

(19):



(11) No de publicación:

**AR 090387 A1**

(41) Fecha de publicación:

**12.11.2014**

(51) Int. Cl.:

**B01D 61/38**

(12)

## **Solicitud de Patente Independiente**

(22) Fecha de presentación: **04/05/2012**

(71) Solicitante(s):

(21) Número de solicitud: **P120101598**

**COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA  
(CNEA), AV. DEL LIBERTADOR 8250, CDAD. AUT. DE  
BUENOS AIRES, AR**

(72) Inventor(es):

**SALMORAL, ELDA MARIA; LERNER, BETIANA; BERLI,  
CLAUDIO; LASORZA, CARLOS; LAMAGNA, ALBERTO;  
SACCO, FRANCISCO; PEREZ, MAXIMILIANO  
SEBASTIAN**

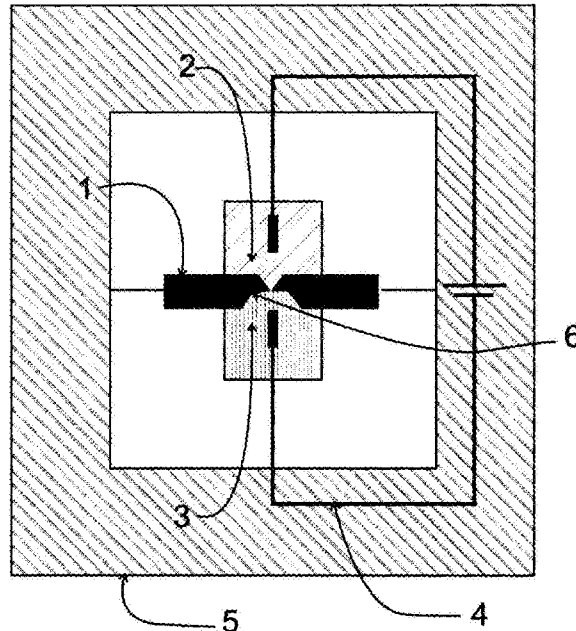
(74) Representante: **1812**

(54) Título:

**METODO AUTOCONTROLABLE DE FABRICACION DE MICRO Y NANOPOROS ESPECIFICAMENTE LOCALIZADOS**

(57) Resumen:

La presente se refiere a un método para fabricar un poro, o un arreglo de poros de estado sólido. Consiste en la fabricación de poros realizando un ataque químico sobre un sustrato conteniendo las formas deseadas en una capa resistente, y frenando este ataque químico por medio de una reacción química de frenado, cuando se produce la formación del poro. El método permite el frenado automático del proceso de fabricación del poro, sin necesidad de la intervención de un agente externo, cuando este tiene dimensiones de entre 1 nm hasta 200 mm, y permite ubicar los poros en lugares específicos del sustrato pudiendo formar uno o un arreglo de ellos. El método se realiza depositando una capa de material resistente al ataque químico en ambas caras del sustrato, generando formas sobre las mismas, se produce un 1º ataque con un agente químico en ambas caras del sustrato dando estructuras terminadas en finas puntas en ambas caras. Luego se lava y se expone solo una de las caras del sustrato a un 2º ataque, mientras que la cara opuesta es expuesta al agente químico de frenado. Con el avance del ataque, la estructura terminada en fina punta crece hasta el punto de encontrarse con la cara opuesta y la reacción de ataque es frenada por el agente químico de frenado, formando un poro en cada punto de intersección.



En caso de ser Modificatoria indicar el N° de Acta

INPI Exp.: **20120101598**



Trámite: 12073830 PATENTES Importe: \$500.-

Fecha/Hora: 04/05/2012 14:49:29.507

Agente: FERNANDEZ JORGE ANIBAL

INPI  
Administración Nacional de Patentes  
CONTROL ADMISIÓN  
INTIMACIÓN ☒ NO ☐ SI

PARA USO E  
NACIONAL DE



REPUBLICA ARGENTINA

INSTITUTO NACIONAL DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL  
ADMINISTRACION NACIONAL DE PATENTES

SOLICITUD DE PATENTE DE INVENCION ☒

SOLICITUD DE MODELO DE UTILIDAD ☐



Hoja

de

I. SOLICITANTE (S)

CANTIDAD DE SOLICITANTES

**COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA (CNEA)**

C.U.I.T. / C.U.I.L.  
/ C.D.I.:

Consignar Nombre y Apellido o Denominación Social (de uno de ellos el resto en ANEXO)

D.N.I.

Personas Físicas:

Estado Civil:

Nupcias

Nombre y apellido del cónyuge:

DNI

**AUDAS DEL LIBERTADOR B250.**

Domicilio Real: Calle: N°: Piso y Dpto.

Localidad:

**CABA**

C. P. N°

País de Residencia:

**AUDAS DEL LIBERTADOR B250. CABA**

Domicilio Legal - Calle - N° - Localidad - Provincia

Dirección de e-mail:

**PATENTES.INVENCION@CNEA.GOV.AR**

Teléfono:

Código Postal

**4704 1241**

II. OBJETO

Título de la  
Invención

**MÉTODO AUTOCONTROLABLE DE FABRICACIÓN DE MICRO Y  
NANOPOROS ESPECÍFICAMENTE LOCALIZADOS**

Cácter de la Patente /  
Modelo de Utilidad

**INDEPENDIENTE**

Adicional a:

Patente N°

Solicitud N°

Divisional de la  
Solicitud N°

PRIORIDAD (LEY 17.011)

PAIS

NUMERO

FECHA

DEPOSITO DE MICROORGANISMOS

FECHA DE DEPOSITO

N° DE ACCESO AL DEPOSITO

Nombre de la Institución Depositaria

Domicilio de la Institución

País

Datos del Depositante

Origen del Material Biológico y Genético

Continúa en hoja anexa:

**Córculo 311900 - \$50000**

### III. SOCIEDADES

SOCIEDAD REPRESENTADA POR

ING. JORGE ANTON REWÁÑDEZ

QUIEN

DECLARA BAJO JURAMENTO QUE INVISTE EL CARÁCTER DE

REPRESENTANTE DE CREA

QUE SU

MANDATO SE ENCUENTRA VIGENTE Y LA SOCIEDAD SE HALLA INSCRIPTA EN

Datos de Inscripción en R.P.C. / I.G.J.

Fecha:

Número

Nº Folio

Tomo:

### IV. MANDATO

Poder inscripto en el I.N.P.I. bajo el número:

RESOLUCIÓN CREA Nº 60/96

EN ESTE ACTO SE AUTORIZA A: (Apellido y Nombre y Nº de DNI)

PRIANO, CARLA - DNI 33022488

☒ Para todas aquellas gestiones de mero trámite tales como practicar desgloses, retirar testimonios, certificados, títulos, copias y notificaciones en el expediente.

☒ Contestar vistas, desistir solicitud, realizar peticiones (solamente cuando el Autorizado sea Agente de la Propiedad Industrial)

SE ACOMPAÑA PODER

3

AGENTE Nº

1812

### V. DECLARACION DE DIVULGACION PREVIA

A los efectos de lo indicado en el Art. 5º de la Ley 24.481, manifiesta que el presente invento ha sido divulgado previamente: ☐ NO ☐ (SI/NO) En caso afirmativo en fecha:

### VI. OBSERVACIONES

INVENTORES: CERNER, BERIANA; PEREZ, TAXIDILIANO SEBASTIÁN; BELL, CLEO; CASOZA, CARLOS; LARAGNA, ALBERTO; SACCO, FRANCISCO; SALGUAL, ELDA DANIA

Se deja constancia que los datos vertidos en el presente formulario revisten el carácter de declaración jurada; cualquier falsedad inserta en el mismo acarreará las consecuencias legales correspondientes.

NOTA: El pago del arancel correspondiente deberá concretarse al momento de la presentación o durante, las dos primeras horas de atención del subsiguiente día hábil. De no ocurrir el pago en dicho plazo, de pleno derecho de tendrá por no efectuada la presentación, la que no producirá efecto alguno.

*[Firma manuscrita]*

Firma del / los autorizado / s

Firma del solicitante o su apoderado o representante legal

### USO INTERNO

LA PRESENTACION CONSTA DE ☐ FOJAS

CAMBIO DE DOMICILIO/CORREO ELECTRONICO/TELEFONO:

FECHA

Domicilio Real- Calle

C. P. Nº

País de Residencia:

Localidad:

Domicilio Legal - Calle - Nº - Localidad - Provincia

Teléfono:

Código Postal

Dirección de e-mail:

FECHA

CAMBIO DE APODERADO / AUTORIZADO:

Nuevo Apoderado o Autorizado:

TRANSFERENCIA O CAMBIO DE RUBRO:

# **Memoria Descriptiva de la Patente de Invención**

Denominada

**“METODO AUTOCONTROLABLE DE  
FABRICACION DE MICRO Y NANOPOROS  
ESPECIFICAMENTE LOCALIZADOS”**

Solicitada por

Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA), residente en  
Av. del Libertador 8250, Capital Federal, República Argentina.

Inventores: Lerner Betiana

Perez Maximiliano Sebastian

Berli Claudio

Lasorza Carlos

Lamagna Alberto

Sacco Francisco

Salmoral Elda María

Por el plazo de 20 años

La presente invención se refiere a un método autocontrolable de fabricación de micro y nanoporos específicamente localizados.

El método permite el frenado automático del proceso de fabricación del poro, sin necesidad de la intervención de un agente externo (humano o robot), cuando este tiene dimensiones de pocos nanómetros o hasta varios micrones. El método permite ubicar los poros en lugares específicos del sustrato pudiendo formar uno o un arreglo de ellos. El método permite también la utilización de sustratos sólidos de elevados espesores.

La manipulación de la materia a escala del nanómetro es importante para muchos avances en el área de la química, biología y la electrónica.

Los nanoporos artificiales han sido fabricados por varios grupos de investigación con diferentes materiales. Generalmente la metodología consiste en fabricar estos nanoporos en un polímero, material de estado sólido o una membrana flotante soportada en un marco de silicio. Algunos materiales utilizados como membranas son por ejemplo dióxido de silicio y nitruro de silicio.

Debido a la potencialidad de los nanoporos para un gran número de aplicaciones, existe un continuo interés en el desarrollo de nuevos dispositivos de nanoporos. Los mismos son de gran interés particularmente en el sensado de moléculas biológicas, especialmente en la secuenciación de ADN (Fologea et al, 2007a;.. Gierhart et al 2008; Kim et al 2007; Tormenta et al 2005), proteínas (Fologea et al. 2007b), y nanopartículas (Lan et al. 2011).

Una técnica bien conocida para producir nanoporos de estado sólido utiliza partículas de alta energía para crear una trayectoria en el material dañado. Esa trayectoria se convierte en un poro cuando se realiza un ataque químico en el mismo. Debido a que con este método los nanoporos son producidos en finas membranas flotantes, esto los hace muy inestables. Sus tamaños son del orden del micrón o mayores. Y son limitados por el espesor de la capa flotante (US patente Publicación N° 2003/0136679).

Otro método para la fabricación de nanoporos propuesto por Golovchenko et al. US pat. N° 6.464.842 se basa en realizar una cavidad poco profunda en un lado de una membrana, luego la membrana es afinada lentamente en el lado opuesto utilizando disparo de iones de baja energía.

Mediante un control de los disparos de iones por feedback, se puede detener el proceso de afinamiento tan pronto como se produzca el nanoporo en la cavidad. La principal desventaja de esta técnica es que requiere equipamiento muy costoso y es difícil de escalar.

Otro método para fabricar nanoporos propuesto por Anpan Han et al. 2008 se basa en realizar una oxidación de dióxido de silicio en una oblea de silicio y deposición de una fina capa de nitruro de silicio y polimetil metacrilato (PMMA). Posteriormente se realiza una abertura con la técnica de litografía por bombardeo de electrones y ataque de iones reactivos (RIE). Finalmente se le realiza un ataque químico con KOH el cual ataca al silicio dejando una membrana flotante con el poro embebido. Todos estos procesos y lo costosos de los equipos hacen que esta técnica sea de difícil escalado.

Una técnica menos costosa a las previamente mencionadas es la técnica propuesta por X.S. Ling US 7,678,562 B2, la cual permite obtener nanoporos de estado sólido localizables, utilizando un ataque químico en un sustrato aislante, controlando la apertura del poro midiendo una corriente de iones. Cuando se forma el poro comienza a circular una corriente, en el momento en que la misma es detectada se detiene la reacción. La principal desventaja de esta técnica es que es de difícil implementación para su utilización a gran escala debido a que se tienen que hacer mediciones eléctricas independientes para cada poro en particular, y una vez producido el poro, requiere de la intervención de un agente externo, ya sea robot o humano, para el frenado de la reacción.

Para poder implementar los nanoporos en dispositivos comerciales, es necesario tener procesos de fabricación que sean escalables. Para poder tener procesos de fabricación escalables, es deseable contar con un método de fabricación reproducible, que no requiera equipos costosos, que sea fácil de implementar y de bajo costo de producción. También es deseable que el proceso pueda permitir la fabricación de un nanoporo o un arreglo de ellos ubicados en lugares específicos del sustrato. Es deseable también que el sustrato en el que se fabrican sea económico y compatible con otros procesos

de microfabricación, como litografía para deposición de electrodos y/o unión con microcanales para inyección de fluidos.

El método, de la presente invención, que se utiliza para fabricar un poro o un arreglo de poros de estado sólido, mejora los métodos conocidos, según lo mencionado anteriormente. El método permite el frenado automático del proceso de fabricación del poro, sin necesidad de la intervención de un agente externo (por ejemplo humano o robot), cuando este tiene dimensiones de entre 1 nm hasta 200 micrones. El método permite ubicar los poros en lugares específicos del sustrato pudiendo formar uno o un arreglo de ellos. El método permite también la utilización de sustratos sólidos de elevados espesores, de entre 100 y 2000 micrones, ya que no requiere la utilización de bombardeo por iones. El sustrato puede ser silicio, cuarzo, plásticos o teflón.

El mismo podría utilizarse para sensar moléculas biológicas, teniendo por lo tanto un amplio rango de aplicaciones en biología molecular y biotecnología, como por ejemplo para la detección de ADN, ARN, proteínas, azúcares, etc.

Otra ventaja del método propuesto es que permite obtener poros individuales o un arreglo de poros, lo cual permitiría tomar una mayor cantidad de datos para el sensado de moléculas.

### **BREVE DESCRIPCION DE LA INVENCION**

El método de la invención consiste en la fabricación de poros realizando un ataque químico sobre un sustrato conteniendo las formas deseadas en una capa resistente, y frenando este ataque químico por medio de una reacción química de frenado, sin la necesidad de intervención de un agente externo, cuando se produce la formación del poro.

A modo descriptivo, el método se puede resumir en las siguientes etapas:

- a. Deposición de una fina capa de material resistente al ataque químico en ambas caras del sustrato.

- b. Realización de diferentes formas, alineadas unas con otras en ambas caras del sustrato, sobre la capa resistente. La característica de la capa resistente es que ésta protege al sustrato y el mismo solo es atacado en las zonas donde las formas son generadas sobre la capa de resistente.
- c. Realización de un 1º ataque con un agente químico sobre ambas caras el sustrato conteniendo las formas deseadas en la capa resistente. Este ataque produce cavidades siguiendo el patrón de las formas generadas en la capa resistente. Las cavidades formadas terminan en finas puntas. El ataque continua hasta que las finas puntas en ambas caras están próximas a encontrarse.
- d. Lavado de muestra y posterior realización de un 2º ataque con agente químico en una de las caras, mientras que la cara opuesta se expone a agente químico de frenado.
- e. Frenando del ataque químico, sin la necesidad de intervención de un agente externo, por medio de un agente químico de frenado, cuando se encuentran las finas puntas y se produce la formación del poro.

El método propuesto sirve para distintas configuraciones y cantidades de poros. Se realizan diferentes formas en el sustrato para la obtención de los mismos. Las formas en primera instancia se realizan sobre una fina capa resistente depositada sobre el sustrato. La capa resistente puede ser oxido de silicio, nitruro de silicio, cobre, oro, platino, titanio o resina polimérica.

Independientemente de las formas utilizadas, en todos los casos el método plantea un ataque químico sobre el sustrato por medio de un agente de ataque, el cual puede ser KOH, TMAH (hidróxido de tetrametil-amonio), HF, NaOH, CeOH, RbOH, NH<sub>4</sub>OH, CCl<sub>4</sub> o Acetona, que genera cavidades siguiendo el patrón de las formas utilizadas. En condiciones normales, el ataque químico continúa hasta traspasar de lado a lado el sustrato. El método plantea el frenado de este ataque por medio de un agente químico de frenado, el cual puede ser HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HF, HNO<sub>3</sub> o CH<sub>3</sub>COOH, sin la necesidad de una interacción externa



de un operador o robot, como en el caso de los otros métodos previamente mencionados. El frenado químico del ataque al sustrato permite la formación de los poros.

Las formas son generadas primeramente en la capa resistente por métodos conocidos para generar patrones como litografía, ablación láser, cortado, etc. Dicha capa es resistente al agente químico utilizado para atacar el sustrato. De esta manera, la capa resistente protege al sustrato y este solo es atacado en las zonas donde las formas son generadas sobre la capa resistente.

Independiente de las formas realizadas, se produce un 1º ataque en ambas caras del sustrato dando estructuras terminadas en finas puntas. El ataque continua hasta que las finas puntas en ambas caras están próximas a encontrarse. Luego se lava la muestra y se expone solo una de las caras del sustrato a un 2º ataque con el agente químico de ataque, mientras que la cara opuesta es expuesta al agente químico de frenado. De este modo el ataque continúa solo en una de las caras del sustrato. Con el avance del ataque, la estructura terminada en fina punta crece hasta el punto de encontrarse con la estructura formada en la cara opuesta. En el momento en que se encuentran ambas estructuras, la reacción de ataque es frenada por el agente químico de frenado. Los poros se forman cuando las finas puntas en ambos lados del sustrato se solapan.

Con relación a las formas, el método permite la realización de una línea en un lado del sustrato y otra línea perpendicular a la primera en la cara opuesta del sustrato, obteniéndose de esta manera un único poro cuando estas líneas se intersecan.

El método permite la realización de varias líneas paralelas a un lado del sustrato, y varias líneas paralelas entre si y perpendiculares a las primeras formadas en la otra cara del sustrato. Con esta realización se pueden obtener arreglos de poros, los cuales pueden servir de especial utilidad para su uso en dispositivos de secuenciación, ya que permitirían obtener datos de varias moléculas en paralelo.

El método permite también la realización de formas cuadradas sobre una de las caras del sustrato, y formas cuadradas alineadas concéntricamente en la cara opuesta del sustrato. La cantidad de formas cuadradas que se utilicen dará lugar a una misma cantidad de poros.

El tamaño del poro obtenido se puede regular ajustando la temperatura de la reacción o aplicando un potencial eléctrico.

Este método se puede realizar en condiciones normales a temperatura ambiente, obteniéndose nanoporos. Pero también puede disminuirse o aumentarse la temperatura de la reacción entre 0°C y 90°C aplicando una fuente de calor externa, de manera de disminuir o aumentar la velocidad de reacción. Si la velocidad del ataque químico sobre el sustrato es aumentada, se obtienen poros más grandes, debido a que la velocidad de ataque es mayor a la velocidad de la reacción de frenado químico y el frenado químico demora más tiempo en realizarse, produciéndose de esta manera microporos. Al disminuir la temperatura ocurre el fenómeno opuesto, obteniéndose poros más chicos.

En casos particulares, si el agente de frenado es una sustancia polar o cargada eléctricamente, el tamaño del poro también se puede ajustar con la aplicación de un potencial eléctrico. Cuando un potencial eléctrico de entre -12 y 12 V es aplicado entre los dos compartimientos que separan ambas caras del sustrato, al encontrarse las dos cavidades durante el ataque, el agente de frenado puede sentir mayor o menor atracción para ir al compartimiento opuesto según la dirección del campo eléctrico. Como resultado se puede controlar la velocidad de frenado.

La aplicación de potencial eléctrico, en algunos sustratos también permite la obtención de poros dejando la superficie del sustrato limpia. En los casos en los que el agente de ataque y el agente de frenado reaccionan formando sustancias que pueden cristalizar o precipitar, la aplicación de un potencial eléctrico atrae a los iones formados al electrodo de aplicación del mismo, dejando la superficie del sustrato libre de iones o cristales. Este proceso es de

utilidad para su aplicación industrial, debido a que evita el uso de lavados posteriores.

El método permite la combinación de los dos casos comentados arriba, pudiéndose en un mismo caso de aplicación del método, subir o bajar la temperatura y a la vez aplicar o no un potencial eléctrico. Para algunos materiales como por ejemplo el silicio, la combinación de la aplicación de alta temperatura y potencial eléctrico permite la fabricación de poros en menor tiempo que cuando estos se fabrican a temperatura ambiente sin potencial eléctrico. La disminución del tiempo de fabricación es favorable para reducir costos si se desea aplicar el método a la fabricación en masa de dispositivos comerciales.

El desarrollo del método de invención puede utilizarse para la fabricación de nanoporos o microporos en diferentes sustratos, con distintos agentes químicos, con o sin temperatura y aplicando o no potencial.

Otros aspectos y ventajas del método se hacen aparentes cuando se interpreta la descripción de los mismos en conexión con las ilustraciones.

A fin de mejorar la comprensión de la presente invención, a continuación se detallan una lista de figuras asociadas con la invención y los números en ellas indican las diferentes partes de la invención.

La figura 1 muestra un esquema de la configuración de fabricación conteniendo el sustrato entre dos compartimientos. Uno de los compartimientos contiene un agente químico de ataque y el otro compartimiento el agente químico de frenado. En ambos compartimientos se observan electrodos utilizados para aplicar el potencial eléctrico. Todo el dispositivo se encuentra dentro de un horno.

La figura 2 es una vista en perspectiva del sustrato utilizado para realizar los poros en el cual se observa la fina capa resistente y el patrón generado en la misma.

La figura 3 es una vista en perspectiva del sustrato luego del ataque químico, conteniendo un poro perfectamente localizado. En ambos lados del sustrato se realiza un patrón en la capa resistente en la ubicación deseada, con forma de cuadrados alineados de manera que coincidan entre si.

La figura 4 es una vista de frente y perfil de La figura 3.

La figura 5 es una vista aumentada en la zona donde se produce el poro de La figura 3.

La figura 6 es una vista en perspectiva del sustrato con un poro perfectamente localizado. En ambos lados del sustrato se realiza una línea en la capa resistente de manera que sean ortogonales entre si.

La figura 7 es una vista de frente y perfil del sustrato mostrado en la figura 6 conteniendo un único poro en la intersección de ambas líneas.

La figura 8 es una vista aumentada en la zona de intersección de las líneas donde se produce el poro de la figura 6.

La figura 9 es una vista en perspectiva del sustrato conteniendo dieciséis poros perfectamente ubicados. En ambos lados del sustrato se realizan como patrón en la capa resistente cuatro líneas paralelas entre si de manera que sean ortogonales con las líneas generadas en la cara opuesta.

La figura 10 es una vista en perspectiva del sustrato conteniendo cuatro poros perfectamente localizados. En ambos lados del sustrato se realizan cuatro patrones en la capa resistente con geometría cuadrada alineados de manera que coincidan entre si.

La figura 11 es una vista de frente del sustrato de la figura. 10 conteniendo cuatro poros.

La figura 12 es un esquema de la configuración de fabricación conteniendo el sustrato entre dos compartimientos. Uno de los compartimientos contiene un agente químico de ataque y el otro compartimiento el agente

químico de frenado. La configuración se realiza en estufa para poder aplicar temperatura constante.

La figura 13 es una vista superior aumentada comparando los poros producidos en dos configuraciones de fabricación distintas. El poro producido en la configuración que no se utiliza temperatura es mas chico que el poro producido al aplicar temperatura.

La figura 14 es un esquema de la configuración de fabricación conteniendo el sustrato entre dos compartimientos. Uno de los compartimientos contiene un agente químico de ataque y el otro compartimiento el agente químico de frenado. Se observa la atracción de los iones del agente de ataque y frenado hacia el electrodo de carga opuesta.

La figura 15 es una vista superior aumentada comparando los poros producidos en dos configuraciones de fabricación distintas. El poro producido en la configuración que utiliza un potencial eléctrico es mas chico que el poro producido al no aplicar un potencial eléctrico.

### **DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION**

A fin de alcanzar una mejor comprensión de la presente invención y mayor entendimiento de las ventajas comentadas, más las que los entendidos en la especialidad podrán agregar, se realiza a continuación la descripción detallada del método autocontrolable de fabricación de micro y nanoporos específicamente localizados, de la presente invención, en base a cada una de sus partes indicadas en las imágenes arriba mencionadas.

La presente invención se refiere a un método para fabricar un poro, o un arreglo de poros de estado sólido a bajo costo. El método permite el frenado automático del proceso de fabricación del poro, cuando este tiene dimensiones de uno o unos pocos nanómetros y hasta micrones. El método permite ubicar los poros en lugares específicos del sustrato. También el método permite la utilización de sustratos sólidos de elevados espesores, ya que no requiere la

utilización de bombardeo por iones para la sensibilización del sustrato previa al ataque químico.

La **figura 1** muestra la configuración del método de la invención, la cual consiste en la fabricación de poros, de entre 1 nm hasta 200 micrones, realizando un ataque químico sobre un sustrato **1** (Ej.: silicio, cuarzo o plásticos), conteniendo las formas deseadas en una capa resistente (Ej.: óxido de silicio, nitruro de silicio, cobre, oro, platino, titanio o resina polimérica) y frenando este ataque, por medio de una reacción química, cuando se produce la formación del poro. Independientemente de las formas realizadas sobre la capa resistente, en todos los casos el método plantea un 1º ataque con un agente químico **3** (Ej.: KOH, TMAH, HF, NaOH, CeOH, RbOH, NH<sub>4</sub>OH, CCl<sub>4</sub> o Acetona) sobre ambas caras del sustrato **1**, que genera cavidades **6** terminadas en finas puntas en ambos lados del sustrato **1** siguiendo el patrón de las formas utilizadas. En condiciones normales, el ataque químico continúa hasta traspasar de lado a lado el sustrato **1**. La innovación del método plantea el lavado del sustrato cuando las finas puntas en ambas caras están próximas a encontrarse. Luego se expone solo una de las caras del sustrato a un 2º ataque con el agente químico de ataque **3**, mientras que la cara opuesta es expuesta al agente químico de frenado **2** (Ej.: HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HF, HNO<sub>3</sub>, CH<sub>3</sub>COOH). De este modo el ataque continúa solo en una de las caras del sustrato **1**. Con el avance del ataque, la estructura terminada en fina punta crece hasta el punto de encontrarse con la estructura formada en la cara opuesta. En el momento en que se encuentran ambas estructuras, la reacción de ataque es frenada por el agente químico de frenado **2**, sin la necesidad de interacción externa de un operador o robot. Los poros se forman cuando las finas puntas en ambos lados del sustrato se solapan. La figura muestra una condición particular donde se aplica simultáneamente temperatura (Ej.: entre 0 y 90°C) por medio de una fuente de calor externa **5** y un potencial eléctrico (Ej.: entre -12 y 12 V) por medio de electrodos **4**.

La **figura 2** muestra una vista en perspectiva del sustrato **1**. El método propuesto sirve para distintas configuraciones y cantidades de poros. Se

realizan en primera instancia diferentes formas **7** sobre una fina capa resistente **8** al ataque químico depositada sobre el sustrato. Las formas sirven como patrón para la posterior formación de cavidades en el sustrato.

La **figura 3** muestra una vista en perspectiva y la **figura 4** muestra una vista de frente y perfil del sustrato **1** conteniendo las cavidades **6** realizadas en ambas caras y el poro **9** en el centro de las mismas. Las formas **7** son generadas primeramente en la capa resistente **8** por métodos conocidos para generar patrones como lift-off, ablación láser, cortado, etc. La capa resiste el ataque del agente químico **3** utilizado para atacar el sustrato **1**. De esta manera, la capa resistente **8** protege al sustrato **1** y este solo es atacado en las zonas donde las formas **7** son generadas.

La **figura 5** muestra una ampliación de la zona de formación del poro **9** del ejemplo de la **figura 3**. Independiente de las formas realizadas, el ataque es producido en ambas caras del sustrato **1** dando estructuras terminadas en finas puntas. Con el avance del ataque, las estructuras crecen hasta el punto de encontrarse unas con las otras. En el momento en que se encuentran ambas estructuras, la reacción de ataque es frenada por el agente químico de frenado **2**. Los poros **9** se forman cuando ambas cavidades se encuentran.

La **figura 6** muestra una vista en perspectiva y la **figura 7** muestra una vista de frente y perfil del sustrato **1** conteniendo una cavidad en forma de línea **10** en un lado del sustrato y otra cavidad en forma de línea **11** perpendicular a la primera en la cara opuesta del sustrato **1**, obteniéndose de esta manera un único poro **9** cuando estas líneas se intersecan.

La **figura 8** muestra una ampliación de la zona de formación del poro **9** del ejemplo de la **figura 6**. El ataque es producido en ambas caras del sustrato **1** dando estructuras terminadas en finas puntas. Con el avance del ataque, las estructuras crecen hasta el punto de encontrarse unas con las otras. En el momento en que se encuentran ambas estructuras, la reacción de ataque es frenada por el agente químico de frenado **2**. Los poros **9** se forman cuando ambas cavidades se encuentran.

La **figura 9** muestra una vista en perspectiva del sustrato **1** conteniendo cuatro cavidades con forma de líneas **12** en un lado del sustrato **1** y cuatro cavidades con forma de líneas **13** perpendicular a las primeras en la cara opuesta del sustrato **1**, obteniéndose de esta manera dieciséis únicos poros **9** cuando estas líneas se intersecan. Las formas **7** son generadas primeramente en la capa resistente **8**. El método permite la realización de varias líneas paralelas a un lado del sustrato, y varias líneas paralelas entre si y perpendiculares a las primeras formadas en la otra cara del sustrato **1**. Con esta realización se pueden obtener arreglos de poros **9**, los cuales pueden servir de especial utilidad para su uso en dispositivos de secuenciación, ya que permitirían obtener datos en paralelo.

La **figura 10** muestra una vista en perspectiva y la **figura 11** muestra una vista de frente del sustrato **1** conteniendo cuatro cavidades con formas cuadradas **14** sobre una de las caras **1**, y cuatro cavidades con formas cuadradas **15** alineadas concéntricamente en la cara opuesta del sustrato **1**. La cantidad de formas cuadradas que se utilicen dará lugar a una misma cantidad de poros **9**.

En la presente invención el tamaño del poro **9** obtenido se puede regular ajustando la temperatura entre 0 y 90°C con una fuente de calor externa **5** o aplicando un potencial eléctrico **4** de entre -12 y 12 V.

La **figura 12** muestra una vista superior de la configuración de fabricación de los poros **9** conteniendo el sustrato **1** entre dos compartimientos. Uno de los compartimientos contiene un agente químico de ataque **3** y el otro de los compartimientos un agente químico de frenado **2**. La configuración se puede realizar en estufa **5** para aplicar temperatura constante.

La **figura 13** muestra una vista aumentada comparando los poros **9** producidos en dos configuraciones de fabricación distintas. Este método se puede realizar en condiciones normales a temperatura ambiente, obteniéndose poros **9**. Pero también puede disminuirse o aumentarse la temperatura de la reacción aplicando una fuente de calor externa, como por ejemplo una estufa **5**, de manera de disminuir o aumentar la velocidad de reacción. Si la velocidad del



ataque químico sobre el sustrato **1** es aumentada, se obtienen poros **9** más grandes, debido a que la velocidad de ataque es mayor a la velocidad de la reacción de frenado químico y el frenado químico demora más tiempo en realizarse, produciéndose de esta manera microporos. Al disminuir la temperatura ocurre el fenómeno opuesto, obteniéndose poros **9** de unos pocos nanómetros

La **figura 14** muestra un esquema de la configuración de fabricación de los poros **9**. Se observa la atracción de los iones del medio de ataque **3** y frenado **2** hacia el electrodo de carga opuesta. En casos particulares, si el agente de frenado **2** es una sustancia polar o cargada eléctricamente, el tamaño del poro también se puede ajustar con la aplicación de un potencial eléctrico **4**. Cuando un potencial eléctrico **4** de entre -12 y 12 V es aplicado entre los dos compartimientos que separan ambas caras del sustrato **1**, al encontrarse las dos cavidades **6** durante el ataque, el agente de frenado **2** puede sentir mayor o menor atracción para ir al compartimiento opuesto según la dirección del campo eléctrico. Como resultado se puede controlar la velocidad de frenado.

La **figura 15** muestra un esquema comparando los poros **9** producidos en dos configuraciones de fabricación distintas. El poro **9** producido en la configuración que utiliza un potencial eléctrico **4** es mas chico que el poro **9** producido al no aplicar un potencial eléctrico **4** debido a que el agente de frenado **2** siente mayor atracción de ir al compartimiento opuesto frenando la reacción más rápido.

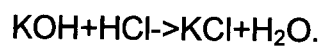
La aplicación de potencial **4**, en algunos sustratos **1** permite la obtención de poros **9** dejando la superficie del sustrato **1** limpia. En los casos en los que el agente de ataque **3** y el agente de frenado **2** reaccionan formando sustancias que pueden cristalizar o precipitar, la aplicación de un potencial **4** atrae a los iones formados al electrodo de aplicación del mismo, dejando la superficie del sustrato **1** libre de iones o cristales. Este proceso es de utilidad para su aplicación industrial, debido a que evita la necesidad de exhaustivos lavados posteriores.

El método permite la combinación de los dos casos comentados previamente, como se muestra en la **figura 1**, pudiéndose en un mismo caso de aplicación del método, subir o bajar la temperatura **5** y a la vez aplicar o no un potencial eléctrico **4**. Para algunos materiales, la combinación de aplicación de alta temperatura **5** y potencial eléctrico **4** permite la fabricación de poros **9** en menor tiempo que cuando estos se fabrican a temperatura ambiente sin la aplicación de potencial eléctrico. Disminuir el tiempo de fabricación es favorable para disminuir costos si se aplica el método a la fabricación en masa de dispositivos comerciales.

Para mayor aclaración de la presente invención, y la manera en que la misma ha de ser llevada a la práctica, se explica a continuación un ejemplo de realización del método autocontrolable de fabricación de micro y nanoporos específicamente localizados, de la invención.

El sustrato utilizado es una oblea de silicio con orientación cristalina 100, de 700 micrones de espesor. A esta oblea se le deposita por métodos conocidos (Ej.: deposición química de vapor) una capa resistente de nitruro de silicio de 100 nm de espesor, en ambos lados de la oblea. Se realizan formas sobre la capa resistente utilizando métodos conocidos como ablación láser o "lift-off". Como ejemplo particular, la forma generada sobre la capa resistente es una línea de 487 micrones de ancho y 4000 micrones de largo, en una de las caras de la oblea, y otra línea de iguales dimensiones, sobre la capa resistente en la cara opuesta, y orientada ortogonalmente respecto de la primera. Luego de realizar las formas en la capa resistente, se realiza un 1º ataque químico con KOH a 70 °C sobre ambas caras de la oblea durante 5 horas. El ataque químico produce estructuras angulares con finas puntas, quedando estas a una distancia de aproximados 12 micrones de encontrarse entre si. La oblea entonces es retirada del recipiente en el cual se realiza el ataque, lavada con agua y colocada en un recipiente donde se realiza un 2º ataque con KOH a 70°C sobre una de las caras y en la otra cara de la oblea se pone en contacto con HCl concentrado, el cual cumplirá el rol de agente de frenado. Se aplica un potencial eléctrico de 2 V, con electrodos de platino, entre los dos compartimientos que

contienen el agente de ataque y el agente de frenado, colocando el electrodo positivo en el compartimiento que contiene el HCl, y el electrodo negativo en el compartimiento que contiene el KOH. El ataque químico entonces continua hasta que las ambas puntas se encuentran entre si, en ese momento el KOH es neutralizado por el HCl frenando automáticamente la reacción de ataque y dejando como resultado un poro. La reacción de neutralización que tiene lugar es la siguiente:



En este ejemplo puede aplicarse o no temperatura y potencial para modificar los tiempos de formación del poro y tamaños de los mismos.

Siguen 12 reivindicaciones en página 17.

## **REIVINDICACIONES**

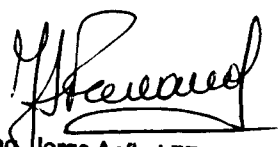
Habiendo descripto y determinado la naturaleza y alcance de la presente invención y la manera que la misma ha de ser llevada a la práctica, se declara lo que se reivindica:

- 1.** Método autocontrolable de fabricación de micro y nanoporos específicamente localizados en lugares específicos de un sustrato, caracterizado porque comprende las siguientes etapas:
  - a)** Deposición de una fina capa de material resistente al ataque químico en ambas caras del sustrato.
  - b)** Realización de diferentes formas, alineadas en ambas caras del sustrato, sobre dicha capa de material resistente. La característica de la capa resistente es que ésta protege al sustrato y el mismo solo es atacado en las zonas donde las formas son generadas sobre la capa resistente.
  - c)** Realización de un primer ataque con agente químico sobre ambas caras el sustrato conteniendo las formas deseadas en dicha capa resistente. Este ataque produce cavidades siguiendo el patrón de las formas generadas en la capa resistente. Las cavidades formadas terminan en finas puntas. El ataque continua hasta que las finas puntas en ambas caras están próximas a encontrarse.
  - d)** Lavado y posterior realización de un segundo ataque con agente químico en una de las caras, mientras que la cara opuesta se expone a un agente químico de frenado.
  - e)** Frenando del ataque químico, por medio de un agente químico de frenado, cuando se encuentran las finas puntas y se produce la formación del poro.

2. Método autocontrolable de fabricación de micro y nanoporos específicamente localizados en lugares específicos de un sustrato, según la reivindicación 1, caracterizado porque en dicha etapa b) las formas consisten en una o más líneas en una cara del sustrato y otra una o más líneas en la cara opuesta del sustrato, obteniéndose de esta manera un único poro sobre cada una de las intersecciones de dichas líneas opuestas.
3. Método autocontrolable de fabricación de micro y nanoporos específicamente localizados en lugares específicos de un sustrato, según la reivindicación 2, caracterizado porque dichas líneas sobre una cara del sustrato son aproximadamente perpendiculares a las líneas de la cara opuesta del sustrato.
4. Método autocontrolable de fabricación de micro y nanoporos específicamente localizados en lugares específicos de un sustrato, según la reivindicación 3, caracterizado porque dichas líneas sobre una cara del sustrato son líneas aproximadamente paralelas entre sí.
5. Método autocontrolable de fabricación de micro y nanoporos específicamente localizados en lugares específicos de un sustrato, según la reivindicación 1, caracterizado porque en dicha etapa b) las formas consisten en uno o más cuadrados sobre una de las caras del sustrato, y formas cuadradas alineadas concéntricamente en la cara opuesta del sustrato.
6. Método autocontrolable de fabricación de micro y nanoporos específicamente localizados en lugares específicos de un sustrato, según la reivindicación 1, caracterizado porque el ataque químico se realiza en condiciones normales a temperatura ambiente.
7. Método autocontrolable de fabricación de micro y nanoporos específicamente localizados en lugares específicos de un sustrato, según la reivindicación 1, caracterizado porque el ataque químico se realiza

con una temperatura de reacción, entre 0°C y 90°C, aplicando una fuente de calor externa, variando la velocidad de reacción obteniendo poros de diferentes diámetros.

8. Método autocontrolable de fabricación de micro y nanoporos específicamente localizados en lugares específicos de un sustrato, según la reivindicación 1, caracterizado porque se aplica un potencial eléctrico de entre -12 y 12V, entre los dos compartimientos que separan ambas caras del sustrato, frenando la reacción más rápidamente produciendo poros de diámetros menores..
9. Método autocontrolable de fabricación de micro y nanoporos específicamente localizados en lugares específicos de un sustrato, según la reivindicación 8, caracterizado porque dicho ataque químico se realiza con una temperatura de reacción, entre 0°C y 90°C, aplicando una fuente de calor externa.
10. Método autocontrolable de fabricación de micro y nanoporos específicamente localizados en lugares específicos de un sustrato, según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho sustrato es uno elegido entre silicio, cuarzo, teflón y plástico; tiene entre 100  $\mu\text{m}$  y 2mm de espesor, dicha capa resistente es una elegida entre oxido de silicio, nitruro de silicio, cobre, oro, platino, titanio y resina polimérica, dicho agente químico de ataque es uno elegido entre KOH, TMAH, HF, NaOH, CeOH, RbOH,  $\text{NH}_4\text{OH}$ ,  $\text{CCl}_4$  y Acetona, dicho agente químico de frenado es uno elegido entre HCl,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , HF,  $\text{HNO}_3$  y  $\text{CH}_3\text{COOH}$  y los tamaños de dichos poros producidos son entre 1 nm y 200  $\mu\text{m}$ .

  
Ing. Jorge Aníbal FERNANDEZ  
JEFE DEPARTAMENTO  
PROPIEDAD INTELECTUAL  
Gda. PLANIFICACION, COORDINACION Y CONTROL  
CNEA.

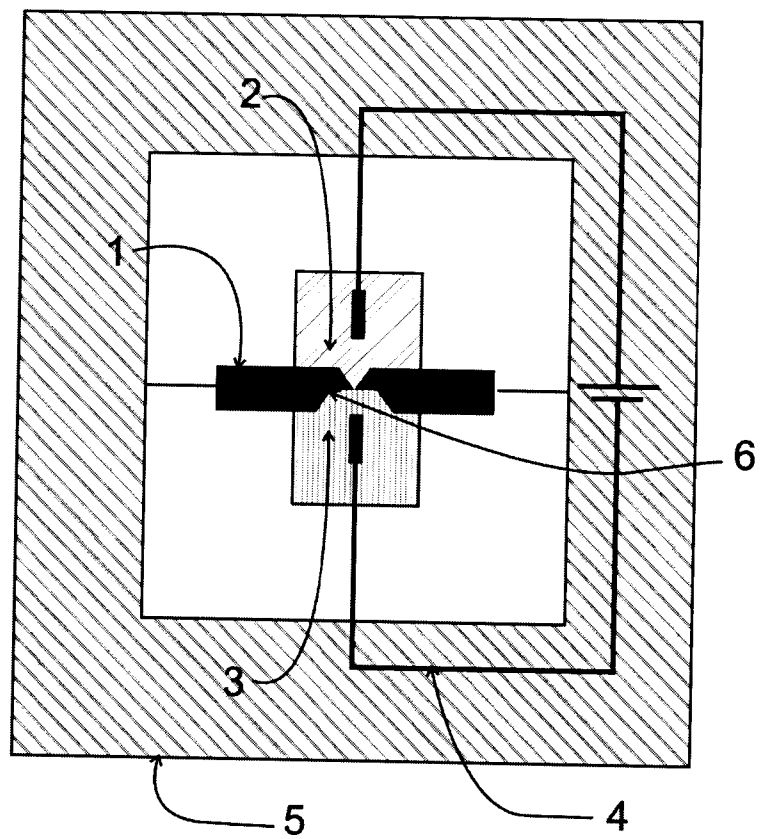


FIG. 1

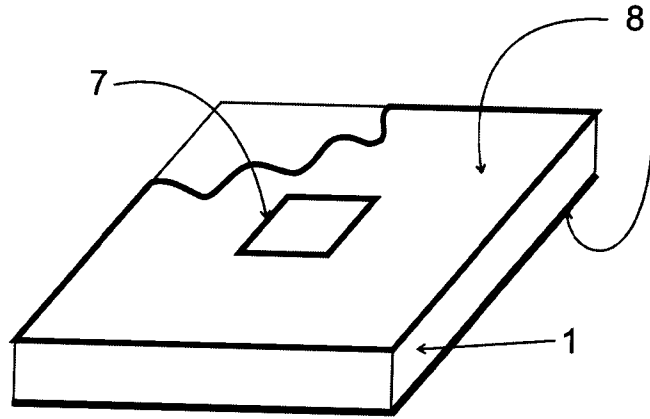


FIG. 2

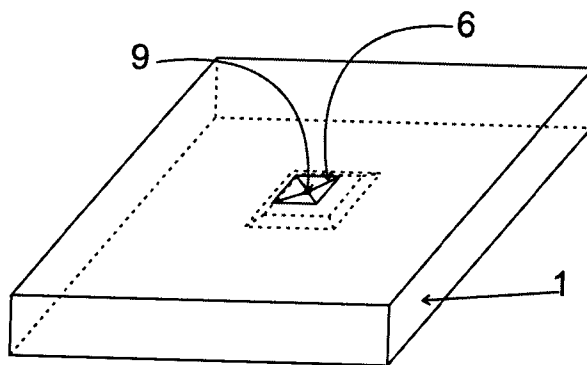


FIG. 3



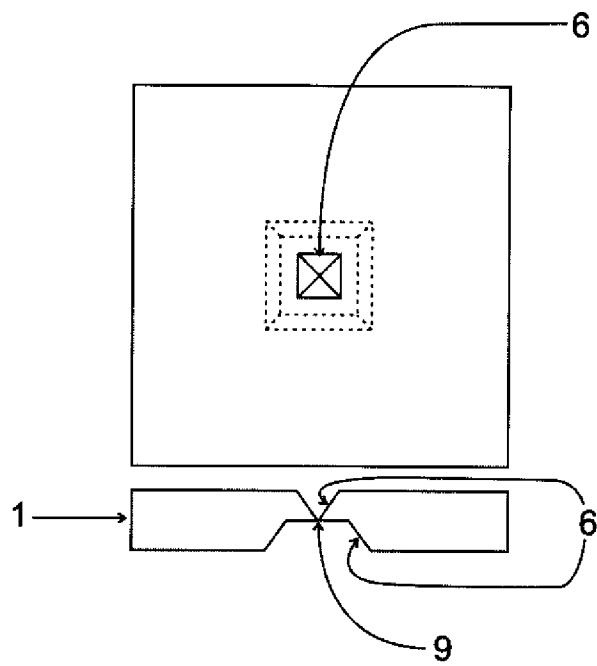


FIG. 4

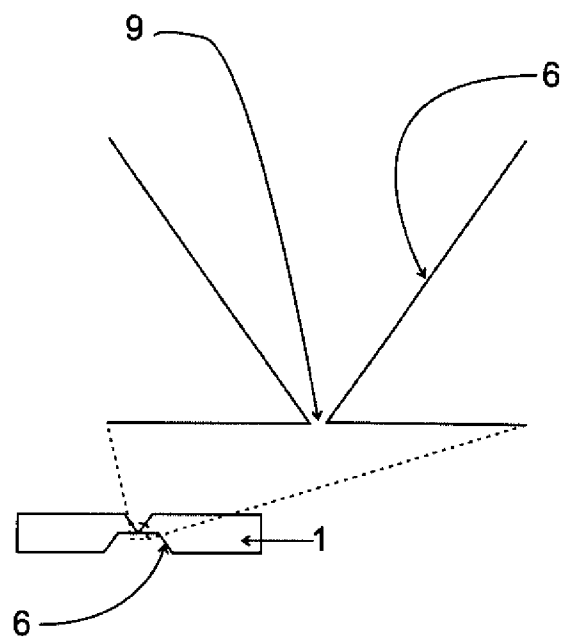


FIG. 5

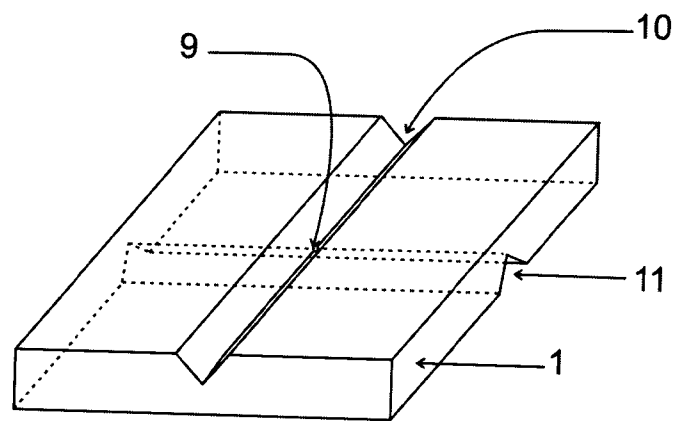


FIG. 6

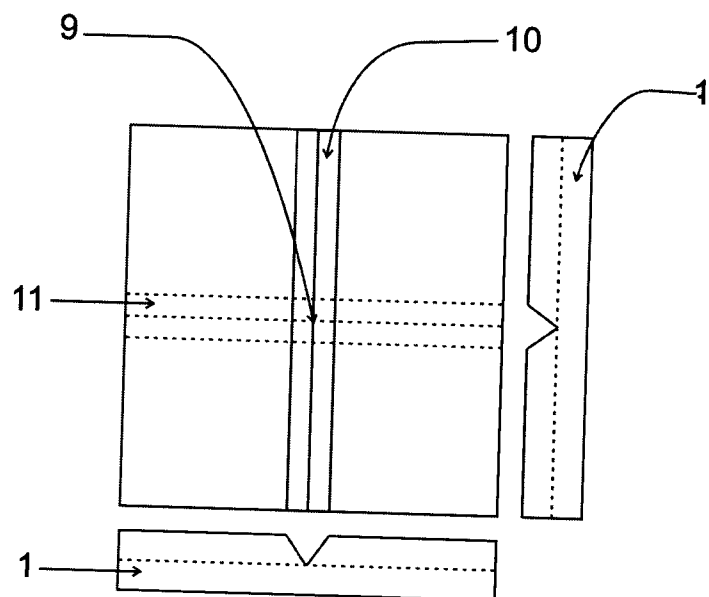


FIG. 7

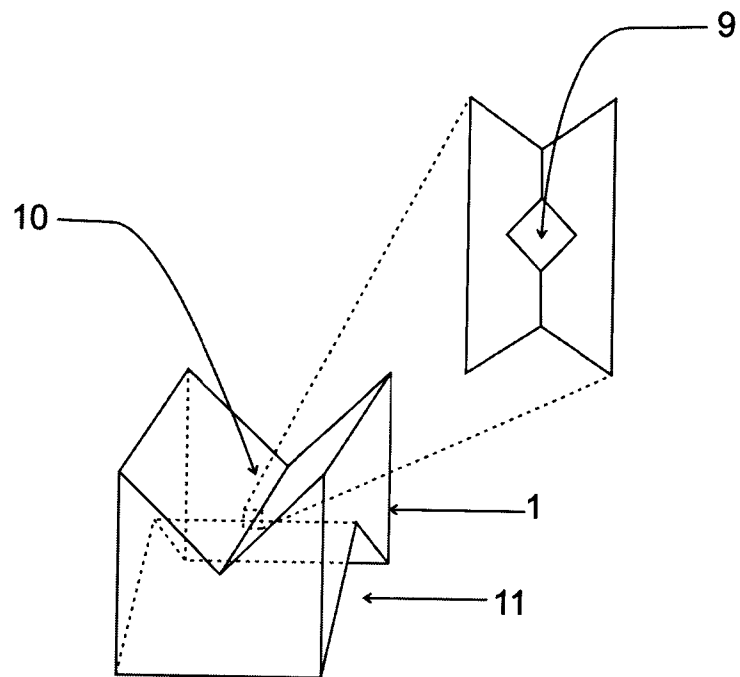


FIG. 8

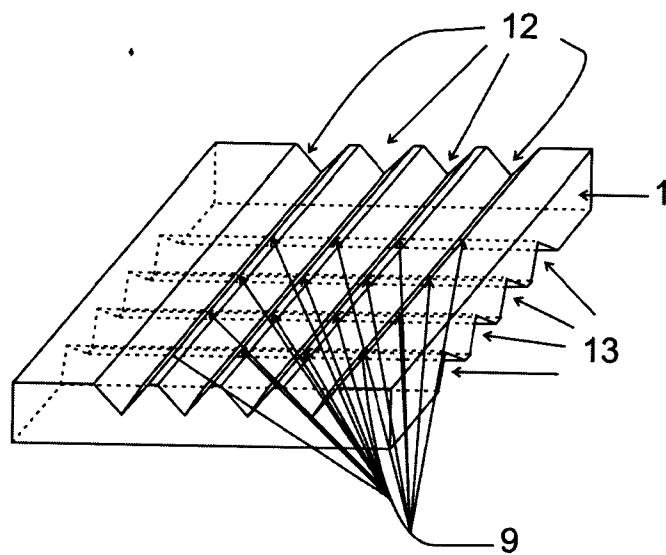


FIG. 9

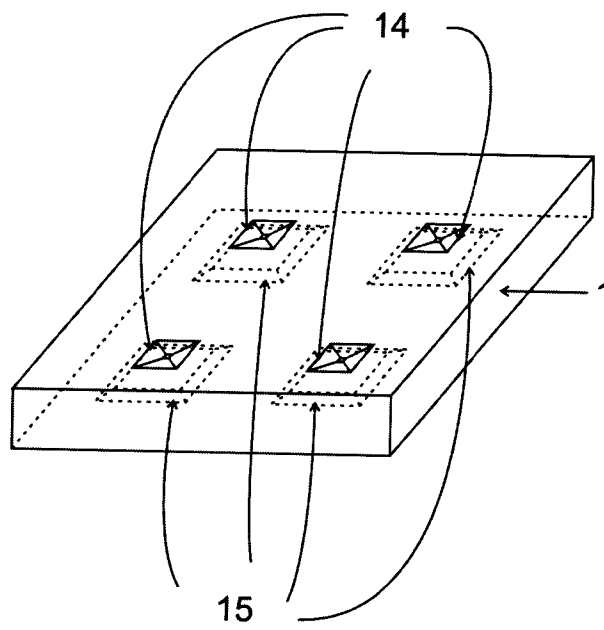


FIG. 10

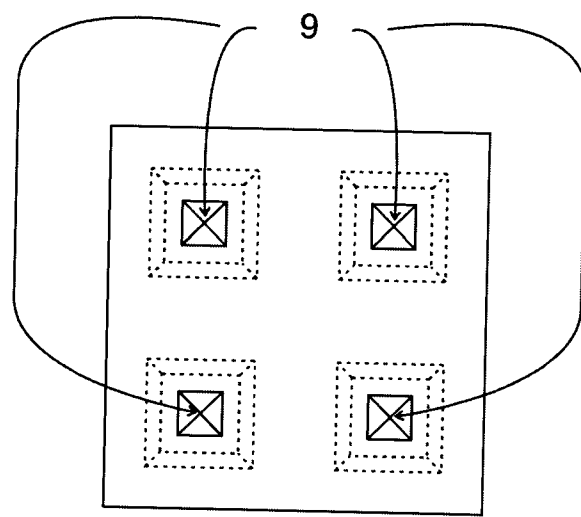


FIG. 11

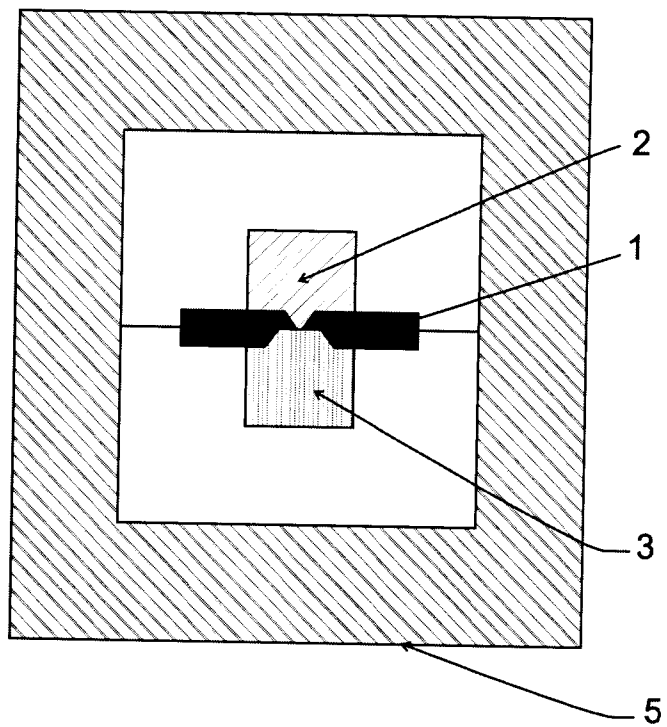


FIG. 12

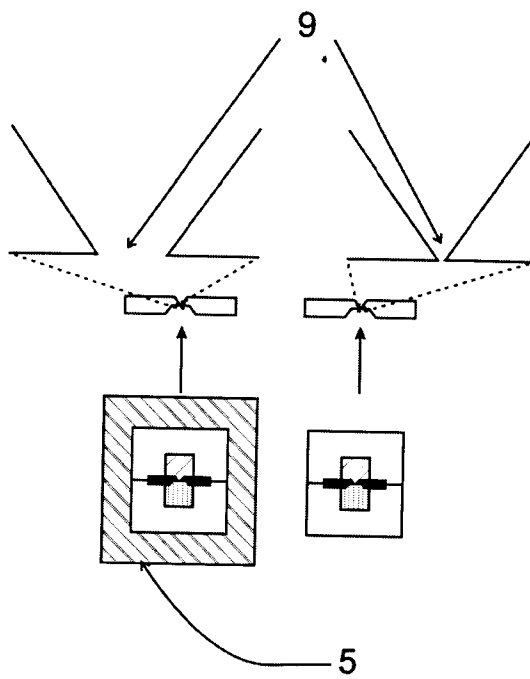


FIG. 13

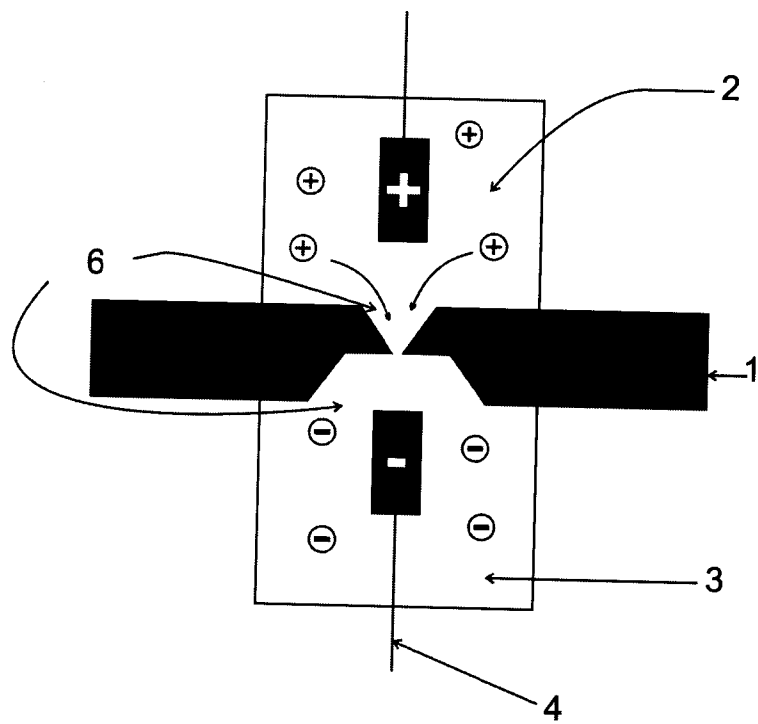


FIG. 14

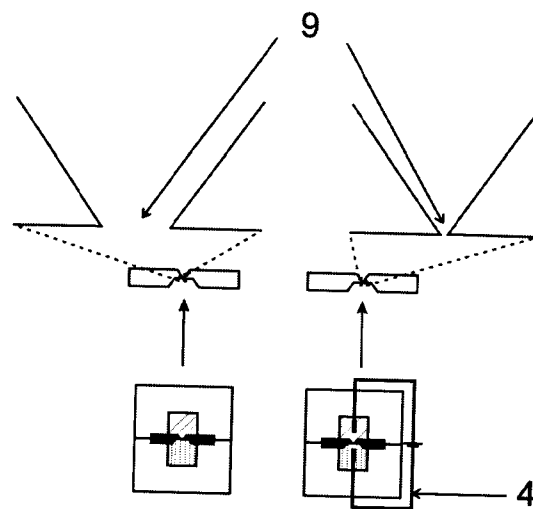


FIG. 15

## RESUMEN

La invención se refiere a un método para fabricar un poro, o un arreglo de poros de estado sólido. Consiste en la fabricación de poros realizando un ataque químico sobre un sustrato conteniendo las formas deseadas en una capa resistente, y frenando este ataque químico por medio de una reacción química de frenado, cuando se produce la formación del poro.

El método permite el frenado automático del proceso de fabricación del poro, sin necesidad de la intervención de un agente externo, cuando este tiene dimensiones de entre 1 nm hasta 200 micrones, y permite ubicar los poros en lugares específicos del sustrato pudiendo formar uno o un arreglo de ellos.

El método se realiza depositando una capa de material resistente al ataque químico en ambas caras del sustrato, generando formas sobre las mismas, se produce un 1º ataque con un agente químico en ambas caras del sustrato dando estructuras terminadas en finas puntas en ambas caras. Luego se lava y se expone solo una de las caras del sustrato a un 2º ataque, mientras que la cara opuesta es expuesta al agente químico de frenado. Con el avance del ataque, la estructura terminada en fina punta crece hasta el punto de encontrarse con la cara opuesta y la reacción de ataque es frenada por el agente químico de frenado, formando un poro en cada punto de intersección.



Trámite: 12073830 PATENTES Importe: \$500.-

Fecha/Hora: 04/05/2012 14:49:29.507

Agente: FERNANDEZ JORGE ANIBAL



(19)

I.N.P.I.  
REPUBLICA ARGENTINA

(51)

INT. CL.:

(12) ☒

PATENTE DE INVENCION

☐

MODELO DE UTILIDAD

(22) FECHA PRESENTACION:

(30) DATOS PRIORIDAD:

(41) FECHA PUBLICACION SOLICITUD:  
BOLETIN N°:

(61) ADICIONAL A:

(62) DIVISIONAL DE:

(71) SOLICITANTE(S):

Comisión Nacional de  
Energía Atómica

(72)

INVENTOR(ES): Lerner Betiana, Perez  
Maximiliano Sebastian, Berli Claudio,  
Lasorza Carlos, Lamagna Alberto, Sacco  
Francisco, Salmoral Elda María

(74)

AGENTE: 1812

(83)

DEPOS. MICROORGANISMOS:

(54) TITULO DE LA INVENCION:

METODO AUTOCONTROLABLE DE FABRICACION DE MICRO Y NANOPOROS ESPECIFICAMENTE  
LOCALIZADOS

(57) RESUMEN:

La invención se refiere a un método para fabricar un poro, o un arreglo de poros de estado sólido. Consiste en la fabricación de poros realizando un ataque químico sobre un sustrato conteniendo las formas deseadas en una capa resistente, y frenando este ataque químico por medio de una reacción química de frenado, cuando se produce la formación del poro.

El método permite el frenado automático del proceso de fabricación del poro, sin necesidad de la intervención de un agente externo, cuando este tiene dimensiones de entre 1 nm hasta 200 micrones, y permite ubicar los poros en lugares específicos del sustrato pudiendo formar uno o un arreglo de ellos.

El método se realiza depositando un capa de material resistente al ataque químico en ambas caras del sustrato, generando formas sobre las mismas, se produce un 1° ataque con un agente químico en ambas caras del sustrato dando estructuras terminadas en finas puntas en ambas caras. Luego se lava y se expone solo una de las caras del sustrato a un 2° ataque, mientras que la otra cara es expuesta al agente químico de frenado. Con el avance del ataque, la estructura terminada en fina punta crece hasta el punto de encontrarse con la cara opuesta y la reacción de ataque es frenada por el agente químico de frenado, formando un poro en cada punto de intersección.

FIGURA MAS REPRESENTATIVA N°: 1

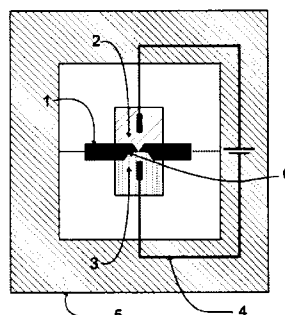


FIG. 1

AR