

UNIVERSIDAD NACIONAL DE SAN MARTÍN
COMISIÓN NACIONAL DE ENERGÍA ATÓMICA
INSTITUTO DE TECNOLOGÍA
“Prof. Jorge A. Sabato”

DISEÑO CONCEPTUAL, LA SIMULACIÓN Y LA
PRODUCCIÓN A NIVEL DE PROTOTIPO DE
MICRODISPOSITIVO (MEMS) DEL TIPO
ESPECTROMETRÍA DE MOVILIDAD IÓNICA
(IMS)

por Ing. Juan José Ortiz

Directores

Dr. Carlos Lasorsa
Dr. Guillermo Ortiz

(*)Tesis presentada para optar al título de Doctor en Ciencia y Tecnología,
mención Materiales

República Argentina

2013

*Le dedico la presente tesis doctoral a mi familia,
fuente inagotable de apoyo moral, a mis amigos,
sin sus consejos hubiera sido imposible recorrer este
camino.*

Resumen

El presente trabajo doctoral se inició con el pedido del Ministerio de Justicia y Derechos Humanos de la Nación a investigadores de la Comisión Nacional de Energía Atómica para realizar el “Estudio de Prefactibilidad Técnica-Económica, para el desarrollo de prototipos industriales de olfateadores (sniffers) de drogas y explosivos”.

En esta tesis se desarrollaron modelos físicos y numéricos de microdispositivos de generación y detección de iones, los mismos fueron fabricados con las tecnologías aplicadas en microsistemas. Dentro de los modelos físicos que se muestran, se destaca un diseño que logra generar iones de forma localizada, esta propuesta resuelve el problema de identificación de especies que se presenta con el método de flujo cruzado estándar aplicado a esta escala. Mediante una generación lobular de iones localizados, se logra una simplificación sustancial del diseño, este dispositivo integra el sistema de ionización y detección en la escala micrométrica, provee mayor control y escalabilidad para la identificación de compuestos. El modelo desarrollado, representa una mejora para la tecnología de detección de iones por el sistema de flujo cruzado. En el presente trabajo, se logró concretar un modelo numérico compatible con el modelo físico, el que describe la trayectoria de las partículas cargadas desde el sistema de ionización lobular localizada, hasta los detectores de iones, la maqueta virtual es de concepción robusta y bajo costo computacional. La misma cuenta con una interfaz gráfica de usuario (GUI por sus siglas en inglés) sumamente amigable, totalmente desarrollado con software libre. Suministra una idea clara de diseños futuros.

Además se describen los procesos de simulación, fabricación y ensamble de estos modelos. Se incluyen también los sistemas electrónicos de generación de descarga eléctrica pulsada y de medición de cargas eléctricas, junto con esto, se muestra el desarrollo de los elementos que vinculan al microsistema con el medioambiente donde el mismo funciona. Se debe señalar que las distintas partes que conforman el modelo físico de generación y detección localizada de iones, han sido simuladas numéricamente y verificadas experimentalmente, desde los procesos de manufactura hasta el funcionamiento del dispositivo completo, pasando por la simulación mecánica y electrónica de cada uno de los elementos constitutivos. Finalmente se realizó un análisis de los resultados obtenidos por los modelos presentados y propuestas de trabajos futuros.

Abstract

This thesis work began with the order Ministerio de Justicia y Derechos Humanos de la Nación to researchers of Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA) to conduct the "Technical-economic feasibility study, for the development of industrial prototypes of sniffer (sniffers) for drugs and explosives" ("Estudio de Prefactibilidad Técnica-Económica, para el desarrollo de prototipos industriales de olfateadores (sniffers) de drogas y explosivos").

Physical and numerical models of Microdevices for generation and detection of ions were developed in this thesis work, they were manufactured with the technologies applied in Microsystems. Into physical models that show stands out a design that fails to generate ions of localized form, this proposal solves the problem of identification of species that occurs with the method of cross-flow standard applied at this level. A substantial simplification of the design is achieved through a Lobar generation of localized ion, this device integrates the ionization and detection system in the micrometric scale and provides greater control and scalability for the identification of compounds. The developed model is an improvement for ion detection technology by cross flow system. In the present work is managed to realize a numerical model compatible with the physical model, which describes the trajectory of charged particles from the lobular ionization located to ion detectors system, the virtual model is robust design and low computational cost. It has a Graphical User Interface (GUI) very friendly, fully developed with free software. It provides a clear idea of future designs.

Also describes the processes of simulation, manufacture and Assembly of these models, also includes electronic systems of generation of download electric pulsed and measurement of electrical charges, along with this show the development of the elements linking the micro-system to the environment where it operates. It should be noted that the different parts that make up the physical model of localized ion detection and generation have been simulated numerically and experimentally verified from manufacturing processes to the functioning of the complete device, passing by the simulation of mechanical and electronics of each of the constituent elements. Finally, an analysis of the results obtained by the models presented and proposals for future work.

Agradecimientos

Agradezco especialmente a las personas e instituciones que colaboraron en el desarrollo de esta tesis doctoral brindándome su apoyo:

- Ing. Christian Nigri
- Sr. Ramiro Gsponer
- Dr. Felix Palumbo
- Sr. Gastón Estevez
- Lic. Julián Lell
- Lic. Patricia Perillo
- Sr. Bruno R. Cetrángolo
- Dr. Pablo Mandolesi
- Dra. Vicky Diadiuk
- Msc. Ing. Maximiliano Fischer
- Ing. Gustavo A. Merletti
- Lic. Sergio Woloj
- Lic. Andrés Ordoñez
- Dr. Luis Gribaudo
- Dr. Juan José Lopensino
- Ing. Benito Possetto
- Ing. Hector Tissera
- Ing. Pablo Bruno
- Dr. Pedro Julián
- Al Personal del Instituto Sabato
- Al Departamento de Ingeniería Mecánica UTN FRC

Índice general

Capítulo 1	Introducción	XIX
1.1.	Antecedentes	XIX
1.1.1.	Sistema de separación utilizando tubo de deriva	XIX
1.1.2.	Sistema de separación utilizando flujo cruzado	XX
1.2.	Motivaciones del presente trabajo	XXIII
1.3.	Metodologías y técnicas aplicadas	XXIV
1.4.	Objetivos del trabajo doctoral	XXV
1.4.1.	Objetivos generales	XXV
1.4.2.	Objetivos específicos	XXV
1.5.	Estructura de la tesis	XXVI
Capítulo 2	Marco teórico	1
2.1.	Fluidodinámica	2
2.1.1.	Número de Knudsen (K_n):	2
2.1.2.	Número de Reynolds (R_D):	2
2.1.3.	Número de Mach (M):	4
2.1.4.	Ecuaciones de Navier-Stokes	4
2.1.5.	Ecuaciones de difusión	5
2.2.	Ley de Poiseville:	6
2.3.	Descargas Eléctricas	7
2.3.1.	Proceso de ionización por impacto electrónico	8
2.3.2.	Ruptura gaseosa:	9
2.3.3.	Cálculo del campo eléctrico entre dos conductores	11
Capítulo 3	Materiales y Métodos	17
3.1.	Instalaciones y equipamientos Utilizados	17
3.1.1.	Massachusetts Institute of Technology (MIT-MTL), Boston USA	17
3.1.2.	Laboratorio de Microtecnología CNEA CAC, Buenos Aires Argentina	17
3.2.	Descripción de equipos y técnicas utilizadas	18
3.2.1.	Sala Limpia	18
3.2.2.	Técnica de Fotolitografía	18

3.2.3. Técnica de Pulverización catódica (Sputtering o PVD)	19
3.2.4. Técnica de Metalización (Electroplateado)	20
3.2.5. Deposición de Química en fase Vapor CVD	24
3.2.6. Técnica de Limpieza de muestras	24
3.2.7. Técnica de Ataque químico	25
3.2.8. Prototipo Rápido	27
3.3. Software de Cálculo y Simulación	28
3.3.1. Simuladores de Procesos de Fabricación	28
3.3.2. Simuladores de Cálculo numérico	29
3.4. Cursos de capacitación realizados	30
Capítulo 4 Modelado Experimental	33
4.1. Modelos preliminares	34
4.1.1. Primer modelo	34
4.1.2. Modificaciones del modelo primario	39
4.1.3. Segundo modelo en dos dimensiones	45
4.2. Modelo de generación y detección de iones por flujo cruzado	50
4.2.1. Flujo cruzado focalizado	51
4.2.2. Descripción del microdispositivo construido	54
4.2.3. Generación de iones	58
Capítulo 5 Discusión y Resultados	61
5.1. Resultados	61
Capítulo 6 Conclusiones y sugerencias de trabajos futuros	71
6.1. Conclusiones	71
6.1.1. Modelo de generación detección	71
6.2. Sugerencias para trabajos futuros	72
Capítulo 7 Publicaciones y Congresos	73
7.1. Posters	73
7.2. Artículos Científicos (trabajos con revisores)	73
Misceláneas	108
8.3. Estudios de Posgrado	109
8.4. Cursos de capacitación en Micro y Nanotecnología	109
8.5. Elementos utilizados en la fabricación de los prototipos	110
Bibliografía	119

Índice de figuras

1.1.	En la imagen se muestra la configuración mas usada en la tecnología IMS, el gas es ionizado en la primera parte del dispositivo, generalmente con una fuente radioactiva, luego una compuerta mecánica vertical se abre dejando pasar las partículas cargadas a la zona de separación (tubo de separación) allí un campo eléctrico las arrastra hasta el detector, mientras circula un flujo a contra corriente, las partículas con movilidad distinta, $K_1 > K_2$, llegan a tiempos distintos, $t_1 < t_2$, así se logra su identificación.	XX
1.2.	En esta imagen vemos la gráfica que se obtendría de un dispositivo IMS con un tubo de separación, las partículas ingresan al tubo con la apertura de la compuerta, este momento es tomado como tiempo inicial de medición, las de mayor movilidad K_1 llegan primero al detector, tiempo t_1 y las de movilidad menor K_2 , llegan a un tiempo t_2 , luego con este tiempo de medición y el valor del campo eléctrico se obtiene los valores de movilidad iónica de cada especie y comparando con una base de datos se logra su identificación.	XXI
1.3.	Diagrama de detección diferencial para detectores planos con fuente de ionización radioactiva. La velocidad del fluido se supone constante v_f en todo el canal. Entre el electrodo inferior (ánodo) y los electrodos superiores separados una distancia h se aplica una diferencia de potencial que genera un campo eléctrico E , que fue supuesto uniforme [4]. Las posiciones finales x_b y x_a determinadas por tamaños de los detectores y las magnitudes de los vectores de campo y de flujo son diseñados para detectar cotas máximas de movilidades (ver texto).	XXI
1.4.	Diagrama de detección de un gas (círculos negros) y gas de arrastre (círculos rayados), los iones se presentan distribuidos en todo el canal, las partículas cargadas que se encuentren por encima de la altura h_{crit} producirán solapamiento en la señal de detección.	XXII
1.5.	En esta imagen vemos la gráfica que se obtendría de un dispositivo IMS con sistema de detección por flujo cruzado, en línea continua se observa la carga medida sobre los detectores y en línea seccionada vemos las distribución de cargas que deberían llegar a los detectores, la señal obtenida, en línea continua, es una suma de las líneas seccionadas. La bibliografía sugiere aumentar la longitud de los electrodos para mejorar este inconveniente	XXIII
2.1.	La imagen muestra una vista frontal y otra longitudinal de un canal circular de diámetro D , por el que se mueve un fluido con una velocidad v_f . El número de Reynolds para esta geometría es igual a la relación existente entre el producto de la velocidad del flujo v_f con el diámetro D y la viscosidad cinemática del fluido, ν . También se puede apreciar en la vista longitudinal el perfil parabólico de velocidades que se generan entre las distintas capas del fluido, siendo máximo en el centro y tendiendo a cero sobre el borde del canal.	3
2.2.	En el caso de secciones no circulares la dimensión característica se calcula a través del radio hidráulico R_H , que es el cociente entre el área del fluido y el perímetro que moja el mismo, este se introduce en la fórmula del numero de Reynolds multiplicada por un coeficiente cuatro en lugar de diámetro.	3

2.3. En la figura se ve la representación del esquema utilizada para deducir la Ley de Poiseville, donde se tiene un tubo cilíndrico por el que circula un fluido que llena completamente el volumen y se encuentra en flujo laminar, $R_D < 2000$, el movimiento es generado por una diferencia de presiones entre la entrada y la salida.	6
2.4. Curva Tensión-Corriente para las descargas eléctricas que se producen en un gas. Se presenta una curva continua que corresponde a la descarga eléctrica que se produce a presión atmosférica y entre los puntos D y H en línea de puntos se representa la descarga que se produce a baja presión. La curva delineada desde el punto D al H es la zona de trabajo de los dispositivos de producción de iones.	8
2.5. Curva Corriente-Tensión la misma presenta tres zonas definidas, al primera de ellas desde una tensión 0V hasta V_1 la corriente crece por el aporte de las cargas libres en el gas, en la segunda zona la tensión aumenta pero la corriente encuentra un valor meseta llamado corriente de saturación I_0 , hasta V_2 donde comienza la zona de avalancha, aquí las cargas son producidas mayormente por impacto electrónico con moléculas neutras, en la figura se esquematiza este mecanismo.	10
2.6. La imagen muestra la configuración utilizada para analizar la descarga corona. Dos cilindros concéntricos de radio r el interno y radio S el externo, entre los dos cilindros se encuentra el dieléctrico que se desea ionizar, la zona rallado de radio r_0 marca el límite de la zona de ionización, la superficie sobre el radio r_0 tiene una intensidad de campo eléctrico igual a la de ruptura del gas, sobre el electrodo de menor diámetro la intensidad de campo eléctrico es superior a este valor.	11
2.7. La imagen muestra la intensidad del campo eléctrico sobre el electrodo de menor diámetro, ánodo, en una configuración de cilindros concéntricos en función de S/r	12
2.8. La imagen muestra las líneas de campo eléctrico generadas entre dos conductores cilíndricos paralelos, entre ellos se puede suponer la existencia de un plano de simetría a una distancia de $2S$, como muestra la figura. El modelo punta plato se deduce de la disposición aquí mostrada.	13
2.9. Diagrama esquemático de la disposición punta plato, donde se aprecian las líneas de campo eléctrico por donde se mueven las partículas cargadas, también se representa el ángulo θ el cual establece un límite para la distribución de la densidad de corriente J_0 que atraviesa el gas en el espacio contenido entre los electrodos.	14
2.10. La gráfica muestra las curvas de Paschen que representan el valor límite de tensión en volts para el comienzo de la descarga eléctrica para Aire y Nitrógeno, las misma se obtienen a partir de la ec. 2.38	15
3.1. En la imagen de la izquierda pueden observarse la vestimenta de protección de la contaminación del aire de la sala (traje, gafas, guantes, botas y gorro) y a la derecha se ven los equipos que componen una sala de microfabricación.	18
3.2. Alineador de máscaras de la marca EVG Group, Austria, equipo central del proceso fotolitográfico, posee una precisión de $1\mu m$ en exposición frontal y $2\mu m$ en proyección inferior utilizando los procesos y máscaras ópticas adecuadas.	19
3.3. Esquema básico de transferencia del diseño desde la máscara óptica al sustrato, a la izquierda se ve la aplicación de resina fotosensible y las técnicas de aproximación en fotolitografía y a la derecha los resultados obtenidos de la aplicación de resinas de distintas polaridades	20
3.4. A la izquierda de se ve el equipo deposición y a la derecha el diagrama describe la técnica PVD, se genera un plasma a partir de moléculas de argón las cuales bombardean un material de aporte el que sale despedido y se deposita sobre el sustrato generando una capa delgada. Esta técnica posibilita un control preciso del espesor de la capa depositada [62].	21

3.5. La imagen muestra el esquema del método de deposición electrolítica, haciendo circular corriente se logra depositar sobre el sustrato una capa de cobre metálico.	22
3.6. A la izquierda se ve la máquina para realizar el grabado por iones reactivos y a la derecha un esquema de funcionamiento del equipo en el cual se genera un plasma desde el gas de aporte y una fuente de radio frecuencia (RF) acelera los iones del plasma hasta el sustrato, logrando el grabado del mismo.	25
3.7. En esta imagen se esquematiza en detalle como se produce el ataque con iones liberados del plasma permitiendo grabar la superficie del sustrato no protegidas por la máscara. . .	27
3.8. Equipo de fabricación de prototipos rápido uPrint con tecnología FDM (Fused Deposition Modeling, deposición de material fundido), esta tecnología permite construir la interface entre el medio ambiente y los microsistemas	28
3.9. En la imagen de la izquierda se puede ver un modelo virtual realizado por un software de diseño asistido por computadora (CAD) y a la derecha el mismo modelo construido en polímero	29
3.10. Esquema de la máscara utilizada en la fabricación de los capacitores MOS	31
3.11. Esquema de la máscara utilizada en la fabricación de los cantilever	32
4.1. En esta imagen se puede ver el modelo virtual que simula la fabricación del microdispositivo partiendo de las máscaras ópticas y del proceso de fabricación, el software utilizado fue CoventorWare [78], la fabricación del modelo virtual es el paso previo a la simulación numérica. El gas de muestra ingresa al canal luego una descarga eléctrica lo ioniza parcialmente, estos iones son arrastrados por el fluido hasta la zona de detección donde un campo eléctrico los desvía con dirección a los detectores mientras todo el fluido se mueve a la salida.	35
4.2. En la imagen puede verse un corte longitudinal del dispositivo de la Fig. 4.1, el mismo se realizó dejando una fracción del dispositivo en el que se tomaron tres pirámides de ionización y los tres primeros electrodos de detección, se calculó la intensidad de los campos eléctricos existentes en el microdispositivo, el gas ingresa al dispositivo por una diferencia de presión entre la entrada y la salida, es ionizado a través de una descarga eléctrica entre los ionizadores y el contraelectrodo superior, luego las partículas ionizadas se dirigen a la zona de detección, la ionización se realiza con una tensión de 600V y la detección con 27V. . .	36
4.3. Aquí se observa las simulaciones del proceso de fabricación realizado en el software Visual Tapas, se ve el arreglo de pirámides construidas en silicio con ataque químico de KOH, esto permite diseñar en forma más precisa las máscaras ópticas relativas a este paso de microfabricación	37
4.4. Se observa a la izquierda la máscara utilizada para transferir el patrón sobre la capa protectora de nitruro de silicio obtenida por CVD, este patrón protege parte del sustrato del ataque en KOH, en este paso se definen los primeros 50µm de profundidad del canal en silicio. A la derecha la máscara utilizada en el segundo paso de fresado químico en KOH, en este paso se define el arreglo de puntas de 50µm de alto y el canal hasta 100µm de profundidad, al proteger la zona que lleva los detectores estos quedan a la misma altura que las puntas de ionización	37
4.5. La imagen de la izquierda corresponde al patrón a transferir sobre el sustrato que define los electrodos conductores, el primer electrodo corresponde a las puntas de ionización, electrodo activo y los demás electrodos corresponden al electrodo seccionado de medición de cargas eléctricas. En tanto que la máscara de la derecha corresponde a los contraelectrodos del ionizador y detector de iones.	38

4.6. Esta imagen muestra en la parte central una vista en planta del dispositivo y a la izquierda (ionizador) y derecha (detectores) dos detalles en los que se aprecian partes del dispositivo fabricado, en el detalle de la izquierda se ven las puntas de ionización y a la derecha los electrodo que forman los capacitores de detección, estos se ven claramente cortocircuitados entresi y con problemas de adherencia sobre el sustrato en los planos 111.	39
4.7. Imagen tomada por interferometría óptica de las puntas de ionización donde se produce la descarga eléctrica. Las pirámides fueron fabricadas en silicio y tienen una altura de $44\mu m$	39
4.8. Vista del microsistema, este modelo se construyó con la unión del procesos de fabricación y las máscaras ópticas. A la izquierda se ve el dispositivo completo con ionizador, detectores y pads de conexión. A la derecha arriba puede verse un detalle de la zona de ionización donde ingresa el gas de muestra, abajo un detalle de la zona de detección donde se observan los electrodos que forman los capacitores de medición, también puede verse el ensanchamiento del canal de circulación de las partículas cargadas.	40
4.9. Aquí puede verse el perfil de velocidades de flujo de un corte longitudinal del dispositivo mostrado en la Fig.4.8 se aumento la altura h de la zona de detección para lograr mejorar la separación de partículas cargadas. Se observa en la zona de detección luego del ensanchamiento un área donde la velocidad del fluido baja hasta detenerse (representada en azul intenso).	41
4.10. Aquí se muestra una ampliación de la expansión del fluido al ingresar a la zona de detección, el flujo se detiene y comienza a recircular, esto reduce el volumen útil del dispositivo.	42
4.11. Se muestran las líneas de flujo para un ángulo de expansión de $54,7^\circ$, las mismas se curvan al ingresar a la zona de detección por la presencia de una área de baja presión que genera la recirculación del fluido, se observa fluido recirculado en el dispositivo.	42
4.12. Aquí se aprecia una situación límite en la que el ángulo de expansión a la entrada de la zona de detección es de 90° , puede verse un gran volumen de fluido recirculando en el dispositivo dentro del área de detección. La circulación del fluido es desde la zona de ionización, derecha, hacia la zona de detección, izquierda de la imagen	43
4.13. Ahora se muestra una situación ideal en la que se elige el ángulo mas apropiado para el ingreso del fluido a la zona de detección, las líneas de flujo son paralelas a las paredes respentando el ángulo de expansión. La recirculación ha desaparecido.	43
4.14. En el panel de la izquierda se puede ver el cálculo del campo eléctrico para una disposición de los electrodos de punta-plato, con una tensión aplicada de $650V$ y distancia entre electrodos de $40\mu m$, la tensión máxima se encuentra muy localizada en las puntas de los electrodos. En el panel de la derecha se puede ver el cálculo del campo eléctrico para una disposición de los electrodos de plato-plato, la tensión aplicada de $650V$ y distancia entre electrodos es $40\mu m$, en este caso la tensión máxima se encuentra dispersa sobre el electrodo inferior, también se aprecia que la distribución de campo eléctrico es mas homogénea que en el caso anterior.	45
4.15. En el panel de la izquierda se aprecia el set-up realizado para verificar la descarga eléctrica y medir la corriente circulante entre los electrodos. Los ionizadores están incluidos dentro de una atmósfera de Nitrógeno dentro de una burbuja de vidrio bajo un microscopio. A la derecha se ve los microdispositivos de generación de descarga fabricados en cobre. Los mismos esta dentro de una burbuja de vidrio por la que se hace circular Nitrógeno, el gas tien un contenido máximo de oxígeno menor al 0.5% y es producido por el equipo MAXIGAS N2MAX208.	46
4.16. En el panel de la izquierda se muestra el diseño esquemático del sistema de control del pulso de generación de descarga eléctrica y en el panel de la derecha una imagen de pulsador de descarga eléctrica construido con componentes discretos. El dispositivo fue diseñado y simulado en LT-Spice y fabricado en un equipo de gravado de circuitos impresos.	47

- 4.17. En esta imagen se muestra la configuración plato-plato, a la izquierda vemos los electrodos fabricados en cobre y a la derecha una imagen de la descarga eléctrica que se produce sobre los electrodos el área que cubre la misma es bastante mayor al caso de punta-plato. 48
- 4.18. A la izquierda se ve la curva teórica, con línea continua y los datos experimentales de la ley de Paschen, marcados con puntos. Para trazar la curva se utilizó una fuente DC y un sistema de descarga pulsada. En el panel de la derecha se ve la curva de corriente para un dispositivo de electrodos plato-plato de distancia $S = 65\mu m$, la curva fue trazada con una fuente DC. 48
- 4.19. En la imagen de la izquierda se observa una porción del ionizador correspondiente al modelo experimental construido en cobre sobre un sustrato de vidrio diseñado según la geometría mostrada en Fig.4.32. La imagen de la derecha muestra la descarga eléctrica que se produce entre los electrodos cuando $S = 40\mu m$, $r = 12,5\mu m$, $V_c = 650V$ 49
- 4.20. A la izquierda se ve la curva teórica, en línea continua y los datos experimental de la ley de Peek, marcados con puntos, para trazar la curva se utilizó una fuente DC y un sistema de pulsación de la descarga. En el panel de la derecha se aprecia la curva de corriente para un dispositivo de electrodos punta-plato de distancia $S = 45\mu m$, la curva fue trazada con una fuente DC y para este último ensayo no se utilizó el sistema de control de pulsos de descarga. 50
- 4.21. En esta imagen se ve el dispositivo de generación y detección de iones diseñado y simulado con el software CoventorWare, el mismo esta formado por dos placas de vidrio del tipo porta objetos separadas por dos pilares también de vidrio que dan la altura h al canal de movimiento del fluido, este ingresa por (1) y está contenido por los dos sustratos y los pilares (9) el fluido se dirige a la zona de ionización donde se encuentra con las puntas de descarga (2) que junto a los pads (8) y (4) de conexión y al contraelectrodo (7) fueron fabricados en cobre sobre el sustrato inferior, luego de ser parcialmente ionizado el fluido se dirige a la zona de detección donde un campo electrostático desvía las partículas cargadas hacia los detectores seccionado (6) que junto a sus pads (3) se encuentran microfabricados sobre el sustrato superior. Luego el gas se dirige a la salida (5). También se puede ver un detalle de los ionizadores (2) formado por 60 puntas separadas $40\mu m$. El fluido se mueve desde la entrada (1) hasta la salida (5) por una diferencia de presiones entre las mismas. 51
- 4.22. Corte longitudinal del canal con producción localizada de iones y la trayectoria que siguen estas partículas dentro de la zona de detección. Debido a la focalización se generan corrientes de iones con secciones pequeñas. Bajo condiciones de laminaridad el campo de deriva E impulsa a los iones dando lugar a la formación de corrientes que llegan a los detectores. Los de mayor movilidad K_1 entre posiciones (X_b, h) y (X'_b, h) mas cercanas al ingreso que los de movilidad menor K_2 en posiciones más alejadas (X_a, h) y (X'_a, h) 52
- 4.23. Simulación numérica de las trayectorias para iones en la zona de detección cuando se aplican diferencias de potenciales de 9 y 18 V entre cátodo y ánodo. En línea de trazo continuo para el perfil parabólico Ecs. (4.7) y (2.14) para dos posiciones iniciales $(0,0\mu m)$ y $(0,50\mu m)$. En línea de puntos para un perfil uniforme con posición inicial $(0,0\mu m)$ 53
- 4.24. Aquí se ve una imagen del dispositivo fabricado, el mismo cuenta con parte del encapsulado plástico desarrollado para adaptar la entrada de gas de muestra hasta el canal del detector. También se presenta el conexionado eléctrico que permite la utilización de los ionizadores individualmente al igual que facilita la medición de carga sobre los detectores, al estar seccionado el electrodo superior posibilita la medición de carga en cada detector a una posición en x variable. 54
- 4.25. Vista en planta de una porción del sistema de ionización, este cuenta con 60 puntas separadas $300\mu m$ entre si y $40\mu m$ entre punta, fueron fabricadas por deposición anódica de cobre en el panel de la izquierda se ve la reconstrucción tridimensional de parte del ionizador, el electrodo central tiene talladas las puntas y los electrodos superior e inferior son los platos conectados a tierra. 55

- 4.26. En el panel de la izquierda se muestra el encapsulado propuesto para montar el dispositivo de detección. Las piezas identificadas con el número (1) están diseñadas en forma simétrica, y en su interior permite el paso gradual del fluido, también se incluyeron los sustratos (3) y los elementos de sujeción (2). A la derecha vemos la pieza construida en el polímero ABS por el método de prototipado rápido, también se puede ver el sustrato inferior en vidrio y la manguera que lleva el gas de muestra al interior del dispositivo. 56
- 4.27. En el panel de la izquierdo podemos observar esquematizadas las líneas de flujo del paso del fluido a través de las piezas de plástico, antes de la zona de ionización, las mismas fueron diseñadas para minimizar las pérdidas producidas por el paso del flujo para un caudal de $2l/min$, el objetivo fue evitar zonas turbulentas que reducen el volumen útil. A la derecha podemos observar una imagen de la simulación de la velocidad del fluido al circular por el dispositivo, solo se observa fluido con velocidad tendiendo a cero en las cercanías de las paredes. El fluido se mueve desde en el dispositivo, primeramente ingresa en la pieza polimérica de la Fig. 4.26 y luego se mueve dentro del detector fabricado en cobre sobre vidrio. 56
- 4.28. En esta fotografía se puede ver la disposición del modelo ensayado, a la izquierda la fuente de tensión que esta formada por fuente variable de 0 a 25 V DC y un convertidor DC/DC hasta 1kV, luego se observa el generador de pulsos regulable en amplitud y separación de pulsos, a la derecha el generados/detector de iones fabricado en cobre sobre un sustrato de vidrio, el gas ingresa al mismo a través de un regulador de caudal mecánico, luego ingresa a dispositivo al pasar por la canalización de ingreso de muestra que fue fabricada en plástico ABS. También se aprecian dos baterías de 9V cada una que generan el campo de detección de iones sobre los capacitores. 57
- 4.29. En el panel de la izquierda se ve la señal del controlador y la respuesta de la llave tipo Mosfet, la curva en verde es la señal del controlador y la curva de color roja es la respuesta de alta tensión que genera la descarga eléctrica. A la derecha se muestran dos disparos del controlador y la respuesta de dos disparos de la llave, MOSFET k 1317, la separación entre dos pulsos es de $5ms$ 57
- 4.30. Configuración para analizar la descarga corona. Dos cilindros concéntricos de radio r el interno y radio S el externo, entre los dos cilindros se encuentra el dieléctrico que se desea ionizar, la zona rallado de radio r_0 marca el límite de la zona de ionización. 58
- 4.31. Panel izquierdo: Potencial crítico en función del S para un radio de curvatura de la punta $r = 12,5\mu m$. En línea continua el modelo analítico Ec.(4.11). Las cruces corresponde a la determinación experimental empleando gas Nitrógeno. Panel derecho: Intensidad del campo eléctrico sobre el ánodo en función de S/r cuando la tensión aplicada sobre el mismo es $V_c = 415V$ 59
- 4.32. Magnitud del campo eléctrico en $V/\mu m$ para a) $S = 40\mu m$, $V_c = 650V$. b) $S = 45\mu m$, $V_c = 706V$. c) $S = 50\mu m$, $V_c = 807V$. d) $S = 60\mu m$, $V_c = 880V$ sobre la sección indicada por el contorno en rojo dentro del volumen del canal (e). En la parte inferior de ese volumen se puede ver la magnitud del campo en dirección longitudinal a una altura de $20\mu m$ desde el plano sobre la parte superior del ánodo y el cátodo. El radio de curvatura $r = 12,5\mu m$ de las tres puntas que forman el ánodo es el mismo para todos los casos en que varía S . La distancia r_0 representa el radio efectivo o distancia promedio en la que el campo eléctrico decae a $3V/\mu m$ desde el ánodo. 60

5.1. Esquema del sistema medición utilizado para medir la corriente que atraviesa el ionizador. Este es excitado por una fuente de tensión que luego es pulsada por el sistema de control electrónico. Cada pulso dura $50\mu s$ y a su vez cada uno de ellos esta separado del próximo $5ms$. Luego del ionizador se colocan dos resistencias R_1 y R_2 , sobre la primera resistencia $R_1=10M\Omega$ se coloca, como lo muestra la figura, un osciloscopio Tektronix TDS5034B Phosphor Oscilloscope, con el que se adquiere la señal para las tensiones de $650,700,750,800,850,900$ y $950 V$. Se realizaron 20 mediciones para cada tensión registrándose una variación menor al 5 %. El ionizados cuenta con 60 puntas de descarga con una distancia de $40\mu m$. La resistencia R_2 es de $100 K\Omega$	62
5.2. En este gráfico se muestra la carga que circula por el ionizador a través del gas. El ionizador esta formado por 60 puntas separadas $40\mu m$. El caudal de Nitrógeno es de $2l/min$. El valor inicial de carga para $650V$ es aproximadamente $0.35nC$	63
5.3. Imagen donde se muestra la disposición del sistema de medición con un electrómetro para determinar la carga en función del caudal en el panel izquierdo y la carga para cada detector en el panel derecho. Estas dos imágenes representan un corte longitudinal del dispositivo en su área de detección de partículas cargadas.	63
5.4. Señal de carga C referida y normalizada a la carga C_0 en función del caudal para $2, 5, 10 l/min$. Las barras en gris claro (oscuro) corresponden a $9V$ ($18V$).	64
5.5. Señal de carga C referida y normalizada a la carga C_0 para caudal de $2 l/min$ en función del número de detector. Las barras en blanco para $9V$, gris claro $18V$, gris oscuro $28 V$ y negro para $46V$	64
5.6. Trayectoria ideal de los iones cuando se aplica una tensión de $18V$ y caudal de arrastre $2 l/min$ para alcanzar los detectores. Las dimensiones y demás parámetros son iguales al dispositivo experimental. Incluido dentro de las imágenes se pueden ver gráficos de la carga normalizada sobre los detectores y una ampliación del impacto de los iones sobre los detectores. En el panel superior se muestra la trayectoria de Nitrógeno y Tolueno, en el panel inferior se muestra la trayectoria de iones de Acetona y Etanol.	65
5.7. Trayectoria ideal de iones de Acetona y Etanol cuando se aplica una tensión de $180V$. La longitud de cada detector es $100 \mu m$. La focalización es de $20\mu m$ en la imagen superior y $7\mu m$ en la imagen inferior. Incluido dentro de las imágenes se pueden ver gráficos de la carga normalizada sobre los detectores y una ampliación del impacto de los iones sobre los detectores. El caudal de arrastre de $2 l/min$ y los demás parámetros son iguales al dispositivo experimental.	66
5.8. Aquí se expone el poder de resolución Rp en la detección de un gas y en el cuadro pequeño se graficó la resolución R como la capacidad de separar señales de acetona u etanol para una focalización de h_0/h . Se mantiene el campo constante y se varia la altura de $h=500, 1000$ y $1500 \mu m$. Siendo el caudal $2 l/min$ y otros parámetros como en el dispositivo experimental.	67
5.9. En esta imagen se ve una línea de tiempo que indica la sucesión de eventos que llevan a obtener las gráficas de las trayectorias descriptas por las partículas cargadas y el gráfico de los espectros obtenidos de la simulación. El software tiene una interfaz de usuario escrita en java, que cumple la función de "maestro", y líneas de código escritas en lenguaje PERL y líneas de código que ejecutan el software gnuplot como códigos "esclavos", los que reciben las ordenes de la interfaz de usuario y realizan una tarea específica.	68
5.10. En esta imagen se puede ver el la interfaz de usuario del Software desarrollado para describir las trayectorias de las partículas cargadas en su movimiento desde la generación lobular hasta la detección. La gráfica superior describe las trayectorias de dos gases y la imagen inferior muestra el espectro de detección que entregaría la medición de una celda construida con un arreglo de capacitores de detección. Las fuerzas actuantes que describen las trayectorias son el movimiento del fluido en sentido horizontal y la movilidad iónica en sentido vertical	69

ÍNDICE DE FIGURAS

7.1. AFA 2007 IMS, Argentina.	75
7.2. AFA 2008 IMS-RED. Buenos Aires, Argentina.	76
7.3. AFA 2008 Prototipo fabricado en MIT MTL.	77
7.4. Escuela de Micro y Nano Tecnología 2008. San Martín, Buenos Aires, Argentina.	78
7.5. Trabajo presentado en el International Society for Ion Mobility Spectrometry 2009, Tm, Suiza.	79
7.6. UNNE 2010. Corrientes, Argentina.	80
7.7. Poster AFA-SUF 2011, Montevideo, Uruguay.	81
8.8. Curso de Micro y Nano Tecnología. MTL, MIT, USA.	111
8.9. Manejo de residuos peligrosos. MTL, MIT, USA.	112
8.10. Normas de seguridad en sala limpia.MTL, MIT, USA.	113
8.11. Entrenamiento en el uso de productos químicos.MTL, MIT, USA.	114
8.12. Entrenamiento en el uso de ácido fluorhídrico. MTL, MIT, USA.	115
8.13. En esta imagen se ve las máscaras utilizadas para construir el segundo modelo. El mismo se utilizó para verificar las leyes de Peek y Paschen, desarrollado en la sec: 4.1.3.	116
8.14. Estas máscaras se utilizaron para construir el modelo de generación y detección de iones por flujo cruzado desarrollado en la sec.4.2.	117
8.15. Podemos ver en esta imagen los planos de la pieza construida en material polimérico para conducir el gas a analizar dentro del microsistema, la misma esta diseñada para incluir en su interior los sustratos de vidrios de 25x75mm.	118

Índice de cuadros

3.1. Tabla de ataque químico por inmersión en un líquido (Wet-etch), se muestran las fórmulas de ataque y las máscaras de protección para los sustratos.	26
3.2. Tabla de ataque químico en seco (Dry-etch), se muestran los componentes del plasma utilizado en el ataque y los compuestos formadores de las máscaras de protección	26
4.1. Lista de componentes	47

Introducción

La presente tesis doctoral muestra el diseño, la simulación y la manufactura de microdispositivos de generación y detección de iones, también se ha logrado un desarrollo innovador en áreas tecnológicas de alto impacto como micro-mecanismos, micro-fluídica, simulación de problemas multifísica, mediciones electrónicas y su aplicación en detectores del tipo de espectrometría de movilidad iónica (IMS), cumpliendo con los objetivos planteados en el plan de tesis. El proceso de investigación ha permitido la elaboración de soluciones tecnológicas en problemas relacionados a la temática, colaborando en la resolución de las contingencias que presenta la miniaturización del tipo de sistemas requerido para la detección de sustancias presentes en el aire a presión atmosférica. Siendo el aprendizaje constante uno de los pasos dados en el desarrollo de la tecnología.

1.1. Antecedentes

Breve historia de la espectrometría por movilidad iónica

La espectrometría de movilidad iónica (IMS por las siglas en inglés de Ion Mobility Spectrometry) es una técnica analítica usada para separar e identificar moléculas ionizadas en fase gaseosa a presión atmosférica. La ionización del gas se realiza mayormente por descargas eléctricas o fuentes radioactivas. El desarrollo de equipos del tipo IMS para detección in-situ ha generado gran interés en especial en aplicaciones militares, de seguridad y ambientales. Esta técnica se basa en la medición de la velocidad característica de los iones impulsados por un campo eléctrico, denominada velocidad de deriva, capítulo 2.1

$$v_d = KE$$

esta, resulta proporcional al campo eléctrico E , siendo el coeficiente de proporcionalidad K , la movilidad iónica¹ que define de manera única al compuesto que se quiere identificar puesto que su dependencia con las fluctuaciones térmicas k_bT la carga eléctrica ze , la densidad del gas N , la sección efectiva de colisión Ω_0 , se puede obtener del balance entre la variación de la cantidad de movimiento y la fuerza impulsora durante el choque elástico entre la molécula ionizada de masa m y otra neutra de masa M [1].

1.1.1. Sistema de separación utilizando tubo de deriva

En la Fig. 1.1 se muestra esquemáticamente la configuración de un dispositivo IMS (Ion Mobility Spectrometry) convencional, las partículas son ionizadas en la primera parte del dispositivo, luego una compuerta comunica a las mismas con el tubo de separación, el cual consta de un campo eléctrico formado por anillos a distinta tensión, al moverse las partículas ionizadas en este campo eléctrico se separan según

¹Movilidad Iónica: Concepto que expresa la velocidad que adquieren los iones de un medio al estar sometidos a un campo eléctrico.

su movilidad iónica, cada uno de los distintos tipos de partículas tendrán velocidades v_d diferentes, en el tubo de separación se hace circular un fluido a contracorriente, este fluido se elige según la movilidad de las partículas que se desean detectar. La compuerta que comunica la cámara de ionización con el tubo de separación, es una pieza importante en este tipo de dispositivos ya que establece el tiempo inicial de las partículas cargadas que se mueven en el tubo; la medición del tiempo de deriva 2.1.5

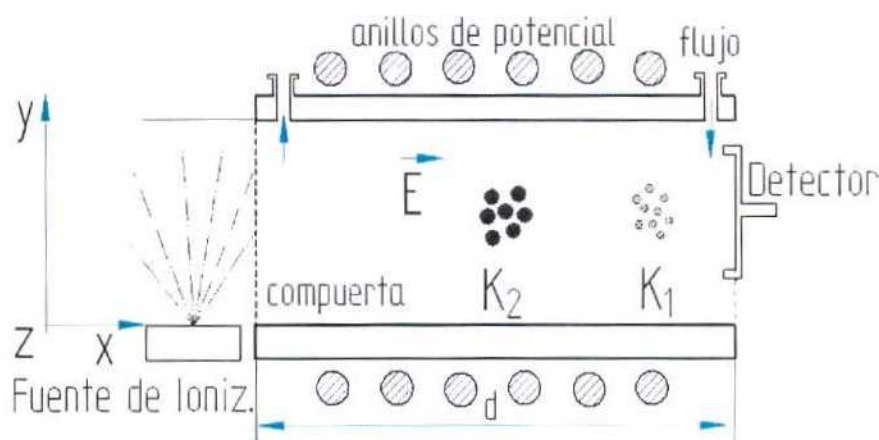


Figura 1.1: En la imagen se muestra la configuración mas usada en la tecnología IMS, el gas es ionizado en la primera parte del dispositivo, generalmente con una fuente radioactiva, luego una compuerta mecánica vertical se abre dejando pasar las partículas cargadas a la zona de separación (tubo de separación) allí un campo eléctrico las arrastra hasta el detector, mientras circula un flujo a contra corriente, las partículas con movilidad distinta, $K_1 > K_2$, llegan a tiempos distintos, $t_1 < t_2$, así se logra su identificación.

$$t_d = \frac{d}{v_d} = \frac{d}{KE}$$

determina el tipo de molécula a identificar.

En la Fig.1.2 se puede ver la gráfica que se obtendría de un dispositivo como el mostrado en la Fig. 1.1, donde las partículas cargadas que tienen mayor movilidad K_1 llegan en tiempos mas cortos t_1 al detector, que las partículas con movilidad K_2 las que llegan a t_2 .

Estableciendo el campo E y la distancia d , predeterminadas por la configuración del dispositivo experimental, se obtiene la movilidad K para cada muestra analizada.

1.1.2. Sistema de separación utilizando flujo cruzado

Una solución alternativa a la determinación del tiempo de vuelo para la identificación de un analito es la detección por flujo cruzado (cross flow) con el cual las partículas ionizadas son desviadas con un campo transversal a la dirección de un flujo de gas de arrastre. Si bien esta propuesta ya ha sido planteada hace un tiempo atrás, existen problemas aun no resueltos que son propios de la escala de tamaños empleada para el diseño en microdispositivos. En este trabajo investigamos la correlación de las leyes macroscópicas de las descargas luminiscentes (glow discharge) para determinar las tensiones de trabajo requeridas para la producción de iones en la escala adecuada.

Típicamente, la determinación del tiempo de vuelo para la identificación de un analito mediante la técnica IMS requiere que la distancia d , longitud del tubo de separación, sea del orden de centenas de mm. La espectroscopía en una escala de tamaños dos órdenes por debajo constituye un problema no tratable mediante esa técnica. Alternativamente, la detección por flujo cruzado, emplea un campo impulsor de iones que permite separarlos por movilidad, pero en dirección transversal a la del movimiento de iones propuesto en el IMS. Este diseño es sumamente compacto y relativamente simple de fabricar con tecnología de microistemas. Las partículas ionizadas son desviadas por un campo transversal a la dirección del flujo

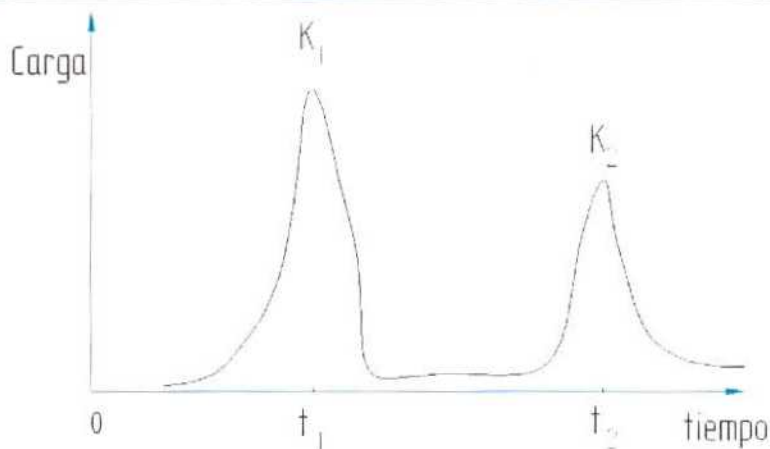


Figura 1.2: En esta imagen vemos la gráfica que se obtendría de un dispositivo IMS con un tubo de separación, las partículas ingresan al tubo con la apertura de la compuerta, este momento es tomado como tiempo inicial de medición, las de mayor movilidad K_1 llegan primero al detector, tiempo t_1 y las de movilidad menor K_2 , llegan a un tiempo t_2 , luego con este tiempo de medición y el valor del campo eléctrico se obtiene los valores de movilidad iónica de cada especie y comparando con una base de datos se logra su identificación.

de un gas de arrastre, se tienen dos vectores de movimiento, uno en el sentido de ese flujo longitudinal y otro perpendicular al mismo generado por un campo electrostático [2]. El método por flujo cruzado con detección diferencial [3] permite identificar movilidades mediante la determinación de intervalos con cotas máximas de movilidad. En la Fig. 1.3

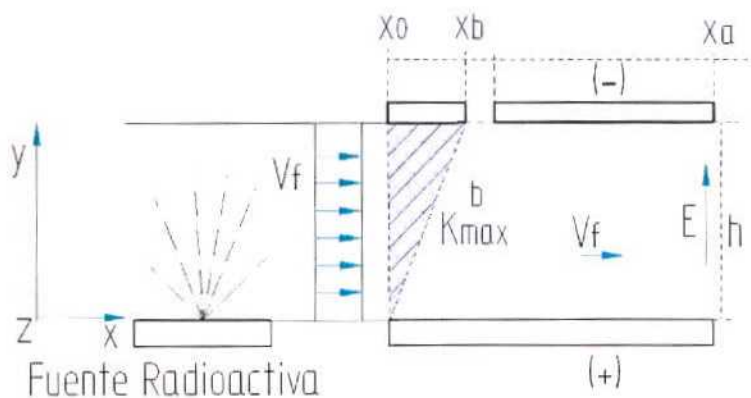


Figura 1.3: Diagrama de detección diferencial para detectores planos con fuente de ionización radioactiva. La velocidad del fluido se supone constante v_f en todo el canal. Entre el electrodo inferior (ánodo) y los electrodos superiores separados una distancia h se aplica una diferencia de potencial que genera un campo eléctrico E , que fue supuesto uniforme [4]. Las posiciones finales x_b y x_a determinadas por tamaños de los detectores y las magnitudes de los vectores de campo y de flujo son diseñados para detectar cotas máximas de movilidades (ver texto).

se muestra un esquema del sistema convencional con una fuente de ionización radioactiva que produce iones en una zona tan amplia que estos cubren toda la sección de ingreso a la región de detección. Un flujo de arrastre mueve las partículas cargadas desde la zona de ionización hasta la zona de detección. Allí un campo eléctrico deflexa estos iones, los de mayor movilidad serán colectados en el primer electrodo (detector), el límite de movilidad detectable para el electrodo siguiente $k_{\max}^b$ lo define la movilidad correspondiente a los iones que viajando a baja altura $y \approx 0$ alcancen la posición $(x = x_b, y = h)$, siendo h la altura del canal. En condiciones de iones *ideales* tales que las repulsión coulombiana entre iones y los efectos difusivos sean mínimos sobre su trayectoria, sólo será posible coleccionar en detectores siguientes los

1. INTRODUCCIÓN

iones con movilidad menor a $k_{\max}^b$, puesto que todos los de movilidad mayor, sin importar su posición en el canal, serán colectados en el primer detector.

Este método de detección tiene un problema, los iones a identificar pueden caer en mas de un detector. Es decir, solo podemos estar seguros que en un detector posterior la movilidad de un ion es acotada por un valor máximo. Explicamos detalladamente este problema con un ejemplo simple de dos únicas movilidades ilustrando en la Fig. 1.4

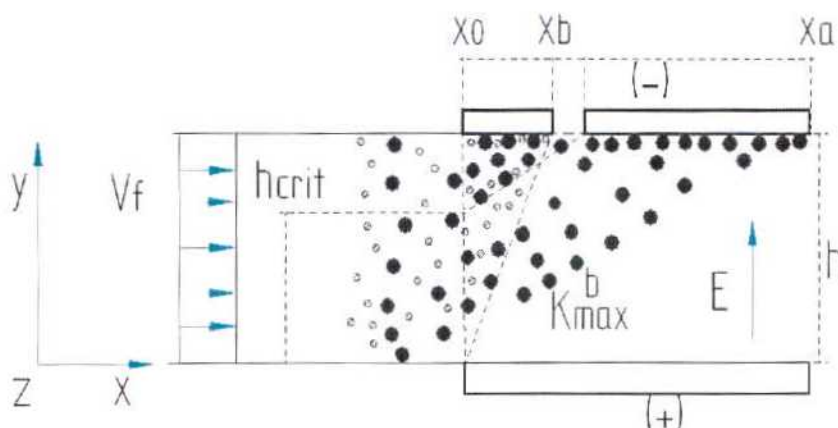


Figura 1.4: Diagrama de detección de un gas (círculos negros) y gas de arrastre (círculos rayados), los iones se presentan distribuidos en todo el canal, las partículas cargadas que se encuentren por encima de la altura h_{crit} producirán solapamiento en la señal de detección.

las trayectorias de dos moléculas ionizadas. Representamos con círculos rayados, la de mayor movilidad, que pudiera ser el caso de algunas moléculas ionizadas del gas de arrastre. Con círculos de color negro, representamos los iones del gas a detectar. Supongamos que la longitud del primer detector, flujo de arrastre y diferencia de potencial entre ánodo y detectores, se diseñan para que $k_{\max}^b$ coincida o sea levemente menor que la movilidad del gas de arrastre. Claramente, con esto nos aseguramos que todos los iones del gas de arrastre son colectados en el primer detector. Sin embargo, los iones de menor movilidad pueden caer tanto en el primer detector como en el segundo detector. Evidentemente, y despreciando repulsión coulombiana entre iones y efectos difusivos, existe una altura crítica h_{crit} , para la cual todos los iones de la molécula con menor movilidad que se encuentren a una altura $y > h_{crit}$ caerán en el primer detector. En consecuencia no es posible asignar un detector en particular para las moléculas del gas a identificar. Para contrarrestar este efecto, en la bibliografía se propone establecer una relación de tamaños entre electrodos que determina un error aceptable sólo con un aumento sustancial del tamaño del dispositivo [4]. Lo cual está en la dirección contraria a nuestra búsqueda de escalamiento.

No obstante este problema, son deseables soluciones que permitan separar movilidades mediante el diseño de microsisemas. El sistema de flujo cruzado utiliza un único gas de arrastre para mover los iones mientras que el método tradicional de IMS se utilizan sistemas de apertura y cierre de compuertas para lograr el tiempo cero de medición [5]. Este método requiere mayor cantidad de elementos no escalables como ser un arreglo de anillos a potencial creciente para mover las partículas cargadas desde los ionizadores a los detectores [6]. Además, el IMS tradicional emplea un gas inyectado a contracorriente², lo que en la escala submilimétrica resultaría muy difícil de implementar debido al incremento del efecto de la viscosidad o condición de laminaridad [7]. Además implicaría que el sistema necesitaría de otro medio para llevar el gas de muestra hasta la zona de ionización.

Actualmente, existen propuestas como por ejemplo el caso de la focalización [8] para resolver el problema mencionado precedentemente. Hasta el momento y debido a los inconvenientes que plantea la escala submilimétrica, ha resultado sumamente difícil y costoso aplicar este tipo de soluciones. En los

²El gas inyectado a contracorriente es generalmente un compuesto gaseoso con características especiales para mejorar la detección de un elemento determinado

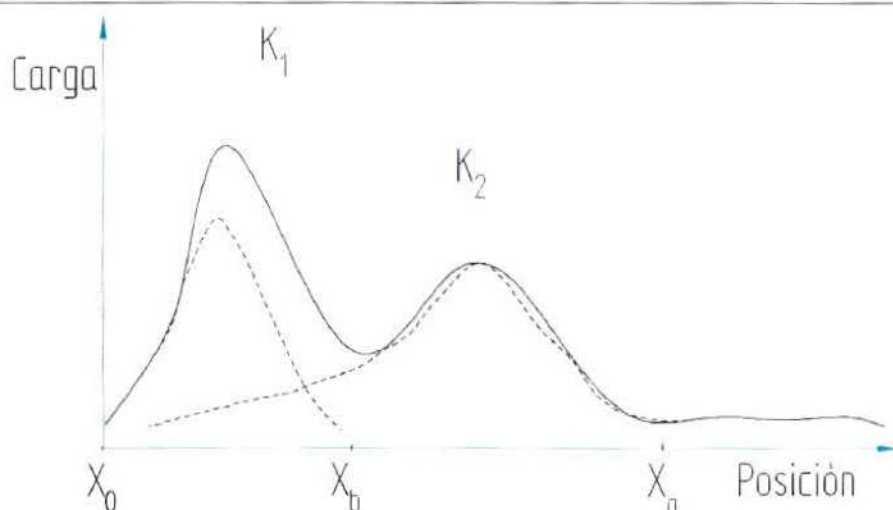


Figura 1.5: En esta imagen vemos la gráfica que se obtendría de un dispositivo IMS con sistema de detección por flujo cruzado, en línea continua se observa la carga medida sobre los detectores y en línea seccionada vemos las distribución de cargas que deberían llegar a los detectores, la señal obtenida, en línea continua, es una suma de las líneas seccionadas. La bibliografía sugiere aumentar la longitud de los electrodos para mejorar este inconveniente

dispositivos del tipo flujo cruzado estandar se propone el uso de boquillas de focalización o complejas canalizaciones, que dificultan el movimiento del fluido dentro de sistema, generando turbulencias y zonas de flujo detenido. Los resultados de estos equipos muestran baja eficiencia de identificación en dispositivos con esta focalización [9].

Los modelos presentados en este trabajo poseen una fuente de generación de partículas cargadas por descargas eléctricas y el sistema de detección utilizado es el llamado de absorción o flujo cruzado (cross-flow), el que resultó ser el más apropiado para la aplicación en microsistemas.

1.2. Motivaciones del presente trabajo

La principal motivación de este trabajo doctoral fue la solicitud del Ministerio de Justicia y Derechos Humanos de la Nación [10, 11] a investigadores de CNEA (Comisión Nacional de Energía Atómica) y CITEFA (Instituto de Investigaciones Científicas y Técnicas de las Fuerzas Armadas) para comenzar a trabajar en un proyecto llamado "Estudio de Prefactibilidad Técnica-Económica, para el desarrollo de prototipos industriales de olfateadores (sniffers) de drogas y explosivos". La detección de este tipo de sustancias puso en evidencia la necesidad de avanzar en generación y detección de iones. El grupo de investigación de CNEA comenzó a dar los primeros pasos en el estudio de la espectrometría de movilidad iónica en dispositivos de tamaño micro, basándose en un desarrollo anterior [12], de un dispositivo de detección de compuestos por movilidad iónica de tamaño macroscópico que utilizaba una fuente de generación de iones por descargas eléctricas y un sistema de flujo cruzado para la separación y detección de iones [13].

La utilización de MEMS (Microelectromechanical systems por sus siglas en inglés) y circuitos integrados con características tridimensionales e incluso con piezas móviles, permite resolver un sinnúmero de aplicaciones que no pueden realizarse ni por sistemas macroscópicos ni por sistemas microelectrónicos solamente [14, 15, 16]. Los equipos utilizados actualmente tienen gran tamaño y peso, además de requerir sistemas auxiliares para su funcionamiento. La miniaturización en el área de la olfatometría daría la posibilidad de trabajar con dispositivos portátiles de bajo consumo y de mayor eficiencia. Sumado a esto representaría un primer paso en la comprensión de este tipo de microsistemas de amplia aplicación en el campo de la industria y de seguridad. Se debe tener en cuenta que las ventajas de la escala podrán ser aprovechadas para evaluar posibles modelos biológicos que presentan arreglos de sensores interconectados

imposibles de reproducir en tamaños mayores.

El estudio de este tema involucra el desarrollo de nuevas capacidades de sensado con microsensors, el diseño de circuitos integrados de adaptación de señales y procesamiento y la caracterización del microsistema. Esto es necesario porque se plantea un desarrollo complejo donde se combinan desarrollos de microfluídica, procesos de fabricación, caracterización, modelado y diseño de microsistemas, incluyendo también los sistemas de medición y el diseño de los dispositivos microelectrónicos de adecuación de señales e interfaz asociados.

El diseño de narices electrónicas enfocadas a la detección en campos de la biología y la industria de los alimentos [17, 18, 19], servirán de base para los nuevos desafíos impuestos por este trabajos doctoral.

Los dispositivos mencionados se han construido en laboratorios asociados como el Laboratorio de Microtecnología del Instituto Tecnológico de Massachusetts (MIT - USA) y el Instituto de Microelectrónica y Microsistemas (IMM - Italia).

1.3. Metodologías y técnicas aplicadas

Se comenzó realizando un extensa búsqueda bibliográfica en las revistas "Transactions" de IEEE, "Journal of Microelectromechanical Systems (MEMS)", "Sensors Journal" IEEE, "Sensors and Actuators" ELSEVIER, "Journal of Electrostatic" ELSEVIER entre otras publicaciones relevantes. Primeramente se realizó el diseño numérico en colaboración con los grupos UNNE (Universidad Nacional del Nordeste) y del CIMEC-INTEC (Centro Internacional de Métodos Computacionales en Ingeniería - Instituto Tecnológico para la Industria Química). Se analizaron y evaluaron los distintos métodos de ionización existentes en la actualidad, en la búsqueda de un sistema compatible con la tecnología MEMS [20, 21, 22]. Se evaluaron y calcularon los tiempos y trayectorias de vuelo que poseen los compuestos de interés, con el objetivo de encontrar los modelos matemáticos computacionales que mejor representaran el campo de análisis [23, 24, 25]. Luego se trabajará en simulación de sistemas de detección de iones, enfocando el problema a los límites de nuestra que plantea la micro escala. El doctorando recibió entrenamiento en técnicas de microfabricación en los laboratorios asociados al Instituto Tecnológico de Massachusetts (MIT- USA) y al Instituto de Microelectrónica y Microsistemas (IMM - Italia). Simultáneamente se empezarán algunas pruebas en los laboratorios de la Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA) y en el Instituto de Investigaciones Científicas y Técnicas de la FFAA (CITEFA).

Se estudió la detección de pequeñas cantidades de cargas, analizando la electrónica asociada a esta problemática; se incursionó en métodos de pre-concentrado de muestras para aumentar los rangos de detección [26]. Lo antes detallado, se realizó con la ayuda de los programas computacionales comerciales mencionados en el capítulo Materiales y Métodos. Los modelos se enfocaron en investigar los límites de detección de compuestos volátiles y drogas peligrosas. Se realizaron pruebas con la técnica de micromaquinado por ablación láser.

El plan se completa con una serie de cursos al principio de la carrera entre los cuales se incluyen: cursos del ciclo básico del Instituto Sabato, Filosofía de la Ciencia, Física y metalurgia de la Soldadura, Introducción a la Ciencia de los materiales, Introducción a la Ciencia e Ingeniería, Introducción de la Física del Sólido, Métodos Numéricos, Seminario de Investigación en Ciencias de la Ingeniería, Técnicas Estadísticas, Ecuaciones Diferenciales y Sistemas Dinámicos.

Las actividades que se desarrollaron para cumplimentar el plan de tesis fueron:

- Ampliar el conocimiento teórico y experimental en diseño y cálculo de tecnología de olfatometría electrónica y microfabricación de dispositivos.
- Revisar la bibliografía sobre olfateadores electrónicos y microsistemas.
- Comparar los diversos desarrollos existentes, evaluar los parámetros de desempeño, consumo de potencia, velocidad y capacidad de procesamiento de información.
- Concepción, diseño, simulación virtual y diseño físico.

- Caracterizar y testear los microsistemas resultantes.
- Experimentar con detectores a escala y utilizar los microsistemas integrados desarrollados.
- Realizar cursos de postgrado en la temática de microsistemas, microfluídica, materiales, modelado y simulación.

Recursos disponibles

Esta tesis se realizó en un ámbito de grupos de trabajo que contaron con todos los recursos necesarios para la realización del plan de trabajo. Las publicaciones de interés se hallan disponibles en formato electrónico en la CNEA (biblioteca electrónica). Se dispone del software necesario, el cual incluye MATLAB y licencias de CoventorWare 2008 y Simion 8 que permiten la simulación y diseño físico necesarios. En cuanto al acceso a fabricación de circuitos integrados, la CNEA cuenta con una facilidad del tipo sala limpia completamente equipada para microfabricar. Además se cuenta con laboratorios asociados como el Microsystem Technology Laboratories (MTL – MIT). Para la caracterización y medición de los circuitos integrados, se cuenta en el laboratorio con instrumental básico de medición, y con equipo especializado, que incluye principalmente analizadores lógicos, instrumentos de medición de bajas corrientes (picoamperímetros), estación de prueba de circuitos integrados, generadores vectoriales de señales y estaciones de testeo basadas en FPGA Xilinx.

- Beca tipo doctoral CNEA AID-141.
- Financiación propia de CNEA (Comisión Nacional de Energía Atómica).

1.4. Objetivos del trabajo doctoral

1.4.1. Objetivos generales

Los objetivos generales del plan de trabajo son dos. Elaborar soluciones tecnológicas para problemas existentes permitiendo afrontar las contingencias de los tiempos modernos en los que se presentan graves problemas de seguridad y formar recursos humanos en un área tecnológica de alto impacto como es la de los micro-nanomecanismos.

1.4.2. Objetivos específicos

Los objetivos específicos se enuncian a continuación:

- La fabricación y puesta a punto de prototipos de generación y detección de iones de funcionamiento real y la verificación de sus capacidades.
- Diseñar, simular y calcular sistemas miniaturizados para detección de compuestos orgánicos volátiles y de drogas peligrosas, siendo esta un área estratégica. Estos dispositivos deberán ser de dimensiones micrométricas (dar rango) y se diseñarán junto con la micro-nanoelectrónica asociada que permita su funcionamiento como microsensor. Las principales ventajas asociadas a la disminución del tamaño son la reducción del consumo energético, del peso, mejora sustancial en la sensibilidad y el incremento de la flexibilidad de medición.
- Incrementar el conocimiento en el área de microsistemas. Se propone llevar adelante estudios, diseños, cálculo y construcción de sistemas micro-electromecánicos (MEMS) en general y en particular dentro del área de espectrometría de movilidad iónica [27, 28]. Realizándose los modelos matemáticos necesarios para comprender y aproximar el funcionamiento de las maquetas virtuales y los dispositivos físicos fabricados. Estos modelos se realizaron utilizando herramientas de software especiales como por ejemplo: CoventorWare y SIMION [29].

1.5. Estructura de la tesis

Este trabajo de tesis esta dividido en siete capítulos.

- Este capítulo contiene la introducción a la temática sobre la que trata este trabajo. También se enuncia una descripción de la espectrometría por movilidad iónica en la que se explican las dos disposiciones mas utilizadas, tubo de separación y sistema por flujo cruzado. Además se comenta la metodología y técnicas aplicadas en este trabajo de tesis. Finalizando el capítulo se encuentran los objetivos generales y específicos.
- En el capítulo 2 se describe el marco teórico que sustenta el desarrollo de lo presentado. Desde las ecuaciones que describen el funcionamiento del generador de iones pasando por las fórmulas que enuncian el movimiento de partículas cargas arrastradas por un fluido hasta las ecuaciones que modelan la separación iónica por movilidad.
- El capítulo 3 esta formado por la descripción de las técnicas, equipos y software utilizados para construir los dispositivos ensayados en este trabajo, tanto los modelos virtuales como los modelos físicos.
- El capítulo 4 aqui se realiza una descripción de los modelos físicos y virtuales que se han usado destacando la evolución a medida que se desarrollaba este trabajo.
- El capítulo 5 contiene una detallada evaluación de los resultados obtenidos.
- El capítulo 6 enuncia las conclusiones y sugerencias de trabajos futuros, se precisan los pasos a seguir en la evolución de este tipo de dispositivos.
- El capítulo 7 se muestran los posters y publicaciones.
- Misceláneas, aquí se agregaron los materiales adicionales que posibilitaron la concreción del trabajo de tesis, diseño de máscaras ópticas, planos mecánicos, certificados y cursos de capacitación.
- Bibliografía, aqui se muestran las referencias bibliográficas utilizadas en el trabajo de tesis.

Capítulo 2

Marco teórico

Indice

2.1. Fluidodinámica	2
2.1.1. Número de Knudsen (K_n):	2
2.1.2. Número de Reynolds (R_D):	2
2.1.3. Número de Mach (M):	4
2.1.4. Ecuaciones de Navier-Stokes	4
2.1.5. Ecuaciones de difusión	5
2.2. Ley de Poiseville:	6
2.3. Descargas Eléctricas	7
2.3.1. Proceso de ionización por impacto electrónico	8
2.3.2. Ruptura gaseosa:	9
2.3.3. Cálculo del campo eléctrico entre dos conductores	11

En este capítulo se hace inca pie en las ecuaciones y fundamentos matemáticos que rigen el funcionamiento de los dispositivos de espectrometría de movilidad iónica (IMS). Los antes mencionados poseen tres subsistemas característicos que determinan su funcionamiento, un primer subsistema de generación de iones, el segundo subsistema es el encargado de mover las partículas cargadas logrando su separación y finalmente el tercer subsistema es el que detecta y clasifica los iones presentes. La generación de iones podrá utilizar mayormente fuentes radioactivas o de descargas eléctricas. Las fuentes de descarga eléctrica generan partículas cargadas a través de campos eléctricos, las leyes que los rigen son principalmente la ley de Laplace, ley de Peek, ley de Paschen, ley de Warburg y leyes de difusión, los valores a determinar serán intensidad del campo electrostático, tensión de ruptura del dieléctrico, corriente circulante por el dispositivo.

El segundo de los subsistemas se ocupa de mover y separar los iones, caracteriza el tipo de dispositivo con el que se trabaja, comúnmente se utilizan dos formas de mover partículas cargadas desde el generador de iones hasta su detector, esta son, campos eléctricos variables o un fluido de arrastre. En el caso de utilizar un fluido de arrastre las ecuaciones correspondientes serán Poiseuille, Darcy-Weisbach y Navier-Stokes. Los valores a determinar son, el tipo de flujo que se genera, la velocidad del mismo, las pérdidas de carga por rozamiento del fluido y la existencia de áreas de flujo detenido o de recirculación.

El tercer subsistema, consiste en la detección de iones, y se realiza a través de campos eléctricos que captan las partículas cargadas presentes, estas son arrastradas por el gas y deflectadas por un campo electrostático, las ecuaciones aquí utilizadas serán Poiseuille y Navier-Stokes combinadas con Laplace y de difusión. La simulación de dispositivos como los que plantea este trabajo se centran en modelos multifísica de escalas microscópicas. Siendo la fluidodinámica el área que contiene gran parte de los modelos teóricos presentados.

2.1. Fluidodinámica

Fluidodinámica es una disciplina dentro de la mecánica de los fluidos, entendiendo fluidos como líquidos y gases. Las ecuaciones que la rigen son las ecuaciones de conservación de masa, de momento lineal (segunda ley de Newton) y de energía (primera ley de la Termodinámica). La aplicación de estas ecuaciones supone la verificación del continuo, en el caso de gases esto se realiza a través del número de Knudsen, además se realizan las verificaciones de los números de Mach y de Reynolds para establecer si las ecuaciones a aplicar estarán en el rango compresible o no y caracterizar el flujo en laminar o turbulento [30, 31].

2.1.1. Número de Knudsen (K_n):

Este es un número adimensional que indica la validez del campo continuo y es igual a la proporción entre la longitud del camino libre medio molecular λ y una escala de longitud física representativa L de la geometría del dominio de cálculo, esta longitud en el caso de canales puede ser el ancho, el alto o el diámetro.

$$K_n = \frac{\lambda}{L} = \frac{K_b T}{\sqrt{2} \pi \sigma^2 P L} \quad (2.1)$$

En la ecuación anterior P es la presión, σ es el diámetro de la molécula del medio gaseoso y K_b es la constante de Boltzmann. A través de la ec. 2.1 se verifica la validez de la condición de continuidad, si bien los gases están formados por partículas, para el análisis matemático se lo puede considerar como un continuo, si el cociente entre el camino libre medio λ y la longitud característica es menor a la unidad, así los modelos serán descriptos por las ecuaciones de la dinámica de fluidos, ahora bien, si el número de Knudsen es cercano a la unidad o mayor, se deberá recurrir a las ecuaciones de la mecánica estadística para describir el comportamiento del fluido. En estos casos hay fenómenos que no pueden ser descritos por las ecuaciones clásicas de la dinámica de fluidos, ni se pueden aplicar las condiciones de frontera habituales (velocidad cero en las paredes) ya que las moléculas de los gases tienen un recorrido libre medio, considerablemente superior al de los líquidos. Un gas, se puede considerar un medio continuo para valores de K_n menores a 0.001. Para valores mayores que este pero menores que 0.1 se conserva la validez de las ecuaciones de Navier-Stokes sin embargo se debe considerar deslizamiento en la frontera. Valores de K_n mayores a 0.1 el modelo continuo ya no es apto para la descripción del flujo y se debe recurrir a la mecánica estadística para modelar correctamente la interacción entre partículas [32]. Generalmente para un gas, el λ está en el orden de los $10^{-8}m$ en condiciones estándar de presión y temperatura ($25^\circ C, 101kPa$) [33]. Resulta de suma importancia determinar los rangos de dimensiones en los cuales se pueden presentar inconvenientes al momento de modelar el flujo como continuo.

2.1.2. Número de Reynolds (R_D):

El número de Reynolds se utiliza para caracterizar adecuadamente el flujo de un fluido. Este número adimensional representa la relación entre fuerzas inerciales y fuerzas viscosas del flujo en un fluido. Con esta información se puede determinar si el flujo es laminar, de transición o turbulento. En los casos donde el flujo del fluido es laminar, este se mueve en capas con límites claramente definidos y los cambios en propiedades, como velocidad y presión son graduales y regulares. En tanto los flujos turbulentos se caracterizan por cambios en velocidad y presión violentos e impredecibles en espacio y tiempo.

$$R_D = \frac{D v_f}{\nu} \quad (2.2)$$

donde v_f es la velocidad media del fluido, D diámetro del canal, ν la viscosidad cinemática del fluido.

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} \quad (2.3)$$

2. MARCO TEÓRICO

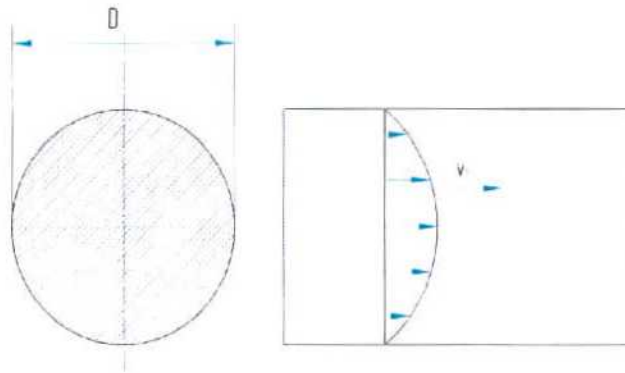


Figura 2.1: La imagen muestra una vista frontal y otra longitudinal de un canal circular de diámetro D , por el que se mueve un fluido con una velocidad v_f . El número de Reynolds para esta geometría es igual a la relación existente entre el producto de la velocidad del flujo v_f con el diámetro D y la viscosidad cinemática del fluido, ν . También se puede apreciar en la vista longitudinal el perfil parabólico de velocidades que se generan entre las distintas capas del fluido, siendo máximo en el centro y tendiendo a cero sobre el borde del canal.

La viscosidad cinemática ν es el cociente entre la viscosidad dinámica η y la densidad ρ del fluido .

En los casos en que la sección no sea circular se deberá calcular el radio hidráulico R_H , como el cociente entre área del fluido y el perímetro en contacto con el borde P_c .

$$R_H = \frac{Area}{P_c} \quad (2.4)$$

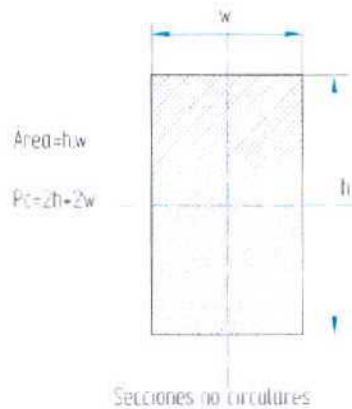


Figura 2.2: En el caso de secciones no circulares la dimensión característica se calcula a través del radio hidráulico R_H , que es el cociente entre el área del fluido y el perímetro que moja el mismo, este se introduce en la fórmula del numero de Reynolds multiplicada por un coeficiente cuatro en lugar de diámetro.

El número de Reynolds para secciones no circulares es igual a:

$$R_D = \frac{4R_H v_f}{\nu} \quad (2.5)$$

Los valores límite del número de Reynolds que definen los regímenes del flujo dependen de, la geometría, la velocidad del flujo y del fluido. Generalmente los límites característicos son, valores de R_e mayores a 4000 indican flujo turbulento, menores a 2000 indican flujo laminar y los valores intermedios indican flujo de transición.

2.1.3. Número de Mach (M):

Este índice es igual a la relación existente entre la velocidad del flujo de un gas v_f y la velocidad del sonido en ese mismo gas C . A través de este número adimensional se realiza el análisis de flujos compresibles, estableciéndose cinco categorías. Los valores cercanos a 0.2 dan como resultado un régimen incompresible donde los efectos de compresibilidad se consideran insignificantes.

$$M = \frac{v_f}{C}. \quad (2.6)$$

Ahora bien, se consideran subsónico los valores del número de Mach inferiores a la unidad y superiores a 0.2, ya que tiene una magnitud suficientemente elevada para quedar fuera de la clasificación del régimen incompresible. Los valores mayores a este se clasifican en regímenes transónicos, si son mayores a la unidad pero cercanos a este valor, si el valor del número M es varias veces superior a la unidad el flujo es supersónico y si este valor supera en más de cinco veces la unidad es considerado hipersónico. Las consideraciones anteriores se relizaron para simplificar el cálculo y utilizar las ecuaciones correspondientes a flujos incompresibles.

2.1.4. Ecuaciones de Navier-Stokes

Una de la ecuaciones utilizadas para modelar el flujo de un fluido fue la ecuación de Navier-Stokes, con ella se determinó presión, velocidad y régimen del fluido [34]. Se aplicó conservación de, masa, momento y energía dentro de campo del continuo para densidad constante del fluido.

Conservación de Masa

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + (\nabla \rho v_f) = 0, \quad (2.7)$$

donde ρ es la densidad del fluido, v_f es la velocidad del fluido.

Conservación de Momento

$$\frac{\partial(\rho v)}{\partial t} + (\nabla \rho v) = -\nabla P + (\nabla \tau) + \rho g + F, \quad (2.8)$$

τ es la tensión viscosa, ∇P es la variación de presión, g la gravedad y F es la fuerza.

Conservación de Energía

$$\frac{\partial e}{\partial t} + v \nabla = \nabla(k \nabla T) + H + \Phi. \quad (2.9)$$

Donde e es la energía interna del sistema, definida como $e = \rho C_p T$, siendo C_p el calor específico del fluido a presión constante, y k la conductividad térmica, H es el término de la fuente de energía (entalpía) y Φ el término de disipación térmica a volumen constante.

Ecuación de Estado

En los modelos desarrollados se supone densidad constante. Se asume que la densidad es independiente de la presión y la temperatura. El software disponible CoventorWare 2008/10 permite calcular la densidad dependiente de la temperatura.

$$\rho = cte, \quad (2.10)$$

2.1.5. Ecuaciones de difusión

Cuando en un sistema termodinámico multicomponente hay un gradiente de concentraciones, se origina un flujo irreversible de materia, desde las altas concentraciones a las bajas. A este flujo se le llama difusión. La misma tiende a devolver al sistema a su estado de equilibrio, de concentración constante. La ley de Fick, ecuación 2.11, nos dice que el flujo difusivo que atraviesa una superficie J en $[mol/m^2s]$ es directamente proporcional al gradiente de concentración [35]. El coeficiente de proporcionalidad se llama coeficiente de difusión D en $[m^2/s]$. Para un sistema discontinuo (membrana que separa dos cámaras) esta ley se escribe como,

$$J = -D\nabla_n, \quad (2.11)$$

donde ∇_n es el gradiente de concentración, J número de partículas que fluyen a través del área normal en la unidad de tiempo, D es la constante de proporcionalidad llamada coeficiente de difusión.

$$J = vn, \quad (2.12)$$

El vector J puede ser descripto como el producto de la velocidad del flujo difusivo v por n número de partículas. Entonces la ley de Fick se escribe:

$$v = -\left(\frac{D}{n}\right)\nabla_n, \quad (2.13)$$

El flujo difusivo continua hasta que desaparece el gradiente de concentración.

Movilidad iónica

Los dispositivos del tipo IMS basan su funcionamiento en la medición de la velocidad característica de los iones impulsados por un campo eléctrico, denominada velocidad de deriva (drift velocity), en los sistema de detección por flujo cruzado (cross flow) la velocidad de deriva forma con la velocidad del flujo v_f un ángulo de 90° .

$$v_d = KE, \quad (2.14)$$

la velocidad de deriva v_d , resulta proporcional al campo eléctrico E , siendo el coeficiente de proporcional K , la movilidad iónica

$$K = \frac{3}{16} \frac{z_e}{N} \frac{1}{\Omega_0} \sqrt{\frac{2\pi}{k_b T} \left(\frac{1}{m} + \frac{1}{M} \right)}, \quad (2.15)$$

que define de manera única al compuesto que se quiere identificar puesto que su dependencia con las fluctuaciones térmicas $k_b T$, la carga eléctrica z_e , la densidad ρ representada por el número de moles N del gas y la sección efectiva de colisión Ω_0 , se puede obtener del balance entre la variación de la cantidad de movimiento y la fuerza impulsora durante el choque elástico entre la molécula ionizada de masa m y otra neutra de masa M [36]. En los dispositivos convencionales IMS la medición del tiempo de deriva determina el tipo de molécula a identificar.

$$t_d = \frac{d}{v_d} = \frac{d}{KE} \quad (2.16)$$

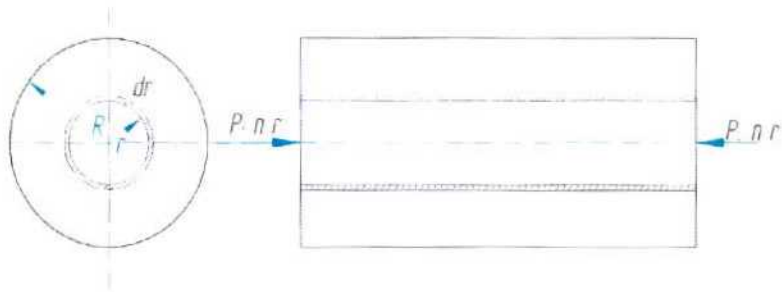


Figura 2.3: En la figura se ve la representación del esquema utilizada para deducir la Ley de Poiseuille, donde se tiene un tubo cilíndrico por el que circula un fluido que llena completamente el volumen y se encuentra en flujo laminar, $R_D < 2000$, el movimiento es generado por una diferencia de presiones entre la entrada y la salida.

Estableciendo el campo eléctrico E y la distancia d , predeterminadas por la configuración del dispositivo experimental, se obtiene la movilidad K para cada muestra analizada. También se puede poner la movilidad en función de la constante de proporcionalidad D de la ley de Fick.

$$K = \left(\frac{eD}{kT} \right), \quad (2.17)$$

la expresión 2.17 es la ecuación de Einstein también llamada ecuación de Nernst-Townsend, siendo T la temperatura de gas en Kelvin, e la carga del electrón/ión y k la constante de Boltzmann. Reemplazando estos valores queda [37],

$$K = 11605 \left(\frac{D}{T} \right), \quad (2.18)$$

2.2. Ley de Poiseuille:

La velocidad entre dos capas del fluido una próxima a la pared del tubo y la otra mas alejada será distinta por la existencia de una viscosidad, se entiende a la misma como fricción entre las capas del fluido; ahora bien, la fuerza por el área actuante sobre la capa será proporcional al gradiente de velocidad por un coeficiente de proporcionalidad, la viscosidad.

$$\frac{F}{A} = \eta \frac{\delta v_f}{\delta x}, \quad (2.19)$$

Considerando un fluido viscoso que circula por un tubo de sección circular de radio R y una longitud L , dentro del régimen laminar, como muestra la figura 2.3, y entendiéndolo a la viscosidad como la fricción entre dos capas del fluido, existe en los extremos del tubo una fuerza F generada por la diferencia de presión P_1 y P_2 , que hace circular el fluido. La fuerza resultante será igual a:

$$F = (P_1 - P_2) \pi r^2 \quad (2.20)$$

Sustituyendo en la ecuación 2.19 la fuerza F de la ecuación 2.20

$$\frac{(P_1 - P_2) \pi r^2}{2 \pi r L} = \eta \frac{\delta v_f}{\delta x}, \quad (2.21)$$

Integrando en esta ecuación encontramos el perfil de velocidad en función de la distancia radial.

$$-\int_v^0 v_f = \frac{P_1 - P_2}{4\eta L} \int_r^R r dr, \quad (2.22)$$

Como se aprecia en la ec. 2.23 el resultado es la ecuación de una parábola.

$$v_f = \frac{\Delta P}{\eta L} (R^2 - r^2) \quad (2.23)$$

La velocidad del flujo v_f responde a una ley parabólica donde ΔP es la variación de presión entre la entrada y la salida del conducto L es la longitud del canal, R es el radio del canal y r es la variación del radio del canal desde cero hasta R . Analizando esta ecuación se aprecia que la velocidad del fluido tenderá a cero sobre las paredes del canal y será máxima sobre el centro del mismo. Se consideró despreciable la rugosidad superficial sobre las paredes del canal. La rugosidad en paredes de vidrio toma valores de 1.5 a $2\mu m$.

2.3. Descargas Eléctricas

El término descarga fue utilizado asociando el proceso de acumulación y pérdidas de cargas producidas en un capacitor que es parte de un circuito eléctrico, describe un flujo de corriente eléctrica en un gas ionizado, producido por un campo eléctrico. A través de este fenómeno, un gas, que normalmente no conduce electricidad, comienza a hacerlo debido a la ionización de sus partículas, esto es generado por una fuente energética, por ejemplo un campo eléctrico, que genera una diferencia de potencial entre los electrodos en que se sitúa el gas. Las descargas eléctricas en gases han sido estudiadas desde fines del siglo XVIII, entre otros por Friedrich Paschen [38] y F. W. Peek [39].

La fig. 2.4 muestra un gráfico Tensión-Corriente, en el primer tramo (A-B), para valores bajos de tensión, la corriente crece con la tensión, ocurre hasta que la corriente llega a un valor de saturación donde hay un aumento de la tensión y la corriente se mantiene constante, el tiempo que tardan las cargas en recorrer el espacio entre electrodos es menor al que tardan en ser generadas. Al aumentar la tensión entre los electrodos (C-D) predomina el mecanismo de generación iónica por avalancha, llamada descarga Townsend, con emisión de electrones por parte del cátodo. Siguiendo la curva punteada, se muestra el desarrollo de la descarga en condiciones de baja presión, comienza una descarga luminiscente, como en el segmento anterior los electrones se emiten por impacto con el cátodo frío. En el segmento (D-F) se genera una distribución de campo eléctrico elevada en el cátodo. En el segmento (F-G) la tensión de descarga se mantiene constante el aumento de la corriente se logra a expensas del incremento del área transversal donde se realiza la descarga. La suma de los segmentos (D-F) y (F-G) se la conoce como descarga luminiscente normal. Luego en el segmento (G-H') el área a crecido todo lo posible y requiere de un aumento de la tensión para multiplicar los electrones; pasando el punto (H') la corriente es muy intensa y calienta el cátodo produciendo emisión termoiónica dando paso al arco eléctrico, el segmento (H'-I) es sumamente inestable, luego de esto la tensión cae en el segmento (I-J) pero la corriente sigue aumentando. En tanto que la línea continua desde el punto D al J representa la descarga eléctrica en gases a presión atmosférica, en el punto D comienza la descarga llamada corona, se caracteriza por poseer baja corriente, ser local y los campos eléctricos que la forman no son uniformes, en el punto H comienza a producirse la descarga tipo chispa (spark), en este régimen existe un canal ionizado entre los electrodos, el mecanismo de ionización se conoce como streamer, la corriente es muy intensa y calienta el cátodo, hay emisión termoiónica dando lugar al arco eléctrico. En el segmento (I-J) el plasma generado no se encuentra en equilibrio térmico, las partículas presentes no tienen la misma temperatura, luego del punto J se logra un estado cercano al equilibrio térmico. Los arcos eléctricos producidos conducen altas corrientes y son muy brillantes. La fig. 2.4 presenta tres zonas bien delimitadas con líneas de puntos verticales a todo lo largo de la gráfica, la primera llamada descarga Townsend ya que este es el mecanismo de ionización mas importante, la segunda de ellas es la zona llamada corona, aquí la descarga en el gas es parcial y es una área de transición hasta llegar al arco, esta zona es el lugar de trabajo de los dispositivos de producción de iones, ya que se obtienen gran número de los mismos sin los inconvenientes que presenta la tercera

2. MARCO TEÓRICO

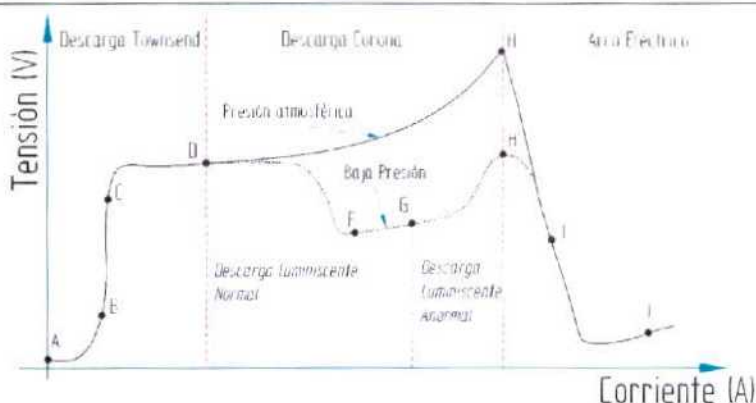


Figura 2.4: Curva Tensión-Corriente para las descargas eléctricas que se producen en un gas. Se presenta una curva continua que corresponde a la descarga eléctrica que se produce a presión atmosférica y entre los puntos D y H en línea de puntos se representa la descarga que se produce a baja presión. La curva delineada desde el punto D al H es la zona de trabajo de los dispositivos de producción de iones.

zona. Por último en la zona de arco eléctrico, la corriente aumenta, la tensión disminuye y se eleva en forma considerable la temperatura, que ocasiona el deterioro de los electrodos.

La ionización de un gas en una descarga eléctrica puede producirse por varios mecanismos, impacto electrónico, fotoionización, ionización por átomos excitados, ionización asociada, recombinación en volumen y por formación y decaimiento de iones negativos entre otros [40], [41].

Descarga Corona

Este fenómeno corresponde a una descarga parcial en un gas, localizado en zonas limitadas del mismo e implica la pérdida de la capacidad dieléctrica de este. Se da en presencia de campos no uniformes y de gran intensidad, cuando el valor del campo eléctrico alcanza los valores de rigidez dieléctrica del medio gaseoso, (para el caso del aire aproximadamente $30kV/cm$ a $25^{\circ}C$ y $760mmHg$), este comienza a ionizarse, se transforma en conductor y se produce una descarga localizada, generalmente es acompañado por emisiones luminosas y un zumbido fácilmente perceptible. Este tipo de descarga requiere para establecerse la existencia de un circuito eléctrico con una alta resistencia óhmica externa. Algunas veces al suministrarle una pequeña cantidad de fotones (a través de una lámpara) comienza la descarga y puede apreciarse una luminiscencia, estos factores sumados a la forma de los electrodos determinaran el tipo de descarga que se producirá, si la intensidad del campo es la adecuada para producir descargas y la resistencia del circuito eléctricos externo es muy elevada, limitando la corriente que circula entre los electrodos, la descarga será no autosostenida, esto también puede apreciarse al dejar de suministrar fotones, así la descarga desaparece.

2.3.1. Proceso de ionización por impacto electrónico

El proceso de impacto electrónico es el mas importante de generación de cargas en el seno de un gas ¹, la reacción se muestra en el siguiente esquema,



Los electrones emitidos desde los electrodos colisionan con la moléculas neutras, la ionización depende de la energía que pueden ganar al moverse en el gas, expresada en la ec. 2.24,

$$\Delta E_{elc} = e\lambda_e E \quad (2.24)$$

¹Ionizar un gas implica suministrarle la energía necesaria para extraerle electrones es decir la energía de impacto del electrón deberá ser mayor que la energía de ionización del gas.

2. MARCO TEÓRICO

donde e es la carga del electrón, λ_e camino libre que recorre el electrón hasta colisionar con otra partícula y E es el campo eléctrico presente, también se suele expresar la energía ganada por el electrón en función de la presión p o la temperatura T del gas, esto se logra a través de la ecuación de estado de un gas perfecto.

$$p = \rho k_b T \quad (2.25)$$

donde ρ es la densidad del mismo, k_b es la constante de Boltzmann y T es la temperatura del gas. Si escribimos el camino libre medio que recorre un electrón en función de la densidad del gas.

$$\lambda_e \approx \frac{1}{N} \quad (2.26)$$

Ahora podemos poner la energía que adquiere el electrón en función de la presión del gas.

$$\Delta E_{elec} \approx \frac{E}{p} \quad (2.27)$$

La ionización de la molécula se producirá cuando la energía del electrón sea mayor a la necesaria para producir la ionización, debe señalarse que la probabilidad de ionización no siempre es mayor cuanto mayor es la energía del electrón, ya que cada gas presenta una energía óptima que maximiza la probabilidad de ionización en la colisión con un electrón.

2.3.2. Ruptura gaseosa:

Mecanismo Townsend

Al aplicar una diferencia de potencia entre dos electrodos separados una distancia d e inmersos en un gas se produce entre ellos un campo eléctrico, este actúa sobre las cargas presentes en el gas. Al generarse este movimiento de cargas hay circulación de corriente, existiendo una relación entre la tensión aplicada y la corriente que circula en el medio, Townsend estudio esta relación y planteó tres zonas características, las que se aprecian en la fig. 2.5, la primera de ellas desde tensión 0V hasta un valor V_1 la corriente que circula es producto de las cargas presentes en el aire, luego la corriente llega a un valor I_0 conocido como corriente de saturación, esta es la corriente máxima que pueden generar las cargas presentes en el aire, en la segunda zona, mas allá de V_1 la tensión sigue aumentando y la corriente se encuentra en una meseta hasta llegar al valor V_2 donde comienza la tercera zona, aquí la ionización se produce por impacto electrónico, las moléculas neutras del gas colisionan con electrones extraídos desde los electrodos y acelera el campo eléctrico [42].

La corriente circulante entre los electrodos es igual a:

$$I = I_0 e^{\alpha d} \quad (2.28)$$

siendo I_0 la corriente inicial generada por los electrones presentes en el gas, (αd) es conocido como el término de avalancha, donde α es el coeficiente de la primera ionización, que representa la cantidad de electrones libres que puede producir un electrón por unidad de longitud, establecido por Townsend y d la distancia entre electrodos. Si consideramos que la temperatura del gas es constante, la energía del electrón solo depende de E/p , en tanto el coeficiente α depende de la densidad del gas o presión y la energía que gana el electrón en cada colisión.

$$\frac{\alpha}{p} = pf\left(\frac{E}{p}\right) \quad (2.29)$$

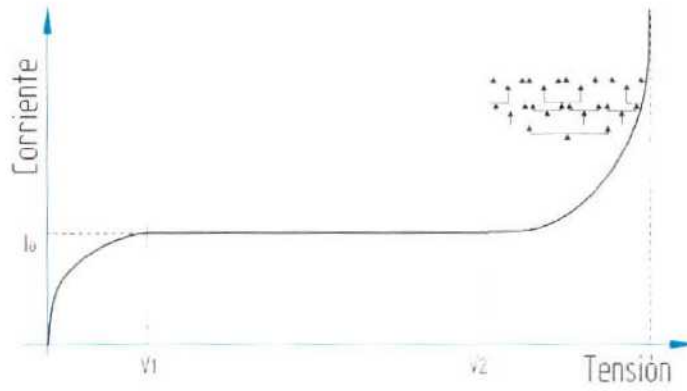


Figura 2.5: Curva Corriente-Tensión la misma presenta tres zonas definidas, al primera de ellas desde una tensión $0V$ hasta V_1 la corriente crece por el aporte de las cargas libres en el gas, en la segunda zona la tensión aumenta pero la corriente encuentra un valor meseta llamado corriente de saturación I_0 , hasta V_2 donde comienza la zona de avalancha, aquí las cargas son producidas mayormente por impacto electrónico con moléculas neutras, en la figura se esquematiza este mecanismo.

$$\frac{\alpha}{p} \approx f\left(\frac{E}{p}\right) \quad (2.30)$$

Se observaron apartamientos de la curva descripta por la ec. 2.28, por esto Townsend supuso la existencia de otro mecanismo que contribuía al aumento de la corriente,

$$I = I_0 \frac{e^{\alpha d}}{1 - \gamma(e^{\alpha d} - 1)} \quad (2.31)$$

este mecanismo contemplaba el aporte de nuevos electrones proveniente de los electrodos, así se obtiene el segundo coeficiente de ionización de Townsend γ . A partir de la ec. 2.31 Townsend establece un límite o umbral para que la descarga se produzca,

$$\gamma(e^{\alpha d} - 1) = 1$$

si el valor de este termino es mayor a 1 la descarga crece rápidamente pero si es menor a la unidad la descarga no es autosostenida y se extingue.

Mecanismo Streamer

La teoría sobre ruptura gaseosa por descargas eléctricas postulada por Townsend fue completada con los aportes de Meek y Loeb [43, 44], quienes desarrollaron el concepto de canales o streamers donde quedo contenido el mecanismo de avalancha, además se agregaron los efecto que produce el movimiento de la partículas cargadas durante la avalancha electrónica, vinculando el mecanismo de streamear con la cantidad de partículas cargadas presentes en el gas, siendo necesario contar con un número mayor que $10e^8$ para que se formen los canales de descarga, otro de los datos importantes es la velocidad de descarga para el caso de descarga Townsend $10e^{-5}m/s$ y $10e^{-7}m/s$ para el streamer. El mecanismo mencionado se presenta principalmente en presencia de campos inhomogeneos, como los existentes en geometrías punta plato. La ley de Peek establece una relación geométrica límite para que la descarga sea corona o streamer, esto se verá en 2.3.3.

2.3.3. Cálculo del campo eléctrico entre dos conductores

La generación de iones será mediante la producción localizada de una descarga eléctrica autolimitada, o descarga corona, con la que produciremos la ionización necesaria en las muestras que queremos identificar. Las descargas eléctricas por rompimiento de dieléctrico pueden alcanzarse mediante la acumulación de energía electrostática entre dos electrodos sometidos a una diferencia de potencial [45]. Para nuestros propósitos, el estado previo en el que comienza la luminiscencia, conocido también como descarga corona, es suficiente para ionizar la muestra. Por tanto es posible plantear las ecuaciones que describen el campo eléctrico antes de la descarga eléctrica resolviendo la ec. de Laplace en un volumen determinado por una superficie cerrada. Consideramos la configuración [46] de dos conductores cilíndricos concéntricos para analizar los fundamentos de la descarga corona. El cilindro exterior es hueco con radio interior S y el cilindro interior tiene radio r , también llamado aguja. El cilindro interior se mantiene a un potencial V

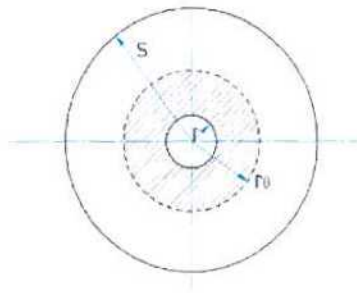


Figura 2.6: La imagen muestra la configuración utilizada para analizar la descarga corona. Dos cilindros concéntricos de radio r el interno y radio S el externo, entre los dos cilindros se encuentra el dieléctrico que se desea ionizar, la zona rallada de radio r_0 marca el límite de la zona de ionización, la superficie sobre el radio r_0 tiene una intensidad de campo eléctrico igual a la de ruptura del gas, sobre el electrodo de menor diámetro la intensidad de campo eléctrico es superior a este valor.

y el cilindro exterior a potencial cero. Claramente, esta configuración es diferente a la de punta y plato, y distinta también a la de dos conductores paralelos separados una distancia $2S$. Sin embargo, es posible verificar que las soluciones a la Ec. de Laplace son similares en todos esos casos [47], siendo el potencial eléctrico

$$\phi(x) = V \frac{\ln(S/x)}{\ln(S/r)}. \quad (2.32)$$

donde x representa la distancia radial desde el centro del cilindro interior hasta un punto arbitrario dentro del espacio entre los dos conductores cilíndricos. Por lo tanto,

$$E(x) = V \frac{1/x}{\ln(S/r)}, \quad (2.33)$$

es el modulo del campo eléctrico radial orientado desde el conductor interior (ánodo) hacia el exterior (cátodo).

Ley de Peek (criterio de ruptura de F. W. Peek)

En sistemas de tamaños de decenas de mm o mayores la ley de Peek [48] establece empíricamente el potencial eléctrico en el ánodo necesario para observar descarga corona: A una distancia proporcional a la raíz cuadrada del radio del ánodo, el campo eléctrico producido por el mismo debe igualar al campo necesario G_0 para el rompimiento del dieléctrico en el que se encuentra embebido. Para el caso del aire $G_0 = 3v/\mu m$, que desde la Ec. (2.33) y según la ley de Peek,

$$E(r + 0.301\sqrt{r})\gamma = G_0, \quad (2.34)$$

permite determinar el potencial crítico sobre al ánodo

2. MARCO TEÓRICO

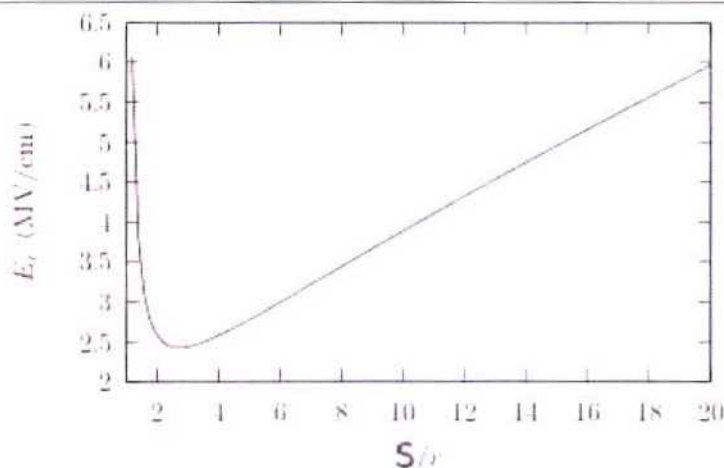


Figura 2.7: La imagen muestra la intensidad del campo eléctrico sobre el electrodo de menor diámetro, ánodo, en una configuración de cilindros concéntricos en función de S/r .

$$\gamma = \frac{3.92b}{273 + t} \quad (2.35)$$

b valor de la presión atmosférica en cm de Hg, t temperatura en grados Centígrados.

$$V_c = G_0 r \ln(S/r) \left(1 + \frac{0.301 \sqrt{cm}}{\sqrt{r}} \right) \quad (2.36)$$

necesario para iniciar la descarga corona. El factor $\sqrt{cm}$ que acompaña a 0.301 se debe a la elección de las unidades para medir distancias, V_c es nombrada como voltaje crítico visual de descarga corona o voltaje inicial de descarga corona y es el voltaje requerido para que se aprecie visualmente la descarga entre los electrodos [49].

Analizando en detalle la ec.2.36 se puede decir que el campo siempre disminuye desde su valor sobre la superficie del cilindro hacia el interior del sistema y que para radios de cilindro mayores el campo en la superficie del cilindro es menor o mayor dependiendo de que $\frac{S}{r} > e$ o $\frac{S}{r} < e$ respectivamente, como se puede ver en la Figura 2.7. Además Peek establece un límite para la formación de la descarga del tipo corona, $\frac{S}{r} < e$, para valores menores a este no existiría corona, ya que la descarga será del tipo streamer, los valores mucho mayores al e implicará un aumento del potencial hasta alcanzar la ruptura del dieléctrico, con un excesivo gasto energético. En ese último caso el potencial se debe aumentar incrementando el radio real del conducto a otro diámetro virtual y al llegar este al valor estipulado por la relación de radios, recién se darán las condiciones para que se produzca la descarga. Una vez establecida la relación de diámetros para que la descarga eléctrica sea del tipo corona, se deberá encontrar el valor de tensión necesario para que comience la descarga eléctrica. Al establecer un campo eléctrico entre dos electrodos en configuración cilíndrica como los mostrados en la fig. 4.30 se observa que la intensidad del campo eléctrico sobre el conductor central es mayor a la de ruptura del gas, llegando al valor de ruptura a una distancia r_0 , todo indicaría que al alcanzar la intensidad del campo eléctrico el valor de disrupción del gas comenzaría la descarga, pero no es así, una vez alcanzado este valor sobre el conductor se deberá seguir aumentando la tensión para lograr elevar la intensidad del campo eléctrico hasta que la disrupción del gas se logre, mostrando diferencias entre los valores teóricos y experimentales.

F. W. Peek a través de un extenso trabajo empírico encuentra una relación entre tensión de disrupción y radio del electrodo menor, demostrando que se debe superar este valor sobre la superficie del conductor, también establece que existe una relación entre r_0 y r ,

$$r_0 \approx r + 0.301\sqrt{r}$$

por lo tanto el potencial de ruptura del aire debe ser alcanzado a una distancia r_0 mayor que r para que comience la descarga eléctrica [50].

Corona negativa: En este caso el electrodo puntiagudo (o de aguja) posee polaridad negativa y el plato la opuesta, en la zona cercana a la punta el campo posee mayor intensidad y los electrones libres cercanos son acelerados hacia el plato y así se crea una avalancha electrónica ², se debe tener en cuenta que a medida que el electrón se aleja la intensidad del campo disminuye rápidamente, lo que no es favorable para el desarrollo de la avalancha; algunos fotones producidos en esta avalancha crean otra, creciendo rápidamente el número de electrones libres, estos al alejarse de la punta dejan atrás los iones generados y se recombinan con moléculas neutras generando iones negativos.

Corona positiva: Ahora la polaridad positiva le corresponde a la punta (o aguja) y el plato posee polaridad negativa, los electrones que se encuentran en el aire son acelerados hacia el polo positivo y este los absorbe dejando atrás una gran cantidad de iones positivos que se alejan, generando canales streamer de iones positivos, el proceso de ionización se propaga lejos del conductor y genera corrientes de amplitudes mayores que las de la corona negativa.

Disposición geométrica Punta plato

La disposición punta plato es un caso especial que se desprende de evaluar el campo eléctrico existente entre dos conductores cilíndricos paralelos de radio r separados una distancia $2S$, existiría equidistante entre ellos un plano de simetría, gracias a este, se puede asimilar al mismo la disposición punta plato, tomando el radio del conductor como el radio de la punta y el eje de simetría como el plano contra el que se producirá la descarga, la distancia entre cualquiera de los dos conductores y el plano de simetría es S . En la fig. 2.8, puede observarse las líneas de campo eléctrico entre los conductores, estos se encuentran perpendiculares al plano de la imagen.

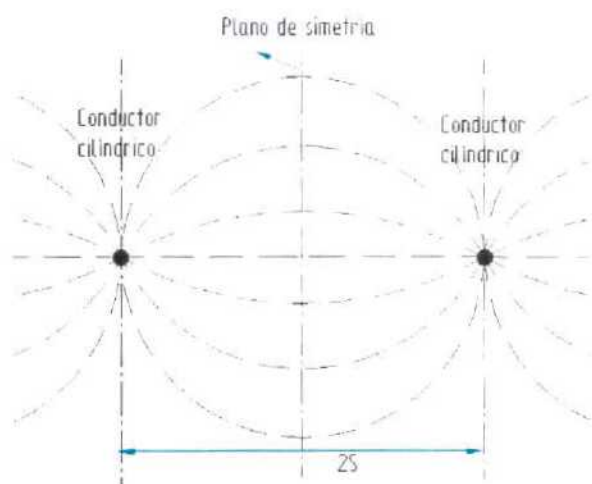


Figura 2.8: La imagen muestra las líneas de campo eléctrico generadas entre dos conductores cilíndricos paralelos, entre ellos se puede suponer la existencia de un plano de simetría a una distancia de $2S$, como muestra la figura. El modelo punta plato se deduce de la disposición aquí mostrada.

Ley de Warburg

Esta ley establece la distribución de la densidad de corriente $J_{(\theta)}$ que circula en el espacio entre un electrodo (punta) y su contraelectrodo (plato) representado en la fig. 2.9, esta ley es relevante cuando el sistema de ionización utilizado es del tipo multipunta plano, ya que se dispone de una herramienta de diseño para encontrar la mejor disposición y separación entre puntas y así lograr mejorar la distribución del campo electrostático en el gas donde se produce la descarga [51, 52].

²La avalancha electrónica es el elemento primario del proceso de ruptura en gases bajo la acción de un campo eléctrico, esta comienza con algunos electrones semilla que son acelerados por el campo electrostático generando colisiones que aumentan la cantidad de electrones presentes, con lo que la cantidad de moléculas blanco ionizables también aumenta, el proceso de multiplicación electrónica es geométrico.

2. MARCO TEÓRICO

$$J_{(\theta)} = J_{(0)} \cos^m \theta \quad (2.37)$$

en la ec. 2.37 $J_{(0)}$ es la corriente total circulante entre electrodos, el ángulo θ es el valor donde la distribución de corriente se hace cero, el exponente m toma valores de 4,82 para coronas positivas y 4,65 para coronas negativas generalmente este valor es $\theta \approx 65^\circ$ [53].

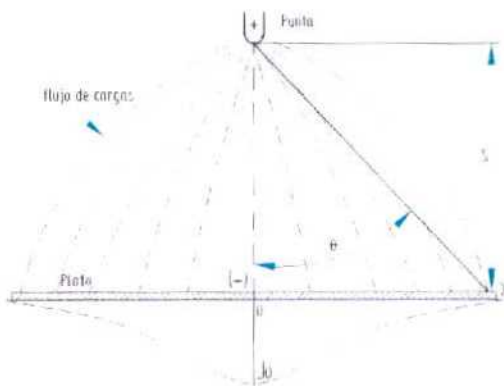


Figura 2.9: Diagrama esquemático de la disposición punta-plato, donde se aprecian las líneas de campo eléctrico por donde se mueven las partículas cargadas, también se representa el ángulo θ el cual establece un límite para la distribución de la densidad de corriente J_0 que atraviesa el gas en el espacio contenido entre los electrodos.

Ley de Paschen (Potencial de ignición)

El estudio de los procesos de descarga en gases comenzó con Paschen, quien en el año 1889 obtuvo las primeras curvas que llevan su nombre, las mismas establecían una relación entre la tensión de ruptura (potencial de ignición), la presión del gas, la separación entre dos electrodos metálicos planos y el gas donde se produce la descarga, la hipótesis de ensayo establece que el campo eléctrico debe ser uniforme [54]. El potencial de ignición está caracterizado por un incremento brusco de la corriente, la que aumenta hasta llegar a un valor de saturación [55]. La ec. 2.38 representa las curvas graficadas en la Fig. 2.10, donde se deduce el límite de la descarga eléctrica para el aire y el nitrógeno.

$$V_t = \frac{B(pS)}{\ln(pS) + C}; \quad (2.38)$$

$$\frac{E_t}{p} = \frac{B}{[C + \ln(pS)]} \quad (2.39)$$

$$C = \ln\left[\frac{A}{\ln\left(\frac{1}{\gamma} + 1\right)}\right] \quad (2.40)$$

Siendo A y B coeficientes propios del gas, dependen de los coeficientes de ionización de Townsend, en tanto el coeficiente C se obtiene reemplazando el valor de A y γ , coeficiente de ionización secundaria, p es la presión en Torr, V potencial de ruptura, S distancia entre electrodos en cm. La ecuación de la Curva de Paschen presenta el valor de tensión para el comienzo de la ignición, el cual se encuentra al resolver el logaritmo de pS .

$$pS = e^{1-C} \quad (2.41)$$

La ley de Paschen es una herramienta de diseño importante que permite calcular el valor de la tensión de descarga en un gas, al igual que la intensidad de campo eléctrico sobre los electrodos.

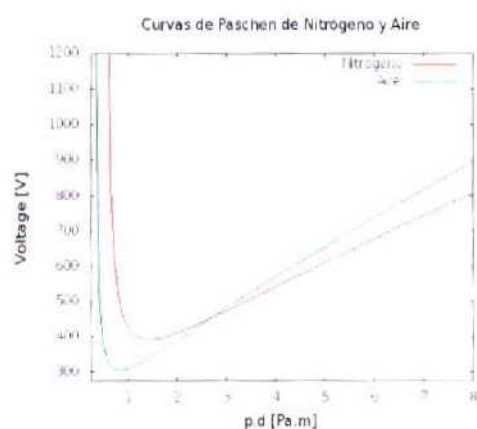


Figura 2.10: La gráfica muestra las curvas de Paschen que representan el valor límite de tensión en volts para el comienzo de la descarga eléctrica para Aire y Nitrógeno, las misma se obtienen a partir de la ec. 2.38

2. MARCO TEÓRICO

Capítulo 3

Materiales y Métodos

Indice

3.1. Instalaciones y equipamientos Utilizados	17
3.1.1. Massachusetts Institute of Technology (MIT-MTL), Boston USA	17
3.1.2. Laboratorio de Microtecnología CNEA CAC, Buenos Aires Argentina	17
3.2. Descripción de equipos y técnicas utilizadas	18
3.2.1. Sala Limpia	18
3.2.2. Técnica de Fotolitografía	18
3.2.3. Técnica de Pulverización catódica (Sputtering o PVD)	19
3.2.4. Técnica de Metalización (Electroplateado)	20
3.2.5. Deposición de Química en fase Vapor CVD	24
3.2.6. Técnica de Limpieza de muestras	24
3.2.7. Técnica de Ataque químico	25
3.2.8. Prototipo Rápido	27
3.3. Software de Cálculo y Simulación	28
3.3.1. Simuladores de Procesos de Fabricación	28
3.3.2. Simuladores de Cálculo numérico	29
3.4. Cursos de capacitación realizados	30

3.1. Instalaciones y equipamientos Utilizados

3.1.1. Massachusetts Institute of Technology (MIT-MTL), Boston USA

- Sala limpia de Microsystems Technology Laboratories.
- Alineador de máscara EVG, mesada y utensilios de fotolitografía, hornos de curado.
- Cubas de fresado químico en volumen para hidróxido de Potasio (KOH).
- Microscopios ópticos y electrónico de barrido (SEM).
- Equipos de limpieza para soluciones del tipo piranha.
- Equipo de deposición de capas delgadas para nitruro de silicio (CVD)

3.1.2. Laboratorio de Microtecnología CNEA CAC, Buenos Aires Argentina

- Sala limpia (cleanroom) de CNEA CAC.
- Alineador de máscara EVG, Figura 3.2. Mesada y utensilios de fotolitografía.
- Equipo de pulverización anódica (Sputtering).
- Cuba y campana de electrodeposición de cobre, Figura 3.5.
- Microscopios ópticos.
- Equipo de prototipado rápido marca uPrint.



Vestimenta de protección. Vista de la sala y equipos de microfabricación.

Figura 3.1: En la imagen de la izquierda pueden observarse la vestimenta de protección de la contaminación del aire de la sala (traje, gafas, guantes, botas y gorro) y a la derecha se ven los equipos que componen una sala de microfabricación.

3.2. Descripción de equipos y técnicas utilizadas

3.2.1. Sala Limpia

También llamada sala blanca, se define como el espacio físico en la cual la concentración de partículas en el aire es medida y controlada, se pueden tener habitaciones o zonas con distinta calidad de aire. También se controlan otros parámetros como temperatura, humedad y presión, bajo norma ISO 14644-1, además existen otras normas como la BS 5295, Británica o la Americana, Federal Standard 209. La sala limpia es la herramienta más importante en la fabricación de microsistemas, es un espacio físico donde se encuentran los equipos de microfabricación, constan de una área de fotolitografía, una área de deposición de películas delgadas, una área de ataque químico y una área de limpieza, además consta de los servicios necesarios, agua desionizada, nitrógeno, vacío y gases utilizados por los diferentes equipos, Figura 3.1. El aire ambiental de la sala limpia es filtrado y controlado, la cantidad de partículas y su tamaño recibe rigurosas verificaciones, a fin de cumplir las normas vigentes [56].

3.2.2. Técnica de Fotolitografía

Este proceso de fabricación logra transferir un patrón, diseñado en una máscara óptica, sobre un sustrato¹, que puede tener una capa superficial de unos cientos de nanómetros de metal, óxido o nitruro, aplicado por procesos de deposición, PVD o CVD. Luego se realizan procesos de limpieza superficial al sustrato para eliminar cualquier resto de suciedad o humedad; a continuación se aplica una capa de resinas fotosensibles, el equipo utilizado recibe el nombre de spinner. La altura de la capa depende de la resina y de las revoluciones por minuto que se apliquen con el spinner, luego se somete a la oblea a un recosido térmico durante algunos minutos, después se coloca la oblea en el alineador de máscaras, previamente se colocó una máscara óptica con el patrón que se desea transferir, esta máscara está realizada en vidrio y el patrón en cromo². Luego se coloca la máscara sobre la oblea y se irradia con luz ultra violeta. La posición y distancia entre la oblea y la máscara caracterizan el proceso de fotolitografía. La máscara posee zonas opacas y zonas transparentes, al hacer pasar la luz a través de la máscara las zonas transparentes logran que la resina fotosensible sea irradiada cortando las cadenas de la resina, para el caso de que la resina sea positiva, de ser negativa, su composición es distinta y la luz ultravioleta logra polimerización logrando su cohesión en los lugares donde incide la luz UV. Después se vuelve a calentar la oblea para mejorar la estabilidad de la resina, posteriormente se coloca la oblea en un recipiente donde se la sumerge en un revelador, generalmente ácido clorhídrico o ácido nítrico, luego de este proceso se aprecia visualmente el

¹el sustrato es generalmente silicio, vidrio boro float o un material polimérico, también llamado oblea o wafer

²también se realizan en plásticos flexibles, que tienen menor definición.



Figura 3.2: Alineador de máscaras de la marca EVG Group, Austria, equipo central del proceso fotolitográfico, posee una precisión de $1\mu\text{m}$ en exposición frontal y $2\mu\text{m}$ en proyección inferior utilizando los procesos y máscaras ópticas adecuadas.

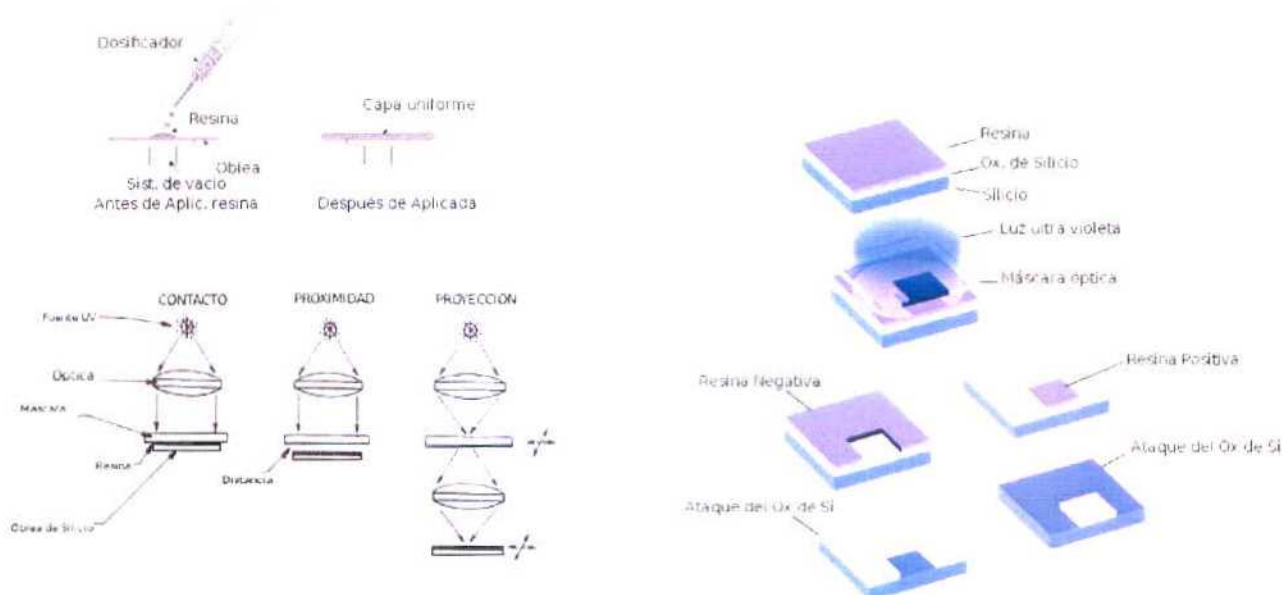
patrón de la máscara transferido sobre la oblea, así se completa el proceso de fotolitografía quedando la oblea lista para el proceso siguiente Figura 3.3.

La luz que se utiliza tiene una longitud de onda en la zona ultravioleta (UV) del espectro. Cuanto más corta la longitud de onda, mayor la resolución que se puede alcanzar, por lo que siempre se han ido buscado fuentes de luz (lámparas o láseres) con menor longitud de onda. Inicialmente se utilizaron lámparas de mercurio (Hg), y posteriormente empezaron a utilizarse lámparas del tipo láser, con longitudes de onda más cortas. Actualmente se utilizan principalmente los láseres de KrF (fluoruro de kriptón), con la longitud de onda de 248 nm y ArF, con una longitud de onda de 193nm, que es lo que se conoce como Ultravioleta profundo (Deep UV o DUV en inglés)

3.2.3. Técnica de Pulverización catódica (Sputtering o PVD)

Este proceso de fabricación es conocido bajo su nombre en inglés Sputtering o PVD (Physical Vapour Deposition) deposición física en fase vapor, es junto con la evaporación el método mas usado para depositar capas funcionales sobre sustratos. A diferencia de la evaporación, que utiliza una fuente térmica para evaporar el material a depositar, en el proceso de sputtering las capas obtenidas presentan mayor uniformidad, el aporte de material depositado generalmente es menor y permite mejor control sobre el espesor del deposito [57] respecto del método de evaporación.

El material sólido usado como blanco es arrancado a través del bombardeo con iones energéticos. Estos iones se obtienen de un plasma, existen gran variedad de técnicas para modificar las propiedades del plasma, con el objetivo de aumentar su densidad y así mejorar las condiciones de volatilización [58]. Entre estas variantes se puede nombrar, el uso de corrientes alternas de radio frecuencia, uso de campos magnéticos y la aplicación de un potencial de volatilización, Fig.3.2. Este proceso es causado por el intercambio de momento entre los iones y los átomos del material debido a las colisiones entre ambos. El material vaporizado se deposita sobre la oblea en capas muy delgadas, los átomos no están en equilibrio termodinámico, por esto tienden a condensarse y volver a su estado sólido al impactar con cualquier superficie. Los factores que mas influyen en este proceso de fabricación son, la energía, la masa de los iones incidentes, los átomos usados como blanco y la energía de enlace del sólido, [[59, 60]].



Aplicación de fotoresina y técnicas aproximación

Aplicación de resina negativa y positiva

Figura 3.3: Esquema básico de transferencia del diseño desde la máscara óptica al sustrato, a la izquierda se ve la aplicación de resina fotosensible y las técnicas de aproximación en fotolitografía y a la derecha los resultados obtenidos de la aplicación de resinas de distintas polaridades

3.2.4. Técnica de Metalización (Electroplateado)

Procedimiento de fabricación, deposición de cobre por electroplateado (electroplating) Se realizó deposición de una capa de cobre metálico sobre una oblea de VIDRIO por el método de electroplating.

Normas de seguridad

El procedimiento se llevó a cabo con la siguiente protección personal, anteojos de seguridad, máscara facial, guantes de nitrilo cortos y guantes de nitrilo largos. Las operaciones de elementos químicos y el procedimiento se realizaron bajo una campana de extracción de vapores. Se debió tener especial cuidado al manipular la solución de ataque químico de ácido fluorhídrico y utilizar las protecciones establecidas por las normas de seguridad del Laboratorio de Microfabricación CNEA CAC. [61].

Equipamientos utilizados

Elementos requeridos para realizar la electrólisis de cobre y los fresados químicos posteriores.

- Recipiente con cuatro litros de capacidad para procesar una oblea de 4 pulgadas diámetro (101.6mm).
- Agitador mecánico.
- Termómetro.
- Botella de vidrio o plástico para almacenar la solución.
- Tres recipientes del tipo cristizador normales de 120mm de diámetro o mayores de vidrio.
- Pinzas de acero inoxidable o plástico para manipular la muestra.

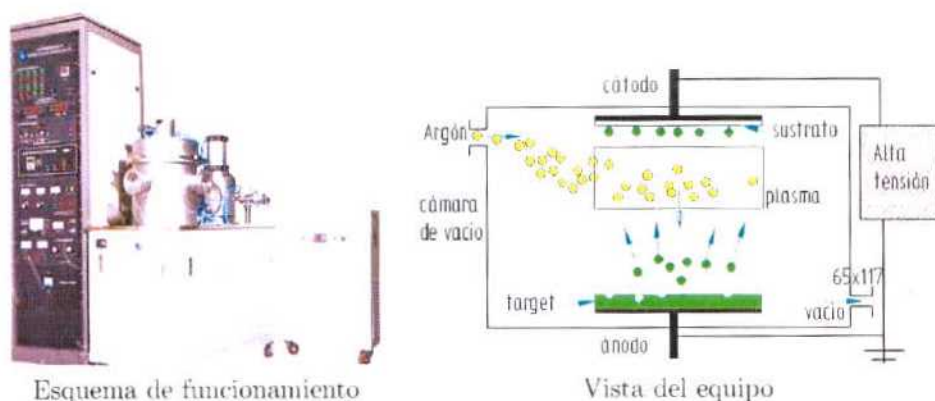


Figura 3.4: A la izquierda se ve el equipo de deposición y a la derecha el diagrama describe la técnica PVD, se genera un plasma a partir de moléculas de argón las cuales bombardean un material de aporte el que sale despedido y se deposita sobre el sustrato generando una capa delgada. Esta técnica posibilita un control preciso del espesor de la capa depositada [62].

- Pipeta graduada.
- Fuente de corriente programable.
- Contraelectrodo de cobre.
- Soporte portamuestra.
- Cables de conexión.
- Pie universal y soportes varios.
- Probeta graduada de teflon.
- Botella de teflon.
- Tres recipientes del tipo cristalizadores de 120mm de diámetro o mayores de teflon o polietileno.

Productos químicos

- Citrato sódico.
- Ácido clorhídrico.
- Sulfato de cobre anhidro o pentahidratado.
- Agua desionizada.
- Ácido acético.
- Ácido fluorhídrico.
- Acetona.
- Alcohol etílico.

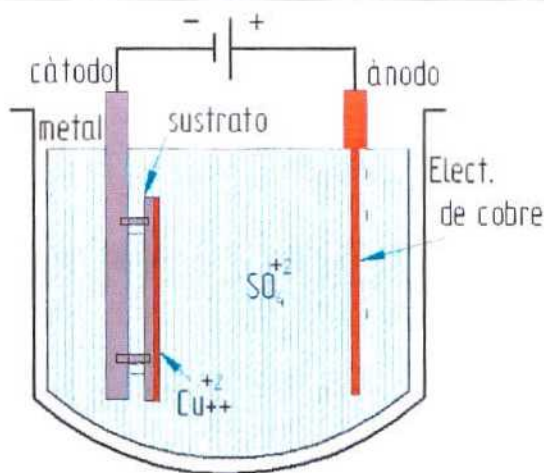


Figura 3.5: La imagen muestra el esquema del método de deposición electroquímica, haciendo circular corriente se logra depositar sobre el sustrato una capa de cobre metálico.

Procedimiento de preparación de la solución de Sulfato de cobre

La solución a preparar es 0,1M : 0,2M : $MCuSO_4 + CITRATO - SODICO + HCL + H_2O$

- En el recipiente donde se preparara la solución (cuatro litros) se vierte la mitad del agua desionizada correspondiente, se calienta hasta $50^{\circ}C$
- Agregar la mitad del citrato sódico, adicionar el resto de agua desionizada y luego el resto de citrato sódico, revolver hasta que se disuelva completamente.
- Agregar la mitad de $CuSO_4$ anhidro o pentahidratado, disolver aplicando agitación media una vez disuelto agregar el resto de $CuSO_4$
- Tomando una pipeta graduada agregar 3,15ml de Ácido Clorhídrico al 32%, se debe agregar lentamente agitando con suavidad.

Procedimiento de preparación de las solución de fresado químico (wet etch)

- Solución para ataque de cobre: En un vaso de precipitado se vierte 400ml de agua desionizada, mediante una una pipeta se agregan 20ml de ácido acético puro, se debe colocar el agua y luego se agrega el ácido acético, luego se adiciona 20ml de peróxido de hidrógeno al 30%. La solución deberá tener una concentración 1 : 1 : 20 ácido acético + H_2O_2 + Agua desionizada.
- Solución para ataque de titanio: En una botella de teflon se vierte 400ml de agua desionizada, luego se miden 40ml de ácido fluorhídrico al 49% con la probeta de teflon, después se vierten el contenido de la probeta en la botella que contiene el agua del paso anterior, se debe enjuagar la probeta utilizada con el ácido fluorhídrico con abundante agua desionizada.

Cálculo de espesor del depósito y tiempo de deposición

Previo a realizar la operación de depósito se debe calcular el área a depositar y el tiempo de depósito, mediante la constante de Faraday.

$$Cu[mol] = \frac{nJA}{F}t \quad (3.1)$$

3. MATERIALES Y MÉTODOS

Donde n es el número de electrones intercambiados, $n = 2$ para el Cu, J es la densidad de corriente [A/m^2], A es el área del cátodo en [m^2], t es el tiempo de trabajo en segundos [s] y F es la constante de Faraday $96484 [Coulomb/mol]$. El peso molecular del cobre $63.546 [g/mol]$ y su densidad $8.94 [g/cm^3]$.

$$e = \frac{tJM}{Fn\rho} \quad (3.2)$$

la letra e de la ecuación anterior es el espesor de la capa depositada en [μm], el peso molecular del cobre es M y ρ es la densidad del cobre. Para calcular la corriente que se debe colocar a los bornes de la cuba se usa la siguiente fórmula, en la que se multiplica el área a depositar por una constante J , la densidad de corriente tiene efecto directo sobre la capa de material depositado, tanto en el tiempo de deposición como en la calidad de esta capa, al aumentar la densidad de corriente la velocidad de deposición aumenta al igual que la granulometría de esta capa, una buena práctica para la solución de sulfato de cobre es no superar el valor de $8 [\mu A/mm^2]$.

$$I = Area \frac{6\mu A}{mm^2} \quad (3.3)$$

Proceso de obtención de capas metálicas de espesor mayor al micrómetro

Primeramente se deposita sobre la oblea de borofloat (vidrio) una capa de delgada de titanio, posteriormente se deposita sobre la misma una capa de cobre, ambas son aplicadas por el método de PVD; esta última capa servirá como cátodo en el proceso de deposición por electrólisis. La fig. 3.5 muestra la cuba de electro deposición de cobre.

- Depósito de capas delgadas: Se realiza por el método de sputtering, primeramente se deposita sobre la oblea de borofloat (vidrio) una capa de titanio de 50 nanómetros de espesor, posteriormente se deposita sobre la misma una capa de cobre de 100 nanómetros de espesor, esta capa recibe el nombre de capa semilla (seed layer) ya que servirá como cátodo en el proceso de deposición por electrólisis.
- Litografía: Se aplica sobre la oblea una capa de resina fotosensible de 10 micrómetros de espesor, luego se aproxima a la muestra el patrón que se desea transferir, después se realiza un revelado de la misma y luego se procede a cocer la resina, dejando lista la oblea para el paso siguiente.
- Depósito de capas gruesas, también llamado crecimiento de capas metálicas: Posteriormente se realiza un proceso de electroplateado (electroplating) donde se sumerge la oblea en una cuba de electrólisis, se coloca el electrolito preparado en el punto 5.1.4 ($CuSO_4 + CITRATOSODICO + HCL + H_2O$), esto se realiza según proceso de fabricación del laboratorio de microfabricación CNEA CAC [63].
Al encender la fuente de alimentación los iones Cu^{2+} son extraídos del ánodo, de potencial positivo, y por el aporte de electrones del cátodo se deposita sobre este como Cu^0 . En el ánodo se produce la oxidación del contra electrodo en Cu^{2+} , manteniendo la concentración de iones SO_4^{2-} , se remueve material del ánodo entregando electrones para cerrar el circuito. En los procesos electroquímicos parte de la energía es utilizada en generar la electrólisis del agua, debido a estas pérdidas se debe dimensionar correctamente la corriente de deposición y agitar la solución. La cantidad de material depositado es proporcional a la corriente circulante en la solución, expresada por la ley de Faraday.
- Se elimina la capa de sacrificio: Esta es la capa de resina que sirvió de molde para el procesos anterior, se utiliza acetona para disolverla.
- Se realiza un ataque químico húmedo (wet etch): se procede a eliminar la capa de semilla que se utilizó como cátodo, se realiza el comido de la capa de cobre con una solución de ácido acético, agua oxigenada y agua desionizada, el tiempo de ataque es de aproximadamente 5 minutos; se observa claramente la disolución de la capa de cobre. Se debe tener en cuenta que este ataque químico se produce sobre toda la oblea, solo que tras el proceso de crecimiento, la oblea tiene cobre de distintos espesores, en algunos lugares esta capa tiene centenas de nanómetros y en otras zonas de 5 a 6 μm ,

3. MATERIALES Y MÉTODOS

por esta razón si bien el ataque es sobre toda la oblea solo se aprecia sustancialmente sobre la superficie de menor espesor. Las superficies atacadas muestran áreas traslucidas, con un leve tono oscuro, debido a la presencia de la capa de titanio.

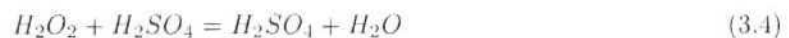
- En el paso siguiente se realiza un ataque químico (wet etch) con una solución de ácido fluorhídrico (HF) para eliminar la capa de titanio, se sumerge la muestra en la solución antes mencionada durante un tiempo de alrededor de 3 segundos, tiempo tras el cual se aprecia la transparencia del vidrio utilizado como sustrato. La velocidad de ataque de la solución preparada de HF es de aproximadamente 5 nanómetros/segundo. Una vez finalizado el ataque químico se debe colocar la oblea en un tanque plástico de agua desionizada, el agitado de la oblea elimina posibles restos de los productos químicos o materiales residuales. Finalmente se debe secar la oblea con Nitrógeno, esta operación se debe realizar con cuidado de no dañar el microsistema. Todos los elementos utilizados deben ser lavados con cuidado y el agua utilizada descartada posteriormente.³

3.2.5. Deposición de Química en fase Vapor CVD

La Deposición Química en fase Vapor o CVD (de sus siglas en inglés Chemical Vapor Deposition) es un proceso físico-químico para depositar delgadas capas de diversos materiales. En un proceso típico de CVD el sustrato es expuesto a uno o más precursores en fase gaseosa, que se ionizan dando lugar a la formación del plasma sobre la superficie del sustrato originando las reacciones químicas necesarias para producir el depósito deseado. Los elementos no intervinientes en la formación del recubrimiento son eliminados por el sistema de bombeo.

3.2.6. Técnica de Limpieza de muestras

- Phyranna: Este método es muy usado en microfabricación como técnica de limpieza de obleas, generalmente se lo utiliza después de procesos que pueden contaminar la muestra, o procesos de fabricación que luego de ellos se requiera reingresar las obleas a sala limpia o para pasar a zonas de mayor limpieza, un ejemplo claro de ello es luego de realizar un proceso de fresado en volumen vía química con KOH (hidróxido de Potasio) mediante un ataque en volumen generalmente se remueven varios micrómetros de profundidad. La solución de limpieza es el peroxisulfúrico y se forma de las reacciones de ácido sulfúrico > 85 % y peróxido de hidrógeno > 50 %.



Esta solución se prepara en el momento de utilización, ya que es altamente inestable y oxidante, se la debe mantener alejada de compuestos orgánicos como los éteres y cetonas, con esta última se combina en una molécula inestable llamada peróxido de acetona.

La protección del operador para realizar el proceso incluye máscara de cara, pechera y guantes largos de nitrilo.

El ejemplo común de la aplicación de este proceso es someter a una muestra a ataque químico con KOH, fresado en volumen, luego se realiza limpieza phyranna x 2 + HF, esto significa aplicar dos veces el proceso de limpieza y después realizar un ataque con ácido fluorhídrico.

- RCA: Esta solución se utiliza para eliminar contaminaciones orgánicas y de partículas. La solución RCA - 1 se prepara con cinco partes de agua desionizada, una parte de hidróxido de amonio al 27 % (NH_4OH) y una parte de peróxido de hidrógeno al 30 % (H_2O_2), las obleas se sumergen en un baño a 70°C durante 15 minutos. La solución RCA - 2 es una mezcla de cloruro de hidrógeno y peróxido, se utiliza para eliminar impurezas metálicas.

³Se debe tener en cuenta la importancia del correcto eliminado de las capas de semilla y la de titanio, ya que son capas conductoras y harían variar las mediciones.

3.2.7. Técnica de Ataque químico

- Comido por inmersión en un líquido de ataque (Wet etch): este proceso consiste en la eliminación selectiva de material, se coloca el sustrato, superficie a atacar, dentro de un recipiente junto con un líquido capaz de disolverlo; ciertas áreas del mismo son protegida por una máscara (que ha sido transferida al sustrato) y otras se presentan aptas para ser atacadas, se debe elegir cuidadosamente el material usado como máscara para lograr una alta tasa de ataque entre la máscara y el sustrato a ser atacado. Ciertos materiales presentan diferente tasa de ataque según su orientación cristalográfica, como es el caso del silicio monocristalino.

Esto se conoce como grabado anisótropo y uno de los ejemplos más comunes es el grabado del silicio con KOH (hidróxido de potasio), donde los planos cristalinios 111 del Silicio se graban aproximadamente 100 veces más lento que otros planos (orientaciones cristalográficas). Por lo tanto, grabando un agujero rectangular en un plano 100 una oblea de silicio resulta en un grabado de ranuras en forma de pirámide con paredes en ángulo de 54.7° ⁴, en lugar de un agujero con paredes curvas como sería el caso de un comido isotrópico en el que las velocidades de ataque son iguales en todas las direcciones [64].

- Grabado por plasma (Dry etch): en este caso el comido se realiza en un plasma, donde se forman iones, que bombardean toda la superficie del sustrato, el que es protegido por una máscara en la zona que no se desea atacar. Uno de los ejemplos que se puede citar es el ataque por iones reactivos RIE (Reactive ion etching en inglés) el sustrato se coloca dentro de un reactor en el que se introducen varios gases. La fuente de radio frecuencia pulsada (RF) genera los iones a partir del gas en el reactor. Los iones son acelerados y reaccionan con la superficie del material formando otros gases, parte química del proceso de RIE, este proceso tiene además una parte física similar al proceso de Sputtering, si los iones poseen muy alta energía pueden impactar fuera del material a ser grabado sin reaccionar químicamente, este proceso se basa en equilibrar el grabado químico y físico, modificando este equilibrio se puede lograr procesos más isotrópicos (parte química) o más anisotrópicos (parte física), con esta combinación se pueden lograr paredes verticales rectas o curvas, Figura 3.6



Equipo de RIE

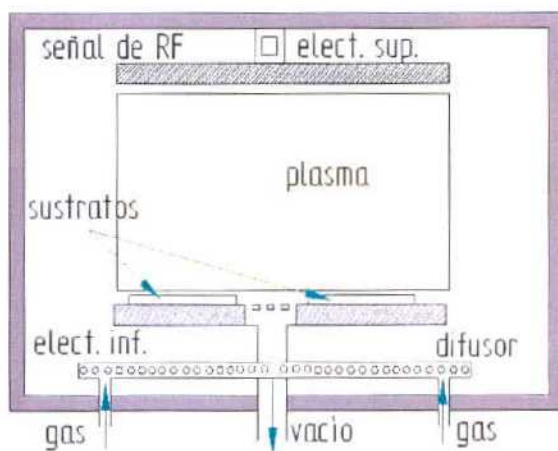


Diagrama de funcionamiento

Figura 3.6: A la izquierda se ve la máquina para realizar el grabado por iones reactivos y a la derecha un esquema de funcionamiento del equipo en el cual se genera un plasma desde el gas de aporte y una fuente de radio frecuencia (RF) acelera los iones del plasma hasta el sustrato, logrando el grabado del mismo.

⁴la notación de planos cristalinios corresponde a los índices de Miller

3. MATERIALES Y MÉTODOS

Compuesto Químico	Temperatura de Proceso °C	$R_{100}(\mu m/min)$	$S = R_{100}/R_{111}$	Máscaras de protección
EDP	110	0.47	17	$SiO_2, Si_3N_4, Au, Cr, Ag, Cu$
Hidróxido de potasio KOH y alcohol isopropílico IPA	50	1	400	Si_3N_4, SiO_2 (velocidad de ataque 2.8nm/min)
Hidróxido de tetrametil amonio TMAH	80	0.6	37	Si_3N_4, SiO_2

Cuadro 3.1: Tabla de ataque químico por inmersión en un líquido (Wet-etch), se muestran las fórmulas de ataque y las máscaras de protección para los sustratos.

Material a atacar	Solución de ataque (líq)	Plasma de ataque
Aluminio(Al)	80 % ácido fosfórico + 5 % de ácido acético + 5 % ácido nítrico + 10 % agua a 35 – 45°C	$Cl_2, CCl_4, SiCl_4, BCl_3$
Óxido de Titanio e Indio	ácido hidrocloreídrico + ácido nítrico + 10 % agua a 40°C	
Cromo	ácido hidrocloreídrico	
Oro	Agua regia	
Molibdeno		CF_4
Residuos orgánicos y fotoresina	Phyranna+Peróxido de hidrógeno	O_2
Platino	Agua regia	
Silicio	Ácido nítrico + HF	$CF_4, SF_6, NF_3, Cl_2, CCl_2F_2$
Dióxido de silicio	Ácido fluorhídrico; Buffer (BOE), fluoruro de amonio (NH_4F) y HF	$CF_4, SF_6, NF_3, Cl_2, CCl_2F_2$
Nitruro de silicio	85 % Ácido fosfórico a 180°C	$CF_4, SF_6, NF_3, Cl_2, CCl_2F_2$
Tantalio		CF_4
Titanio	Ácido fluorídrico	BCl_3
Nitruro de Titanio	Ácido nítrico + HF; Buffer de ácido fluorídrico	
Tungsteno	Ácido nítrico + HF	CF_4, SF_6

Cuadro 3.2: Tabla de ataque químico en seco (Dry-etch), se muestran los componentes del plasma utilizado en el ataque y los compuestos formadores de las máscaras de protección

DRIE (RIE profundo) es una subclase del anterior: En este proceso, las profundidades de grabado son de cientos de micrómetros y se alcanzan paredes casi verticales. La tecnología mas conocida se llama proceso Bosch, donde la combinación de gases diferentes se alternan en el reactor. Actualmente hay dos opciones de la técnica DRIE. La primera variante consiste en tres pasos (herramienta UNAXIS), mientras que la segunda variante tiene dos pasos (ASE utilizado en la herramienta de STB). En la primera variante el ciclo de procesamiento comienza con un grabado isotrópico con SF_6 , luego se utiliza C_4F_8 como pasivante y finalmente se utiliza SF_6 para limpieza de la superficie. La segunda modificación combina los pasos 1) y 3). En ambos casos el C_4F_8 crea un polímero sobre la superficie del sustrato y el (SF_6/O_2) graba el sustrato. El polímero se utiliza para detener el ataque anisotrópico sobre las paredes verticales. Como resultado de ello, el grabado alcanza relaciones de aspecto de 50 a 1. El proceso puede ser utilizado fácilmente para grabar completamente a través de un sustrato de silicio, y las tasas de grabado son 3 – 4 veces más altas que el grabado líquido de inmersión.

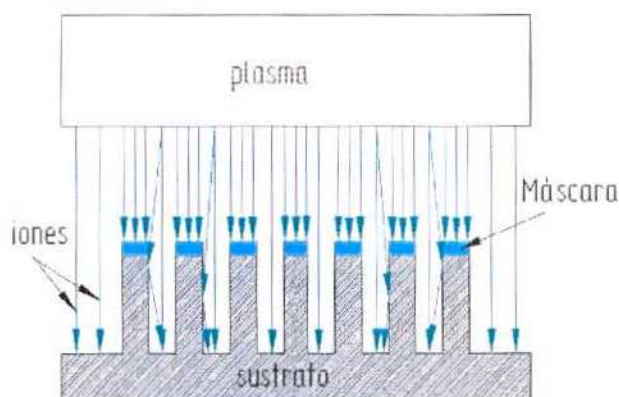


Figura 3.7: En esta imagen se esquematiza en detalle como se produce el ataque con iones liberados del plasma permitiendo grabar la superficie del sustrato no protegidas por la máscara.

3.2.8. Prototipo Rápido

Las técnicas de Prototipado Rápido son un conjunto de tecnologías que permiten la obtención de modelos físicos como por ejemplo, moldes de inyección para plásticos, electrodos de erosión y piezas funcionales de baja sollicitación mecánica, con mucha rapidez a partir de un archivo generado por un software de diseño. La consecuencia de esta rapidez de respuesta es la reducción del tiempo de desarrollo. El prototipado rápido (RP siglas inglés de Rapid Prototype) da la posibilidad de efectuar, en un tiempo relativamente corto, diversas pruebas de geometrías diferentes para una pieza, validar la geometría definitiva a través de ensayos físicos y realizar la producción en serie en forma inmediata, con unos costes de desarrollo lo más ajustados posibles. La complejidad de las piezas, la confidencialidad de los prototipos y el impacto visual causado por los modelos son también argumentos frecuentes a la hora de optar por este tipo de equipos.

Las técnicas de prototipado rápido mas difundidas se enumeran a continuación

- SLA (Estereolitografía). Emplea un láser UV que se proyecta sobre un baño de resina fotosensible líquida para polimerizarla. También la podemos encontrar con la denominación de STL.
- Fotopolimerización por luz UV. Al igual que en la estereolitografía, esta tecnología se basa en la solidificación de un fotopolímero o resina fotosensible. En la fotopolimerización, sin embargo, se irradia con una lámpara de UV de gran potencia todos los puntos de la sección simultáneamente.
- FDM. Deposición de hilo fundido. Una boquilla que se mueve en el plano XY horizontal deposita un hilo de material a pocos °C por debajo de su punto de fusión. Esta hilo solidifica inmediatamente sobre la capa precedente [65].



Figura 3.8: Equipo de fabricación de prototipos rápido uPrint con tecnología FDM (Fused Deposition Modeling, deposición de material fundido), esta tecnología permite construir la interface entre el medio ambiente y los microsistemas

- SLS. Sinterización selectiva por láser. Se deposita una capa de polvo, de unas décimas de mm., en una cuba que se ha calentado a una temperatura ligeramente inferior al punto de fusión del polvo. Seguidamente un láser CO_2 sinteriza el polvo en los puntos seleccionados.
- LOM. Fabricación por corte y laminado. Una hoja de papel encolado se posiciona automáticamente sobre una plataforma y se prensa con un rodillo caliente que la adhiere a la hoja precedente.
- Proyección aglutinante. Esta tecnología trabaja mediante la deposición de material en polvo en capas y la ligazón selectiva del mismo mediante la impresión de chorro de tinta de un material aglutinante.

El equipo disponible en el Departamento de Micro y nanotecnología de CNEA es del tipo FDM de la marca uPrint, se eligió el mismo por el bajo costo de mantenimiento y material utilizado. El mismo cuenta con un área de trabajo de 203mm x 152mm x 152mm (x,y,z) su precisión es de 0,02mm x 0,02mm x 0,254mm (x,y,z). El material utilizado para construir los modelos es ABS (Acrilonitrilo Butadieno Estireno). Figuras 3.8 y 3.9.

3.3. Software de Cálculo y Simulación

3.3.1. Simuladores de Procesos de Fabricación

- Visual Tapas beta: Este software realiza la simulación de los procesos de fresado químico en inmersión en líquido (wet-etch) y en seco (dry-etch), posee la capacidad de trabajar con varias máscaras a la vez superponiendo pasos de fabricación, se pueden definir diferentes sustratos y sus respectivas orientaciones cristalográficas según los índices de Miller. Los algoritmos de cálculo utilizados son el método cinético de Montecarlo (KMC) y el método de Autómata Celular (CA). Este programa

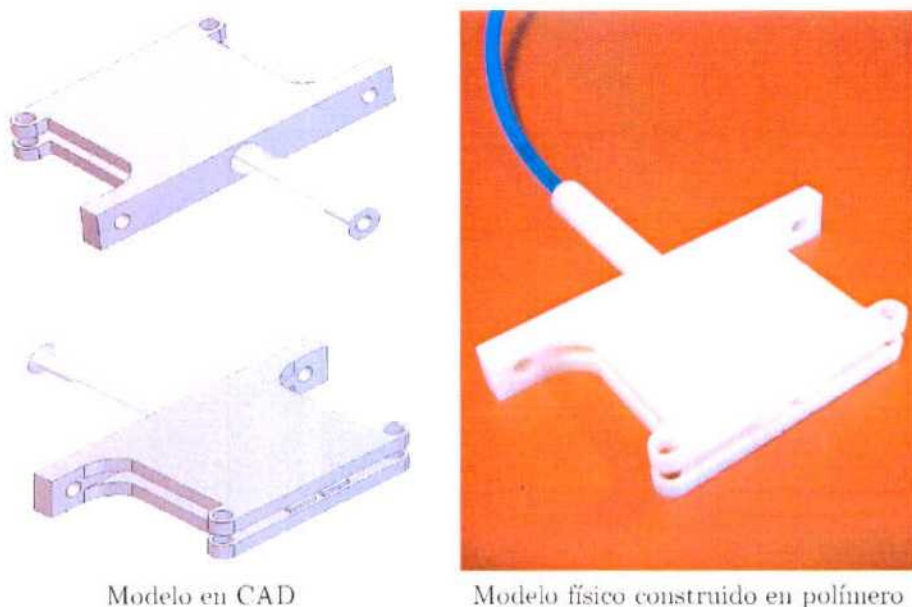


Figura 3.9: En la imagen de la izquierda se puede ver un modelo virtual realizado por un software de diseño asistido por computadora (CAD) y a la derecha el mismo modelo construido en polímero

permite un mejor entendimiento de los procesos de grabado aplicados en microsistemas, se obtienen aproximaciones numéricas y semi empíricas de los procesos de fabricación [66].

- Coventorware 2008-2010: La herramienta Designer permite modelar microsistemas desde el proceso de fabricación, simulando cada paso como si se realizara en una sala limpia de construcción de microsistemas, también permite diseñar la máscara óptica que se utilizará junto con el proceso de fabricación para construir un modelo virtual del microdispositivo. Además posee una amplia biblioteca con los procesos estándar utilizados por las fábricas de microfabricación mas renombradas, de esta forma permite diseñar un dispositivo siguiendo las reglas de producción de las mencionadas fábricas, posibilitando si se deseara la producción masiva del diseño [67], [68].

3.3.2. Simuladores de Cálculo numérico

- Gmsh Mesh Generator: Este es un programa que permite generar volúmenes mallados para utilizar en software de cálculo por elementos finitos a partir de modelos virtuales obtenidos de programas de diseño (CAD), además permite realizar el posprocesado de los datos calculados obtenidos [69] (software libre).
- Simion 8: Este paquete de cálculo se utiliza para modelar la trayectoria de partículas cargadas que se mueven en campos eléctricos o magnéticos, permite cargarle a las partículas condiciones iniciales. El software se aplica al diseño de equipos de espectrometría de masas, movilidad iónica y lentes electrostáticas y magnéticas para sistemas ópticos [70] (propiedad de CNEA).
- LTspice: es un simulador de circuitos electrónicos que permite armar en forma fácil y sencilla a través de los componentes discretos un circuito como si se tratara de plaqueta de pruebas (protoboard), luego se realiza el modelado de las señales obtenidas del dispositivo [71] (software libre).
- Klayout: programa libre utilizado para visualización de máscaras ópticas en formatos gds, gds2, dxf, OASIS, CIF, Gerber PCB. [72]
- Comsol Multiphysics 3.5a, simulación de modelos multifísica: este programa permite modelar en forma rápida dispositivos que incluyen varios fenómenos físicos al mismo tiempo o interrelacionados, posee una interface que admite diseños CAD, utiliza un mayador automático propio, una extensa

3. MATERIALES Y MÉTODOS

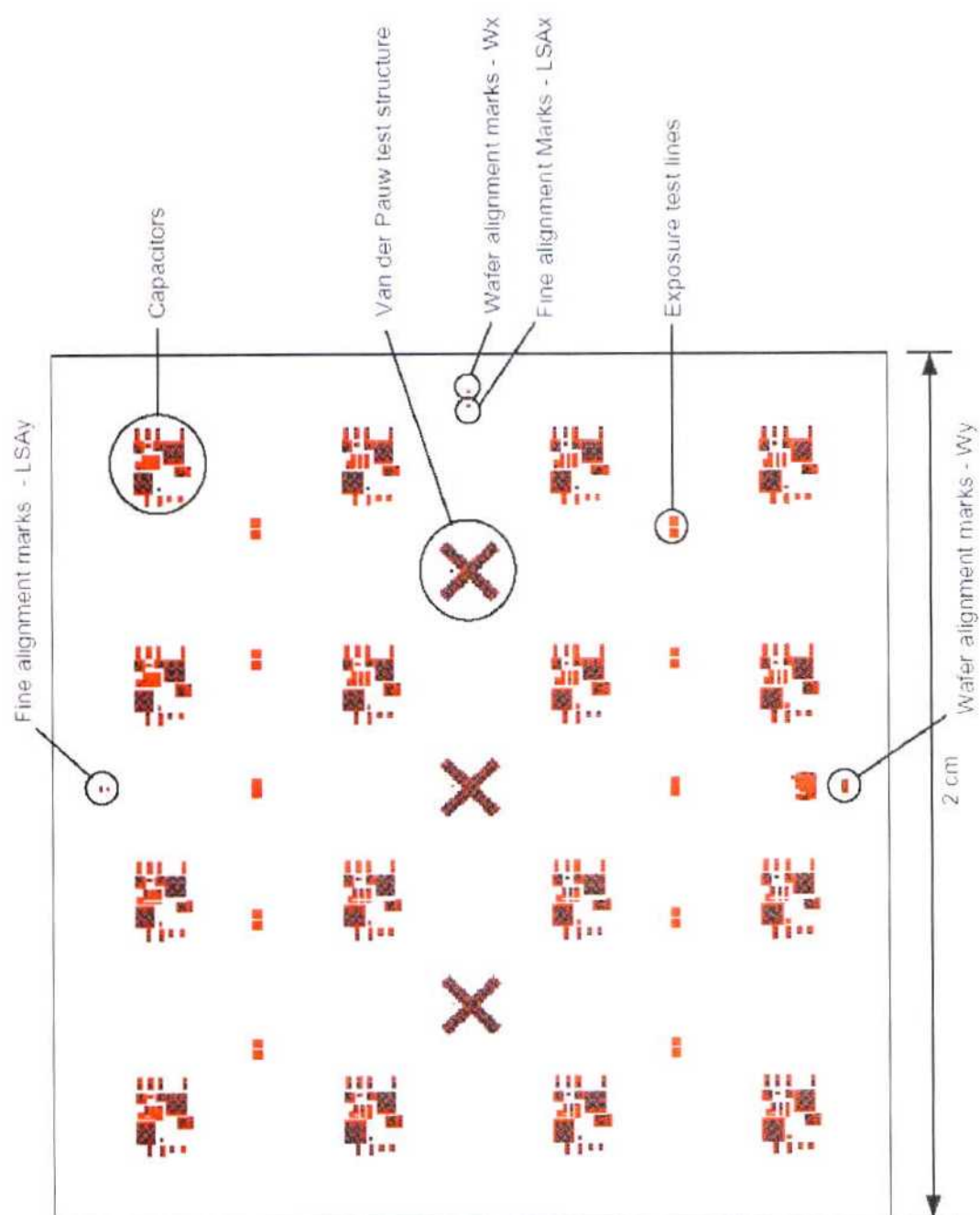
biblioteca de materiales, además cuenta con infinidad de tutoriales que están incluidos en el paquete de software sobre los que se puede trabajar adaptándolo a las necesidades del usuario. Además permite utilizar el software como un programa de cálculo de ecuaciones diferenciales, de esta forma el usuario puede agregar y relacionar estas ecuaciones con fenómenos diversos físicos [73] (facilitado por el fabricante).

- Elmer Multiphysics CSC: Esta es una herramienta de simulación de ecuaciones diferenciales parciales que incluye modelos de fluido dinámica, mecánica estructural electrostática calor y acústica que a su vez son calculados por el método de elementos finitos (software libre).
- Coventorware 2008/2010: la herramienta Analyzer realiza cálculo numérico de modelos multifísica, el programa cuenta con gran número de tutoriales de ejemplos resueltos y manuales descriptivos para resolver las problemáticas presentadas (propiedad de CNEA).

3.4. Cursos de capacitación realizados

Los siguientes cursos de capacitación se realizaron en los laboratorios de Microtecnología de Massachusetts Institute of Technology (MTL-MIT).

- Curso de Micro y Nanotecnología, MTL.
- Entrenamiento en manejo de residuos peligrosos, MTL.
- Entrenamiento en el uso de productos químicos para sala limpia, MTL.
- Entrenamiento en el uso de ácido fluorídrico, MTL.
- Cursos de fabricación laboratorio de microtecnología, MTL.
 - Dispositivos para microfluídica: se construyeron canales de $40\mu m \times 40\mu m$ de sección, realizando primeramente un patrón por fotolitografía con resina SU8 sobre una oblea de silicio de 4 pulgadas, luego de definidas las geometrías sobre la oblea, se vertió resina PDMS sobre la misma, luego de dejar secar se desprendió la resina PDMS de la oblea y se la pego a un vidrio porta muestras quedando así definidos los microcanales, esta técnica recibe el nombre de softlithography.
 - Capacitores MOS (MOSCAP). Se construyeron capacitores siguiendo el siguiente proceso, primeramente se procedió a limpiar las obleas de silicio, técnica RCA, luego se procede a oxidar en horno a $1000^{\circ}C$ durante una hora para obtener una capa superficial de $0,050\mu m$, luego se realizó el dopado del silicio policristalino por deposición con fósforo, la capa tiene $0,25\mu m$ con el equipo LPCVD (Low Pressure Chemical Vapor Deposition), luego se coloca la oblea en un horno a $900^{\circ}C$ durante 12 minutos en atmósfera de nitrógeno para homogeneizar la distribución del dopante de fósforo. Posteriormente se procedió a caracterizar la capa de óxido de silicio policristalino depositada. Luego la oblea es sometida a un proceso de fotolitografía donde se le aplica un mejorador de adhesión hexametildisilazano (HMDS) y después una capa de resina fotosensible, el proceso fotolitográfico transfiere un patrón múltiple, posteriormente se revela la máscara transferida sobre la oblea, luego la oblea es cocinada para aumentar su adhesión, luego se la somete a un proceso de grabado por plasma He/Cl_2 , luego se remueve la resina fotosensible. Posteriormente se remueve el óxido y polisilicio del otro lado de la oblea para permitir el contacto eléctrico, primero se protege el lado frontal con resina y se realiza un ataque con plasma sobre la cara inferior He/Cl_2 , posteriormente se ataca la capa de óxido con un proceso húmedo con una solución buffer de ácido fluorídrico (BOE). Finalmente se quita la fotoresina con un proceso piranha, ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno 3:1. Posteriormente se realizaron las pruebas eléctricas de los capacitores MOS, medición de capacidad del óxido, cálculo de la concentración del dopante en el bulk, cálculo de la carga atrapada en la interface, medición de la resistencia (estructura der Pauw), Fig. 3.10.



Die Schematic

MOSCAP Mask Schematics 1

Figura 3.10: Esquema de la máscara utilizada en la fabricación de los capacitores MOS

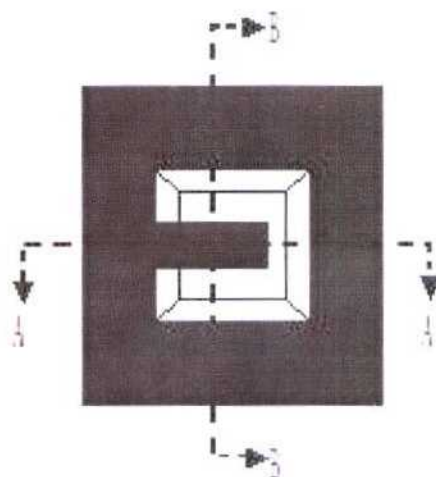


Figura 3.11: Esquema de la máscara utilizada en la fabricación de los cantilever

- Fabricación de dispositivos MEMS. Se realizaron cantilevers (también llamado ménsula, es un elemento estructural en voladizo) sobre un sustrato de silicio 100 nitrurado, con la técnica de PVD, primeramente se midió el espesor de la capa de nitruro de silicio, luego se sometió a la oblea a un proceso de fotolitografía en el cual se transfiere la máscara sobre el sustrato, quedando la geometría deseada en fotoresina, Fig. 3.11, esta se usará como protección en el procesos de ataque químico por plasma, luego se retira la resina protectora. De esta forma quedo transferida la máscara sobre la capa de nitruro silicio quedando parte del silicio expuesto. Posteriormente se realiza el ataque húmedo en hidróxido de potasio a temperatura, este baño ataca el silicio y en forma muy agresiva, ataca selectivamente a los planos 100 y 110, y ataca en menor medida a los planos 111, la capa nitrurada se utiliza como protección, finalmente se procedió a la limpieza de la oblea con agua desionizada e isopropanol. Luego se realizaron las pruebas mecánicas de la estructura, curva carga vs deformación, calculo de la constante elástica, calculo del modulo de Young de nitruro de silicio.

Capítulo 4

Modelado Experimental

Indice

4.1. Modelos preliminares	34
4.1.1. Primer modelo	34
4.1.2. Modificaciones del modelo primario	39
4.1.3. Segundo modelo en dos dimensiones	45
4.2. Modelo de generación y detección de iones por flujo cruzado	50
4.2.1. Flujo cruzado focalizado	51
4.2.2. Descripción del microdispositivo construido	54
4.2.3. Generación de iones	58

La experiencia acumulada después de 17 años de trabajo en el desarrollo de narices electrónicas [74], y el desarrollo de un prototipo de IMS (siglas en inglés de Ion Mobility Spectrometry) realizado el últimos año llevó al Instituto de Nanociencias y Nanotecnología a comenzar a trabajar en el diseño y construcción de un IMS miniaturizado. Aquí se presentan los modelos desarrollados. Este capítulo se encuentra dividido en dos secciones, se detallan algunos modelos preliminares que ayudaron a la comprensión del problema y al conocimiento de las tecnología que se utilizaron, se parte de un modelo final que reúne las cualidades sobresalientes de los desarrollos anteriores, cada una de estas etapas cuenta con las correspondientes maquetas físicas y virtuales que se utilizaron para realizar las mejoras correspondientes. En la sección 4.1 se muestra un desarrollo en tres dimensiones que presenta un canal donde se mueven las partículas cargadas que comunica la zona de ionización, que a través de una descarga eléctrica genera las partículas cargadas, con la zona de detección que presenta una serie de capacitores que forman un campo eléctrico, el que produce la deflexión de las partículas cargadas. Dentro de esta misma sección se presentan modelos de dos dimensiones con el objetivo de verificar la ruptura eléctrica a través de la medición de las magnitudes mas relevantes presentes en este tipo de fenómenos. También se logra el diseño de los elementos electrónicos que producen, miden y controlan las descargas eléctricas, además se realizan los primeros bosquejos de los sistemas auxiliares que comunican al microsistema con el medio ambientes, los mismos mueven el gas de muestra desde el medio hasta la zona donde se encuentra el microionizador.

Finalmente se muestra un microdispositivo en el que se conjugan las mejores cualidades de los dispositivos presedentes, ya que presenta un sistema de ionización similar al modelo de dos dimensiones 4.14, del que toma también algunos sistemas auxiliares, en tanto el sistema de detección y la geometría general se tomaron a partir del primer modelo 4.6. Además se logra una mejora sustancial comparada con los dispositivos existentes. El último modelo desarrollado en la sección4.1.3 utiliza el concepto de focalización, esgrimido por varios investigadores dentro de la misma área del conocimiento. Aquí la focalización es abordada de una forma original y de facil implementación desde el punto de vista del diseño, que con lleva una mejora en la performance del microsistema.

4.1. Modelos preliminares

En esta sección se detallarán dos dispositivos conceptuales. El modelo mostrado en primer lugar Fig.4.1 comenzó a desarrollarse a fines del año 2007 fue fabricado en el laboratorio MTL-MIT (Microsystems Technology Laboratories, Massachusetts Institute of Technology) , anteriormente se había trabajado en un dispositivo de mayor tamaño que incluía los mismos principios de funcionamiento, es decir una fuente de iones por descargas eléctricas y sistema de detección por flujo cruzado [75], este primer microsistema se llevó adelante bajo estos lineamientos, luego analizando los problemas encontrados en el mismo se hicieron algunas modificaciones y se comenzó con una segunda etapa de diseño y cálculo.

Aquí también se muestra un modelo de dos dimensiones, en el mismo se presentan variantes de forma y distancia entre electrodos buscando el sistema de ionización más apropiado a las necesidades del dispositivo, también se buscó evaluar la dependencia de los modelos virtuales con los modelos físicos tratando de minimizar las dimensiones de los modelos en la fabricación de estos últimos, siendo el objetivo central verificar las descargas eléctricas entre electrodos y medir sus parámetros relevantes, tensión de ruptura, corriente circulante y distribución de la misma en el espacio entre electrodos. Además se pueden ver los sistemas auxiliares de control de flujo de gas de muestra y de generación y control descargas eléctrica. A cerca de este último se presentan las simulaciones y los layout electrónicos.

4.1.1. Primer modelo

El objetivo principal en esta etapa de desarrollo fue realizar las primeras aproximaciones al diseño, simulación y fabricación de microsistemas, se utilizó un período de capacitación en el laboratorio de microfabricación de MIT para realizar el diseño sobre un dispositivo aplicado al plan de tesis. En esta sección se muestra la imagen de una maqueta virtual en tres dimensiones del primer modelo propuesto, sobre este dispositivo se realizaron las primeras simulaciones de los campos electrostáticos presentes en el mismo, las máscaras ópticas del modelo, junto con la simulación del proceso de fabricación por fresado químico en volumen. Finalmente se muestran los resultados y las mediciones obtenidas de aplicar el proceso de fabricación en sala limpia de microfabricación.

A partir de desarrollos anteriores [76] se delinearon los primeros bocetos presentados en esta sección. El dispositivo cuenta con dos zonas principales, una de generación de partículas cargadas y otra de detección de las mismas, el sistema de generación de iones utilizado fue el de descarga eléctrica y el sistema de detección es por flujo cruzado. La fuente de iones por descarga eléctrica trabaja en el rango de descarga corona y el sistema de detección contó con una serie de detectores planos seccionados [77]. Esta disposición de los detectores permitió realizar una medición diferencial ya que existe solapamiento entre los iones que recibe cada detector, como se viera en la Introducción.

El primer parámetro de diseño sobre el cual se comenzó a trabajar fue la tensión de descarga, la cual debería ser inferior a $1kV$, preferentemente cercana a $0,5kV$ por ello se debió trabajar con distancias entre electrodos menores a $100\mu m$, otro de los puntos relevantes fue el volumen de iones generados y detectados por el dispositivo, ya que bajos volúmenes de gas darán como resultado magnitudes de carga eléctrica pequeñas con los inconvenientes que esto presenta, otro dato importante a tener en cuenta fue la característica del flujo, que se debe encontrar en régimen laminar. Todo esto condiciona el volumen del dispositivo.

En la Fig. 4.1 puede verse la maqueta realizada con el software CoventorWare a partir de las máscaras ópticas y el proceso de fabricación. La misma está compuesto por un canal de $950\mu m$ de ancho, $100\mu m$ de profundidad y $5mm$ de largo, en la figura podemos ver el ingreso del gas de muestra, el gas se mueve en forma continua dentro del dispositivo, en un tubo de sección trapezoidal, al pasar a la zona de ionización parte de la muestra es ionizada por una descarga eléctrica, esta descarga se realiza a través de pirámides micromaquinadas en silicio de $50\mu m$ de alto dispuestas en un arreglo geométrico en la base del canal, las pirámides fueron fresadas por un ataque químico anisotrópico, luego se encuentra la zona de detección que está formada por capacitores dispuestos en la parte superior del canal, contra electrodo y en la base un arreglo de electrodos seccionado, mas allá se encuentra la salida del fluido. Las pirámides, los contraelectrodos y pads de conexión fueron metalizados sobre los sustratos. El dispositivo cuenta con dos sustratos, sobre el superior, oblea 2, se encuentran los contraelectrodos de ionización y detección y sobre

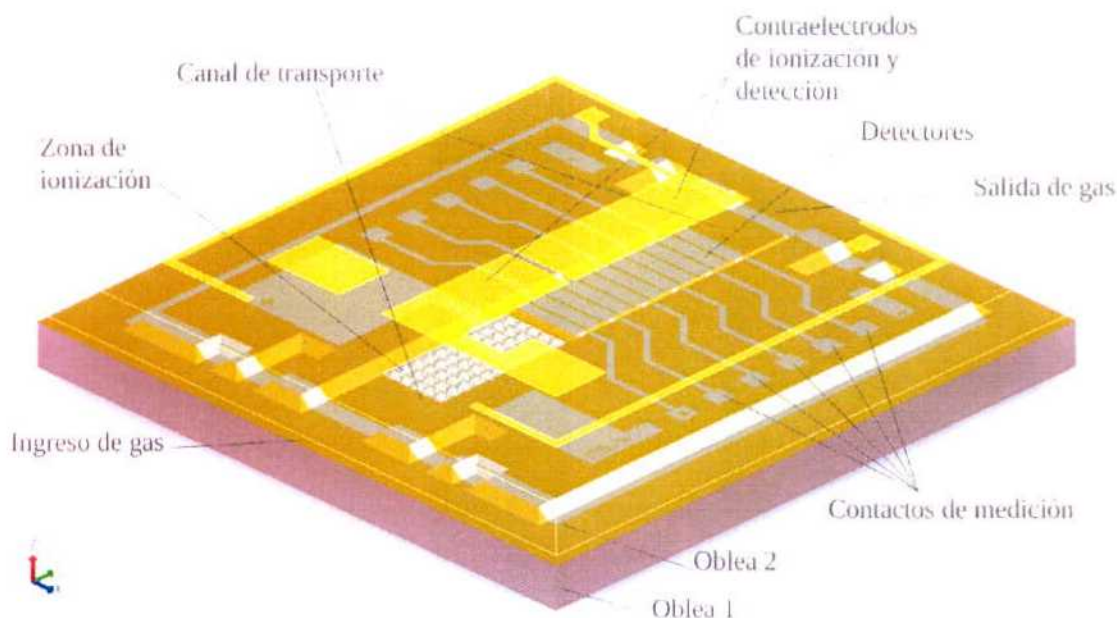


Figura 4.1: En esta imagen se puede ver el modelo virtual que simula la fabricación del microdispositivo partiendo de las máscaras ópticas y del proceso de fabricación, el software utilizado fue CoventorWare [78], la fabricación del modelo virtual es el paso previo a la simulación numérica. El gas de muestra ingresa al canal luego una descarga eléctrica lo ioniza parcialmente, estos iones son arrastrados por el fluido hasta la zona de detección donde un campo eléctrico los desvía con dirección a los detectores mientras todo el fluido se mueve a la salida.

el sustrato inferior, oblea 1, se fresaron las puntas del ionizador.

Simulación del campo electrostático

Se realizaron los primeros bosquejos de la simulación de los campos electrostáticos existentes en el sistema de ionización y en el sistema de detección, en la Fig.4.2 se aprecia una fracción de la maqueta presentada en la Fig.4.1, el sólido mostrado en línea punteada de color negro fue mallado con 27000 elementos tetraedrales, las condiciones de borde sobre las pirámides fue 600V y de 27V sobre los detectores, los contraelectrodos tienen tensión 0V y la distancia entre electrodo y contraelectrodo es de $50\mu m$, el gas en el que están inmersos los electrodos es Nitrógeno, las caras internas del sólido tienen condiciones de borde de simetría y las paredes externas condiciones de carga cero. El objetivo de la simulación fue evaluar las intensidades de campo eléctrico entre las zonas de ionización y detección para hallar las distancias requeridas entre las mismas para minimizar la influencia de una sobre otra, evitando que se produzcan descargas indeseables entre ionizador y detector. En la imagen se muestra un corte longitudinal del volumen el que coincide con el máximo valor de intensidad de campo eléctrico. Esta intensidad es de $30V/\mu m$ y se presenta cerca de la punta de las pirámides, en tanto el campo generados sobre los detectores es cercano a los $5V/\mu m$.

Proceso de fabricación y diseño de máscaras ópticas

Una vez establecido un proceso de fabricación aproximado para lograr los objetivos planteados, formar puntas de ionización para realizar las descargas eléctricas y tomando como condición que los electrodos deben estar a menos de $100\mu m$ de distancia, teniendo en cuenta que el volumen y caudal serían el máximo posible se diseñaron canales de 500 y $950\mu m$ de ancho.

Se tomaron sustratos de silicio monocristalino de orientación 100 de cuatro pulgadas de diámetro, se aplicó una capa de nitruro de silicio por proceso CVD, luego se transfiere por fotolitografía al sustrato la

4. MODELADO EXPERIMENTAL

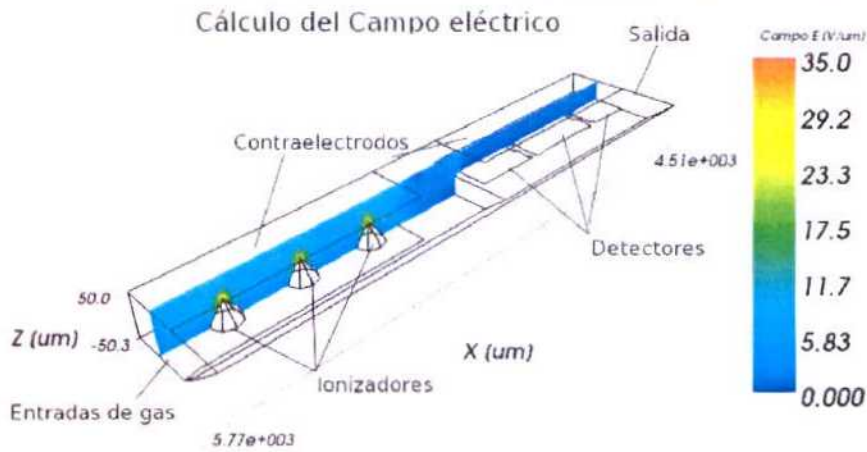


Figura 4.2: En la imagen puede verse un corte longitudinal del dispositivo de la Fig. 4.1, el mismo se realizó dejando una fracción del dispositivo en el que se tomaron tres pirámides de ionización y los tres primeros electrodos de detección, se calculó la intensidad de los campos eléctricos existentes en el microdispositivo, el gas ingresa al dispositivo por una diferencia de presión entre la entrada y la salida, es ionizado a través de una descarga eléctrica entre los ionizadores y el contraelectrodo superior, luego las partículas ionizadas se dirigen a la zona de detección, la ionización se realiza con una tensión de 600V y la detección con 27V.

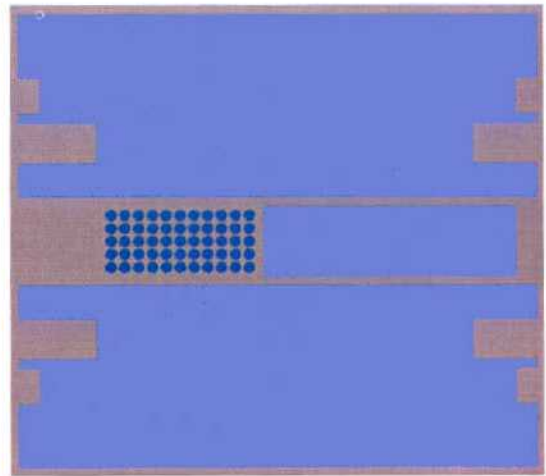
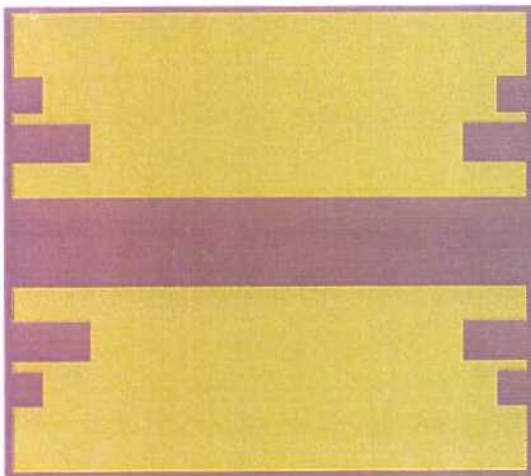
máscara 1, posteriormente se sumerge la oblea en KOH al 30 % a 70°C durante una hora hasta lograr una profundidad de 100µm, luego se aplica una nueva capa de nitruro de silicio se transfiere el patrón de la segunda máscara por fotolitografía, se aplican arreglos de círculos que formarán las puntas de ionización, luego por el método de RIE se talla el sustrato hasta dejar expuesto al silicio, posteriormente se sumerge nuevamente al sustrato en hidróxido de potasio hasta lograr otros 50µm, quedando el canal de 100µm y las puntas de ionización de 50µm en tanto los detectores quedan a 50µm de la superficie de la oblea. Luego se procedió a metalizar con platino sobre una máscara de resina con la geometría de la tercera máscara, aquí se diseñaron los electrodos y pads de conexión, luego se procede de la misma forma con la máscara óptica 4, Panel de la derecha Fig. 4.5, sobre una oblea de boroflow y finalmente se sueldan ambas obleas para formar el canal donde se mueven las partículas cargadas. Debido a la complejidad geométrica de las máscaras ópticas, las mismas fueron simuladas con la ayuda del software Visual Tapas, Fig.4.3, así se verificaron las distancias más apropiadas para separar las puntas de ionización y las dimensiones finales del canal. Los datos de entrada suministrados a la simulación, tipo de sustrato, solución, temperatura de la misma y tiempo de ensayo se corresponden con los utilizados posteriormente en la fabricación del modelo físico.

Este programa permite simular procesos de fresado químico en volumen "wet etching" (fresado químico por inmersión) sobre wafer de distintas orientaciones cristalinas, el comido puede realizarse isotrópico o anisotrópico, también se puede variar los tipos de solución que intervienen en el ataque y su temperatura, permite controlar el tiempo de exposición o la profundidad del etching (comido de material), posee además una opción para agregar datos empíricos al cálculo. En este caso se utilizaron máscaras de nitruro de silicio, también permite proteger el sustrato con óxidos, la geometría de la máscara a transferir se introduce desde cualquier programa de CAD en formato de imágenes [79, 80, 81]. A continuación se detalla minuciosamente los pasos que conforman el proceso de fabricación.

- Deposición de una capa de nitruro de silicio de 0.220µ m.
- Fotolitografía, se transfiere el patrón de la primera máscara óptica al sustrato.
- Corte de nitruro de silicio RIE con atmósfera de SF_6 .
- Primer ataque químico sobre silicio en KOH (Wet etching), 50µm de profundidad.
- Limpieza posterior al ataque con KOH (pirhanna x 2)



Figura 4.3: Aquí se observa las simulaciones del proceso de fabricación realizado en el software Visual Tapas, se ve el arreglo de pirámides construidas en silicio con ataque químico de KOH, esto permite diseñar en forma mas precisa las máscaras ópticas relativas a este paso de microfabricación



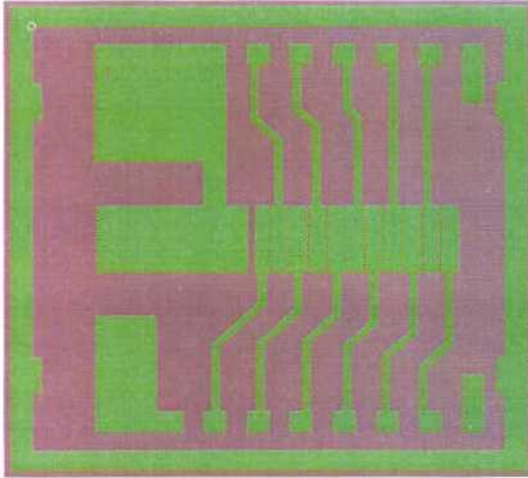
Primera máscara defina el canal hasta $50\mu m$ Segunda máscara define el canal hasta $100\mu m$ y las puntas.

Figura 4.4: Se observa a la izquierda la máscara utilizada para transferir el patrón sobre la capa protectora de nitruro de silicio obtenida por CVD, este patrón protege parte del sustrato del ataque en KOH, en este paso se definen los primeros $50\mu\text{m}$ de profundidad del canal en silicio. A la derecha la máscara utilizada en el segundo paso de fresado químico en KOH, en este paso se define el arreglo de puntas de $50\mu\text{m}$ de alto y el canal hasta $100\mu\text{m}$ de profundidad, al proteger la zona que lleva los detectores estos quedan a la misma altura que las puntas de ionización.

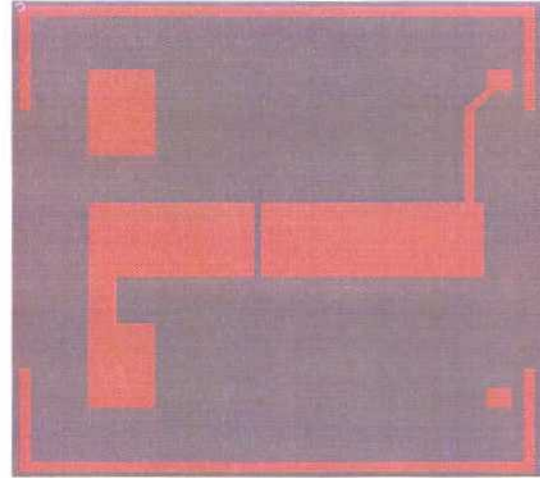
- Deposición de una segunda capa de nitruro de silicio de 2200 Å.
- Fotolitografía, transfiere el patrón de la segunda máscara

4. MODELADO EXPERIMENTAL

- Corte de nitruro de silicio con RIE (fresado por iones reactivos) en atmósfera de SF_6 (hexafluoruro de azufre).
- Segundo ataque químico sobre silicio en KOH (Wetling), $100\mu m$ de profundidad desde la superficie.
- Limpieza posterior al ataque con KOH (pirhamia x 2).



Tercer máscara, electrodos inferiores



Cuarta máscara, electrodos superiores.

Figura 4.5: La imagen de la izquierda corresponde al patrón a transferir sobre el sustrato que define los electrodos conductores, el primer electrodo corresponde a las puntas de ionización, electrodo activo y los demás electrodos corresponden al electrodo seccionado de medición de cargas eléctricas. En tanto que la máscara de la derecha corresponde a los contraelectrodos del ionizador y detector de iones.

- Fotolitografía de la máscara 3 sobre silicio y de la máscara 4 sobre vidrio.
- Deposición de una capa de Platino sobre ambas obleas, silicio y vidrio.
- Precorte de las obleas de vidrio.
- Soldado de la oblea de silicio y la oblea de vidrio (bonding).

El desarrollo del proceso de fabricación incluyó el diseño de cuatro máscaras ópticas, dos de ellas, máscaras 1 y 2, Fig. 4.4, fueron utilizadas en el proceso de grabado por inmersión en KOH (hidróxido de potasio)[82].

Las máscaras mostradas en la Fig.4.5 se utilizaron en las deposiciones de metal para el conexionado eléctrico del dispositivo, en ellas se aprecian los electrodos que conectan la zona de ionización, de detección y los pads. Luego de finalizado el proceso de fabricación se tomaron algunas imágenes y se realizaron mediciones sobre los dispositivos construidos. En la Fig.4.6 puede apreciarse en la parte central la maqueta digital del dispositivo y abajo el detalle de la fabricación, a la izquierda la zona de ionización posterior a la metalización y a la derecha los electrodos de detección. Como lo muestra la Fig. 4.6, la capa metalizada presenta problemas de adherencia sobre los sustratos.

Luego se hicieron mediciones sobre las puntas de ionización como lo muestra la Fig.4.7, allí podemos ver un arreglo de tres pirámides separadas $200\mu m$ entre sí y con una altura de $44\mu m$, las mismas se fabricaron sobre un sustrato de silicio de orientación 100, el ángulo de las pirámides es de 54.7° , que corresponde a los planos 111 de orientación cristalina de este material, la altura prevista fue de $50\mu m$. La imagen fue tomada por un microscopio de interferometría óptica. El proceso de fabricación fue realizado en el Laboratorio de microfabricación del MIT (MTL).

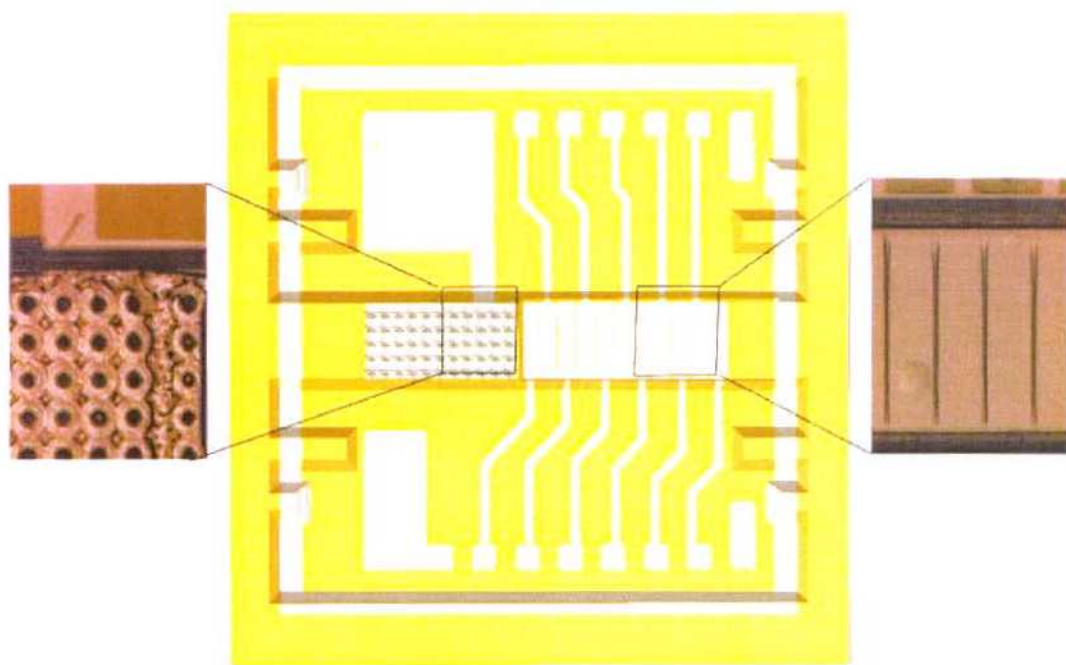


Figura 4.6: Esta imagen muestra en la parte central una vista en planta del dispositivo y a la izquierda (ionizador) y derecha (detectores) dos detalles en los que se aprecian partes del dispositivo fabricado, en el detalle de la izquierda se ven las puntas de ionización y a la derecha los electrodo que forman los capacitores de detección, estos se ven claramente cortocircuitados entresí y con problemas de adherencia sobre el sustrato en los planos 111.



Figura 4.7: Imagen tomada por interferometría óptica de las puntas de iónización donde se produce la descarga eléctrica. Las pirámides fueron fabricadas en silicio y tienen una altura de $44\mu m$

4.1.2. Modificaciones del modelo primario

Se realizaron modificaciones sobre el modelo primario mostrado en la sección 4.1.1, el mismo presenta el inconveniente del solapamiento de las partículas cargadas en la detección, como fuera presentado en la Introducción de este trabajo Figs.1.4, 1.5. Con el fin de corregir la situación presentada se comenzó a trabajar en focalizar los iones generados [83, 84].

La bibliografía entrega varias opciones que aportan soluciones a los problemas de la focalización. La primera opción introduce en el canal de detección una aguja micrométrica por donde circulan las moléculas ionizadas [85]. La segunda opción propone construir una ranura también del orden micrométrico por donde hace pasar el gas de muestra [86]. Este trabajo de tesis presenta una solución alternativa a estas opciones. A continuación se muestra la solución elegida, en la maqueta se mantiene la dimensión de la zona de ionización $50\mu m$ y se aumenta la altura de la zona de detección h desde 350 a $450\mu m$, de esta forma

se produce una focalización mecánica de las partículas cargadas. En esta aproximación a primer orden, $h = h_0 / (1 - (K_2/K_1))$, siendo $K_1 > K_2$, si se desea separar partículas cuya diferencia de movilidad es del 15%, tomando como altura de focalización $h_0 = 50\mu\text{m}$ dada por la distancia entre punta y plato del ionizador, la altura de la zona de detección deberá ser mayor a $333\mu\text{m}$. En esta sección se muestran las maquetas digitales realizadas. Se diseñó y simuló el nuevo proceso de fabricación y el movimiento del fluido en el canal.

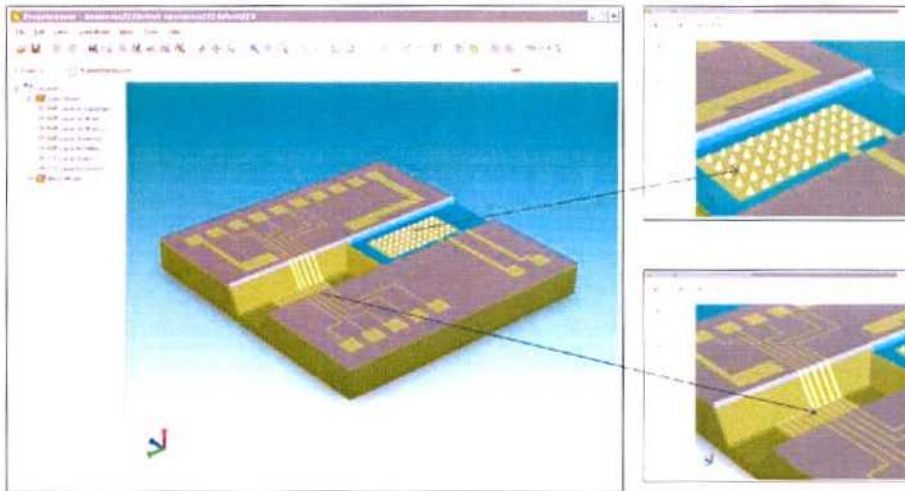


Figura 4.8: Vista del microsistema, este modelo se construyó con la unión del procesos de fabricación y las máscaras ópticas. A la izquierda se ve el dispositivo completo con ionizador, detectores y pads de conexión. A la derecha arriba puede verse un detalle de la zona de ionización donde ingresa el gas de muestra, abajo un detalle de la zona de detección donde se observan los electrodos que forman los capacitores de medición, también puede verse el ensanchamiento del canal de circulación de las partículas cargadas.

Adaptación del proceso de fabricación

Las modificaciones en el proceso de fabricación buscaron aumentar la profundidad de la zona de detección, como vieramos en la sección 4.1.2, se necesitó redimensionar la misma, aumentando la profundidad, logrando mejorar la separación de iones cuya diferencia de movilidad es de 15%. A tales fines la profundidad del canal en la zona de detección se debió incrementar en mas de $300\mu\text{m}$. Para ello se realizaron cambios desde los softwares de modelado numérico en la máscaras ópticas y se aumento el tiempo de ataque químico por inmersión en KOH. La simulación del proceso de fabricación se realizó con el software CoventoWare, en las imágenes se muestra paso a paso las distintas etapas que se cumplieron para obtener los sólidos que luego se analizaran y simularan. Partimos de obleas de silicio monocristalino, con orientación 100. Se realiza una deposición química de una capa de nitruro de $0.22\mu\text{m}$. este proceso de deposición recibe el nombre de Chemical Vapor Deposition. Se utilizó obleas de tipo 100 porque poseen una orientación del monocristal particular 111, en la que se presentan planos cristalinos donde el ataque químico es mucho mas lento, dando como resultado canales con sus lados inclinados 54.7° . Se define sobre la superficie de la misma una máscara por fotolitografía, con la que se realizará un primer corte del nitruro a través del proceso RIE, este deja zonas de la oblea desprotegidas de la capa de nitruro, en las que puede apreciarse el silicio monocristalino, debemos recordar que la capa de nitruro no es atacado por el baño de KOH, pero si lo es el silicio 100, luego se sumerge la oblea a una cuba de KOH (hidróxido de potasio) a temperatura de 80 a 90°C durante una hora, donde se realiza un proceso de fresado químico, logrando definir el canal en toda su extensión con una profundidad de $50\mu\text{m}$, luego se deposita una capa de nitruro por proceso CVD hasta un espesor de aproximadamente $0.2\mu\text{m}$, mas tarde por proceso de fotolitografía se deposita la máscara que lleva en si las figuras que producirán la geometría de la zona de ionización, luego de realizar un segundo corte por RIE, se observan claramente dos áreas marcadamente distintas unas protegidas por una capa de nitruro y otras donde el silicio queda al descubierto, se vuelve a sumergir la oblea en una solución de KOH durante una hora, lográndose definir las pirámides,

que tomaran la configuración punta-plato para producir la descarga eléctrica que formará un conjunto de iones. Luego se realizan las deposiciones metálicas (sputtering) sobre el sustrato de silicio y sobre el sustrato de vidrio con el objetivo de definir los contactos, pads, electrodos y contraelectrodos. Al unir ambos sustratos se completa el dispositivo y queda formado entre los dos el canal donde se mueve el fluido.

Descripción de las simulaciones realizadas sobre el dispositivo

Luego de realizadas las simulaciones sobre las modificaciones de las máscaras ópticas y los procesos de fabricación se obtuvieron los nuevos modelos virtuales necesarios para realizar las simulaciones numéricas que se muestran en esta sección.

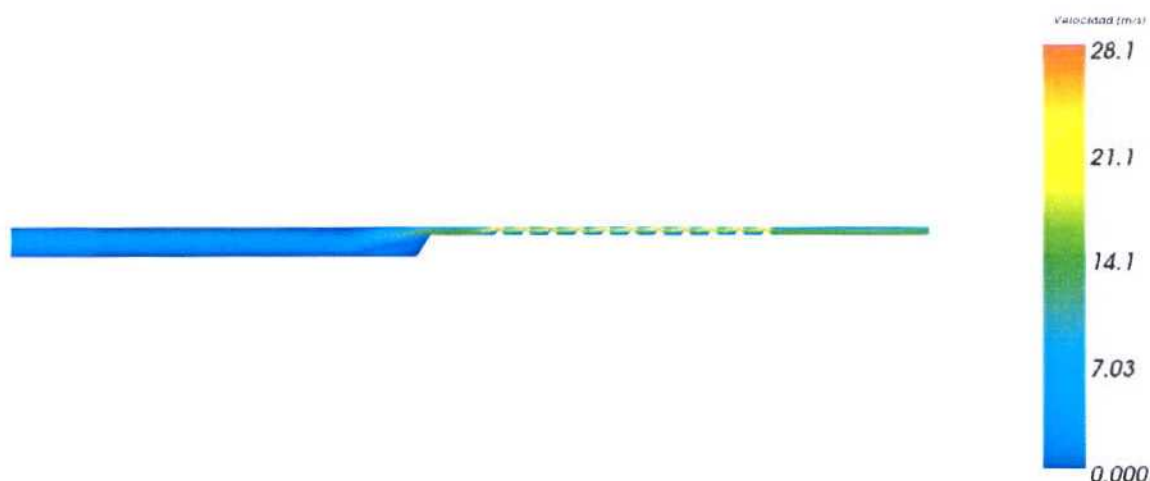


Figura 4.9: Aquí puede verse el perfil de velocidades de flujo de un corte longitudinal del dispositivo mostrado en la Fig.4.8 se aumentó la altura h de la zona de detección para lograr mejorar la separación de partículas cargadas. Se observa en la zona de detección luego del ensanchamiento un área donde la velocidad del fluido baja hasta detenerse (representada en azul intenso).

El objetivo de las mismas es evaluar el comportamiento del fluido al desplazarse en el canal y encontrar un ensanchamiento, realizado para mejorar la separación de las partículas cargadas. El sistema IMS cross flow (detección por flujo cruzado) combina campos eléctricos y el movimiento de un fluido para lograr la separación de partículas cargadas.

Se buscó evaluar el comportamiento del flujo a lo largo del canal desde el ingreso hasta su salida en la zona de detección. Se observó en la Fig. 4.9 que la vena fluida sufre un estrangulamiento en la zona de ionización, pero se debe notar que esto se produjo por la presencia de las pirámides de ionización y como las mismas representan una pequeña sección del canal, tienen poca influencia sobre el flujo, ahora la situación es completamente distinta en el área de expansión de la zona de detección, donde la misma ocupa todo el ancho del canal, en la Fig. 4.10 se ve una ampliación de esta, en la parte inferior del área de expansión el color azul intenso denota una área de flujo detenido que se estudió en detalle en las tres simulaciones presentadas a continuación. El fluido a analizar ingresa al dispositivo desde la derecha de la imagen y encuentra con una área donde hay puntas de ionización de forma piramidal, luego se produce un ensanchamiento del canal, zona de detección, este ensanchamiento ocasiona que el fluido disminuya su velocidad y comience a recircular, área azul de la Fig. 4.10, ocasionando que las partículas cargadas que se encuentren allí se muevan en una especie de remolino, que provoca errores en la detección, pérdida de partículas por medir y una merma en el rendimiento volumétrico de la micromáquina, ya que una parte importante del fluido se encuentra detenido en el dispositivo ocupando un volumen útil e impidiendo una correcta detección de partículas. El aumento de la altura del canal en la zona de detección pretendió mejorar la separación iónica, pero este ensanchamiento produjo una expansión del fluido que



Figura 4.10: Aquí se muestra una ampliación de la expansión del fluido al ingresar a la zona de detección, el flujo se detiene y comienza a recircular, esto reduce el volumen útil del dispositivo.

generó áreas de recirculación.

Con el objetivo de avanzar en el estudio de este problema se analizaron tres geometrías posibles de acuerdo al proceso de fabricación :

En las simulaciones a continuación pueden verse las líneas de flujo del fluido circulando en el canal. Se analizó su disposición y forma cuando se varía la geometría de empalme entre la zona de ionización y de detección. Se toma una rampa para unir las dos zonas con un ángulo de $54,7^\circ$, este ángulo corresponde a los planos 111 del silicio monocristalino. También se analizaron dos casos extremos, el primero suponiendo que el ensanchamiento es abrupto, con un ángulo recto y en el último modelo se analizó una rampa con un ángulo suave, que da como resultado una expansión gradual del fluido.

- Primero se estudió en caso de un ensanchamiento con un ángulo de $54,7^\circ$, puede verse en la Fig. 4.11, la sección del canal pasa de tener una altura de $100\mu m$ a tener $350\mu m$ y esta unión se realiza a través de un plano con un ángulo de $54,7^\circ$, propio del proceso de fabricación con KOH.

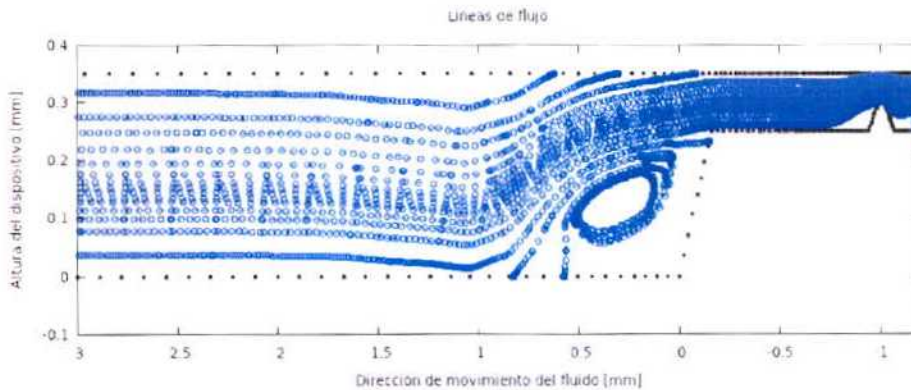


Figura 4.11: Se muestran las líneas de flujo para un ángulo de expansión de $54,7^\circ$, las mismas se curvan al ingresar a la zona de detección por la presencia de una área de baja presión que genera la recirculación del fluido, se observa fluido recirculado en el dispositivo.

- El segundo caso presentado en la Fig. 4.12 plantea una situación límite donde la unión de las dos

4. MODELADO EXPERIMENTAL

secciones se realiza a través de un escalón con un ángulo de unión de 90° . Esta geometría se podría obtener desde el procesos de fabricación por el ataque de ione radioactivos RIE sobre el silicio.

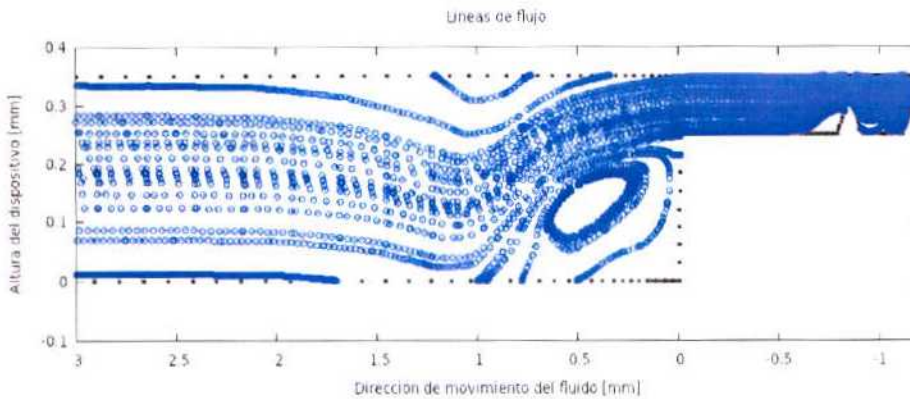


Figura 4.12: Aquí se aprecia una situación límite en la que el ángulo de expansión a la entrada de la zona de detección es de 90° , puede verse un gran volumen de fluido recirculando en el dispositivo dentro del área de detección. La circulación del fluido es desde la zona de ionización, derecha, hacia la zona de detección, izquierda de la imagen

La recirculación del fluido en este caso es muy grande y se situó sobre la zona de detección, esta situación se debe contemplar ya que de no ser así se tendrían detectores inutilizados debido a que las partículas cargadas no llegarán a los mismos.

- El tercer caso, Fig. 4.13, plantea una situación ideal en la que la unión se realizó a través de una rampa de bajo ángulo. Se buscó encontrar las mejores condiciones para el desplazamiento del fluido en el microsistema. La geometría propuesta sería difícil de obtener desde los procesos convencionales de microfabricación.

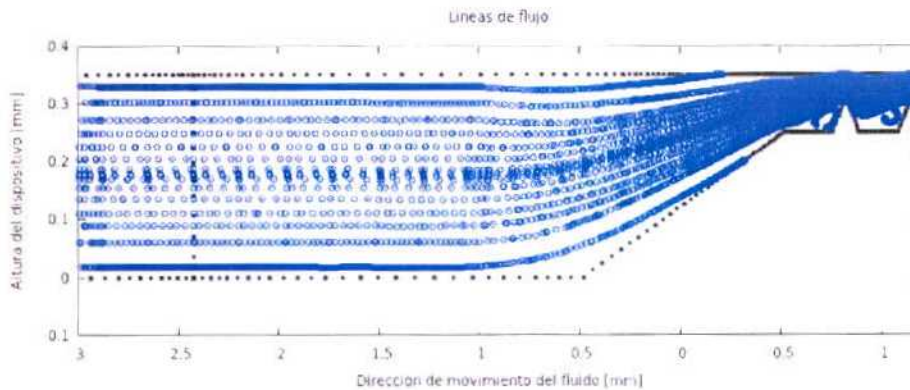


Figura 4.13: Ahora se muestra una situación ideal en la que se elige el ángulo mas apropiado para el ingreso del fluido a la zona de detección, las líneas de flujo son paralelas a las paredes respetando el ángulo de expansión. La recirculación ha desaparecido.

Analizando los tres casos propuestos, el ensanchamiento con un ángulo de $54,7^\circ$, Fig. 4.11, presenta una recirculación mucho menor que en el caso del escalón de 90° de la Fig. 4.12 y no se aprecian remolinos en la parte superior del dispositivo. La zona de distorsión del fluido, indicada en la dirección del flujo, se ve reducida pasando desde las coordenadas en x de 0 a 2mm para el escalón a 0 a 1,5mm en caso de la expansión con el ángulo de $54,7^\circ$.

En la Fig. 4.13 se presentó la situación más favorable donde la expansión es gradual con un ángulo de 17° , menor a los casos anteriores. Se debe tener en cuenta que este ángulo va a depender de la velocidad

4. MODELADO EXPERIMENTAL

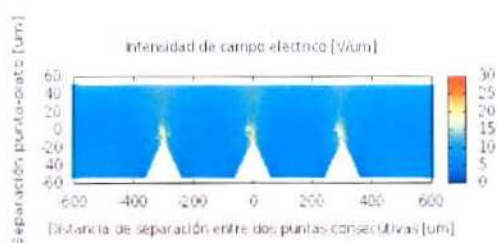
del flujo. Al disminuir la velocidad del flujo se minimizan las distorsiones de la vena fluida pero se pierde volumen de trabajo, la zona distorsionada desaparece de la imagen y solo se pierde $1mm$ en la zona de detección desde la cota $-0,5$ a $0,5mm$. Los tres casos presentados demuestran la imposibilidad de colocar los detectores de iones inmediatamente después del inicio de la zona de detección, la posición adecuada variará según se presente alguno de estos tres casos y la variación del caudal implicará un redimensionamiento del ingreso a la zona de los detectores. La mejora producida en la separación iónica, por el aumento de altura del canal en la zona de detección, incide en la geometría y reduce el rendimiento volumétrico del dispositivo.

4.1.3. Segundo modelo en dos dimensiones

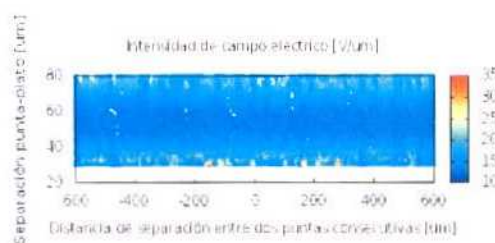
El objetivo de esta sección fue, evaluar el fenómeno de descarga eléctrica del tipo corona como fuente de iones para un dispositivo IMS, para ello se debió diseñar y fabricar modelos virtuales, que luego se concretaron en modelos físicos. Aquí se analizó el sistema de ionización por descarga luminiscente. El fin planteado fue verificar las leyes de Peek y Paschen midiendo la tensión a la que se produce la descarga y la corriente circulante por el microsistema, de esta forma se analizó la utilización de descargas eléctricas como fuente de iones para un dispositivo de identificación de partículas cargadas por movilidad iónica. Además se desarrollaron dos subsistemas que forman parte integral del microdispositivo, como lo son el control electrónico de descarga eléctrica y el control y medición de flujo de muestra. En la búsqueda de que el sistema de ionización trabaje con la menor diferencia de potencial posible se limitó la tensión máxima de trabajo a 1kV [87].

Descripción del modelo

Los dispositivos utilizados para verificar y medir el sistema de ionización fueron dos, los que responden a disposiciones geométrica punta-plato y a la geometría plato-plato. Los electrodos fueron construidos en cobre por electrodeposición. La configuración punta-plato presenta cuatro punta separadas una de otra una distancia de $300\mu\text{m}$, mientras la distancia entre electrodos S fue de 20,30,40,45,50,60y $65\mu\text{m}$, el radio de la punta es de $12,5\mu\text{m}$. En tanto los dispositivos plato-plato fueron diseñados con una distancia entre electrodos de 20,40,50,60,70 y $80\mu\text{m}$. El diseño dimensional de los modelos fue calculado a través de la ecuaciones de Peek y Paschen y simulados numéricamente por medio de la ecuación de Laplace. En la Fig. 4.14 se pueden ver los resultados de las simulaciones numéricas para dos casos donde la distancia entre electrodos igual a $40\mu\text{m}$ y tensión eléctrica es de 650V .



Geometría punta-plato



Geometría plato-plato

Figura 4.14: En el panel de la izquierda se puede ver el cálculo del campo eléctrico para una disposición de los electrodos de punta-plato, con una tensión aplicada de 650V y distancia entre electrodos de $40\mu\text{m}$, la tensión máxima se encuentra muy localizada en las puntas de los electrodos. En el panel de la derecha se puede ver el cálculo del campo eléctrico para una disposición de los electrodos de plato-plato, la tensión aplicada de 650V y distancia entre electrodos es $40\mu\text{m}$, en este caso la tensión máxima se encuentra dispersa sobre el electrodos inferior, también se aprecia que la distribución de campo eléctrico es mas homogénea que en el caso anterior.

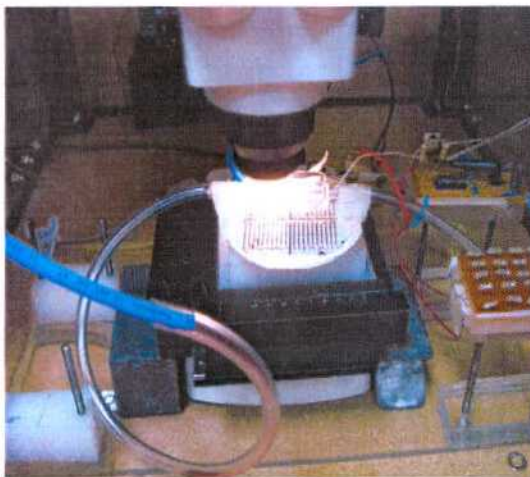
Procesos de fabricación

Los microelectrodos y los pads de contacto se fabricaron en cobre sobre un sustrato de vidrio. Primero se aplica una capa de titanio y cobre por el método de pulverización anódica (sputtering), luego

se transfiere el patrón con la geometría deseada sobre el sustrato mediante un proceso de fotolitografía. Después de revelado ese patrón se realiza una electrodeposición de cobre empleando una cuba electrolítica que permite engrosar el espesor de la capa metálica inicial, la capa delgada de titanio cobre se utiliza como electrodos conductor y la geometría definida en resina logra que la capa de cobre engrosada se deposite solo en el lugar deseado. Luego se elimina la capa de fotoresina, dejando cobre engrosado solo en los electrodos, pero aún se debe eliminar la primera capa depositada, ya que los dispositivos se encuentran cortocircuitados, finalmente a través de un proceso de ataque químico se elimina la capa inicial de titanio y cobre, de esta forma se logra separar los electrodos y pads de conducción. Luego, con el dispositivo terminado se sueldan los contactos a los pads del microsistema y se procede a pegar la burbuja de vidrio donde se generará la atmósfera de descarga, al finalizar este paso se conecta el circuito electrónico de control de pulso y el sistema se encuentra preparado para realizar los ensayos. Se ha empleado el software CoventorWare para simular y diseñar el proceso con que fue construido el ionizador. El prototipo se elaboró en la sala limpia de microfabricación de CNEA.

Diseño experimental

El sistema de evaluación de descarga expuesto en la la Fig. 4.15 muestra una fuente de tensión variable que entrega hasta 1kV, el sistema electrónico de descarga eléctrica que limita la evolución de la misma, un sistema de medición y control del caudal de gas suministrado al dispositivo, el control se realizó a través de un rotámetro manual, y finalmente los microionizadores que se encuentran dentro de una burbuja de vidrio, que contiene una atmósfera de nitrógeno donde se realiza la descarga eléctrica. Todo montado bajo un microscopio óptico.



Sistema de generación de iones



Microionizadores en atmósfera de Nitrógeno

Figura 4.15: En el panel de la izquierda se aprecia el set-up realizado para verificar la descarga eléctrica y medir la corriente circulante entre los electrodos. Los ionizadores están incluidos dentro de una atmósfera de Nitrógeno dentro de una burbuja de vidrio bajo un microscopio. A la derecha se ve los microdispositivos de generación de descarga fabricados en cobre. Los mismos esta dentro de una burbuja de vidrio por la que se hace circular Nitrógeno, el gas tien un contenido máximo de oxígeno menor al 0.5% y es producido por el equipo MAXIGAS N2MAX208.

La descarga eléctrica luminiscente se obtiene aplicando una diferencia de potencial entre dos electrodos metálicos sumergidos en un gas. Se evaluaron dos configuraciones. Se utiliza una fuente variable y pulsada a través de un módulo de control electrónico [88], esta fuente entrega una señal del tipo cuadrada entre 0V y la tensión deseada, pudiendo regularse su duración y frecuencia para evitar el deterioro del microdispositivo, en la Fig.4.16 se ve a la izquierda el diagrama esquemático y a la derecha es sistema construido. En la tabla 4.1 puede notarse los componentes discretos que forman el sistema de control. El control del ancho de pulso se realiza a través de la resistencia R_2 y el tiempo entre pulsos a través de la suma de las resistencias R_1 y R_2 , las ecuaciones siguientes se utilizaron para calcular los tiempos t_1 ,

Ensayos de los dispositivos

Estos ensayos buscaron obtener los valores de disrupción y corriente para una descarga eléctrica del tipo corona controlada. De esta forma se pudo considerar la utilización de este sistema para generar iones en la microescala.

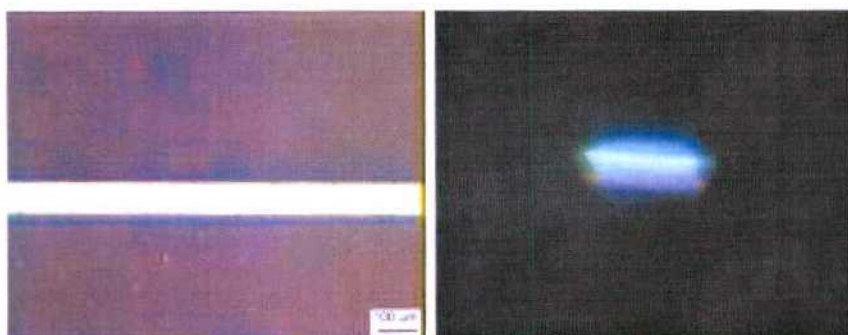
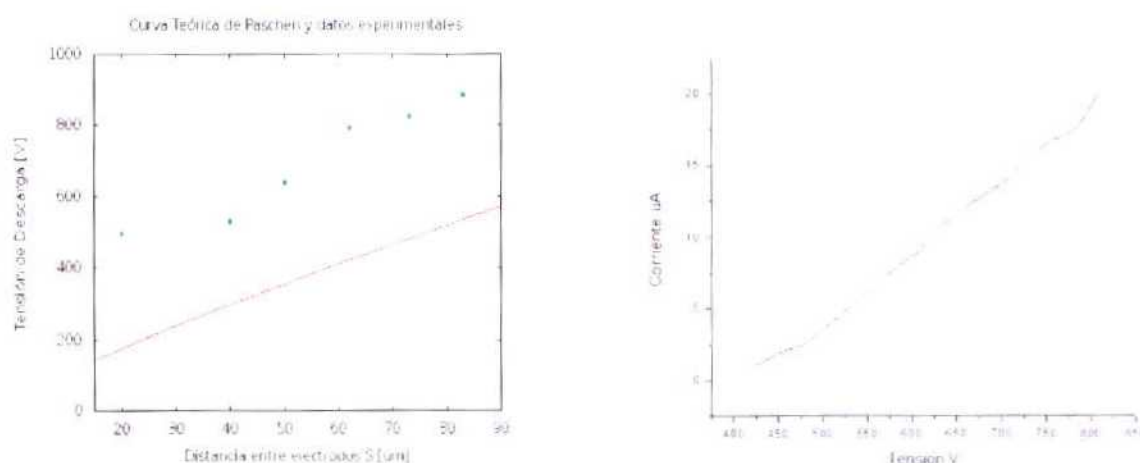


Figura 4.17: En esta imagen se muestra la configuración plato-plato, a la izquierda vemos los electrodos fabricados en cobre y a la derecha una imagen de la descarga eléctrica que se produce sobre los electrodos el área que cubre la misma es bastante mayor al caso de punta-plato.

El ensayo de los dispositivos fue realizado suministrando un caudal de $5l/min$ de nitrógeno, la tensión se aplicó en forma gradual hasta logra apreciar en forma visual el comienzo de la descarga luminiscente (descarga glow), en un primer ensayo se colocó entre la fuente de descarga eléctrica y el dispositivo el sistema de control de pulso de esta forma se verificó a través de un microscopio óptico el comienzo de la descarga eléctrica del tipo corona, luego se se conectó la fuente de alta tensión sin el sistema de control de pulso para medir la corriente circulante en el sistema. La Fig.4.17 muestra a la izquierda una vista de los dispositivos plato-plato, realizados en cobre sobre un sustrato de vidrio, a la derecha la descarga luminiscente que se produce al aplicar tensión entre los electrodos.



Curva teórica y datos experimentales de descarga eléctrica

Curva de corriente

Figura 4.18: A la izquierda se ve la curva teórica, con línea continua y los datos experimentales de la ley de Paschen, marcados con puntos. Para trazar la curva se utilizó una fuente DC y un sistema de descarga pulsada. En el panel de la derecha se ve la curva de corriente para un dispositivo de electrodos plato-plato de distancia $S = 65\mu m$, la curva fue trazada con una fuente DC.

La Fig.4.18 muestra a la izquierda la curva teórica trazada con la ecuación de la tensión límite V_t , esta

4. MODELADO EXPERIMENTAL

está dada por las ecuaciones de Paschen para un gas 2.38, y predice el voltaje de ruptura del dieléctrico,

$$V_t = \frac{B(pS)}{\ln(pS) + C}$$

los dispositivos medidos tienen una distancia entre electrodos de 20,40,50,60,70 y 80 μm , representados en el panel izquierdo de la Fig. 4.18. Los puntos experimentales dan un valor de tensión mayor que el que predice la curva teórica. A la derecha de la misma figura la curva de corriente trazada con una fuente DC, para el trazado de la misma se quitó el sistema de control de pulso, ya que resultaba muy complicado para el dispositivo de medición obtener el dato de corriente deseado para los dispositivos ensayados.

En la Fig.4.19 se muestra en el panel izquierdo una fotografía de una porción del ionizador construido

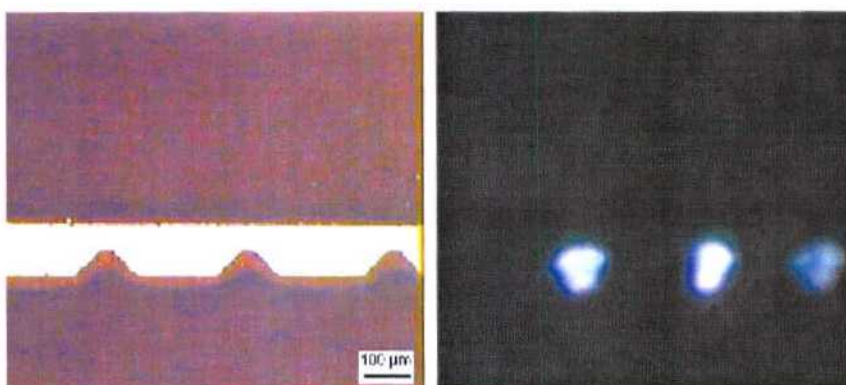
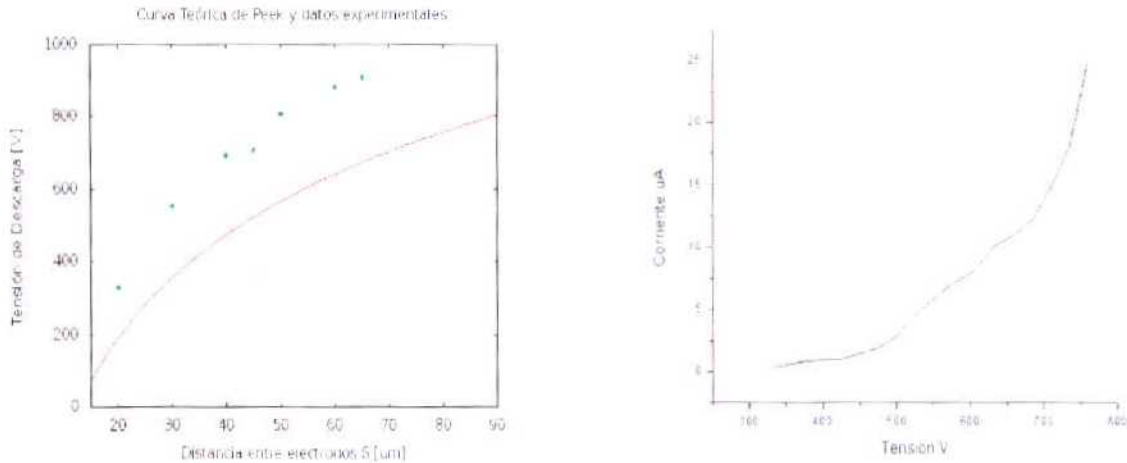


Figura 4.19: En la imagen de la izquierda se observa una porción del ionizador correspondiente al modelo experimental construido en cobre sobre un sustrato de vidrio diseñado según la geometría mostrada en Fig.4.32. La imagen de la derecha muestra la descarga eléctrica que se produce entre los electrodos cuando $S = 40\mu m$, $r = 12,5\mu m$, $V_c = 650V$

en cobre sobre un sustrato de vidrio. En la parte inferior se observan tres puntas de radio de curvatura $r = 12,5\mu m$ separadas $S = 40\mu m$ del cátodo y $300\mu m$ entre sí. La distancia entre dos puntas consecutivas es la necesaria para evitar un efecto apreciable de los campos eléctricos de una punta sobre la siguiente. La ley de Warburg [89] es una estimación de esta distancia en función de los parámetros geométricos para la configuración punta y plato. En el panel de la derecha se observa la luminiscencia que producen esas tres puntas al aplicar una diferencia de potencial entre cátodo y ánodo igual a $V_c = 650V$. La observación de dicha luminiscencia ha permitido experimentalmente establecer el potencial crítico en los casos analizados precedentemente para validar la ley de Peek en la microescala [90].

La Fig. 4.20 muestra la curva teórica trazada a partir de la ley de Peek, la misma es una fórmula empírica que establece la tensión de ruptura de un gas para una configuración punta-plato 4.11; la punta concentra y amplifica la intensidad del campo eléctrico. Cuando la intensidad del campo eléctrico supera la tensión crítica soportada por el gas comienza la descarga luminiscente.

$$V_c = G_0 r \ln(S/r) \left(1 + \frac{0,301\sqrt{cm}}{\sqrt{r}} \right)$$



Curva teórica y datos experimentales de descarga eléctrica

Curva de corriente

Figura 4.20: A la izquierda se ve la curva teórica, en línea continua y los datos experimentales de la ley de Peek, marcados con puntos, para trazar la curva se utilizó una fuente DC y un sistema de pulsación de la descarga. En el panel de la derecha se aprecia la curva de corriente para un dispositivo de electrodos punta-plato de distancia $S = 45\mu m$, la curva fue trazada con una fuente DC y para este último ensayo no se utilizó el sistema de control de pulsos de descarga.

4.2. Modelo de generación y detección de iones por flujo cruzado

El objetivo de este modelo y motivo de esta tesis, fue lograr un sensor compacto, de dimensiones reducidas, de fabricación simple y de bajo costo. El modelo aquí presentado es el resultado de la experiencia obtenida en el diseño, simulación, fabricación y medición de los dos modelos anteriores. Analizando el primer modelo se desprende que para lograr separación iónica se debe focalizar las partículas cargadas, pero si ello se hace mecánicamente estrangulando el fluido, esto puede ocasionar que se produzcan turbulencias y zonas de flujo detenido, que bajan el rendimiento volumétrico del dispositivo, 4.1.1. Analizando el segundo modelo se puede comprobar que si bien posee una configuración bidimensional, la ionización y descarga se produce en las tres dimensiones, generando lóbulos de iones, 4.1.3.

En la Fig. 4.21 se presenta una combinación de las mejores cualidades de los modelos anteriores, este nuevo diseño utiliza como generador de partículas cargadas un sistema multipuntas (2) ubicadas de tal forma que logren focalizar los iones en un lugar delimitado del canal, este fue diseñado evitando estrangulamientos y cambios de dirección del flujo, desde la entrada (1) a la salida (5), solo presenta un cambio gradual desde la entrada, sección circular, al canal (1) formado por las guías (9) y los dos sustratos, sección cuadrada. La detección de las partículas se logra a través de dos electrodos contrapuestos formando un campo electrostático de deflexión (6) y (7).

Este dispositivo se ha diseñado considerando las posiciones y dirección de los vectores de movimiento de los iones desde que son generados y luego transportados por el fluido hasta su detección. Esto se lleva a cabo mediante las descargas eléctricas, el flujo del fluido de transporte y el campo eléctrico de detección. Asociadas a estas tres magnitudes se han tomado direcciones ortogonales entre sí para minimizar la influencia de un efecto sobre otro. Empleando un modelo virtual del microdispositivo mediante el software CoventorWare [91] se ha realizado el diseño esquematizado en la Fig. 4.21. El software permite simular la construcción del modelo partiendo de las máscaras ópticas y del proceso de fabricación [92].

El microdispositivo construido cuenta con dos zonas principales. La zona de ionización, donde se generan iones empleando un tipo especial de descarga eléctrica. Mediante un gas de arrastre, por ejemplo nitrógeno, las partículas cargadas de la muestra a identificar son transportadas a la zona de detección. En esta zona, se encuentran una serie de detectores inmersos en un campo electrostático que deflecta y separa los iones según su movilidad. En la Fig.4.21 se muestra en detalle estas dos zonas. En la parte frontal de la zona de ionización, se observan dos guías que conducen desde su ingreso la muestra y gas de

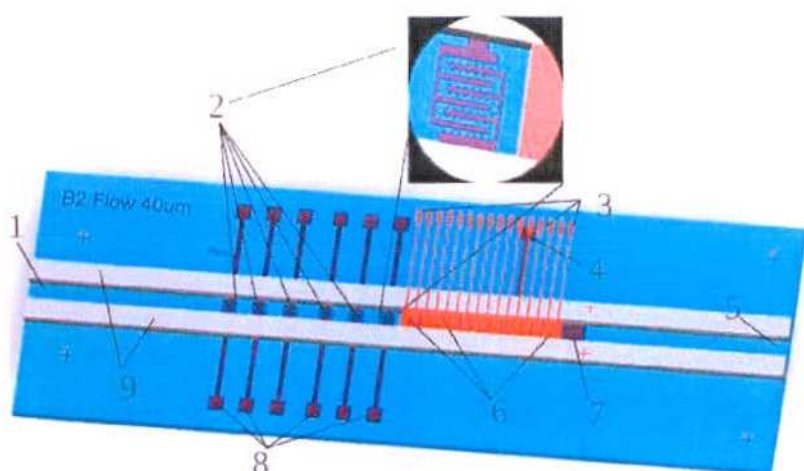


Figura 4.21: En esta imagen se ve el dispositivo de generación y detección de iones diseñado y simulado con el software CoventorWare, el mismo está formado por dos placas de vidrio del tipo porta objetos separadas por dos pilares también de vidrio que dan la altura h al canal de movimiento del fluido, este ingresa por (1) y está contenido por los dos sustratos y los pilares (9) el fluido se dirige a la zona de ionización donde se encuentra con las puntas de descarga (2) que junto a los pads (8) y (4) de conexión y al contraelectrodo (7) fueron fabricados en cobre sobre el sustrato inferior, luego de ser parcialmente ionizado el fluido se dirige a la zona de detección donde un campo electrostático desvía las partículas cargadas hacia los detectores seccionado (6) que junto a sus pads (3) se encuentran microfabricados sobre el sustrato superior. Luego el gas se dirige a la salida (5). También se puede ver un detalle de los ionizadores (2) formado por 60 puntas separadas $40\mu\text{m}$. El fluido se mueve desde la entrada (1) hasta la salida (5) por una diferencia de presiones entre las mismas.

arrastre. Las guías determinan la distancia de separación entre dos sustratos. En la Fig.4.21 se muestra sólo el sustrato inferior, a modo explicativo y para mejorar la comprensión de esta imagen se omitió el sustrato superior pero se dejó el electrodo seccionado y los pads de conexión. Después de ingresar, la mezcla gas de arrastre y muestra, recorre el dispositivo hacia la zona de ionización comprendida por seis fuentes montadas sobre la superficie del sustrato inferior.

4.2.1. Flujo cruzado focalizado

Se propuso resolver el problema planteado, obtener un dispositivo de detección de iones que utilice las ventajas que proporciona la microescala, mediante espectrometría por movilidad de iones con un sistema de flujo cruzado, utilizando un fluido para mover las partículas cargadas. En la Introducción mencionamos las ventajas de este modelo debido a su menor cantidad de componentes. Se analizó el movimiento del fluido a lo largo del canal considerando que las ecuaciones de velocidad de deriva, movilidad iónica y tiempo de deriva sólo son válidas en un régimen no turbulento. Para ello, se optó por un diseño de sección rectangular constante, sin cambios de dirección, ni contracciones o expansiones del flujo, las paredes fueron supuestas perfectamente pulidas. Con este fin, se verificó en primer lugar el flujo laminar mediante el número de Reynolds

$$R_D = \frac{h v_f}{\nu} = \frac{Q}{w \nu} \quad (4.3)$$

donde v_f es la velocidad media del fluido, w ancho del canal, ν la viscosidad cinemática del fluido y Q su caudal. Con motivo del diseño en la escala submilimétrica se tiene una significativa reducción de tamaño sobre h y w , por lo tanto, se busca que Q sea suficientemente bajo para que $R_D < 2000$. Sin embargo, Q no puede ser demasiado bajo, si así lo fuera el volumen de iones en el tiempo analizado por el dispositivo sería muy reducido. Se debe mantener una magnitud menor para que el tiempo de vida de los iones generados sea mayor al tiempo que tardan los mismos en llegar a la zona de detección. Esto nos permitió establecer un rango de velocidades y dimensiones que se pueden optimizar de forma tal que se obtengan un funcionamiento eficiente del dispositivo con las mínimas dimensiones posibles del mismo[93].

4. MODELADO EXPERIMENTAL

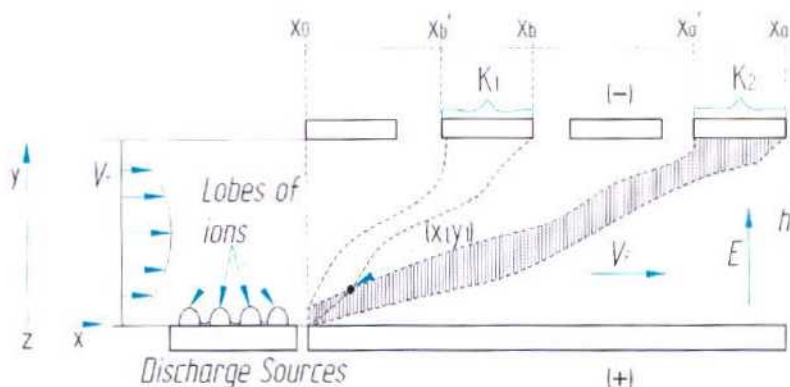


Figura 4.22: Corte longitudinal del canal con producción localizada de iones y la trayectoria que siguen estas partículas dentro de la zona de detección. Debido a la focalización se generan corrientes de iones con secciones pequeñas. Bajo condiciones de laminaridad el campo de deriva E impulsa a los iones dando lugar a la formación de corrientes que llegan a los detectores. Los de mayor movilidad K_1 entre posiciones (X_b, h) y (X'_b, h) mas cercanas al ingreso que los de movilidad menor K_2 en posiciones más alejadas (X_a, h) y (X'_a, h) .

Las posiciones y dimensiones de los detectores de un sistema de aspiración focalizado se calcularon estimando la trayectoria de las partículas cargadas. Las hipótesis sobre una generación localizada de iones, y laminaridad de flujo, se traduce en que los iones generados ingresan a la zona de detección con alturas $y \approx 0$. Para un flujo de arrastre uniforme se tiene en la zona de detección la composición de dos movimientos; la velocidad del flujo v_f uniforme y la velocidad de deriva $v_d = KE$. Por lo tanto, considerando que un ion partiendo de la posición $(0,0)$ tarda en llegar al detector en la posición (X, h) el mismo tiempo para cada dirección de movimiento, obtenemos

$$X = \frac{v_f h^2}{K V} \quad (4.4)$$

donde se ha aproximado el campo de deriva por V/h suponiendo que los efectos de borde son despreciables y que el potencial eléctrico V aplicado sobre los detectores genera un campo uniforme en la zona de detección.

Consideraciones sobre un perfil mas realista que el uniforme serán tratados a continuación. No obstante, e independientemente de los detalles de la trayectoria, para un flujo laminar, el funcionamiento de la focalización para separar dos especies con movilidades diferentes se puede explicar con el siguiente ejemplo. De las las trayectorias para las posiciones iniciales $(0,0)$ y $(0, h_0)$ de iones con movilidad K_1 e iones con movilidad K_2 se determinan las posiciones (X_b, h) y (X'_b, h) para la movilidad K_1 y (X_a, h) y (X'_a, h) para la movilidad K_2 . En la Fig.4.22 se observa un esquema de la generación de dos corrientes de iones correspondientes a cada movilidad. El detector que comienza en la posición (X'_b, h) con longitud $X_b - X'_b$ colecta los iones con movilidad K_1 mayor a los iones de movilidad K_2 que son detectados a partir de la posición (X'_a, h) y en la longitud $X_a - X'_a$. Claramente, las corrientes de iones no presentarán solapamiento sobre los detectores y se verificará la separabilidad requerida siempre que la trayectoria de los iones de la parte inferior de la corriente con mayor movilidad y la trayectoria de los iones de la parte superior de la corriente con menor movilidad se crucen a una altura inferior a la del canal (h). Definiendo el punto de encuentro (X_1, Y_1) de esas trayectorias en el plano xy de la Fig.4.22 y suponiendo perfil uniforme de velocidades en forma equivalente a la deducción de Ec.(4.4), encontramos ahora

$$X_1 = \frac{v_f h}{K_1 V} Y_1 = \frac{v_f h}{K_2 V} (Y_1 - h_0). \quad (4.5)$$

Siendo el potencial V y la velocidad del flujo v_f la misma para las dos moléculas, la separabilidad queda garantizada siempre que $Y_1 \leq h$. Por lo tanto, en el caso límite $Y_1 = h$ encontramos una cota para el tamaño máximo de focalización

$$h_0 = h \left(1 - \frac{K_2}{K_1}\right). \quad (4.6)$$

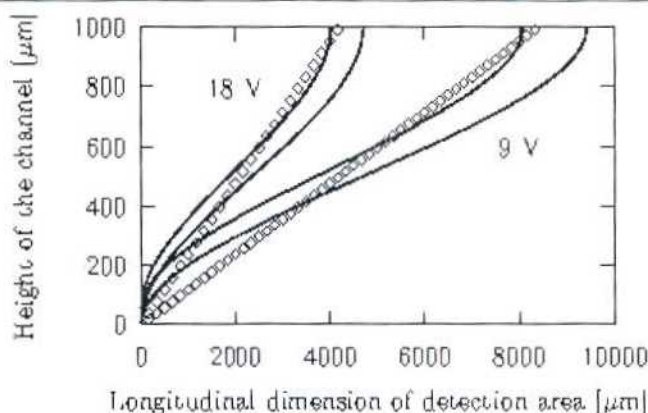


Figura 4.23: Simulación numérica de las trayectorias para iones en la zona de detección cuando se aplican diferencias de potenciales de 9 y 18 V entre cátodo y ánodo. En línea de trazo continuo para el perfil parabólico Ecs. (4.7) y (2.14) para dos posiciones iniciales (0,0μm) y (0,50μm). En línea de puntos para un perfil uniforme con posición inicial (0,0μm).

necesario para separar dos moléculas ionizadas en función de sus movilidades y la altura del canal. La hipótesis principal de este modelo es proponer que la focalización puede lograrse mediante un diseño de la geometría del ionizador. La Ec.(4.6) nos proporciona una cota para el escalamiento de esa focalización con el tamaño del dispositivo de detección que permite la identificación de especies. Este requerimiento de escalabilidad nos ha conducido hacia la tecnología de microsistemas y la originalidad de esta propuesta reside en la solución encontrada.

Aproximación parabólica de la velocidad

El flujo es generado por la diferencia de presiones entre la entrada y la salida del dispositivo P_1 y P_2 , respectivamente. El frente de la velocidad en el canal se ve modificada por el rozamiento del fluido con las paredes y por el deslizamiento entre las distintas capas del fluido. Suponiendo que el mismo es irrotacional, incompresible y cumple las condiciones de contorno estáticas sobre las paredes del dispositivo, obtenemos por equilibrio de fuerzas y para analizar la dependencia en una dirección,

$$v_f(y) = \frac{P_1 - P_2}{4\eta L} y(h - y), \quad (4.7)$$

donde L es la longitud del canal e y es la variación de la altura en el canal que va desde 0 hasta h , tal como se definió en la sección 1.1.2.

Para investigar el rol del perfil de velocidades a nivel submilimétrico se consideró la simulación numérica de la trayectoria de iones *ideales* con movilidad igual a la del Nitrógeno cuando son impulsados por una $v_f(y)$ Ec.(4.7) para $P_1 - P_2 = 5,35 \cdot 10^{-5} \text{ dyn}/\mu\text{m}^2$, $L = 7,5 \cdot 10^4 \mu\text{m}$ y $\eta = 1,822 \cdot 10^{-12} \text{ dyn s}/\mu\text{m}^2$ y Ec.(2.14) para $K = 2,2 \cdot 10^8 \mu\text{m}^2/\text{Vs}$ cuando se aplica una diferencia de potencial de 9 y 18 V entre los electrodos planos de detección (ánodo y cátodo) separados $h = 10^3 \mu\text{m}$. En la Fig.4.23 se muestran las trayectorias para dos posiciones iniciales (0,0μ m) y (0,50μm) que representarían los casos límites debidos a la focalización, esquematizados en la Fig.4.22 y calculados ahora para el perfil parabólico, definiendo una corriente laminar de pequeña sección. Para el perfil uniforme, se muestra la trayectoria para la posición inicial (0,0). No se muestra en la Fig.4.23 la trayectoria para la posición inicial (0,50μm) dado que, por tratarse de un perfil uniforme corresponde a una línea de puntos separada 50μm de la primera definiendo una corriente laminar recta. El método de flujo cruzado estandar corresponde a la escala milimétrica [94] donde el cambio del perfil de velocidades por efecto de la viscosidad para el caudal propuesto es despreciable. Sin embargo, para la escala submilimétrica en el diseño de las posiciones y tamaños de los detectores se puede cometer un error tan grande como el alto del canal cuando no se toma en consideración la dependencia de la velocidad con la altura del mismo. Se hace notar que al duplicar el potencial aplicado los iones son detectados a la mitad de la longitud correspondiente del caso con menor

potencial. Esto se debe a la proporcionalidad inversa Ec.(4.4) entre posición de detección en la dirección horizontal y potencial aplicado al detector.

4.2.2. Descripción del microdispositivo construido

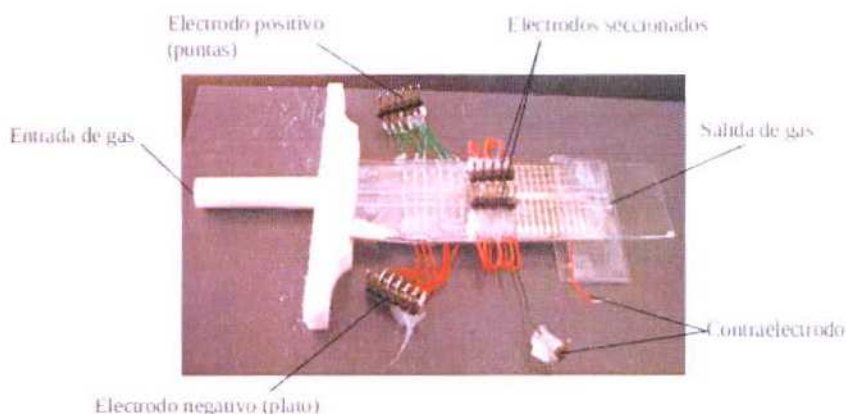


Figura 4.24: Aquí se ve una imagen del dispositivo fabricado, el mismo cuenta con parte del encapsulado plástico desarrollado para adaptar la entrada de gas de muestra hasta el canal del detector. También se presenta el conexionado eléctrico que permite la utilización de los ionizadores individualmente al igual que facilita la medición de carga sobre los detectores, al estar seccionado el electrodo superior posibilita la medición de carga en cada detector a una posición en x variable.

En la sección 4.2.2 se realiza una descripción detallada del microdispositivo fabricado y de los subsistemas utilizado en los ensayos.

En el diseño de un sistema de ionización por descargas eléctricas de iones se debió determinar la tensión de ruptura o comienzo de la descarga corona para la geometría propuesta [95], también se debió hallar la magnitud de la corriente Corona y fue posible determinar la evolución de la corriente en el tiempo, se debió trabajar sobre la optimización del ancho y frecuencia del pulso, se determinó las características de la vena fluidica en la cámara de ionización, se determinó el volumen de aire que admite la cámara de ionización en el tiempo y la cantidad de los mismos [96].

El dispositivo de esta tesis fue construido en cobre sobre un sustrato de vidrio, el vidrio usado de sustrato fue el comunmente utilizado en portamuestras de microscopios ópticos, que mide 75mm de largo por 25mm de ancho, sobre el se transfirieron las geometrías diseñadas por el método lift-off partiendo de un proceso de deposición anódica de cobre de $4\mu\text{m}$ de espesor. Sobre un sustrato de vidrio se depositó una fotoresina positiva que se protege con una máscara de plástico transparente conteniendo la imagen de la estructura que se desea construir. Mediante la acción de luz UV se modifica la resina en los lugares desprotegidos, para que al retirar la máscara, fuera posible mediante un reactivo remover la resina que no ha sido modificada por la radiación UV. Mediante un proceso de deposición anódica [97], se aplica una capa metálica de cobre sobre todo el sustrato. Finalmente, se remueve la capa de resina que se puso en el primer paso mediante acetona y resulta definida sobre el sustrato la geometría de la máscara en metal. Se utilizó este proceso de fabricación por ser robusto y al mismo tiempo flexible.

Este microdispositivo cuenta con dos zonas principales. La zona de ionización, donde se generan iones empleando un tipo especial de descarga eléctrica que será detallado en la sección 4.2.3 siguiente, se conecta a la fuente de tensión a traves de los electrodos positivos, puntas y negativos, platos. Mediante un gas de arrastre, las partículas cargadas de la muestra a identificar son transportadas a la zona de detección. En esta zona, se encuentran una serie de detectores inmersos en un campo electrostático que deflecta y separa los iones según su movilidad.

Cada fuente esta constituida por 7 electrodos metálicos planos enfrentados con una separación de $40\mu\text{m}$. El ánodo tiene 6 puntas triangulares separadas $300\mu\text{m}$ entre si y un cátodo plano. Esta configuración se denomina punta y plato. La distancia entre fuentes es $1500\mu\text{m}$ y la última dista $540\mu\text{m}$ de la

4. MODELADO EXPERIMENTAL

zona de detección. Las mismas pueden conectarse individualmente a través de los electrodos de conexión, indicado en la Fig. 4.24 electrodo seccionado. La Fig. 4.25 muestra el detalle de una porción del ionizador, la imagen fue tomada con un microscopio de interferometría óptica, Marca Veeco modelo Wyko NT1100 (surface profiler), a la izquierda se puede ver la reconstrucción en tres dimensiones de la imagen, se ve un electrodo central multipuntas y arriba y abajo dos electrodos planos, aquí se forman los lóbulos de generación de iones.

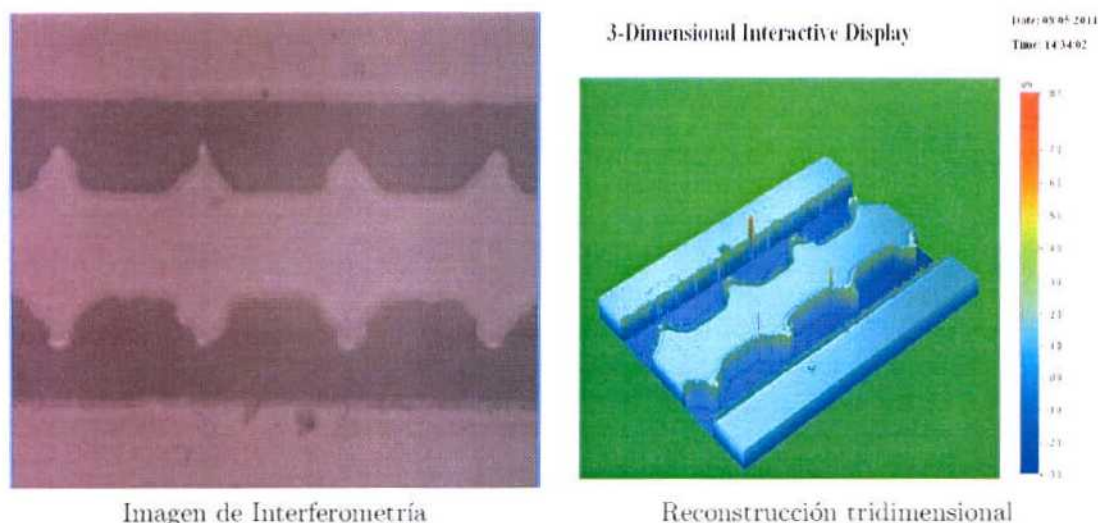
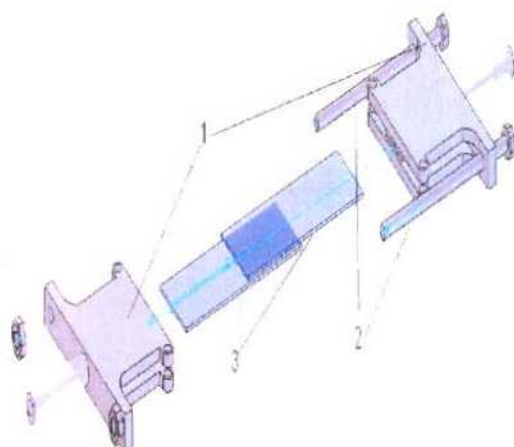


Figura 4.25: Vista en planta de una porción del sistema de ionización, este cuenta con 60 puntas separadas $300\mu\text{m}$ entre sí y $40\mu\text{m}$ entre punta, fueron fabricadas por deposición anódica de cobre en el panel de la izquierda se ve la reconstrucción tridimensional de parte del ionizador, el electrodo central tiene talladas las puntas y los electrodos superior e inferior son los platos conectados a tierra.

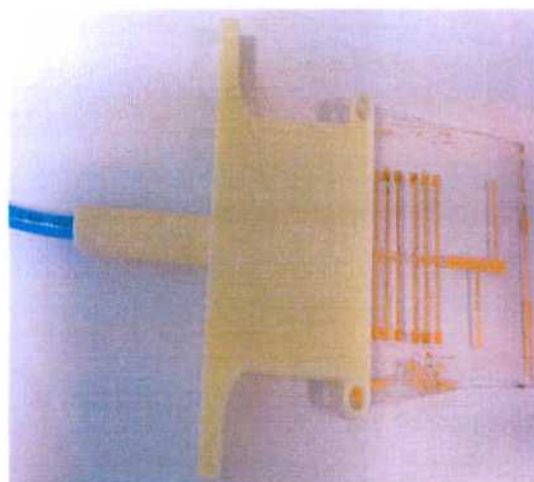
La zona de detección tiene montado sobre el sustrato inferior un electrodo plano con conexión única. Sobre el sustrato superior se montan electrodos planos seccionados que se conectan individualmente, cada uno de ellos tiene una longitud de $900\mu\text{m}$ y están separados $100\mu\text{m}$ entre sí, indicado en la Fig. 4.24 con los nombres de contraelectrodo y electrodos seccionados respectivamente. El largo total del canal es de $7,5 \cdot 10^4\mu\text{m}$ pero la zona activa máxima es menor al 50% ese valor. El ancho del canal es $2 \cdot 10^3\mu\text{m}$ y la altura es de $10^3\mu\text{m}$. Con estas dimensiones y un caudal de aire de trabajo alrededor de $0,33 \cdot 10^{14}\mu\text{m}^3/\text{s}$ estimamos un flujo en régimen laminar debido a $R_D \approx 1000$.

El dispositivo fue ensamblado uniendo el sustrato inferior, que lleva tallado los generadores de iones y el contraelectrodo y el sustrato superior, que lleva un electrodo seccionado, los dos sustratos se encuentran separados por dos pilares de vidrio de $10^3\mu\text{m}$ de espesor, $7,5 \cdot 10^4\mu\text{m}$ de largo y $2 \cdot 10^3\mu\text{m}$ de ancho. En el extremo mas próximo a los ionizadores se colocó una pieza de plástico con el fin de mejorar el desplazamiento del fluido dentro del canal. En la Fig. 4.26 se muestra el encapsulado diseñado en CAD y la pieza construida por el proceso de prototipado rápido en ABS. El encapsulado mostrado en la imagen de la izquierda presenta dos piezas en plástico que incluyen en su interior los dos sustratos que forman el dispositivo, las piezas plásticas poseen des lenguas que separan los sustratos entre si y garantizan la estanqueidad del sistema ya que las conexiones se extienden mas allá del ancho de las lenguas quedando así los pads de conexión fuera del canal de movimiento de gas. También se incluyeron en el diseño elementos de sujeción longitudinal al dispositivo (2) y perpendiculares a los mismos que colaboran con mantener la estanqueidad del modelo. A la derecha podemos ver la pieza principal del encapsulado, esta lleva tallado en el extremo del cilindro un cono interior de bajo ángulo que permite sujetar la manguera de ingresos de muestra una vez introducida, mas adelante siguiendo la dirección de circulación del fluido se diseño un volumen de unión que va desde el diámetro interior de la manguera, sección circular de $4 \cdot 10^3\mu\text{m}$, hasta las dimensiones del canal de $1 \cdot 10^3\mu\text{m}$ de alto por $2 \cdot 10^3\mu\text{m}$ de ancho, sección rectangular. Este volumen de unión fue cuidadosamente diseñado y calculado a tal efecto.

En la Fig. 4.27 se puede ver las líneas de flujo y la velocidad del fluido al pasar por la pieza de plástico



Diseño del encapsulado.



Piezas construidas en ABS.

Figura 4.26: En el panel de la izquierda se muestra el encapsulado propuesto para montar el dispositivo de detección. Las piezas identificadas con el número (1) están diseñadas en forma simétrica, y en su interior permite el paso gradual del fluido, también se incluyeron los sustratos (3) y los elementos de sujeción (2). A la derecha vemos la pieza construida en el polímero ABS por el método de prototipado rápido, también se puede ver el sustrato inferior en vidrio y la manguera que lleva el gas de muestra al interior del dispositivo.

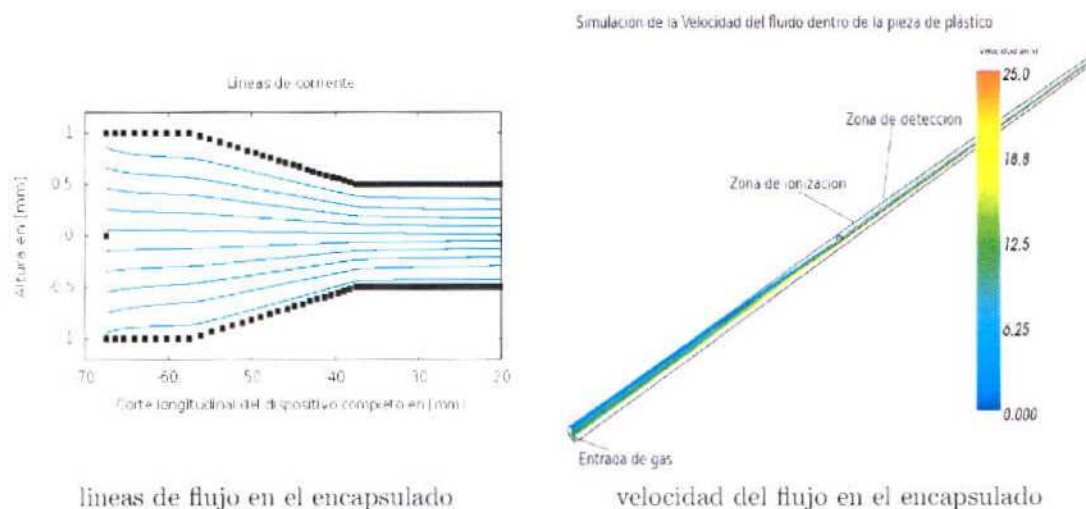


Figura 4.27: En el panel de la izquierdo podemos observar esquematizadas las líneas de flujo del paso del fluido a través de las piezas de plástico, antes de la zona de ionización, las mismas fueron diseñadas para minimizar las pérdidas producidas por el paso del flujo para un caudal de $2l/min$, el objetivo fue evitar zonas turbulentas que reducen el volumen útil. A la derecha podemos observar una imagen de la simulación de la velocidad del fluido al circular por el dispositivo, solo se observa fluido con velocidad tendiendo a cero en las cercanías de las paredes. El fluido se mueve desde en el dispositivo, primeramente ingresa en la pieza polimérica de la Fig. 4.26 y luego se mueve dentro del detector fabricado en cobre sobre vidrio.

mostrada en la Fig. 4.26 el encapsulado fue ensayado para una caudal de $2l/min$. El fluido ingresa por el extremo izquierdo del encapsulado desde la manguera que traslada la muestra a analizar hasta el interior del modelo de ionización/detección. El plano dimensional del encapsulado polimérico puede verse en el apéndice 8.15. La maqueta virtual ensayada es un corte longitudinal de todo el sistema, que incluye el

4. MODELADO EXPERIMENTAL

encapsulado de ingreso y salida y el canal de movimiento del fluido. El encapsulado tiene en el extremo un cono tallado de bajo ángulo que toma la manguera de ingreso de muestra a continuación le sigue un cilindro de $2 \cdot 10^3 \mu\text{m}$ de diámetro y $20 \cdot 10^3 \mu\text{m}$ de largo, aquí comienza la maqueta virtual, después se diseñó un volumen de unión que va desde una sección circular hasta una sección rectangular de $1 \cdot 10^3 \mu\text{m}$ de alto por $2 \cdot 10^3 \mu\text{m}$ de ancho, que son las dimensiones del canal del modelo. Las piezas de plásticas de ingreso y salida fueron diseñadas en forma simétrica para facilitar su fabricación. Las líneas de flujo del fluido copian la forma del interior del encapsulado, no presentan turbulencias ni reflujo y el volumen de unión de las secciones de la manguera y el canal formado por los sustratos y los pilares de vidrio responde correctamente para el caudal propuesto.

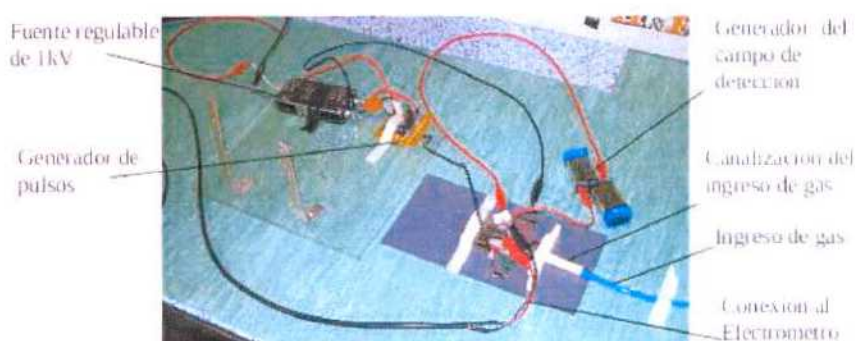


Figura 4.28: En esta fotografía se puede ver la disposición del modelo ensayado, a la izquierda la fuente de tensión que esta formada por fuente variable de 0 a 25 V DC y un convertidor DC/DC hasta 1kV, luego se observa el generador de pulsos regulable en amplitud y separación de pulsos, a la derecha el generados/detector de iones fabricado en cobre sobre un sustrato de vidrio, el gas ingresa al mismo a través de un regulador de caudal mecánico, luego ingresa a dispositivo al pasar por la canalización de ingreso de muestra que fue fabricada en plástico ABS. También se aprecian dos baterías de 9V cada una que generan el campo de detección de iones sobre los capacitores.

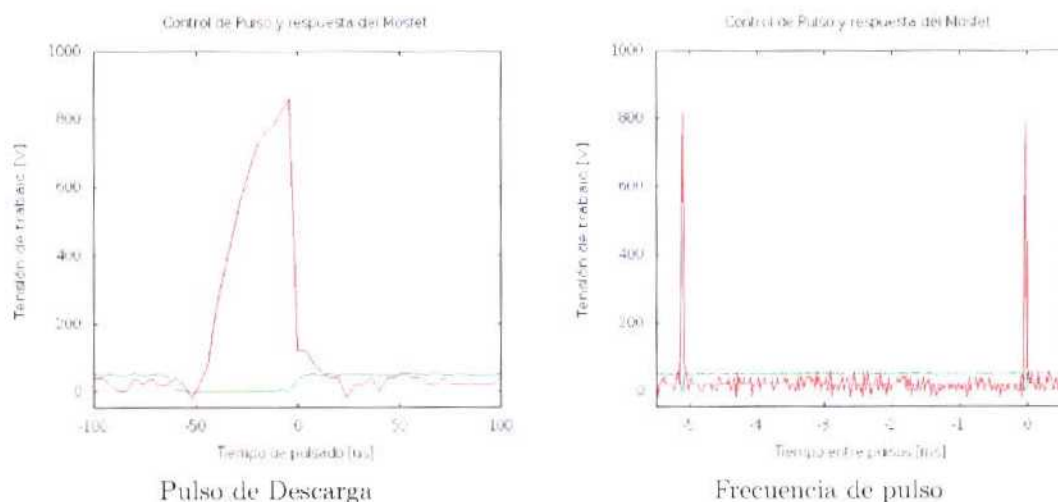


Figura 4.29: En el panel de la izquierda se ve la señal del controlador y la respuesta de la llave tipo Mosfet, la curva en verde es la señal del controlador y la curva de color roja es la respuesta de alta tensión que genera la descarga eléctrica. A la derecha se muestran dos disparos del controlador y la respuesta de dos disparos de la llave, MOSFET k 1317, la separación entre dos pulsos es de 5ms

Otro de los subsistemas diseñados y fabricados fue el generador de pulsos, que se ocupa de controlar y limitar la descarga eléctrica, este sistema fue modificado desde el original que contaba con un oscilador controlado por un circuito integrado NE555 (Fig. 4.16) por un Controlador de interfaz periférico (PIC) que permite mayor versatilidad y fiabilidad del control, en la Fig. ?? se puede observar a la izquierda el

pulso generado por el microcontrolador, en color verde y la respuesta que entrega el Mosfet en color rojo, encargado de abrir y cerrar la llave de alta tensión del subsistema, el tiempo de apertura es de $50\mu s$. A la derecha se ve la distancia entre pulsos de $5ms$. Puede observarse una respuesta precisa de la llave al mando del microcontrolador.

En la Fig. 4.28 se puede ver la disposición del modelo ensayado, a la izquierda la fuente de tensión que esta formada por fuente variable de 0 a 25 V DC y un convertidor DC/DC (que se aprecia en la imagen) hasta 1kV, también podemos ver el generador de pulsos regulable en amplitud y separación, también se puede ver el dispositivo ensayado en centro de la imagen, al mismo ingresa el gas de muestra desde el regulador de caudal a través del encapsulado plástico. El campo de deflexión/detección se genera por baterías de 9V. La medición de carga es suministrada por un electrómetro digital conectado al electrodo seccionado y contraelectrodo.

4.2.3. Generación de iones

Se abordó el problema de generación de iones mediante la producción localizada de una descarga eléctrica autolimitada, o descarga corona, con la que se produjo la ionización necesaria en las muestras que se desea identificar. Las descargas eléctricas por rompimiento de dieléctrico pueden alcanzarse mediante la acumulación de energía electrostática entre dos electrodos sometidos a una diferencia de potencial. Por tanto es posible plantear las ecuaciones que describen el campo eléctrico antes de la descarga eléctrica resolviendo la ec. de Laplace en un volumen determinado por una superficie cerrada [98]. Se consideró la configuración propuesta de dos conductores cilíndricos concéntricos para analizar los fundamentos de la descarga corona. El cilindro exterior es hueco con radio menor S y el interior tiene radio r . El cilindro

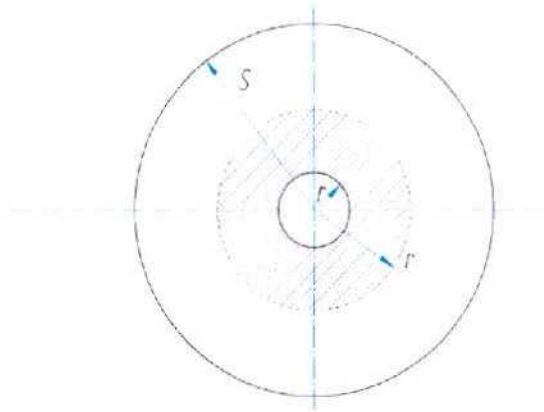


Figura 4.30: Configuración para analizar la descarga corona. Dos cilindros concéntricos de radio r el interno y radio S el externo, entre los dos cilindros se encuentra el dieléctrico que se desea ionizar, la zona rallado de radio r_0 marca el límite de la zona de ionización.

interior se mantiene a un potencial V y el cilindro exterior a potencial cero. Claramente, esta configuración es diferente a la de punta y plato, y distinta también a la de dos conductores paralelos separados una distancia $2S$. Sin embargo, es posible verificar que las soluciones a la Ec. de Laplace son similares en todos esos casos, siendo el potencial eléctrico

$$\phi(x) = V \frac{\ln(S/x)}{\ln(S/r)}, \quad (4.8)$$

donde x representa la distancia radial desde el centro del cilindro interior hasta un punto arbitrario dentro del espacio entre los dos conductores cilíndricos. Por lo tanto,

$$E(x) = V \frac{1/x}{\ln(S/r)}, \quad (4.9)$$

es el modulo del campo eléctrico radial orientado desde el conductor interior (ánodo) hacia el exterior (cátodo). En sistemas de tamaños de decenas de mm o mayores la ley de Peek establece empíricamente

4. MODELADO EXPERIMENTAL

el potencial eléctrico en el ánodo necesario para observar descarga corona: A una distancia proporcional a la raíz cuadrada del radio del ánodo, el campo eléctrico producido por el mismo debe igualar al campo necesario G_0 para el rompimiento del dieléctrico en el que se encuentra embebido. Para el caso del aire $G_0=3 \text{ V}/\mu$, que desde la Ec. (4.9) y según la ley de Peek

$$E(r + 0,301\sqrt{r}) = G_0, \quad (4.10)$$

permite determinar el potencial crítico sobre al ánodo

$$V_c = G_0 r \ln(S/r) \left(1 + \frac{0,301\sqrt{cm}}{\sqrt{r}} \right) \quad (4.11)$$

necesario para iniciar la descarga corona. El factor $\sqrt{cm}$ que acompaña a 0.301 se debe a la elección de las unidades para medir distancias.

El panel derecho de la Fig.4.31 muestra el campo eléctrico predicho por el modelo analítico sobre

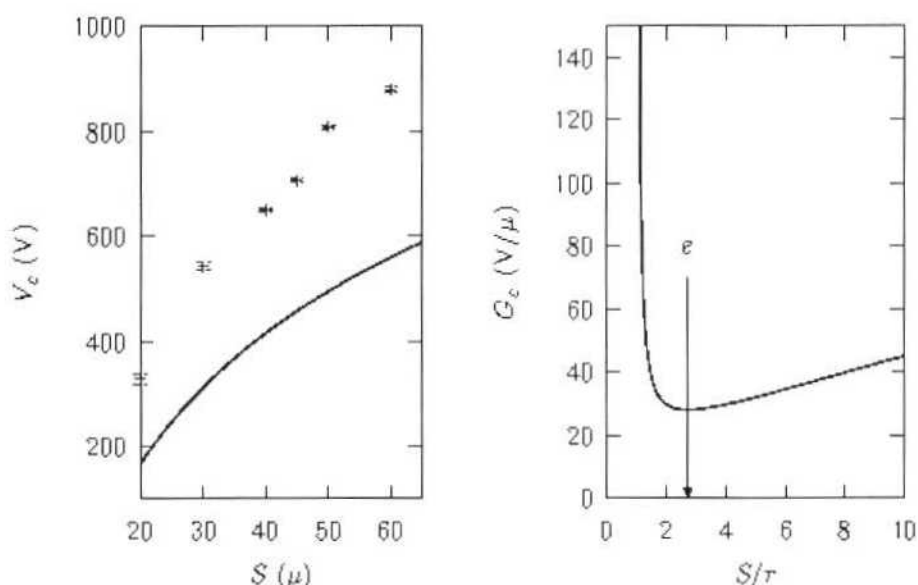


Figura 4.31: Panel izquierdo: Potencial crítico en función del S para un radio de curvatura de la punta $r = 12,5\mu\text{m}$. En línea continua el modelo analítico Ec.(4.11). Las cruces corresponde a la determinación experimental empleando gas Nitrógeno. Panel derecho: Intensidad del campo eléctrico sobre el ánodo en función de S/r cuando la tensión aplicada sobre el mismo es $V_c = 415\text{V}$.

la superficie del ánodo G_c en función de S/r para un potencial aplicado sobre ese electrodo $V_c = 415 \text{ V}$ correspondiente al valor predicho por la ley de Peek para $S/r = 3,2$ y $S = 40\mu\text{m}$. Como la magnitud del campo decae desde el ánodo con la distancia, es evidente que G_c debe ser mayor a G_0 . Se puede ver en el panel derecho de la Fig.4.31 que para el caso considerado el campo $G_c \approx 10G_0$. Pero, una pregunta inmediata es sobre cuales deben ser las dimensiones geométricas para que tal descarga sea autolimitada. El resultado analítico que muestra la Fig.4.31 nos demuestra que sólo es posible una descarga autolimitada si $S/r > \epsilon$. Caso contrario, como G_c tiene un mínimo en $S/r = \epsilon$, un aumento del radio efectivo del ánodo r_0 , asociado con una etapa muy inicial de la descarga, implicaría $S/r < \epsilon$ y un aumento muy grande del campo en la superficie, que favorecería el fenómeno iniciado y la descarga eléctrica proseguiría hacia la producción del rompimiento total del dieléctrico, convirtiéndose en un régimen de descarga tipo Arco. Cuando $S/r > \epsilon$, todo aumento efectivo de $r \rightarrow r_0$ conlleva una disminución del campo en la superficie y eventualmente a un campo menor al establecido por la ley de Peek produciéndose una autolimitación del fenómeno iniciado. El panel izquierdo de la Fig.4.31 muestra el potencial crítico para gas Nitrógeno variando la distancia de separación S para un radio de curvatura fijo $r = 12,5\mu\text{m}$. El modelo analítico obtenido de Ec.(4.11) predice la tendencia al aumento del potencial crítico con el aumento de S pero muestra una diferencia sistemática en subestimar el potencial crítico. Esto es razonable porque el modelo analítico requiere que $S \gg r$ para que la geometría de la punta y el entorno no sean factores de peso en

4. MODELADO EXPERIMENTAL

la solución electrostática del problema. Para flexibilizar esta aproximación e investigar si la ley de Peek es válida también en la microescala, se calculó numéricamente el campo eléctrico dentro del volumen de ionización (definido en la sección 4.2.2) resolviendo la Ecs. de Laplace [99] para la configuración mostrada en la Fig.4.32 e). Se observa en el panel izquierdo la magnitud del campo eléctrico sobre una

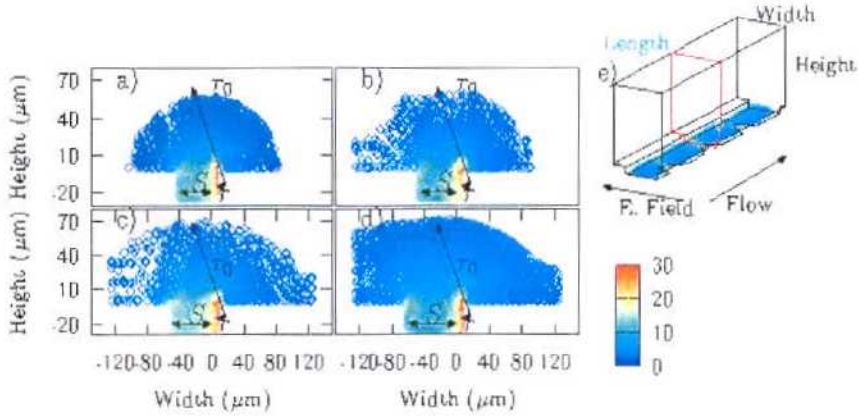


Figura 4.32: Magnitud del campo eléctrico en $V/\mu m$ para a) $S = 40\mu m$, $V_c = 650V$. b) $S = 45\mu m$, $V_c = 706V$. c) $S = 50\mu m$, $V_c = 807V$. d) $S = 60\mu m$, $V_c = 880V$ sobre la sección indicada por el contorno en rojo dentro del volumen del canal (e). En la parte inferior de ese volumen se puede ver la magnitud del campo en dirección longitudinal a una altura de $20\mu m$ desde el plano sobre la parte superior del ánodo y el cátodo. El radio de curvatura $r = 12,5\mu m$ de las tres puntas que forman el ánodo es el mismo para todos los casos en que varía S . La distancia r_0 representa el radio efectivo o distancia promedio en la que el campo eléctrico decae a $3V/\mu m$ desde el ánodo.

sección del canal que pasa por la punta del ánodo triangular central. La tensión aplicada corresponde a los valores críticos determinados experimentalmente para gas Nitrógeno $V_c = 650, 706, 807$ y $880V$ y $S = 40, 45, 50$ y $60\mu m$, respectivamente. El radio de curvatura $r = 12,5\mu m$ es el mismo para todos los casos. Encontramos que es posible establecer una distancia característica r_0 desde el origen del radio de curvatura que determina la punta del ánodo hasta la superficie que determina un volumen donde $E \geq 3 V/\mu m$. Si la ley de Peek se verifica para esta escala, esta distancia debería ser similar al radio efectivo $r_0 \approx r + 30,1\sqrt{r}$, midiendo el radio de curvatura en μm . Se puede verificar que esta predicción se cumple con un margen de error del 10 % en todos los casos. Además se evaluó la corriente que circula por el espacio entre electrodos que atraviesa el gas para la distancia $S = 40\mu m$. Esta medición es un indicador importante para evaluar la cantidad de iones que se están generando.

Capítulo 5

Discusión y Resultados

El resultado más relevante fue lograr el proyecto, construcción, y puesta a punto del sistema de generación localizada y detección de iones, objetivo principal de la tesis, la experiencia que se obtuvo con la construcción del dispositivo y la formación de personal es la consecuencia del desarrollo de la tesis.

5.1. Resultados

Modelos preliminares

Los modelos preliminares planteados en la sección 4.1, fueron los pasos previos que ayudaron a resolver los problemas que se presentaron a lo largo de la tesis, estos a su vez concluyeron en el modelo definitivo. El primer modelo sentó las bases de los procesos de fabricación utilizados en microsistemas, esto colaboró en simplificar el proceso de fabricación de los modelos siguientes. Además puso de manifiesto la necesidad de comenzar a delinear soluciones para conectar al microsistema con el medio ambiente, encapsulado del detector, generación y detección de partículas cargadas.

El dato experimental obtenido de los ensayos fue el valor de la tensión de comienzo de la descarga eléctrica, esto se apreciaba visualmente a través de la observación del ionizador con la ayuda de un microscopio óptico. Los ensayos se obtuvieron para los casos de las configuraciones plato-plato y punta-plato, se obtuvieron datos de corriente en el microsistema e imágenes donde se aprecia la descarga eléctrica entre los conductores. El dispositivo experimental planteado por W. F. Peek se aplicó inicialmente para realizar estas mediciones.

Modelo de generación y detección de iones por flujo cruzado

Tomando el modelo de la sección 4.2 se analizaron las cargas de los iones C circulantes por el espacio entre los electrodos para un arreglo de 60 puntas fabricadas en cobre, el microdispositivo fue conectado como lo muestra la Fig. 5.1. Se hace circular Nitrógeno por el canal del dispositivo cuyo caudal

se controla mediante un regulador tipo rotámetro a 2 l/min. La tensión de actuación fue regulada a 650,700,750,800,850,900 y 950 V. Las mediciones se realizaron con un osciloscopio Tektronix TDS5034B Phosphor Oscilloscope, este fue colocado en paralelo a la resistencia $R_1 = 10M\Omega$, esta resistencia limita la corriente circulante por el ionizador reduciendo su posible deterioro. Se observa que si bien el pulso de excitación del ionizador es de $50\mu s$ cuando la tensión es mayor a $750V$ la descarga se prolonga mas en el tiempo. El ionizador acumula cargas durante el pulso y las libera en períodos de tiempo que exceden los $50\mu s$, al sobrepasarse la tensión mínima de descarga visible, $650V$ para esta configuración, la carga que atraviesa el espacio entre los electrodos del ionizador y se detecta en el osciloscopio se transforma prácticamente en continua. El objetivo de estos ensayos fue evaluar el funcionamiento y comportamiento del sistema de generación de iones midiendo la carga generado para una variación de la tensión. Se observa

5. DISCUSIÓN Y RESULTADOS

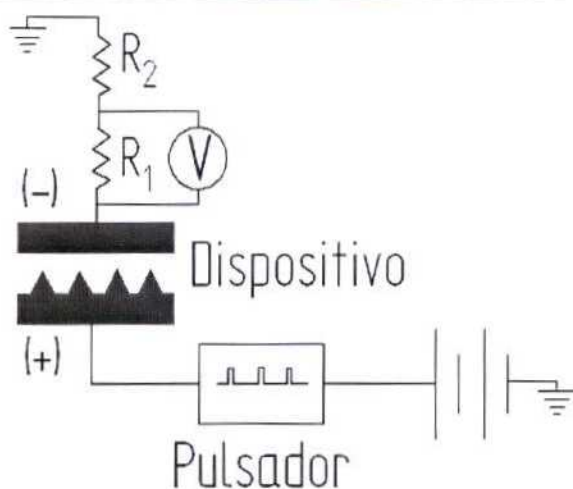


Figura 5.1: Esquema del sistema medición utilizado para medir la corriente que atraviesa el ionizador. Este es excitado por una fuente de tensión que luego es pulsada por el sistema de control electrónico. Cada pulso dura $50\mu s$ y a su vez cada uno de ellos está separado del próximo $5ms$. Luego del ionizador se colocan dos resistencias R_1 y R_2 , sobre la primera resistencia $R_1=10M\Omega$ se coloca, como lo muestra la figura, un osciloscopio Tektronix TDS5034B Phosphor Oscilloscope, con el que se adquiere la señal para las tensiones de 650,700,750,800,850,900 y 950 V. Se realizaron 20 mediciones para cada tensión registrándose una variación menor al 5%. El ionizador cuenta con 60 puntas de descarga con una distancia de $40\mu m$. La resistencia R_2 es de 100 K Ω .

visualmente que la descarga comienza en 650V y que al aumentar la tensión de fuente mejora el valor de carga y su estabilidad hasta el valor de 800V donde la respuesta del ionizador excede el tiempo del pulso. También se realizaron ensayos a tensión de actuación constante y se variaba el caudal de gas ingresado pero no se registraron cambios apreciables en la detección de carga. El rango de variación del caudal es más limitada ya que se debe mantener el flujo en régimen laminar, número de Reynolds menor a 2000. Luego se realizan las mediciones de carga que llega a la zona de detección conectando en serie un electrómetro Keithley 6514 LV 8 a los cátodos del arreglo de detección. Se hace circular primero Nitrógeno por el canal del dispositivo cuyo caudal se controla mediante un regulador tipo rotámetro. Luego se conecta un generador de pulsos a una fuente DC con una tensión de 650V, cada pulso tiene una duración de $50\mu s$ y el intervalo entre pulsos es de 5ms. Se conecta el electrómetro como lo indica el panel izquierdo en la figura 5.3 y se mide en un intervalo de 20s la carga acumulada. Este ensayo de medición de carga sobre los detectores se realizó colocando una resistencia limitadora de corriente $R_1 = 2M\Omega$ en serie con el ionizador, la tensión de funcionamiento del ionizador se estableció en 650V con pulsos de $50\mu s$ de duración separados 5ms, la carga circulante a través del gas en el ionizador es $C \approx 5\mu C$, la medición de carga se acumula durante 20s. Se toma el promedio sobre 10 mediciones en cada electrodos. La dispersión respecto al promedio resulta menor al 3%. En la Fig. 5.4 se muestra la carga C referida y normalizado con la carga C_0 en función del caudal suministrado al dispositivo y para los casos en que el potencial de detección se fija en 9 V y 18 V. El valor de referencia C_0 corresponde al mismo ensayo pero con flujo de aire en dirección contraria. Esta referencia es necesaria porque la sensibilidad del electrómetro es suficientemente alta como para capturar señales espurias durante el ensayo, por ejemplo, señales producidas por la generación de los iones. Los parámetros establecidos en estos experimentos corresponden al ejemplo teórico analizado en la sección 4.2.1. Por tal motivo es consistente que se obtenga la mayor cantidad posible de carga para el flujo 2l/min, y baje a un poco menos de la mitad cuando se aumenta el flujo a 5l/min. Notar que la diferencia del 45% de mayor señal para 18V es consistente también con nuestro modelo teórico puesto que al concentrarse la detección hacia la mitad de la longitud de la zona de detección se tiene mayores posibilidades de coleccionar iones que en su parte extrema, tal como se predice que sucede para 9V. A favor de una mayor señal para 18V se tiene también el tiempo de vida de los iones, ya que son coleccionados aproximadamente en la mitad de tiempo que para 9V. Para los casos en que el caudal es de 5l/min y 10 l/min se tiene una transición hacia el régimen turbulento. Por lo tanto, para estos caudales no se esperan diferencias significativas de señal para 9 o 18 V debido a la pérdida de laminaridad, misma que establecimos para hacer las predicciones de la sección 4.2.1. Se verificó que la generación lobular localizada

5. DISCUSIÓN Y RESULTADOS

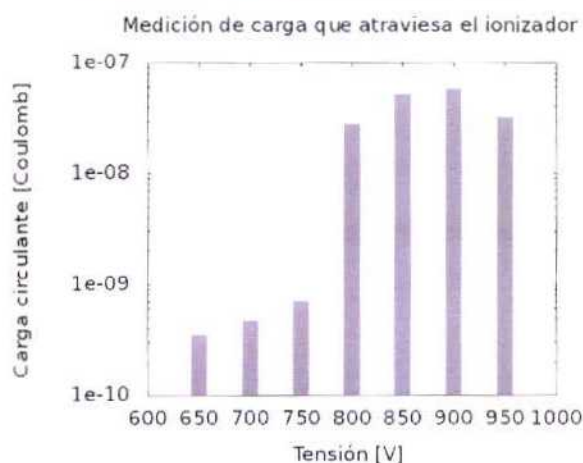


Figura 5.2: En este gráfico se muestra la carga que circula por el ionizador a través del gas. El ionizador esta formado por 60 puntas separadas $40\mu\text{m}$. El caudal de Nitrógeno es de 2l/min . El valor inicial de carga para 650V es aproximadamente 0.35nC .

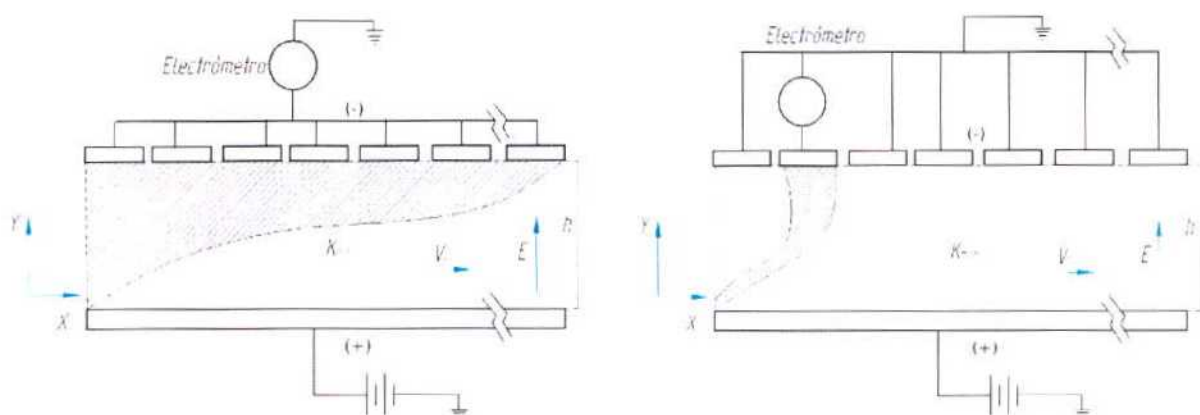


Figura 5.3: Imagen donde se muestra la disposición del sistema de medición con un electrómetro para determinar la carga en función del caudal en el panel izquierdo y la carga para cada detector en el panel derecho. Estas dos imágenes representan un corte longitudinal del dispositivo en su área de detección de partículas cargadas.

fue suficiente para permitir separación iónica mediante el electrómetro conectado como muestra el lado derecho de la Fig.5.3. En la Fig.5.5 mostramos la señal de carga C medida en cada detector por separado referida y normalizado con la carga C_0 en función del número de detector para un caudal de 2l/min . La señal C_0 se obtiene para cada determinación al igual que antes haciendo circular flujo de gas en sentido contrario. Se muestra el resultado para 4 tensiones de detección diferentes 9, 18, 28 y 46 V . Si se compara con el resultado mostrado en la Fig.4.23 sobre la simulación numérica para 9 y 18 V y se tiene en cuenta las dimensiones de los detectores del microdispositivo sección 4.2.2, se observó que los máximos de señal se obtienen en las posiciones de los detectores que se encuentran a las distancias predichas. Según la Ec.(4.4) se tiene una relación inversa entre las posiciones de detección y los potenciales aplicados. Por este motivo se observó que al duplicar el potencial aplicado de 9V a 18V , se reduce a la mitad la posición del detector que concentra la señal respectiva, verificándose experimentalmente la predicción del modelo. Por el mismo motivo cuando se triplica ($\approx 28\text{V}$) se obtiene la señal en el detector que está a la tercera parte de la distancia correspondiente y cuando se quintuplica ($\approx 46\text{V}$) la señal se colecta muy cerca de la quinta parte. Esta predicción es estrictamente cierta para el caso ideal de perfil uniforme, para el caso más realista de perfil parabólico encontramos que se tiene una corrección leve con predicciones de distancia de colección mayores a las establecidas por la Ec.(4.4). Se interpretó que la verificación experimental del modelo propuesto se debe a una satisfactoria focalización en la generación de iones durante estos

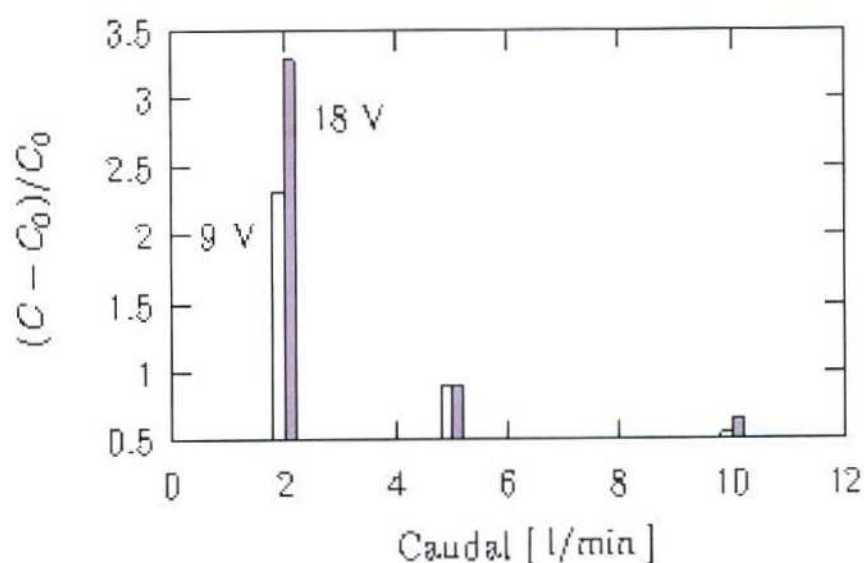


Figura 5.4: Señal de carga C referida y normalizada a la carga C_0 en función del caudal para 2, 5, 10 l/min. Las barras en gris claro (oscuro) corresponden a 9V (18V).

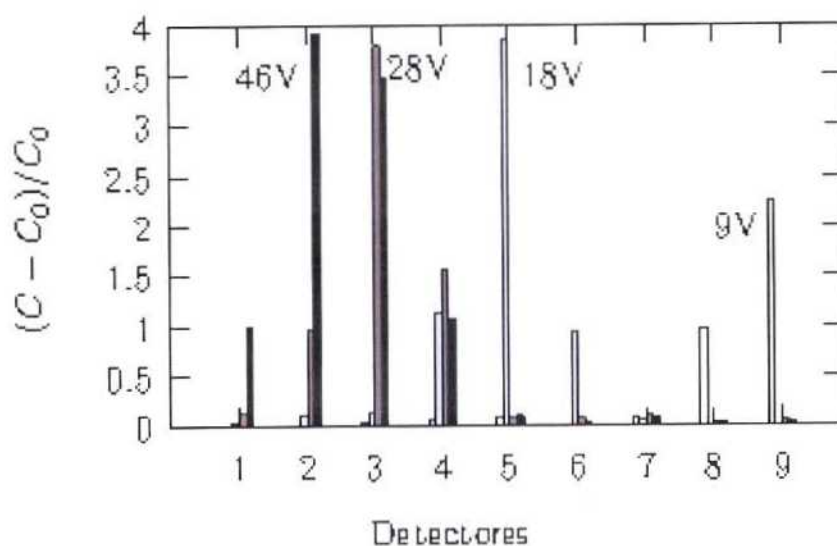


Figura 5.5: Señal de carga C referida y normalizada a la carga C_0 para caudal de 2 l/min en función del número de detector. Las barras en blanco para 9V, gris claro 18V, gris oscuro 28 V y negro para 46V.

5. DISCUSIÓN Y RESULTADOS

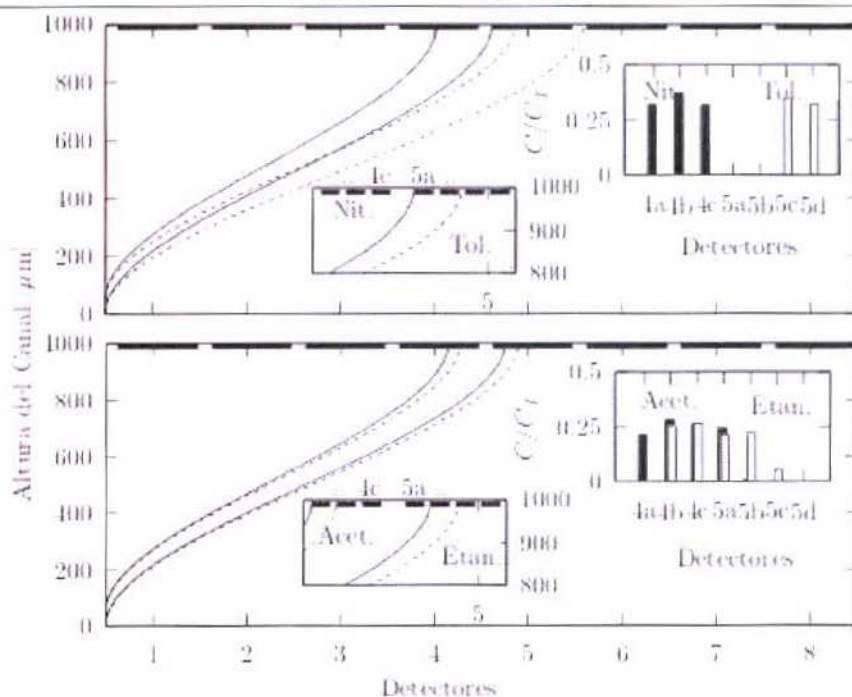


Figura 5.6: Trayectoria ideal de los iones cuando se aplica una tensión de 18V y caudal de arrastre 2 l/min para alcanzar los detectores. Las dimensiones y demás parámetros son iguales al dispositivo experimental. Incluido dentro de las imágenes se pueden ver gráficos de la carga normalizada sobre los detectores y una ampliación del impacto de los iones sobre los detectores. En el panel superior se muestra la trayectoria de Nitrógeno y Tolueno, en el panel inferior se muestra la trayectoria de iones de Acetona y Etanol.

ensayos. Según lo analizado en la sección 4.2.3 con la configuración experimental propuesta es posible determinar un volumen de ionización con un diámetro no mayor al 10% de la altura h del canal. Pero claramente, si se requiere mayor focalización se deberá trabajar como lo realizado en la sección 4.2.3 pero haciendo mas pequeño el radio de curvatura de los ionizadores. Respecto a la separación por movilidades podemos argumentar que los ensayos realizados para distintos potenciales y un mismo compuesto, pueden al menos idealmente, mapearse al problema de 4 compuestos y un mismo potencial. Esto es así porque siendo la altura del canal constante hemos aproximado E por V/h en la Ec.(2.14) resultando la velocidad de deriva dependiente solo del producto de las movilidades y potenciales eléctricos aplicados. Por lo tanto, si se quisiera mapear los resultados de la Fig.5.5 a la separación por movilidades, significaría considerar cambios en los que éstas se duplican, triplican o quintuplican. Sin embargo, los cambios esperables entre movilidades son mucho menores. Por ejemplo, entre Tolueno ($K = 1.87 \cdot 10^8 \mu\text{m}^2/\text{Vs}$) y Nitrógeno, la movilidad cambia en un 24 % aproximadamente. En general las movilidades de los compuestos que se desean separar están en un rango cuyas diferencias son menores aún. En la Fig.5.6 se muestra la simulación numérica de la trayectoria cuando se aplica una tensión de 18V a los detectores y se hace circular un flujo de arrastre de 2 l/min. En la parte superior de la Fig.5.6 se puede observar que el diseño propuesto permite separar sin solapamiento considerable las señales correspondientes a Nitrógeno y Tolueno. En el gráfico de carga normalizada C/C_T insertado en esta figura se observa la separación correspondientes a los detectores seccionados 5a y 5b. También se puede ver una ampliación de la zona de impacto de las partículas cargadas insertadas en la misma figura. Los detectores que 4 y 5, donde impactan los iones fueron seccionados para establecer donde cae la mayor concentración de los mismo, para mostrar en forma mas clara la separación de las especies. Según lo analizado en la sección 4.2.1 y empleando Ec.(4.4), se puede estimar que para 18V, un aumento de movilidad del 24 % equivaldría a un desplazamiento medio de una corriente de iones desde la parte media del detector número 5 hacia la izquierda en $870 \mu\text{m}$. Siendo esta distancia ligeramente superior al diámetro que tiene la corriente de iones que llega a esa posición, las dos corrientes de iones respectivas antes y después del desplazamiento se cruzarían completamente, obteniéndose sobre los detectores dos señales no solapadas. Este resultado es consistente con la predicción de la sección 4.2.1 sobre el escalamiento entre el diámetro de la corriente de iones al ingreso de la zona de

5. DISCUSIÓN Y RESULTADOS

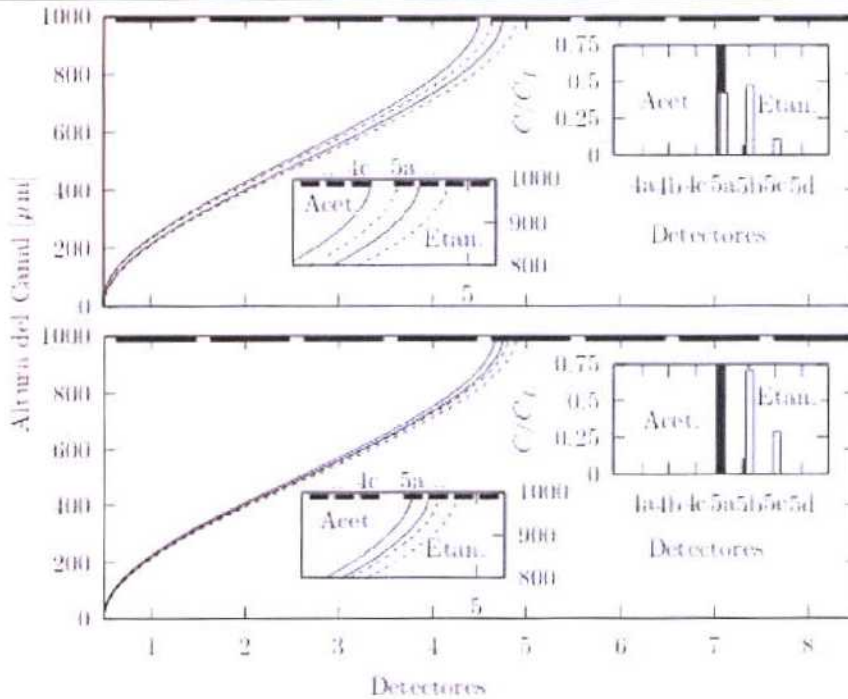


Figura 5.7: Trayectoria ideal de iones de Acetona y Etanol cuando se aplica una tensión de 180V. La longitud de cada detector es $100\ \mu\text{m}$. La focalización es de $20\ \mu\text{m}$ en la imagen superior y $7\ \mu\text{m}$ en la imagen inferior. Incluido dentro de las imágenes se pueden ver gráficos de la carga normalizada sobre los detectores y una ampliación del impacto de los iones sobre los detectores. El caudal de arrastre de $2\ \text{l/min}$ y los demás parámetros son iguales al dispositivo experimental.

detección y la altura del canal. Con el diseño presentado $h_0/h \approx 0,1$ y se verifica la Ec.(4.6) para Tolueno y Nitrógeno. Contrariamente, empleando la misma configuración y con diferencias entre movilidades de un dígito porcentual, como por ejemplo entre la Acetona y el Etanol, la condición de escalamiento Ec.(4.6) no se verifica y las señales de separación presentan un solapamiento considerable entre las corrientes de iones como muestra la parte inferior de la Fig.5.6, también se puede apreciar la ampliación de la zona de impacto de los iones y la subdivisión de los detectores insertos en este gráfico, donde se ve con mayor claridad en mencionado solapamiento. La principal ventaja de la propuesta es su escalabilidad. La cual depende en última instancia de la aplicación requerida. Por ejemplo, aplicando la ec.(4.6) para el caso de Etanol y Acetona cuyas diferencias entre movilidades es del 3,4 %, se obtiene una cota máxima de aproximadamente $30\ \mu\text{m}$ para el diámetro inicial de la corriente de iones. Escalando los tamaños del dispositivo inicialmente propuesto a un orden más bajo de forma tal que la focalización sea menor a la cota máxima predicha, sí es posible obtener separación tal como se verifica en la simulación presentada en la Fig.5.7, parte inferior, aquí se ve las trayectorias ideales de corrientes de iones para Acetona y Etanol cuando se escalan las longitudes de los detectores a $100\ \mu\text{m}$, el potencial de detección a 180 V y la focalización a $20\ \mu\text{m}$ en la parte superior y $7\ \mu\text{m}$ en la parte inferior. Los demás parámetros coinciden con los del dispositivo experimental. El gráfico superior vemos que aún se observa solapamiento para un foco de $20\ \mu\text{m}$, este valor de focalización es menor al predicho por la Ec.(4.6) que es $h_0 \approx 30\ \mu\text{m}$. En el detalle de este gráfico se observa que los espectros de detección en un electrodo seccionado se solaparían en el detector 5_a . En cambio en la Fig.5.7 en la parte inferior al llevar el valor del foco $h_0 = 7\ \mu\text{m}$, se ve separación en las trayectorias y en los espectros de detección en los electrodos seccionados donde la señal de acetona se concentra en el detector 5_a y la señal de etanol se concentra en los detectores 5_b y 5_c . Una de las técnicas empleadas para comparar la eficiencia de un dispositivo de medición de iones por espectrometría es determinar el valor correspondiente a su poder de resolución o energía de resolución R_p y la su resolución R . El poder de resolución R_p se entiende como el valor medio del tiempo de vuelo de las partículas cargadas sobre la dispersión de todos los tiempos de vuelos de estas partículas.

$$(t_2 + t_1)/2(t_2 - t_1)$$

La resolución R en tanto implica la capacidad de separar dos señales y esta es igual a la diferencia entre

5. DISCUSIÓN Y RESULTADOS

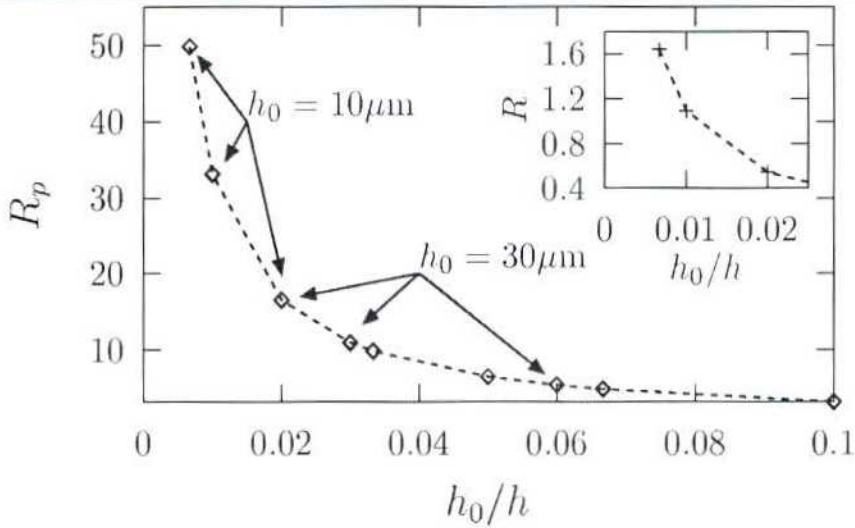


Figura 5.8: Aquí se expone el poder de resolución R_p en la detección de un gas y en el cuadro pequeño se graficó la resolución R como la capacidad de separar señales de acetona u etanol para una focalización de h_0/h . Se mantiene el campo constante y se varía la altura de $h=500, 1000$ y $1500 \mu m$. Siendo el caudal $2 l/min$ y otros parámetros como en el dispositivo experimental.

las medias de cada señal sobre la máxima dispersión entre ambas.

$$(\bar{M}t_{2-1} - \bar{M}t_{4-3})/\Delta t_{max}$$

En los dispositivos de identificación de iones por el sistema de flujo cruzado, como el propuesto en este trabajo de tesis, la señal de carga detectada es independiente del tiempo de vuelo de las partículas cargadas (ec.2.16), a diferencia de los sistemas IMS tradicionales. Una interpretación física similar de poder de resolución R_p sería la relación entre posición de trayectoria promedio y la dispersión de la misma. Esta definición no tubo en cuenta el tamaño finito del detector diseñado para el dispositivo. Además, se supuso que la carga detectada en estos casos es suficiente [?]. Por consiguiente, la resolución R , entendida como la separación de dos señales, se define como el cociente de la diferencia entre las dos posiciones de trayectoria promedio y la mayor dispersión de la trayectoria de ambos. Analizando R_p y R de la simulación de la Fig.5.7, con un $h_0 = 20 \mu m$ el $R_p \approx 18$ para cada gas y $R < 1$ se observa claramente solapamiento en tanto en la parte inferior el $R_p \approx 18$ para cada gas y $R > 1$ puede verse que para valores de resolución mayores a la unidad existe separación completa de los dos compuestos. En la Fig.5.8 se grafica el poder de resolución R_p y resolución R para valores de $h=500, 1000$ y 1500μ y valores de focalización $h_0=10$ y $30 \mu m$. El dispositivo aquí presentado sería capaz de para estos requisitos, porque no necesita elementos físicos dentro del canal para mejorar la focalización de las partículas cargadas que interfieran con la dinámica de fluidos, como en los métodos actualmente disponibles de cross-flow [4, 8].

Desarrollo de un software de modelado y simulación.

El objetivo de este desarrollo fue obtener un programa de cálculo numérico capaz de delinear las trayectorias de los iones en su movimiento desde la zona de generación lobular hasta la zona de detección, que permita una rápida apreciación de la condición de separación que se obtendría de un modelo construido, partiendo desde una generación confinada en una determinada zona. Si bien existen otros softwares capaces de realizar estas simulaciones como Simion y Comsol Multiphysics, los mismos tienen costos muy elevados y presentan distintos inconvenientes que complican su aplicación en la microescala, por ejemplo el software Simion aproxima el valor de la velocidad de los fluidos a una constante omitiendo lo que sucede en los bordes de los modelos simulados, donde la fricción del fluido contra las paredes del receptáculo que lo contiene, ocasionando diferencias sustanciales en los resultados.

El software desarrollado permite evaluar la separación entre dos gases de diferentes movibilidades iónicas, el mismo cuenta con una interfaz de usuario, GUI por sus siglas en ingles, escrita en lenguaje java, que

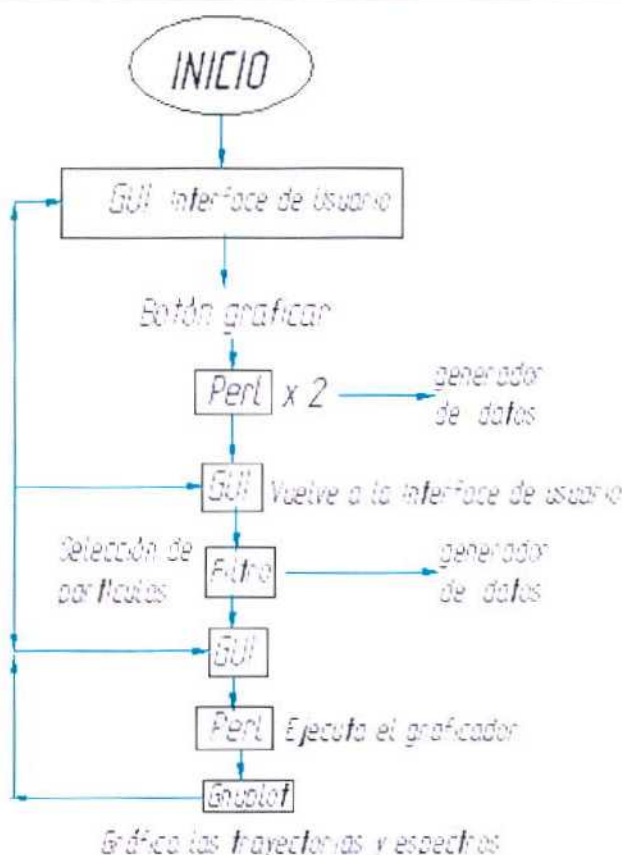


Figura 5.9: En esta imagen se ve una línea de tiempo que indica la sucesión de eventos que llevan a obtener las gráficas de las trayectorias descriptas por las partículas cargadas y el gráfico de los espectros obtenidos de la simulación. El software tiene una interfaz de usuario escrita en java, que cumple la función de “maestro”, y líneas de código escritas en lenguaje PERL y líneas de código que ejecutan el software gnuplot como códigos “esclavos”, los que reciben las ordenes de la interfaz de usuario y realizan una tarea específica.

actúa como “maestro” de líneas de código escritas en Perl y del programa Gnuplot que realiza las gráficas de las trayectorias y espectros, los códigos escritos en Perl y el programa Gnuplot son “esclavos” de la interfaz de usuario. La Fig. 5.9 muestra la línea de tiempo que realiza el programa aquí descrito. Primeramente se cargan manualmente por teclado los valores correspondientes a las dimensiones del canal, las movibilidades de los gases a separar, la viscosidad cinemática del gas de arrastre y la intensidad del campo eléctrico colocado entre los detectores. Al presionar el botón graficar en la interfaz de usuario, se cargan estos datos en un código escrito en Perl, el que se ejecuta dos veces, una vez para cada gas, al finalizar este código entrega archivos de las trayectorias límites de cada gas y los valores de las curvas intermedias, a las curvas límite que llegan a los detectores. En el paso siguiente la interfaz de usuario somete a este último archivo a un filtro que determina a que detector pertenece cada curva y así genera un archivo de salida con la cantidad de carga que llega a cada detector. Luego la interfaz de usuario ejecuta códigos en Perl que le ordenan al programa Gnuplot que grafique las trayectorias de cada gas y los espectros de separación terminando la ejecución con una imagen que luego la interfaz de usuario levanta e incluye en el programa, en la Fig.5.10 puede verse la interfaz de usuario con las imágenes antes descriptas. Además la interfaz de usuario entrega valores sumamente importantes para el diseño de este tipo de dispositivos como lo son el número de Reynolds y los valores de Poder de resolución para cada gas y la resolución entre ambos gases, que indica la separación. Las trayectorias de las partículas cargadas son calculadas partiendo de la ecuación de Poiseville (ec.2.23) y las ecuaciones de movilidad iónica (ec.2.14, 2.15). La ecuación de Poiseville calcula la velocidad horizontal en el canal, la que va desde un valor nulo en el borde hasta un máximo en el centro del canal. La ecuación de movilidad iónica analiza el movimiento de las partículas en sentido vertical, perpendicular a la anterior. Ambas ecuaciones son aplicables en

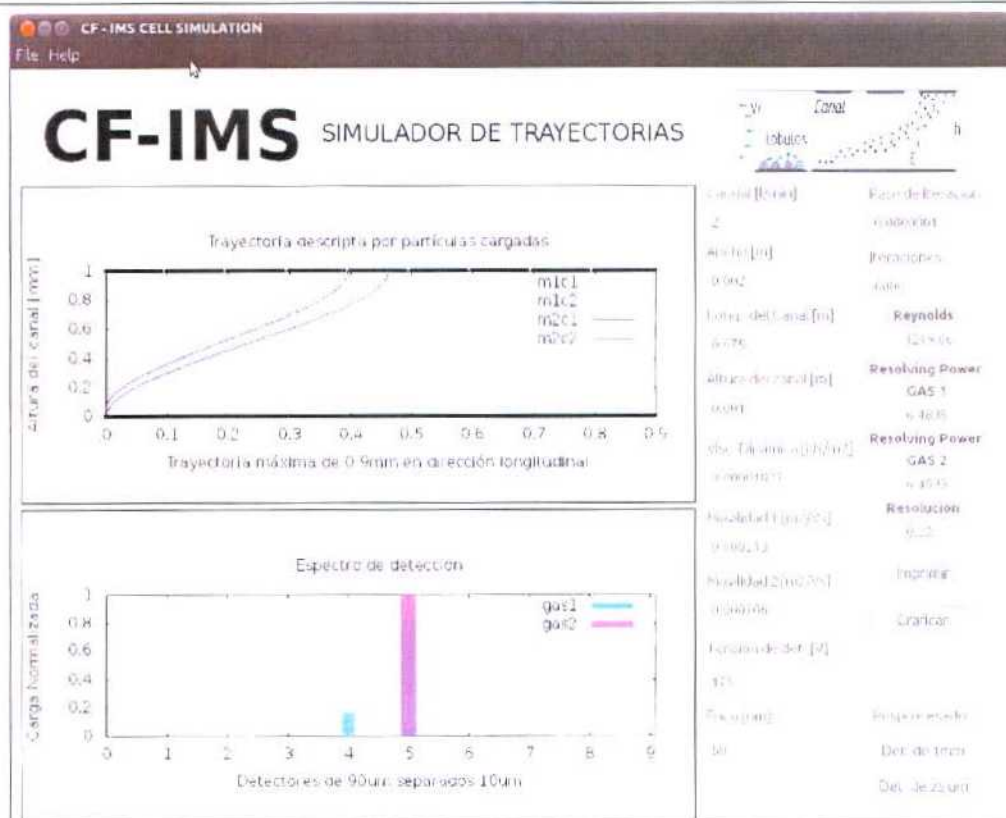


Figura 5.10: En esta imagen se puede ver el la interfaz de usuario del Software desarrollado para describir las trayectorias de las partículas cargadas en su movimiento desde la generación lobular hasta la detección.La gráfica superior describe las trayectorias de dos gases y la imagen inferior muestra el espectro de detección que entregaría la medición de una celda construida con un arreglo de capacitores de detección. Las fuerzas actuantes que describen las trayectorias son el movimiento del fluido en sentido horizontal y la movilidad iónica en sentido vertical

régimen laminar. El valor del foco de generación lobular se obtiene desde las ecuaciones del foco o desde la simulación numérica, secciones.4.2.3, 4.2.1. El programa realiza el cálculo del desplazamiento de la partícula cargada punto a punto en su trayectoria pudiendo establecerse el número total de iteraciones el el paso de las mismas. También permite obtener una impresión de los resultados obtenidos. Así se tiene rápidamente una idea clara de la separación entre dos especies y los espectros que se obtendrían en un arreglo de detectores propuesto. Los gráficos de las Figs. 5.6, 5.7 fueron realizados con el software aquí presentado. Las publicaciones que versan sobre la problemática de la focalización de iones no entregan una idea clara de como lograr una separación entre las distintas especies iónicas, incluso algunas realizan aproximaciones que podrían resultar poco claras y de difícil aplicación en la microescala [77], [100]. En cambio este desarrollo presenta una herramienta amigable para la predicción de trayectorias y espectros de medición de partículas cargadas. Fue desarrollado completamente con software libre, priorizando la performance de cálculo y optimizando el costo de procesamiento.

Capítulo 6

Conclusiones y sugerencias de trabajos futuros

6.1. Conclusiones

Modelos preliminares

El potencial de disrumpción aumenta al aumentar la distancia entre electrodos en el régimen de descarga corona. Los experimentos realizados muestran que los valores explorados de distancias y geometrías son apropiados para el régimen de descarga luminiscente. También se comprobó que los valores de corriente graficados indican que el dispositivo produce iones en cantidades interesantes para la aplicación deseada (generador/detector de iones por movilidad iónica). También se comprobó que las leyes de Peek y Paschen se encuentran desplazadas de las predichas por las fórmulas empíricas en la microescala, esto puede deberse en el caso de la configuración punta-plato a que las fórmulas presuponen una configuración de dos cilindros concéntricos, siendo el menor una aguja de radio r y el mayor un cilindro de radio S superior a la relación $e > S/r$ o geometría punta-plato en las que se construyen agujas de simetría axial contrapuestas a planos infinitos. Llevar estas dos últimas geometrías literalmente a la microescala para diseñar fuentes de ionización resulta muy complicado, por esta razón se debe analizar el sistema de generación de partículas cargadas como un sistema tridimensional, dejando de lado las aproximaciones de una y dos dimensiones.

6.1.1. Modelo de generación detección

En este trabajo se presentó el problema de identificación de especies por sus movilidades con el método de flujo cruzado estandarizado cuando se quiere escalar el dispositivo a tamaños submilimétricos. Se ha propuesto y utilizado un método de fabricación integrado con tecnología de microistemas que aborda de forma original el problema de generación de iones. El modelo escalable de una microgeneración y detector de iones por flujo cruzado [101], posibilitará el comienzo de una nueva línea de trabajo con equipos de bajo costo de fabricación y altas prestaciones que evitan la utilización de fuentes radiactivas. Se analizó detalladamente la descarga corona y se verificó la ley de Peek en la microescala y se realizaron mediciones de los generadores de partículas cargadas 5.1. Con esto se logró dimensionar la geometría del ionizador propuesto para focalizar el ingreso de iones a la zona de detección en un tamaño de un orden menor a la longitud de deriva. Conjuntamente, se realizó el análisis de flujo en el sistema para diseñar el transporte de iones, desde el punto de su generación al de detección. Mediante la composición de movimientos ortogonales se realizaron simulaciones numéricas con las que se analizaron los efectos de viscosidad y se estableció la configuración experimental para garantizar condición de flujo laminar. Se propuso un diseño simplificado para la construcción del canal del microsistema con el que se evitan expansiones o contracciones de su sección. De este modo se minimizan turbulencias y zonas de estancamiento del fluido en un rango adecuado de caudal que nos ha permitido optimizar el funcionamiento del dispositivo. Se

realizaron ensayos sobre un prototipo con el diseño propuesto que permitieron verificar las hipótesis sobre focalización en la generación de iones. La variación de la trayectoria media de una corriente de iones con la variación de la velocidad de deriva se puede modelar considerando un perfil parabólico de velocidades. Mostramos el análisis para el caso en que variaciones del 25% en las velocidades de deriva permiten obtener señales sin solapamiento apreciable en 1 mm de distancia sobre la zona de detección. Para diferencias menores como las que pueden presentarse en otros compuestos volátiles será necesario ajustar el conjunto de parámetros analizados en este trabajo, lo cual depende en última instancia de la aplicación del dispositivo, pero no de la arquitectura del diseño. Debido a su relativa simpleza si se compara con otras soluciones mas complejas [8, 9], aquí sólo nos hemos valido de las herramientas que provee el diseño de microsisistemas. Obteniéndose un modelo sumamente compacto que presenta las ventajas de no utilizar fuentes radioactivas, realizando la generación iónica a través de una fuente eléctrica de menos de 1kV. Se debe mencionar que otro de los aportes de este trabajo doctoral fue el desarrollo de un software de cálculo y simulación que permite establecer las trayectorias y espectros de la partículas cargadas. El desarrollo se ha llevado adelante bajo la plataforma de software libre. El mismo ha sido completamente adaptado al modelo físico construido en este trabajo de tesis y se transformará en una ayuda importante para trabajos futuros.

6.2. Sugerencias para trabajos futuros

Uno de los pasos siguientes a evaluar sería el diseño de micro/nanoelectrónica adecuada e integrada para la medición de cargas en el orden de los *nanoCoulombs*. De esta forma buscar de independizar el dispositivo presentado de costosos equipos de medición de laboratorio como lo son osciloscopios digitales y electrómetros. El objetivo sería lograr que la detección se realice en forma independiente por el microdispositivo como se realiza la generación de iones a través de una fuente de alta tensión y por controladores contruidos por elementos discretos y de bajo costo. De esta forma lograr integrar la electrónica de generación y de detección de iones, así configurando un control por lazo cerrado. Esta integración que se ha logrado desde el punto de vista físico, ampliará las posibilidades del dispositivo. Otro desarrollo posible sería el diseño de un nuevo dispositivo escalable de menores dimensiones para lo cual se requeriría la fabricación de máscaras ópticas de mejor calidad, esto también podría requerir adaptar el proceso de fabricación. Se debe tener en cuenta que en este trabajo de tesis se ha comenzado a evaluar el diseño de una electrónica discreta de medición y se cuenta con nuevas propuesta para modelos físicos subsiguientes.

Capítulo 7

Publicaciones y Congresos

Contents

7.1. Posters	73
7.2. Artículos Científicos (trabajos con revisores)	73

7.1. Posters

- Desarrollo de un espectrómetro por movilidad iónica para la detección de compuestos orgánicos (explosivos, drogas y contaminantes), www.unicen.edu.ar/crecic/analesafa/vol20/v2042-208, ISSN 1850-1158, AFA 2007, 7.1.
- Diseño, cálculo, y construcción de prototipo de espectrómetro de movilidad iónica de pequeñas dimensiones, AFA 2008, 7.3.
- Desarrollo de un IMS para detección de compuestos Orgánicos Volátiles: Simulación y Comparación de la distribución de Iones. AFA 2008, 7.2.
- Diseño y fabricación de un cilindro autoensamblado. Escuela de Micro y Nanotecnología, CNEA CAC 2008, 7.4.
- Electro-aerodynamic Simulation of a Ion Mobility Spectrometer Microchamber. ISIMS 2009, Thun, Switzerland, 7.5.
- Design of a CF-IMS (Cross Flow Ion Mobility Spectrometry) with MEMS technology, 13th International Meeting on Chemical Sensors, imcs13.ee.uwa.edu.au/Program/MCS-13.pdf Similares 2010, Perth Western Australia. ISBN: 978-1-74052-208-3, pag.332, 7.2.
- Diseño, cálculo, simulación y evaluación de una fuente de ionización por descarga corona. AFA-SUF 2011. Montevideo, Uruguay, 7.7.
- Caracterización de sensores de gas de SnO_2 fabricados por la técnica RGTO. AFA-SUF 2011. Montevideo, Uruguay. (<http://rnf.fisica.org.ar/index.php?title=PostersTecnologia>).

7.2. Artículos Científicos (trabajos con revisores)

- Verification of Paschen curve and Peek's Law in Micro Glow-discharge, II Congreso de Microelectrónica y Aplicaciones. uEA 2011. La Plata, Argentina. ISBN 978-950-34-0749-3, pag. 235-237. Presentación oral.

7. PUBLICACIONES Y CONGRESOS

- Design of a CF-IMS (Cross Flow Ion Mobility Spectrometry) with MEMS technology, 13th International Meeting on Chemical Sensors 2010, Perth Western Australia, .
- Development of an IMS Type Device for Volatile Organic Compunds Detection: Simulation and Comparision of the Ion Distributions. Guillermo P. Ortiz, Carlos A. Rinaldi, Norberto G. Boggio, Juan Vorobioff, Juan J. Ortiz, Sergio Gómez, Gustavo A. Aucar, Alberto Lamagna, Alfredo Boselli. (<http://arxiv.org/abs/0902.1206>). Physics Instrumentation and Detectors 2009.
- Modelado del sistema de movimiento de iones en un modelo IMS de detección por flujo cruzado (cross flow). uEA-2012, 7.2.
- Design of a IMS-cell of generation and detection of ion with cross-flow system fabricated with MEMS technology, J.J. Ortiz, G. P. Ortiz, C. Nigri, Lasorsa. SbMicro 2012.
- Scalable design of an IMS cross-flow micro-generator/ion detector. Juan J. Ortiz, Guillermo P. Ortiz, Christian Nigri, Carlos Lasorsa. J. Micromech. Microeng. 23 (2013) 045024 (8pp), 13 March 2013. Online at stacks.iop.org/JMM/23/045024. doi:10.1088/0960-1317/23/4/045024, 7.2.



Desarrollo de un espectrómetro por movilidad iónica para la detección de compuestos orgánicos (explosivos, drogas y contaminantes)

Norberto G. Boggio, Pablo Alonso Castillo, Juan José Ortiz, Alberto Lamagna, Alfredo Boselli, Carlos Rinaldi
Instituto de Nanociencia y Nanotecnología, CNEA, CAC. Av. Gral. Paz 1499, San Martín, Buenos Aires.
E-mail: rinaldi@cnea.gov.ar



Introducción

La espectrometría por movilidad iónica es una técnica para detectar y caracterizar vapores orgánicos en aire.

Esto involucra la ionización de las moléculas y su subsiguiente vuelo temporal a través de un campo eléctrico.

El análisis y caracterización de las moléculas están basados en la separación analítica a partir de las diferentes movilidads iónicas [1,2]. La aplicación de IMS (Ion Mobility Spectrometry) para la detección in situ en aplicaciones militares, seguridad y medio ambiente ha generado mucho interés en esta área de investigación.

Resultados

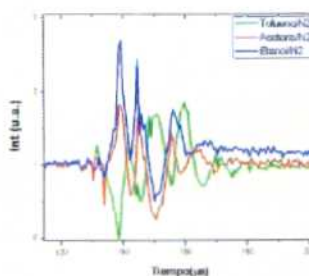


Figura 2: Señales obtenidas por el IMS para: tolueno, acetona y etanol.

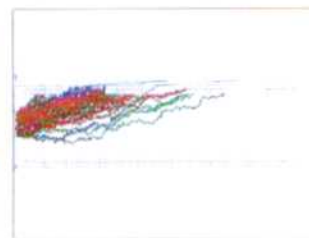


Figura 3: Cálculos de trayectorias de iones.

Experimental

Se diseñó un sistema para generar y detectar iones de acuerdo al esquema mostrado en la Figura 1. El mismo está compuesto por:

- 1) Generador de descarga de alto voltaje pulsado
- 2) Sistema de generación de iones descarga tipo corona
- 3) Acondicionador de la muestra de entrada
- 4) Medidor de flujo de gas portador
- 5) Detector de iones

Las señales generadas por el arribo de los iones fueron amplificadas y posteriormente adquiridas mediante un osciloscopio digital conectado a una PC.

Las señales típicas obtenidas por este sistema se muestran en la Figura 2 para los casos de las moléculas de tolueno, acetona y etanol.



Figura 1: Esquema del IMS desarrollado.

Discusión

Las señales obtenidas por este IMS (Figura 2) presentan los ruidos típicos producidos por las descargas usadas.

Una manera de disminuir este efecto es realizar el cociente de la señal con el gas portador y el portador con la muestra. Así fue posible discriminar las señales de las distintas moléculas orgánicas.

Los picos observados corresponden a las intensidades de los iones generados en la descarga. Los resultados obtenidos están de acuerdo a las movilidads iónicas de cada compuesto (K_0 Tolueno = $1.87 \text{ cm}^2 / \text{s V}$, K_0 Etanol = $2.06 \text{ cm}^2 / \text{s V}$, K_0 Acetona = $2.13 \text{ cm}^2 / \text{s V}$) [3], como puede observarse las señales correspondientes a la acetona y el etanol aparecen antes (intervalo entre 110 y 160 μs) que el tolueno (intervalo entre 145 y 180 μs).

Las señales dependen fuertemente del flujo de gas portador, el contenido de agua en la muestra, la temperatura de ingreso y el campo eléctrico aplicado.

La Figura 3 muestra los cálculos de trayectorias de iones en las condiciones del experimento, obtenidos con Simion 8.0.

Conclusiones

- Se desarrolló un sistema IMS para la detección de compuestos orgánicos y se establecieron las condiciones óptimas de trabajo.
- Los resultados obtenidos permiten discriminar entre compuestos orgánicos de distintas movilidads iónicas de acuerdo a la bibliografía.
- En este sentido se están realizando los estudios correspondientes para determinar los límites de detección y la sensibilidad del sistema, como así también su potencial aplicación a drogas, explosivos y contaminantes orgánicos.

Bibliografía

- 1- T.W Carr: Plasma Chromatography (Plenum, New York, 1984)
- 2- G.A. Ercemen, Z. Karpas, Ion Mobility Spectrometry (Chemical Rubber, Boca Raton, FL, 2005)
- 3- N. Agonkorkon et al., Analytical Chemistry 76, 5223 - 5229, 2004.

Agradecimientos

Se agradece a la Agencia Nacional de Promoción Científica y Tecnológica, que mediante el subsidio PMTIII, BID 1728 / OC-AR N° 22592, nodo 22831 colabora en la financiación de este proyecto.

Figura 7.1: AFA 2007 IMS, Argentina.



Diseño, cálculo, y construcción de prototipo de espectrómetro de movilidad iónica de pequeñas dimensiones.

Norberto G. Boggio, Juan José Ortiz, Alberto Lamagna, Alfredo Boselli, Carlos Rinaldi, Maximiliano Fischer
Instituto de Nanociencia y Nanotecnología, CNEA, CAC, Av. Gral. Paz 1499, San Martín, Buenos Aires.
E-mail: jortiz@cnea.gov.ar



Introducción

La espectrometría por movilidad iónica es una técnica para detectar y caracterizar vapores orgánicos en aire. Esto involucra la ionización de las moléculas y su subsecuente vuelo temporal a través de un campo eléctrico. El análisis y caracterización de las moléculas están basados en la separación analítica a partir de las diferentes movilidades iónicas. La aplicación de IMS (Ion Mobility Spectrometry) para la detección in situ en aplicaciones militares, seguridad y medio ambiente ha generado mucho interés en esta área de investigación.

Se calcularon, diseñaron y construyeron las principales partes de un sistema para generar y detectar iones de acuerdo al esquema mostrado en la figura 1. El mismo está compuesto por un canal de 950 micrones de ancho, 100 micrones de alto y 5 mm de largo, (1) el ingreso del gas de muestra, (2) la zona de ionización, la misma se realiza a través de pirámides micromachinadas en silicio de 50 micrones de alto dispuestas en forma geométrica, (3) se determina la zona de detección de iones.

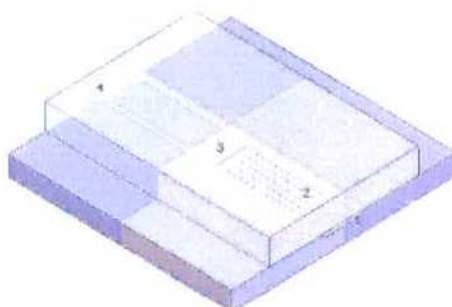


Figura 1. Diseño IMS MEMS

Simulación de Funcionamiento

Se presenta el cálculo de la distribución de campos eléctricos del sistema de generación de iones y del conjunto ionizador-detectores, sabiendo que para ionizar el Nitrógeno del aire se necesitan 15,5 eV, lo que implica una intensidad de campo de 15500 V/m. La figura presenta una configuración de puntas en la parte inferior para uno de los electrodos y una superficie plana para el contraelectrodo, los mismos presentan una separación de 50 micrones, el campo se ve muy intensificado por las agudas pirámides, superando los 50000 V/m.

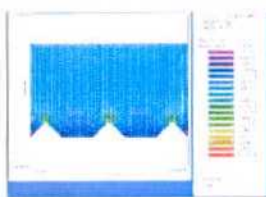


Figura 2. Simulación de campos eléctricos del ionizador.

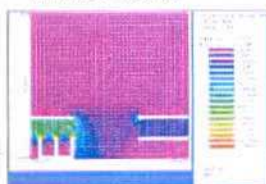


Figura 3. Simulación de campos eléctricos de ionizador y detector.

Simulación del proceso de fabricación

La micromaquina presentará tres elementos constitutivos un canal de 100 micrones de profundidad en el cual se encuentran pirámides de 50 micrones de alto y pad de detección de iones, las figuras geométricas antes descritas se simularon en un software de micromachinado (Visual TAPAS). El canal, las pirámides y los pads de detección son construidos por un proceso ataque básico de silicio de orientación 100, la base utilizada de en la simulación se encuentra al 20 % en solución y a 80 °C, el se realiza en dos etapas, la cual se expone al Wafer de silicio durante 1 hora cada vez, previo colocación de una máscara metálica en la superficie, la primera de las mismas es destinada a formar los primeros 50 micrones del canal y la segunda de ellas los restantes 50 micrones y la formación de las pirámides que se aprecian en la imagen.



Figura 4. [4] [5] Simulación de microfabricación (KOH).



Figura 5. Imágenes de microscopio de interferometría.

Experimental, proceso de fabricación

Esta parte del desarrollo del dispositivo se llevó a cabo en el laboratorio de Microtecnología del MIT. Allí se desarrolló un proceso de fabricación sobre los cálculos y simulaciones realizadas.

Deposición de una capa de nitrato 2200 Amstroms.

Foto litografía.

Corte de nitrato con atmósfera de SF6.

Primer W. etching en KOH Ataque básico sobre silicio.

Limpieza post KOH (piranha).

Deposición de una segunda capa de nitrato 2200 Amstroms.

Foto litografía.

Corte de nitrato con atmósfera de SF6.

Segundo W. etching en KOH Ataque básico sobre silicio.

Limpieza post KOH (piranha).

Foto litografía de imagen reversa sobre obleas de Silicio y vidrio.

Evaporación de Platino sobre foto resina.

Metalizado con capa de sacrificio.

Pre-corte de las obleas de vidrio.

Pagado de la base de silicio y tapa de vidrio.

Junto con el proceso de fabricación se avanzó en el desarrollo de cuatro máscaras ópticas.



Figura 2. Imagen de defectos de líneas.



Figura 2. Imagen del ionizador de pirámides.

Conclusiones

Se realizó un proceso para la construcción y desarrollo de un IMS MEMS a partir de un modelo conceptual, llevado a cabo mediante simulación por elementos finitos. El proceso de fabricación presenta algunos inconvenientes en sus producciones que necesitarán nuevos rediseños. Una vez cumplida esta etapa se procederá a realizar la fase experimental de medición.

Referencias

- [1]- T.W Carr, Plasma Chromatography (Plenum, New York, 1984).
- [2]- G. A. Evmenov, Z. Karpas, Ion Mobility Spectrometry (Chemical Rubber, Boca Raton, FL, 2006).
- [3]- N. Agabekov et al., Analytical Chemistry 76, 5223 - 5229, 2004.
- [4]- VisualTAPAS web site.
- [5]- Y. Xing, M. A. Gonzalez and K. Sato, Step flow-based cellular automaton for the simulation of anisotropic etching of complex MEMS structures, New Journal of Physics 9 (2007) 436.

Agradecimientos

Se agradece a la Agencia Nacional de Promoción Científica y Tecnológica, que mediante el subsidio PMTIII, BID 1728 / OC-AR N° 22592, nodo 22831 colabora en la financiación de este proyecto.

Figura 7.3: AFA 2008 Prototipo fabricado en MIT MTL.



Diseño y fabricación de un cilindro autoensamblado

Pablo Gurman, Juan José Ortiz, Alberto Lamagna, Alfredo Boselli, Claudio Gallartí
Instituto de Nanociencia y Nanotecnología, CNEA, CAC. Av. Gral. Paz 1499, San Martín, Buenos Aires.
E-mail: gurman@cnea.gov.ar, jortiz@cnea.gov.ar



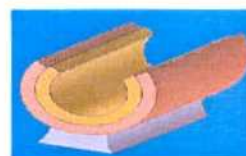
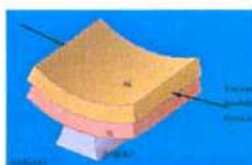
Introducción

La necesidad de nuevos sistemas terapéuticos en medicina, debido a la toxicidad de los tratamientos actuales o a su relativa falta de eficacia, hizo que nuevas tecnologías emergieran intentando dar solución a muchos de los problemas actuales en el tratamiento de las enfermedades humanas.

En este proyecto se intenta avanzar en el desarrollo de dispositivos que puedan funcionar sin necesidad de aplicar el paradigma bioquímico basado en el uso de medicamentos, pero al mismo tiempo contemplando la posibilidad de utilizar los mismos en conjunto. Se agrega asimismo la aplicación del método de MEMS ORIGAMI u auto ensamblaje, como una alternativa para la generación de dispositivos con aplicaciones biomédicas.



Figura 1: Esquema de generación del cilindro



Simulación

Simulación del comienzo del plegado con el software COMSOL, la temperatura inicial fue estimada en 600 °C y la temperatura final en 30 °C

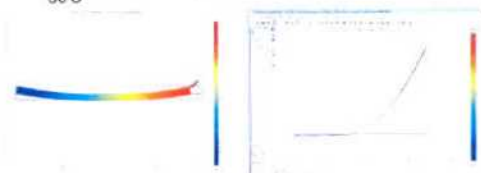


Figura 2: Se muestran las deformaciones producidas por tensiones residuales

Figura 3: Simulación liberación de la capa sacrificial

Método de fabricación

Etapas:

- 1- espinado de resina.
- 2- alineación de máscara y exposición.
- 3- revelado de la resina.
- 4- deposición de titanio.
- 5- deposición de oro.
- 6- eliminación de resina.
- 7- etching de capa sacrificial y liberación de los cilindros.



Figura 4: Diseño de la máscara



Figura 5: Microscopía óptica (5x) de cilindro autoensamblado

Conclusiones

No sabemos si el modelo de pandeo es el más adecuado y si la elección del método termomecánico es el más indicado para inducir el plegamiento del cilindro. Otras alternativas deberán ser exploradas en caso de que no podamos resolver los problemas que existen utilizando el modelo de pandeo y el sistema termomecánico de generación de tensiones residuales.

Creemos que muchos fenómenos físicos no lineales no se hallan representados en la ecuación, entre ellos, no fueron tenidos en cuenta los gradientes de stress de superficie entre las láminas, ni los cambios en la microestructura en función de la temperatura que alteren la estructura inicial. Tampoco fueron tenidos en cuenta el stress intrínseco de las láminas de metal introducido por la técnica de deposición escogida. Por otra parte será necesario realizar la simulación del ataque sucesivo de la capa sacrificial con el fin de evaluar como las sucesivas deformaciones plásticas que se van generando en el sustrato desprendido van generando el cilindro completo. Tampoco fue evaluada la distinta geometría y la influencia en la generación del cilindro (por ejemplo utilizar rectángulos en lugar de cuadrados), por lo que a futuro y empleando diferentes máscaras se abre la posibilidad de establecer la geometría óptima para el desarrollo de cilindros autoensamblables.

Referencias

- 1 Bushan.B. Handbook of Nanotechnology. Ed Springer. pp 1709-23
- 2 Hanna, Darrin.M, Oakley, Barbara.A. Using a system on a chip implantable device to filter circulating infected cells in blood or lymph. IEEE Transactions in Nanobioscience. Vol NO1, March 2003.
- 3Maloney.J.M. et al. Electrothermally activated microchips for implantable drug delivery and biosensing Journal of Controlled Release 109 (2005) 244-255
- 4Pizzi, M. et al. Fabrication of Self Assembled Micro Reservoirs for Controlled Drug Release Biomedical Microdevices 6:2, 155-158, 2004

Agradecimientos

Laboratorio de Microelectrónica (CiTEFA), Laboratorio de Metalografía (CNEA), Laboratorio de Blancos Atómicos (CNEA).

Figura 7.4: Escuela de Micro y Nano Tecnología 2008. San Martín, Buenos Aires, Argentina.



Electro-aerodynamic Microflow Simulation in a MEMS-based Ion Mobility Spectrometer

J. J. Ortiz^a, A. Allievi^b, A. Lamagna^a and A. Boselli^a

^a Grupo MEMS, Comisión Nacional de Energía Atómica, San Martín, Buenos Aires, Argentina.

^b Laboratorio de Micro y Nanofluidica, Departamento de Ingeniería Mecánica, Instituto Tecnológico de Buenos Aires, Buenos Aires, Argentina.

Emails: jjortiz@cnea.gov.ar, aallievi@itba.edu.ar



We investigate issues associated with microfluidic performance of a MEMS-based ion detection device, wherein the detection mechanism relies on the mobility of ions inside a chamber whose geometry needs to be optimized. Our objective in this work is to study some parameters that affect the suitability of the microdevice in attaining its intended operational requirements. Design recommendations to improve efficiency and to determine working conditions are proposed.

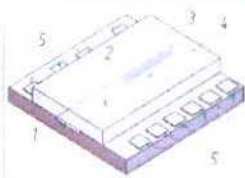


Figure 1. IMS microdevice: 1. inlet, 2. pyramids, 3. detectors, 4. outlet, 5. pads.

Introduction

Ion Mobility Spectrometry (IMS) for in-situ detection has generated great interest in developers of military, safety and environmental applications. It is a technique to trace and characterize organic vapors in ambient air that comprises ionization of molecules and their subsequent temporal flight through an electric field. The analysis and characterization of these molecules is based on analytical separation by ionic mobility difference [1]. Microscale IMS devices require the precise assessment of air behavior as it passes through a chamber where ions are created and detected, particularly when the volumes that are handled are in the order of the nano or pico liter. As a result, the interaction of the fluid with the geometries that it encounters in its flow path and with the confining walls needs to be properly understood.

Using traditional methods of measurement, ionization occurs in only 1% of the gas molecules, and only 0.1% of these ions are detected. Due to these limitations, it is essential to accurately determine velocity and pressure fields as well as any possibility of turbulence inception in the chamber. One must avoid areas with high velocity gradients and turbulence so as to minimize interaction between molecules and ions that could cause ions to crash and disappear. Furthermore, when the microsystem is designed, special attention must be taken in minimizing areas where air flow becomes stagnant. This highly undesirable situation will generate a decrease in effective chamber volume, with the ensuing alteration in the number of available ions and the risk of placing ion detectors in areas the fluid does not reach.

In addition to the above considerations, ion generation and separation by mobility are achieved by electric fields perpendicular to the main flow direction. Flow characteristics may be modified by these fields and/or by the charges they generate. In this work, we attempt to find size, shape and position of microcomponents inside an IMS chamber, as well as appropriate slender aerodynamic conditions to minimize the above-mentioned difficulties.

Microdevice description

Figure 1 shows the IMS chamber where air enters the channel (Region 1) with a mixture of a gas and a sample to be detected. The latter is ionized in the pyramids region by an electrical potential applied by a corona discharger system (Region 2). Air flow transports these ions along the chamber into the detectors area, where a perpendicular electrical field produces ion separations according to their mobility (Region 3) [2]. Our IMS microdevice has three zones. The first one is a channel approximately 950µm wide, 100µm high and 2.5mm long, where pyramids that generate ionization are located. The second zone is a vertically widening section (a backward facing step) of up to 500µm in height, with a length of 2.5mm, and the same width as the previous region [3]. This is the beginning of the separation zone. Finally there is the detectors zone, where the ions attach to a series of detectors that are placed perpendicular to the direction of the fluid flow (Region 3) [4,5].

Microflow simulation

Air flows into the IMS chamber with a differential pressure between inlet (Region 1) and outlet (Region 4) of 4.325 Pa. The longitudinal velocity increases to a maximum of 30m/s in the pyramids area. Figures 2a, 3a and 4a show velocity contours and streamlines in selected locations behind the pyramids and immediately after the backward facing step. In these areas, the flow of gases of the IMS chamber revealed some difficulties. To remedy them, some design strategies are discussed in the following section.

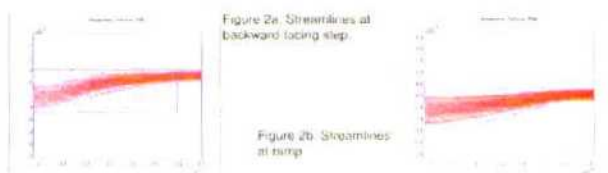
Design recommendations

The first difficulty was observed behind the backward facing step. A recirculation region significantly reduced the effective chamber volume. It was remedied by changing the sharply descending step section with a transitional ramp. Figure 2b. This ramp was made of a similar length to that of the recirculation vortex. Such modification generated straightened streamlines and more stable flow conditions.

References

- [1] G. A. Eickman, *Ion Mobility Spectrometry*, New Mexico State University, Las Cruces, New Mexico, ISBN 0 203 61017 0 (OEB Format), 2005.
- [2] Y. An, *Development of a short pulse corona discharge ionization source for ion mobility spectrometry*, *Review of Scientific Instruments*, 76, 2005.
- [3] J. J. Ortiz, A. Lamagna, A. Boselli, N. Boggio, M. Fischer and C. Rinaldi, *Diseño, cálculo y construcción de prototipo de espectrometría de movilidad iónica de pequeñas dimensiones*, *Asoc. Arg. de Física*, 2008.
- [4] A. A. Solis and E. Sierstén, *Designing the measurement cell of a swept field differential aspiration condenser*, *Revista Mexicana de Física*, 52 (4), 2006.
- [5] M. Zhang, *Cross flow mobility spectrometry: Theory and initial prototype testing*, *International Journal of Mass Spectrometry*, 258, 2006.

Presented at 18th Annual Conference of the International Society for Ion Mobility Spectrometry, Thun, Switzerland, 2009.



The second difficulty was generated in the ionization zones where fluid is retained between two consecutive pyramids, the original distance between them being 350µm. Figures 3a and 4a. This specific problem reduced the effective volume for ionization. Doubling the distance between pyramids reduced recirculation areas and velocity values, Figures 3b and 4b.

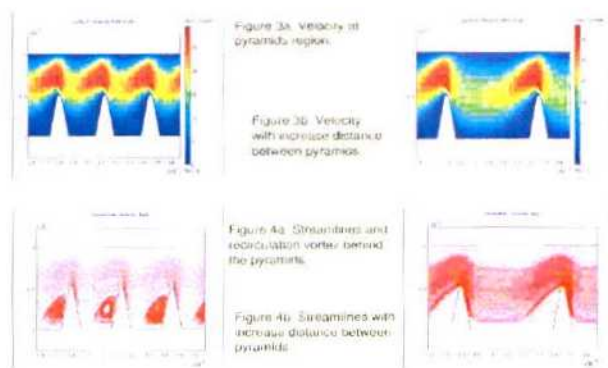


Figure 5 shows a cluster of acetone ions moving at 10msec along the 5-electrode detection zone under the effect of an electric field. Ion trajectories for 0.1V (insufficient for detection), 1V and 5V potential are shown. As expected, the higher voltage causes a more rapid deflection of the ionic species. However, even small voltages, that could be obtained from battery sources, are sufficient for a compact hand held type of device.

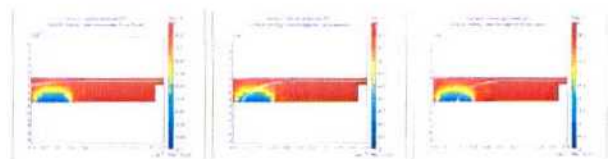


Figure 5. Ion trajectories for 0.1V, 1V and 5V respectively.

Conclusions

Microflow simulation in an IMS detection microdevice provides useful results for designing a new generation of this type of micro-machines in an attempt to obtaining better performance. Computer calculations show velocity ranges, microflow structures and dimensions that help in determining operational conditions under convection-diffusion and electrostatic conditions. Further simulations are required considering different percentages of target ionized molecules and their relationship with the electric current that can be detected at the metal pads.

Figura 7.5: Trabajo presentado en el International Society for Ion Mobility Spectrometry 2009, Tun, Suiza.

P 53

DISEÑO, CÁLCULO, SIMULACIÓN y EVALUACIÓN DE UNA FUENTE DE IONIZACIÓN POR DESCARGA CORONA

J. Ortiz ¹, C. Lasorsa ², G. Ortiz ³, P. Perillo ⁴, D. Rodríguez ⁵ y N. Boggio ⁶

^{1,2,3,5} CNEA-GAlyANN

⁴ FRH-Universidad Tecnológica Nacional Fac. Reg. Haedo

⁵ Universidad Nacional del Nordeste Dto. Física Facultad de Ciencias Exactas, Naturales y Agrimensura

⁶ CONICET

Email: jortiz@cnea.gov.ar, gortiz@exa.unne.edu.ar



El objetivo de este trabajo fue el estudio del modelo de descarga corona implementado con tecnología MEMS (Sistemas Micro-electro Mecánicos), teniendo como fin utilizar este método para generar iones, mejorando su rendimiento, su confiabilidad y disminuyendo sus dimensiones voluménicas y peso. De esta manera se logró reducir la tensión de la fuente de alimentación a menos de 1kV [1].



Figura 1: Imagen de microscopía interferométrica óptica, configuración punta-plato.

Introducción

La descarga Corona es una excelente fuente de generación de iones, ampliamente usada en dispositivos de espectrometría de movilidad iónica, su implementación en microsistemas presenta un desafío, ya que la comprensión exhaustiva de este fenómeno es sumamente importante para su aplicación en esta área del conocimiento. La importancia de este trabajo radica en aprovechar las ventajas que proporciona la microescala para desarrollar e implementar nuevos dispositivos basados en tecnologías ya conocidas, como es el caso de la descarga corona, y su aplicación a la generación de iones.

Los sistemas IMS (Espectrometría de Movilidad Iónica) forman parte de las técnicas analíticas para separar e identificar moléculas ionizadas en la fase gaseosa en base a su movilidad iónica y tiempo de vuelo en un gas. Los dispositivos del tipo IMS para detección "in situ" han generado gran interés en desarrollos de aplicaciones militares, de seguridad y ambientales [2].

Una solución alternativa a la determinación del tiempo de vuelo para la identificación de un analito es la detección por flujo cruzado (cross flow) con el cual las partículas ionizadas son desviadas con un campo transversal a la dirección de un flujo de gas de arrastre [3].

Si bien esta propuesta ya ha sido planteada hace un tiempo atrás, existen problemas aún no resueltos, que son propios de la escala de tamaños empleado para el diseño de tales dispositivos.

En este trabajo investigamos la validez de la utilización del método de descarga corona para la producción de iones en la escala adecuada. La microescala le puede otorgar a estos equipos de detección algunas ventajas, como lo son la portabilidad, el bajo consumo energético y la versatilidad geométrica.

Descripción del Microdispositivo

Los microdispositivos que se ensayaron fueron construidos con tecnología MEMS [4]. Se fabricaron dos tipos de microdispositivos, el primero con disposición punta-plato y el segundo con disposición plato-plato. La primera configuración presenta dos electrodos, uno de ellos fuertemente biasado con un plano de descarga y otro electrodos el activo, presenta cuatro puntas de 50µm de altura, separadas 300µm entre ellas, la distancia entre ambos electrodos es variable en un arreglo de dispositivos, Fig 3 y Fig 6. Los sistemas de descarga punta-plato se presentan igualmente en arreglos de distancia variable entre electrodos Fig 7.

Simulación

El sistema de ionización fue simulado a través de una maqueta virtual sometida a una tensión eléctrica, el electrodos utilizado es nitrógeno, en la Fig. 2 se puede apreciar el modelado del flujo que ocupa el espacio entre los electrodos, se muestran como condiciones de borde tensiones eléctricas, las que generan un campo electrostático, que es considerado como el generador de los iones y responsable de su movimiento de un electrodos a otro.



Figura 2: Campo electrostático, configuración punta-plato.

Diseño experimental

La tensión fue aplicada con una fuente variable de 0V a 25V, luego se colocó un convertidor DC/DC, con una entrada de 25V, que entrega una tensión máxima de 1kV, la fuente de alimentación controla la tensión suministrada y un amperímetro de banco colocado en serie mide la corriente circulante, los microdispositivos se encuentran sumergidos en una atmósfera de nitrógeno contenida por una burbuja de vidrio, el flujo circula con un caudal de 5litros/min., Fig. 3. En la geometría punta-plato el electrodos activo es la punta por esto la descarga corona es puntual.

En las Fig. 5 y 8 se graficó corriente vs. tensión para dispositivos punta-plato y plato-plato evaluándose la corriente entregada por el microsistema, la que toma valores de más de 20µA.

Referencias

- [1] Y. An, Development of a short pulse corona discharge ionization source for ion mobility spectrometry, Review of Scientific Instruments, 76, 2005.
- [2] G. A. Escamilla, Ion Mobility Spectrometry, New Mexico State University, Las Cruces, New Mexico. (ISBN 0 203 61617 6 (OEB Format)) 2005.
- [3] M. Zhang, Cross flow mobility spectrometry: Theory and initial prototype testing, International Journal of Mass Spectrometry, 258, 2006.
- [4] P. Caracciolo, P. R. Frenkel, M. R. Shaw, "Experimental study of electrical breakdown in MEMS devices with micrometer scale gaps", 2008 Society of Photo-Optical Instrumentation Engineers.
- [5] J. Ortiz, C. Lasorsa, G. Ortiz, C. Lasorsa, D. Rodríguez, P. Perillo y N. Boggio, "Verificación de las Curvas de Paschen y la Ley de Peek en Microdispositivos por Descarga Corona", JEA 2011, La Plata 2011.

Presentado en la XII Reunión de la SUF y 96 Reunión Nacional de la AFA, Montevideo, Uruguay 2011.

Figura 7.7: Poster AFA-SUF 2011, Montevideo, Uruguay.

Proceso de Microfabricación

La fabricación de los dispositivos fue realizada en la sala limpia de CNEA-LAC.

El sustrato elegido fue vidrio del tipo Pyrex, sobre el mismo se aplica primeramente, por la técnica de sputtering, una capa de titanio de 100 nm y luego una capa de cobre de 150 nm. Estos dos capas son llamadas "seed layer" o capa semilla, ya que sirven de base e inicio para la capa siguiente. Luego, mediante un proceso de fotolitografía, se aplica una capa de resina fotosensible (positiva) y a través de una máscara óptica se transfiere un patrón, con la exposición de la resina a luz (UV) en un equipo alineador de máscaras del tipo EVG. El patrón transferido posee la forma de los electrodos punta-plato y de placas paralelas (Fig. 1), estos se disponen en arreglos paralelos variando la distancia entre electrodos (Fig. 3). Luego se realiza el revelado de la geometría transferida, después se coloca la muestra en una cuba electrolítica con una solución de sulfato de cobre con una tasa de deposición de 1µm/h, así se logra el crecimiento de una capa de cobre de hasta 5 µm de espesor. A continuación se realiza un ataque químico con ácido acético para atacar la capa de cobre hasta eliminar unos 150 nm, seguido de un ataque con ácido fluorhídrico (HF) con el cual se elimina la capa de titanio, logrando separar los electrodos definiendo la geometría del microsistema Fig. 6 y 7.



Figura 3: Arreglo de ionizadores dentro de una burbuja de vidrio.



Figura 4: Set de ensayos en atmósfera de nitrógeno.



Figura 5: Sistema punta-plato, distancia entre electrodos 45 µm.

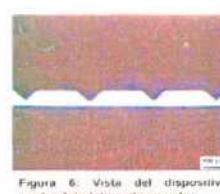


Figura 6: Vista del dispositivo punta-plato fabricado en cobre.



Figura 7: Vista del dispositivo, plato-plato en cobre.



Figura 8: Sistema punta-plato, distancia entre electrodos 62 µm.

Conclusiones

Como ya fue presentado en trabajos anteriores las leyes de Paschen y Peek proporcionan información sumamente importante para el diseño de microdispositivos de descarga corona, siendo esta fundamental para establecer la tensión inicial y de trabajo del sistema [5].

El trabajo mostrado proporciona un orden de magnitud de la corriente circulante por el espacio entre los electrodos, y como este valor entrega una noción clara de la cantidad de iones que se están generando, aporta información relevante para el diseño de dispositivos de generación de iones por descarga corona, para ser utilizados en espectrometría de movilidad iónica.

Desarrollo de un espectrómetro por movilidad iónica para la detección de compuestos orgánicos (explosivos, drogas y contaminantes)

N. G. Boggio, P. Alonso Castillo, J. J. Ortiz, A. Lamagna, A. Boselli, y C. A. Rinaldi*¹

Instituto de Nanociencia y Nanotecnología, CNEA, CAC Av. Gral Paz 1499 San Martín, Buenos Aires.
e-mail: rinaldi@cnea.gov.ar

En este trabajo se presenta el desarrollo de un IMS (Ion Mobility Spectrometer) caracterizado por contar con la aplicación de un campo eléctrico perpendicular al flujo de iones generados mediante una descarga tipo corona. La espectrometría por movilidad iónica (IMS) es una técnica para detectar y caracterizar vapores orgánicos en aire. En este Instituto se ha desarrollado un sistema IMS para la detección de compuestos orgánicos y se lograron establecer las condiciones óptimas de trabajo para su funcionamiento. Además, se están realizando los estudios correspondientes para determinar los límites de detección y la sensibilidad del sistema, como así también su aplicación a drogas, explosivos y contaminantes orgánicos.

This paper presents the development of an IMS (Ion Mobility Spectrometer) based on the application of an electric field perpendicular to the flow of ions generated by corona discharge. Ion Mobility Spectrometry (IMS) is a technique for detecting and characterize organic vapors in air. This Institute has developed an IMS system for the detection of organic compounds and is able to establish the optimal conditions of work for its operation. In addition, they are conducting studies to determine the limits of detection and sensitivity of the system, as well as its application to drugs, explosives and pollutants.

I. INTRODUCCIÓN

La espectrometría por movilidad iónica (IMS) es una técnica apropiada para localizar y caracterizar vapores orgánicos en el aire. Esto comprende la ionización de las moléculas y su posterior vuelo a través de un campo eléctrico. El análisis y caracterización de las moléculas se basan en el análisis de la separación debida a las movilidades iónica de las mismas [1,2]. La espectrometría de movilidad iónica para la detección in situ en aplicaciones militares, la seguridad y el medio ambiente ha generado un gran interés en este ámbito de la investigación.

La ionización pulsada por descarga tipo corona (PCDI) como fuente de iones para la espectrometría de movilidad ha demostrado una alta eficiencia para producir iones, y también, permite eliminar las típicas de puertas pulsadas en los equipos IMS [3]. Por otra parte, el pulso de iones generados por este método es bastante estable y la variación de la intensidad observada se relaciona con las características de la descarga pulsada. Estas características de la PCDI nos permitieron utilizar esta técnica como una fuente de ionización en este trabajo. Por otro lado, el método de aspiración aplicado en el campo de los IMS representa una ventaja técnica sobre las tradicionales tubos de vientos de los dispositivos IMS [4]. En esta técnica la muestra de un gas se introduce directamente en el dispositivo sin un gas portador, luego es ionizado, y los iones resultantes

se miden en una celda con un electrodo y una matriz compuesta por varios pares de electrodos dispuestos como condensador. Este tipo de dispositivo está disponible comercialmente a través de EnviroNics Oy, una empresa de Mikkeli, Finlandia. Estos conceptos fueron utilizados por Wexler y colaboradores [5] para desarrollar un espectrómetro de movilidad con un flujo cruzado de iones. El prototipo desarrollado utiliza ⁶³Ni como fuente de ionización y las constantes de movilidad de iones obtenidas están en buen acuerdo con las que se obtienen con los IMS convencionales.

II. MÉTODOS

Experimental

Se diseñó un sistema para generar y detectar iones de acuerdo al esquema mostrado en la Figura 1. El mismo está compuesto por 1) generador de descarga de alto voltaje pulsado, 2) sistema de generación de iones descarga tipo corona, 3) acondicionador de la muestra de entrada, 4) medidor de flujo de gas portador y 5) detector de iones. Las señales generadas por el arribo de los iones fueron amplificadas y posteriormente adquiridas mediante un osciloscopio digital conectado a una PC.

* Autor a quién debe dirigirse la correspondencia.

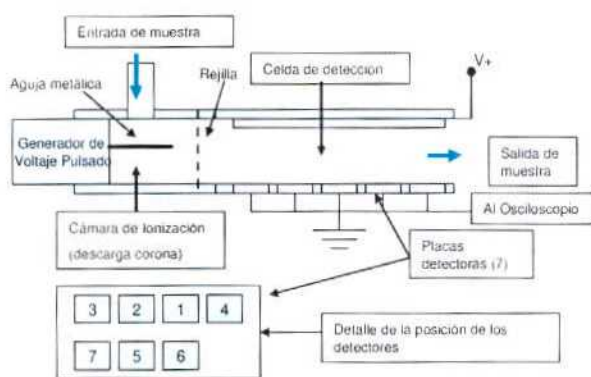


Figura 1: Esquema del IMS desarrollado.

III. Discusión

La celda de IMS fue diseñada basándose en el modelo descrito por Sacristán y Solís [4] y que consiste en dos placas de circuito impreso (PCB) enfrentadas con una separación de 2mm. La placa superior de referencia es un PCB de 11.0mm X 11.0mm y la placa inferior colectora de iones consta de una matriz de 7 electrodos de Cu de 2mm por 2mm con una separación entre cada uno de ellos de 1 mm, también montado en un PCB (ver figura 1). Como gas portador se utiliza N₂ seco (Indura, 99,998%, H₂O ≤ 3ppm) para evitar los problemas originados por la humedad del aire. El caudal de gas es medido por medio de un caudalímetro Brooks 6-65B. Se hizo pasar la corriente de N₂ a través de una trampa con un algodón humedecido con la mezcla de los compuestos orgánicos a ser analizados. El caudal de gas se mantiene constante a 236 cm³/s, arrastra la muestra que pasa por un tubo de vidrio termostatzado a 298 K y luego se ioniza por medio del sistema de PCD. La descarga corona se produce homogéneamente en toda la longitud de la aguja. Debido a que durante dicha descarga pulsada se producen ocasionalmente disrupciones en diversos puntos, esto genera ruido en la medición, entonces se tomaron las señales sobre un promedio de 256 lecturas obteniéndose una señal estable, de modo de minimizar dicho efecto y aumentar la relación señal / ruido. Los iones generados son impulsados por la descarga eléctrica y pasan a través de una rejilla metálica puesta a tierra hacia la celda IMS. La rejilla disminuye los efectos del ruido eléctrico generado por la descarga sobre los electrodos colectores. Cada electrodo se conecta a una resistencia de 3,2 MΩ y la señal eléctrica generada por los iones se mide por medio de un osciloscopio Instek GDS 810S controlado con una PC. La disposición espacial de los electrodos permite obtener una distribución espacial de los iones que llegan a cada uno. Esta distribución es particular para cada molécula ionizada generando una "huella digital" como la que se muestra en la Figura 3. Las señales obtenidas dependen fuertemente de la composición del gas, el contenido de agua en la muestra (prácticamente nulo ya que se usó N₂ con menos de 3ppm de agua) la temperatura (298K) y el campo eléctrico aplicado entre las placas (250 V/ cm). Estas

variables se han medido cuidadosamente, a fin de establecer las condiciones óptimas de medición. Para campos eléctricos (E) de baja intensidad como el utilizado en nuestro dispositivo, la velocidad de vuelo (drift) de los iones (v_d) es proporcional a la intensidad del campo:

$$v_d = K E$$

donde K es la constante de movilidad que depende de la presión, temperatura, masa y sección eficaz de colisión de los iones. Entonces, diferentes movilidades iónicas corresponden a diferentes tiempos de vuelo:

$$t_d = d / v_d = d / K E = d^2 / K V \quad (1)$$

donde d es la distancia recorrida por los iones en el tiempo t_d .

En nuestro sistema las señales obtenidas se encuentran en un intervalo entre 20 y 80 microsegundos, para una distancia de 6mm que es la separación entre la aguja y la rejilla. La descarga tiene una duración de 20 microsegundos con un pico de 5kV. Los iones generados sufren una aceleración durante aprox. 10 microsegundos por la acción de un potencial promedio de 3kV. El campo eléctrico generado es de 5000 V/cm. Aplicando la ec.1 se transformaron las señales originales de intensidad en función del tiempo de vuelo de los iones (I vs. t_d) para obtener un espectro de movilidades iónicas de los fragmentos de cada uno de los tres compuestos analizados que se presenta en la Fig.2.

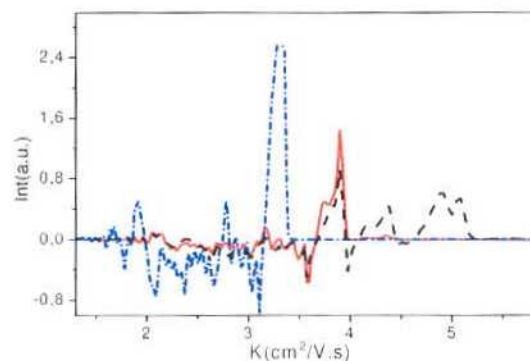


Figura 2: Señales obtenidas por el IMS para (---) tolueno, (—) acetona (---) etanol.

Como podemos observar, las distribuciones obtenidas son diferentes para cada uno de los tres compuestos. En la tabla 1 se comparan los valores de la constante de movilidad de los picos de mayor intensidad con los valores de bibliografía.

Tabla 1

Comp.	K obtenido (cm ² / sV)	K (Bibliografía) [6] (cm ² / sV)
Acetona	3,90	2,13
Etanol	3,88	2,06
Tolueno	3,31	1,87

Comparando los valores se observa que se conserva el orden de las movilidades para cada compuesto. Sin embargo las K obtenidas son mayores que las tabuladas. Esto se puede explicar por el hecho de que los iones generados por la descarga incrementan su energía cinética debido al potencial que experimentan durante un instante posterior al pico de 5Kv. Este aumento de energía se traduce en una disminución de la sección transversal de colisión y por la definición de la constante de movilidad iónica K [2], en un aumento de la misma. Para mejorar la sensibilidad y hacer la identificación de cada uno de los compuestos, se realizó la integración numérica del promedio de la señal de cada detector. En la Figura 3 se presentan los resultados de la señal integrada en función de los detectores. En este caso es posible observar como cada solvente presenta una *huella digital* distinta, dentro del error experimental generada a partir de la combinación de los 7 sensores.

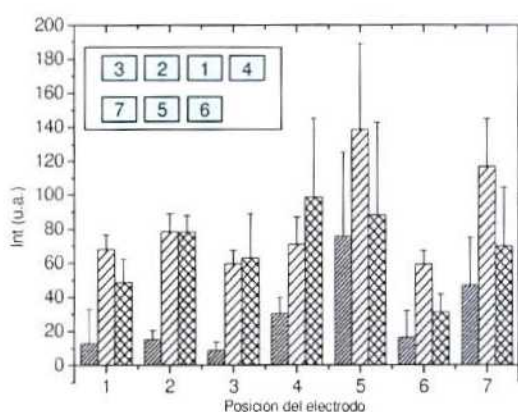


Figura 3: Señal integrada de ($\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$) tolueno, (CH_3COCH_3) acetona y ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) etanol en función de cada detector

La falta de simetría en la distribución de los iones sobre los electrodos puede deberse a la posición de la aguja ionizadora. Por este motivo un nuevo trabajo se está llevando a cabo mediante programas de simulación para determinar este comportamiento.

El sistema desarrollado permite distinguir los tres compuestos estudiados y además ha sido posible detectar hasta 1000 ppm de acetona en una solución de tolueno. Los resultados obtenidos son muy prometedores y permiten establecer las bases para realizar el desarrollo de un IMS para detección de compuestos orgánicos *in situ*.

IV. Conclusión

Se desarrolló un sistema IMS para la detección de compuestos orgánicos y se establecieron las condiciones óptimas de trabajo. Los resultados obtenidos permiten discriminar entre compuestos orgánicos de distintas movilidades iónicas de acuerdo a la bibliografía. Los límites de detección y la sensibilidad del sistema que podrían alcanzarse, permitirán utilizar este sistema para su potencial aplicación a la detección de drogas, explosivos y contaminantes orgánicos.

V. Referencias

- 1-T.W.Carr, Plasma Chromatography (Plenum , New York,1984).
- 2- G.A.Eiceman , Z. Karpas , Ion Mobility Spectrometry (Chemical Ruber , Boca Raton , FL , 2005)
- 3- An, Yuan, Aliaga-Rossel, R., Choi, P., Gilles, J. P. Rev. Scien. Inst. 76, 085105, 2005.
- 4- Solis, A. A. and Sacristán E. Rev. Mex. Fis. 52 (4), 322-328, 2006
- 5- Zhang Mang and Wexler, S. A., Int. Jour. Mass Spect. 258, 13-20, 2006
- 6- N.Agbonkonkon et al. , Analytical Chemistry 76, 5223 - 5229 , 2004 .

Agradecimientos

Los autores agradecen al Dr. Salvador Ortiz por sus aportes en la discusión de este trabajo.

Design of a CF-IMS (Cross Flow Ion Mobility Spectrometry) with MEMS technology.

J.J. Ortiz^{1*}, A. Lamagna¹ and A. Boselli¹

¹Comisión Nacional de Energía Atómica INN, Buenos Aires, Argentina

*Corresponding author: Email jjortiz@cnea.gov.ar

Abstract: We propose a design of a CF-IMS in MEMS based. The aim of this work is to study an option of ion-focusing made with microfabrication technology, the detection mechanism relies on the mobility of ions inside a chamber. Design recommendations to improve efficiency and to determine working conditions are proposed.

1 Introduction: The goal of this effort is to design, simulate and prototype a MEMS microsystem and the use of take advantage of the microscale to implement solutions already imposed on large devices, such as ion-focusing [1]. Ion Mobility Spectrometry (IMS) is a technique to trace and characterize organic vapours in ambient air. It comprises ionization of the molecules and their subsequent temporal flight through an electric field. The analysis and characterization of molecules is based on the analytical separation of different ionic mobilities. IMS for in-situ detection has generated great interest in developers of military, safety and environmental applications [2]. The design of microscale IMS devices requires the precise assessment of the behavior of air as it passes through a chamber where ions are detected, particularly when the volumes that are handled are in the order of the nano or pico litre. As a result, the interaction of the fluid with the geometries that it encounters in its flow path and with the confining walls needs to be properly understood. In the flow of gases inside the chamber of an Ion Mobility Spectrometer (IMS) some difficulties have been observed. The ionization occurs in only 1% of the gas molecules, and only 0.1% of these ions are detected. Due to these limitations, it is essential to accurately determine velocity and pressure fields as well as any possibility of turbulence inception in the chamber, so in other to minimize interaction between molecules and ions that may cause the ions's collisions

grow. The software used was CoventorWare.

2 Model Performance The air enters the channel with a mixture of gas and sample to be measured. The latter is ionized in the pyramids region by an electrical potential applied by a corona discharger [3]. The air flow transports the ions along the chamber into the detectors area, where a perpendicular electrical field produces ion separations according to their mobility, Fig. 1.

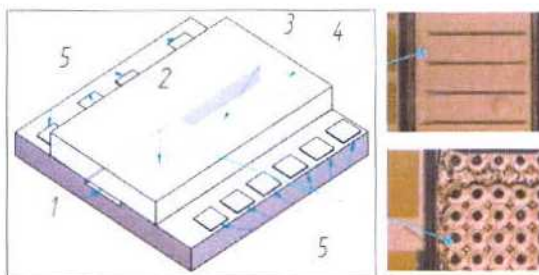


Fig. 1. CF-IMS microdevice: 1. inlet, 2. pyramids, 3. detectors, 4. outlet, 5. pads.

Our device has three zones. The first one is a channel approximately 950 μ m wide, 100 μ m high and 2.5mm long, where pyramids which generate ionization are located. The second zone is a vertically widening section (a backward facing step) of up to 400 μ m in height, with a length of 2.5mm, and the same width as the previous region. This is the beginning of the separation zone. Finally there's the detectors zone, where the ions attach to a series of detectors that are placed perpendicular to the direction of the fluid flow [4] [5].

3 Model Fabrication: The Process was design and simulated with Process Module of software, after that it had been tested in the clean-room MIT Microsystems Technology Laboratories.

3.1 Clean-room process: Channel were formed by successive lithography processes of deposition of silicon nitride and

KOH wet chemical etching, so be achieved set pyramides ionization and two depths of channel that carries the fluid. Pads and contact were made with metal deposition. Modelling results of the manufacturing process and optical mask are shown in Fig. 2.

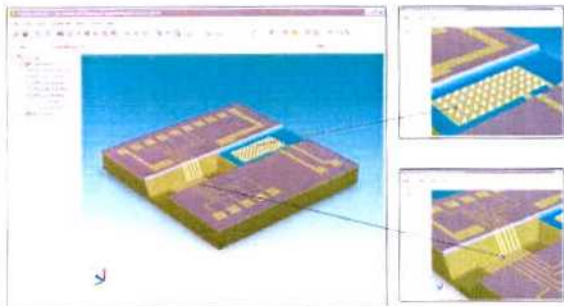


Fig. 2. Three-dimensional model.

4 Model Simulations: Navier-Stokes was used for calculated flow and the electro-static field, whereas Nernst-Planck and Mason equation were used for convection, diffusion and mobility.

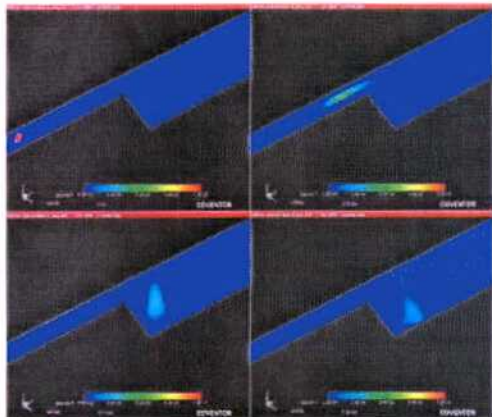


Fig. 3. Nitrogen's ions were simulated with 6v.

4.1 Mesh: The model was meshed with 30,000 volume elements formed by bricks of 15 micrometer in height, width and depth. The focus of the ions is achieved with the concentration of them in the vicinity of the tip of the Pyramids, then exploited the hard flat (111) monocrystalline silicon (100).

4.2 Results: Fig. 3 shows nitrogen ionic species moving in the microsystem, which has no electric field detection; the ions are dragged by the fluid and on the last picture Fig. 4 shows the same species with potential detection of

6 volts in the same ions are collected in the first detector.

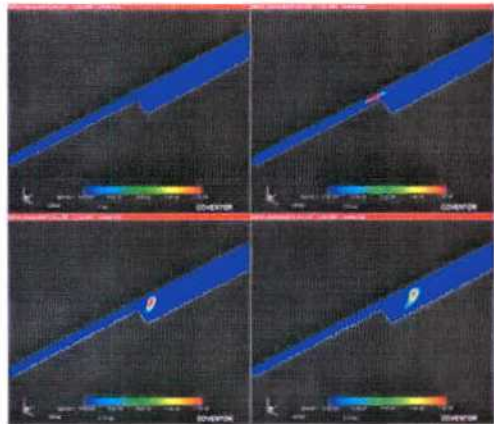


Fig. 4. Nitrogen's ions were simulated with 0v.

5 Conclusions: This effort is towards a first step to a finite element model of MEMS technology can simulate the process of manufacture and operation of an ion detection system. This is an effective tool for the design of these new systems for detection of ionic species in air at atmospheric pressure. The understanding and developing this technology is very important to take advantage of microscale phenomena.

References

- [1] A. A. Solis and E. Sacristán. Designing the measurement cell of a swept-field differential aspiration condenser. *Revista Mexicana de Física*, 52 (4), 2006.
- [2] G. A. Eiceman. *Ion Mobility Spectrometry*. New Mexico State University, Las Cruces, New Mexico, ISBN 0-203-61617-0 (OEB Format), 2005.
- [3] Y. An. Development of a short pulse corona discharge ionization source for ion mobility spectrometry. *Review of Scientific Instruments*, 76, 2005.
- [4] M. Zhang. *Cross flow mobility spectrometry: Theory and initial prototype testing*. *International Journal of Mass Spectrometry*, 258, 2006.
- [5] J.J. Ortiz, A. Allievi, A. Lamagna and A. Boselli G. Electro-aerodynamic Microflow Simulation in a MEMS-based Ion Mobility Spectrometer. 18th Annual Conference of International Society for Ion Mobility Spectrometry. Thun Switzerland, 2009.

Verificación de las Curvas de Paschen y la Ley de Peek en Microionizadores por Descarga Luminiscente

J. J. Ortiz, C. Nigri, C. Lasorsa, D. Rodriguez, P.

Perillo and N. Boggio

Departamento de Micro y Nanotecnología

Comisión Nacional de Energía Atómica

San Martín, Argentina

jjortiz@cnea.gov.ar

Guillermo P. Ortiz

Dto. Física Facultad de Cs. Exactas, Naturales
y Agrimensura

Corrientes, Argentina

gortiz@exa.unne.edu.ar

En este trabajo analizamos el sistema de ionización por descarga luminiscente para su utilización como fuente de iones en un equipo de identificación de compuestos químicos tipo IMS. Se realizaron modelos de descarga corona implementados con tecnología MEMS (Sistemas Micro-electro Mecánicos). Se propone que en la escala micrométrica es posible mejorar rendimientos, confiabilidad y demandas operativas. Así se redujo la tensión de la fuente de alimentación a menos de 1kV.

Generación de iones, movilidad, ionización, descarga glow

I. INTRODUCCION

La espectrometría de movilidad iónica (IMS) es una técnica analítica usada para separar e identificar moléculas ionizadas en fase gaseosa, basada en la medición del tiempo de vuelo de estas partículas arrastradas por un gas que a su vez son movidas por un campo eléctrico. El desarrollo de equipos del tipo IMS para detección in-situ han generado gran interés en especial en aplicaciones militares, de seguridad y ambientales [1]. Una solución alternativa a la determinación del tiempo de vuelo para la identificación de un analito es la detección por flujo cruzado (cross flow) con el cual las partículas ionizadas son desviadas con un campo transversal a la dirección de un flujo de gas de arrastre. Si bien esta propuesta ya ha sido planteada hace un tiempo atrás, existen problemas aun no resueltos que son propios de la escala de tamaños empleada para el diseño de tales dispositivos. En este trabajo investigamos si las leyes macroscópicas de las descargas luminiscentes (glow discharge) permiten determinar las tensiones de trabajo requeridas en la producción de iones para la escala micrométrica.

II. DISEÑO EXPERIMENTAL

La descarga luminiscente se obtiene aplicando una diferencia de potencial entre un par de electrodos metálicos. Se estudian dos configuraciones. La primera de estas es una geometría de platos paralelos y la segunda es de punta y plato. Se utiliza una fuente variable y pulsada a través de un módulo de control electrónico [2], esta fuente entrega una señal del tipo cuadrada entre 0V y la tensión deseada, pudiendo regularse su duración y frecuencia para evitar el deterioro del microdispositivo. La descarga es producida en una burbuja de vidrio con nitrógeno en condiciones normales de presión y temperatura. La Fig. 1 muestra un esquema del control electrónico y la burbuja de vidrio con el arreglo de ionizadores construidos con diferentes distancias entre electrodos [3], [4]. Los microelectrodos y los pads de contacto se fabricaron en cobre sobre un sustrato de boroflow. Primeramente se aplica una capa de titanio y cobre por el método de sputtering, luego se transfiere el patrón con la geometría deseada mediante un proceso de fotolitografía. Después de revelado ese patrón se realiza una electrodeposición de cobre empleando una cuba electrolítica que permite engrosar el espesor de la capa metálica inicial. Se elimina la capa de fotoresina y finalmente a través de un proceso de ataque químico se elimina la capa inicial de titanio-cobre. Con esto el microdispositivo está listo para los ensayos [5].

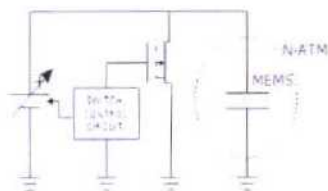


Figure 1. A la izquierda se muestra un esquema de control electrónico de descarga y a la derecha la burbuja de vidrio y los ionizadores utilizados en el ensayo.

III. MODELO FISICO -ANALITICO

Se ha empleado el software CoventorWare 2010 para simular y diseñar el proceso de fabricación del ionizador. El rototipo se elaboró en la sala limpia de microfabricación de INEA. Básicamente existen dos modelos teóricos para diseñar y calcular sistemas de ionización por descarga eléctrica, la ley de Paschen [1], y la ley de Peek [2]. Las curvas de Paschen determinan la tensión de ruptura en función de la distancia de separación para un dieléctrico ubicado entre dos electrodos de placas paralelas[6], también llamado potencial de ignición. El dieléctrico suele ser un gas, por lo que dicho potencial se estudia en función del producto de la presión y la distancia entre electrodos. En la parte izquierda de la Fig. 2 se muestra la geometría de dos platos paralelos fabricados en cobre y a su lado la descarga eléctrica producida entre esos electrodos.

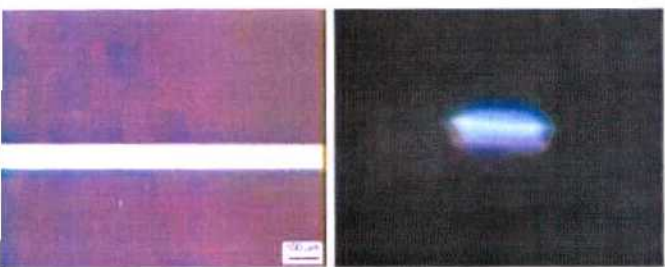


Figure 2. La parte izquierda muestra una fotografía obtenida por microscopía electrónica de los microelectrodos en la configuración de platos paralelos. Parte derecha muestra la descarga producida en el microdispositivo.

Cuando la configuración corresponde a electrodos de punta y plato, se aplica la Ley de Peek. En la parte izquierda de la Fig. 3 se muestra la geometría de punta y plato del ionizador fabricado en cobre y a la derecha la descarga luminiscente producida desde las puntas a los platos. Cada punta tiene una altura de 50 micrones.

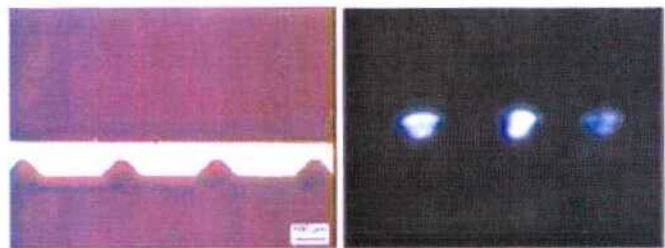


Figure 3. Parte izquierda se muestra una fotografía obtenida por microscopía electrónica de los microelectrodos en la configuración de punta y plato. Parte derecha muestra la descarga producida en el microdispositivo.

Las ecuaciones (1) y (2) determinan las curvas de Paschen para un gas, y predicen el voltaje de ruptura del dieléctrico [3].

$$V_p = B \cdot (p \cdot d) / C + \ln(p \cdot d) \tag{1}$$

$$C = \ln(A \cdot (\ln(1 + 1/\delta))) \tag{2}$$

“V_d” voltaje de ruptura, “p” presión atmosférica, “d” distancia entre electrodos, “A” y “B” son constantes propias del gas.

La ley de Peek es una fórmula empírica que establece la tensión de ruptura para una configuración punta-plato; esta concentra y amplifica la intensidad del campo eléctrico. Cuando el campo eléctrico supera la tensión crítica soportada por el gas comienza la descarga luminiscente[4].

Las ecuaciones (3) y (4) son conocidas como la ley de Peek

$$V_e = m_v \cdot \delta \cdot r \cdot \ln(S/r) \cdot G_v \tag{3}$$

$$G_v = 30 \cdot (1 + 0.301/\sqrt{r \cdot \delta}) \tag{4}$$

“V_e” es la tensión crítica, “m_v” es el factor de irregularidades de superficie, “r” radio de la punta, “S” es la distancia entre platos, “δ” factor de densidad del gas a 25°C and 760 mm Hg (es igual a uno)[7][8].

IV. RESULTADOS

Se realizan los ensayos aplicando las tensiones de prueba hasta obtener el valor de la tensión de comienzo de la descarga eléctrica. Esto se determina visualmente a través de la observación del microionizador con la ayuda de un microscopio óptico. En la Fig. 4 mostramos la tensión de disrupción versus la distancia reducida pd. Se indican en línea continua la curva teórica de la fórmula (1) y en cruces los datos experimentales obtenidos del ensayo con los microdispositivos. En la Fig. 5 se muestra en línea continua la curva que predice la ley de Peek y en cruces los datos experimentales. Estos datos experimentales representan el valor de descarga luminiscente obtenido para cada ionizador en función de la distancia entre electrodos.

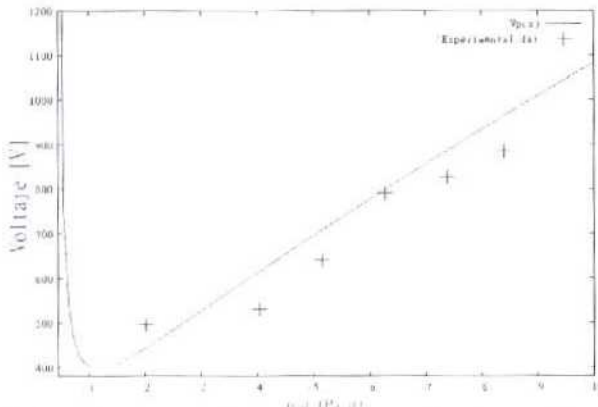


Figure 4. Se puede apreciar en línea continua la curva teórica de Paschen y con cruces se ven los datos experimentales para la configuración de electrodos de placas paralelas.

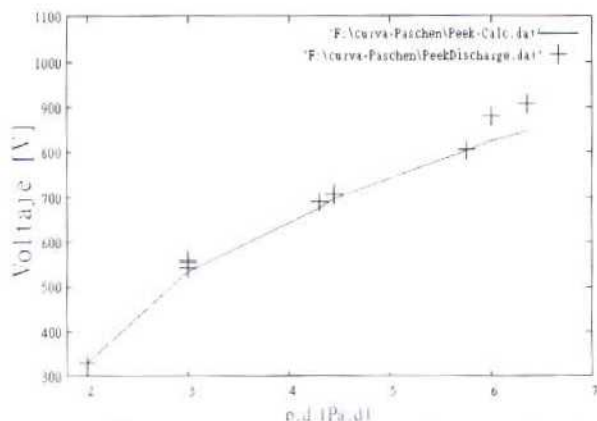


Figure 5. Se aprecia en línea continua la curva teórica dada por la ley de Peek y con cruces los datos experimentales para la configuración de punta y plato.

V. CONCLUSIONES

El potencial de disrupción aumenta con la distancia reducida en el regimen de descarga corona solo a partir de un valor critico. Por debajo de ese valor la teoría establece que se produce descarga del tipo Townsend, pero no ha sido apreciada en forma visual ni a través de instrumentos. Nuestros experimentos muestran que los valores explorados de distancias y geometrias son apropiados para el regimen de descarga luminiscente.

Este trabajo comprobó que las leyes de Peek y Paschen se verifican para la microescala y proporcionan información sumamente importante para el diseño de microdispositivos de descarga corona, ya que entregan una noción clara a cerca del comienzo de la descarga luminiscente, siendo esto fundamental para establecer la tensión inicial y de trabajo del sistema, así también como la determinación de la fuente eléctrica adecuada.

REFERENCIAS

- [1] G. A. Eiceman, Ion Mobility Spectrometry, New Mexico State, USA, ISBN 0-203-61617-0 (OEBFormat), 2005.
- [2] Y. An, Development of a short pulse corona discharge ionization source for ion mobility spectrometry. Review of Scientific Instruments, 76, 2005
- [3] Friedrich Paschen, "Ueber die zum Funkenubergang in Luft, Wasserstoff und Kohlensaure bei verschiedenen Drucken erforderliche Potentialdifferenz", Analen der Physik IEEE Trans. Electron Devices, Vol. ED-29, pp.48-56, 1982.
- [4] F. W. Peek, "Dielectric Phenomena in High Voltage Engineering", McGraw-Hill.
- [5] R.G. Longwitz, "Study of gas Ionization in a glow discharge and development of a micro gas ionizer for gas detection and analysis",
- [6] Thesis N° 2919, Institut de Microelectronique et Microsystemes, Lausanne, EPFL, 2004.
- [7] KTakahito Ono, Dong Young Sim and Masayoshi Esashi, "Micro-discharge and electric breakdown in a micro-gap", J Microeng, 10 (2000) 445-451.

- [8] P. Carazzetti, Ph Renaud, H. R. Shea, "Experimental study of electrical breakdown in MEMS divises scale gaps", Society of Photo-Optical Instrumentation Engineers, 2008.

Modelado del sistema de traslado de iones en un dispositivo de detección por flujo cruzado.

Juan J. Ortiz, Julián Lell y C. Lasorsa

Guillermo P. Ortiz

Departamento de Micro y Nanotecnología
Comisión Nacional de Energía Atómica
San Martín, Argentina
jjortiz@cnea.gov.ar

Dto. Física Facultad de Cs. Exactas, Naturales
y Agrimensura. Univ. Nac. del Nordeste
Corrientes, Argentina

gortiz@exa.unne.edu.ar

Abstract—En este trabajo nos propusimos analizar y comparar los métodos utilizado por la tecnología de espectrometría de movilidad iónica para mover partículas cargadas dentro de un microsistema. La traslación de las partículas a través del fluido es generada por una diferencia de presión.

Index Terms—Flujo cruzado, movilidad iónica, IMSCell

I. INTRODUCCION

La espectrometría de movilidad iónica (IMS) es una técnica analítica usada para separar e identificar moléculas ionizadas en fase gaseosa, basada en la medición del tiempo de vuelo de estas partículas arrastradas por un gas que a su vez son movidas por un campo eléctrico. La velocidad característica de los iones impulsados por un campo eléctrico, denominada velocidad de deriva V_d , ec. (1).

$$V_d = kE \quad (1)$$

Resultando proporcional al campo eléctrico E , siendo k , movilidad iónica, el coeficiente de proporcional. El tiempo de deriva (tiempo de drift) t , determina el tipo de molécula a identificar.

$$t = d/V_d = d/KE \quad (2)$$

Estableciendo el campo E y la distancia d , predeterminadas por la configuración del dispositivo, se obtiene la movilidad K para cada muestra analizada, ec. (2).

A. Sistema de detección por flujo cruzado

El sistema de detección por tiempo de vuelo, necesita para su implementación equipos de dimensiones relativamente grandes por utilizar el tubo de separación en sentido longitudinal, siendo el objetivo de la presente propuesta, mejorar las características de los sensores reduciendo sus dimensiones, cambiando la arquitectura de diseño con un esquema de flujo cruzado, para ello se plantea, una solución alternativa a la determinación del tiempo de vuelo para la

identificación de un analito es la detección por flujo cruzado (cross flow) con el cual las partículas ionizadas son desviadas con un campo transversal a la dirección de un flujo de gas de arrastre [1]. Si bien esta propuesta ya ha sido planteada hace un tiempo atrás, existen problemas aun no resueltos que son propios de la escala de tamaños empleada para el diseño de tales dispositivos. El desarrollo de equipos del tipo IMS para detección in-situ han generado gran interés, en especial sus aplicaciones militares, de seguridad y ambientales [2]. Con respecto al trabajo citado en [3], en el se planteo unicamente la aproximación numérica a través de las ecs. (1 y 7), en el presente trabajo se avanzó en el estudio de otro modelo como el propuesto por el software Simion 8 lograndose obtener resultados comparables entre estos dos modelos.

II. MODELO VIRTUAL

El modelo de la figura 2 fue diseñado y construido en el software CoventorWare, el que permite dibujar las máscaras ópticas del microsistema y delinear el proceso de fabricación, luego, con los dos pasos anteriores se construye un modelo virtual, que puede ser usado en simulaciones multifísica de funcionamiento. El gas a analizar ingresa al microdispositivo por la sección 1, luego en mismo es ionizado en 2, a través de seis ionizadores, estando formados por dos electrodos uno de ellos cuenta con puntas y el otro con un lado plano, al producirse una descarga eléctrica se generan moléculas cargadas, estas son arrastradas por el fluido en dirección de los detectores, estos están dispuestos aguas abajo, la parte superior este electrodo esta dividida en segmentos de 0,9mm separados 0,1mm uno de otro, 3 y 6, en el lado inferior un contra electrodo 4 y 7 para establecer el campo eléctrico de deflexión. El vector campo eléctrico y el generado por el desplazamiento del gas forman el campo de movimiento de las partículas cargadas.

A. Simulación del proceso de fabricación

Los microelectrodos y los pads de contacto fueron fabricados en cobre sobre un sustrato de vidrio. Primero se realizó un proceso fotolitográfico para transferir la geometría deseada sobre el sustrato, se reveló la geometría, quedando

escubiertas las áreas sobre las que se desea depositar el metal cubiertas las áreas sobre las que se eliminará posteriormente. Luego se aplica una capa metálica de titanio y cobre por el método de sputtering, posteriormente se retiró la resina fotosensible, quedando definida la geometría deseada.

El canal de circulación del fluido en el microsistema está formado por los dos sustratos separados por dos pilares 9, que atraviesan el dispositivo en sentido longitudinal, el canal formado mide 2mm de ancho 1mm de alto y 75mm de largo. Luego de diseñar el proceso de fabricación y las máscaras ópticas el simulador construye un sólido como el mostrado en la figura 1.

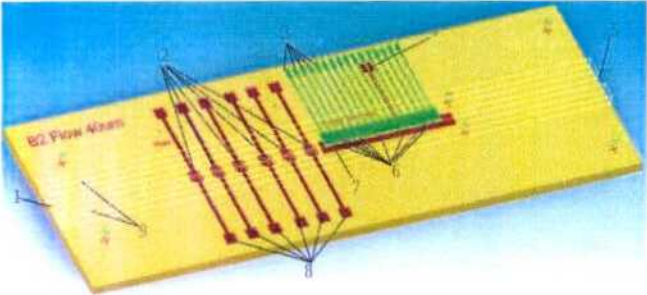


Figure 1. Microdispositivo IMS cross-flow (1. entrada de gas, 2. ionizador, 3,4,8. pads, 6,7. detectores, 5. salida de gas, 9. pilares de vidrio). Modelo virtual. El fluido ingresa al microdispositivo por 1, parte del mismo es ionizado, estas partículas cargadas son movidas por el flujo a los detectores, donde son deflectada por un campo electrostático [3].

III. MODELO ANALÍTICO

El modelado de un fluido moviéndose en un canal implica necesariamente determinar las condiciones en que se encuentra el mismo, para ello se de establecer el régimen de movimiento del fluido, recordando que valores del número de Reynolds menores a 2000 caracterizan al flujo como laminar, esta condición es necesaria para que tenga validez la utilización de las ecs. de movilidad iónica (1) y (2). En nuestro caso la sección no es circular, se deberá calcular el radio hidráulico R_H como en cociente entre área del fluido circulante y el perímetro en contacto con la superficie P_c .

$$R_H = \text{Area} / P_c \tag{3}$$

Entonces, el número de Reynolds para secciones no circulares es igual a:

$$R_D = (4 R_H \text{ } v_f) / \text{Nu} \tag{4}$$

El número de Reynolds representa la relación entre fuerzas inerciales y fuerzas viscosas de flujo de un fluido, siendo Nu la viscosidad y v_f la velocidad del flujo. Con esta información se puede determinar si el flujo es laminar, de transición o turbulento. En régimen laminar el fluido se mueve en capas, con límites claramente definidos y cambios en sus propiedades como velocidad y presión en forma gradual y regulares. El flujo turbulento se caracteriza por cambios en la velocidad y presión de un fluido en el espacio y tiempo. Los valores límite del número de Reynolds para definir diferentes regímenes de flujo dependen de la geometría del dispositivo. En nuestro caso el número de Reynolds es 1170, el flujo se encuentra en régimen laminar. Otro de los números a considerar es el de Knudsen que establece si el fluido debe ser considerado compresible o no, debido a lo expuesto anteriormente se debe

establecer la velocidad del fluido en cada punto del canal, una de las ecuaciones utilizadas para modelar el movimiento de un fluido laminar en un conducto es la ecuación de Poiseville [3], ec. 7.

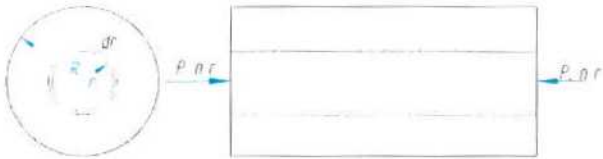


Figure 2. En la figura se ve la representación del esquema utilizado para deducir la Ley de Poiseville, donde se tiene un tubo cilindrico por el que circula un fluido que llena completamente el volumen y se encuentra en flujo laminar, $R_D < 2000$, el movimiento es generado por una diferencia de presiones entre la entrada y la salida.

La velocidad entre dos capas del fluido, una próxima a la pared del tubo y la otra mas alejada, será distinta por la existencia de viscosidad, en las cercanías de la pared del conducto el flujo se encuentra detenido y en la mitad del canal su velocidad será máxima, el valor de la velocidad del flujo a lo largo del canal describe una parábola. Ahora bien, la fuerza F por el área actuante sobre la capa será proporcional al gradiente de velocidad por un coeficiente de proporcionalidad,

$$F / \text{Area} = \text{Nu} (d v_f / dr) \tag{5}$$

este coeficiente es la viscosidad Nu , representada como la fricción entre las capas del fluido. También debemos decir que en los extremos del tubo existe una fuerza generada por la diferencia de presiones de la entrada y la salida.

$$F = (P_1 - P_2) \pi r^2 \tag{6}$$

Sustituyendo en la ecuación (5) la fuerza F de la ec. (6) e integrando para todo el dominio obtenemos la ecuación de Poiseville.

$$V_g = ((P_1 - P_2) / 4 \text{Nu} L) (R^2 - r^2) \tag{7}$$

La ecuación de movilidad iónica ec. (1) y la ecuación de Poiseville ec. (7), componen el movimiento de partículas cargadas dentro del microsistema, afectadas por un campo de velocidades y un campo electrostático.

Algunos modelos analíticos utilizados para modelar este tipo de dispositivos consideran la velocidad a lo largo del canal como constante, también algunos software incurren en estas consideraciones, como lo hace el software Simion 8 [5 y 6]. A continuación mostramos las simulaciones obtenidas con el software Simion 8 figuras (4 y 6) y la comparación con un programa realizado con el lenguaje Perl figuras (3 y 5), ambos simulan la trayectoria descrita por partículas cargadas moviéndose en un campo electrostático en dirección vertical ec. (1), y arrastradas por un fluido en la dirección horizontal ec. (7).

A. Comparación de los modelos

Las simulaciones se realizaron sobre la zona de detección, la misma está formada por un electrodo de 9mm de largo y opuesto a este 9 electrodos de 0,9 mm separados 0,1 mm cada

no. Primeramente se simulan en el software Simion 8 artículos de Nitrógeno ionizadas con una velocidad de flujo e 16 m/s y un campo eléctrico de 9 y 18kV/m.

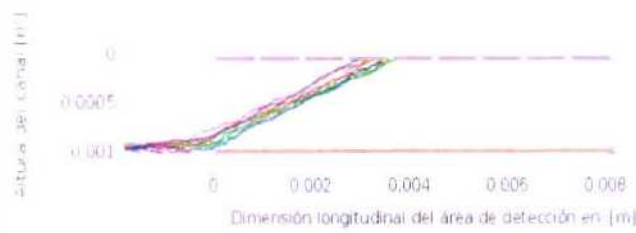


Figure 3. Imagen obtenida con el software Simion 8 del movimiento de iones de Nitrógeno dentro de la cámara de detección con una velocidad de flujo de 16 m/s y un campo eléctrico de 18kV/m.

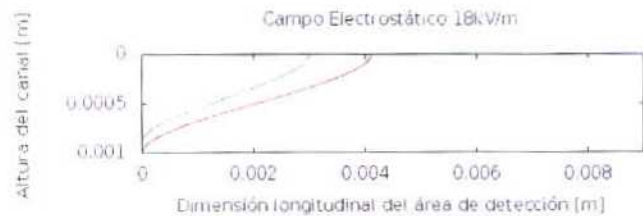


Figure 4. Imagen de la simulación realizada con Perl de las expresiones matemáticas de las ecs. (1 y 7) del movimiento de iones de Nitrógeno dentro de la cámara de detección con un campo eléctrico de 18kV/m.

Posteriormente se realizan las corridas numéricas para intensidades de campo eléctrico de 9 y 18 kV/m, figuras (4 y 5). Los modelos son cargados con iones de Nitrógeno para una velocidad de flujo de 16 m/s.

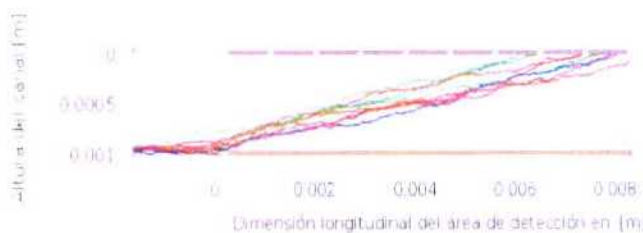


Figure 5. Imagen obtenida con el software Simion 8 del movimiento de iones de Nitrógeno dentro de la cámara de detección con una velocidad de flujo de 16 m/s y un campo eléctrico de 9kV/m.

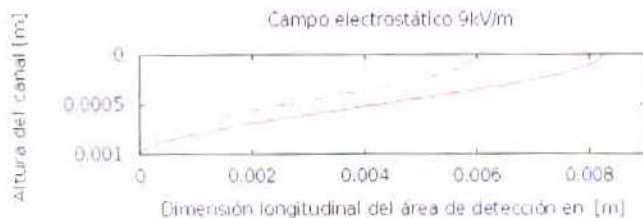


Figure 6. Imagen de la simulación realizada con Perl de las expresiones matemáticas de las ecs. (1 y 7) del movimiento de iones de Nitrógeno dentro de la cámara de detección con un campo eléctrico de 9kV/m.

IV. RESULTADOS Y CONCLUSIONES

En las figuras (3 y 5) mostramos la simulación realizada con el software Simion 8 y la comparación con el programa escrito en lenguaje Perl de las expresiones matemáticas de la movilidad iónica ec. (1) y la ecuación de Poiseville para el movimiento de un fluido laminar ec. (7).

Las dos curvas de la figuras (4 y 6) muestran los límites de las trayectorias descritas por las partículas cargadas en su camino desde la zona de ionización hasta los detectores. En tanto que el software Simion 8 simula las trayectorias de cada partícula cargada por separado, por esta razón se aprecian gran cantidad de líneas.

Estos resultados, demuestran que la configuración adoptada en el presente diseño, permite obtener una optimización en la medición de los parámetros de flujos en un recinto miniaturizado, minimizando las energías necesarias para el proceso, costo matemático del cálculo, reduciendo costos de materiales, y lograndose una excelente maniobrabilidad del sensor, y opciones de uso casi ilimitadas. Así mismo y como se aprecia en las imágenes los resultados obtenidos son comparables pero el costo matemático del cálculo requerido por el software y el valor económico del mismo, ponen de manifiesto las ventajas con las que cuenta la aproximación realizada con las expresiones de las ecs. (1 y 7), además la ecuación de Poiseville realiza una aproximación mas realista de la variación parabólica de la velocidad del fluido en el canal.

REFERENCIAS

[1] A. A. Solis and E. Sacristán. Designing the measurement cell of a swept-field differential aspiration condenser. Revista Mexicana de Física, 52 (4), 2006.

[2] G. A. Eiceman, Ion Mobility Spectrometry, New Mexico State, USA. ISBN 0-203-61617-0 (OEBFormat), 2005.

[3] J. Ortiz, Guillermo P. Ortiz, Christian Nigri, Carlos Lasorsa. Scalable design of an IMS cross-flow micro-generator/ion detector.

[4] Mott, Robert (2006). Mecánica de fluidos aplicada (6ª edición). México: Pearson Educación. ISBN 0-02-384231-8.

[5] Development of an IMS Type Device for Volatile Organic Compunds Detection: Simulation and Comparision of the Ion Distributions. Guillermo P. Ortiz, Carlos A. Rinaldi, Norberto G. Boggio, Juan Vorobioff, Juan J. Ortiz, Sergio Gómez, Gustavo A. Aucar, Alberto Lamagna, Alfredo Boselli. (<http://arxiv.org/abs/0902.1206>). Physics Instrumentation and Detectors 2009.

[6] Thesis N° 2919, Institut de Microelectronique et Microsystemes. Lausanne, EPFL, 2004.

Design and testing of a IMS-cell detector (with MEMS technology)

J.J. Ortiz¹, G. P. Ortiz², C. Nigri¹, C. Ruiz¹, A. Lamagna¹ and C. Lasorsa³

¹Comisión Nacional de Energía Atómica, Buenos Aires, Argentina,
jjortiz@cnea.gov.ar, nigri@tandar.cnea.gov.ar, cgruiz@cnea.gov.ar, lamagna@tandar.cnea.gov.ar

²Universidad Nacional del Nordeste, Corrientes, Argentina
gortiz@exa.unne.edu.ar

³Universidad Tecnológica Nacional, FRH, Argentina
lasorsa@cnea.gov.ar

Abstract:

We propose a compact design of a IMS-cell detector. The aim of this work is to study and testing an option of IMS-cell detector made with micro-fabrication technology, the detection mechanism relies on the mobility of ions inside a chamber. Our Microsystems has a channel where enter the gas to analyze continuously, in the first part of the channel gas is ionized (glow-discharge), the fluid continues its movement to the detection area where a series of condensers to which an electric field is applied to him to a tension forming that obtains deflection of the trajectory of ions according to its mobility. The device uses the detection model called cross-flow [1].

Key words: ion, mobility, microsystems and cross-flow.

Introduction

The goal of this effort is to design and fabrication a MEMS microsystem and the use of take advantage of the microscale to implement solutions already imposed on large devices. Ion Mobility Spectrometry (IMS) is a technique to trace and characterize organic vapors in ambient air. It comprises ionization of the molecules and their subsequent time of flight through an electric field. The analysis and characterization of molecules is based on the analytical separation of different ionic mobilities. IMS for in-situ detection has generated great interest in developers of military, safety and environmental applications [2]. The design of microscale IMS devices requires the precise assessment of the behavior of air as it passes through a chamber where ions are detected, particularly when the volumes that are ionized are in the order of the nano or picoliter. As a result, the interaction of the fluid with the geometries that it encounters in its flow path and with the confining walls needs to be properly understood. In the flow of gases inside the chamber of an Ion Mobility Spectrometer (IMS) some difficulties have been observed. Our proposed model used an ion source of the type corona discharge, the disposition point-plate and the detection is realised with the flow-cross system [3].

Analytical models

Models based on the law of Peek to design the ions generation system and the model of differential flat condensers for the detection of ions was used in this device. Peek's law is an empirical formula to establish the breakdown voltage for point-plate systems, it concentrates the electric field strength at the tip, generating an electric field amplification. Below the breakdown value, when the electric field intensity exceeds the maximum value supported by the dielectric at a distance equal to the product of tip radius and neperian number, corona discharge begins [4]. The equations (1) and (2) represent the Peek's law.

$$V_e = m_v \cdot \delta \cdot \ln\left(\frac{S}{r}\right) \cdot G_v \quad (1)$$

$$G_v = 30 \cdot (1 + 0,301)/\sqrt{r \cdot \delta} \quad (2)$$

"V_e" is the visual critical corona voltage, "m_v" irregularity factor for the condition of the surfaces, "r" radius of tip, "S" is twice the distance between the tip and plate, "δ" air density factor at 25°C and 760 mm Hg (is equal to one) [5].

The design of the chamber of ion detection was realized with equation 3. The mobility equation gives an approximation, which represents a

straight line that sets the limit four ions space detection camera ions with greater mobility to the established by formulates it will be trapped within the grated area of fig. 2 and those of less mobile reach subsequent detectors.

$$K_{mov} = \frac{h \cdot V_f}{x \cdot E} \tag{3}$$

"K_{mov}" the mobility of ions in electric field, "h" the height of the channel, "V_f" the velocity average of the gas, "x" the length of the detector, "E" the intensity of electric field. This equation is a composition of two vectors of movement that define the trajectory of charged particles moving in an electrical field with a velocity of drag. The vector of flow, considered constant in an approach of first order moves in the sense of x, the second vector generated by the field and is perpendicular to the previous vector.

Design Model

The system of underestimating has separate tips and dishes 40 μm with what the breakdown voltage from is about 650 volts. The maximum velocity of gas in the channel is 16 m/s (flow rate 2 l/min) and the height of the channel, separated from capacitors for detection, is 1 mm.

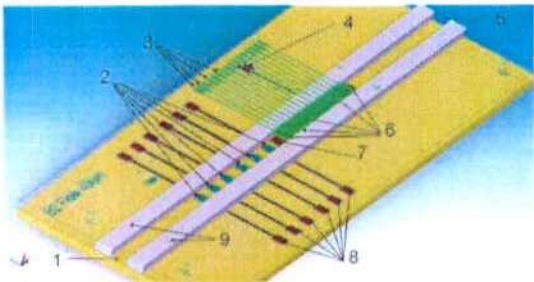


Fig. 1. IMS-cell microdevice (1. inlet, 2. ionizers, 3,4,8. pads, 6,7. detectors, 5. outlet, 9. glass pillars) The virtual model of IMS-cell is appraised microdevice. The gas enters within the channel, part ionizes there, fluid follows its movement until the zone of detection where they are an adjustment of electrodes forming an electrostatic field.

Fabrication process

The manufacture was simulated through software CoventorWare 2010 [5], were realized the optical masks necessary to define the geometry that defines the model. Firstly a photolithograph process is realized on glass, in one of the substrates the ionization sources are designed and the con electrode of detection and on a second substrate the detection

electrodes are defined. Soon a metal deposition is realized through the technique of cathodic deposition (Sputtering) [7], in the following step removes the resin, this technique receives the name of lift-off, in fig. 3 an image of optical interferometry of the copper ion generators can be seen realized on a glass substrate. The channel by where the fluid moves forms with the union of the substrates and two glass pillars fig. 1. The separation of the substrates and the size of the pillars correspond to height "h" of equation 3.

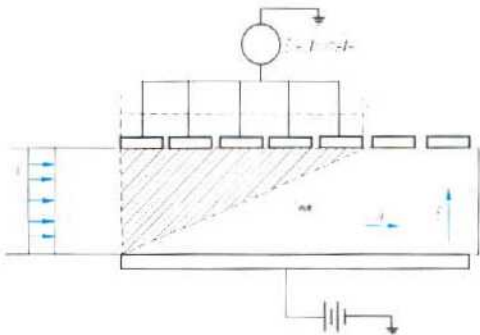


Fig. 2. Scheme of basic detection to first order, two vectors of movement within the detection camera consider, first of the vectors is the velocity average of the flow in longitudinal sense and the vector generated by the mobility of the charged particle in an electric field, generated by a source DC between the electrode inferior and the electrodes superiors. The measurement of loads is realized through an electrometer.

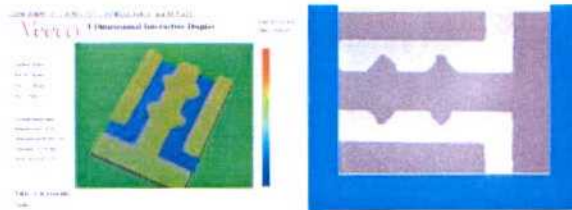


Fig. 3. This image was realized with a microscope of optical interferometry, is appraised the system of ion generation, the electrodes were micromade in copper on a glass substrate.

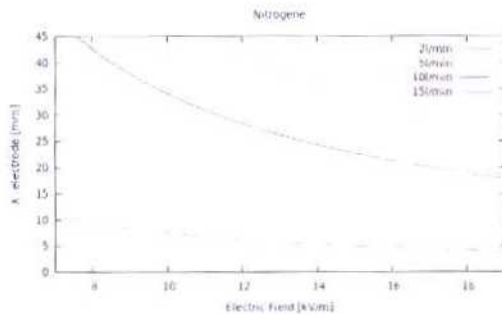


Fig. 4. Graph made from the equation (3) which analyzes ions of nitrogen, looking for the long ideal of the electrode according to the applied field for various flow velocity 2,5,10 and 15 l/min.

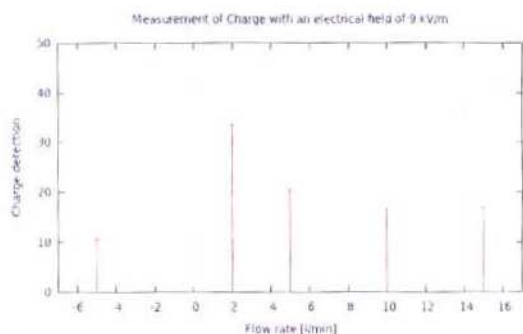


Fig. 5. The image see the signal detection for a field of 9 kV/m by varying the flow rate of the gas, the electrode detector has a length of 5mm. The greater value of charge for the flow rate of 2l/min was obtained.

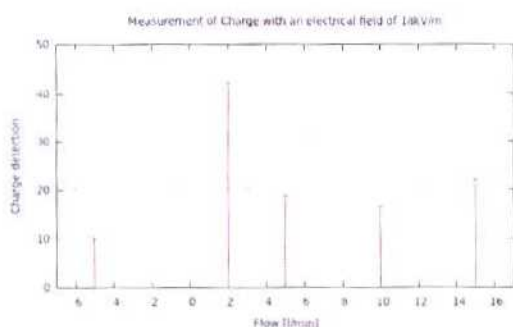


Fig. 6. The image see the signal detection for a field of 18 kV/m by varying the flow rate of the gas. The electrode detector has a length of 5mm. The greater value of charge for the flow rate of 2l/min was obtained and with the increase of the electrostatic field it increases the charge detected.

Testing the model

The gas used for the experiment was Nitrogen. The electrical source used was DC up to 1kV attached to an electronic pulse generator. The detection capacitors connected in series to create a field electric of deflection ($x=5\text{mm}$), these are connecting an electrometer, varying the field electric between 9 and 18 kV/m [8], [9].

Results and Conclusions

The graphics of mobility fig 4, shows a perfect situation for an electrode of 5 mm long and 18 kV/m all ions present in the channel arrived at detectors, and should get the value of increased charge. In the case that the field value is 9 kV/m situations in will be less favourable as well as for higher flow speeds. In addition the case was analyzed I practice to introduce a flow in inverse sense, negative flow, in this situation the ions do not arrive at the detectors since they move in opposed sense of this form settles down a measurement floor in which they are including the errors of the measurement.

It can be observed a clear correspondences between the analytical formulation of detection and experimental determination, allowing them to use as a design tool.

References

- [1] A. A. Solis and E. Sacristan. Designing the measurement cell of a swept-field differential aspiration condenser. *Revista Mexicana de Física*, 52 (4), 2006.
- [2] M. Zhang. *Cross flow mobility spectrometry: Theory and initial prototype testing*. International Journal of Mass Spectrometry, 258, 2006.
- [3] G. A. Eiceman, Z. Karpas, *Ion Mobility Spectrometry*. Taylor and Francis, 2nd Edition 2005.
- [4] F. W. Peek. "Dielectric Phenomena in High Voltage Engineering", McGraw-Hill.
- [5] Verification of Paschen curve and Peek's Law in Micro Glow-discharge, II Congreso de Microelectrónica y Aplicaciones. uEA 2011. La Plata, Argentina. ISBN 978-950-34-0749-3, pag. 235-237. <http://iecon02.us.es/ASIGN/SEA/>.
- [6] Stephen B. Senturia. *Microsystem Design*. Publication Date: November 30, 2000. ISBN-10: 0792372468. ISBN-13: 978-0792372462.
- [7] Stefan Zimmermann, Nora Abel, Wolfgang Baether, Sebastian Barth, 2007 An ion-focusing aspiration condenser as ion mobility spectrometer, 2007. ScienceDirect, Sensors and Actuators B 125 (2007) 428-434.
- [8] STUDY OF GAS IONIZATION IN A GLOW DISCHARGE AND DEVELOPMENT OF A MICRO GAS IONIZER FOR GAS DETECTION ANALYSIS. Ralf G Longwitz, Lauzanne EPFL, 2004.

Design of a IMS-cell of generation and detection of ion with cross-flow system fabricated with MEMS technology.

J. J. Ortiz^a, G. P. Ortiz^b, C. Lasorsa^{a,c}, C. Nigri^a

^a Comisión Nacional de Energía Atómica, Buenos Aires, Argentina

^b Universidad Nacional del Nordeste, Corrientes, Argentina

^c Universidad Tecnológica Nacional, FRH, Argentina

This work was based on the optimization of the design of a microsystems of generation and detection of the IMS (Ion Mobility Spectrometry) gas cross flow (cross flow) system. The objective was to show ingenious solutions in this field of knowledge, which simplify design, simulation and construction in a substantial way.

Introduction

IMS is an analytical technique used to separate and identify ionized molecules in the gas phase based on their ion mobility and flight time in a carrier buffer gas. IMS for in-situ detection has generated great interest in developers of military, safety and environmental applications. Taking advantage of the micro-scale it is possible to develop new solutions based on already known technologies for macro scale devices, such as Glow-Discharge and the detection system cross-flow. The understanding of these phenomena is of up-most importance in the sensitivity of the micro-systems.

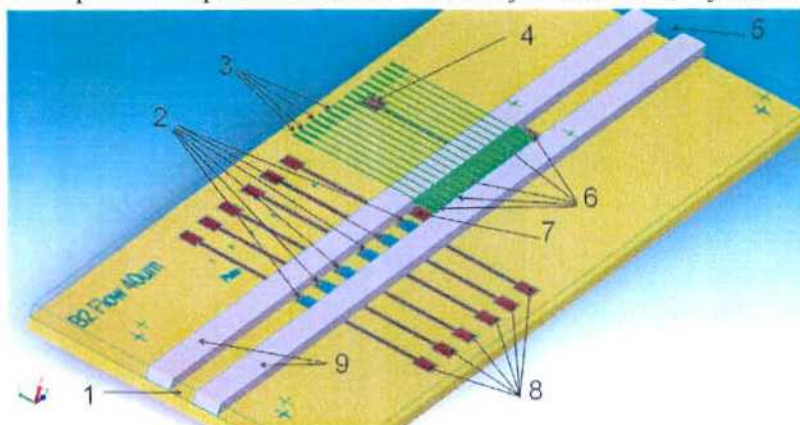


Figure 1. IMS-cell microdevice (1. inlet, 2. ionizers, 3,4,8. pads, 6,7. detectors, 5. outlet, 9. glass pillars) The virtual model of IMS-cell is appraised microdevice. The gas enters within the channel, part ionizes there, fluid follows its movement until the zone of detection where they are an adjustment of electrodes forming an electrostatic field.

Analytical model

Source of ions.

Models based on the law of Peek to design the ions generation system and the model of differential flat condensers for the detection of ions was used in this device.

Peek's law is an empirical formula to establish the breakdown voltage for point-plate systems, it concentrates the electric field strength at the tip, generating an electric field amplification. Below the breakdown value, when the electric field intensity exceeds the maximum value supported by the dielectric at a distance equal to the product of tip radius and neperian number, corona discharge begins [4]. The equations (1) and (2) represent the Peek's law.

$$V_e = m_v \cdot \delta \cdot r \cdot \ln(S/r) \cdot G_v \quad (1)$$

$$G_v = 30 \cdot (1 + 0.301/\sqrt{r \cdot \delta}) \quad (2)$$

The value of the beginning of the corona discharge with the distance between end and plate and the radius of the end are important parameters in the design of the microdevice.

Detection system.

The design of the chamber of ion detection was realized with equation (3) and (4), figure 2. Through the equation of mobility a line is obtained limits approximate between charged particles of major and less mobility figure 4.

$$K_{mob} = h \cdot V_f / x \cdot E \quad (3)$$

The mobility of ions in electric field K_{mob} , h the height of the channel, V_f the velocity average of the gas, x the length of the detector, E the intensity of electric field.

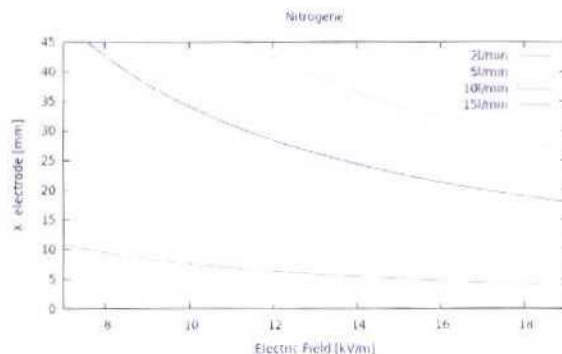


Figure 2. Graph made from the equation (3) which analyzes ions of nitrogen, looking for the ideal length of the electrode according to the applied field for various flow velocity 2,5,10 and 15 l/min. Taking the case of a speed of flow of 2 l/min and intensity of electrical field from 9kV/m the length of the electrode is of less than 5mm for the analytical case.

Equation [3] is a composition of two vectors of movement that define the trajectory of charged particles moving in an electrical field with a velocity of drag. The vector of flow in x direction, the second vector V_d generated by the electrostatic field E and is perpendicular to the previous vector, equation (4) and (5).

$$V_d = K_{mov} \cdot E \quad [4]$$

$$Vf = ((P1-P2)/(4*v *L)) *h^2-r^2 \quad [5]$$

The real velocity of the fluid in the channel equation (5) it is generated by the pressure differential between the entrance and exit P1 and P2, L it is the length of the channel, h is dimension of the channel and r is variation of the height of the channel between 0 and h.

The importance of the calculation of the velocity along the canal is based on the need to know its exact value in every moment, since if the velocity is too high risk that the flow becomes turbulent, the number of Reynolds Rd should be <2000, and who by the raised equations lose validity and efficiency of the device falls on the other hand if the velocity is too slow the possibility that generated ions die, also from the point of view of design.

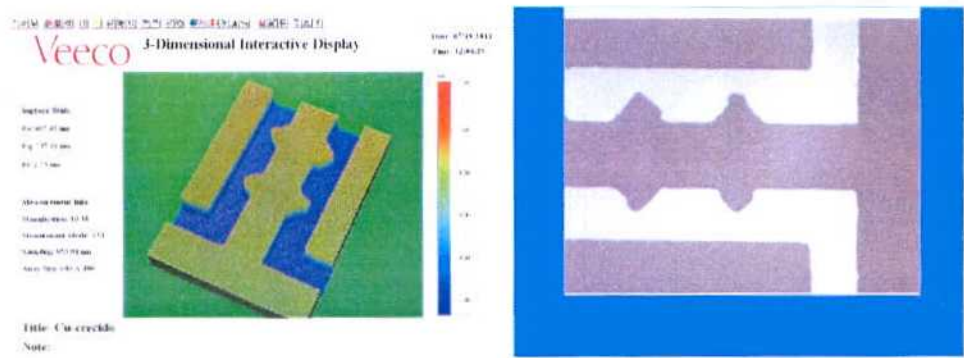


Figure 3. This image was realized with a microscope of optical interferometry, is appraised the system of ion generation, the electrodes were made in copper on a glass substrate.

Model Fabrication

The manufacture was simulated through software CoventorWare 2010 [5], were realized the optical masks necessary to define the geometry that defines the model. Firstly a photographic process is realized on glass, in one of the substrates the ionization sources are designed and the con electrode of detection and on a second substrate the detection electrodes are defined. Soon a metal deposition is realized through the technique of cathodic deposition (Sputtering) [7], in the following step removes the resin, this technique receives the name of lift-off, in figure 3 an image of optical interferometry of the copper ion generators can be seen realized on a glass substrate. The channel by where the fluid moves forms with the union of the substrates and two glass pillars figure 1. The separation of the substrates and the size of the pillars correspond to height h (h=1mm) of equation 3.

Experimental Design

The gas used for the experiment was Nitrogen. The electrical source used was DC up to 1kV attached to an electronic pulse generator. The detection capacitors connected in series to create a field electric of deflection (x=9mm and 5mm), these are connecting an electrometer, varying the field electric between 9 and 18 kV/m [8], [9].

Scalable design of an IMS cross-flow micro-generator/ion detector

This article has been downloaded from IOPscience. Please scroll down to see the full text article.

2013 J. Micromech. Microeng. 23 045024

(<http://iopscience.iop.org/0960-1317/23/4/045024>)

View [the table of contents for this issue](#), or go to the [journal homepage](#) for more

Download details:

IP Address: 168.96.65.228

The article was downloaded on 18/04/2013 at 14:42

Please note that [terms and conditions apply](#).

Scalable design of an IMS cross-flow micro-generator/ion detector

Juan J Ortiz¹, Guillermo P Ortiz^{2,3}, Christian Nigri¹ and Carlos Lasorsa¹

¹ Comisión Nacional de Energía Atómica, Av. Gral Paz 1499, CP 1650, San Martín, Pcia. de Buenos Aires, Argentina

² Departamento de Física, Facultad de Ciencias Exactas, Naturales y Agrimensura, Universidad Nacional del Nordeste, Av. Libertad 5450 Edificio B, W3404AAS, Campus UNNE, Corrientes, Argentina

³ Instituto de Modelado e Innovación Tecnológica, CONICET—Universidad Nacional del Nordeste

E-mail: jjortiz@cnea.gov.ar and gortiz@exa.unne.edu.ar

Received 28 July 2012, in final form 14 February 2013

Published 13 March 2013

Online at stacks.iop.org/JMM/23/045024

Abstract

Ion-mobility spectrometry (IMS) is an analytical technique used to separate and identify ionized gas molecules based on their mobility in a carrier buffer gas. Such methods come in a large variety of versions that currently allow ion identification at and above the millimeter scale. Here, we present a design for a cross-flow IMS method able to generate and detect ions at the sub-millimeter scale. We propose a novel ion focusing strategy and test it in a prototype device using nitrogen as a sample gas, and also with simulations using four different sample gases. By introducing an original lobular ion generation localized to a few ten of microns and substantially simplifying the design, our device is able to keep constant laminar flow conditions for high flow rates. In this way, it avoids the turbulences in the gas flow, which would occur in other ion-focusing cross-flow methods limiting their performance at the sub-millimeter scale. Scalability of the proposed design can contribute to improve the resolving power and resolution of currently available cross-flow methods.

(Some figures may appear in colour only in the online journal)

1. Introduction

Ion-mobility spectrometry (IMS) is a well-established analytical technique used to separate and identify ionized molecules in the gas phase of a volatile compound. This technique is based on the molecules' mobility in a carrier buffer gas. The ions acquire a drift velocity through their mobility due to interactions with an electric field of magnitude E . To the lowest order, drift velocity is

$$v_d = KE, \quad (1)$$

with K the ion mobility, which allows us to identify the compound. A dependence of K with thermal fluctuation, electrical charge, gas density and collision cross-section, can be obtained from the balance between mobility and diffusion forces during an elastic collision of the ionized molecule against a neutral molecule [1, 2].

Traditional devices for time-of-flight IMS [3] come in a wide range of sizes (often tailored for a specific application)

and are capable of operating under a broad range of conditions [4] above the millimeters scale [5]. These devices use an ion impulse field that is parallel to the flow of the carrier gas [3]. In contrast, aspiration condenser IMS also known as cross-flow methods [6, 7] use an impulse field that is transverse to the flow of the carrier gas. A transverse impulse field allows splitting of a stream of ions within the flow of the carrier buffer gas, according to the respective mobility of ions [8]. Two main movement vectors are obtained: one in the flow's direction and the other perpendicular to it. Devices that apply this method are remarkably compact and relatively easy to manufacture using micro-system technology.

There are many methods of cross flow combined with pattern recognition and also mass-spectrometry for ion identification [2, 9, 10]. One problem with these methods is the low resolving-power due to overlapping of ions on detectors caused by diffusion and space charge effects. Such effects can be reduced by increasing the flow rate as long as laminar flow conditions remain the same. A swept-field aspiration condenser IMS uses a variable electric drift field

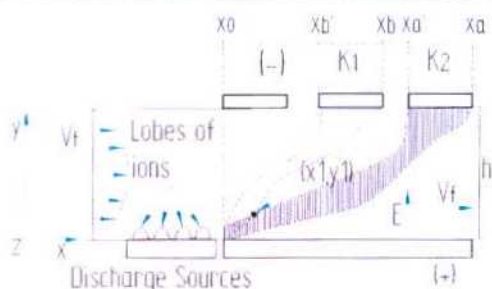


Figure 1. Longitudinal section of the channel with localized production of ions (lobes of ions) and the trajectory that follows these particles within the detection area. Due to ion localization, generated flows result in a stream of ions with small sections like focused ions. Under laminar flow conditions field E drifts ions to produce the stream reaching the detectors. Ions with larger mobility K_1 reach the detectors closer to the entrance, between positions (x_b, h) and (x'_b, h) , whereas ions with smaller mobility K_2 reach the detectors at farther positions, between (x_a, h) and (x'_a, h) .

to move all ion species across a single detector electrode [11]. A variable deflection voltage applied to a single detector electrode can replace a detector made by an array of electrodes. An ion mobility distribution is obtained by applying the discrete inverse Tammet transformation to $I(V)$ data. However, reconstruction of the ion mobility distribution is difficult when the signal to measure is comparable to the noise and, therefore, identification possibilities of the actual signal are reduced.

A radioactive ionization source is commonly used to produce ions. However, in this way, ions completely cover the entrance to the detection zone making their identification difficult. To increase identification capabilities, some ion-focusing methods proposed [12, 13] the use of funnels to guide ions before the splitting caused by the transverse impulse field. Basically, ion focusing creates a concentrated starting point for ions to start to travel forming a well-defined trajectory for each compound and allowing to improve ion identification. Ions with different mobility will have different trajectories [12]. It has been utterly expensive and complex to apply this kind of solution so far, because of the inconveniences existing at the sub-millimeter scale. In the ion-focusing aspiration condenser IMS, funnels or intricate channels are implemented to narrow down the flow inside the system [12, 13], thus generating potential turbulences which do not allow the ions to continue their travel. This results in a loss of identification efficiency [14] when both high flow rates and a laminar condition are necessary.

Here, we present novel concepts for a different approach to produce ion focusing without any physical object acting as a funnel. As illustrated in figure 1, ions with mobilities K_1 and K_2 , where $K_1 > K_2$ starting at the same initial location near generated lobes of ions and defined by a stream of ions with lower position $(x_0, 0)$ and higher position (x_0, h_0) travel toward the detection area forming two streams. One stream reaches the detection area that starts in (x'_b, h) with length $x_b - x'_b$ for ions with K_1 mobility. The other stream reaches the area that starts in (x'_a, h) with length $x_a - x'_a$ for ions with K_2 mobility. None of the ion streams will overlap detectors, and the required separability will be verified as long as the trajectory of ions with larger mobility (and moving on the

lowest side of the ion stream) and the trajectory of ions with smaller mobility (moving on the higher side of the ion stream) will meet at a point (x_1, y_1) , $y_1 \leq h$, with h being the channel height.

This work is organized as follows. Section 2 presents basic equations describing the proposed model. Section 3 describes the integrated prototype that we designed containing the two main parts for ion generation and ion detector. Section 4 summarizes results for witness of the corona discharge regime of the proposed ion generation. Section 5 describes how to deal with the transport of micro-generated ions from their origin to detection. Section 6 presents analysis of the experimental prototype setup to generate localized ions or lobes of ions. This section also presents a numerical simulation of the resolving power and resolution to show the advantages of our proposed device. Finally, section 7 includes our main conclusions.

2. Theory

The hypothesis based on a localized ion generation and laminar flow means that the access of generated ion to the detection zone is very small, with height $y \approx 0$. For a constant carrier flow in the detection zone, two orthogonal components exist in ion movements: the constant flow velocity v_f and the drift velocity v_d , equation (1). Therefore, considering that an ion from $(x_0, 0)$ uses the same time to arrive to the detector in (x, h) for each direction of movements, we obtain

$$x - x_0 = \frac{v_f h^2}{K V}, \quad (2)$$

where the drift field can be estimated by V/h , assuming border effects are negligible and the electric voltage V , applied on the detectors, generates a uniform field in the detection zone. Having defined a desired meeting point (x_1, y_1) for those trajectories in the plane xy in figure 1 and assuming uniform velocities as in equation (2), we can estimate

$$x_1 - x_0 = \frac{v_f h}{K_1 V} y_1 = \frac{v_f h}{K_2 V} (y_1 - h_0). \quad (3)$$

With the voltage V and flow velocity v_f being the same for both molecules, we propose that separability will be guaranteed provided that $y_1 \leq h$. Therefore, in the case $y_1 = h$, we find an upper bound for the ion-focusing size

$$h_0 = h \left(1 - \frac{K_2}{K_1} \right), \quad (4)$$

needed to separate two ionized molecules according to their mobility and the channel height. Our main hypothesis centers on ion focusing being possible via the geometric design of the ion-generator. Equation (4) provides an upper bound for the scaling of this focalization with the detection size of the device allowing the identification of the species. This requirement to scale the system prompted us to use micro-system technology. The originality of the present research lies in the solution reached.

3. Description of the proposed micro-device

The device was designed considering both the position and direction of mobility vectors of ions, from the generation

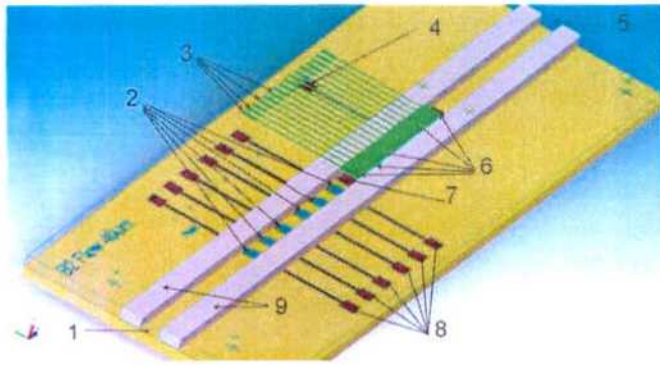


Figure 2. Three-dimensional model of the proposed micro-device. The carrier gas mixes and the sample enters a guide channel determined by two guides (9) and two substrates (1) (only the inferior substrate is shown). In the area of ionization, six sources mounted on the surface of the inferior substrate, connect individually (2) through connection electrodes (8). A single connection (4) flat electrode (7) is mounted over the inferior substrate of the detection zone. Sectioned flat electrodes (6) that connect individually (3) are mounted on the superior substrate. The carrier gas is finally released through an exit (5).

and transportation of ion up to their detection. This design was made possible by arranging the respective directions of electric discharges, fluid transportation and the electric fields used for detection, orthogonally to each other. In this way, we minimized influences among the ion movements in these directions. By employing a virtual model of the micro-device using the CoventorWare software [15] we constructed the design shown in figure 2. This software allows us to simulate the construction of the model; from the optic layers to the manufacturing process [18]. With lift off, the design proceeds; a positive photo-resin is deposited on a glass substrate and protected with a plastic cover, containing the image of the target structure. The resin is modified by UV light in unprotected places, and the unmodified part of the resin can be removed with the cover as well. The remaining construct is completely covered with a layer of copper using an anionic deposition process [17]. Finally, the resin layer is removed with acetone, leaving the geometry of the copper layer on the substrate. This manufacturing process has been used because of its flexibility and sturdiness. Also, one goal of this work is obtaining a minimum size compact ion generation/ion detector, with low cost and simple manufacture.

The proposed micro-device has two main zones (see figure 2); the ionization and the detection zone. In the ionization zone, lobes of ions are generated by employing an electric discharge of corona type (see section 4 for details). Charged particles of the sample are transported via a carrier gas to the detection zone. When entering the first zone, both the carrier gas and the sample move along the two guides through the device toward the ionization zone. The guides determine the separation distance between two substrates; only the inferior substrate is shown in figure 2. The ionization zone consisting of six sources is mounted on the surface of this inferior substrate. Each source has seven pairs of flat, metallic electrodes, the two electrodes, placed in front of each other at $40\text{ }\mu\text{m}$. The anode has six triangular tips, at a distance of $300\text{ }\mu\text{m}$ from one another, and one flat cathode. The

distance between two sources is $1500\text{ }\mu\text{m}$ and the last source is $540\text{ }\mu\text{m}$ away from the detection zone. These can be individually connected across the connection electrodes, figure 2 (2) and (8).

In the detection zone, the detectors are immersed in an electrostatic field that deflects and separates ions according to their mobility. This zone has a flat electrode with a single connection mounted on the inferior substrate. Individually connected and flat-sectioned electrodes are mounted on the superior substrate. Each electrode is $900\text{ }\mu\text{m}$ long and at a distance separated $100\text{ }\mu\text{m}$ from the next electrode, as shown by (6) and (3) respectively in figure 2. The total length of the channel is $7.5 \times 10^4\text{ }\mu\text{m}$ but the maximum active zone is less than half of this length. Channel width is $2 \times 10^3\text{ }\mu\text{m}$ and height is $10^3\text{ }\mu\text{m}$. With these dimensions and an air stream of around $0.33 \times 10^{14}\text{ }\mu\text{m}^3\text{ s}^{-1}$ we estimate a flow in the laminar regime due to $Re \approx 1000$.

4. Ion micro-generation

The ion generation problem is solved using a localized production of a self-limited discharge. Electric discharges due to dielectric rupture can be produced via enough energy accumulation between two electrodes on which an electrostatic difference voltage is applied [19]. For our propose, the state before the beginning of luminescence, also known as the corona discharge, is just enough to ionize the sample. Therefore, it is possible to develop the electric field and the electric voltage before the electric discharge by solving the Laplace equation in a volume defined by a closed surface. In a separate work [20], we study whether the empirical Peek's law [21] that establishes the necessary electric voltage in the anode to witness a corona discharge can be applied at micro-scale. In summary, in these analysis, the electric field was calculated inside the ionization volume defined in section 3 by solving the Laplace equations⁴ for the configuration displayed in figure 3(e). The left panel shows the magnitude of the electric field on a section of the ion generator volume that contains the tip of the central triangular anode. The voltage applied corresponds to critical values experimentally determined for nitrogen gas, $V_c = 650, 706, 807$ and 880 V and $S = 40, 45, 50$ and $60\text{ }\mu\text{m}$, respectively, with constant curvature radius of the anode tip $r = 12.5\text{ }\mu\text{m}$. We found that it is possible to approximately establish the same average distance r_0 from the origin of the curvature radius to the surface defining a volume where $E \geq 3\text{ V }\mu\text{m}^{-1}$. As Peek's law is verified at the micrometer scale [20], this same average distance r_0 should be approximately equal to an effective radius $r_0 \approx r + 30.1\sqrt{r}$, measuring the curvature radius in micrometers. This prediction becomes true with a 10% sampling error in every case.

⁴ The numerical calculation was done through Laplace's equation extended to the entire volume. The algorithm used is called P-FFT (precorrected fast Fourier transform) [22] and it imposes conditions of symmetry on the top and sides of the volume. At the bottom edge conditions are voltage to the electrodes, positive on anodes and zero for the plane, while the bottom surface charge surface boundary conditions on which field electrodes is zero [23].

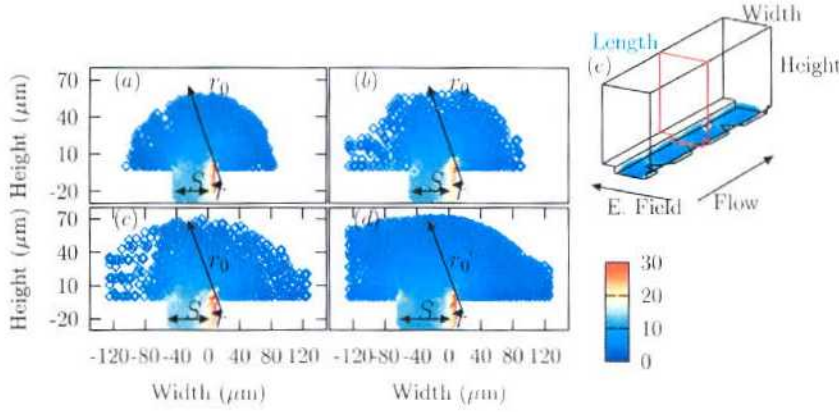


Figure 3. Magnitude of the electric field in $\text{V } \mu\text{m}^{-1}$ for (a) $S = 40 \mu\text{m}$, $V_c = 650 \text{ V}$; (b) $S = 45 \mu\text{m}$, $V_c = 706 \text{ V}$; (c) $S = 50 \mu\text{m}$, $V_c = 807 \text{ V}$; (d) $S = 60 \mu\text{m}$, $V_c = 880 \text{ V}$ on the section indicated by the outline in red within the volume of the ion generator (e). The magnitude of the field is plotted in the longitudinal direction on a plane $20 \mu\text{m}$ above the upper part of the anode and cathode. The radius of the curvature ($r = 12.5 \mu\text{m}$) of the three prongs forming the anode is the same for all cases in which S varies. The effective radius r_0 is the average distance in which the electric field falls to $3 \text{ V } \mu\text{m}^{-1}$ from the anode.

5. Localized ions and cross-flow

The proposed alternative solutions for ion focusing using a corona discharge ion micro-generation are described in sections 2–4. Considering that equation (1) and cross-flow design concepts can only be applied in a non-turbulent regime, we analyzed how the fluid should travel along the channel. We propose a channel with a rectangular section that remains constant along both zones of the device, which means that there are no detours, expansions, or contractions along the entire flow. Considering this, first we verify the laminar flow condition by using the Reynold number that we estimate for non-circular sections as

$$R_D = \frac{4R_H v_f}{\nu} \quad (5)$$

in terms of the cinematic viscosity ν and the hydraulic radius $R_H = wh/2(w + h)$ corresponding to the ratio between the fluid normal section area and its perimeter, and w as the channel width. The flow rate Q is implicit in the above equation, because it is estimated as the average velocity of flow v_f multiplied by the section of the channel: $Q = whv_f$.

For the objective of our proposed design, we made a significant size reduction for h and w . The bottom edge conditions are voltage to the electrodes, positive on nails and zero for the plane, while at the surface supporting of electrodes, the edge conditions are charge surface density, which is set to zero. However, Q cannot be too low, because the number of ions would be too small to be analyzed. Also, longitudinal dimensions of the channel have to be small enough so that the lifespan of generated ions is longer than the time they take to arrive to the detection zone. All this together allows us to establish a higher ion velocity and a range for the dimensions of the device. Dimensions can be optimized to obtain a device efficiently functioning at the smallest possible scale [16].

The flow is generated by the pressure difference between the device entrance and exit, P_1 and P_2 , respectively. Velocity is modified by friction between the fluid and the walls due to glides of imaginary layers of fluids. Assuming that the fluid is irrotational and incompressible and fits the device static

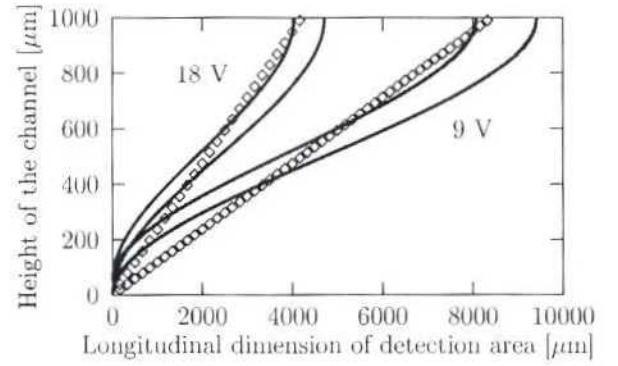


Figure 4. Numerical simulation of trajectories for ions in the area of detection when applying 9 and 18 V voltage differences between cathode and anode. The continuous line for the parabolic profile equations (6) and (1) for two initial positions (0,0) and (0,500 μm). Dashed dotted line illustrates a uniform profile with initial position (0,0).

conditions of the wall, we analyze its dependence on vertical direction, obtaining by force equilibrium

$$v_f(y) = \frac{P_1 - P_2}{4\nu L} y(h - y), \quad (6)$$

where L is the channel length and y is the height variation for the channel that goes from 0 to h as defined in section 1.

In order to investigate the role of velocity profiles in a sub-millimeter scale, we consider numeric simulation for the trajectory in a plane (x, y) of *ideal* ions with the same mobility as nitrogen when driven in the direction x acquiring a $v_f(y)$ of equation (6) due to $P_1 - P_2 = 5.35 \times 10^{-5} \text{ dyne } \mu\text{m}^{-2}$, $L = 7.5 \times 10^4 \mu\text{m}$ and $\nu = 1.822 \times 10^{-12} \text{ dyne s } \mu\text{m}^{-2}$ and driven in the direction y acquiring v_d given by equation (1) for $K = 2.2 \times 10^8 \mu\text{m}^2 \text{ Vs}^{-1}$ due to a voltage difference of 9 and 18 V between flat detector electrodes (anode and cathode) separated by $h = 10^3 \mu\text{m}$. In figure 4 trajectories are shown for two initial positions (0,0) and (0,500 μm) which represent limit cases due to the localization of ions as shown in figure 1, they are calculated for a parabolic profile resulting in a narrow laminar stream. We also show the trajectory for a uniform profile and initial position (0,0). The trajectory with

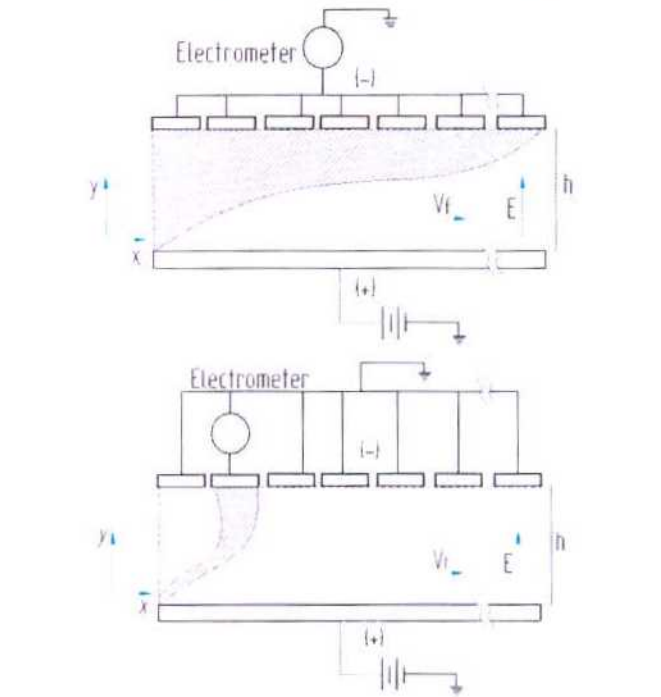


Figure 5. Charge measurements using an electrometer. Upper panel: measurements of the total charge as a function of the flow rate. Lower panel: measurements of the charge in each detector.

initial position ($0.50\text{ }\mu\text{m}$) is not shown, because being for the uniform profile it belongs to a parallel line separated $50\text{ }\mu\text{m}$ from the first one, defining a straight laminar stream.

Standard cross-flow method operates at a scale of ten of millimeters [11], where the change in the velocity profile due to viscosity effects is negligible. However, at a sub-millimeter scale viscosity effects must be taken into account. By neglecting the fact that the velocity depends on y , errors in position detection as high as the channel height h could be made, as shown in figure 4. Note that, when duplicating the applied voltage, ions are detected at a distance that is half as long as that corresponding to the voltage applied originally. This is due to inverse proportionality equation (2) between the horizontal position of detection and the voltage applied to the detector, that is here approximately verified when considering viscosity.

6. Results

First, nitrogen gas flows through the channel of the device, controlled by a regulator. Then, a pulse generator is connected to a 650 V dc source producing every 5 ms a pulse that lasts $50\text{ }\mu\text{s}$. We analyzed the ion charges C by serially connecting an LV 8 Keithley 6514 electrometer to the arrangement of detection cathodes, as illustrated in the upper panel of figure 5. The accumulated charge is measured at 20 s intervals. The average is calculated over ten measures for each individual and all electrodes. Data dispersion according to the average is lower than 3%. Figure 6 shows the charge C normalized with C_0 depending on the flow in the device and cases in which the detection voltage is fixed at 9 and 18 V. The reference charge C_0 results from the same experiment, but using nitrogen streaming in the opposite direction ensures the absence of ions.

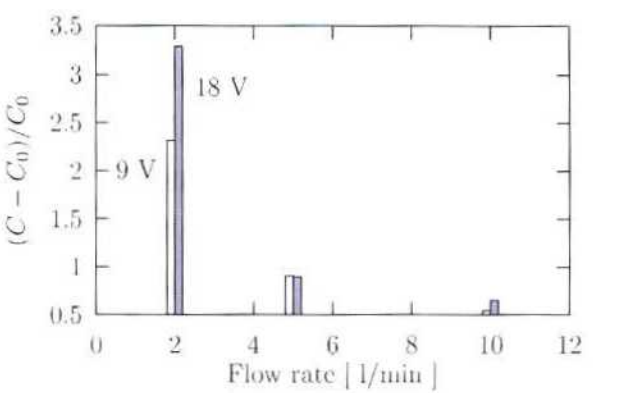


Figure 6. Charge signal C normalized to charge C_0 depending on the flow rate for 2, 5, 10 l min^{-1} . Clear (dark) gray bars correspond to 9 V (18 V).

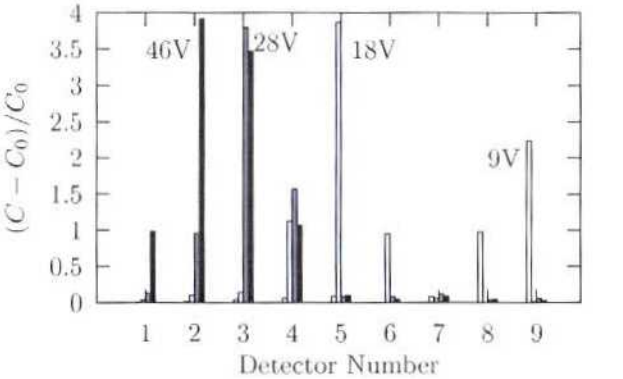


Figure 7. Signal of charge C normalized with C_0 for the flow rate 2 l min^{-1} as a function of the detector labels. White bars represent 9 V, light gray bars represent 18 V, dark gray bars represent 28 V and black bars represent 46 V.

C_0 is needed because the electrometer is sensitive enough to capture spurious signals during the experiment, such as signals produced by the generation of ions. Parameters established in these experiments are taken from the theoretical example analyzed in section 5. Thus, the highest charge possible is obtained for a flow rate of 2 l min^{-1} . When increasing the flow rate to 5 l min^{-1} , the charge diminishes to more than half of the previous charge. Note that also the difference of 45% with higher signal for 18 V is consistent with our theoretical model, since concentrating detection toward half of the length of the detection zone increases the probability to detect ions. In the context of an optimal design that considers the lifespan of ions, a better signal is obtained using 18 V rather than 9 V because ions at 18 V are detected in half of the time than ions at 9 V. With flow rates of 5 and 10 l min^{-1} we expect a transition toward the turbulent regime. Because of the loss of laminar flow condition, as predicted in section 5, no significant signal differences are expected for these flows at 9 or 18 V.

To verify if the generation of localized lobes of ion is enough to separate and identify ions, the electrometer has been connected in such a way to separately measure the signal of the charge C at each detector (see lower panel in figure 5). We normalized the signal with C_0 for a 2 l min^{-1} flow rate and four different detection voltages, 9, 18, 28 and 46 V, respectively (see figure 7). C_0 is obtained for each detection, by a neutral gas streaming in the opposite direction.

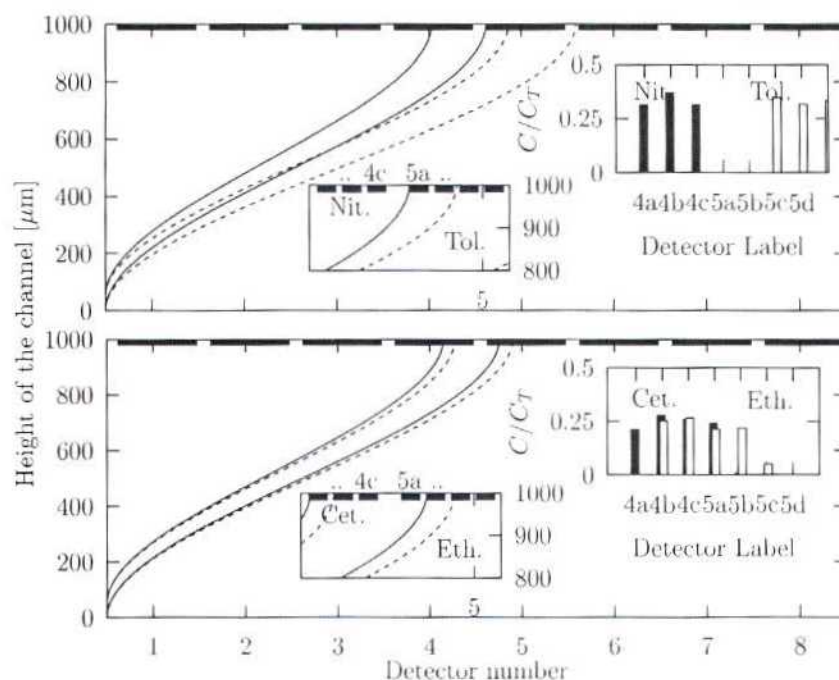


Figure 8. Ideal trajectory of ions to the detectors when a voltage of 18 V and carrier flow rate of 2 l min^{-1} are applied to the system. The dimensions and other parameters correspond to the real size of the device. Insets show the details where ions impact and normalized C/C_T charge distribution on detectors. Segmented detectors are indicated with alphanumeric label on each subdivision. Trajectory and IMS type spectrum for nitrogen (Nit.) and toluene (Tol.) in the upper panel, for acetone (Cet.) and ethanol (Eth.) in the lower panel.

When comparing results in figure 7 with results from the numeric simulation for detection voltages of 9 and 18 V (figure 4), and additionally considering the dimensions of detectors in the micro-device (see section 3), we observe that the highest signal values are measured in those detectors placed at positions and distances predicted by simulation. According to equation (2), there is an inverse relationship between detection positions and applied voltages. This means that by increasing the applied voltage two, three, and fivefold (from 9 to 18 V, ≈ 28 and ≈ 46 V, respectively) the highest signal is measured by the detector positioned at half, one-third and one-fifth of the total distance, respectively, as predicted by simulations.

This prediction is highly accurate in an ideal case of uniform profile. In the most realistic case, a small correction is necessary, because collection distance predictions are higher than inferred by equation (2) (see section 5, discussion in the last paragraph). A correct focalization by local ion micro-generation during our experiments was crucial to experimentally verify the model.

The proposed experimental configuration allows us to determine an ionization volume with a diameter corresponding to as little as 10% of the channel height h (see analysis in section 4). Higher ion localizing is possible by repeating analysis of section 4 and shrinking the curvature radius of the ion generator.

With respect to separation based on ion mobility, we could state that the performed experiments involving four voltages and one compound could ideally be translated into an experiment involving one voltage and four compounds. This is possible because the channel height is constant, and E is approximated to V/h in equation (1), which means that the drift velocity depends only on the product of mobilities and

the applied electric voltages. Therefore, to translate results from figure 7 into the problem of separation by mobility, means to consider changes in which the compounds' mobilities would duplicate, triplicate and quintupling. However, expected changes in mobility among different compounds are usually small. For example, there is a difference of 24% between the mobility of toluene ($K = 1.78 \times 10^8 \text{ μm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$) and that of nitrogen, but for many other compounds such differences are actually much smaller.

Figure 8 shows numeric simulation of the ion trajectory using a voltage of 18 V and a carrier flow rate of 2 l min^{-1} . Our design was able to separate signals corresponding to nitrogen and toluene because these were not overlapping as it is shown in the insets of the upper panel in figure 8. The insets show details of positions where ions impact the detectors and C/C_T is the charge normalized to the total charge as a function of detector labels. Detector is segmented and it is represented in figure 8 with alphanumeric labels on each subdivision. According to our analysis in section 5 and employing equation (2), we can estimate that, for 18 V, an increase of mobility of 24% would be equivalent to an average displacement of an ion current from the middle part of the fifth detector to the left by 870 μm . Because this distance is slightly bigger than the diameter of any ion stream reaching that position, ion streams both before and after displacement should not overlap, thus detecting two distinct signals. This result is consistent with our prediction about scaling between the ion current diameter at the entrance h_0 of the detection zone and the channel height h (see section 2). In our design, $h_0/h \approx 0.1$, and we verify equation (4) for toluene and nitrogen. In contrast, our design was not able to separate the overlapping signals of acetone and ethanol, as shown in the lower panel of figure 8, because the respective mobilities are only slightly different from

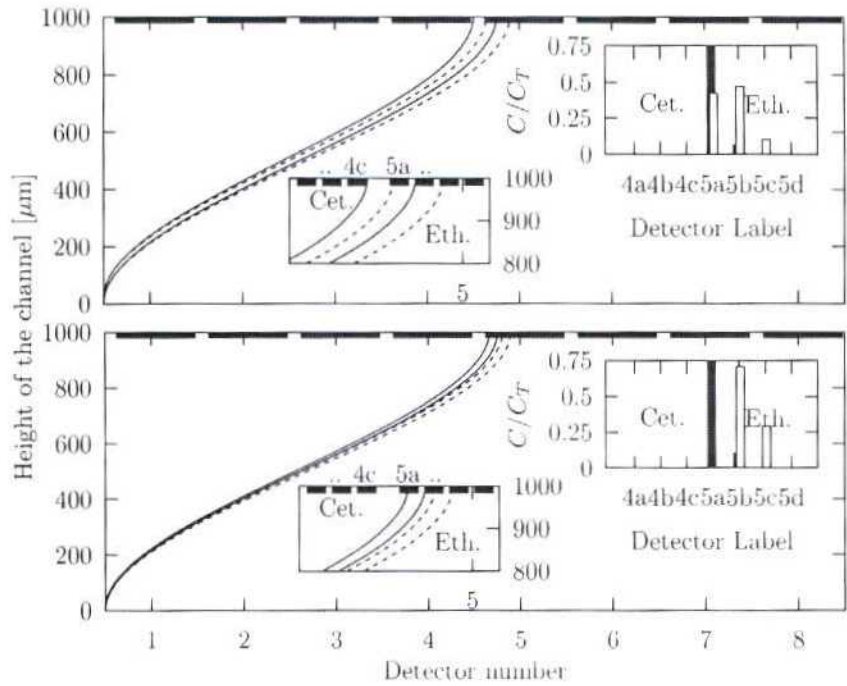


Figure 9. Ideal trajectory of ions of acetone and ethanol when a voltage of 180 V is applied. Each detector is 100 μm long. The localization of ion micro-generation is concentrated to $h_0 = 20(7) \mu\text{m}$ in the upper(lower) panel. The carrier flow rate is 2 l min^{-1} and other parameters are as in the experimental device. Insets show the details where ions impact and the normalized C/C_T charge distribution on detectors. Segmented detectors are indicated with alphanumeric label on each subdivision.

one another (3.4% difference). Thus, according to equation (4), to separate acetone from ethanol, h_0/h should be less than 0.034, that is not verified with the actual size of the designed device.

The main advantage of this proposed device is its scalability that ultimately depends on the required application. Scalability can be tested by applying equation (4) to ethanol and acetone which predicts that for channel height $h = 1000 \mu\text{m}$ an upper bound $h_0 = 34 \mu\text{m}$ is required for the initial diameter of the ion stream. It is possible to separate signals of acetone and ethanol by reducing the size of our proposed device by an order of magnitude, since localization would then be smaller than the predicted upper bound h_0 (see figure 8). The ideal trajectories of ion streams corresponding to acetone and ethanol in scaled conditions with detection voltage 180 V, and localization of ion generation smaller than $30 \mu\text{m}$, in order that $h_0/h = 0.02, 0.007$, are shown in figure 9. The other parameters match those of the experimental device.

With the proposed device the charge signals are not transformed to average time of ion detection as it was done with other ion-focusing methods [13, 14], although the implicit ion focusing proposed in this work could also be adapted to apply a Tammet transformation [11]. A similar physical interpretation of resolving power R_p might be followed by defining R_p as the ratio of average trajectory position to the trajectory dispersion. Note that this definition does not consider the finite size of the detector. Furthermore, we are idealizing the fact that enough charge would be detected in such cases [12]. Accordingly, the resolution R to separate two signals is defined as the ratio of the difference between the two average trajectory positions to the larger trajectory dispersion of both. R_p and R for our device to separate signals of acetone and ethanol were obtained from C/C_T as it is shown in the insets of figures 8 and 9

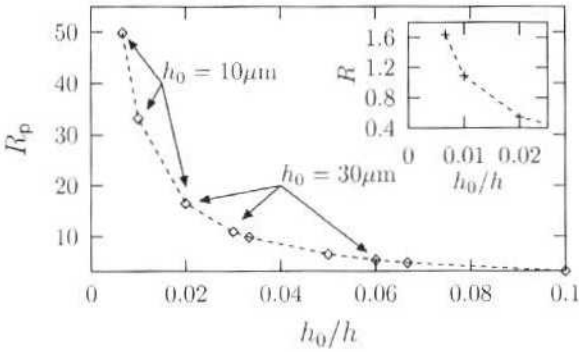


Figure 10. Resolving power R_p , and in the inset R to separate signals of acetone and ethanol as a function of h_0/h . Applied voltage is adjusted according to the variation of $h = 500, 1000$ and $1500 \mu\text{m}$ in order that E is the same in all cases. The carrier flow rate is 2 l min^{-1} and other parameters are as in the experimental device.

by simulations of ion trajectories using a parabolic profile of velocity drift with random initial height of ions starting up to h_0 focalization length. In figure 10 we show for $h = 500, 1000, 1500 \mu\text{m}$ and some comparative cases of h_0 , the R_p and R as functions of h_0/h . We can see that R_p is comparable with another ion focusing method [14] for $h_0 = 30 \mu\text{m}$ and $R_p \approx 10$. However, to be able to separate acetone and ethanol from a mixture of the two compounds both a higher resolving power and an increased focusing are required. Note in the inset of figure 10 that for $h_0 = 20 \mu\text{m}$ and $h = 1000 \mu\text{m}$, $R < 1$ and compounds cannot be totally separated as it is shown in the upper panel of figure 9, while for $h_0 = 7 \mu\text{m}$ and $h = 1000 \mu\text{m}$, $R > 1$ and compounds are well separated as it is shown in the lower panel of figure 9. Larger R imposes a challenge for flow laminar condition. The device that we designed would be able to meet these requirements, because

it does not need any physical object that could change fluid dynamics, as in the currently available cross-flow methods.

7. Conclusions

In this work we address the problem to identify ion species at the sub-millimeter scale based on their mobility and a standard cross-flow method. To solve this problem, we propose a novel manufacturing method using micro-system technology. We analyze the corona discharge and verify Peek's law in the micro-scale. With this, we dimensioned the geometry for the proposed ion generator allowing it to localize the ion generation and, therefore, implicitly focus ions to the entrance of the detection zone, in a smaller size than the drift height. At the same time, we analyzed the flow of the system to design transportation of ions from their generation point to their detection point. By introducing orthogonal movements we made numerical simulations to analyze viscosity effects and state experimental configuration to guarantee the laminar flow condition. We found a simplified design for the construction of the micro-system, which avoids expansions or contractions. In this way, turbulence and stopped-flow zones are minimized in an adequate flow range, allowing us to optimize the functioning of the device. We performed experiments on a prototype of the proposed design to verify our hypothesis on localized ion generation as a solution for ion species identification at sub-millimeter scale. Variation of the average trajectory of the ion stream with the variation of drift velocity can be analyzed with a parabolic velocity profile. We showed that for a case in which variations of drift velocity are 25%, the charge signals displayed a negligible overlapping of 1 mm on the detection zone. For smaller differences in other volatile compounds we would need to adjust the parameters used here (as these depend on the application of the device), but not the architecture of the design. We have proposed an upper bound for the size of the ion lobes in terms of the total drift height and the ratio of ion mobilities to effectively separate ion species. Finally, we highlight how our design is elegantly simplified compared to more complex solutions in other methods [13, 14]. We obtained a compact micro-model that has two advantages: it does not use radioactive sources to generate ions, but an electrical source not exceeding 1 kV, and it would reach a higher resolving power than the currently available methods.

Acknowledgments

This study was partially supported by ANPCyT-FONCYT (grants PICT-PRH-135-2008, PICTO-UNNE-190-2007, PAE 22594/2004 nodo NEA:23016 and PAE-PAV 22592/2004 nodo CAC:23831). We thank Jessica Lasorsa and Brigitte Marazzi for useful comments.

References

- [1] Revercomb H E and Mason E A 1975 Theory of plasma chromatography/gaseous electrophoresis—a review *Anal. Chem.* **47** 970
- [2] Ortiz G P et al 2009 Development of an IMS type device for volatile organic compounds detection: simulation and comparison of the ion distributions arXiv:0902.1206v2
- [3] Eiceman G A and Karpas Z 2005 *Ion Mobility Spectrometry* 2nd edn (Boca Raton, FL: CRC Press) p 350
- [4] Roscioli K et al 2011 Modular ion mobility spectrometer for explosives detection using corona ionization *Anal. Chem.* **83** 5965–71
- [5] Sabo M and Matejek S 2011 Ion mobility spectrometry for monitoring high-purity oxygen *Anal. Chem.* **83** 1985–9
- [6] Tamet H F 1967 *The Aspiration Method for the Determination of Atmospheric-ion Spectra* vol 2 (Tartu: Tartu State University) pp 1–9
- [7] Vinopal R et al 2002 Fingerprinting bacterial strains using ion mobility spectrometry *Anal. Chim. Acta.* **457** 83–95
- [8] Boggio N, Alonso P, Ortiz J, Rinaldi C, Lamagna A and Boselli A 1850 Desarrollo de un espectrómetro por movilidad iónica para la detección de compuestos orgánicos (explosivos, drogas y contaminantes) *Anales Afa* **20** 208–10
- [9] Tuovinen K, Kolehmainen M and Paakkanen H 2001 Determination and identification of pesticides from liquid matrices using ion mobility spectrometry *Anal. Chim. Acta* **429** 257
- [10] Utriainen M, Kärpänöja E and Paakkanen H 2003 Combining miniaturized ion mobility spectrometer and metal oxide gas sensor for the fast detection of toxic chemical vapors. *Sensors Actuators B* **93** 17
- [11] Solis A and Sacristan E 2006 Designing the measurement cell of a swept-field differential aspiration condenser *Rev. Mex. Fis.* **52** 322–8
- [12] Zhang M and Wexler A S 2006 Cross-flow ion mobility spectrometry: theory and initial prototype testing *Int. J. Mass Spectrom.* **258** 13–20
- [13] Zimmermann S, Abel N, Baether W and Barth S 2007 An ion-focusing aspiration condenser as ion mobility spectrometer *Sensors Actuators B* **125** 428–34
- [14] Barth S and Zimmermann S 2008 Modeling ion motion in a miniaturized ion mobility spectrometer *Proc. COMSOL Conf. (Hannover)*
- [15] Rosasa G, Murphy R and Morenob W 2010 *Smart Antenna using MTM-MEMS. WAMICON: IEEE 11th Annu. Conf. on Wireless and Microwave Technology* (Melbourne, FL, 12–13 April) ISBN: 978-1-4244-6688-7
- [16] Ortiz J, Lamagna A and Boselli A 2010 Design of a CF-IMS (Cross Flow Ion Mobility Spectrometry) with MEMS technology *Proc. 13th Int. Meeting on Chemical Sensors (Perth Western, 11–14 July)* p 332 ISBN: 978-1-74052-208-3
- [17] MEMS and Nanotechnology Exchange (MNX) (Reston, VA) (updated 1999, cited 2011) (Available at www.memsnet.org/mems/processes/deposition.html)
- [18] Senturia S 2000 *Microsystem Design* 1st edn (New York: Kluwer) p 716
- [19] Goldman M, Goldman A and Sigmon E S 1985 The corona discharge, its properties and specific uses *Pure Appl. Chem.* **57** 1353–62
- [20] Ortiz J J and Ortiz G P Design of a ion microgenerator by corona discharge unpublished
- [21] Peek F 1920 *Dielectric Phenomena in High Voltage Engineering* (New York: McGraw-Hill) p 281
- [22] Krantz S 1999 *Handbook of Complex Variables* (Boston, MA: Birkhäuser) p 290
- [23] COVENTOR (NC, USA) (updated 2000, cited 2010). (Available at www.coventor.com/solutions/resonators/)

Misceláneas

8.3. Estudios de Posgrado

■ Materias Aprobadas

- Métodos numéricos. 2006-UNRC.
- Introducción a la ciencia e ingeniería. 2006-UNRC.
- Técnicas estadísticas. 2006-UNRC.
- Ecuaciones diferenciales y sistemas dinámicos. 2006-UNRC.
- Seminario de investigación en ciencias de la ingeniería. 2006-UNRC.
- Física y metalurgia de la soldadura. 2007-UNSAM.
- Introducción a la ciencias de los materiales. 2007-UNSAM.
- Mecánica de la fractura. 2007-UNSAM.
- Introducción a la física del sólido. 2008-UNSAM.
- Filosofía de la Ciencia. 2008-UNSAM.
- Modelado por elementos finitos. 2009-UTN FRBA.
- Solidificación. 2010-UNSAM.
- Transformaciones de fase. 2010-UNSAM.
- Modelización de Propiedades y Procesos de Materiales. 2010-UNSAM.
- Propiedades mecánicas. 2010-UNSAM.
- Materiales poliméricos y compuestos. 2010-UNSAM.
- Termodinámica de los materiales. 2011-UNSAM.
- Cristalografía y Difracción. 2011-UNSAM.
- Defectos en cristales. 2011-UNSAM.
- Difusión. 2011-UNSAM.
- Introducción histórica a la filosofía de la ciencia. 2011-UNSAM.
- Microscopía electrónica y microanálisis. 2011-UNSAM.

8.4. Cursos de capacitación en Micro y Nanotecnología

- Curso de micro y nano tecnología (Micro/Nano processing Technology), Fig. 8.8.

- Capacitación en manejo de residuos peligrosos (Managing Hazardous Waste), 8.9.
- Capacitación en seguridad de sala limpia (MTL Safety Quiz), 8.10.
- Capacitación en el uso de productos químicos. (Chemical Hygiene Training), 8.11.
- Capacitación en el uso de ácido fluorhídrico (Hydrofluoric Acid Training), 8.12.

8.5. Elementos utilizados en la fabricación de los prototipos

- Máscaras Ópticas del modelo preliminar, Fig. 8.13.
- Máscaras Ópticas del modelo de generación y detección por flujo cruzado, Fig. 8.14.
- Plano de la pieza de ingreso de gas de muestra al microdispositivo, Fig. 8.15.



Figura 8.8: Curso de Micro y Nano Tecnología. MTL, MIT, USA



Figura 8.9: Manejo de residuos peligrosos. MTL, MIT, USA.

CERTIFICATE OF COMPLETION

This is to certify that

JUAN ORTIZ

has successfully completed

MTL Safety Quiz

on

January 24, 2008



Figura 8.10: Normas de seguridad en sala limpia.MTL, MIT, USA.

CERTIFICATE OF COMPLETION

This is to certify that

JUAN ORTIZ

has successfully completed

Chemical Hygiene Training

on

January 24, 2008



Figura 8.11: Entrenamiento en el uso de productos químicos.MTL, MIT, USA.

CERTIFICATE OF COMPLETION

This is to certify that

JUAN ORTIZ

has successfully completed

Hydrofluoric Acid Training

on

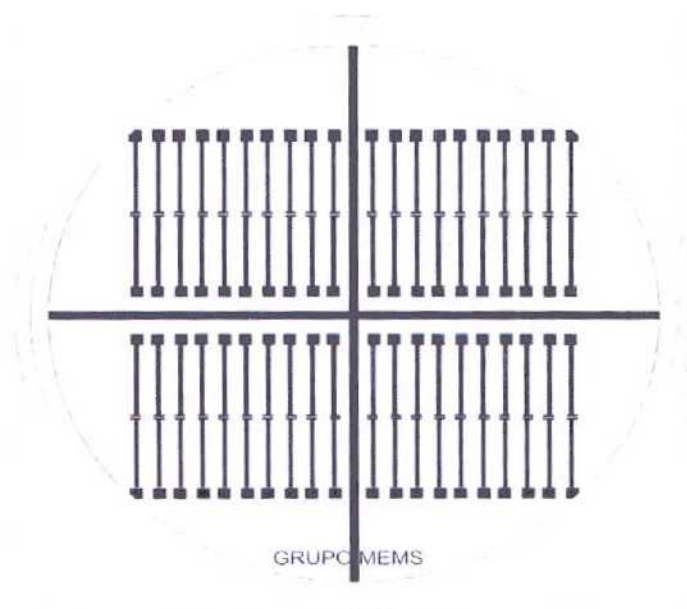
January 25, 2008



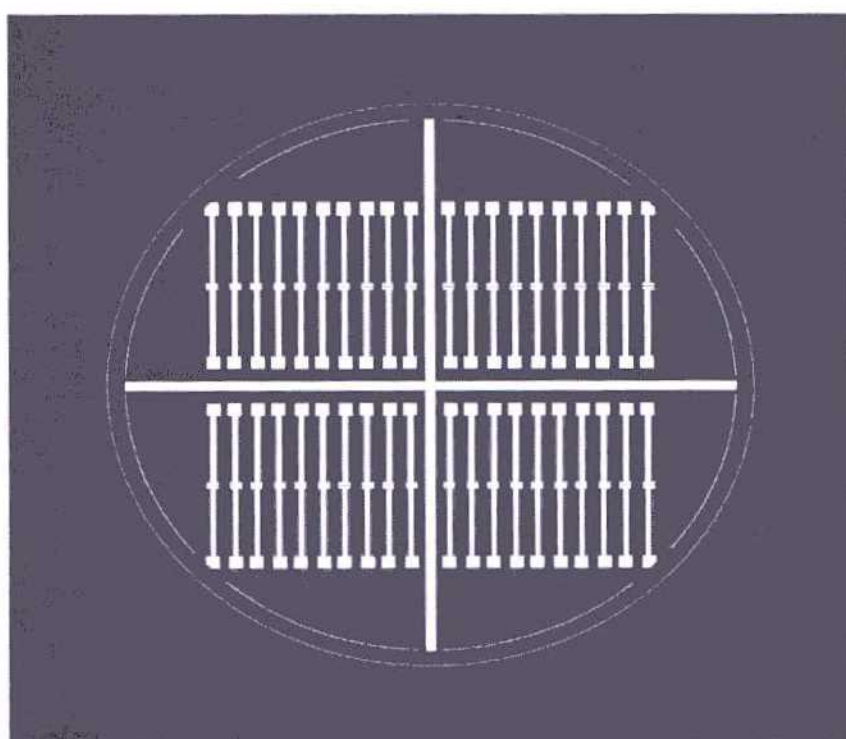
Figura 8.12: Entrenamiento en el uso de ácido fluorhídrico. MTL, MIT, USA.

POR FAVOR NO TOCAR SOBRE LOS DIBUJOS NI DOBLAR

POR FAVOR NO TOCAR SOBRE LOS DIBUJOS NI DOBLAR



POR FAVOR NO TOCAR SOBRE LOS DIBUJOS NI DOBLAR

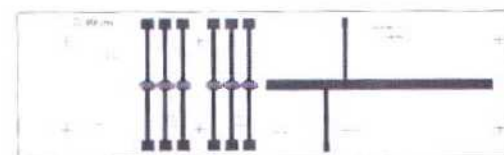
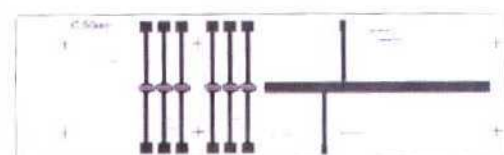
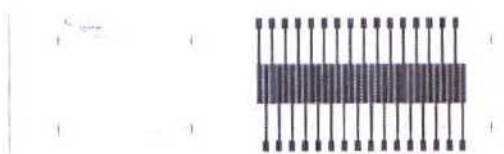
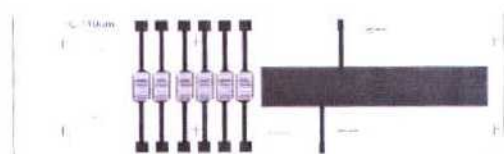
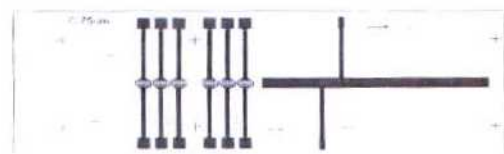
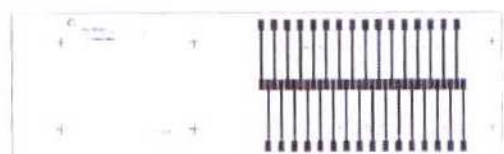
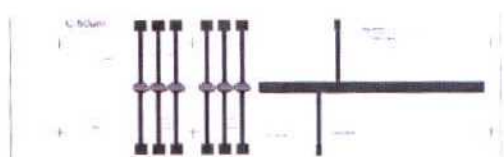


POR FAVOR NO TOCAR SOBRE LOS DIBUJOS NI DOBLAR

Figura 8.13: En esta imagen se ve las máscaras utilizadas para construir el segundo modelo. El mismo se utilizó para verificar las leyes de Peek y Paschen, desarrollado en la sec. 4.1.3.

POR FAVOR NO TOCAR SOBRE LOS DIBUJOS NI DOBLAR
FILMINA 3 JJO

POR FAVOR NO TOCAR SOBRE LOS DIBUJOS NI DOBLAR



POR FAVOR NO TOCAR SOBRE LOS DIBUJOS NI DOBLAR

POR FAVOR NO TOCAR SOBRE LOS DIBUJOS NI DOBLAR

Figura 8.14: Estas máscaras se utilizaron para construir el modelo de generación y detección de iones por flujo cruzado desarrollado en la sec.4.2.

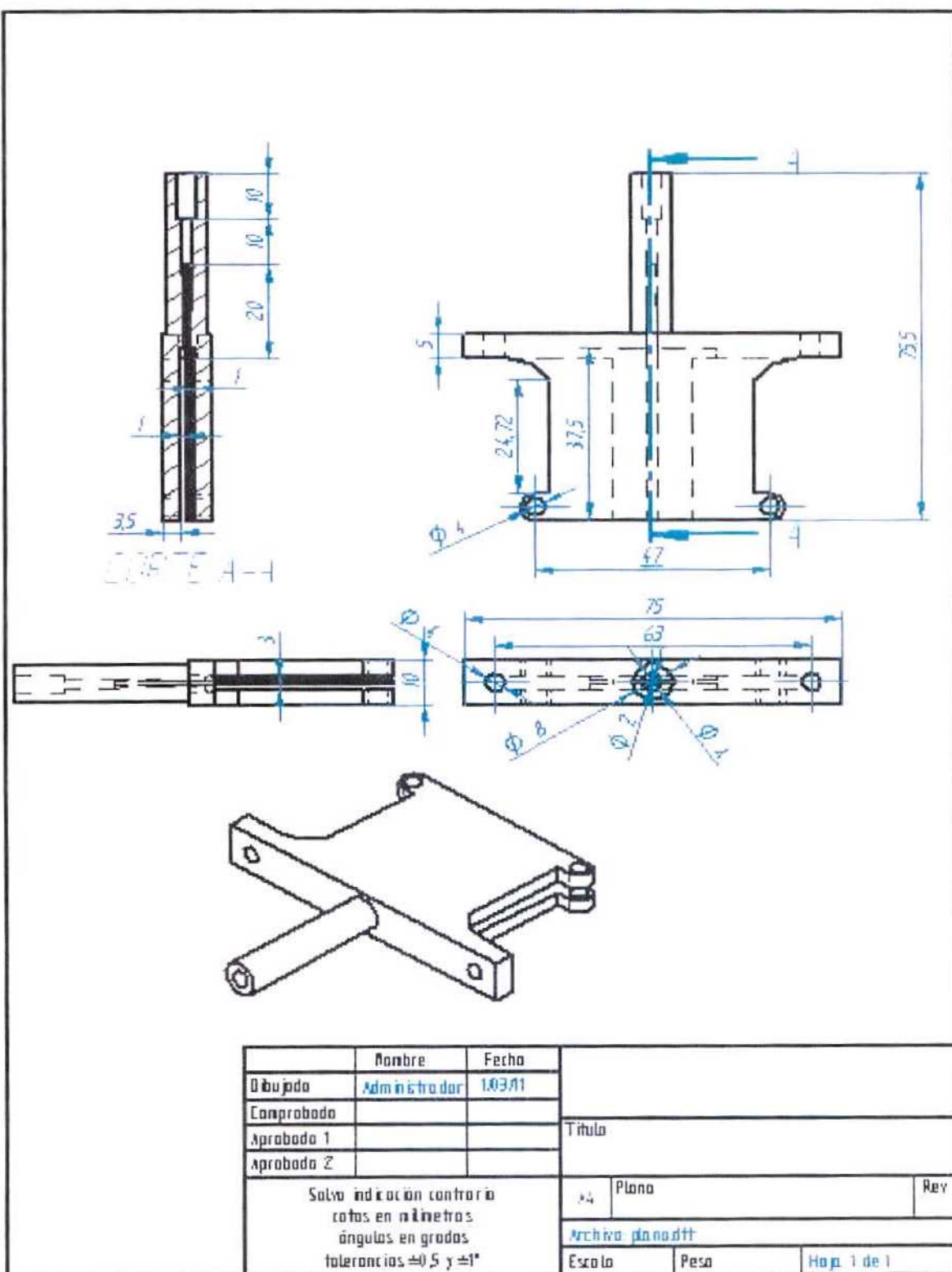


Figura 8.15: Podemos ver en esta imagen los planos de la pieza construida en material polimérico para conducir el gas a analizar dentro del microsistema, la misma esta diseñada para incluir en su interior los sustratos de vidrios de 25x75mm.

Bibliografía

- [1] Guillermo P. Ortiz, Carlos A. Rinaldi, Norberto G. Boggio, Juan Vorobioff, Juan J. Ortiz, Sergio Gómez, Gustavo A. Aucar, Alberto Lamagna, Alfredo Boselli. *Development of an IMS Type Device for Volatile Organic Compounds Detection: Simulation and Comparison of the Ion Distributions*. (<http://arxiv.org/abs/0902.1206>). Physics Instrumentation and Detectors 2009.
- [2] H. F. Tammet. *THE ASPIRATION METHOD FOR DETERMINATION OF THE DETERMINATION OF ATMOSPHERIC-ION SPECTRA*, Scientific Notes of Tartu State University, Voll II 1967. <http://dspace.utlib.ee/dspace/handle/10062/24240>
- [3] A. A. Solis and E. Sacristán. Designing the measurement cell of a swept-field differential aspiration condenser. *Revista Mexicana de Física*, 52 (4), 2006.
- [4] Solis Marcheff Antonio *Tesis Doctorado en Ciencias Especialización en Ingeniería Biomédica*, División Ciencias Básicas e Ingeniería, Universidad Autónoma Metropolitana.
- [5] Stefan Zimmermann, Sebastian Barth, Wolfgang K. M. Baether and Joachim Ringer *Miniaturized Low-Cost Ion Mobility Spectrometer for Fast Detection of Chemical Warfare Agents*. *Anal. Chem.*, 2008, 80 (17), pp 6671–6676 DOI: 10.1021/ac800559h Publication Date (Web): July 30, 2008.
- [6] Kristyn M. Roscioli, Eric Davis, William F. Siems, Adrian Mariano, Wansheng Su, Samar K. Guharay, and Herbert H. Hill Jr, 2011 *Modular Ion Mobility Spectrometer for Explosives Detection Using Corona Ionization*, *Analytical Chemistry*.
- [7] Martin Sabo and Stefan Matejčík, 2011 *Ion Mobility Spectrometry for Monitoring High-Purity Oxygen*, *Analytical Chemistry*, American Chemical Society.
- [8] Stefan Zimmermann, Nora Abel, Wolfgang Baether, Sebastian Barth, 2007 *An ion-focusing aspiration condenser as ion mobility spectrometer*, 2007. *ScienceDirect, Sensors and Actuators B* 125 (2007) 428–434.
- [9] Zimmermann S, Barth S. *A Miniaturized Ion Mobility Spectrometer for Detection of Hazardous Compounds in Air* Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference, 2007. TRANSDUCERS 2007. International.
- [10] www.cnea.gov.ar/cac/ci/memorias/cicacMemoriaCNEA2005ocr.pdf.
- [11] P. Castillo, C. Arrieta, A. Lamagna, A. Boselli. Estudio de prefactibilidad técnica-económica. Para el desarrollo de prototipos industriales de olfateadores (sniffers) de drogas y explosivos (2005), www.cnea.gov.ar/pdfs/memoria_balance/2006/cap2.pdf.
- [12] N. Boggio, P. Alonso, J. J. Ortiz, C. Rinaldi, A. Lamagna, A. Boselli. Desarrollo de un espectrómetro por movilidad iónica para la detección de compuestos orgánicos (explosivos, drogas y contaminantes), www.unicen.edu.ar/crecic/analesafa/vol20/v2042-208, ISSN 1850-1158, AFA 2007.

- [13] Yuan An. Development of a short pulse corona discharge ionization source for ion mobility spectrometry. Review of Scientific Instruments, 76, 2005.
- [14] Lucent Technologies/Bell Labs Scientists Use Micro-Mirrors And Free-Space Optics To Route And Switch Lightwave Signals.
- [15] Plaza, J.A.; Chen, H.; Esteve, J "New bulk accelerometer for triaxial detection "Solid State Sensors and Actuators, 1997. TRANSDUCERS apos;97 Chicago., 1997 International Conference on Volume 2, Issue , 16-19 Jun 1997 Page(s):1231 - 1232 vol.2 IEEE.
- [16] S. Das, D.K. Maurya, K. Biswas, A. Ravi Sankar and S.K. Lahiri CMOS compatible bulk micro-machined silicon piezoresistive accelerometer with low off-axis sensitivity Microelectronics Laboratory, Advanced Technology Centre/E & ECE Department, Indian Institute of Technology, Kharagpur 721302, India, Microelectronics Journal Volume 37, Issue 1, January 2006, Pages 22-30.
- [17] Ámbito Financiero, Miércoles 28 de Marzo de 2001, página 7: "Llamativo: Elaboran Narices Electrónicas".
- [18] Clarín San Martín / 3 de Febrero: CIENCIA, Jueves 26 de Mayo de 2002, página 17: "Una Nariz Electrónica Hecha en Casa".
- [19] La Nación, 9 de Mayo de 2002: "Olfato de Exportación Made in Argentina".
- [20] Takahito Ono, Dong Youn Sim y Masayoshi Esashi. "Micro-discharge and electric breakdown in a micro-gap". J. Microech Microeng 2000.
- [21] H. Paakanen, "About applications IMCELL MGD-1 Detector" Environics Oy, Työmiehenkatu 2, 50100 Mikkeli, Finland.
- [22] Hans-Gerd Löhmannsröben "Laser-based ion mobility spectrometry for sensing of aromatic compounds " Optimare GmbH, Jadestr. 59, D-26382 Wilhelmshaven, Germany 2003.
- [23] A. Solis. Tesis Maestría, mención Ingeniería Biomédica, "Condensador de Aspiración Barrido para el monitoreo de Gases Anestésicos". 1993, División de Ciencias Básicas e Ingeniería, Universidad Autónoma Metropolitana.
- [24] Patente US 6495823 "BIMicromachined Field Asymmetric Ion Mobility Filter And Detection", Date Dec. 17, 2002.
- [25] Michael Martin, Mark Crain, Kevin Walsh, R. Andrew McGil, et all. "Microfabricated vapour preconcentrator for portable ion mobility spectroscopy". Sensors and Actuators B 126 (2007) 447-454
- [26] Julia Aebersold "Microfabrication Process and Characteristic Testing of MEMS-Based Preconcentrator". IEEE 2008.
- [27] Jörg Ingo Baumbach and Gary A. Eiceman - " Ion Mobility Spectrometry: Arriving on Site and Moving Beyond a Low Profile. Institut für Spektrochemie und Angewandte Spektroskopie - Dortmund Germany and New Mexico State University, Department of Chemistry and Biochemistry - Las Cruces, New Mexico 88003, U.S.A.
- [28] Eiceman G.A. "Field dependence of mobility for gas phase protonated monomers and proton bound dimers of ketones by a planar field asymmetric waveform ion mobility spectrometer." J. of Physical Chemistry A, June 2002.
- [29] Anthony D. Appelhaus "SIMION ion optics simulations at atmospheric pressure". International Journal of Mass Spectrometry 2005.
- [30] G. K. Batchelor. An Introduction to Fluid Dynamics, Cambridge University Press, 2000. ISBN:9780521663960.
- [31] Mott, Robert (2006). Mecánica de fluidos aplicada (6ª edición). México: Pearson Educación. ISBN 0-02-384231-8.

- [32] N. Nguyen, S.T. Werely. *Fundamentals and Applications of Microfluidics*. Artech House 2nd Edition (2006).
- [33] D. Li (Editor). *Enclopedia of Microfluidics and Nanofluidics*. Springer (2008). Comput. Phys. **132**, 157 (1997).
- [34] Victor L. Streeter, E. Benjamin Wylie (). *Mecánica de fluidos aplicada* (6ª edición). McGraw-Hill Interamericana (Mayo 2000). ISBN-10: 9586009874.
- [35] G.A.Eiceman, Z. Karpas. *Ion Mobility Spectrometry*. Taylor and Francis, 2nd Edition (2005).
- [36] Borsdorf, H., Rudolph, M. *Comperative ion mobility measurements of isomeric nitrogenous using different ionization techniques*.International Journal for Ion Mobility Spectrometry 3 , 1 - 7, 2000
- [37] G. A. Eiceman, Z. Karpas, 2011 *Ion Mobility Spectrometry. Taylor and Francis, 2nd Edition (2005)*.
- [38] Friedrich Paschen, "Ueber die zum Funkenubergang in Luft, Wasserstoff und Kohlensaure bei verschiedenen Drucken erforderliche Potentialdifferenz", *Analen der Physik IEEE Trans. Electron Devices*, Vol. ED-29, pp.48-56, 1982.
- [39] F. W. Peek."Dielectric Phenomena in High Voltage Engineering. Mc-Graw Hill BookInc, First Edition, 1915.
- [40] Yuri P. Raizer. *Gas Discharge Physics*. Springer, 1991. Springer. ISBN-10: 3540194622, ISBN-13: 978-3540194620.
- [41] R.G. Longwitz, "Study of gas Ionization in a glow discharge and development of a micro gas ionizer for gas detection and analysis".
- [42] Bob L. Henson. *Toward a fundamental model for steady point plane corona discharges* , *Journal of Applied Physics*, Volume 55, Issue 1. J. Appl. Phys. 55, 150 (1984); <http://dx.doi.org/10.1063/1.332878>.
- [43] J. M. MEEK AND J. D. CRAGGS. *ELECTRICAL BREAKDOWN OF GASES*. OXFORDAT THE CLARENDON PRESS 1953.
- [44] L. B. Loeb *Statistical Factors in Spark Discharge Mechanisms*. *Reviews of Modern Physics*, Volume 20, Number 1 (1948).
- [45] M. Goldman, A. Goldman and E.S. Sigmon. The corona discharge, its properties and specific uses , *Pure & Appl. Chem.*, Vol 57 N°. 9, pp 1353-1362, 1985.
- [46] Richard G. Stearns. The positive corona in air: A simplified analytic approach , *Journal of Applied Physics / Volume 66 / Issue 7*, (1989).
- [47] B. Azzerboni, E. Cardelli, N. Esposito, M. Raugi, A. Tellini. Three Dimensional Electromagnetic Field Due to Electric Discharge by an Analytical Approach, *IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS*,VOL. 30. NO. 5. SEPTIEMBRE 1994.
- [48] John Kuffel, E. Kuffel, W. S. Zaengl. *High Voltage Engineering Fundamentals* , *McGraw-Hill* , August 14, 2000. ISBN-10: 0750636343. ISBN-13: 978-0750636346. Edition: 2.
- [49] Xavier Borg. Blaze Labs EHD Thrusters Research. Home of the highest performance EHD thruster cells, Blaze Labs Research <http://blazelabs.com/l-intro.asp>.
- [50] Peek F. *Dielectric Phenomena in High Voltage Engineering*. 1er. New York:McGraw-Hill Book Company. Ink: 1920, 281 p.
- [51] R. S. Sigmond."Simple approximate of unipolar space-charge-dominated coronas: The Warburg law and the saturation current". The Electron and Ion Physics Reserch Group, Physics Department. The Norwegian Institute of Teclmology.Norway, J. Appl. Phys. 53(2), February 1982.
- [52] J. E. Jones, A. M. Cohen.Chebyshev comparisons of current laws for point-plane DC corona e in air". School of Mathematics, University of Wales Cardiff. *Journal of Electrostatics* 39 (1997)111-128.

- [53] M. Goldman, A. Goldman, R. S. Sigmond. "The Corona Discharge, its properties and specific uses". Pure & Appl. Chem., vol. 57 N° 9, pp. 1353-1362, 1985.
- [54] L. Ledernez, F. Olcaytug, H. Yasuda and G. Urban. "A modification of Paschen law for Argon". 29 ICPIG, July 2009, Cancun México.
- [55] M. Goldman, R. S. Sigmond. "Corona And Insulation". IEEE Transaction on Electrical Insulation Vol. EI-17 N° 2, 1982.
- [56] Cleanroom Design (Wiley Series in Mathematical Methods in Practice) ISBN-10: 0471942049, ISBN-13: 978-0471942047, Edition: 2.
- [57] LAMINAS DELGADAS Y RECUBRIMIENTOS: PREPARACION, PROPIEDADES Y APLICACIONES. José ALBELLA, CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES CIENTIFICAS, 2003. ISBN 9788400081669.
- [58] Evaporation vs. Sputtering of metal layers on the Backside of Silicon wafers. Martina Ciacchi, Hannes Eder, Hans Hirscher, Advanced Semiconductor Manufacturing Conference, 2006 IEEE/SEMI.
- [59] Sputtering by particule Bombardment. Springer, Berlin. ISBN 978-3540105213.
- [60] Handbook of Sputter Deposition Technology. Kiyotaka Wasa, Shigeru Hayakawa. ISBN-10: 0815512805. ISBN-13: 978-0815512806. Edition: 1. January 14, 1993. (<http://es.scribd.com/doc/33511923/Handbook-of-Sputter-Deposition-Technology>).
- [61] Normas de seguridad del Laboratorio de Microfabricación CNEA CAC.
- [62] V. K. Jain. *Micromanufacturing Processes (2012)*. by CRC Press - 429 Pages. Editor(s): V.K. Jain, Indian Institute of Technology, Kanur, India.
- [63] Norma de fabricación del Laboratorio de Microfabricación CNEA CAC.
- [64] Marc J. Madou. *Fundamentals of MICROFABRICATION* Editorial: CRC Press USA; Segunda edición 2002. ISBN-10: 0849308267.
- [65] http://www.me.psu.edu/lamancusa/rapidpro/primer/chapter2.htm#_applications
- [66] <http://tfy.tkk.fi/mag/VisualTAPAS/Download.html>.
- [67] <http://www.coventor.com/>
- [68] COVENTOR. North Carolina. update 2000, cited 2010. Available from: <http://www.coventor.com/solutions/resonators/>.
- [69] <http://www.geuz.org/gmsh/doc/texinfo/>.
- [70] <http://simion.com/>.
- [71] <http://www.linear.com/designtools/software>.
- [72] <http://www.klayout.de/index.html>
- [73] <http://www.comsol.com/products/multiphysics/>.
- [74] <http://www.e-nose.com.ar/paginas/historia.htm>
- [75] G. P. Ortiz, J. J. Ortiz, et all. Desarrollo de un IMS para la detección de compuestos orgánicos volátiles: simulación y comparación de la distribución de iones. Poster AFA 2008.
- [76] Norberto Boggio, Juan J. Ortiz, et all. *Desarrollo de un IMS para la detección de compuestos orgánicos Volátiles: Simulación y Comparación de la distribución de iones, AFA 2008.*
- [77] Sacristan. Ion Mobility Method and Device for Gas Analysis. Patent Number 5455417. Date of Patent Oct. 3, 1995. US005455417A.

- [78] Escuela Superior de Ingeniería [internet]. Sevilla. [update 2005, cited 2011] Available from: <http://iecon02.us.es/ASIGN/SEA/>.
- [79] M. A. Gosálvez, Y. Xing, and K. Sato. Analytical solution of the Continuous Cellular Automaton for anisotropic etching, *Journal of Microelectromechanical Systems* (Accepted 2008), to appear soon.
- [80] M. A. Gosálvez, Y. Xing, K. Sato, and R. M. Nieminen, Octree-Search Kinetic Monte Carlo, Submitted to *Physical Review Letters*.
- [81] M. A. Gosálvez, Y. Xing, K. Sato, and R. M. Nieminen. Atomistic methods for the simulation of evolving surfaces, Submitted to *New Journal of Physics*.
- [82] <http://www.cleanroom.byu.edu/KOH.phhtml>
- [83] J.J. Ortiz, A. Allievi, A. Lamagna, A. Boselli. *Design and Microfluidic Performance Simulation of Ion Mobility Spectrometer Chamber*. 18th Annual Conference of the International Society for Ion Mobility Spectrometry, Thun, Switzerland.(2009).
- [84] J.J. Ortiz, A. Lamagna, A. Boselli. *Design of a CF-IMS (Cross Flow Ion Mobility Spectrometry) with MEMS technology*. 13th International Meeting on Chemical Sensors University of Western Australia, Perth Western Australia July 2010.
- [85] Mang Zhang, Anthony S. Wexler. Cross flow mobility spectrometry: Theory and initial prototype testing. *International Journal of Mass Spectrometry*, 258,13-20, 2006.
- [86] Sebastian Barth and Stefan Zimmermann. Research Unit, Dr. Gerwerk AG & Co. Modeling Ion Motion in a Miniaturized Ion Mobility Spectrometer. Excerpt from the Proceedings of the COMSOL Conference 2008 Hannover, Germany.
- [87] Beele Chau, Antony S, Weler. "Design, Fabrication, and Testing of a Microfabricated Corona Ionizer". *JOURNAL OF MICROELECTROMECHANICAL SYSTEM*, Vol.17 N° 1, 2008.
- [88] Y. An. Development of a short pulse corona discharge ionization source for ion mobility spectrometry. *Review of Scientific Instruments*, 76, 2005.
- [89] Borg X. *Full analysis & design solutions for EHD Thrusters at saturated corona current conditions*, The General Science Journal, 2004 Jan 1. Available from: <http://blazelabs.com/pdflib.asp>.
- [90] Verification of Paschen curve and Peek's Law in Micro Glow-discharge, II Congreso de Microelectrónica y Aplicaciones. uEA 2011. La Plata, Argentina. ISBN 978-950-34-0749-3, pag. 235-237. Presentación oral. Publicación en papel y electrónica.
- [91] <http://www.coventor.com/products/mems/>
- [92] Senturia S. *Microsystem Design*.led. New York: Kluwer Academic Publishers; 2000. 716.
- [93] J. J. Ortiz, A. Lamagna, A. Boselli. Design of a CF-IMS (Cross Flow Ion Mobility Spectrometry) with MEMS technology, 13th International Meeting on Chemical Sensors, Perth Western, Australia 2010. ISBN: 978-1-74052-208-3, pag.332.
- [94] Emilio Sacristan Rock. *Ion mobility method and device for gas analysis*. US Patent 5,455,417. 1995.
- [95] Zdenek Kucеровsky, William D. Greason, Adrian Ieta. "Corona impedance in a pin-to-plane geometry". *Journal of Electrostatics* Septiembre de 2000.
- [96] Bob L. Henson. "A derivation of Warburg's law for point to plane coronas". *J. Appl. Phys.* 52(6), June 1981.
- [97] <http://www.tcboning.com/sputtering.html>
- [98] www.iwwwfb.org/Abstracts/iwwwfb11/iwwwfb11_22.pdf.

- [99] The numerical calculation was done through Laplace's equation extended to the entire volume. The algorithm used is called P-FFT (precorrected fast Fourier transform) impose conditions of symmetry on the top and sides of the volume. At the bottom edge conditions are voltage to the electrodes, positive on nails and zero for the plane, while the bottom surface charge surface boundary conditions on which find electrodes is zero [68].
- [100] Barth, S.; Baether, W.; Zimmermann, S. *Concept of a Minaturized Ion Mobility Spectrometer and a Numerical Model for Fast System Design and Optimization*. 28-31 Oct. 2007. ISSN:1930-0395. E-ISBN:978-1-4244-1262-4. Print ISBN: 978-1-4244-1262-4. INSPEC Accession Number: 9798927. Digital Object Identifier:10.1109/ICSENS.2007.4388340
- [101] Juan J. Ortiz, Guillermo P. Ortiz, Christian Nigri and Carlos Lasorsa. *Scalable design of an IMS cross-flow micro-generator/ion detector*. Journal of Micromechanics and Microengineering IOP, 2013 doi:10.1088/0960-1317/23/4/045024