de las flechas después del grabado de silicio disminuyeron en ancho un 1.75 %. Este conjunto de pruebas de grabado profundo servirán de experiencia para mejorar las condiciones finales de grabado.

Finalmente, se obtuvo un microelectrodo tridimensional con grabado anisotrópico controlado, sin grabado lateral significativo que afectara las estructuras metálicas, las paredes se obtuvieron sin rugosidades y el bisel no perdió su ángulo de inserción. Además, los pads, sitios de registro y las pistas de interconexión no perdieron definición después del grabado profundo en el sistema DRIE, por lo tanto, la resina elegida funcionó correctamente como enmascarante.

Parte del trabajo inmediato será liberar las micropuntas, para poder emprender las pruebas preliminares de inserción, considerando que las pruebas eléctricas realizadas en las pistas metálicas, resultaron positivas.

## 5.1. Trabajo a Futuro

Como trabajo a futuro se propone lo siguiente:

1. Caracterizar el material de recubrimiento (poliimida 2610) para obtener una capa menor a  $2 \mu\text{m}$ .
2. Realizar la etapa de fabricación del nivel 3, que consta en recubrir los dispositivos de poliimida y dejar libre el área efectiva de los sitios de registro.
3. Utilizar obleas de  $200 \mu\text{m}$  de grosor, adelgazarlas  $100 \mu\text{m}$  por la parte posterior en grabado húmedo a base de hidróxido de potasio (KOH). Realizar la litografía de lift-off y posteriormente, el grabado de silicio en el sistema de alta potencia DRIE, con un número de ciclos que atraviesen las obleas en el área de las cavidades, dejando únicamente a la flecha unida a los pivotes.
4. Re-diseñar la mascarilla del nivel 2, donde la estructura 3D de la flecha esté unida a la oblea por medio de 3 pivotes, uno en el lado izquierdo, uno superior y uno en el lado derecho. Además, el ancho de estos que sea de  $50 \mu\text{m}$  o  $30 \mu\text{m}$ , para que la liberación de la flecha no se complique por el número de pivotes y sus dimensiones.
5. Desarrollar pruebas in vitro.
6. Proponer un sistema de encapsulado para que sea posible la conexión a un sistema de amplificación de señales.

---

## Referencias

---

- [1] J. E. A. Puerto and W. C. Arriaga, "Fabricación y caracterización eléctrica de microelectrodos de silicio para registro de señales nerviosas," *Mexican Journal of Biomedical Engineering*, vol. 24, no. 2, pp. 126–134, 2003.
- [2] M. J. Madou, *Fundamentals of microfabrication and nanotechnology III*. CRC Press, 2011.
- [3] S. S. Saliternan, *Fundamentals of BioMEMS and Medical Microdevices*. SPIE PRESS, 2006.
- [4] R. Bashir, "Biomems: state of the art in detection, opportunities and prospects," *Advanced Drug Delivery Reviews*, vol. 56, no. 11, pp. 1565–1586, 2004.
- [5] G. A. Urban, *BioMEMS*. Springer, 2006.
- [6] A. Folch, *Introduction to BioMEMS*. CRC Press, 2013.
- [7] S. M. Wellman, J. R. Eles, K. A. Ludwig, J. P. Seymour, N. J. Michelson, W. E. McFadden, A. L. Vazquez, and T. D. Kozai, "A materials roadmap to functional neural interface design," *Advanced functional materials*, vol. 28, no. 12, p. 1701269, 2018.
- [8] Ö. Erdem, I. Eş, G. A. Akceoglu, Y. Saylan, and F. Inci, "Recent advances in microneedle-based sensors for sampling, diagnosis and monitoring of chronic diseases," *Biosensors*, vol. 11, no. 9, p. 296, 2021.
- [9] P. Y. Sedeño and J. M. P. Carrazón, "Microelectrodos: nuevas posibilidades de la electroquímica analítica," in *Anales de la Real Sociedad Española de Química*, no. 4, pp. 19–28, Real Sociedad Española de Química, 2001.
- [10] K. Seidl, M. Schwaerzle, I. Ulbert, H. P. Neves, O. Paul, and P. Ruther, "Cmos-based high-density silicon microprobe arrays for electronic depth control in intracortical neural recording—characterization and application," *Journal of microelectromechanical systems*, vol. 21, no. 6, pp. 1426–1435, 2012.
- [11] A. F. García, "Diseño de microelectrodos de estado sólido para el registro de señales neuronales," Master's thesis, Instituto Politécnico Nacional, 2020.

- 
- [12] R. Limbocker, S. Errico, D. Barbut, T. P. Knowles, M. Vendruscolo, F. Chiti, and M. Zaslhoff, "Squalamine and trodusquemine: two natural products for neurodegenerative diseases, from physical chemistry to the clinic," *Natural Product Reports*, 2022.
- [13] UNAM-DGCS, "Se triplicarían los casos de alzheimer en 2050." [En línea]. Disponible en: [https://www.dgcs.unam.mx/boletin/bdboletin/2021\\_505.html](https://www.dgcs.unam.mx/boletin/bdboletin/2021_505.html), Junio 2021. [Accedido: 24-03-22].
- [14] B. D. Gerard J. Tortora, *Principios de Anatomía y Fisiología*. Panamerica, 2006.
- [15] J. E. H. Arthur C. Guyton, *Tratado de Fisiología Médica*. Elsevier, 2011.
- [16] J. C. L. A. Francisco Javier Calderón Montero, *Neurofisiología aplicada al deporte*. Tébar, 2002.
- [17] S. I. Fox, *Fisiología Humana*. McGraw Hill, 2013.
- [18] R. Cardenas, "Composición del sistema nervioso." [En línea]. Disponible en: <https://www.drrubencardenas.com/sistema-nervioso/>.
- [19] J. A. F. Tresguerres, *Fisiología Humana*. McGraw Hill, 2005.
- [20] I. Lemus-Aguilar, J. Bargas, F. Tecuapetla, E. Galárraga, and L. Carrillo-Reid, "Diseño modular de instrumentación virtual para la manipulación y el análisis de señales electrofisiológicas," *Revista Mexicana de Ingeniería Biomédica*, vol. 27, no. 2, pp. 82–92, 2006.
- [21] S. F. Davis, A. D. Kaye, et al., *Principles of neurophysiological assessment, mapping, and monitoring*. Springer, 2020.
- [22] L. K. G. H. y L. C. Bhatti, A., *Emerging Trends in Neuro Engineering and Neural Computation*. BioEngineering, Springer, 2017.
- [23] A. A. Boulton, G. B. Baker, and C. H. Vanderwolf, *Neurophysiological techniques: applications to neural systems*, vol. 15. Springer, 1990.
- [24] M. A. D. Villaseñor, S. S. Cruz, S. A. Iniesta, and J. P. Ruiz, *Sistema de medición automático para caracterización de microestructuras*. PhD thesis, Tesis Licenciatura, Facultad de Ciencias de la Electrónica, BUAP, 2006.
- [25] T. James, M. S. Mannoor, and D. V. Ivanov, "Biomems—advancing the frontiers of medicine," *Sensors*, vol. 8, no. 9, pp. 6077–6107, 2008.
- [26] M. F. Rashid Bashir, Steve Wereley, *Biomolecular Sensing, Processing and Analysis*. Springer, 2006.
- [27] J. W. Judy, "Biomedical applications of mems," in *Measurement and Science Technology Conference, Anaheim, CA*, pp. 403–414, 2000.
- [28] M. F. Duarte Ávila Maciel et al., "Estudio de biomems en México a través de los procesos de la cadena de valor: caso leucemia," Master's thesis, Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey, 2006.
- [29] R. G.-R. Samira Hosseini, Michelle Alejandra Espinosa-Hernandez, *BioMEMS. Biosensing Applications*. Springer, 2021.

- 
- [30] A. M. J. AMY C. RICHARDS GRAYSON, REBECCA S. SHAWGO, "A biomems review: Mems technology for physiologically integrated devices," *IEEE Xplore*, vol. 92, no. 1, pp. 6–21, 2004.
- [31] P. S. Gungor-Ozkerim, I. Inci, Y. S. Zhang, A. Khademhosseini, and M. R. Dokmeci, "Bioinks for 3d bioprinting: an overview," *Biomaterials science*, vol. 6, no. 5, pp. 915–946, 2018.
- [32] M. Fleischmann and S. Pons, "The behavior of microelectrodes," *Analytical Chemistry*, vol. 59, no. 24, pp. 1391A–1399A, 1987.
- [33] C. June, "Kensall d. wise: Michigan, mems and microsystems," *Electrical & Computer Engineering*, pp. 42–49, 2012.
- [34] D. Banks, D. Ewins, W. Balachandran, and P. Richards, "A modelling study on the effects of the geometry of recording sites on neural signal transduction," in *Proceedings of 17th International Conference of the Engineering in Medicine and Biology Society*, vol. 2, pp. 1671–1672, IEEE, 1995.
- [35] I. Montenegro, M. A. Queirós, and J. L. Daschbach, *Microelectrodes: theory and applications*, vol. 197. Springer Science & Business Media, 2012.
- [36] Microresist technology, *ma-N 400 and ma-N 1400 - Negative Tone Photoresists*.
- [37] TAZMO, "Slit coater." [En línea]. Disponible en: <https://www.tazmoinc.com/slit-coater.html>.
- [38] M. J. Madou, *Fundamentals of Microfabrication: The Science of Miniaturization*. CRC PRESS, 2002.
- [39] T. I. Awan, A. Bashir, and A. Tehseen, *Chemistry of Nanomaterials: Fundamentals and Applications*. Elsevier, 2020.
- [40] S. Franssila, *Introduction to microfabrication*. John Wiley & Sons, 2010.
- [41] N. P. Mahalik, *Micromanufacturing and nanotechnology*. Springer, 2006.
- [42] R. Zaouk, B. Y. Park, and M. J. Madou, "Introduction to microfabrication techniques," in *Microfluidic Techniques*, pp. 5–15, Springer, 2006.
- [43] J. J. M. Orrego, *Electricidad I. Teoría básica y prácticas*. Marcombo, 2007.
- [44] C. Álvarez Macías, "Micromaquinado de silicio monocristalino mediante grabado seco," Master's thesis, Instituto Nacional de Astrfísica, Óptica y Electrónica, 2007.
- [45] H. H. Gatzen, V. Saile, and J. Leuthold, "Micro and nano fabrication," *Springer, Berlin, Heidelberg*, vol. 1, no. 3, pp. 5–2, 2015.



---

## Proceso de fabricación

---

El proceso de fabricación de los microelectrodos para el registro de señales neuronales extracelulares se desarrolla en obleas de 2" de diámetro con un espesor de  $200 \mu\text{m} \pm 25 \mu\text{m}$ . Los dispositivos son puntas tridimensionales de silicio que contienen 18 pads de salida conectados por medio de pistas de interconexión a los sitios de registro, los cuales son definidos con una capa bimetálica de Al/Ti.

A continuación, se detalla el proceso de fabricación de dichos dispositivos.

### A.1. Nivel 1

#### a) Limpieza general

- *Desengrasado*
  - Introducir las obleas en TCE en vibrador ultrasónico durante 10 minutos.
  - Introducir las obleas en acetona en vibrador ultrasónico durante 10 minutos.
  - Enjuagar las obleas en agua D.I. (3 veces).
  - Sumergir las obleas en HF (7:1) durante 10 segundos.
  - Enjuagar las obleas en agua D.I. (3 veces).
- *Limpieza estándar RCA'S*
  - Introducir las obleas en RCA I durante 17 minutos.
  - Enjuagar las obleas en agua D.I. (3 veces).
  - Introducir las obleas en RCA I durante 17 minutos.
  - Enjuagar las obleas en agua D.I. (3 veces).
- *Sistema súper Q*
  - Introducir las obleas al sistema Q durante 10 minutos.
  - Secar las obleas en la centrifugadora durante 5 minutos a 700 rpm.

#### b) Oxidación de silicio

- *Condiciones*
  - Atmósfera de vapor de agua a 1000°C.
  - 27 minutos.
  - 20 minutos de densificado a base de nitrógeno.

c) Fotolitografía

- *Condiciones del depósito de TI-PRIME*
  - Spinner a 4000 rpm.
  - Giro inicial: 12 segundos.
  - Meseta: 30 segundos.
  - Giro final: 10 segundos.
  - Evaporación: 2 minutos en parrilla a 120°C.
- *Condiciones del depósito de la resina ma-N 1420*
  - Spinner a 3000 rpm.
  - Giro inicial: 12 segundos.
  - Meseta: 30 segundos.
  - Giro final: 6 segundos.
  - Pre-bake en horno convencional a 95°C durante 10 minutos.
  - Dejar reposar la resina al menos 20 minutos.
- *Condiciones de la exposición en alineadora*
  - Exposición de la mascarilla 1 durante 12 segundos.
  - 3 ciclos por 4 segundos cada uno.
- *Condiciones del revelado de resina*
  - Introducir las obleas al revelador ma-D 533/s durante 50 segundos.
  - Enjuagar las obleas en agua D.I. (3 veces).
  - Secar las obleas en flujo laminar.
  - Post-bake en horno convencional a 95°C durante 3 minutos.

d) Evaporación de metal

- *Condiciones de limpieza en plasma en el sistema  $\mu$ RIE*
  - Potencia: 300 watts.
  - Presión: 100 mTorr.
  - Gas: oxígeno.
  - Tiempo: 6 minutos.
- *Condiciones de la evaporación de metal*
  - Depositar 0.5  $\mu$ m de aluminio.
  - Depositar 0.3  $\mu$ m de titanio.

e) Eliminación de la resina de sacrificio

- *Condiciones*
  - Introducir las obleas en acetona en vibrador ultrasónico durante 20 minutos.
  - Enjuagar las obleas en agua D.I. (3 veces).
  - Secar las obleas en la centrifugadora durante 5 minutos a 700 rpm.

## A.2. Nivel 2

### a) Fotolitografía

- *Condiciones del depósito de TI-PRIME*
  - Spinner a 4000 rpm.
  - Giro inicial: 12 segundos.
  - Meseta: 30 segundos.
  - Giro final: 10 segundos.
  - Evaporación: 2 minutos en parrilla a 120°C.
- *Condiciones del depósito de la resina ma-N 490*
  - Spinner a 3000 rpm.
  - Giro inicial: 25 segundos.
  - Meseta: 30 segundos.
  - Giro final: 15 segundos.
  - Pre-bake en horno convencional a 85°C durante 15 minutos.
- *Condiciones de la exposición en alineadora*
  - Exposición de la mascarilla 2 durante 50 segundos.
  - 2 ciclos por 25 segundos cada uno.
- *Condiciones del revelado de resina*
  - Introducir las obleas al revelador ma-D 533/s durante 2 minutos.
  - Enjuagar las obleas en agua D.I. (3 veces).
  - Secar las obleas en flujo laminar.
  - Post-bake en parrilla a 45°C durante 5 minutos.

### b) Grabado del óxido en plasma

- *Condiciones de limpieza en plasma en el sistema  $\mu$ RIE*
  - Potencia: 300 watts.
  - Presión: 100 mTorr.
  - Gas: oxígeno.
  - Tiempo: 5 minutos.
- *Condiciones del grabado seco en el sistema  $\mu$ RIE*
  - Potencia: 300 watts.
  - Presión: 150 mTorr.



- Gas:  $SF_6$ .
- Tiempo: 5 minutos.

c) Grabado profundo en plasma de alta potencia DRIE. Para obtener un grabado de silicio mayor a  $100 \mu\text{m}$  son necesarios 160 ciclos con las siguientes condiciones.

- *Condiciones de los parámetros del sistema DRIE*

Tabla A.1: Condiciones de los parámetros utilizados en el proceso Bosch.

Parámetro	Paso 1	Paso 2	Paso 3	Paso 4	Paso 5	Paso 6
Presión (mTorr)	30	30	30	30	30	30
Tiempo (s)	15	4	4	4	7	0
$RF_1$ (watts)	25	25	25	25	25	25
$RF_2$ (watts)	700	700	700	750	800	600

- *Condiciones de flujo de los gases utilizados en el proceso Bosch*

Tabla A.2: Condiciones de flujo de los gases utilizados en el proceso Bosch.

Flujo (sccm)	Paso 1	Paso 2	Paso 3	Paso 4	Paso 5	Paso 6
$O_2$	25	25	3	10	20	10
$SF_6$	0	0	1	30	60	10
$C_4F_8$	0	0	70	30	11	30
Ar	25	25	40	40	40	40